



**HAL**  
open science

# Comportement mécanique à température ambiante d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en alliage de zirconium

Duc Vinh Nguyen

► **To cite this version:**

Duc Vinh Nguyen. Comportement mécanique à température ambiante d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en alliage de zirconium. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris-Saclay, 2021. Français. NNT : 2021UPAST009 . tel-03153296

**HAL Id: tel-03153296**

**<https://theses.hal.science/tel-03153296>**

Submitted on 26 Feb 2021

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

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

# Comportement mécanique à température ambiante d'un revêtement de Cr déposé sur un substrat en alliage de Zr

## Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay

École doctorale n° 579- SMEGMAg  
Sciences Mécaniques et Énergétiques, Matériaux et Géosciences  
Spécialité de doctorat : Mécanique des matériaux  
Unité de recherche : CEA/DES/ISAS/DMN/SRMA/LC2M  
Réfèrent : ENS Paris-Saclay

Thèse présentée et soutenue à Saclay, le 11 Janvier 2021, par  
**Duc Vinh NGUYEN**

### Composition du Jury

<b>Guillaume KERMOUCHE</b> Professeur des Universités, EMSE	Président
<b>Jérôme CRÉPIN</b> Directeur de Recherche, MINES ParisTech	Rapporteur
<b>Dominique LEGUILLON</b> Directeur de Recherche émérite CNRS, Sorbonne Université	Rapporteur
<b>François HILD</b> Directeur de Recherche CNRS, ENS Paris-Saclay	Examineur
<b>François WILLOT</b> Chargé de Recherche, MINES ParisTech	Examineur
<b>Jean-Christophe BRACHET</b> Ingénieur de Recherche, CEA	Encadrant
<b>Matthieu LE SAUX</b> Enseignant-Chercheur, ENSTA Bretagne	Encadrant
<b>Lionel GÉLÉBART</b> Ingénieur de Recherche, CEA	Directeur de thèse
<b>Karl BUCHANAN</b> Ingénieur de Recherche, Framatome	Invité
<b>Édouard POUILLIER</b> Ingénieur de Recherche, EDF	Invité



# Remerciements

La réalisation d'une thèse n'est certainement pas un chemin solitaire. Je n'aurais pas pu y arriver sans le soutien de plusieurs personnes avec lesquelles j'ai eu de la chance de travailler durant ces trois années d'études. Je profite de ces dernières lignes pour leur témoigner de toute ma gratitude.

Mes remerciements vont avant tout à mes chers encadrants, ceux qui m'ont offert cette opportunité professionnelle et qui m'ont supporté à tous moments durant cette aventure. D'abord, je remercie mon directeur de thèse Lionel Gélébart pour son suivi rigoureux, son exigence et sa patience au cours des discussions parfois tendues et jusqu'à la tombée de la nuit. Lionel, j'apprécie ta disponibilité mais aussi ton enthousiasme et ta bonne humeur. Ensuite, je souhaite exprimer ma gratitude à mon encadrant principal, Matthieu Le Saux. Merci, du fond du cœur, pour tes conseils pédagogiques, tes encouragements, l'autonomie que tu me donnes et la révision très attentive de mes communications publiques, notamment ce long manuscrit. De plus, je te remercie beaucoup de m'avoir suivi jusqu'à la fin malgré un emploi de temps certainement très serré après ton déplacement. Enfin, je voudrais exprimer ma reconnaissance à mon deuxième encadrant Jean-Christophe Brachet pour les échanges occasionnelles mais très riches. Je suis certain de ne pas avoir profité assez de vos connaissances impressionnantes dans le domaine de la métallurgie.

Je tiens à remercier les membres de mon jury de thèse pour l'intérêt avec lequel ils ont accepté d'évaluer ce travail. Toute ma gratitude à Jérôme Crépin et Dominique Leguillon pour leur lecture attentive de ce manuscrit suivie par des rapports très critiques en tant que rapporteurs, à Guillaume Kermouche d'avoir conduit le débat en tant que président de jury, ainsi qu'à François Hild, et François Willot en tant qu'examinateurs. Je remercie également Karl Buchanan (Framatome) et Édouard Pouillier (EDF) pour leur participation en tant qu'invités. La présence de vous tous, sur place ou à distance, ainsi que vos questions et suggestions très pertinentes, ont rendu la soutenance vivante et mémorable.

Cette thèse a été menée au sein du Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA) et du Laboratoire d'étude du Comportement Mécanique des Matériaux (LC2M) au CEA Paris-Saclay. Je tiens à remercier Laurence Portier, chef du SRMA, et Ludovic Vincent, chef du LC2M, de m'avoir accueilli au sein de l'équipe de recherche. Je remercie également Hervé Palanchar, chef du projet ainsi qu'aux ingénieurs chercheurs à EDF et Framatome, pour leur assistance durant cette période.

Ce travail n'aurait pas été réussi sans le soutien de mes collègues du CEA. Ainsi, je les remercie pour m'avoir aidé à préparer les éprouvettes, à réaliser les essais expérimentaux, à faire des observations post-essai mais aussi pour les discussions tout au long de ces trois années : Jean-Philippe Bonthonneau, Élodie Rouesne, Stéphane Urvoy, Benoît Arnal, Joel Ribis, Jérôme Garnier, Raphaëlle Guillou, Thomas Guilbert, Marie Dumerval, Guillaume Nony, Thierry Vandenberghe, Véronique Rabeau, Louis Ziolk. De plus, un grand merci à Arnaud Courcelle, Jean-Michel Scherer et Rudy Boussemart au SEMI pour leur aide purement volontaire lors de mes visites.

Les collaborations extérieures sont une partie de la recherche. Cette thèse ne fait pas une exception. Je tiens à remercier Eva Hériprié, Pierre Arnaud et Jan Negggers (CentraleSupélec), Vincent Michel (Arts et Métiers ParisTech) et Andrew King (Synchrotron SOLEIL) pour leur accueil amical, leur ouverture

lors des discussions. Votre partage de connaissances m'a beaucoup enrichi.

C'est maintenant le moment de dire merci à tous les thésards et toutes les personnes avec qui j'ai partagé mon quotidien au CEA. Merci à Aldo, Noé, Romain et Cécilia avec qui j'ai eu un grand plaisir à partager le bureau. Merci à Thái, Hưng, Minh pour la bonne ambiance lors des repas à midi et le soir. Je remercie également Nathalie, Cathy, Karine et Stessy pour leur gentillesse constante et leur efficacité dans les démarches administratives. Sans vous tous, ces trois années ne seraient pas passées si vite.

Pour terminer, je dois exprimer ma profonde gratitude à mes parents pour leurs encouragements et leur soutien inconditionnel de l'autre côté de la Terre. Merci aussi à mes amis, en France ou au Vietnam, qui sont toujours à mes côtés quand j'en ai besoin. Enfin, je veux dire tout mon amour à Dương pour les bons moments et en particulier les moments difficiles passés ensemble depuis 5 années.

Merci à tous!

# Liste des acronymes, des notations et des symboles

## Acronymes

AE	« Acoustic Emission » ou émission acoustique
APRP	Accident par Perte de Réfrigérant Primaire
DIC	« Digital Image Correlation » ou corrélation d'images numériques
E-ATF	« Enhanced Accident Tolerant Fuels »
EBSD	« Electron BackScatter Diffraction » ou diffraction des électrons rétrodiffusés
FIB	« Focused Ion Beam » ou faisceau d'ions focalisés
HiPIMS	« High Power Impulse Magnetron Sputtering »
IPG	Interaction mécanique Pastille-Gaine
LC2M	Laboratoire d'étude du Comportement Mécanique des Matériaux
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
MET	Microscopie Électronique en Transmission
PVD	« Physical Vapor Deposition » ou dépôt physique en phase vapeur
REP	Réacteur nucléaire à eau pressurisée
SRMA	Service de Recherches Métallurgiques Appliquées
SRS	« Strain-Rate Sensitivity » ou coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation
TTDF	Température de Transition Ductile-Fragile

## Notations

$a, A$	Scalaire
$\mathbf{a}, \mathbf{A}$	Vecteur de composantes $a_i, A_i$
$\underline{\mathbf{A}}$	Tenseur d'ordre 2 de composantes $A_{ij}$
$\underline{\underline{\mathbf{A}}}$	Tenseur d'ordre 4 de composantes $A_{ijkl}$
$\underline{\mathbf{I}}$	Tenseur identité d'ordre 2 de composantes $\delta_{ij}$
$\underline{\underline{\mathbf{I}}}$	Tenseur identité d'ordre 4 de composantes $\delta_{ik}\delta_{jl}$
$\square^f$	Exposant désignant le revêtement (« film »)
$\square^{f0}$	Exposant désignant le revêtement à l'état non fissuré
$\square^s$	Exposant désignant le substrat
$\square^i$	Exposant désignant la couche intermédiaire entre le revêtement et le substrat
$\square^c$	Exposant désignant les voxels de fissure utilisés dans les simulations avec AMITEX_FFTP (« crack »)
$i$	Unité imaginaire ( $i^2 = -1$ )
$\hat{f}$	Transformée de Fourier de la fonction $f$
$\text{Tr}(\underline{\mathbf{A}})$	Trace du tenseur d'ordre 2 $\underline{\mathbf{A}}$
$\underline{\mathbf{A}}^H$	Partie sphérique (hydrostatique) du tenseur d'ordre 2 $\underline{\mathbf{A}}$
$\underline{\mathbf{A}}^D$	Déviateur du tenseur d'ordre 2 $\underline{\mathbf{A}}$

## Symboles

E	Module d'Young
$\nu$	Coefficient de Poisson
$\mu$	Module de cisaillement
K	Module d'élasticité isostatique
$h$	Épaisseur du revêtement
H	Épaisseur du substrat
$\underline{\mathbf{F}}$	Tenseur du gradient de la transformation
$\underline{\boldsymbol{\sigma}}$	Tenseur des contraintes de Cauchy
$\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}$	Tenseur des déformations linéaires

# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>iii</b>
<b>Liste des acronymes, des notations et des symboles</b>	<b>v</b>
Acronymes . . . . .	v
Notations . . . . .	vi
Symboles . . . . .	vi
<b>Table des matières</b>	<b>vii</b>
<b>I Contexte et objectifs</b>	<b>1</b>
I.1 Réacteur nucléaire à eau pressurisée . . . . .	2
I.2 Assemblage et gaine combustible . . . . .	2
I.3 Conditions de sollicitation de la gaine . . . . .	3
I.4 Nouveau concept de gainage . . . . .	5
I.5 Objectifs et démarche de la thèse . . . . .	6
<b>II Matériaux étudiés</b>	<b>9</b>
II.1 Substrat en alliages de zirconium . . . . .	10
II.1.1 Zirconium . . . . .	10
II.1.2 Alliages de zirconium utilisés . . . . .	11
II.1.3 Synthèse bibliographique sur le comportement mécanique des alliages de zirconium . . . . .	12
II.2 Revêtement de chrome . . . . .	21
II.2.1 Chrome . . . . .	21
II.2.2 Système Zr-Cr . . . . .	22
II.2.3 Procédé de dépôt du revêtement - PVD . . . . .	22
II.2.4 Revêtements de l'étude à l'état de réception . . . . .	26
II.3 Synthèse bibliographique sur le comportement mécanique du chrome . . . . .	32
II.3.1 Dilatation thermique . . . . .	32
II.3.2 Élasticité . . . . .	32
II.3.3 Température de transition ductile-fragile . . . . .	36
II.3.4 Mécanisme de rupture fragile . . . . .	40
II.3.5 Contrainte d'écoulement plastique . . . . .	40
II.3.6 Mécanisme de déformation plastique . . . . .	42
II.4 Synthèse . . . . .	45
<b>III Étude expérimentale du comportement mécanique du revêtement</b>	<b>47</b>
III.1 Introduction sur l'endommagement des revêtements . . . . .	48
III.1.1 Modes de rupture . . . . .	48
III.1.2 Cinétique de fissuration . . . . .	49
III.1.3 Synthèse sur les techniques expérimentales . . . . .	49
III.2 Fissuration du revêtement en fonction de la biaxialité du chargement . . . . .	51



III.2.1	Méthodes expérimentales . . . . .	51
III.2.2	Résultats . . . . .	60
III.3	Plasticité et fissuration du revêtement à l'échelle de la microstructure en traction uniaxiale . . . . .	79
III.3.1	Méthodes expérimentales . . . . .	79
III.3.2	Résultats . . . . .	84
III.4	Synthèse . . . . .	100
<b>IV</b>	<b>Simulation de la fissuration du revêtement</b>	<b>103</b>
IV.1	Bilan bibliographique . . . . .	104
IV.1.1	Introduction . . . . .	104
IV.1.2	Fissuration « channeling » du revêtement - Critère énergétique . . . . .	106
IV.1.3	Taux de restitution d'énergie de la fissuration « channeling » - Fissure isolée . . . . .	108
IV.1.4	Critère énergétique ou critère en contrainte maximale ? . . . . .	114
IV.1.5	Effets des fissures pré-existantes - Résultats numériques . . . . .	117
IV.1.6	Évolution de la densité de fissures - Modèles analytiques . . . . .	120
IV.2	Méthodologie mise en œuvre . . . . .	123
IV.2.1	Méthode de FFT - Solveur AMITEX_FFTP . . . . .	123
IV.2.2	Maillage . . . . .	126
IV.2.3	Chargement mécanique . . . . .	128
IV.2.4	Lois de comportement du revêtement et du substrat . . . . .	128
IV.2.5	Simulation de la fissuration . . . . .	130
IV.2.6	Calcul du taux de restitution d'énergie associé à la fissuration du revêtement . . . . .	130
IV.3	Validation de la méthodologie . . . . .	132
IV.3.1	Travaux de Beuth et al. . . . .	132
IV.3.2	Substrat élastique linéaire . . . . .	134
IV.3.3	Substrat élastique non linéaire . . . . .	135
IV.3.4	Substrat élasto-plastique . . . . .	136
IV.4	Seuil de fissuration sous un chargement uniaxial . . . . .	137
IV.4.1	Substrat élastique linéaire . . . . .	137
IV.4.2	Substrat élasto-plastique . . . . .	140
IV.5	Cinétique de fissuration . . . . .	149
IV.5.1	Substrat élastique linéaire . . . . .	149
IV.5.2	Substrat élasto-plastique . . . . .	156
IV.6	Synthèse et perspectives . . . . .	168
<b>V</b>	<b>Conclusions générales et perspectives</b>	<b>171</b>
	Conclusions générales . . . . .	171
	Perspectives . . . . .	174
	<b>Bibliographie</b>	<b>177</b>
<b>A</b>	<b>Observation des dislocations dans un revêtement de chrome recristallisé</b>	<b>193</b>
A.1	Matériau . . . . .	193
A.2	Essai de traction <i>in situ</i> sous MEB . . . . .	194
A.3	Prélèvement des lames minces . . . . .	195
A.4	Observation des dislocations au MET . . . . .	196
A.5	Conclusion . . . . .	198

<b>B</b>	<b>Qualification des essais expérimentaux</b>	<b>199</b>
B.1	Profil des déformations diamétrales et incertitude sur la mesure lors des essais biaxés	199
B.2	Choix des paramètres de corrélation d'images - Erreur de mesure . . . . .	201
B.2.1	Essais biaxés . . . . .	201
B.2.2	Essais de traction <i>in situ</i> sous MEB . . . . .	203
<b>C</b>	<b>Essai de traction <i>in situ</i> sous MEB sur Zircaloy-4 détendu revêtu</b>	<b>207</b>
C.1	Mise en place . . . . .	207
C.2	Résultats . . . . .	208
<b>D</b>	<b>Essais de microcompression</b>	<b>213</b>
D.1	Préparation des piliers . . . . .	213
D.2	Essais de compression . . . . .	215
D.3	Premiers résultats . . . . .	215
D.4	Conclusion . . . . .	217
<b>E</b>	<b>Modèles analytiques sur la fissuration du revêtement</b>	<b>219</b>
E.1	Modèle de Hu et Evans . . . . .	219
E.2	Modèle de Mezin et al. . . . .	221
E.3	Modèle de Nairn et Kim . . . . .	223
E.4	Modèle de Xia et Hutchinson . . . . .	226
E.5	Modèle de McGuigan et al. . . . .	228
E.6	Modèle de Hsueh et Yanaka . . . . .	230
E.7	Modèle de Yin et al. . . . .	233
E.8	Modèle de Zhang et al. . . . .	236
E.9	Résumé des hypothèses . . . . .	244
<b>F</b>	<b>Implémentation des lois de comportement</b>	<b>245</b>
F.1	Introduction . . . . .	245
F.2	Loi d'élasticité non linéaire . . . . .	245
F.3	Loi d'écoulement plastique équivalente . . . . .	248
<b>G</b>	<b>Travail des efforts externes imposés dans le cas de la méthode FFT</b>	<b>251</b>
G.1	Démonstration . . . . .	251
G.2	Test de validation . . . . .	253
<b>H</b>	<b>Étude paramétrique pour les simulations numériques</b>	<b>255</b>
H.1	Étude de validation de la méthodologie - Fissuration d'un revêtement due aux contraintes résiduelles . . . . .	255
H.1.1	Substrat élastique linéaire . . . . .	256
H.1.2	Substrat élastique non linéaire . . . . .	256
H.2	Calculs du taux de restitution d'énergie associé au seuil de fissuration . . . . .	257
H.3	Calculs du taux de restitution d'énergie associé à la fissuration séquentielle . . . . .	259
H.3.1	Substrat élastique linéaire . . . . .	259
H.3.2	Substrat élasto-plastique . . . . .	259



## Contexte et objectifs

### Sommaire du présent chapitre

---

<b>I.1 Réacteur nucléaire à eau pressurisée</b>	<b>2</b>
<b>I.2 Assemblage et gaine combustible</b>	<b>2</b>
<b>I.3 Conditions de sollicitation de la gaine</b>	<b>3</b>
<b>I.4 Nouveau concept de gainage</b>	<b>5</b>
<b>I.5 Objectifs et démarche de la thèse</b>	<b>6</b>

---

Cette thèse porte sur un nouveau concept de gaines pour les crayons constituant les assemblages combustibles des réacteurs nucléaires à eau pressurisée (REP).

## I.1 Réacteur nucléaire à eau pressurisée

Le REP est actuellement le type de réacteur le plus répandu en France et dans le monde. Il est constitué de trois circuits indépendants (Figure I.1). Dans le premier circuit dit primaire situé dans une enceinte de confinement, de l'eau légère est utilisée comme fluide caloporteur et modérateur; cette eau récupère la chaleur générée par la réaction en chaîne de fission nucléaire se produisant au sein des pastilles de combustible et refroidit le cœur du réacteur. L'eau est maintenue à l'état liquide sous haute pression (environ 150 bar) par un pressuriseur, ce qui différencie les REP des réacteurs à eau bouillante. L'eau dans le circuit secondaire se vaporise au niveau d'un générateur de vapeur où elle échange de la chaleur avec l'eau du circuit primaire; cette vapeur fait tourner une turbine qui entraîne à son tour un alternateur. Avant de retourner au générateur de vapeur, l'eau à l'état vapeur est retransformée à l'état liquide grâce à un condenseur dans lequel circule de l'eau froide en provenance de la mer ou d'un fleuve. Ce troisième circuit est appelé circuit de refroidissement.

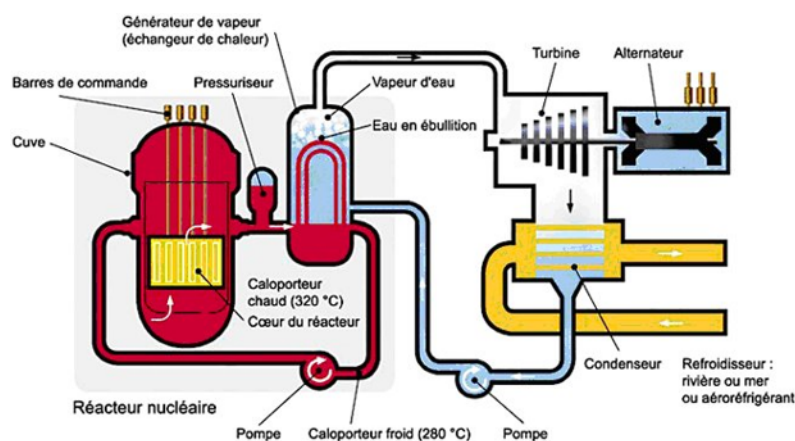


FIGURE I.1 – Schéma d'un réacteur nucléaire à eau pressurisée (source : <http://www.cea.fr/>).

## I.2 Assemblage et gaine combustible

Le cœur des réacteurs nucléaires est constitué de plusieurs assemblages combustibles. Des pastilles frittées d'oxyde d'uranium enrichi ou d'oxyde mixte de plutonium et uranium sont empilées dans des tubes en alliage de zirconium, appelés gaines, d'environ 4 mètres de longueur. L'ensemble pastilles-gaine constitue un crayon. Les crayons sont bouchés aux deux extrémités et sont pressurisés avec de l'hélium sous une pression de quelques dizaines de bar à température ambiante afin de compenser partiellement la pression externe en service. En France, un assemblage combustible est souvent constitué de 17x17 tubes soit 264 crayons combustibles, 24 tubes guides et un tube d'instrumentation. La réaction en chaîne de fission est notamment contrôlée par l'insertion des barres de contrôle absorbant les neutrons [1].

Les gaines jouent le rôle de première barrière de confinement des produits radioactifs. Leur géométrie typique pour les assemblages 17x17 est illustrée sur la Figure I.2.

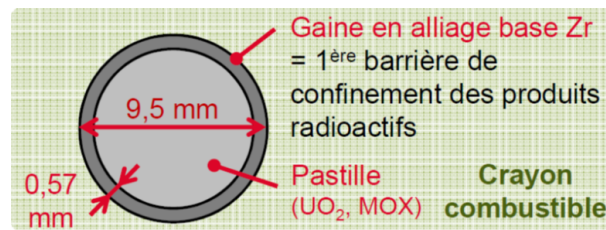


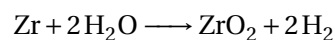
FIGURE I.2 – Crayon combustible nucléaire.

Dans un premier temps, l'acier inoxydable a été utilisé comme matériau de gainage mais il induisait une pénalité neutronique significative en absorbant des neutrons, ce qui imposait de viser des enrichissements élevés en  $U^{235}$  augmentant le coût du combustible. Depuis quelques dizaines d'années, les alliages de zirconium sont utilisés comme matériau de gainage de référence.

### I.3 Conditions de sollicitation de la gaine

En conditions nominales de fonctionnement et tout particulièrement en conditions accidentelles hypothétiques, les gaines sont soumises à des conditions *extrêmes* :

- Une température élevée : en conditions nominales, tandis que la température moyenne de l'eau du circuit primaire est d'environ 280-320°C, la température de la gaine peut atteindre localement 360°C. En conditions accidentelles comme par exemple lors d'un Accident par Perte de Réfrigérant Primaire (APRP), sa température peut monter jusqu'à 1200°C avant le déclenchement du renoyage du coeur [2-5].
- Une irradiation neutronique continue : les collisions élastiques avec les neutrons générés lors de la fission nucléaire induisent des cascades de déplacements d'atomes qui détériorent généralement les propriétés thermomécaniques du matériau de gainage [6].
- Un milieu très oxydant : en conditions nominales, la gaine au contact de l'eau du circuit primaire s'oxyde et s'hydrure, ce qui affecte les propriétés thermomécaniques du matériau [1]. La réaction d'oxydation est :



Une couche d'oxyde ( $ZrO_2$ ) externe de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres se forme [7, 8]. Cette couche présente une faible conductivité thermique qui gêne l'évacuation des calories. Une partie de l'hydrogène ( $H_2$ ) libéré par la réaction d'oxydation est absorbée par le matériau de gainage [9-11]. La teneur en hydrogène « en fin de vie » des gaines va de quelques dizaines à quelques centaines de ppm massique selon l'alliage et les conditions d'utilisation. Si sa limite de solubilité dans le matériau est atteinte, l'hydrogène précipite sous la forme de plaquettes d'hydrures de zirconium [12]. L'augmentation de la teneur en hydrogène entraîne entre autres une fragilisation du matériau.

En conditions accidentelles d'APRP, lorsque l'eau du circuit primaire se vaporise suite à une dépressurisation et que la température de la gaine augmente, la cinétique d'oxydation est fortement accélérée et une quantité significative d'oxygène diffuse dans le métal [13-15]. Par ailleurs, en cas d'éclatement en conditions d'APRP, la gaine est susceptible d'absorber une

quantité significative d'hydrogène à haute température [16, 17]. La gaine endommagée est alors fragilisée [18, 19].

Dans de telles situations, les gaines doivent dans la mesure du possible conserver leur intégrité pour maintenir le réacteur en état sûr. Le matériau doit également disposer d'une certaine ductilité résiduelle à l'issue d'un accident pour, en particulier, garantir le maintien d'une géométrie refroidissable des assemblages combustibles. Suite à la catastrophe nucléaire de Fukushima en 2011, il y a eu un fort regain d'intérêt pour le développement de matériaux de gainage encore plus robustes, en conditions accidentelles notamment. En effet, lors de cet accident, l'oxydation sous vapeur d'eau à haute température des gaines en alliage de Zr a conduit à la formation d'hydrogène gazeux ( $H_2$ ), qui s'est accumulé en haut du bâtiment réacteur (après avoir été relâché volontairement par les opérateurs à l'extérieur de l'enceinte de confinement afin d'éviter une surpression) et a explosé, soufflant le bâtiment.

- Une forte pression et une interaction mécanique avec le combustible : à cause de la différence entre la pression externe (150 bar) et la pression interne (moins de 100 bar), les tubes de gainage sont soumis continûment à une pression externe en conditions normales de fonctionnement. Du fait notamment de la réduction du diamètre par fluage, la paroi interne du tube rentre en contact avec le combustible après un certain temps d'utilisation (il y a initialement un jeu de quelques dizaines de micromètres entre le combustible et la gaine) (Figure I.3). On parle d'Interaction mécanique Pastille-Gaine (IPG ou PCI pour « Pellet Clad Interaction »). Les pastilles nucléaires prennent une forme de « diablo » induisant, après contact avec la gaine, la formation de « plis » primaires au niveau de plans inter-pastilles. De plus, durant les rampes de puissance du réacteur, l'élévation de la température et le gonflement des pastilles dû à la formation de gaz de fission conduisent à un gonflement au centre de la pastille et ainsi à la formation de plis dits secondaires. Dans ces conditions, les gaines sont soumises à un chargement de type déplacement imposé et multiaxial (traction circonférentielle + traction axiale). Le rapport de biaxialité des déformations axiale et circonférentielle est théoriquement compris entre 0 (traction circonférentielle pure) et 1 (traction équibiaxiale) [20]. Si l'on considère un comportement mécanique isotrope de la gaine, cela correspond à un rapport entre les contraintes axiale et circonférentielle compris entre 0,5 et 1 [21]. Les gaines seraient encore plus sollicitées avec l'augmentation du nombre de rampes de puissance du parc nucléaire liée à l'augmentation des parts de l'éolien et du solaire dans le mix électrique [22]. Par ailleurs, en conditions accidentelles, comme lors d'un APRP par exemple durant lequel la pression externe chute, les tubes peuvent être sollicités en pression interne, ce qui peut conduire à leur ballonnement et à leur éclatement [23, 24].

Par conséquent, le matériau de gainage doit satisfaire un cahier des charges exigeant. Il faut notamment qu'il présente une bonne tenue mécanique à haute température pour assurer l'intégrité dimensionnelle des gaines pendant toute leur durée de vie. En effet, les crayons combustibles doivent rester étanches pour éviter le relâchement de produits de fission radioactifs dans le circuit primaire du réacteur. Les autres propriétés requises sont la transparence aux neutrons, la stabilité dimensionnelle sous irradiation et la résistance à la corrosion par l'eau du circuit primaire. Ces propriétés doivent être maintenues en fonctionnement normal ainsi que lors de différents scénarios d'accidents et également durant l'aval du cycle.

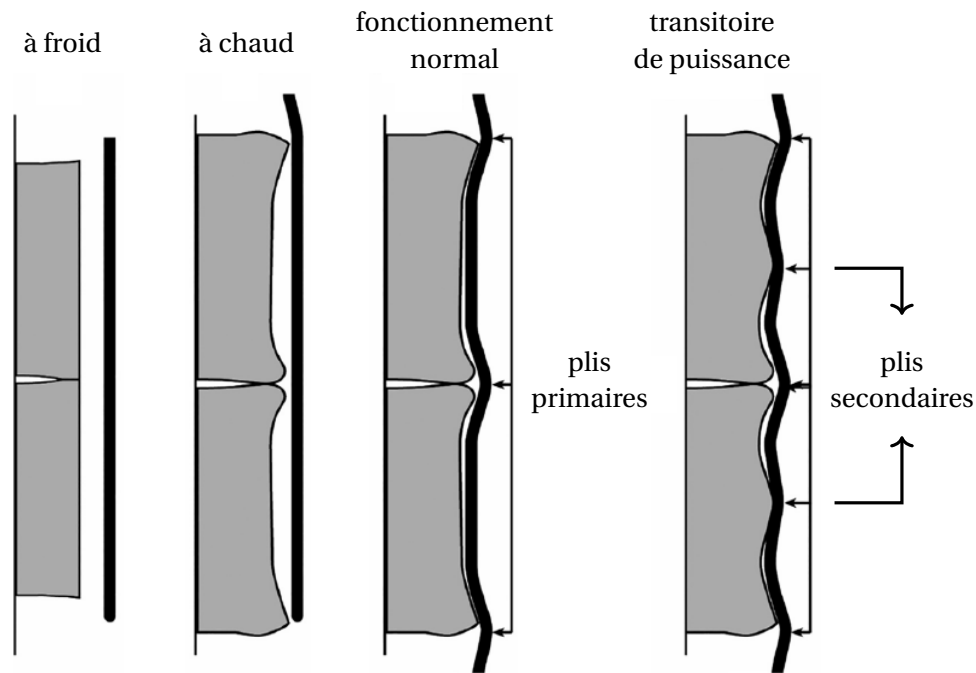


FIGURE I.3 – Illustration de l'interaction pastille-gaine (d'après [25]).

## I.4 Nouveau concept de gainage

La catastrophe de Fukushima a conduit à un investissement dans la recherche à l'échelle mondiale dans le but d'améliorer la sûreté des réacteurs pour les scénarios accidentels notamment. Entre autres pour les raisons décrites ci-dessus, des nouveaux concepts de gaines des crayons combustibles, dits E-ATF (« Enhanced Accident Tolerant Fuels »), sont développés tels que les gaines en alliages Fe-Cr-Al, les gaines en alliage de zirconium revêtues et les composites à matrice SiC renforcée de fibres de SiC (SiC/SiC) [26-29]. Un des objectifs principaux est de réduire la cinétique de corrosion de la gaine en conditions nominales ainsi qu'à haute température en conditions hypothétiques accidentelles, dans le but de limiter l'émission de chaleur et d'hydrogène ainsi que la fragilisation de la gaine et donc d'ajouter un certain délai avant que la gaine ne soit complètement fragilisée.

Dans ce contexte, le CEA étudie, en collaboration avec Framatome et EDF, le concept de gaines avec un revêtement relativement mince comme une solution à court terme. L'avantage de ce concept est que la géométrie générale des assemblages combustibles et le comportement macroscopique des gaines ne sont pas radicalement modifiés. De plus, il permet d'utiliser pour le revêtement (relativement mince) des éléments chimiques plus pénalisants en termes d'absorption neutronique. Plusieurs revêtements métalliques et céramiques déposés sur un substrat en alliage de zirconium par un dépôt physique en phase vapeur (PVD, « Physical Vapor Deposition ») ont été testés au CEA ces dernières années. Ainsi, un revêtement de chrome déposé selon un procédé hybride couplant deux procédés de type PVD-DC (« Direct Current », dépôt continu) et PVD-HiPIMS (« High-Power Impulse Magnetron Sputtering », dépôt pulsé) a été identifié comme étant le meilleur choix, vis-à-vis de la résistance à la corrosion [30]. Un tel procédé avec des paramètres de dépôt optimisés permet d'obtenir un revêtement dense avec absence de défaut visible dans l'épaisseur ou à l'interface avec le substrat, contrairement à ce qui avait été observé dans le cas des générations précédentes basées sur un procédé plus conventionnel PVD-DC [31-37].



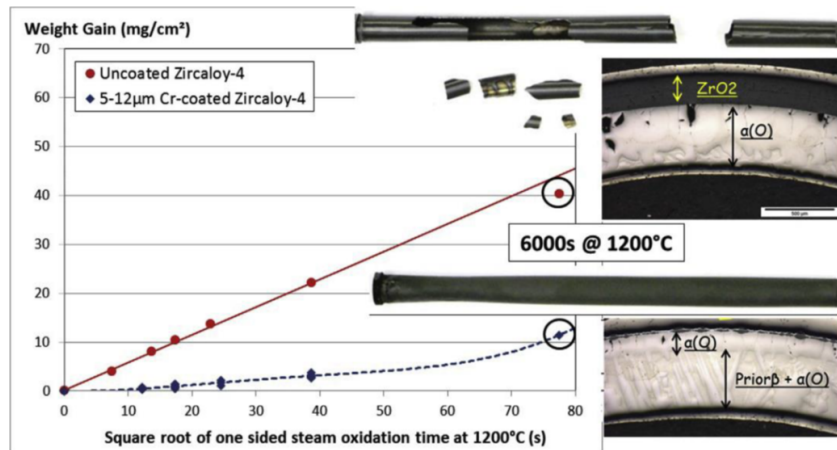


FIGURE I.4 – Évolution du gain en masse en fonction de la racine carrée du temps d'oxydation sous vapeur d'eau à 1200°C de gaines en Zircaloy-4 non revêtues et revêtues de 5-12 µm de chrome en surface externe ; quelques micrographies typiques post oxydation/trempe [30].

Les résultats d'ores et déjà obtenus ont montré que le revêtement de chrome de 10 à 20 micromètres d'épaisseur permet de ralentir significativement l'oxydation de la gaine, aussi bien en conditions nominales de fonctionnement en réacteur que dans certaines situations hypothétiques accidentelles [31-39]. La Figure I.4 illustre la différence de gain de masse entre une gaine en Zircaloy-4 non revêtue et une gaine en Zircaloy-4 revêtue de 5-12 µm de chrome en surface externe, lors d'une oxydation en surface externe à 1200°C sous vapeur d'eau [30].

## I.5 Objectifs et démarche de la thèse

Vis-à-vis de l'application envisagée, il est nécessaire de connaître le comportement mécanique du revêtement de chrome. Notamment, son endommagement doit rester limité en conditions d'utilisation en réacteur pour que le revêtement joue au mieux son rôle protecteur vis-à-vis de la corrosion. En particulier, il est important de connaître la déformabilité, l'adhérence au substrat et le seuil et la cinétique de fissuration du revêtement.

Les données disponibles dans la littérature sur le comportement mécanique du chrome sont peu nombreuses et concernent le chrome massif. Elles sont difficilement transposables au chrome d'intérêt ici, déposé par un procédé particulier sur un substrat spécifique et présentant en conséquence une microstructure très particulière (faible taille de grain, croissance colonnaire, forte texture cristallographique, présence de contraintes résiduelles, etc.). Par ailleurs, la sollicitation et la réponse mécanique du revêtement sont influencées par le comportement du substrat (ductile). Dans ce contexte, ces travaux de thèse ont pour but de mettre en place et en application une démarche permettant d'étudier le comportement mécanique du revêtement de Cr déposé sur un substrat en alliage de Zr. On s'est focalisé tout particulièrement sur son comportement à l'état de réception (*i.e.* non irradié ou oxydé) à 20°C, température à laquelle on s'attend à ce que le chrome soit fragile ou peu ductile. Les méthodes mises en place durant cette thèse pourraient pour la suite être appliquées pour étudier le comportement du revêtement dans le cas de gaines irradiées ou sollicitées à des températures plus élevées, plus représentatives des conditions d'utilisation de la gaine.

Les principales questions auxquelles cette thèse vise à apporter des réponses sont les suivantes :

- Le revêtement a-t-il un effet significatif sur le comportement mécanique global de la gaine à température ambiante ?
- Le revêtement est-il fragile ou ductile à température ambiante ?
- Quels sont les modes de fissuration ? Les fissures traversent-elles toute l'épaisseur du revêtement ? Se propagent-elles dans le substrat ? Le revêtement reste-t-il adhérent au substrat ?
- Quel est le seuil de fissuration du revêtement ?
- Quelle est la cinétique de fissuration du revêtement ? Sature-t-elle ? Si oui, pourquoi ?
- Quelle est l'influence de la biaxialité du chargement mécanique sur la fissuration du revêtement ?
- Quelle est l'influence de la déformation plastique du substrat (et du revêtement s'il y a lieu) sur la fissuration du revêtement ?
- Quelle est l'influence des contraintes internes (résiduelles) sur la fissuration du revêtement ?

Tout d'abord, pour répondre à ces questions, la fissuration et la déformabilité du revêtement sont étudiées expérimentalement à différentes échelles. Des outils de caractérisation adaptés à l'étude du comportement du revêtement sont mis en œuvre. Ces observations expérimentales sont ensuite interprétées par des simulations numériques, dans le but de comprendre et prévoir l'évolution de la fissuration du revêtement.

Le mémoire de thèse est structuré en trois parties principales. La première partie présente les matériaux mis en jeu et les caractéristiques spécifiques du revêtement étudié ici. Ensuite, la deuxième partie présente l'étude mécanique expérimentale menée à différentes échelles. Enfin, les simulations numériques sont abordées dans une troisième partie, avant de finir par des conclusions générales de la thèse.



## Matériaux étudiés

### Sommaire du présent chapitre

<b>II.1 Substrat en alliages de zirconium</b>	<b>10</b>
II.1.1 Zirconium . . . . .	10
II.1.2 Alliages de zirconium utilisés . . . . .	11
II.1.3 Synthèse bibliographique sur le comportement mécanique des alliages de zirconium . . . . .	12
<b>II.2 Revêtement de chrome</b>	<b>21</b>
II.2.1 Chrome . . . . .	21
II.2.2 Système Zr-Cr . . . . .	22
II.2.3 Procédé de dépôt du revêtement - PVD . . . . .	22
II.2.4 Revêtements de l'étude à l'état de réception . . . . .	26
<b>II.3 Synthèse bibliographique sur le comportement mécanique du chrome</b>	<b>32</b>
II.3.1 Dilatation thermique . . . . .	32
II.3.2 Élasticité . . . . .	32
II.3.3 Température de transition ductile-fragile . . . . .	36
II.3.4 Mécanisme de rupture fragile . . . . .	40
II.3.5 Contrainte d'écoulement plastique . . . . .	40
II.3.6 Mécanisme de déformation plastique . . . . .	42
<b>II.4 Synthèse</b>	<b>45</b>

Ce chapitre présente les matériaux étudiés durant cette thèse. Nous présentons tout d'abord le substrat en alliage de zirconium. Ses propriétés mécaniques doivent être prises en compte pour étudier le comportement du revêtement déposé à sa surface. Une synthèse bibliographique sur le comportement mécanique des alliages de zirconium est faite. Le procédé de dépôt du revêtement étudié et les caractéristiques microstructurales du revêtement sont ensuite abordés. Enfin, une synthèse bibliographique sur les propriétés mécaniques du chrome (massif) trouvées dans la littérature est présentée.

## II.1 Substrat en alliages de zirconium

### II.1.1 Zirconium

Le zirconium est un métal de transition de numéro atomique 40, de symbole Zr. Il appartient à la colonne IVB de la classification périodique des éléments (avec le titane et l'hafnium), avec 4 électrons dans la couche de valence et une configuration électronique  $[\text{Kr}]5s^24d^2$ . Son rayon atomique est de 0,160 nm [40]. Sa masse atomique est de  $91,224 \text{ g mol}^{-1}$  [41]. À température ambiante, sa densité est de  $6,51\text{-}6,52 \text{ g cm}^{-3}$  [40, 41]. Sa température de fusion est de  $1855^\circ\text{C}$  [41].

Le zirconium est trois fois plus abondant que le cuivre dans la croûte terrestre. Il se trouve sous la forme de zircon  $\text{ZrSiO}_4$  et de zircone ou dioxyde de zirconium  $\text{ZrO}_2$  [42]. Aujourd'hui, la méthode de séparation la plus utilisée est le procédé de Kroll [43] qui produit une masse métallique spongieuse appelée l'éponge de zirconium.

À l'état pur à pression atmosphérique, cet élément présente deux phases allotropiques [40] :

- Phase  $\alpha_{\text{Zr}}$  : structure cristalline hexagonale compacte (groupe d'espace  $P6_3/mmc$ ,  $a = 0,323 \text{ nm}$  et  $c/a = 1,594$  à température ambiante [44]), stable aux températures inférieures à  $866^\circ\text{C}$ .
- Phase  $\beta_{\text{Zr}}$  : structure cristalline cubique centrée (groupe d'espace  $Im\bar{3}m$ ,  $a = 0,362 \text{ nm}$  à  $980^\circ\text{C}$  [45]), stable de  $866^\circ\text{C}$  jusqu'à la température de fusion.

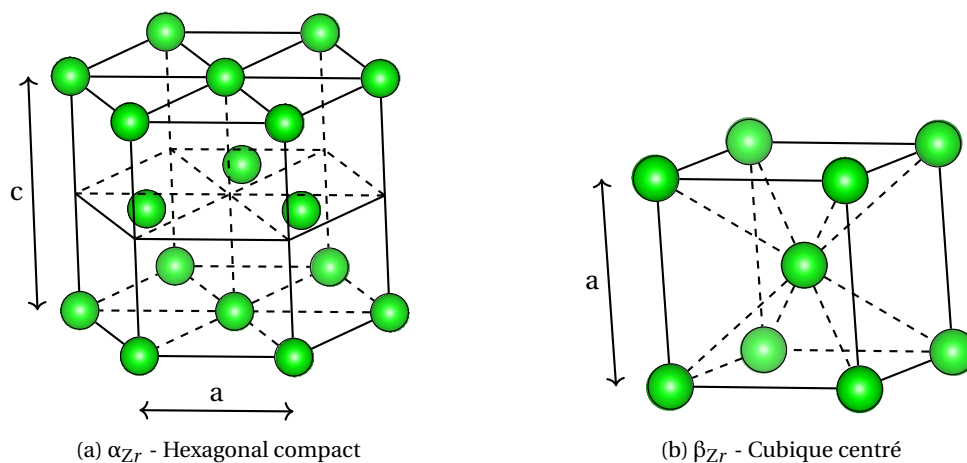


FIGURE II.1 – Illustration des mailles cristallines des deux phases allotropiques du zirconium.

Ce travail de thèse porte sur le comportement du matériau à la température ambiante, bien inférieure à la température de transformation de phases. Ainsi, le zirconium dans les substrats étudiés est en

phase  $\alpha_{Zr}$ .

### II.1.2 Alliages de zirconium utilisés

Les caractérisations présentées au Chapitre 3 ont été effectuées sur des échantillons issus de tubes de gainage en M5<sub>Framatome</sub> recristallisé ou de tôles en Zircaloy-4 détendu et en M5<sub>Framatome</sub> recristallisé (à la surface desquels un revêtement de Cr a été déposé, cf. Partie II.2).

**Fabrication** La production des alliages de zirconium commence par le compactage de l'éponge de zirconium avec la matière recyclée. Des éléments d'alliage sont mélangés par fusion des électrodes sous vide à plusieurs reprises pour faire en sorte que la composition chimique soit homogène. Des lingots de quelques tonnes sont ensuite mis en forme par forgeage dans les domaines de température  $\beta_{Zr}$  (>1000°C) et  $\alpha_{Zr} + \beta_{Zr}$  (600-900°C) puis refroidis de manière contrôlée en assurant une répartition homogène des précipités intermétalliques. La géométrie finale des tubes de gainage est mise en forme par une série de cycles de laminage à froid au pas de pèlerin [46] tandis que les tôles sont mises en forme par laminage à chaud et à froid. Le matériau subit ensuite plusieurs étapes de traitement thermique pendant quelques heures à des températures comprises entre 450 et 750°C selon l'alliage, pour relaxer les contraintes internes et obtenir la microstructure attendue [42, 47].

**Composition chimique et microstructure** Le Zircaloy-4 était jusqu'à encore récemment majoritairement utilisé pour les gaines des crayons combustibles dans les REP français. Avec les Zircaloy-1, 2, et 3, ils forment la famille des « Zircalloys ». Ces alliages sont composés essentiellement de zirconium, d'étain, de fer, de chrome et d'oxygène. L'étain et l'oxygène sont des éléments alphas<sup>1</sup> et se trouvent en solution solide de substitution et d'insertion respectivement. Ils permettent d'améliorer les caractéristiques mécaniques du matériau [48, 49]. Cependant, leur teneur doit rester limitée pour ne pas dégrader la résistance à la corrosion et la ductilité du matériau. En revanche, le fer et le chrome sont des éléments bêtas<sup>1</sup> et précipitent sous forme de phases secondaires intermétalliques  $Zr(Fe,Cr)_2$  (cas du Zircaloy-4) de quelques centaines de nanomètres de diamètre, répartis de manière à la fois intragranulaire et intergranulaire [50, 51]. Ils améliorent la résistance à la corrosion du matériau [52].

Plus récemment, pour répondre aux exigences croissantes (taux de combustion plus élevé, puissance augmentée, etc.), des alliages contenant du niobium, dont fait partie le M5<sub>Framatome</sub>, ont été développés. Avec une gamme de fabrication optimisée, l'ajout de Nb permet notamment d'augmenter la résistance à la corrosion [23, 47, 53, 54]. Le niobium est en partie en solution solide dans la phase  $\alpha_{Zr}$  et en partie sous forme de précipités riches en niobium d'environ 50 nm de diamètre et de précipités  $Zr(Nb,Fe,Cr)_2$  de 100-200 nm [53].

La composition chimique du Zircaloy-4 « bas étain » et du M5<sub>Framatome</sub> constituant le substrat du revêtement étudié dans cette étude peut être trouvée dans le Tableau II.1.

La température de recuit finale impacte directement la microstructure du matériau. Le Zircaloy-4 détendu est recuit à environ 470-480°C, ce qui ne permet pas une recristallisation du matériau. La microstructure du Zircaloy-4 détendu présente des grains allongés dans la direction de laminage

1. Les éléments d'addition dans les alliages de zirconium sont classés en deux catégories : alphas et bêtas. Les éléments alphas stabilisent la phase  $\alpha_{Zr}$  et élèvent la température de transformation allotropique. En revanche, les éléments bêtas stabilisent la phase  $\beta_{Zr}$  et diminuent cette température.

	%Sn	%Nb	%Fe	%Cr	%O
Zircaloy-4	1,3	<0,005	0,22	0,11	0,13
M5 <sub>Framatome</sub>	<0,005	1,0	<0,01	<0,005	0,12-0,14

TABLEAU II.1 – Composition chimique des alliages Zircaloy-4 et M5<sub>Framatome</sub> étudiés (en % massique).

(~ 20  $\mu\text{m}$  par rapport à ~ 2  $\mu\text{m}$  dans les deux autres directions) (Figure II.2) ainsi qu'une densité de dislocations élevée. En revanche, l'alliage M5<sub>Framatome</sub>, recuit à une température plus élevée (< 600°C), est à l'état recristallisé avec des grains équiaxes de taille de 5-10  $\mu\text{m}$  (Figure II.2).

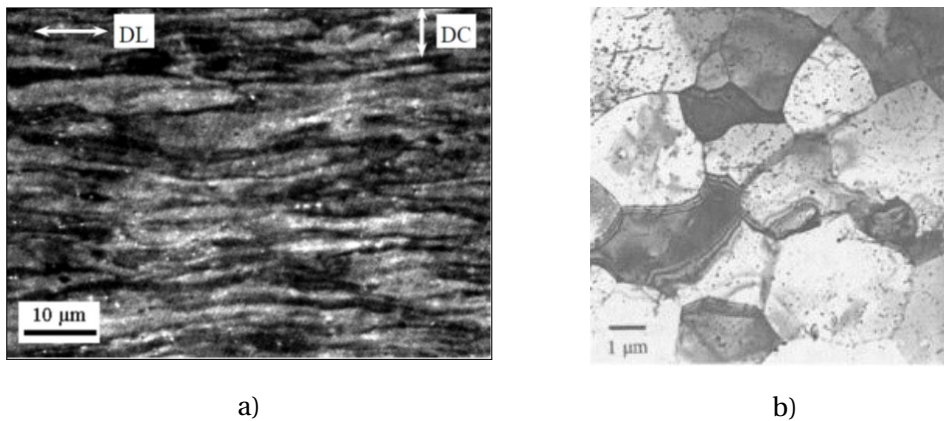


FIGURE II.2 – Microstructure du (a) Zircaloy-4 détendu [55] (DL : direction de laminage, DC : direction circconférentielle) et du (b) M5<sub>Framatome</sub> recristallisé [53].

**Texture** En raison du procédé de mise en forme et de la maille hexagonale de la phase  $\alpha_{Zr}$ , les tubes de gainage et les tôles en alliages de Zr présentent une texture cristallographique très marquée. Les axes  $\langle c \rangle$  de la maille hexagonale de la phase  $\alpha_{Zr}$  sont situés dans le plan normal-transverse pour les tôles ou radial-circconférentiel pour les tubes et orientés préférentiellement à  $30 \pm 15^\circ$  par rapport à la direction normale pour les tôles ou radiale pour les tubes (Figure II.3) [56]. Dans le cas du Zircaloy-4 détendu, les directions  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  sont orientées majoritairement selon la direction de laminage (direction axiale dans le cas des tubes). Lors de la recristallisation, les mailles hexagonales de la phase  $\alpha_{Zr}$  suivent une rotation de  $30^\circ$  dans le plan de base. Ainsi, dans le cas du M5<sub>Framatome</sub>, ce sont plutôt les directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  qui sont orientées préférentiellement selon la direction de laminage, avec un écart allant jusqu'à  $10^\circ$  [57, 58]. La Figure II.4 présente les figures de pôle typiques obtenues pour une gaine en M5<sub>Framatome</sub> (recristallisé).

### II.1.3 Synthèse bibliographique sur le comportement mécanique des alliages de zirconium

Comme cela sera montré aux chapitres suivants, le comportement mécanique du substrat en alliage de zirconium joue un rôle important sur la sollicitation et la réponse mécanique du revêtement de chrome. Les alliages de zirconium présentent une dilatation thermique et un comportement élastoviscoplastique anisotropes. Ces caractéristiques sont relativement bien connues dans les

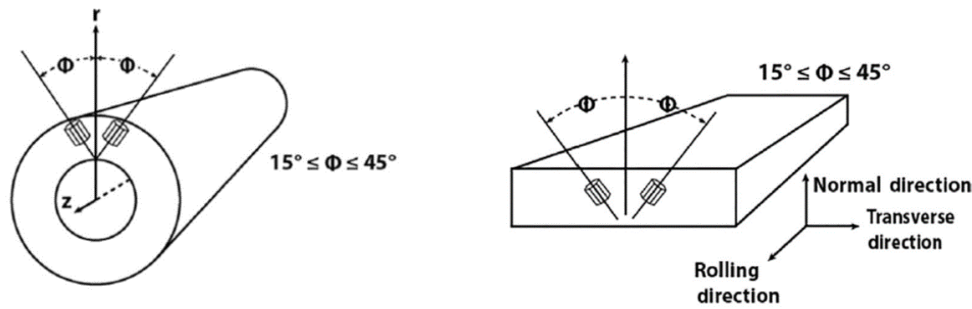
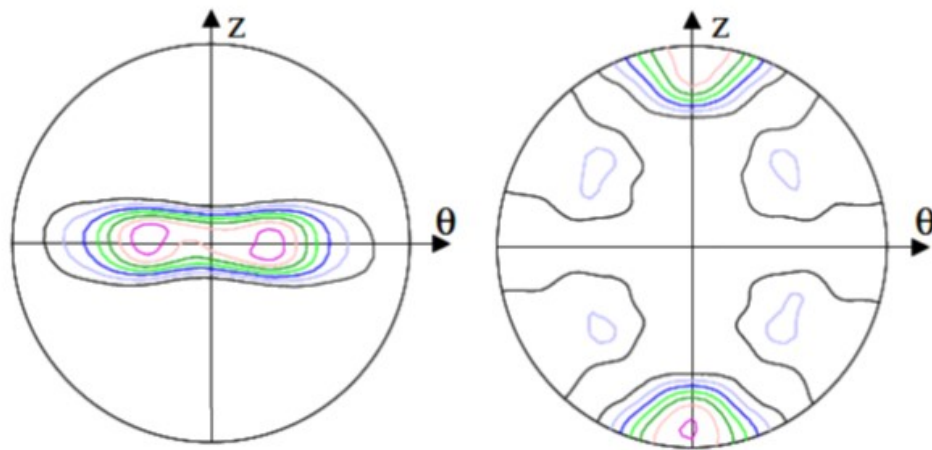


FIGURE II.3 – Illustration de la texture des alliages de zirconium sous forme de tubes (à gauche) et de tôles (à droite) [25].



a) Figure de pôles {0002}

B) Figure de pôles {11 $\bar{2}$ 0}

Z : direction axiale

θ : direction circonférentielle

FIGURE II.4 – Texture marquée d'un gaine en M5<sub>Framatome</sub> recristallisé [59].

conditions étudiées ici. Cette partie propose une synthèse bibliographique sur le sujet. Cette synthèse n'est naturellement pas exhaustive ; elle se limite à ce qui est jugé utile pour la suite. L'accent est notamment mis sur la plasticité dans la mesure où elle joue un rôle essentiel sur la réponse du revêtement.

**Dilatation thermique** Comme discuté à la partie II.2.4, le revêtement de chrome déposé sur le substrat en alliage de zirconium est soumis à des contraintes internes (résiduelles) liées entre autres à la différence des coefficients de dilatation thermique du substrat et du revêtement ainsi qu'aux conditions de dépôt. L'évolution des coefficients de dilatation thermique linéaire moyens<sup>2</sup> du monocristal  $\alpha_{Zr}$  en fonction de la température a été mesurée par Couterne et Cizeron (1969) [60]. Elle est illustrée sur la Figure II.5. Ainsi, le coefficient de dilatation est plus important suivant l'axe  $\langle c \rangle$  que suivant l'axe  $\langle a \rangle$ .

2. Le coefficient de dilatation moyen ou sécant  $\alpha$  est défini de sorte que la déformation thermique  $\varepsilon_T$  à une température  $T$  est calculée par (où  $T_0$  est la température de référence, à laquelle on considère que la déformation d'origine thermique est nulle) :

$$\varepsilon_T = \alpha(T - T_0)$$



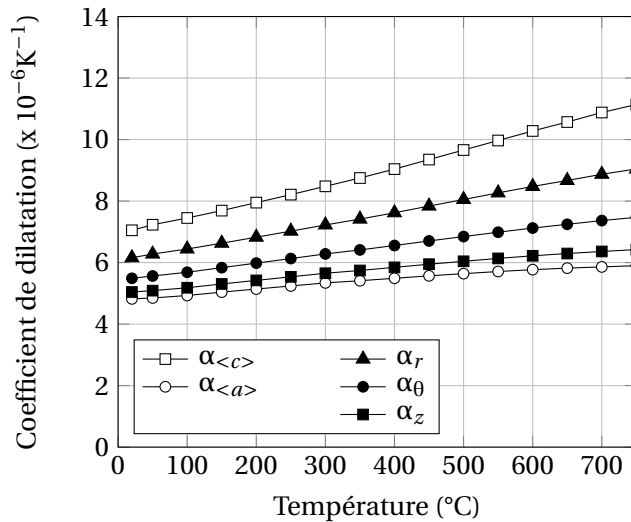


FIGURE II.5 – Évolution des coefficients moyens (température de référence 20°C) de dilatation thermique linéaire du monocristal  $\alpha_{Zr}$  suivant les axes  $\langle c \rangle$  et  $\langle a \rangle$  (d'après les données de [60]) et du tube de gainage en alliage de zirconium suivant les directions principales.

En raison de leur texture marquée, les alliages de zirconium présentent des coefficients de dilatation différents en fonction de la direction macroscopique considérée. Ces coefficients peuvent être estimés à partir des coefficients du monocristal  $\alpha_c$  et  $\alpha_a$  et des caractéristiques de la texture. Bien que les coefficients de dilatation mesurés sur M5<sub>Framatome</sub> ne soient pas du domaine public, on peut s'attendre à ce qu'ils ne soient pas différents de ceux de Zircaloy-4 jusqu'à 700°C (avant la transition de phases), comme discuté par Hagrman et al. (1995) [61]. Les coefficients de dilatation moyens selon les directions principales (radiale, circonférentielle et axiale) du tube de gainage en alliage de zirconium, estimés approximativement en utilisant la formule ci-dessous reportée par Béchade [62], sont présentés sur la Figure II.5 :

$$\alpha_r = \alpha_a + f_r(\alpha_c - \alpha_a), \quad \alpha_\theta = \alpha_a + f_\theta(\alpha_c - \alpha_a), \quad \alpha_z = \alpha_a + f_z(\alpha_c - \alpha_a) \quad (\text{II.1})$$

où  $f_r$ ,  $f_\theta$  et  $f_z$  sont les facteurs de Kearns caractérisant la texture. Pour la texture d'un tube de gainage typique, ils valent 0,6, 0,3 et 0,1 typiquement. Le coefficient de dilatation des tubes de gainage est minimal dans la direction axiale et maximal dans la direction radiale.

**Élasticité** De maille hexagonale, le monocristal  $\alpha_{Zr}$  a un comportement élastique isotrope transverse (5 coefficients indépendants). Ses constantes élastiques ont été mesurées par Fisher et Renken (1964) [63] en fonction de la température. Leurs valeurs à température ambiante et à 350°C sont données dans le Tableau II.2 avec deux facteurs  $A_\kappa$  et  $A_\mu$  caractérisant l'anisotropie élastique d'un monocristal hexagonal. Ces facteurs sont respectivement le rapport entre deux modules de compressibilité linéaire<sup>3</sup> selon les axes  $\langle c \rangle$  et  $\langle a \rangle$  et le rapport entre deux modules de cisaillement [64] :

$$A_\kappa = \frac{C_{11} + C_{12} - 2C_{13}}{C_{33} - C_{13}}, \quad A_\mu = \frac{C_{44}}{C_{66}} = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (\text{II.2})$$

Le module d'élasticité directionnel est maximal suivant l'axe  $\langle c \rangle$  et minimal suivant la direction à

3. Le module de compressibilité linéaire est le rapport entre la pression hydrostatique appliquée sur un monocristal et la déformation induite selon une direction cristalline spécifique.

	$C_{11}$	$C_{33}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{44}$	$A_{\kappa}$	$A_{\mu}$
À 20°C	143,4	164,8	72,8	65,3	32,0	0,86	0,91
À 350°C	127,8	154,3	79,3	65,8	27,6	0,79	1,14

TABLEAU II.2 – Cinq constantes élastiques indépendantes (en GPa) du  $\alpha_{Zr}$  ( $C_{66} = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12})$ ) mesurées par propagation d'ondes ultrasoniques à température ambiante et à 350°C (en notation de Voigt, direction 1 //  $\langle a \rangle$ , direction 3 //  $\langle c \rangle$ ) [63] et les deux facteurs caractérisant l'anisotropie élastique correspondants.

environ 50° par rapport à l'axe  $\langle c \rangle$  [65]. Pourtant, l'anisotropie élastique du monocristal  $\alpha_{Zr}$  est assez faible ( $A_{\kappa}$  et  $A_{\mu}$  sont proches de 1). L'élasticité des alliages de zirconium est souvent considérée isotrope à l'échelle macroscopique. En effet, Béchade (1993) [62] constate une anisotropie très peu marquée sur plusieurs tôles de Zircaloy-4 de textures différentes, avec un module d'élasticité de  $100 \pm 10$  GPa et un coefficient de Poisson de  $0,35 \pm 0,04$  à température ambiante. L'évolution du module d'élasticité macroscopique du Zircaloy-4 en fonction de la température peut être exprimée par la relation [66] :

$$E(T) = 1,059 \cdot 10^{11} - 36 \cdot 10^6 T \quad (\text{Pa}) \quad (T \text{ en K}) \quad (\text{II.3})$$

Cette évolution est illustrée sur la Figure II.6, en relation avec le module d'élasticité directionnel<sup>4</sup> du monocristal  $\alpha_{Zr}$  suivant les deux axes principaux.

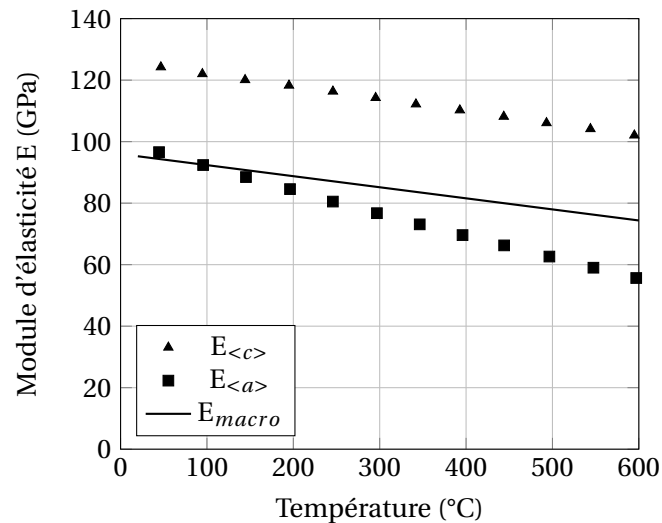


FIGURE II.6 – Évolution du module d'élasticité macroscopique du Zircaloy-4 en fonction de la température [66], en relation avec le module d'élasticité du monocristal  $\alpha_{Zr}$  suivant l'axe  $\langle c \rangle$  et  $\langle a \rangle$  [63].

4. Pour la structure hexagonale, il est calculé par la relation [65] :

$$\frac{1}{E(\theta)} = S_{11}(\sin^4 \theta) + S_{33}(\cos^4 \theta) + (2S_{13} + S_{44})(\sin^2 \theta)(\cos^2 \theta)$$

$$E_{\langle c \rangle} = \frac{1}{S_{33}} = C_{33} - \frac{2C_{13}^2}{C_{11}C_{12}}, \quad E_{\langle a \rangle} = \frac{1}{S_{11}} = \frac{2C_{66}[(C_{11} + C_{22})C_{33} - 2C_{13}^2]}{C_{11}C_{33} - C_{13}^2}$$

où  $\theta$  est l'angle entre la direction étudiée et l'axe  $\langle c \rangle$ ;  $S_{ij}$  sont les composantes du tenseur de souplesse en notation de Voigt.

**Mécanismes de déformation plastique** Les cristaux de symétrie hexagonale compacte se déforment plastiquement à travers deux mécanismes : glissement des dislocations et maclage. Les mécanismes activés dépendent du matériau, de l'orientation cristalline par rapport à la direction de sollicitation, de la température et de la vitesse de sollicitation. Le glissement des dislocations se fait dans quatre plans et suivant deux directions (Tableau II.3 et Figure II.7). Le glissement se fait préférentiellement dans les plans prismatique et basal, en lien avec les énergies de fautes d'empilement [67].

Plan de glissement	Normale	Direction de glissement	Nombre de systèmes
Basal B	{0001}	$\langle a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
Prismatique P	{ $1\bar{1}00$ }	$\langle a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
Pyramidal $\pi_1$	{ $1\bar{1}01$ }	$\langle a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	6
Pyramidal $\pi_1$	{ $1\bar{1}01$ }	$\langle c+a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	12
Pyramidal $\pi_2$	{ $11\bar{2}2$ }	$\langle c+a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	6

TABLEAU II.3 – Systèmes de glissement principaux dans les métaux hexagonaux [44].

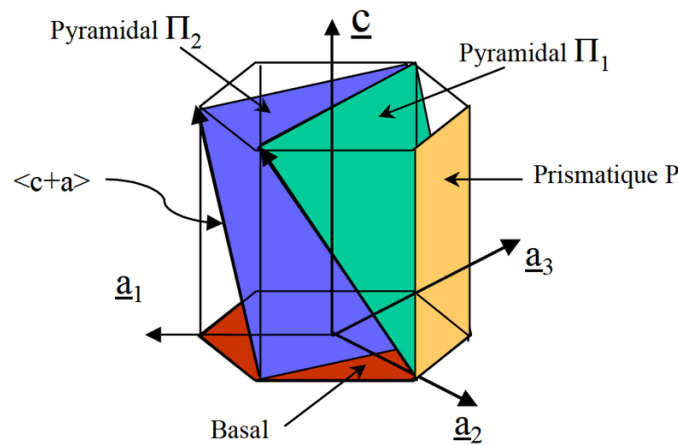


FIGURE II.7 – Plans de glissement dans les cristaux hexagonaux compacts [59].

Dans les alliages de zirconium non irradiés, c'est le glissement prismatique P $\langle a \rangle$  qui présente l'énergie de fautes d'empilement la plus faible, au moins jusqu'à 350°C. Il représente donc le système de glissement principal, quelle que soit la direction de sollicitation [67-70]. Il est le seul activé jusqu'à 1% et 0,2% de déformation plastique en traction axiale sur tube et en traction circonférentielle, respectivement, dans le cas du Zircaloy-4 recristallisé [69]. En effet, Dexet [71] a montré, à partir d'essais de traction uniaxiale, que la dépendance de la limite d'élasticité des tôles en Zirconium grade 702 à la direction de traction est corrélée à un facteur de Schmid moyen, caractérisant l'orientation favorable du glissement prismatique, qui dépend de l'écart entre la direction de traction et la direction de laminage. En raison de la dissociation non planaire de leur cœur, les dislocations vis présentent une mobilité plus faible que les dislocations coins. La cinétique de déformation plastique est ainsi pilotée par le

glissement des dislocations vis qui est thermiquement activé. Cela explique l'observation exclusive des dislocations vis rectilignes en Microscopie Électronique en Transmission (MET) à température ambiante [69]. Par ailleurs, la contrainte de cisaillement critique diminue généralement lorsque la température augmente et augmente avec la teneur des éléments en solution solide interstitielle, notamment la teneur en oxygène [68, 69, 72, 73].

Le glissement  $\pi_1 \langle a \rangle$  est le glissement secondaire le plus actif. Bien que le glissement simple soit aussi observé, il est souvent associé à la déviation du glissement prismatique. Son activation est favorisée par la température. À 350°C, sa cission critique devient proche de celle du système prismatique ; il est actif de manière généralisée dès 1% de déformation plastique dans le Zircaloy-4 recristallisé [69]. Le glissement  $B \langle a \rangle$  est le moins fréquent pour l'accommodation des sollicitations suivant l'axe  $\langle a \rangle$ . Pourtant, dans les matériaux irradiés, ce sont des glissements  $B \langle a \rangle$  qui sont préférentiellement activés dû à la présence des boucles de dislocation de type  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques qui constituent des obstacles au glissement prismatique  $P \langle a \rangle$ .

Le glissement  $\pi_1 \langle c+a \rangle$  est actif quand il faut accommoder la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ . Ainsi, il est sensible à l'orientation de la direction de sollicitation vis-à-vis de la texture [69, 74]. En effet, à température ambiante, il est observé au delà de 4% de déformation plastique dans le cas de la traction axiale mais observé dès 1% de déformation plastique dans le cas de la traction circonférentielle [69]. Par ailleurs, il possède une cission critique nettement supérieure aux autres systèmes de glissement. Son activation n'est pas affectée par la température [69]. Le glissement  $\pi_2 \langle c+a \rangle$  est rarement observé dans les alliages de zirconium.

Enfin, le maclage permet aussi d'accommoder une partie de la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ . Néanmoins, il est actif principalement à basse température ( $< 350^\circ\text{C}$ ) et l'est de moins en moins lorsque la température augmente [75]. Il est observé à température ambiante dans les monocristaux de zirconium sollicités à plus de  $35^\circ$  par rapport au plan basal [68]. Dans le cas du Zircaloy-4 recristallisé sollicité à température ambiante, il est peu observé par rapport au glissement  $\pi_1 \langle c+a \rangle$  [69].

**Plasticité macroscopique** En raison de la texture marquée, du faible nombre de systèmes de glissement activés et du caractère thermiquement activé des mécanismes de déformation, les alliages de zirconium présentent un comportement élastoviscoplastique anisotrope. Leur contrainte d'écoulement dépend alors de l'état métallurgique, de la déformation plastique (écrouissage), de la direction de sollicitation (anisotropie) et de la vitesse de déformation. Puisque le comportement mécanique du  $M5_{\text{Framatome}}$  n'est pas renseigné de manière détaillée dans les publications ouvertes, cette partie aborde le comportement macroscopique du Zircaloy-4 recristallisé (non irradié), pour lequel les données sont plus nombreuses dans la littérature. Ayant un état métallurgique et une teneur en oxygène comparables à ceux du  $M5_{\text{Framatome}}$  (Tableau II.1), on peut supposer que leurs comportements mécaniques respectifs ne soient pas très différents, au moins qualitativement.

La dépendance de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation est illustrée sur la Figure II.8 dans le cas d'essais de traction axiale réalisés à température ambiante sur des tubes en Zircaloy-4 recristallisé [69]. Plus la vitesse de déformation est grande, plus la contrainte pour une déformation donnée est importante. Autrement dit, la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est positive. Cette sensibilité augmente avec la température (Figure II.9). À température ambiante, on peut avoir une différence allant jusqu'à 100 MPa sur la contrainte d'écoulement pour des vitesses de déformation allant de  $2 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  à  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

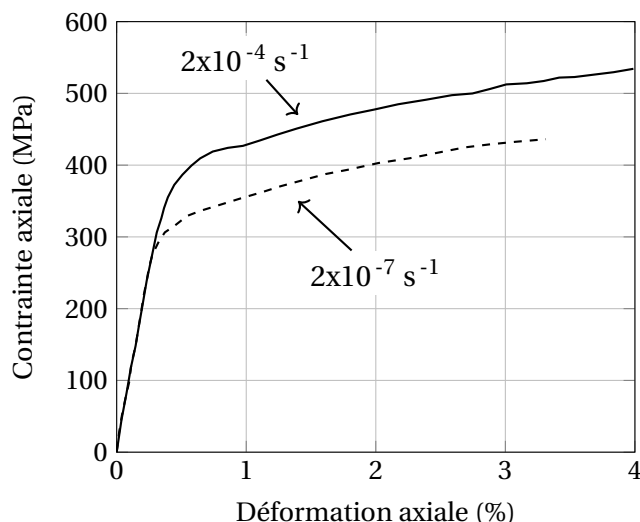


FIGURE II.8 – Sensibilité à la vitesse de déformation de la réponse en traction axiale de tubes en Zircaloy-4 recristallisé à température ambiante (d'après les résultats de [69]).

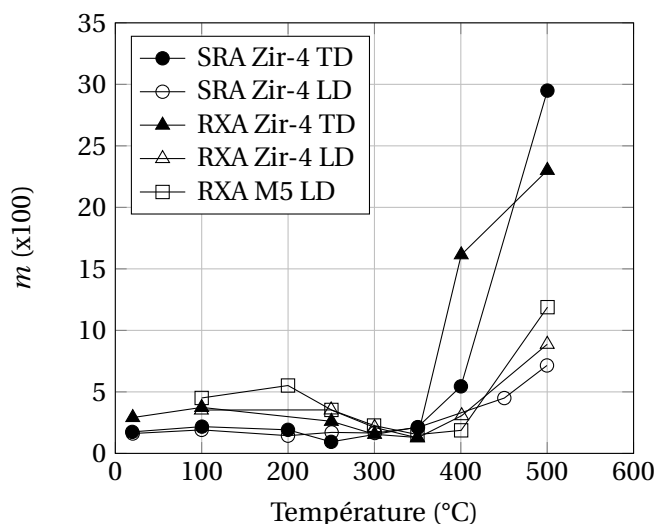


FIGURE II.9 – Évolution du coefficient de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation ( $m = \partial \ln \sigma / \ln \dot{\epsilon}$ ) en fonction de la température du Zircaloy-4 détendu (SRA Zir-4) et recristallisé (RXA Zir-4) et du M5<sub>Framatome</sub> recristallisé (RXA M5), mesurée lors d'essais de traction réalisés sur des tôles selon la direction de laminage (LD) et selon la direction transversale (TD) (d'après les résultats de [76]).

L'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température mesurée sur des tôles constituées de différents alliages de zirconium est présentée sur la Figure II.10 [76]. Ainsi, les alliages à l'état détendu plastifient à une contrainte plus élevée qu'à l'état recristallisé, dû à la plus forte densité des dislocations initialement présentes. Au moins en termes de limite d'élasticité, l'alliage Zircaloy-4 recristallisé est comparable au M5<sub>Framatome</sub> (recristallisé). La limite d'élasticité diminue généralement avec l'augmentation de la température. Elle est plus grande dans la direction transversale que dans la direction de laminage. Pourtant, ce caractère anisotrope diminue avec la température.

La Figure II.11 illustre l'anisotropie de la surface de charge mesurée à 0,02% de déformation plastique lors d'essais avec chargement biaxial réalisés sur des tubes en Zircaloy-4 recristallisé à température ambiante [69]. On peut observer un écart important avec la surface de charge théorique prévue par le critère isotrope de Von Mises tandis que le critère anisotrope de Hill permet de

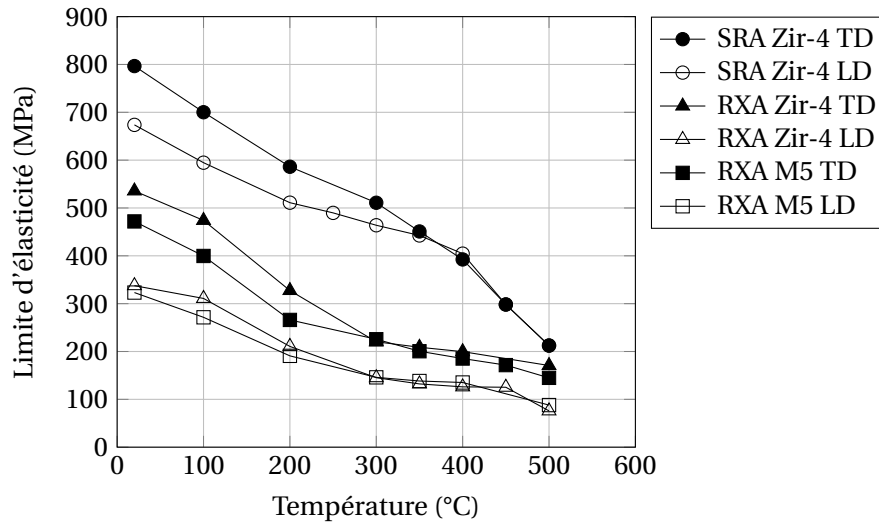


FIGURE II.10 – Évolution de la limite d'élasticité (à 0,2% de déformation plastique) en fonction de la température du Zircaloy-4 détendu (SRA Zir-4) et recristallisé (RXA Zir-4) et du M5<sub>Framatome</sub> recristallisé (RXA M5), mesurée lors d'essais de traction réalisés sur des tôles selon la direction de laminage (LD) et selon la direction transversale (TD) (vitesse de déformation  $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) (d'après les résultats de [76]).

décrire assez bien la forme de la surface de charge. Comme observé précédemment pour la limite d'élasticité des tôles, la contrainte d'écoulement dans le cas de la traction circonférentielle est plus importante que dans le cas de la traction axiale. Cela est dû à la texture imposant que le glissement prismatique  $P\langle a \rangle$ , qui est le glissement principal (cission critique la plus faible) et le seul mécanisme de déformation plastique au début de la plasticité, est plus favorisé (facteur de Schmid plus élevé) lorsque la sollicitation est appliquée selon la direction axiale que la direction circonférentielle. Une déformation plastique dans la direction circonférentielle nécessite l'activation du glissement  $\pi_1\langle c+a \rangle$  et le maclage éventuellement. Par ailleurs, les contraintes d'écoulement sous chargements biaxiaux sont significativement plus importantes que sous chargements unidirectionnels. Geyer (1999) [69] a noté que l'anisotropie du Zircaloy-4 recristallisé est plus marquée que celle du matériau à l'état détendu.

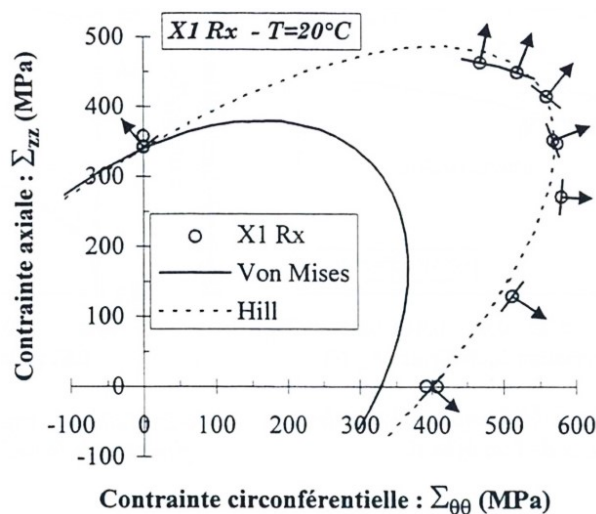


FIGURE II.11 – Surface de charge à température ambiante dans le plan axial-circonférentiel du Zircaloy-4 recristallisé (X1 Rx) à 0,02% de déformation plastique (direction d'écoulement illustrée par les flèches) [69].

L'écoulement dépend aussi de la direction de sollicitation. La Figure II.12 illustre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique lors d'essais de traction axiale et de traction circonférentielle. Au cours du chargement, la contrainte d'écoulement dans le cas de la traction circonférentielle devient plus faible que dans le cas de la traction axiale aux grandes déformations. Cette chute du taux d'écoulement est liée à l'activation des glissements secondaires et à la rotation du réseau cristallin favorisant le glissement prismatique [69]. Par ailleurs, on observe un crochet de traction au début de la plasticité consistant en une diminution de la contrainte d'écoulement et du taux d'écoulement. Il est associé à l'interaction entre les dislocations et les atomes d'oxygène sur les sites interstitiels [48, 77] ou la libération des dislocations aux joints de grains [69].

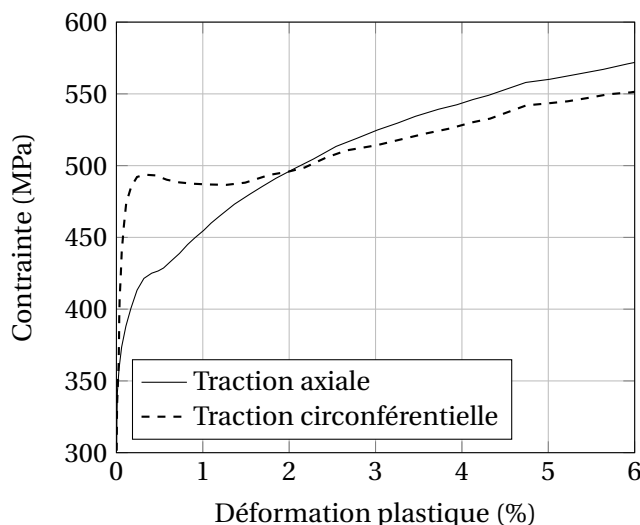


FIGURE II.12 – Évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique lors d'essais de traction axiale et de traction circonférentielle réalisés sur du Zircaloy-4 recristallisé à température ambiante (vitesse de déformation  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) (d'après les données de [69]).

**Localisation des déformations plastiques à l'échelle microscopique** La déformation plastique au sein d'un polycristal est hétérogène dû aux désorientations relatives des grains et par conséquent à une distribution non homogène des mécanismes de déformation activés. De plus, les grains interagissent entre eux de telle sorte que la déformation au sein d'un seul grain est hétérogène. L'hétérogénéité des déformations plastiques au sein des alliages de zirconium (mais pas exclusivement) a été largement étudiée à l'échelle de la microstructure par des mesures de champs (microextensométrie) [71, 76, 78-82]. La Figure II.13 présente les travaux de Elbachiri sur l'alliage M5<sub>Framatome</sub> [76].

Généralement, des bandes de localisation de la déformation orientées préférentiellement à environ  $\pm 45^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation sont observées. Elles apparaissent pour une déformation macroscopique relativement faible, inférieure à 1%. Ces bandes sont localisées au voisinage des joints de grains présentant une désorientation importante en terme de facteur de Schmid vis-à-vis du glissement prismatique [79, 80, 82]. Une fois formé, le schéma de localisation n'évolue plus en fonction du chargement (à moins que le trajet de chargement change, comme observé lors d'un essai de traction puis de torsion [71, 76]). À l'aide de la méthode de la covariance à deux points [78], les dimensions caractéristiques des bandes de localisation peuvent être déterminées statistiquement. Il est trouvé que la largeur des bandes de localisation est inférieure à la taille des grains tandis que leur longueur est

bien plus grande (> 5 fois) que cette dernière. Dans le cas du M5<sub>Framatome</sub> (taille des grains d'environ 5  $\mu\text{m}$ ), Elbachiri [76] a reporté une largeur de bande de localisation de 8  $\mu\text{m}$  et une longueur de 75  $\mu\text{m}$  (traction selon la direction transverse) à 135  $\mu\text{m}$  (traction selon la direction de laminage), soit 5-10 fois la taille des grains. Ainsi, le comportement mécanique des polycristaux en général et des alliages de zirconium en particulier résulte non seulement des interactions très locales entre grains voisins mais aussi de phénomènes à plus grande portée à l'échelle mésoscopique.

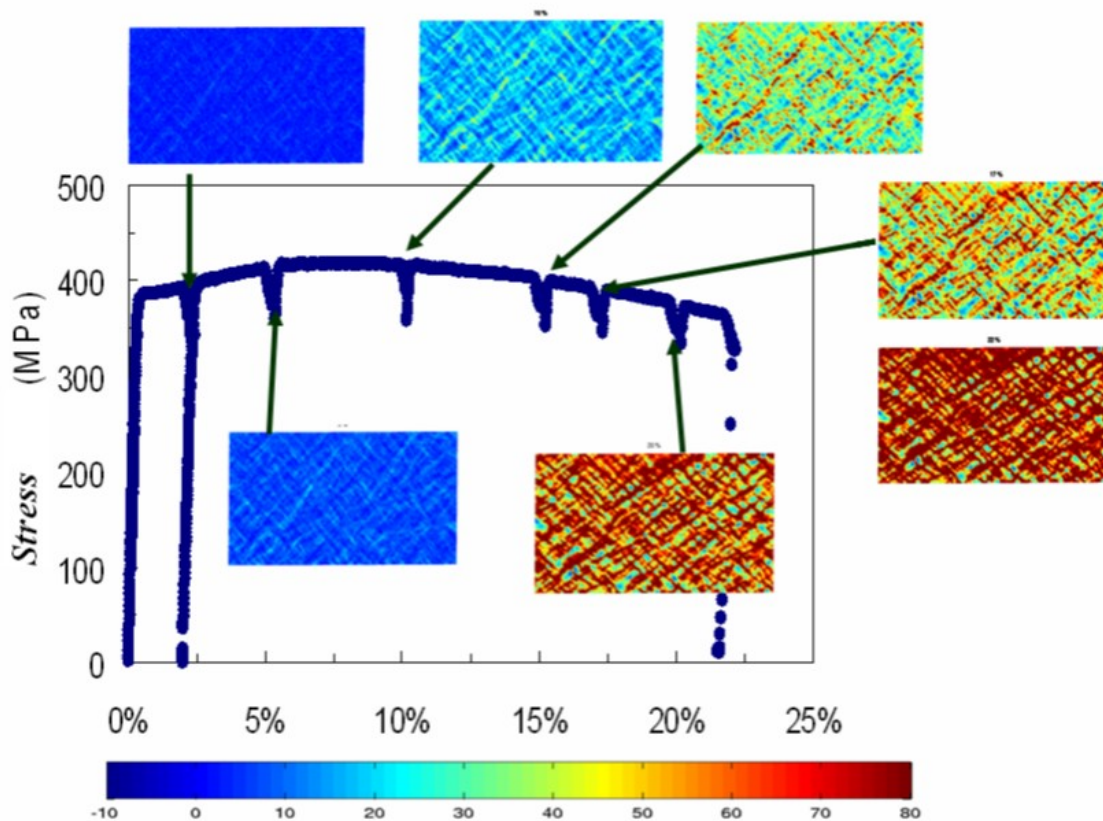


FIGURE II.13 – Évolution des bandes de localisation de la déformation au sein de l'alliage M5<sub>Framatome</sub> illustrées à travers des cartographies de déformation (environ 500x900  $\mu\text{m}^2$ ) à différents niveaux de chargement lors d'un essai de traction réalisé selon la direction transverse à température ambiante [76].

Au sein des alliages de zirconium irradiés (aux neutrons ou aux protons), la localisation des déformations plastiques est encore plus prononcée. Elle se produit par canalisation des dislocations. Cela s'explique classiquement par l'annihilation de défauts d'irradiation par le passage de dislocations mobiles qui créent ainsi une zone sans défaut dans laquelle les dislocations peuvent glisser plus facilement [82-85].

## II.2 Revêtement de chrome

### II.2.1 Chrome

Le chrome Cr est l'élément chimique de numéro atomique  $Z = 24$ . Il fait partie de la famille des métaux de transition. Sa configuration électronique est  $[\text{Ar}]4s^13d^5$ . Il appartient à la colonne VIB du tableau périodique avec le molybdène Mo et le tungstène W. Son rayon atomique est de 0,140 nm



[86]. Le chrome possède quatre isotopes stables présents dans la nature :  $^{50}\text{Cr}$ ,  $^{52}\text{Cr}$ ,  $^{53}\text{Cr}$ ,  $^{54}\text{Cr}$  dont  $^{52}\text{Cr}$  est le plus abondant. Sa masse atomique moyenne est égale à  $51,996 \text{ g mol}^{-1}$  [87]. La température de fusion du chrome varie de  $1863^\circ\text{C}$  à  $1920^\circ\text{C}$  selon les auteurs [88-91]. Elle est donc comparable à celle du substrat à base de Zr. À température ambiante, sa densité est de  $7,19 \text{ g cm}^{-3}$  [89]. À pression atmosphérique, le chrome présente une seule structure cristallographique cubique centrée (bcc pour « body-centered cubic », groupe d'espace  $Im\bar{3}m$ ) jusqu'à la fusion, avec un paramètre de maille de  $0,2884 \text{ nm}$  à température ambiante [88].

## II.2.2 Système Zr-Cr

On s'intéresse au diagramme de phase Cr-Zr présenté sur la Figure II.14. On peut observer que le chrome présente une très faible solubilité en phase  $\alpha_{\text{Zr}}$  ( $< 100 \text{ ppm}$  massique pour les températures inférieures à  $500^\circ\text{C}$  [92]). Ensuite, il existe une seule phase intermétallique de type  $\text{ZrCr}_2$  de groupe d'espace  $Fd\bar{3}m$  jusqu'à  $1500^\circ\text{C}$ . Enfin, le diagramme met en évidence deux transformations eutectiques à  $1332^\circ\text{C}$  et à  $1592^\circ\text{C}$ . Leurs conséquences sur les performances à haute température (conditions accidentelles) des gaines en alliage de zirconium revêtues de chrome sont à l'étude [93].

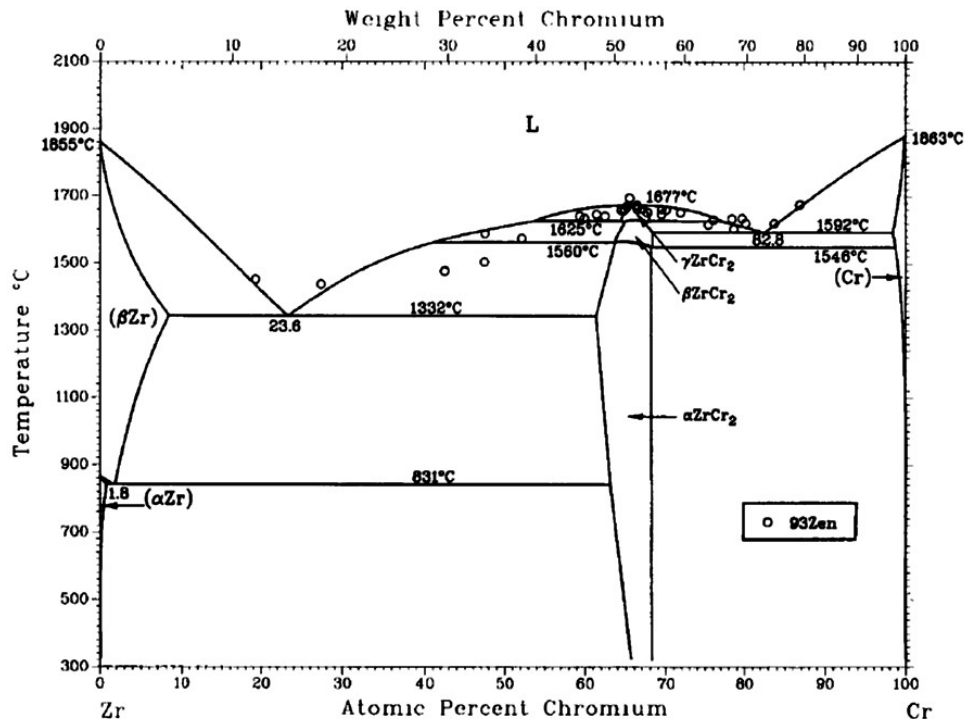


FIGURE II.14 – Diagramme de phase binaire zirconium-chrome [91].

## II.2.3 Procédé de dépôt du revêtement - PVD

Le revêtement de chrome étudié dans cette thèse est déposé selon un procédé hybride de pulvérisation cathodique couplant deux procédés de type PVD-DC et PVD-HiPIMS.

**Pulvérisation cathodique magnétron** Le dépôt physique en phase vapeur (PVD) est une famille de méthodes qui permet de déposer une couche mince ou un revêtement sur un substrat. Il s'agit de la condensation d'une vapeur métallique issue d'une source solide (cible) au niveau de la surface

d'un substrat. À ce jour, il existe plusieurs techniques de dépôt PVD différenciées par la méthode de pulvérisation du matériau à déposer : évaporation sous vide, évaporation par faisceau d'électrons en phase vapeur, dépôt par arc électrique, pulvérisation cathodique (« sputtering ») ou encore ablation laser pulsé.

Dans le cas de la pulvérisation cathodique, procédé selon lequel le revêtement de chrome est déposé, le dépôt est réalisé dans une enceinte en présence d'une atmosphère raréfiée ( $< 10 \text{ Pa}$ ) d'un gaz neutre plasmagène (Figure II.15). Ce dernier (souvent de l'argon) est ionisé par l'application d'une différence de potentiel entre la cible ou cathode (contenant le matériau à pulvériser et déposer) ( $V_1$ ) et le substrat ( $V_2 < V_1$ ) et forme ainsi un plasma partiellement ionisé. Les cations  $\text{Ar}^+$  créés sont attirés et accélérés par la cathode (à potentiel négatif) puis éjectent, lors de leur impact avec la surface de la cible, des atomes métalliques neutres ou ionisés. La vapeur d'atomes métalliques pulvérisés qui diffusent dans toute l'enceinte, se condense sur la surface du substrat et forme un revêtement dont l'épaisseur est typiquement de l'ordre de quelques micromètres.

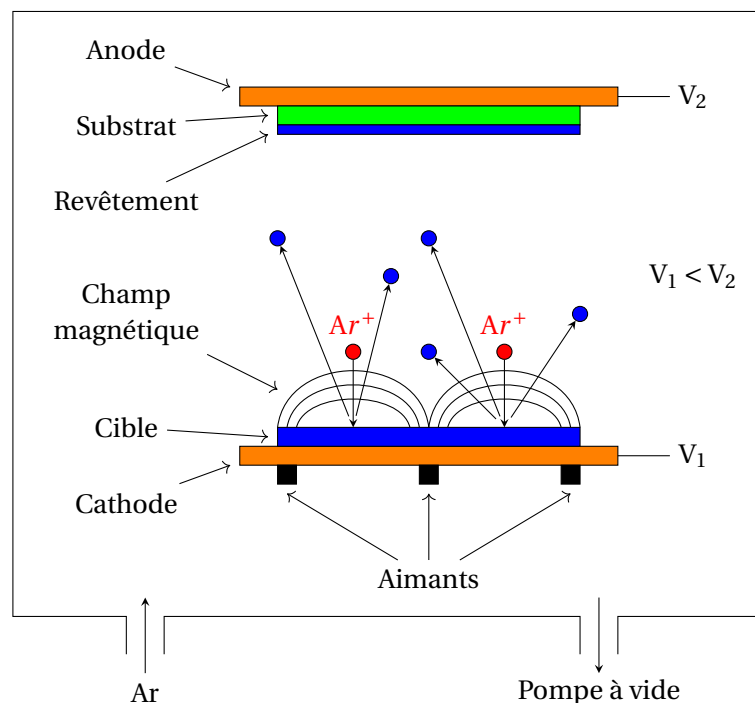


FIGURE II.15 – Schéma simplifié de la pulvérisation cathodique ( $V_1$  et  $V_2$  sont respectivement les potentiels de la cible et du substrat).

Pour améliorer les performances du dépôt, des aimants de polarité inverse peuvent être placés derrière la cible (« magnetron sputtering ») [94]. Ils créent un champ magnétique superposé au champ électrique qui canalise les électrons secondaires et augmente leur densité auprès de la cible. Ces électrons, éjectés lors de l'interaction des particules de plasma et de la cible, peuvent arracher un électron à un élément et l'ioniser. Par conséquent, le phénomène d'ionisation du plasma est renforcé et le flux d'ions  $\text{Ar}^+$  bombardant la cible est plus important. Un des avantages de ce procédé est de pouvoir travailler à des pressions plus faibles en entretenant la décharge électronique. Les films déposés sont ainsi moins contaminés. De plus, les tensions de polarisation nécessaires sont plus faibles, ce qui permet d'utiliser des générateurs moins puissants. Enfin, la vitesse de dépôt est plus importante.

**Procédé HiPIMS** Les propriétés du revêtement déposé peuvent être améliorées par l'augmentation de l'énergie cinétique des atomes métalliques lors du contact avec le substrat. Il convient d'augmenter le nombre d'ions métalliques au sein du plasma en contrôlant l'alimentation de la cathode. Dans le cas de la pulvérisation cathodique conventionnelle où le courant est maintenu constant durant le dépôt (DC), la puissance appliquée doit être limitée pour éviter l'échauffement de la cible. En effet, l'essentiel de la puissance électrique et ainsi de l'énergie des ions impactant la cible est dissipé en énergie thermique. La technologie HiPIMS ou HPPMS (pour « High Power Pulse Magnetron Sputtering ») permet de limiter ce problème. Il s'agit d'appliquer une puissance très importante sur la cible mais pendant des durées très courtes de quelques microsecondes à quelques centaines de microsecondes sous forme de courtes impulsions, de telle sorte que la puissance moyenne reste comparable à celle appliquée avec le procédé DC. Elle permet d'avoir une densité plus importante d'ions métalliques ( $\text{Cr}^+$  et  $\text{Cr}^{2+}$  pour le chrome) dans le plasma [95, 96].

L'application d'une tension négative au niveau du substrat permet d'accélérer ces ions métalliques vers la surface de dépôt. De plus, une configuration déséquilibrée des aimants peut générer des lignes de champ magnétique vers le substrat et diriger les ions métalliques. On parle de dépôt assisté par l'implantation des ions. Le contrôle de l'énergie cinétique de ces ions permet de maîtriser la nature de la réaction au niveau du substrat (décapage de la couche d'oxyde, implantation des ions, dépôt) et par conséquent de maîtriser les propriétés du revêtement déposé (nature et épaisseur de la couche de transition, adhérence, densité, dureté, niveau des contraintes résiduelles).

Un point faible du procédé HiPIMS est la vitesse de dépôt plus faible qu'avec le procédé conventionnel. Cela est dû au taux d'ionisation important des espèces qui tendent à retourner vers la cathode. Ce phénomène conduit à la raréfaction de l'argon et à un effet d'autopulvérisation par les ions chrome (« self-sputtering ») [95].

**Croissance du revêtement** La microstructure du revêtement déposé par PVD dépend des paramètres de dépôt. Cette dépendance est illustrée sur la Figure II.16, selon un modèle récent proposé par Anders [97] qui tient compte de l'aspect énergétique du dépôt. Sur cette figure, les trois axes correspondent aux trois paramètres suivants :

- $T^*$  : paramètre prenant en compte le rapport entre la température du substrat et la température de fusion de la cible (en K), et des énergies potentielles (chaleur latente de sublimation, énergie d'ionisation) des particules arrivant sur la surface à déposer, en particulier dans le cas de l'implantation des ions.
- $E^*$  : énergie normée correspondant aux effets liés à l'énergie cinétique des particules qui bombardent le substrat.
- $t^*$  : épaisseur du dépôt.

Généralement, une microstructure poreuse avec de fines cristallites colonnaires est générée si le dépôt est fait à basse température (zone 1). La largeur des grains colonnaires et la densité du revêtement augmentent en fonction de la température et de l'énergie du dépôt en raison de la diffusion de surface (zone Transition T et zone 2). À plus haute température, la diffusion volumique et la recristallisation conduisent à des grains équiaxes de grande dimension. Dans les zones 1, T et 2, l'énergie cinétique des

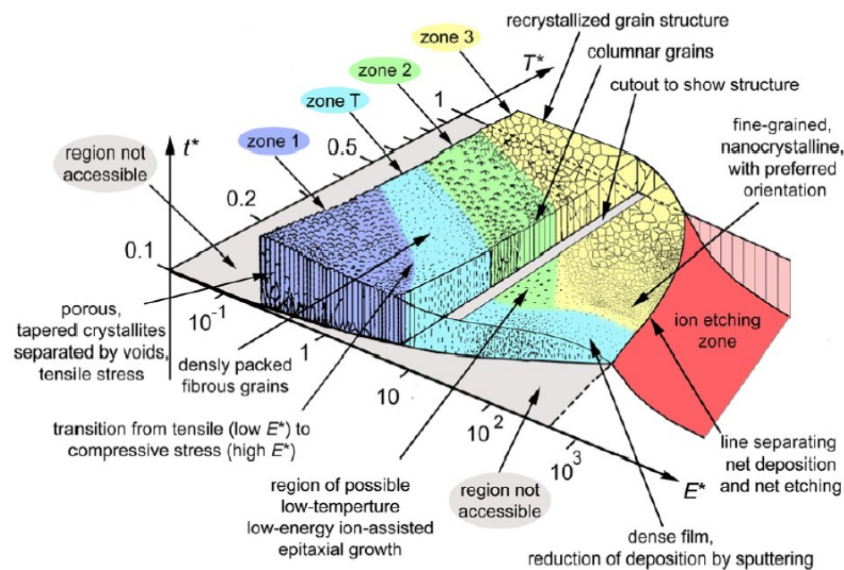


FIGURE II.16 – Modèle phénoménologique et qualitatif des caractéristiques du revêtement en fonction de paramètres de dépôt proposé par Anders pour la pulvérisation cathodique (axes définis dans le corps du texte) [97].

particules pulvérisées promeut le réarrangement des atomes en surface et par conséquent diminue les seuils de température séparant ces zones. Cette contribution de l'énergie cinétique devient mineure à haute température où la diffusion volumique est dominante. À noter que plus la pression dans l'enceinte est faible, plus l'énergie des particules pulvérisées est grande de par la diminution du nombre de collisions. Il faut enfin garder à l'esprit que cette représentation reste qualitative.

**Procédé de dépôt particulier utilisé pour cette étude - Brevet CEA** Le revêtement de chrome étudié dans cette thèse est déposé selon un procédé hybride de pulvérisation cathodique couplant deux procédés de type PVD-DC et PVD-HiPIMS [98]. Trois cibles de Cr sont mises en oeuvre dont une est en mode DC (la tension appliquée est constante) et deux sont en mode HiPIMS. Il s'agit de déposer un revêtement d'environ 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur sur la surface externe des tubes de gainage en M5<sub>Framatome</sub> de 50 cm de longueur (et 9,5 mm de diamètre externe) et sur l'ensemble de la surface de plaquettes en Zircaloy-4 détendu et en M5<sub>Framatome</sub> de taille de 60x14x1,2 mm. Pour assurer l'homogénéité du revêtement déposé, les substrats sont montés sur un système avec triple rotations. Les plaquettes sont suspendues au niveau d'un trou réalisé à l'une de leurs extrémités.

Un tel procédé avec des paramètres de dépôt optimisés permet d'obtenir un revêtement dense avec l'absence de défauts visibles dans l'épaisseur ou à l'interface revêtement/substrat, contrairement à ce qui avait été observé dans le cas des générations précédentes pour lesquelles un procédé plus conventionnel PVD-DC avait été utilisé [30]. À noter que, lors du dépôt, le substrat est chauffé naturellement par le procédé. La température du substrat ne doit pas être trop élevée pour ne pas modifier les propriétés de celui-ci.

Les matériaux étudiés dans cette thèse sont issus de deux lots différents pour lesquels des paramètres de dépôt identiques ont été appliqués, réalisés par la société DEPHIS<sup>5</sup> en Novembre 2017.

5. <http://www.dephis.com/>

## II.2.4 Revêtements de l'étude à l'état de réception

**Homogénéité de l'épaisseur du revêtement** Le profil de l'épaisseur du revêtement déposé est mesuré par fluorescence X pour vérifier son homogénéité. La Figure II.17a présente un profil typique de l'épaisseur du revêtement le long de tubes de gainage de 50 cm de longueur, mesuré sur quatre génératrices opposées. L'épaisseur du revêtement varie entre environ 7 et 18  $\mu\text{m}$  selon la cote axiale. Le revêtement est plus épais sur la moitié inférieure des tubes. Cela est dû à la densité non homogène du plasma dans l'enceinte de dépôt. Les échantillons caractérisés durant cette thèse (Chapitre 3) ont été prélevés dans la zone comprise entre 8 et 30 cm du bas du tube, dans laquelle l'épaisseur de revêtement est relativement homogène, typiquement comprise entre 15 et 18  $\mu\text{m}$ . Généralement, le revêtement est homogène (différence < 0,5  $\mu\text{m}$ ) sur la circonférence des tubes grâce aux systèmes de rotation utilisés pendant le dépôt. Les quelques tubes présentant des variations circonférentielles d'épaisseur de revêtement plus importantes n'ont pas été utilisés.

L'épaisseur du revêtement déposé sur les plaquettes varie selon la position dans l'enceinte. La Figure II.17b présente le profil typique de l'épaisseur du revêtement déposé sur des plaquettes situées à la mi-hauteur de l'enceinte, qui ont été utilisées pour les essais *in situ* détaillés dans le troisième chapitre. Généralement, son épaisseur est de 16-16,5  $\mu\text{m}$ , homogène le long de la plaquette et sur ses deux faces principales.

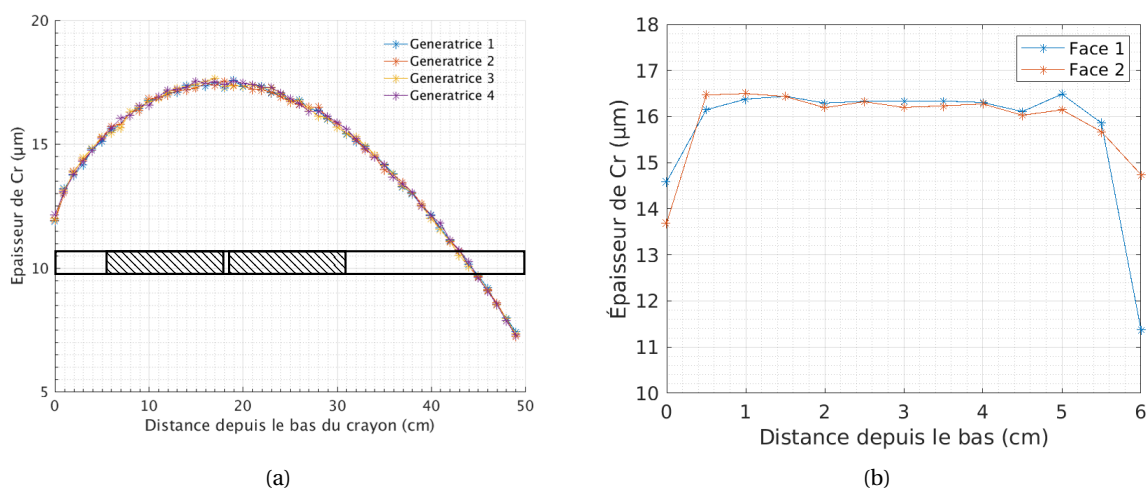


FIGURE II.17 – Évolution de l'épaisseur du revêtement de Cr déposé sur (a) un tube de 50 cm de longueur, mesurée le long du tube sur quatre génératrices opposées (la partie prélevée pour les études expérimentales est illustrée) et sur (b) une plaquette en M5<sub>Framatome</sub>, mesurée à mi-largeur des deux faces opposées.

**État de surface - Rugosité** La surface du revêtement de Cr est caractérisée par des « ondulations » parallèles entre elles (Figure II.18a). Il s'agit d'une « mémoire » de l'état de surface du substrat avant dépôt lié au procédé de mise en forme (laminage). En effet, les « stries » sont parallèles à la direction de laminage du substrat pour des plaquettes et dans la direction circonférentielle pour les tubes. Le Tableau II.4 présente les paramètres de rugosité (écart moyen arithmétique  $R_a$ , écart moyen quadratique  $R_q$ , hauteur moyenne du profil  $R_z$ , hauteur maximale du profil  $R_{max}$ , largeur moyenne des éléments  $R_{sm}$ , ISO 4287) mesurés sur une plaquette non revêtue et sur une plaquette revêtue, selon la direction de laminage et la direction transverse, par un rugosimètre de contact de type MarTalk et un

palpeur BFM A 4-45-2/90° (rayon de la tige 2  $\mu\text{m}$  et angle d'ouverture 90°). On trouve que la rugosité de la surface du revêtement est très comparable à celle du substrat non revêtu, en particulier la longueur d'onde des ondulations dans la direction transverse  $R_{sm}$ . Cela confirme l'effet de mémoire évoqué ci-dessus. Cela montre par ailleurs que le procédé de dépôt utilisé n'amplifie pas significativement la rugosité de surface, contrairement à d'autres procédés comme le « cold spray » utilisé par d'autres instituts [99] qui nécessite une reprise (polissage) de finition.

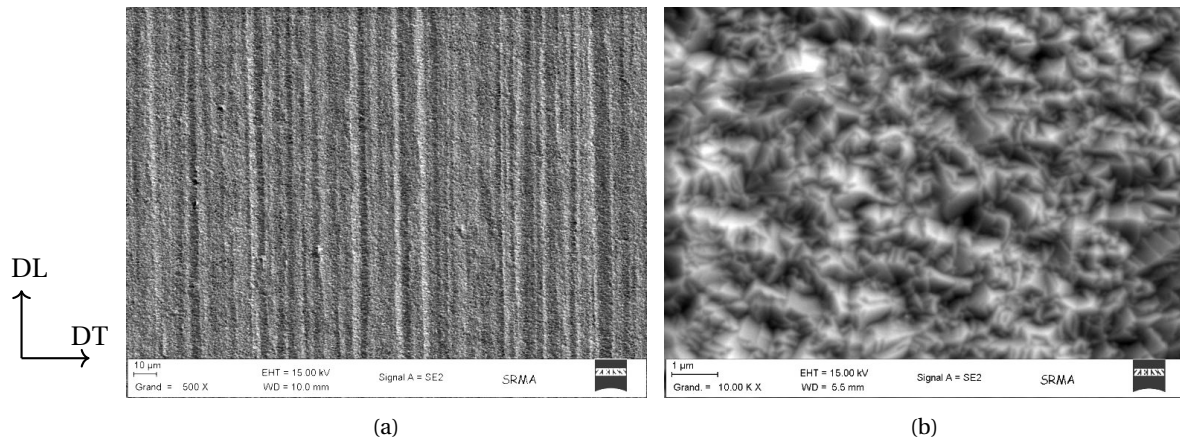


FIGURE II.18 – État de surface du revêtement de chrome déposé sur une plaquette en M5<sub>Framatome</sub> observé au Microscopie Electronique à Balayage (MEB) au grossissement (a) x800 et (b) x10000 (DL : direction de laminage, DT : direction transverse).

(µm)		$R_a$	$R_q$	$R_z$	$R_{max}$	$R_{sm}$
Non Revêtue	DL	$0,10 \pm 0,02$	$0,12 \pm 0,02$	$0,77 \pm 0,05$	$1,17 \pm 0,32$	$94 \pm 28$
	DT	$0,26 \pm 0,01$	$0,33 \pm 0,02$	$2,14 \pm 0,17$	$2,49 \pm 0,49$	$33 \pm 02$
Revêtue	DL	$0,10 \pm 0,02$	$0,13 \pm 0,02$	$0,94 \pm 0,17$	$1,71 \pm 1,02$	$59 \pm 26$
	DT	$0,27 \pm 0,05$	$0,37 \pm 0,14$	$2,44 \pm 0,34$	$2,78 \pm 1,10$	$37 \pm 03$

TABLEAU II.4 – Paramètres de rugosité (longueur de base 0,8 mm, longueur d'onde limite 0,8 mm - ISO 4288) mesurés sur une plaquette en M5<sub>Framatome</sub> non revêtue et une plaquette revêtue selon la direction de laminage (DL) et la direction transverse (DT). L'incertitude représente la variation des valeurs mesurées sur 5 longueurs d'évaluation différentes (4 mm chacune).

À fort grossissement, la surface du revêtement présente des reliefs de forme plus ou moins pyramidale (Figure II.18b). Leur diamètre est comparable à la largeur des grains colonnaires (de l'ordre de 1-2  $\mu\text{m}$ , cf. partie suivante). Ainsi, on peut les associer à l'émergence des grains de chrome à la surface. Par ailleurs, des défauts sont observés localement dans le revêtement (Figure II.19). Leur formation est due à la croissance non homogène du revêtement liée à des particules étrangères durant le dépôt [100]. Leur diamètre varie de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres. Leur « apex » est de quelques micromètres plus haut que la surface moyenne du revêtement.

**Microstructure et texture** La croissance des grains colonnaires du revêtement de chrome étudié est mise en évidence par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD pour « Electron BackScatter Diffraction ») sur une section transversale. La Figure II.20 illustre la microstructure dans l'épaisseur du

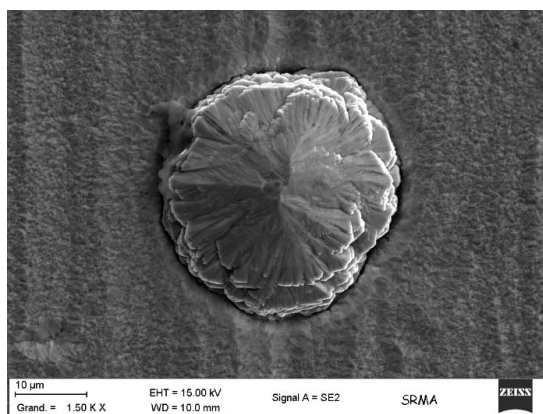
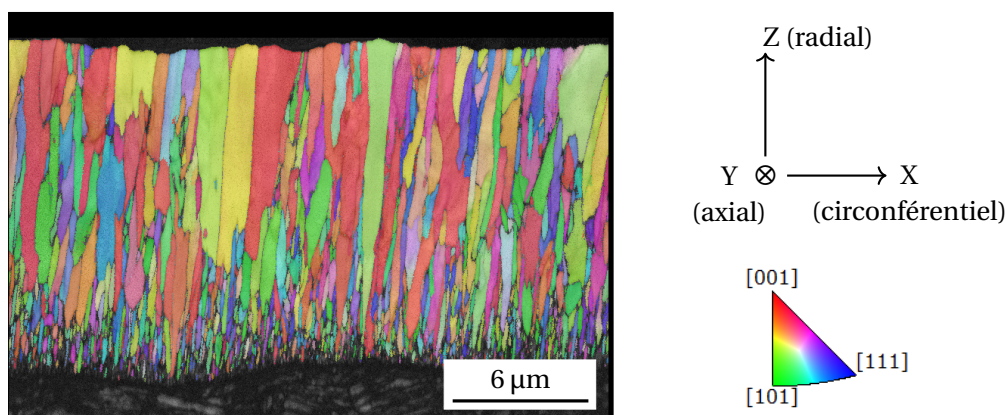
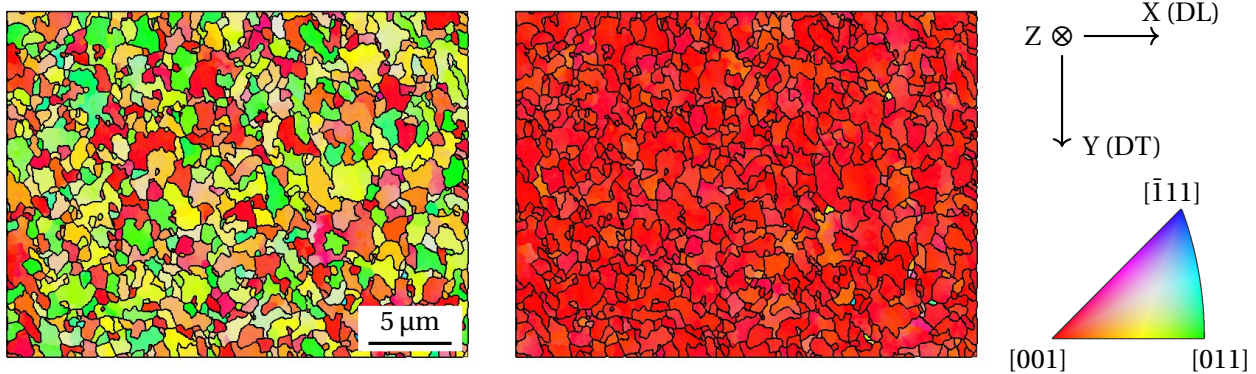


FIGURE II.19 – Défaut dans le revêtement de Cr.

revêtement déposé sur un tube. La microstructure présente un fort gradient selon l'épaisseur. Proche de l'interface avec le substrat, les grains de chrome sont petits (largeur de l'ordre de quelques centaines de nanomètres) tandis que dans le reste de l'épaisseur, les grains sont plus gros. Leur largeur augmente avec la croissance du revêtement; elle est de l'ordre de quelques micromètres au niveau de la surface libre. Cette microstructure correspond à la zone 2 sur la Figure II.16. Des travaux récents ont montré que l'interface substrat/revêtement est (semi-)cohérente d'un point de vue cristallographique, et le reste après irradiation aux ions, ce qui assure une bonne adhérence du revêtement [101, 102].

FIGURE II.20 – Cartographie EBSD d'orientation cristalline dans l'épaisseur du revêtement de Cr déposé à la surface externe d'un tube en alliage de M5<sub>Framatome</sub> (35 nm/pixel) sous forme de figure de pôles inverses selon la direction Y (selon l'axe du tube).

La taille des gros grains constituant l'essentiel de l'épaisseur du dépôt a pu être étudiée par analyse EBSD directement sur la surface libre du revêtement. À l'aide d'un MEB de la marque ZEISS modèle Sigma HD avec un canon à émission de champ, on a pu atteindre un taux de pixels indexés de 70% sans préparation particulière, malgré la rugosité de la surface naturelle du revêtement (cela n'est pas possible avec un MEB à filament de tungstène). Du fait de la combinaison de la rugosité de la surface et de l'inclinaison du faisceau dans la configuration EBSD, il n'est pas possible d'avoir une projection 2D précise des grains. Néanmoins, cela ne met pas en cause la texture et la taille des grains mesurées. L'analyse est effectuée sur une zone de  $30 \times 22 \mu\text{m}^2$  sur la surface du revêtement déposé sur une plaquette. Les points non ou potentiellement mal indexés sont remplis par la valeur du voisinage le plus proche. Les joints de grains sont détectés par un critère sur l'angle de désorientation, choisi



a) Selon la direction X

b) Selon la direction Z

FIGURE II.21 – Cartographie EBSD d’orientation cristalline réalisée sur la surface libre d’un revêtement de Cr déposé sur une plaquette en alliage de M5<sub>Framatome</sub> (35 nm/pixel) sous forme de figures de pôles inverses selon la direction X (dans le plan de la plaquette) et la direction normale Z.

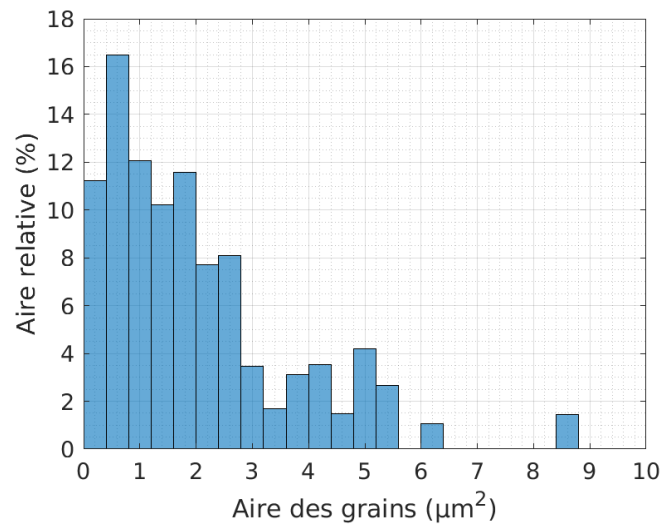


FIGURE II.22 – Histogramme de l’aire des grains en termes de proportion surfacique.

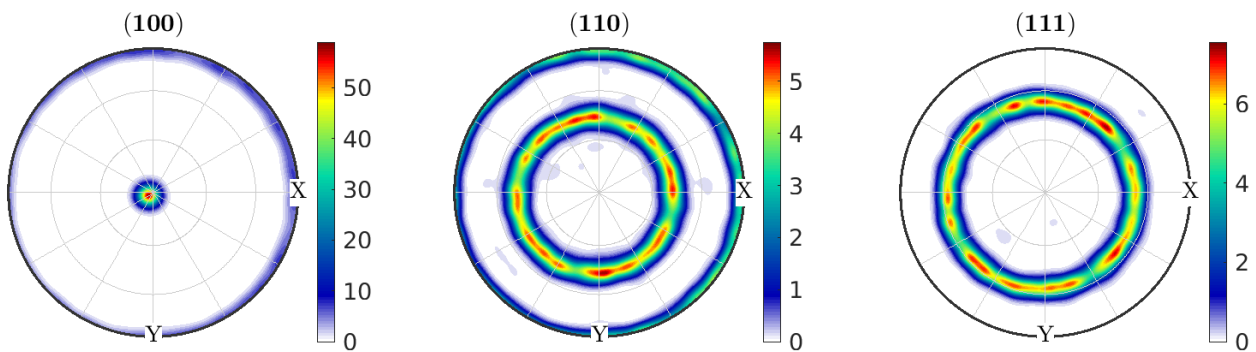


FIGURE II.23 – Figures de pôle tracées à partir des données EBSD illustrées sur la Figure II.21.



supérieur à 5°. Les post-traitements et les visualisations sont effectués à l'aide de MTEX<sup>6</sup> (boîte à outils dédiée sur Matlab).

La Figure II.21 représente l'orientation de la direction de laminage dans le plan de la plaquette et de la direction normale à la surface libre dans la maille cristalline du chrome (de structure cubique centrée) sous forme de figures de pôles inverses. Les joints de grains détectés sont surlignés en noir. La distribution de la taille des grains est illustrée sur la Figure II.22 qui représente l'histogramme de l'aire des grains observée en surface en termes de proportion surfacique. Ainsi, la majorité des grains (75%) de la surface observée ont une aire de 0,4 à 4  $\mu\text{m}^2$ , équivalente à une taille des grains de 0,6 à 2  $\mu\text{m}$  environ.

Sur la Figure II.21 b, quasiment tous les grains sont rouges. Autrement dit, la direction cristallographique  $\langle 100 \rangle$  est alignée selon la direction normale à la surface libre. Cette forte texture fibreuse est mise en évidence sur les figures de pôles tracées à partir des données EBSD collectées (Figure II.23). En effet, on trouve une composante de fibre unique  $\langle 100 \rangle$ . La composante  $\langle 111 \rangle$ , qui a parfois été observée sur les revêtements de Cr déposés avant [30], n'est pas observée ici. La texture d'un revêtement est très sensible aux paramètres de dépôt. Dans la littérature, il est montré que la présence de la composante de fibre  $\langle 100 \rangle$  dans les revêtements de Cr déposés par PVD est liée à l'augmentation de la température du dépôt [103, 104]. Gautier et al. [104] suggèrent que les impuretés peuvent promouvoir le développement de la composante  $\langle 100 \rangle$ . On note toutefois que d'autres auteurs [105, 106] rapportent des textures de fibre  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  pour d'autres revêtements de Cr.

Pour voir s'il y a une relation entre la croissance des grains voisins, l'angle de désorientation au niveau des joints de grains est calculé. Il est présenté sur la Figure II.24. On trouve qu'il n'y a pas de désorientation préférentielle entre les grains voisins. L'absence de petites désorientations (inférieures à 5°) est due au critère de détection des joints de grains fixé (5°). L'absence d'angles de désorientation supérieurs à 45° est une conséquence directe de la texture fibreuse.

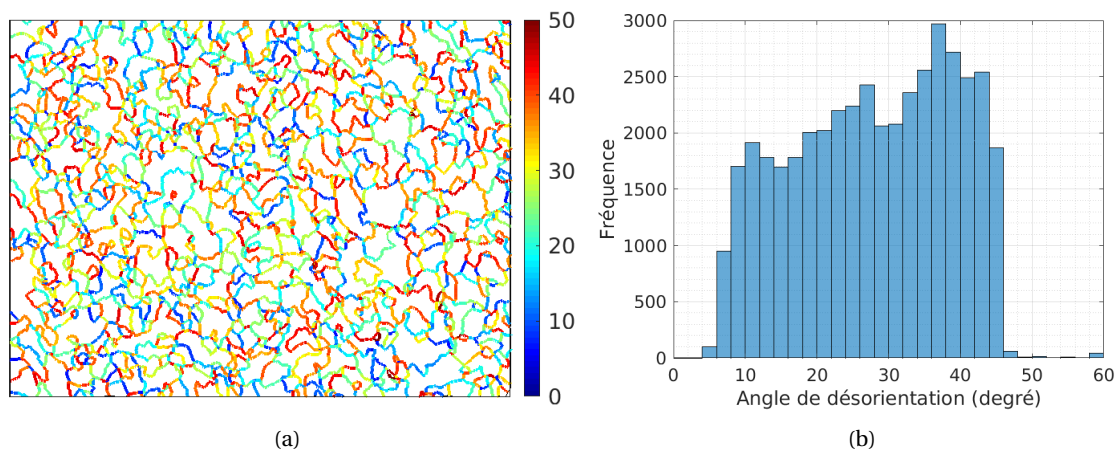


FIGURE II.24 – Cartographie (à gauche, où les couleurs représentent l'angle de désorientation en °) et distribution de l'angle de désorientation au niveau des joints de grains.

**Contraintes internes** Les revêtements déposés par PVD présentent généralement des contraintes internes ou résiduelles après dépôt, que l'on peut diviser en trois types selon leur origine : thermique,

6. <https://mtext-toolbox.github.io/>

intrinsèque et extrinsèque [107-109]. Les contraintes d'origine thermique sont générées lors du refroidissement par la différence de coefficients de dilatation thermique entre le substrat et le revêtement. Les contraintes intrinsèques sont souvent liées entre autres à l'accommodation de la différence de paramètres de maille entre le revêtement et le substrat dans le cas d'une croissance par épitaxie, à l'élimination ou la relaxation des joints de grains et à l'annihilation des défauts cristallins. Les contraintes extrinsèques sont dues à la présence d'impuretés. Les contraintes intrinsèques dépendent fortement des conditions de dépôt. Elles sont élevées dans le cas des revêtements à haute température de fusion. Tandis que les revêtements déposés par évaporation sont souvent en traction dans leur plan, l'état des contraintes résiduelles dans les revêtements déposés par un procédé énergétique comme la pulvérisation cathodique magnétron est généralement compressif [109, 110]. Cela est en général recherché car cet état de contraintes s'oppose à la formation et à la propagation de fissures dans le revêtement à basse température, en particulier lorsque celui-ci est fragile (revêtements céramiques...).

Une des méthodes les plus utilisées pour mesurer les contraintes résiduelles dans un revêtement est la méthode «  $\sin^2 \Psi$  » [111]. Il s'agit de déterminer par des techniques de diffraction l'évolution de la déformation moyenne du réseau cristallin dans le revêtement en fonction de l'angle  $\Psi$  entre la direction étudiée et la direction normale du revêtement, à travers le déplacement d'un pic de diffraction d'un plan cristallographique. Dans le cas d'un comportement macroscopiquement élastique isotrope, cette évolution est linéaire et la contrainte résiduelle dans le revêtement peut être calculée à partir de la pente.

En utilisant cette méthode, une étude préliminaire par diffraction des rayons X a été faite sur une plaquette M5<sub>Framatome</sub> revêtue en utilisant un rayonnement synchrotron qui permet notamment de traverser toute l'épaisseur du revêtement grâce à sa forte énergie. Ces expériences ont été réalisées sur la ligne DiffAbs du Synchrotron SOLEIL. La Figure II.25 présente un résultat typique. On trouve toujours une évolution non linéaire qui est souvent observée sur les revêtements texturés [112]. Pour la méthode «  $\sin^2 \Psi$  » conventionnelle, les déformations de réseau sont calculées à partir de la variation de la distance interréticulaire d'une seule famille ( $\{310\}$  dans cette étude). Dans ce cas, en raison de la forte texture de fibre, la plupart des grains ne diffractent théoriquement que pour une plage de  $\Psi$  très

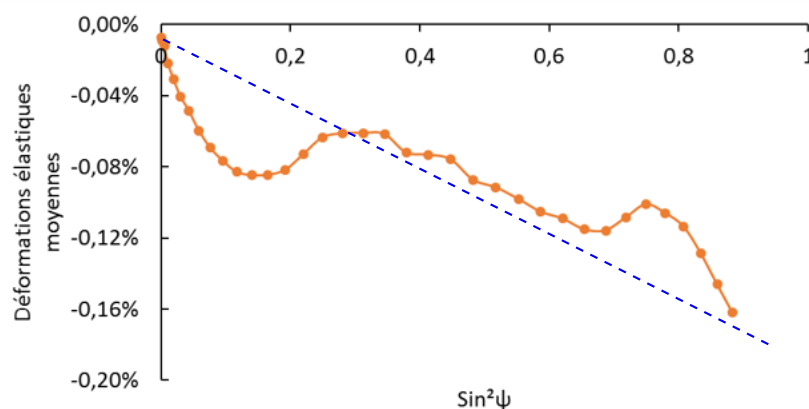


FIGURE II.25 – Évolution de la déformation élastique moyenne dans le revêtement en fonction de «  $\sin^2 \Psi$  », calculée à partir de la variation de la distance interréticulaire des familles de plans  $\{310\}$  mesurée par diffraction aux rayons X sous rayonnement synchrotron (par R. GUILLOU, CEA).

étroite. Les pics de diffraction observés ici hors cette plage sont probablement liés à la diffraction des petits grains proche de l'interface revêtement/substrat qui sont plus isotropes. Autrement dit, on risque de faire diffracter des volumes de matériau différents et non caractéristiques de toute l'épaisseur du revêtement. De plus, la contrainte résiduelle dans le revêtement varie certainement selon l'épaisseur. En dépit de ces remarques, une estimation « semi-quantitative » peut être faite à partir de la pente ajustée des courbes non linéaires observées. On trouve des contraintes résiduelles compressives qui sont aux alentours de 300 MPa, ce qui est cohérent avec des évaluations faites en appliquant la même méthode à partir de mesures réalisées par diffraction des rayons X en laboratoire sur des revêtements déposés antérieurement. La nature compressive des contraintes résiduelles est liée au caractère très énergétique du procédé de dépôt utilisé.

Nous avons collaboré avec le laboratoire PIMM des Arts et Métiers ParisTech dans le but de trouver un moyen de mesurer la contrainte résiduelle dans les revêtements étudiés dans cette thèse de manière plus satisfaisante. La méthode testée, dite de « multi-réflexions », consiste à analyser plusieurs familles de plans hkl à différents angles  $\Psi$  [113]. Néanmoins, nous ne sommes pas parvenus à obtenir des résultats fiables pour le moment.

## II.3 Synthèse bibliographique sur le comportement mécanique du chrome

### II.3.1 Dilatation thermique

Sur la base de mesures effectuées sur Ducropur<sup>TM</sup> (marque industrielle de Metallwerke Plansee, Autriche) [114], Holzwarth et Stamm proposent de décrire l'évolution du coefficient de dilatation thermique du chrome massif (présentant malgré tout des teneurs en impuretés résiduelles significatives) en fonction de la température par la relation (T en °C,  $20 < T < 1000$ ) :

$$\alpha(T) = 8,3159 + 1,80901 \times 10^{-3}T + 6,45421 \times 10^{-7}T^2 + 1,27483 \times 10^{-10}T^3 \quad (10^{-6} \text{ K}^{-1}) \quad (\text{II.4})$$

Cette relation est illustrée sur la Figure II.26, en comparaison avec le coefficient de dilatation du zirconium polycristallin. À noter que le chrome présentant une structure cristallographique cubique centrée, les coefficients de dilatation sont identiques selon les trois directions cristallines et ainsi identiques au coefficient macroscopique. Le coefficient de dilatation thermique du chrome est plus élevé que ceux des alliages de zirconium en phase  $\alpha_{Zr}$ .

### II.3.2 Élasticité

Les constantes élastiques du monocristal de chrome (bcc) à température ambiante, déterminées par Bolef et Klerk (1963) [115] à partir de la vitesse de propagation des ondes acoustiques, sont données dans le Tableau II.5. Leurs résultats sont comparables à ceux mesurés par Sumer et Smith (1963) [116]. L'anisotropie élastique du monocristal cubique est caractérisée par le facteur d'anisotropie de Zener défini par [117] :

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} = \frac{2(S_{11} - S_{12})}{S_{44}} \quad (\text{II.5})$$

où  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  sont les composantes du tenseur de rigidité élastique en notation de Voigt et  $S_{11}$ ,  $S_{12}$  et  $S_{44}$  sont les composantes du tenseur de souplesse. Pour un matériau isotrope, ce facteur est égal à

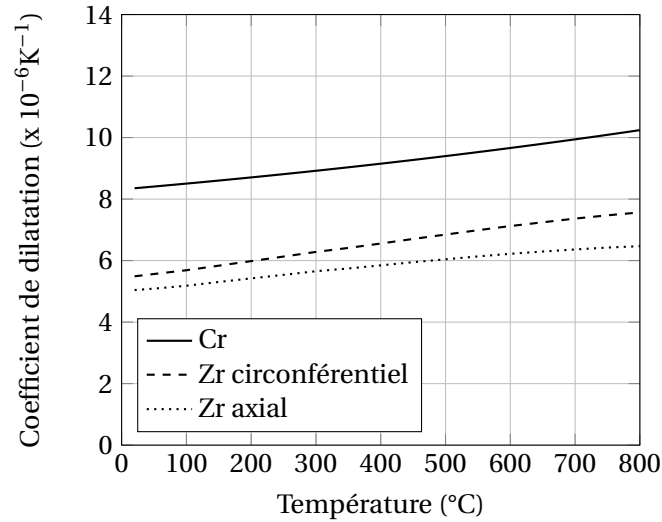


FIGURE II.26 – Évolution du coefficient de dilatation thermique moyen du Ducropur™ [114] en comparaison avec les coefficients moyens typiques de tubes de gainage en alliage de zirconium selon les directions circonférentielle et axiale (cf. Figure II.5).

1. Dans le cas du chrome, il est égal à 0,71 (à température ambiante). Ainsi, l'élasticité du cristal de chrome est anisotrope. Son module d'élasticité  $E$  est minimal selon la direction  $\langle 111 \rangle$  et maximal selon l'axe  $\langle 100 \rangle$ <sup>7</sup>.

$C_{11}$	$C_{12}$	$C_{44}$	A	$E_{\langle 100 \rangle}$	$E_{\langle 111 \rangle}$	$E_{\langle 110 \rangle}$
350	67,8	100,8	0,71	328	250	266

TABLEAU II.5 – Constantes élastiques (en GPa) [115], facteur d'anisotropie de Zener [117] et module d'élasticité (en GPa) selon trois directions cristallines du monocristal de chrome à température ambiante.

La dépendance des constantes élastiques du chrome à la température présente une « anomalie » ou une discontinuité autour de 35-37°C associée à la transition antiferromagnétique-paramagnétique du chrome [118, 119] (Figure II.27).

On peut estimer les propriétés élastiques macroscopiques du chrome polycristallin non texturé à partir de ces constantes élastiques en utilisant les approximations de Voigt et de Reuss. L'approximation de Voigt suppose une déformation homogène partout dans la structure polycristalline et assure la compatibilité des déformations aux joints des grains. Dans le cas de l'approximation de Reuss, c'est la contrainte qui est supposée homogène, assurant ainsi l'équilibre local. Les approximations de Voigt et de Reuss sont des bornes qui conduisent respectivement à une sur-estimation et à une sous-estimation de la rigidité du matériau. Les résultats obtenus en utilisant les formules<sup>8</sup> reportées par Noyan et

7. Pour la structure cubique, ils sont calculés par :

$$\frac{1}{E_{\langle 100 \rangle}} = S_{11}, \quad \frac{1}{E_{\langle 111 \rangle}} = S_{11} - \frac{2}{3} \left[ (S_{11} - S_{12}) - \frac{1}{2} S_{44} \right], \quad \frac{1}{E_{\langle 110 \rangle}} = S_{11} - \frac{1}{2} \left[ (S_{11} - S_{12}) - \frac{1}{2} S_{44} \right]$$

Les composantes du tenseur de souplesse en notation de Voigt sont reliées aux constantes élastiques par les relations :

$$S_{11} = \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} + 2C_{12})(C_{11} - C_{12})}, \quad S_{12} = \frac{-C_{12}}{(C_{11} + 2C_{12})(C_{11} - C_{12})}, \quad S_{44} = \frac{1}{C_{44}}$$

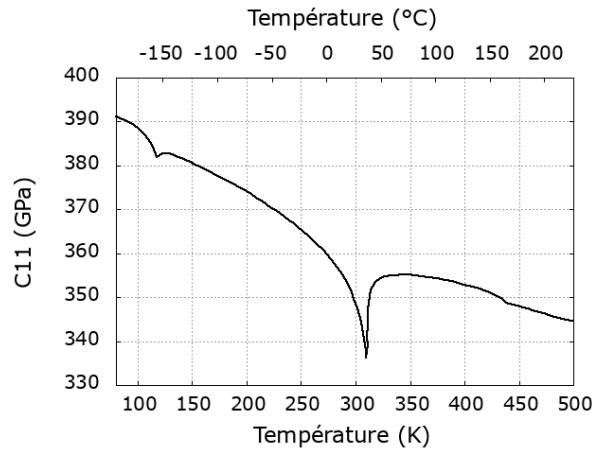


FIGURE II.27 – Évolution de la constante élastique  $C_{11}$  du chrome en fonction de la température (d'après les données de [115]).

Cohen (1987) [111] sont regroupés dans le Tableau II.6, où  $K$  est le module de compressibilité,  $\mu$  est le module de cisaillement,  $E$  est le module d'Young et  $\nu$  est le coefficient de Poisson. On note que l'écart entre ces deux bornes est très faible. Elles constituent donc une estimation fiable du comportement.

	$K$ (GPa)	$\mu$ (GPa)	$E$ (GPa)	$\nu$
Voigt	161,9	116,9	282,7	0,209
Reuss	161,9	113,8	276,6	0,215

TABLEAU II.6 – Propriétés élastiques isotropes du chrome polycristallin non texturé calculées à partir des constantes élastiques données dans le Tableau II.5, en utilisant les approximations de Voigt et de Reuss.

L'évolution du module d'élasticité du chrome polycristallin en fonction de la température a été étudiée expérimentalement à travers des mesures dynamiques par Maykuth et al. [120]. Elle est représentée sur la Figure II.28. Cette évolution peut être modélisée par la relation suivante ( $T$  est la température en K) [121, 122] :

$$E(T) = 293,96 - 0,11 T \exp\left(\frac{-1060,02}{T}\right) \quad (\text{II.6})$$

Le module d'élasticité macroscopique vaut  $\sim 290$  GPa à température ambiante, et  $\sim 280$  GPa à  $350^\circ\text{C}$ . On peut observer une légère chute du module autour de température ambiante correspondant à la transition antiferromagnétique-paramagnétique. Le coefficient de Poisson du chrome est de 0,22 [114]. Ces valeurs sont cohérentes avec les valeurs reportées dans le Tableau II.6.

Comme l'élasticité du monocristal du chrome est anisotrope, on peut penser que l'élasticité du revêtement de chrome étudié présentant une texture de fibre  $\langle 100 \rangle$  soit différente de celle

8. Le module d'élasticité isostatique moyen  $K$ , le module de cisaillement moyen  $\mu$  selon les approximations de Voigt (désignée par V) et Reuss (désignée par R) sont calculés par :

$$K^V = K^R = \frac{1}{3}(C_{11} + 2C_{12}), \quad \mu^V = \frac{1}{5}[(C_{11} - C_{12}) + 3C_{44}], \quad \mu^R = \frac{5}{4(S_{11} - S_{12}) + 3S_{44}}$$

Le module d'Young  $E$  et le coefficient de Poisson sont déduits des relations :  $\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$ ,  $K = \frac{E}{3(1-2\nu)}$ .

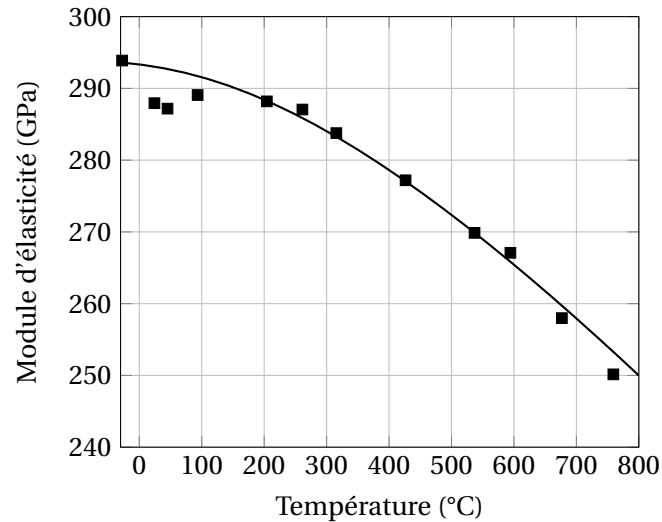


FIGURE II.28 – Évolution du module d'élasticité du chrome polycristallin (isotrope) en fonction de la température [120].

du chrome polycristallin non texturé. On considère par la suite le cas d'une texture fibre  $\langle 100 \rangle$  idéale où la direction  $[100]$  de tous les grains est selon la direction normale de la surface libre du revêtement. L'orientation d'un grain est alors définie par un seul angle  $\varphi$  (Figure II.29). De plus, la fraction volumique des grains est considérée uniforme pour chaque valeur de  $\varphi$ .

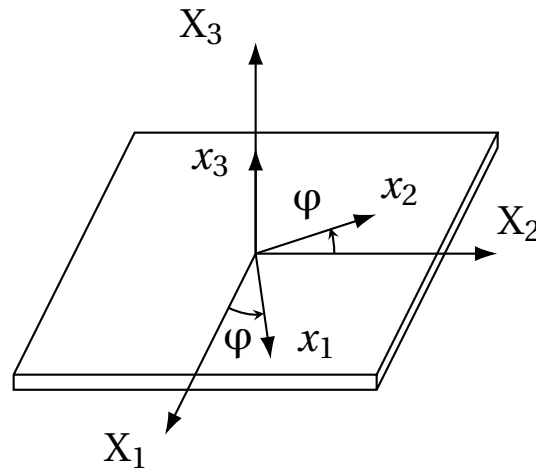


FIGURE II.29 – Illustration de l'orientation d'un grain ( $x_i$ ) par rapport au repère macroscopique ( $X_i$ ) dans le cas d'une texture de fibre  $[100] // X_3 // x_3$ .

Les composantes des tenseurs de rigidité élastique et de souplesse d'un grain définies dans le repère local selon les axes cristallins principaux  $C_{mnop}$  et  $S_{mnop}$  sont transformées dans le repère macroscopique (désigné par F pour « fibre ») par (en notation complète) :

$$\begin{aligned} C_{ijkl}^F &= a_{im}a_{jn}a_{ko}a_{lp}C_{mnop} \\ S_{ijkl}^F &= a_{im}a_{jn}a_{ko}a_{lp}S_{mnop} \end{aligned} \quad (\text{II.7})$$

où  $a_{\alpha\beta}$  sont les composantes de la matrice de passage qui sont des fonctions de  $\varphi$ ; la convention de sommation d'Einstein est utilisée. Leur valeur moyenne en tenant compte de tous les grains orientés

aléatoirement est calculée par :

$$\begin{aligned}\langle C_{ijkl}^F \rangle &= \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} C_{ijkl} d\varphi \\ \langle S_{ijkl}^F \rangle &= \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} S_{ijkl} d\varphi\end{aligned}\quad (\text{II.8})$$

Le résultat explicite de ces intégrales en fonction des constantes élastiques du monocristal pour différentes textures de fibre a été reporté par Baral et al. (1982) [123]. On peut relier ces valeurs moyennes aux tenseurs de rigidité et de souplesse effectifs du revêtement à l'aide de schémas d'homogénéisation [124]. Avec l'approximation de Voigt, on a :

$$\underline{\underline{C}}^V = \langle \underline{\underline{C}}^F \rangle, \quad \underline{\underline{S}}^V = (\underline{\underline{C}}^V)^{-1} \quad (\text{II.9})$$

et avec l'approximation de Reuss :

$$\underline{\underline{S}}^R = \langle \underline{\underline{S}}^F \rangle, \quad \underline{\underline{C}}^R = (\underline{\underline{S}}^R)^{-1} \quad (\text{II.10})$$

En raison de la texture de fibre, l'élasticité effective du revêtement est isotrope transverse (comme celle du monocristal hexagonal) et invariante par changement de direction effectué par rotation autour de la direction normale  $X_3$ . Par conséquent, elle est définie par cinq constantes indépendantes. Leur valeur dans le cas d'un revêtement présentant une texture de fibre  $\langle 100 \rangle$  idéale est donnée dans le Tableau II.7. Le module d'élasticité selon la direction normale à la surface libre du revêtement  $E_{\perp}$  et selon les directions perpendiculaires à celle-ci  $E_{//}$  sont aussi donnés. On trouve que le module d'élasticité  $E_{//}$  d'un revêtement de chrome présentant une texture de fibre  $\langle 100 \rangle$  idéale (294-299 GPa) est proche (différence  $\sim 10\%$ ) de son module  $E_{\perp}$  (328 GPa) et proche (différence  $\sim 5\%$ ) du module d'élasticité d'un chrome polycristallin non texturé (276-283 GPa).

	$C_{11}$	$C_{33}$	$C_{12}$	$C_{13}$	$C_{44}$	$C_{66}$	$E_{//}$	$E_{\perp}$
Voigt	329,9	350	88,0	67,8	100,8	121,0	299,0	328,0
Reuss	326,5	350	91,3	67,8	100,8	117,6	293,9	328,0

TABLEAU II.7 – Constantes élastiques effectives (en GPa) à température ambiante d'un revêtement de chrome présentant une texture de fibre  $\langle 100 \rangle$  idéale (définies dans le repère macroscopique  $X_i$  illustré sur la Figure II.29).

L'anisotropie observée étant modéré ( $A_{\kappa} \sim 1$  et  $A_{\mu} \sim 0,85$ ), pour ne pas complexifier inutilement le dépouillement des résultats expérimentaux et les simulations numériques par la suite, l'élasticité du revêtement est considérée isotrope (linéaire) avec un module d'Young  $E^f = 290$  GPa (exposant f pour « film » en anglais) et un coefficient de Poisson  $\nu^f = 0,22$  à température ambiante.

### II.3.3 Température de transition ductile-fragile

La Température de Transition Ductile-Fragile (TTDF) est une température au-dessous de laquelle le matériau casse de manière fragile (par clivage ou séparation des grains au niveau des joints de grain) et au-dessus de laquelle il présente des déformations plastiques significatives avant rupture. Elle est souvent déterminée par des essais de résilience Charpy qui permettent de mesurer l'énergie

absorbée lors de la rupture d'une éprouvette entaillée sous l'action d'un choc. Ayant une structure cristallographique cubique centrée, la température de transition du chrome est relativement élevée, proche voire supérieure à température ambiante.

Quelques études montrent que le chrome à haute pureté peut être ductile à température ambiante [125-127]. Gilbert et al. (1963) rapportent que la température de transition du monocristal de chrome pur est de l'ordre de  $-80^{\circ}\text{C}$  [128]. Sameljuk et al. (1996) [129] montrent que le monocristal de chrome est ductile dès  $-75^{\circ}\text{C}$  lors d'essais de traction selon la direction  $\langle 110 \rangle$  et dès  $-50^{\circ}\text{C}$  selon la direction  $\langle 100 \rangle$ . La ductilité du monocristal de chrome pur (C = 20 ppm, N = 15 ppm, O = 100 ppm, en ppm massiques) est aussi observée à température ambiante par Briant et al. [127] à partir d'essais de flexion 4 points. De plus, les auteurs montrent qu'un polycristal recristallisé pur (taille de grain non reportée) est aussi ductile à température ambiante. Ils concluent que la présence des joints de grain ne réduit pas significativement la ductilité du matériau.

Toutefois, la plupart des études trouvées dans la littérature montre une fragilité du chrome polycristallin à température ambiante [120]. Morinaga et al. (1995) [130] suggèrent que c'est au niveau des joints de grains que les fissures s'amorcent. La Figure II.30 présente l'évolution de la ténacité mesurée sur Ducropur (taille de grain de  $82\ \mu\text{m}$ , 99,7% Cr) [114]. L'augmentation de la ténacité à partir de  $200^{\circ}\text{C}$  correspond à la transition fragile-ductile. À température ambiante, la ténacité est d'environ  $10\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ . Les auteurs proposent cette valeur comme limite supérieure. Wadsack et al. (2001) [131] rapportent une valeur de  $7,7\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  pour un matériau similaire. Il faut garder en tête que la ténacité n'est pas totalement intrinsèque et qu'il y a un effet probable de la taille des grains et des impuretés. On peut attendre un taux de restitution d'énergie critique de  $100$  à  $300\ \text{J}\cdot\text{m}^{-2}$  pour le chrome à température ambiante, comme discuté par Hong et al. [132].

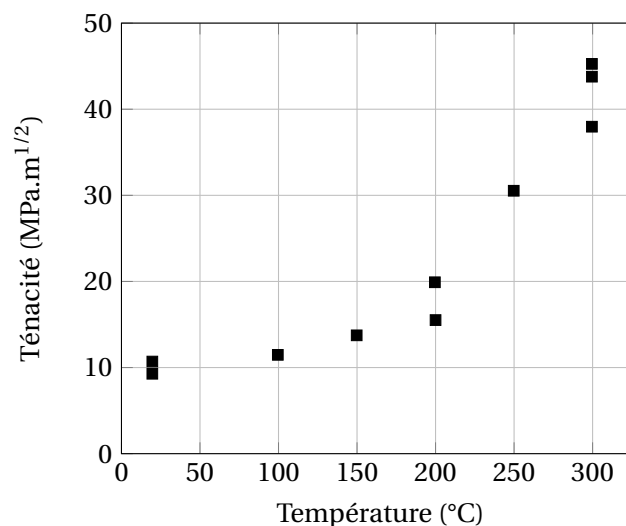


FIGURE II.30 – Évolution de la ténacité du chrome polycristallin Ducropur (taille de grain de  $82\ \mu\text{m}$ ) [114].

La Figure II.31 regroupe des valeurs de TTDF du chrome recristallisé pour différentes tailles de grains reportées par différents auteurs [133-135]. La température de transition augmente avec la diminution de la taille des grains. Cette tendance est l'inverse de celle observée dans les cas du tungstène et de l'acier (structure cubique centrée) pour lesquels la ductilité aux faibles températures est favorisée par le raffinement de la microstructure [136]. Ces résultats suggèrent que le chrome pur recristallisé est ductile à température ambiante seulement si la taille des grains est supérieure à  $\sim 100$



$\mu\text{m}$ . Il est à noter que cette dépendance de la TTDF à la taille de grains n'est plus correcte dans le cas où la taille des grains est réduite à moins de quelques centaines de nm par des déformations plastiques importantes entre 320 et 390°C [135]. Dans ce cas, le matériau est ductile à température ambiante (essai de flexion, sous réserve de l'absence de formation de microfissures lors de la fabrication). Néanmoins, dans ce cas, il est difficile de dissocier l'effet de la taille de grains et celui lié aux déformations plastiques appliquées. De plus, Provenzano [137] suggère que le chrome nanostructuré avec une taille des grains de l'ordre de 10 nm peut présenter une certaine ductilité à température ambiante grâce au glissement aux joints de grains.

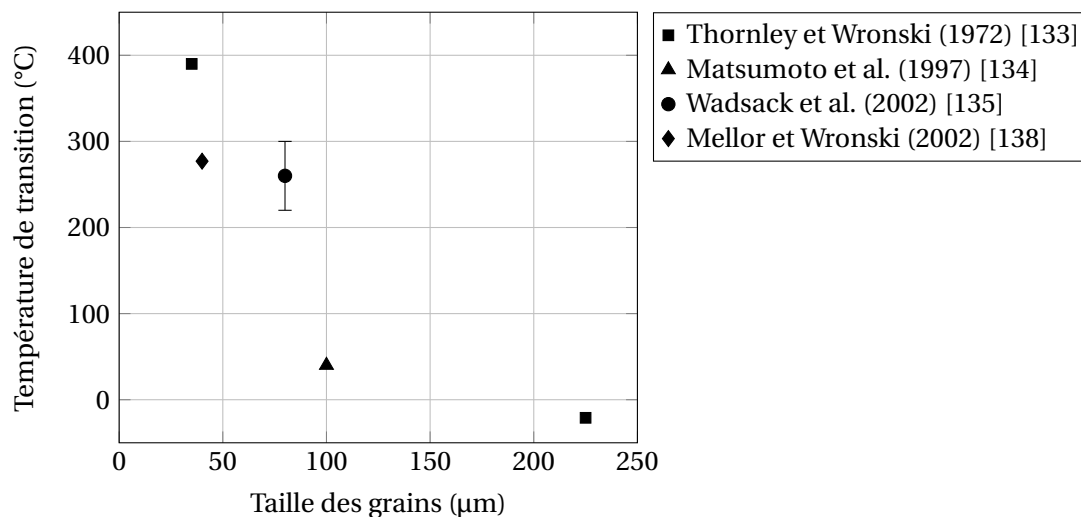


FIGURE II.31 – Évolution de la température de transition ductile-fragile du chrome recristallisé en fonction de la taille des grains [133-135].

Dans ce sens, on pourrait s'attendre à ce que la recristallisation qui augmente généralement la taille des grains améliore la ductilité du chrome. Néanmoins, il est souvent reporté que la recristallisation réduit la ductilité du chrome (la taille des grains n'est malheureusement pas précisée) [120, 139, 140]. Cette relation peut être expliquée par la forte sensibilité de la fragilité du chrome recristallisé aux impuretés [126] ou à la ségrégation d'impuretés aux joints de grains. En effet, Briant et al. (2000) [127] montrent qu'un polycristal recristallisé de haute pureté (taille de grain non communiquée) est ductile à température ambiante.

La teneur en impuretés interstitielles impacte la température de transition ductile-fragile. L'azote et le carbone sont les éléments les plus pénalisants sur la ductilité du chrome. Weaver (1957) [141] rapporte que la réduction de la teneur en azote de 15 ppm à 5 ppm massiques permet de diminuer la température de transition d'un chrome recuit de 350°C à 150°C. Selon Smith et Seybolt (1956) [142], une teneur massique en azote supérieure à 100 ppm et une teneur en carbone supérieure à 200 ppm conduisent à une augmentation significative de la TTDF tandis qu'une teneur massique en oxygène et en soufre jusqu'à respectivement 3000 ppm et 1000 ppm a des effets négligeables. Un effet de fragilisation par l'hydrogène est mis en évidence par Nambu et al. (1995) [143, 144].

La ductilité du chrome massif est sensible à l'état de surface. Morinaga et al. (1995) [130] observent lors d'essais de flexion sur du chrome polycristallin (taille de grain  $\sim 100 \mu\text{m}$ ) pur à température ambiante que les éprouvettes finement polies (profondeur maximale des vallées  $R_{max} < 0,3 \mu\text{m}$ ) peuvent être pliées plastiquement jusqu'à 90° tandis que les éprouvettes grossièrement

polies ( $R_{max} > 0,5 \mu\text{m}$ ) cassent de manière fragile. Cette sensibilité de la température de transition ductile-fragile à la rugosité de la surface a aussi été reportée lors d'études antérieures [120]. Moriganga et al. l'expliquent par le fait que l'énergie de surface du chrome est faible de telle sorte que la propagation des fissures est plus facile que leur germination, qui est favorisée par la présence des microfissures au niveau de la surface des éprouvettes moins polies. Rappelons que le revêtement de Cr étudié étant à l'état brut après le dépôt sans polissage de finition, sa surface libre est plus ou moins rugueuse ( $R_{max} > 1 \mu\text{m}$ ). Pourtant, les résultats de Moriganga et al. ne sont pas nécessairement transposables dans ce cas (faible épaisseur, effet du substrat, procédé de dépôt particulier, haute pureté, etc.).

L'environnement extérieur est aussi un facteur susceptible d'influencer la ductilité du chrome. Nambu et al. (1995) [143] rapportent que la ductilité d'un chrome polycristallin (taille de grain  $\sim 100 \mu\text{m}$ ) est augmentée par l'humidité. Cette relation est interprétée par l'augmentation du nombre de dislocations mobiles générées au cours du chargement [134]. La formation de ces dislocations doit être associée au développement de contraintes locales à l'interface oxyde-Cr, qui peuvent être dues à l'insertion d'atomes d'oxygène en solution solide dans le substrat ou à la déformation induite par la formation d'oxyde de Cr qui a un volume molaire environ deux fois plus élevé que le Cr. Par ailleurs, cette relation n'est pas observée sur le chrome dont la couche d'écrouissage induite par le polissage mécanique est enlevée par polissage électrolytique [144].

Plusieurs méthodes ont été proposées dans le but d'améliorer la ductilité du chrome à température ambiante. Weaver (1957) [141] rapporte qu'une pré-déformation jusqu'à 3% à 400°C, au-delà de la température de transition ductile-fragile, conduit à une ductilité significative à la température ambiante pour un chrome recuit. Sans toutefois présenter de courbes, Wadsack et al. (2002) [135] mentionnent qu'une pré-déformation à 3%, 5% et 10% de déformation plastique à 300°C apporte à des éprouvettes de chrome recristallisé (Ducropur) (taille de grains  $80 \mu\text{m}$ ), initialement fragile à température ambiante, une certaine ductilité à cette température. De plus, ces auteurs montrent qu'une ductilité prononcée à température ambiante est observée pour des éprouvettes ayant subi des déformations plastiques importantes ( $> 200\%$ ) entre 350 et 400°C qui conduisent à une diminution de la taille de grains à 1-10  $\mu\text{m}$ . Ensuite, une pressurisation hydrostatique à température ambiante au-delà de 600 MPa jusqu'à 1200 MPa permet de diminuer la température de transition d'un chrome recristallisé de 277°C vers 17°C [138]. Ces méthodes consistent à créer des dislocations mobiles pour faciliter la plasticité ultérieure. Par ailleurs, l'addition d'éléments d'alliage est aussi possible pour accroître la ductilité du chrome. Wailcox et al. (1972) [145] montrent que l'ajout de dioxyde de thorium  $\text{ThO}_2$  ( $\sim 3\%$  mass.) aide à diminuer la température de transition ductile-fragile de 140°C vers 50°C pour un chrome recristallisé (taille de grains  $\sim 33 \mu\text{m}$ ) et vers 15°C pour un chrome brut laminé (taille de grains  $\sim 1,2 \mu\text{m}$ ). Ces auteurs proposent que les particules  $\text{ThO}_2$  sont une source de dislocations ou permettent de « transmettre » les dislocations au-delà des joints de grains et donc de relaxer la concentration des contraintes et d'empêcher la germination de fissures intergranulaires. L'effet positif de l'ajout de vanadium, de manganèse et de rhénium est expérimentalement démontré par Matsumoto et al. (1995) [146] et Gilbert et al. (1966) [147]. Le vanadium (en solution solide de substitution) ayant une forte affinité avec l'azote, le carbone et l'oxygène permet de réduire la teneur en impuretés. L'effet du rhénium peut être associé à la diminution de la solubilité des impuretés interstitielles dans le chrome.

Il faut toutefois noter que nos revêtements sont à priori nettement plus purs que le chrome « pur » de qualité industrielle et que l'on s'attend moins à des effets fragilisants dus aux impuretés.

### II.3.4 Mécanisme de rupture fragile

La rupture fragile du chrome polycristallin se fait principalement par clivage. Une étude menée sur du chrome de haute pureté (taille de grain non précisée) et déformé par flexion à température ambiante a montré que le plan de clivage principal observé est {100}, mais sur plusieurs grains, le plan {112} est aussi présent [148]. Le plan de clivage {100} est aussi confirmé par Sameljuk et al. [129] pour des essais de traction réalisés sur du chrome monocristallin. Dans le cas d'essais de ténacité sur Ducropur [114], les surfaces de rupture présentent principalement des « rivières » de clivage transgranulaire pour les températures inférieures à 200°C, qui sont toujours observées jusqu'à 500°C. Par ailleurs, Hook et Adair (1963) [149] montrent que la rupture fragile du chrome recristallisé à température ambiante s'amorce principalement aux joints de grains et se propage ensuite par clivage.

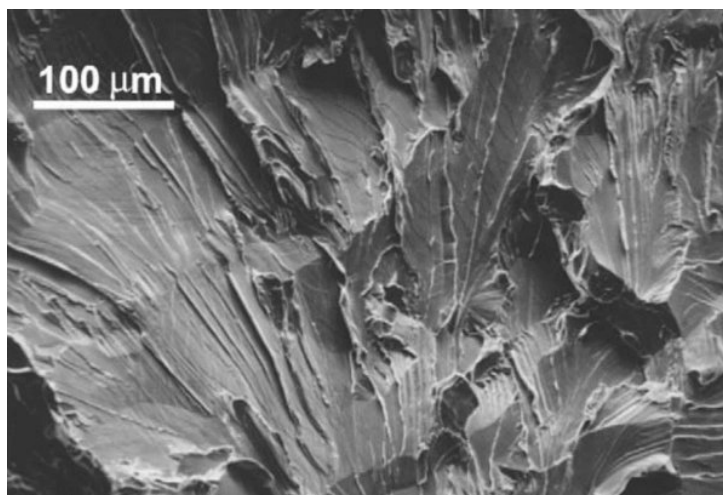


FIGURE II.32 – Faciès de rupture à rivières de clivage transgranulaire d'un chrome polycristallin Ducropur testé en traction à 300°C (observation au MEB) [114].

La Figure II.33 présente l'évolution de la contrainte à rupture fragile (pas de déformation plastique macroscopique avant rupture) du Ducropur (taille de grain de 100 µm) recristallisé testé en flexion trois points [131, 150]. Il faut noter que la surface des éprouvettes est électropolie pour minimiser l'effet de la rugosité. À température ambiante, la contrainte de rupture fragile est dispersée autour de 400 MPa. Elle diminue à environ 300 MPa avec l'augmentation de température jusqu'à la température de transition ductile-fragile. L'augmentation de la contrainte de rupture fragile avec la diminution de la température a aussi été observée dans le cas du molybdène (également de structure bcc) [151]. Enfin, comme déjà évoqué, la finesse des grains et la texture morphologique de nos revêtements diffèrent du chrome « industriel », et comme pour les impuretés, on peut s'attendre à un comportement différent.

### II.3.5 Contrainte d'écoulement plastique

La dépendance de la contrainte d'écoulement plastique des polycristaux  $\sigma_y$  à la taille de grains  $d$  peut souvent être modélisée par la relation de Hall et Petch [152] :

$$\sigma_y = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad (\text{II.11})$$

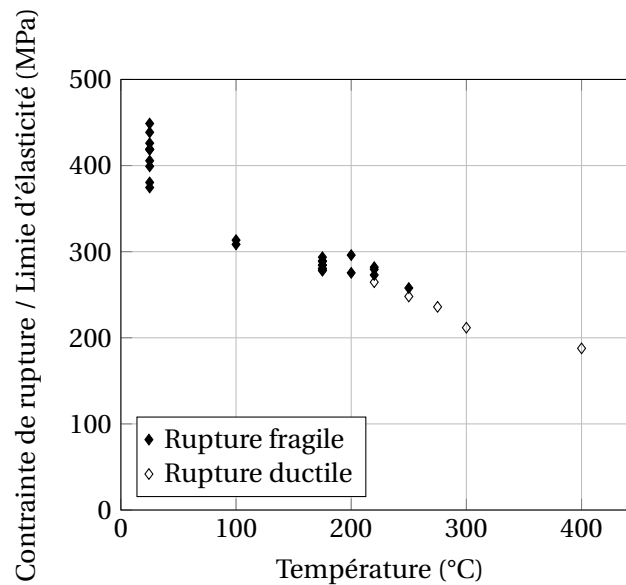


FIGURE II.33 – Évolution de la contrainte à rupture dans le cas d'une rupture fragile et de la limite d'élasticité dans le cas d'une rupture ductile (flèche de flexion > 0,5 mm) du chrome polycristallin Ducropur (taille de grain de 100  $\mu\text{m}$ ) testé en flexion trois points (dimensions des éprouvettes 6x6x30 mm) [131, 150].

où  $\sigma_0$  et  $K$  sont des constantes.  $\sigma_0$  est en théorie la contrainte d'écoulement du monocristal tenant éventuellement compte des effets non liés aux joints de grains tels que ceux liés aux éléments en solution solide et aux précipités.

Cordero et al. [153] ont fait une recherche bibliographique très complète démontrant la validité de cette relation en s'appuyant sur plusieurs études antérieures menées sur plusieurs matériaux polycristallins. Leur travail sur le chrome à température ambiante est illustré sur la Figure II.34. En raison du caractère fragile en traction, les contraintes reportées correspondent soit à la limite d'élasticité (inférieure) mesurée lors d'essais de compression [154], soit à la contrainte calculée approximativement à partir de la dureté Vickers [137, 155] ou de la nanodureté [156] divisée par 3. En dépit de la différence des méthodes de mesure utilisées et des teneurs en impureté et des modes de fabrication des chromes étudiés (qui se traduit par une différence probable du terme  $\sigma_0$  dans l'Équation (II.11)), l'évolution de la contrainte d'écoulement du chrome avec la taille des grains est assez bien décrite par la loi de Hall et Petch avec les constantes suivantes proposées par les auteurs, pour une taille de grains exprimée en  $\mu\text{m}$  :  $\sigma_0 = 320 \text{ MPa}$  et  $K = 800 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$  (illustrée par la ligne rouge sur la Figure II.34).

À priori, cette relation n'est plus valable quand la taille des grains est réduite jusqu'à une dizaine de nanomètres, trop petite pour que le phénomène d'empilement des dislocations se produise. Dans ce cas, la déformation plastique est accommodée par exemple par le glissement aux joints de grains [157]. Avec une taille des grains de 1 à 2  $\mu\text{m}$  dans le plan et jusqu'à 10  $\mu\text{m}$  selon l'épaisseur, on peut s'attendre à ce que la contrainte d'écoulement plastique du revêtement de chrome étudié ici suive la relation de Hall et Petch et soit de l'ordre de 500-1000 MPa à température ambiante. En effet, Wu (2017) [156] a mesuré par nanoindentation (profondeur de pénétration 500 nm perpendiculaire à l'épaisseur du revêtement) la dureté des revêtements de Cr similaires à ceux étudiés ici. Elle a trouvé que celle-ci diminue de  $2586 \pm 344 \text{ MPa}$  à  $1879 \pm 112 \text{ MPa}$  avec l'augmentation de la taille moyenne des grains de 0,6 à 1,5  $\mu\text{m}$  (par recristallisation). Cela correspond approximativement à une diminution de la

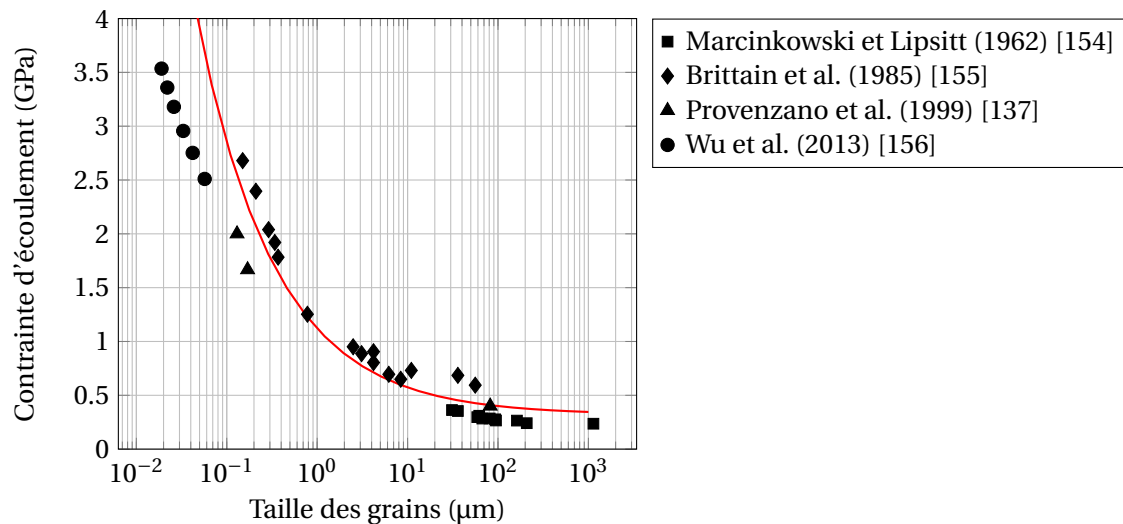


FIGURE II.34 – Évolution de la contrainte d'écoulement du chrome à température ambiante en fonction de la taille des grains [137, 153-156].

contrainte d'écoulement de 850 MPa à 600 MPa (la dureté divisée par 3), qui tombe dans l'intervalle proposé ci-dessus. De plus, la constante de Hall-Petch  $K$  vaut  $1418 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$  pour la dureté, ce qui est équivalent à  $\sim 500 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$  pour la contrainte d'écoulement. Elle est comparable à la valeur de  $800 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$  reportée ci-dessus.

Par ailleurs, la contrainte d'écoulement d'un revêtement n'est pas nécessairement identique à celle du matériau massif. Doerner et al. (1986) [158] rapportent que la contrainte d'écoulement du revêtement augmente généralement avec la diminution de son épaisseur, par exemple dans les cas d'un revêtement d'aluminium ( $<1 \mu\text{m}$ ) déposé sur un substrat en silicium, ce qui n'est pas complètement expliqué seulement par la variation de la taille des grains selon l'épaisseur. Cette relation peut être expliquée par « l'épinglage » des dislocations à la surface libre du revêtement et à l'interface revêtement/substrat, ce qui rend leur mouvement plus difficile [159]. Une autre explication est l'effet de la force image [160] sur les dislocations dans le revêtement. La surface libre ou un substrat moins rigide que le revêtement attire les dislocations tandis qu'un substrat plus rigide les repousse de l'interface revêtement/substrat. Le glissement des dislocations est ainsi perturbé. De manière cohérente, la présence d'une couche d'oxyde (plus dur) à la surface libre du revêtement peut augmenter sa contrainte d'écoulement [108]. Néanmoins, il est aussi reporté que la contrainte d'écoulement d'un revêtement de tungstène déposé par PVD sur un substrat en Si (moins rigide) diminue avec la diminution de son épaisseur [108], inversement à la tendance évoquée ci-dessus.

### II.3.6 Mécanisme de déformation plastique

Dans les années 1960, la déformation plastique du chrome massif à gros grains ( $30\text{-}700 \mu\text{m}$ ) a été étudiée à travers des essais de compression à basses températures (jusqu'à  $-195^\circ\text{C}$ ) [154, 161]. Il est trouvé qu'en dessous de  $-150^\circ\text{C}$ , la déformation plastique du chrome se fait principalement par maclage. Des micro-fissures sont générées dès la formation des macles associée à une baisse de la charge au début de la plasticité, à l'intersection des macles et des joints de grains. Au-dessus de  $-150^\circ\text{C}$ , la déformation plastique est pilotée par le glissement des dislocations.

Dans les métaux à structure cubique centrée tels que le chrome, le glissement des dislocations

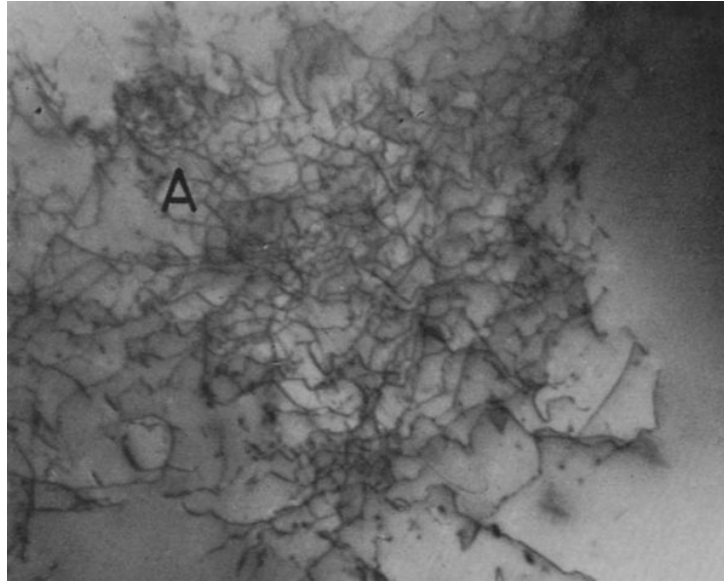


FIGURE II.35 – Réseau des dislocations (observé au MET) au sein d'un chrome polycristallin (taille de grain  $\sim 670 \mu\text{m}$ ) testé en compression à 6% de déformation à température ambiante [161].

se fait principalement dans le système  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et dans le système secondaire  $\{112\}\langle 111 \rangle$  [162-164]. Sameljuk et al. (1996) [129] montrent qu'un monocristal de chrome est plus ductile lors d'une traction uniaxiale selon la direction  $\langle 110 \rangle$  que selon la direction  $\langle 100 \rangle$ . Wu (2017) [92] a observé des boucles de dislocations de vecteurs de Burgers  $(a/2)\langle 111 \rangle$  dans un revêtement de Cr à l'état de réception voisin de celui étudié ici. Des dislocations de vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$  ont aussi été observées durant cette thèse dans un revêtement de Cr recristallisé à  $800^\circ\text{C}$  pendant 1h30 (Annexe A).

Tandis qu'il est faible pour les dislocations vis et coin dans des matériaux cubiques à faces centrées (fcc for « face-centered cubic »), dans les matériaux bcc, le frottement du réseau cristallin est particulièrement important pour les dislocations vis dont le cœur présente une dissociation triple non-planaire dans les plans  $\{110\}$  ou  $\{112\}$  :

$$\frac{a}{2}\langle 111 \rangle \rightarrow 3 \left[ \frac{a}{6}\langle 111 \rangle \right]$$

Cette dissociation diminue fortement la mobilité des dislocations vis qui se déplacent par le mouvement de bandes en genou (« kinks » en anglais) thermiquement activé [165]. Par ailleurs, pour les matériaux bcc, il existe une température critique  $T_c \sim 0,2T_{\text{fusion}}$  (« knee temperature ») au-dessus de laquelle le frottement du réseau cristallin devient négligeable comme dans les fcc.

Récemment, grâce à l'accroissement des nanomatériaux, des matériaux réfractaires et à la disponibilité de techniques expérimentales à l'échelle microscopique comme la nanoindentation ou la microcompression, les mécanismes de déformation plastique du chrome sont étudiés de manière plus approfondie en fonction de la température, de la microstructure (taille des grains) et de la vitesse de déformation.

Les plans cristallins de glissement  $\{110\}$  ont été mis en évidence à travers des observations *post-mortem* à l'issue d'essais de micro-compression réalisés sur des micro-pilliers en Cr monocristallin (99,9999% Cr) [166]. Sur des micro-pilliers constitués de grains ultra-fins (99,9% Cr, taille des grains de 100-200 nm), le glissement aux joints de grains n'est pas observé [166, 167].

Les mécanismes de déformation du chrome ont également été étudiés à l'aide d'essais de nanoindentation [122, 167, 168], en évaluant le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation (SRS pour « Strain-Rate Sensitivity »), noté  $m$ , défini par :

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \quad (\text{II.12})$$

où  $\sigma$  est la contrainte d'écoulement et  $\dot{\epsilon}$  est la vitesse de déformation plastique. Pour les monocristaux, il est trouvé qu'en dessous de  $T_c$  ( $\sim 160-180^\circ\text{C}$  pour Cr), la déformation plastique du chrome est sensible à la vitesse de déformation et à la température. Ceci se traduit par un SRS élevé à température ambiante (de l'ordre  $10^{-2}$ ) qui diminue quand la température augmente. Cela est expliqué par le fait qu'à faible température, la déformation plastique est régie par le frottement du réseau. Le glissement des dislocations vis à faible mobilité se manifeste par la formation de paires de « kinks » qui est thermiquement activée. Au delà de  $T_c$ , la mobilité des dislocations vis devient du même ordre que celle des dislocations coin. Le comportement des matériaux bcc devient similaire à celui des matériaux fcc dont la déformation n'est plus régie par le frottement du réseau (SRS de l'ordre de  $10^{-3}$ ) ; seuls les mécanismes de durcissement athermique (*e.g.* « arbres de la forêt ») subsistent.

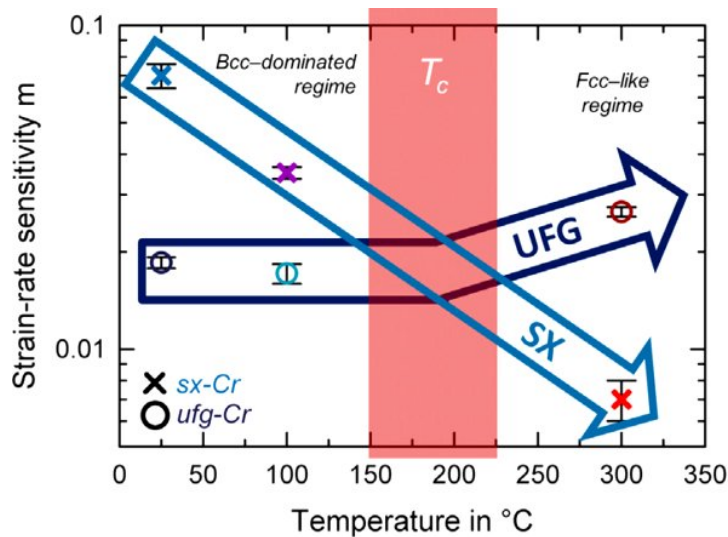


FIGURE II.36 – Dépendance du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation à la température d'un chrome monocristallin (sx) et d'un chrome polycristallin de grains ultra-fins (taille de grain  $\sim 300$  nm) (ufg pour « ultra-fined grains ») [168].

Pour les polycristaux, quand la taille des grains diminue, le SRS des métaux bcc diminue, de par l'augmentation de la composante athermique de la contrainte d'écoulement à l'origine de l'interaction élastique dislocations-joints de grains, contrairement aux métaux fcc dont le SRS augmente quand la taille des grains diminue [169]. En particulier, le SRS augmente rapidement quand la taille des grains est inférieure à 20-30 nm, en lien avec un changement du mécanisme de déformation. Par ailleurs, pour les ufg (taille des grains de 100-300 nm) [122, 167-169], le SRS reste quasi constant entre la température ambiante et  $T_c$  en raison de l'interaction dislocations-joints de grains (transmission d'une dislocation au travers d'un joint de grain, germination des dislocations aux joints de grains...) qui est thermiquement activée. Au delà de  $T_c$ , le SRS augmente rapidement avec la température quand ce mécanisme devient dominant.

Ainsi, pour le revêtement de chrome étudié dans cette thèse, dont la taille de grains est petite et

varie de quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres, on peut prévoir une contribution dominante de mécanismes thermiquement activés en dessous de  $T_c$  (paires de « kinks ») ainsi qu'au dessus de  $T_c$  (interaction dislocations-joints de grains) et une contribution secondaire de mécanismes athermiques (interaction élastique dislocations-joints de grains).

## II.4 Synthèse

Le substrat en alliage de zirconium présente un comportement élastoviscoplastique anisotrope, du fait d'une texture marquée et d'un faible nombre de systèmes de glissement des dislocations qui sont thermiquement activés. À l'échelle de la microstructure, la déformation plastique de ces alliages, mesurée en surface, est localisée sous forme des bandes orientées à 45° par rapport à la direction de sollicitation.

Le revêtement de chrome d'environ 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposé par un procédé PVD particulier présente une microstructure dense à morphologie colonnaire et une texture de fibre  $\langle 100 \rangle$  (perpendiculaire à sa surface) très marquée. Le caractère énergétique du dépôt conduit à une bonne adhérence à priori du revêtement au substrat et à des contraintes résiduelles en compression de l'ordre de quelques centaines de MPa dans le revêtement.

Le chrome est environ trois fois plus rigide que le substrat et présente une température de transition ductile-fragile qui peut être voisine de la température ambiante. Sa fragilité est favorisée par une diminution de la taille des grains (jusqu'à au moins 50 nm) et la présence d'impuretés, notamment azote et carbone. La sensibilité aux impuretés est plus importante pour le chrome recristallisé de telle sorte que la recristallisation peut réduire la ductilité du chrome. En revanche, le chrome peut présenter une certaine ductilité à température ambiante si une haute pureté est assurée, ou suite à une pré-déformation plastique au-delà de la température de transition ductile-fragile ou à l'ajout de certains éléments chimiques, qui augmentent la densité des dislocations dans le matériau. À partir des valeurs rapportées pour le chrome massif, on peut s'attendre à ce que la contrainte d'écoulement du revêtement de Cr soit comprise entre 500 et 1000 MPa et son taux de restitution d'énergie critique soit de 100 à 300  $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$  à température ambiante.

Néanmoins, il faut garder en tête que les propriétés mécaniques d'un revêtement déposé par un procédé spécifique sur un substrat spécifique ne sont pas similaires à celles du chrome massif. Autrement dit, les données relativement peu nombreuses disponibles dans la littérature sur le comportement mécanique du chrome massif sont difficilement transposables au cas d'intérêt ici.





# Étude expérimentale du comportement mécanique du revêtement

## Sommaire du présent chapitre

---

<b>III.1 Introduction sur l'endommagement des revêtements</b>	<b>48</b>
III.1.1 Modes de rupture . . . . .	48
III.1.2 Cinétique de fissuration . . . . .	49
III.1.3 Synthèse sur les techniques expérimentales . . . . .	49
<b>III.2 Fissuration du revêtement en fonction de la biaxialité du chargement</b>	<b>51</b>
III.2.1 Méthodes expérimentales . . . . .	51
III.2.2 Résultats . . . . .	60
<b>III.3 Plasticité et fissuration du revêtement à l'échelle de la microstructure en traction uniaxiale</b>	<b>79</b>
III.3.1 Méthodes expérimentales . . . . .	79
III.3.2 Résultats . . . . .	84
<b>III.4 Synthèse</b>	<b>100</b>

---

Ce chapitre est consacré à l'étude expérimentale de la fissuration du revêtement de chrome de 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur décrit dans le chapitre précédent déposé sur un substrat ductile en alliage de zirconium (Zircaloy-4 ou M5<sub>Framatome</sub>). Il s'agit en particulier d'étudier l'amorçage et la cinétique de la fissuration du revêtement à température ambiante.

Tout d'abord, les principaux modes de fissuration des revêtements pouvant être observés sont brièvement rappelés, puis des exemples de techniques expérimentales utilisées dans la littérature pour caractériser le comportement à la fissuration des revêtements sont donnés. Ensuite, le seuil et la cinétique de fissuration du revêtement sous l'effet d'un chargement mécanique externe uniaxial ou biaxial sont étudiés à l'échelle macroscopique, à travers des essais de type « biaxé » réalisés sur des tronçons de gaines revêtues, associés à des mesures d'émission acoustique et de corrélation d'images numériques. La partie suivante est consacrée à l'étude de l'endommagement et de la déformabilité du revêtement à l'échelle de la microstructure à l'aide d'essais de traction *in situ* sous MEB.

### III.1 Introduction sur l'endommagement des revêtements

Les revêtements peuvent être soumis à des contraintes résiduelles générées lors du dépôt et/ou du refroidissement à l'issue du dépôt et aux contraintes d'origine mécanique quand le substrat est sollicité mécaniquement. En fonction de la nature du chargement et du comportement mécanique du revêtement et du substrat, différents modes de rupture peuvent se manifester. Un bilan détaillé sur l'endommagement des revêtements, notamment dû à des contraintes résiduelles en traction peut être trouvé dans [170].

#### III.1.1 Modes de rupture

La Figure III.1 illustre quelques modes de rupture observés sur des revêtements sollicités en traction (uniaxiale ou biaxiale) [170]. Au delà d'un chargement critique, des fissures isolées, de surface ou internes (Figure III.1a), peuvent se propager à travers l'épaisseur du revêtement et se développer dans le plan du revêtement (« channeling ») (Figure III.1b). Si le substrat est fragile (*e.g.* céramique), des fissures peuvent traverser l'interface revêtement/substrat et se propager dans le substrat (Figure III.1c) [171]. En fonction de l'adhérence au niveau de l'interface, un délaminage (ou décollement) du revêtement peut se produire selon deux mécanismes : décollement de l'interface (Figure III.1d) [172-174] ou fissuration du substrat au-dessous de et parallèlement à l'interface (Figure III.1e [173, 175]).

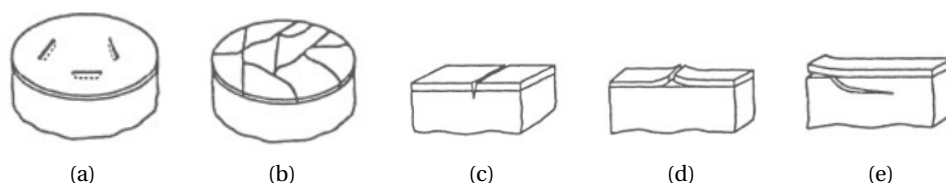


FIGURE III.1 – Modes de rupture des revêtements sollicités en traction uniaxiale ou biaxiale : (a) fissures isolées à la surface, (b) fissures « channeling », (c) fissure traversant l'interface avec le substrat, (d) décollement à l'interface, (e) fissuration du substrat parallèlement à l'interface (d'après [170]).

### III.1.2 Cinétique de fissuration

Le mode de rupture des revêtements le plus observé est la propagation de fissures de type « channeling » en mode I, perpendiculairement à la direction principale de traction. Comme cela sera montré dans les parties suivantes, c'est également ce mode qui a été observé durant cette étude. La cinétique de fissuration d'un revêtement sous un chargement externe est étudiée pour différents couples revêtement/substrat dans la littérature, souvent en traction à température ambiante, par exemple des revêtements en SiO<sub>x</sub> (épaisseur < 300 nm) déposés par PVD sur des substrats en polytéréphtalate d'éthylène (épaisseur ~12 µm) [176, 177], ou un revêtement acrylique déposé sur un substrat en polycarbonate [178].

Ces études conduisent à trois observations communes caractéristiques de la fissuration d'un revêtement fragile ou peu ductile. Premièrement, la déformation critique de fissuration n'est pas une propriété intrinsèque du matériau. Un revêtement plus épais commence à fissurer à une déformation plus faible. Dans ce cas, un critère énergétique basé sur un taux de restitution d'énergie maximal décrit mieux la fissuration du revêtement. Deuxièmement, la cinétique de fissuration (création de nouvelles fissures entre des fissures préexistantes) diminue au cours du chargement. Troisièmement, le revêtement moins épais fissure jusqu'à atteindre une densité de fissures à saturation d'autant plus importante que le revêtement est fin.

À côté des fissures « channeling », un deuxième réseau composé de fissures comprenant des micro-fissures peut aussi être observé. Par exemple des micro-fissures orientées à 45° amorcées aux intersections des bandes de localisation de la déformation plastique du substrat sont observées à côté de fissures « channeling » perpendiculaires à la direction de traction dans un revêtement en AlCu déposé par pulvérisation magnétron (épaisseur 0,2-2 µm) sur des films en polyimide (épaisseur 13 µm) [179]. Pour une épaisseur du revêtement < 1,5 µm, seules les micro-fissures sont observées. Les auteurs les attribuent au glissement des joints de grains du revêtement. Ils supposent que ces micro-fissures permettent de relaxer des contraintes dans le revêtement et empêchent la formation des fissures « channeling ». Des micro-fissures parallèles aux fissures « channeling », sont observées dans un revêtement acrylique (épaisseur ~100-300 µm) déposé sur un substrat en polycarbonate [178]. Ces micro-fissures semblent aussi conduire à une diminution de la densité de fissures « channeling ».

### III.1.3 Synthèse sur les techniques expérimentales

L'étude du comportement mécanique des revêtements nécessite l'utilisation de techniques expérimentales adaptées à leur faible dimension. Une méthode souvent utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques des matériaux de faible dimension est l'indentation instrumentée ou la nanoindentation [180, 181], qui consiste à mesurer continûment la force appliquée et le déplacement de l'indenteur au cours de l'indentation. Par la méthode d'Oliver et Pharr [182], on peut identifier deux paramètres importants : dureté et module d'élasticité du matériau. On peut également estimer la contrainte d'écoulement [183]. Le module d'élasticité est calculé à partir de la pente initiale au déchargement. L'application de cette méthode dans le cas d'un revêtement nécessite la prise en compte de l'effet du substrat [184-186]. Cet effet peut être négligé si la profondeur de pénétration, lors d'une indentation sur la surface libre d'un revêtement et perpendiculairement à cette surface, est inférieure à 10% de l'épaisseur du revêtement. La maîtrise d'une telle profondeur sur le revêtement de Cr étudié ici (< 1,5 µm) mais aussi des profondeurs plus grandes seraient délicates en raison de la forte

rugosité de la surface libre du revêtement (cf. page 27).

Par ailleurs, l'étude de la vitesse de propagation des ondes acoustiques de hautes fréquences dans le revêtement permet d'évaluer ses propriétés élastiques [187]. Le coefficient de Poisson d'un revêtement peut être évalué par un essai de traction *in situ* couplé à la diffraction des rayons X [188]. Le comportement mécanique intrinsèque d'un revêtement peut être étudié par un essai de traction sur un revêtement dissocié du substrat (« free-standing ») [189-191]. Toutefois, la fabrication des éprouvettes et l'essai de traction lui-même sont délicats vu la faible épaisseur du revêtement et la présence de contraintes résiduelles dans le revêtement. De plus, le comportement mécanique d'un tel revêtement est potentiellement différent d'un revêtement déposé sur un substrat. En effet, il est rapporté que le substrat lorsqu'il est ductile permet à un revêtement ductile de se déformer de manière homogène au-delà de la déformation de rupture observée lors d'un essai de traction réalisé sur le revêtement à l'état libre [192] où la striction localisée apparaît très rapidement. Il est ainsi important de caractériser un revêtement pour un couple revêtement/substrat spécifique.

Il est intéressant, pour un revêtement ductile, de connaître sa contrainte d'écoulement. Une méthode permettant de l'évaluer consiste à réaliser un essai de traction sur un revêtement déposé sur un substrat très mince et peu rigide (« foil ») de telle sorte que la contrainte dans le revêtement peut être déduite directement de la force appliquée [179]. Une autre façon de faire consiste à suivre l'évolution de la contrainte dans le revêtement sous une sollicitation thermique ou mécanique. La contrainte dans le revêtement est mesurée à travers la courbure du substrat [158] ou par une mesure *in situ* de la déformation élastique du revêtement par diffraction des rayons X [193].

Dans le cas d'un revêtement fragile, il est important d'étudier sa résistance à la fissuration. Dans la littérature, elle est étudiée à l'aide d'essais de traction [176, 194, 195], de flexion [196-198] ou de gonflement [199, 200]. Le seuil de fissuration du revêtement est étudié par des observations *in situ* ou après déchargement, sous microscope optique ou sous MEB. Ce dernier permet d'avoir une meilleure profondeur de champ, notamment pour les observations à fort grandissement, mais réduit largement la zone d'observation. Un système d'émission acoustique peut être utilisé pour détecter à l'échelle macroscopique la fissuration du revêtement [196, 201-203]. Par ailleurs, la fissuration d'un revêtement peut être générée et étudiée de manière locale par nanoindentation [204] ou « scratch test » [205].

Durant cette thèse, on se concentre sur la réponse mécanique (fissuration, déformation plastique) du revêtement de chrome déposé sur un substrat en alliage de Zr, représentatif de l'application visée (tube de gainage du combustible dans les REP). Elle est étudiée à différentes échelles :

- à l'échelle macroscopique, à travers des essais de type « biaxé » réalisés sur des tronçons de gaines revêtues, associés à des mesures d'émission acoustique et des mesures de champs cinématiques par corrélation d'images numériques ;
- à l'échelle de la microstructure, à l'aide d'essais de traction *in situ* sous MEB, associés à des mesures de champs par corrélation d'images numériques.

L'étude est limitée à la température ambiante.

## III.2 Fissuration du revêtement en fonction de la biaxialité du chargement

### III.2.1 Méthodes expérimentales

Dans les conditions nominales et accidentelles en réacteur, les tubes de gainage sont soumis à des sollicitations mécaniques qui peuvent être biaxiales, selon les directions axiale et circumférentielle de la gaine. Ainsi, il est important d'étudier l'impact du revêtement sur le comportement mécanique global des tubes ainsi que la cinétique de fissuration du revêtement en fonction de l'état des contraintes. Il est choisi de réaliser des essais dits « biaxés » qui consistent à appliquer simultanément une pression interne et une force de traction axiale sur les tubes revêtus. Les tubes sont sollicités de façon que le rapport de biaxialité, qui est le rapport entre la contrainte axiale moyenne et la contrainte circumférentielle moyenne, soit toujours constant durant l'essai. La mise en place de ces essais et les méthodes mises en œuvre pour détecter la fissuration du revêtement sont détaillées dans cette partie.

#### III.2.1.1 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes pour les essais biaxés sont usinées à partir de tronçons de 125 mm de longueur prélevés dans la partie où l'épaisseur du revêtement est la plus homogène de tubes en M5<sub>Framatome</sub> revêtus de Cr en surface externe de 500 mm de longueur. En effet, l'épaisseur du revêtement de Cr n'est pas constante sur toute la longueur des tubes. Les éprouvettes sont prélevées entre deux positions à 5 cm et à 30 cm (Figure II.17a) afin d'assurer une épaisseur comprise entre 15 et 18  $\mu\text{m}$ .

Ces tronçons sont ensuite préparés pour avoir une géométrie compatible avec la machine. Deux bouchons identiques en Zircaloy-4, dont un avec un trou de 2 mm de diamètre pour le passage de l'huile, ont été soudés par faisceau d'électrons aux deux extrémités du tube (Figure III.2).

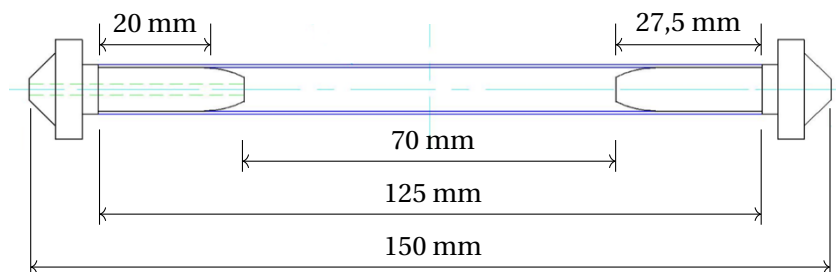


FIGURE III.2 – Géométrie des éprouvettes pour les essais biaxés.

#### III.2.1.2 Mise en place de l'essai

Les essais biaxés sont réalisés sur une machine hydraulique disponible au CEA/SRMA/L2CM [206, 207]. Elle permet d'appliquer des sollicitations de traction/compression axiale et de pression interne sur une éprouvette de géométrie tubulaire. L'effort de traction est appliqué par un vérin hydraulique relié à la tête inférieure de l'éprouvette. La pression interne est appliquée par une arrivée d'huile à travers la tête supérieure de l'éprouvette qui est percée pour permettre le passage de l'huile. Les Figures III.3 et III.4 montrent la mise en place de l'essai biaxé. Deux extensomètres sont en appui sur l'éprouvette. Un extensomètre axial mesure le déplacement axial relatif de deux points sur la longueur du tube; il a une base de mesure de 50 mm. Un extensomètre diamétral mesure le déplacement

radial de deux points diamétralement opposés. Cela permet de suivre les déformations axiales et circonférentielles des tubes durant l'essai, utilisées par exemple pour piloter l'essai pour avoir une vitesse de déplacement constante.

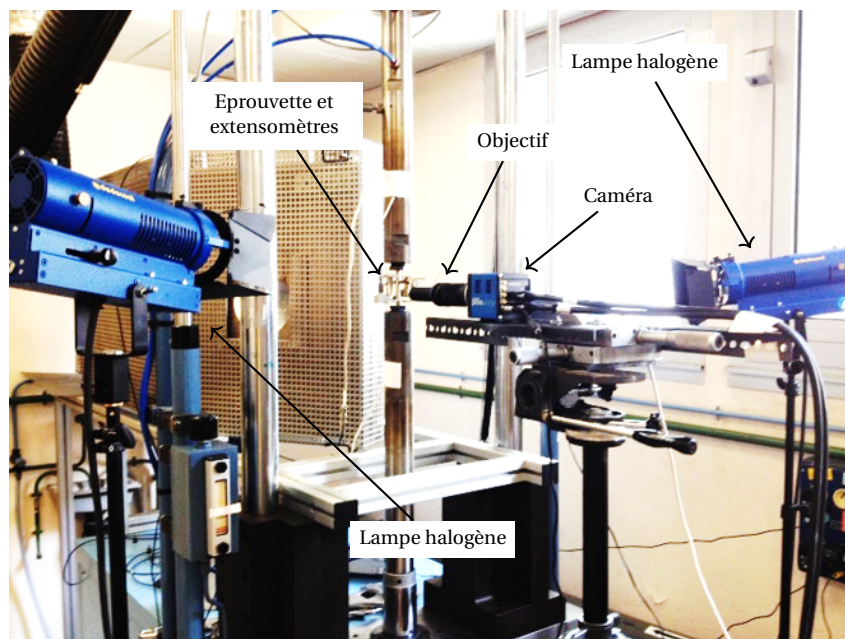


FIGURE III.3 – Mise en place de l'essai biaxé.

Les deux extrémités de l'éprouvette sont fixées dans les « têtes » d'amarrage en acier inoxydable adaptées à la machine avec la tête percée en haut pour le passage de l'huile. Les éprouvettes sont placées de telle sorte que le revêtement de chrome est un peu plus épais en haut qu'en bas de l'éprouvette (le profil axial d'épaisseur de Cr n'est pas symétrique, cf. Figure II.17a). La surface de l'éprouvette est nettoyée à l'éthanol pour enlever toute trace d'huile notamment. Ensuite, les deux extensomètres sont montés en s'assurant de ne pas cacher la zone d'observation de la caméra.

Une caméra haute définition (PCO.Edge 5.5) et un objectif télécentrique de grandissement x4 (Opto Engineering TC4M04) sont utilisés pour filmer une partie de la surface du revêtement durant les essais. Le but est de détecter la fissuration par corrélation d'images de la surface des échantillons. La corrélation d'images est effectuée à l'aide du logiciel CorrelManuV [208]. L'utilisation d'un objectif télécentrique permet de limiter les variations de grandissement associées à des mouvements « hors-plan ». Ensuite, il est choisi d'exploiter le contraste naturel de la surface. En effet, celui-ci s'est avéré suffisant par rapport à la résolution spatiale visée. Par ailleurs, le fait de ne pas avoir à marquer artificiellement la surface (avec un mouchetis de peinture par exemple) permet de ne pas masquer les fissures potentiellement visibles à la surface du revêtement. Dix images en niveaux de gris 16 bits, de taille 1600x2160 pixels avec une résolution 1,625  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ , sont enregistrées à chaque seconde.

Pour éclairer la surface du revêtement, deux lampes halogènes sont utilisées. Leur position est choisie pour avoir des images dont l'histogramme de niveaux de gris est le plus large possible, sans saturation, pour optimiser la corrélation d'images. La Figure III.5 représente une image typique de la surface initiale du revêtement acquise par la caméra et l'histogramme des niveaux de gris de la zone exploitée. En raison de la géométrie tubulaire des éprouvettes et du caractère brillant du revêtement de chrome, il est impossible d'obtenir un éclairage homogène sur toute la surface observée. L'éclairage

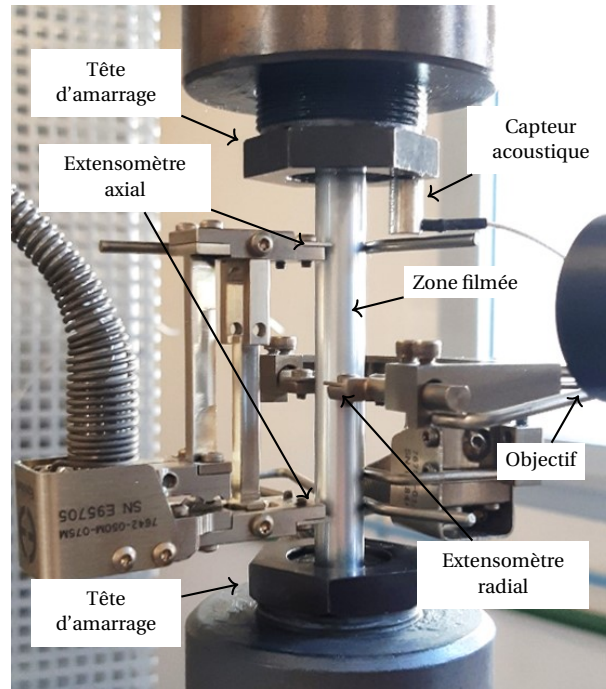


FIGURE III.4 – Vue rapprochée du montage.

est à peu près homogène sur environ deux tiers de la largeur de l'image de la zone observée.

Puisque la largeur de la zone corrélée ( $< 2$  mm) est petite par rapport au diamètre externe du tube ( $\sim 9,5$  mm), la surface exploitée est quasi-plane (Figure III.6). Ainsi, il n'a pas été jugé nécessaire de faire de la stéréo-corrélation d'images exigeant un système avec deux caméras. On s'est contenté d'utiliser la corrélation 2D avec une seule caméra. Une attention particulière a été portée pour bien centrer la zone exploitable sur la génératrice centrale du tube, par rapport à la position de la caméra.

De plus, un système d'émission acoustique est utilisé durant les essais pour détecter la fissuration du revêtement. Il s'agit d'un capteur acoustique de type piézo-électrique, d'un préamplificateur et d'un module d'acquisition AMSY-6, de marque Vallen. Le capteur est placé sur une tête d'amarrage de la machine.

### III.2.1.3 Calcul des contraintes et des déformations

Les contraintes axiales conventionnelles moyennes  $\sigma_{zz}$  et circonférentielles moyennes  $\sigma_{\theta\theta}$  dans les tubes sollicités sont calculées à partir de la pression interne  $P$  et de la force axiale externe  $F_e$  appliquées par la machine hydraulique :

$$\begin{aligned}\sigma_{zz} &= \frac{F_i + F_e}{S} = \frac{P S_i + F_e}{S} \\ \sigma_{\theta\theta} &= P \frac{\phi_i}{2e} = P \frac{\phi_e - 2e}{2e}\end{aligned}\quad (\text{III.1})$$

où  $\phi_e$ ,  $\phi_i$ ,  $e$ , sont respectivement le diamètre externe initial, le diamètre interne initial et l'épaisseur initiale du tube (Figure III.7), qui sont mesurés systématiquement par métrologie laser avant chaque essai ;  $S$  et  $S_i$  sont respectivement la section initiale (perpendiculairement à l'axe du tube) et la section interne initiale du tube ;  $F_i$  est la force axiale « interne » due à l'effet de fond qui résulte de la pression



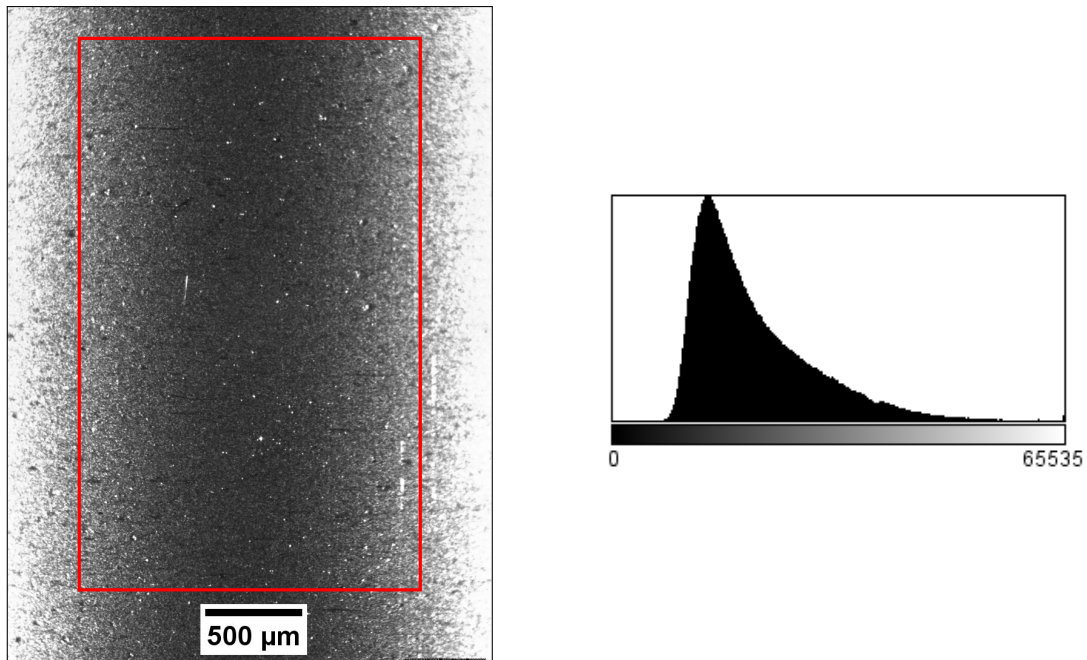


FIGURE III.5 – Exemple d’une image de référence utilisée pour la corrélation d’images lors des essais biaxés et histogramme des niveaux de gris de la zone exploitée (encadrée sur l’image de gauche).

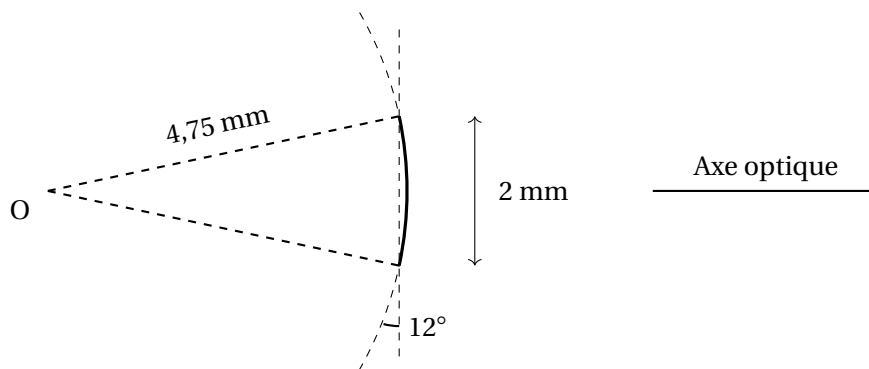


FIGURE III.6 – Illustration de la courbure de la surface analysée par corrélation d’images lors d’un essai biaxé.

appliquée sur le fond de l’éprouvette.

Les déplacements axiaux  $\Delta L$  et radiaux  $\Delta\phi_e$  sont mesurés par les extensomètres. Les déformations conventionnelles axiales  $\varepsilon_{zz}$  et circonférentielles moyennes  $\varepsilon_{\theta\theta}$  sont calculées par :

$$\begin{aligned}\varepsilon_{zz} &= \frac{\Delta L}{L} \\ \varepsilon_{\theta\theta} &= \frac{\Delta\phi_e}{\phi_e - e}\end{aligned}\tag{III.2}$$

où  $L = 5$  cm est la base de mesure de l’extensomètre axial.

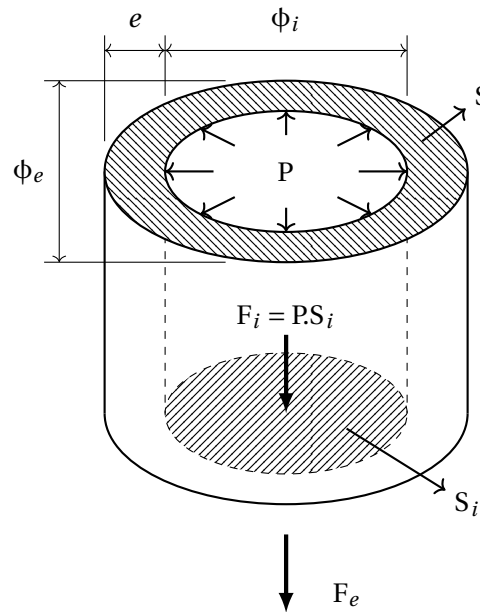


FIGURE III.7 – Illustration des dimensions de l'éprouvette et des forces appliquées durant un essai biaxé.

#### III.2.1.4 Pilotage

L'idée est de maintenir constant durant l'essai le rapport de biaxialité moyen des contraintes, appelé taux de biaxialité dans la suite, qui est calculé à l'aide de la relation suivante :

$$\gamma = \frac{\sigma_{zz}}{\sigma_{\theta\theta}} = \frac{1}{2} \frac{1 + \frac{F_e}{P.S_i}}{1 + \frac{e}{\phi_e - 2e}} \quad (\text{III.3})$$

Des essais sont réalisés avec cinq taux de biaxialité différents : 0 (traction circumférentielle pure), 0,5, 1, 2 et  $\infty$  (traction axiale simple). À noter qu'une compression axiale ( $F_e < 0$ ) est appliquée pour compenser la pression appliquée sur les deux bouchons dans le cas des taux de biaxialité de 0 et 0,5 ( $F_e \sim 0$  dans ce dernier cas).

La vitesse de déformation est imposée à  $2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , asservie sur la déformation circumférentielle pour  $\gamma = 0, 0,5$  et 1 et sur la déformation axiale pour  $\gamma = 2$  et  $\infty$ . La déformation maximale visée est de 5%.

Par ailleurs, des mesures du profil axial du diamètre externe des tubes effectuées après essai ont montré que la déformation circumférentielle est relativement homogène sur une hauteur d'environ 40 mm (Annexe B.1). Elle l'est moins au voisinage des extrémités du tube du fait des conditions aux limites notamment. La zone filmée par la caméra est située entre 30-40 mm depuis le haut du tube, autrement dit dans la zone où la déformation circumférentielle est plutôt homogène. Toutefois, il a été constaté après essai que les extensomètres de contact modifient localement la déformation du tube. Ainsi, la déformation circumférentielle mesurée par l'extensomètre radial est susceptible d'être légèrement différente de celle mesurée par corrélation d'images.

### III.2.1.5 Calcul du champ de déformations par corrélations d'images

**Méthode de corrélation d'images numériques** La technique de Corrélation d'Images Numériques (CIN ou DIC pour « Digital Image Correlation ») est une méthode de mesure de déplacements sans contact. Elle consiste à suivre les déplacements relatifs d'un ensemble de points discrets (points de corrélation) entre une image de référence et une image déformée enregistrées à deux instants différents. Les champs de déplacements obtenus peuvent ensuite être analysés pour calculer des champs de déformations sur l'ensemble de la surface observée. L'application de cette méthode sur une succession d'images prises continûment lors d'un essai mécanique permet de mettre en évidence des phénomènes dynamiques et hétérogènes tels que la fissuration. Cette méthode présente plusieurs avantages intéressants vis-à-vis des objectifs de notre étude, notamment : sans contact (non intrusif) et très bonne résolution spatiale et temporelle (selon la caméra utilisée).

L'idée est de profiter du contraste au sein d'une zone au voisinage du point suivi, appelé domaine de corrélation, qui ne doit pas changer au cours du temps. Les niveaux de gris dans un domaine de corrélation sont représentés par une fonction de niveaux de gris, notée  $f(\mathbf{X})$  dans l'image de référence et  $g(\mathbf{x})$  dans l'image déformée, où  $\mathbf{X}$  et  $\mathbf{x}$  sont respectivement les coordonnées des pixels dans l'image de référence et dans l'image déformée, reliées par une transformation apparente  $\Phi$ , telle que pour tout  $\mathbf{X}$  et  $\mathbf{x}$  dans un domaine de corrélation :

$$\begin{aligned} \mathbf{x} &= \Phi(\mathbf{X}) \\ f(\mathbf{X}) &= g(\Phi(\mathbf{X})) \end{aligned} \tag{III.4}$$

Cette transformation réelle  $\Phi$  est estimée par une famille de transformation  $\Phi_0$  dont la formulation est postulée préalablement, avec des coefficients inconnus à déterminer pour chaque domaine de corrélation. Physiquement, on recherche un point dans l'image déformée dont les niveaux de gris à son voisinage ressemblent le plus possible à ceux du voisinage du point de corrélation étudié dans l'image de référence. Numériquement, cette ressemblance est évaluée par une quantité appelée coefficient de corrélation. La recherche du point correspondant dans l'image déformée se traduit par la minimisation de la fonction du coefficient de corrélation  $C(\Phi_0)$ , évalué sur le domaine de corrélation associé, dont les variables sont les coefficients de la transformation  $\Phi_0$  :

$$\Phi_0 = \operatorname{argmin} C(\Phi_0) \tag{III.5}$$

Pour accéder aux déplacements avec une résolution sub-pixel, les fonctions  $f(\underline{\mathbf{X}})$  et  $g(\underline{\mathbf{x}})$  doivent être définies de manière continue. Vu que les niveaux de gris d'une images sont des valeurs entières discrètes aux coordonnées discrètes, une interpolation des niveaux de gris est nécessaire. Plusieurs méthodes d'interpolation sont possibles : bilinéaire, bicubique, spline cubique ou biquintique, etc.

Ainsi, les résultats de corrélation dépendent de la qualité de l'image mais aussi de la taille du domaine de corrélation, la formulation de la transformation  $\Phi_0$ , la fonction d'interpolation des niveaux de gris et l'algorithme d'optimisation utilisé (et son initialisation).

**Mesure des déplacements à l'aide de CorrelManuV** La corrélation d'images numériques est effectuée dans cette étude à l'aide du code CorrelManuV développé au LMS à l'Ecole Polytechnique [208]. Le

coefficient de corrélation est défini par :

$$C(\Phi_0) = 1 - \frac{\int_{DC} [f(\mathbf{X}) - \bar{f}] [g(\Phi_0(\mathbf{X})) - \bar{g}] d\mathbf{X}}{\sqrt{\int_{DC} [f(\mathbf{X}) - \bar{f}]^2 d\mathbf{X}} \cdot \sqrt{\int_{DC} [g(\Phi_0(\mathbf{X})) - \bar{g}]^2 d\mathbf{X}}} \quad (\text{III.6})$$

Cette définition du coefficient de corrélation est insensible à des variations moyennes de la luminosité sur le domaine de corrélation durant l'essai. Une ressemblance parfaite entre les deux images conduit à un coefficient de corrélation nul. La valeur 1 reflète une absence totale de ressemblance des niveaux de gris.

L'ensemble des points de corrélation est régulièrement positionné sous forme d'une grille avec un pas de 20 pixels ( $\sim 32,5 \mu\text{m}$ ) dans la zone exploitable (zone qui ne sort pas du champ de vision durant l'essai et dans laquelle il n'y a pas de saturation (Figure III.5)).

Le choix des paramètres de corrélation est important. La taille du domaine de corrélation doit être un compromis entre le niveau d'erreur commis et la résolution spatiale des déplacements mesurés, qui dépend des caractéristiques de l'image. Un domaine de corrélation trop petit ne contient pas assez d'informations, ce qui augmente l'incertitude de mesure. En revanche, un domaine de corrélation trop grand peut cacher une hétérogénéité locale des déplacements (fissuration) [208]. Dans cette étude, des calculs avec différentes tailles du domaine de corrélation ont été réalisés sur deux images issues d'un mouvement rigide (translation pure de quelques centaines de pixels de l'éprouvette) (Annexe B.2.1). Ainsi, une taille de 30 pixels est choisie car elle offre un bon compromis (Figure III.8). Ensuite, des transformations  $\Phi_0$  d'ordre zéro (translations pures) sont utilisées. Ce choix est acceptable vu que les déformations mesurées ( $<2\%$ ) et la taille des domaines de corrélations sont petites. Enfin, l'interpolation bilinéaire est choisie, de manière empirique. Cette méthode d'interpolation semble diminuer l'amplitude des erreurs systématiques liées à la partie sub-pixel des déplacements (maximale à 0,2 et 0,8 pixel) [209]. Ces erreurs se traduisent par une ondulation sur la cartographie de déformation dont la fréquence spatiale augmente avec le niveau de déformation.

**Mesure des déformations** L'exploitation des résultats des déplacements calculés par CorrelManuV est réalisée séparément avec Matlab. Les gradients moyens de la transformation locale sont calculés au moyen d'un schéma de dérivation discrète au sein de domaines polygonaux  $\Omega$  selon le théorème de Stokes [210] :

$$\bar{\mathbf{F}} = \frac{1}{S_\Omega} \int_{\Omega} \mathbf{F} = \frac{1}{S_\Omega} \int_{\Omega} \text{grad } \mathbf{X} = \frac{1}{S_\Omega} \int_{\partial\Omega} \mathbf{X} \otimes \mathbf{n} \quad (\text{III.7})$$

où  $S_\Omega$  est l'aire du domaine,  $\partial\Omega$  est le contour du domaine et  $\mathbf{n}$  est sa normale sortante. L'intégrale est calculée en supposant que le déplacement varie linéairement entre deux points de corrélation adjacents sur le contour par :

$$\begin{aligned} F_{i1} &= \frac{1}{2S_\Omega} \sum_{n=1}^N x_i^n (X_2^{n+1} - X_2^{n-1}) \\ F_{i2} &= \frac{-1}{2S_\Omega} \sum_{n=1}^N x_i^n (X_1^{n+1} - X_1^{n-1}) \end{aligned} \quad (\text{III.8})$$

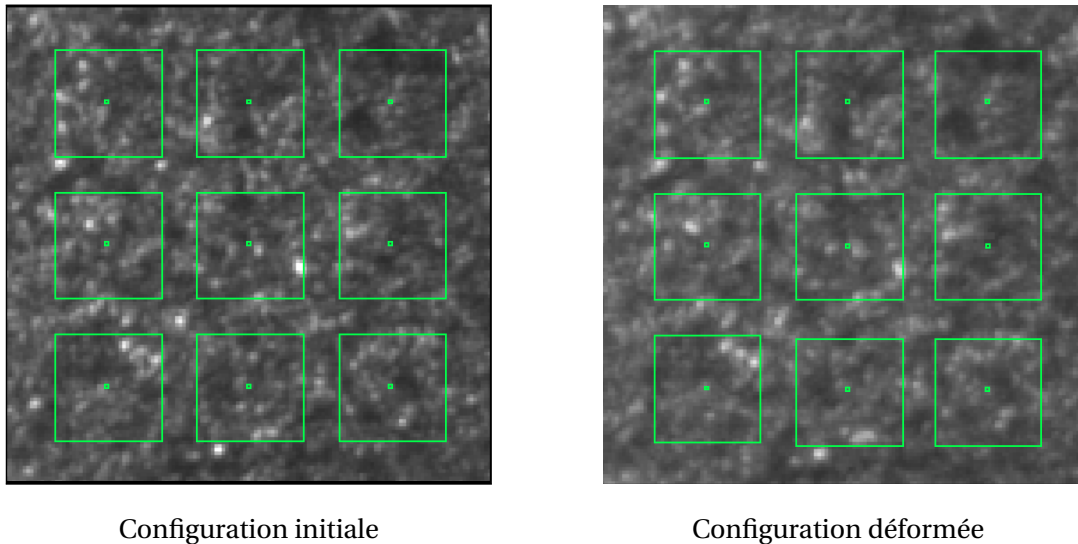


FIGURE III.8 – Exemple de quelques domaines de corrélation dans la configuration initiale et dans la configuration déformée à 2% de déformation axiale (pour cette visualisation, seul un point de corrélation sur deux est représenté).

avec  $i = 1$  (direction circonférentielle) et  $2$  (direction axiale), où  $N$  est le nombre de points sur le contour,  $X_i^n$  et  $x_i^n$  sont les  $i^{\text{ème}}$  composantes des coordonnées du  $n$ -ième point dans la configuration de référence et dans la configuration déformée respectivement. Cette solution est valable si les points sont numérotés dans le sens trigonométrique. La Figure III.9 illustre deux schémas d'intégration (*i.e.* domaines  $\Omega$ ) possibles. La déformation moyenne de Green-Lagrange est ensuite calculée à partir du

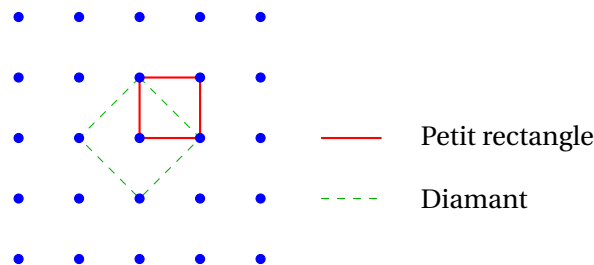


FIGURE III.9 – Schémas d'intégration pour calculer le gradient moyen de la transformation.

gradient moyen de la transformation :

$$\bar{\mathbf{E}} = \frac{1}{2}(\bar{\mathbf{F}}^T \cdot \bar{\mathbf{F}} - \mathbf{I}) \quad (\text{III.9})$$

où  $\mathbf{I}$  est le tenseur identité d'ordre 2. Dans le cadre de cette étude, le schéma « petit rectangle » est utilisé, pour avoir un calcul plus local. La base de mesure correspondante est de  $32,5 \mu\text{m}$ . Une fissure traversant un rectangle d'intégration sera visible par une localisation de la déformation.

Une étude préalable, reportée en Annexe B.2.1, a été faite pour estimer les erreurs de mesure associées notamment à la taille du domaine de corrélation et à la perte de netteté liée au déplacement hors plan. L'erreur sur les déformations moyennes est estimée à environ 0,01%. Du fait du déplacement hors plan, la corrélation d'images n'a été effectuée que durant les 100 premières secondes des essais, durant lesquelles les déformations moyennes restent inférieures à 2% environ. Ce niveau de déformation s'avère suffisant vis-à-vis des objectifs de l'étude dans la mesure où une saturation de la fissuration se produit avant, comme cela sera montré dans la suite.

### III.2.1.6 Émission acoustique

L'émission acoustique (AE pour « Acoustic Emission ») est le phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de microdéplacements locaux internes à un matériau. La technique d'émission acoustique, premièrement utilisée par Kaiser en 1950, consiste à détecter ces ondes pour en déduire des informations sur le comportement mécanique du matériau. Elle est adoptée soit comme méthode de contrôle non destructif, soit pour l'étude de phénomènes physiques et des mécanismes d'endommagement du matériau [211]. Dans le secteur nucléaire, elle est utilisée entre autres pour la surveillance de l'étanchéité du circuit primaire des centrales nucléaires [212].

Il y a deux types d'émission qui dépendent de la nature des phénomènes d'origine : l'émission continue correspondant à une augmentation du bruit de fond (déformation plastique des matériaux métalliques, corrosion, fuite, ...) et l'émission discrète ou discontinue qui est constituée de signaux bien séparés et aléatoires (salves) associés à des événements bien localisés (rupture par clivage, fissuration fragile, ...). L'émission associée à la fissuration du revêtement étudié est de type discrète. Un événement acoustique correspond à la création et la propagation d'une fissure. Ainsi dans cette étude, il est choisi d'enregistrer les émissions en mode discret (« hit based measurement ») qui consiste à analyser les salves discrètes, contrairement au mode continu (« continuous mode ») qui analyse les émissions pendant des intervalles temporels constants.

Le système d'émission acoustique mis en œuvre est composé d'un capteur acoustique de type piézo-électrique, placé sur une tête d'amarrage de la machine (Figure III.4), qui convertit les ondes mécaniques en signaux électriques, d'un préamplificateur qui amplifie les signaux pour le transport du signal et d'un module d'acquisition AMSY-6 qui permet de convertir à nouveau les signaux électriques, de les analyser et d'enregistrer des données.

La définition d'un événement acoustique dépend de plusieurs paramètres à définir avant l'acquisition. La Figure III.10 illustre des signaux typiques (artificiels) capturés par le capteur. Une salve ou un « hit » commence quand le signal dépasse un certain seuil qui distingue les signaux d'événement du bruit d'environnement. Deux salves sont différenciées par un temps de silence minimal DDT (pour « Duration Discrimination Time ») pendant lequel le signal ne dépasse pas le seuil. En réalité, un événement peut générer plusieurs salves dues aux réflexions et aux différents modes de propagation. Ainsi, deux événements sont distingués par un deuxième temps de silence minimal RAT (pour « ReArm Time ») qui est supérieur au DDT. Seuls les caractéristiques de la première salve d'un événement sont analysées et enregistrées. Dans cette étude, les DDT et RAT sont choisis égaux à 0,5 ms. Autrement dit, chaque salve est considérée comme un événement discret.

Pour déterminer un seuil qui permet de s'affranchir du bruit environnant et bien détecter les signaux associés aux événements au sein du revêtement (pas du substrat), l'émission acoustique émise lors d'essais sur tubes non revêtus dans les mêmes conditions a préalablement été enregistrée en mode continu. Le seuil est choisi à 65 dB, c'est-à-dire 6-10 dB supérieur à l'amplitude maximale détectée avant et durant ces essais, comme suggéré dans le manuel du dispositif. Il est montré expérimentalement que quasiment aucune salve n'est détectée en mode discret durant les essais sur tubes non revêtus, avec le seuil déterminé selon cette procédure. Autrement dit, tous les signaux détectés avec ce seuil sont liés au revêtement, et pas au bruit environnant et aux signaux émis par le substrat (notamment observés en plasticité).

Pour chaque événement, plusieurs caractéristiques sont mesurées et enregistrées, dont l'intensité

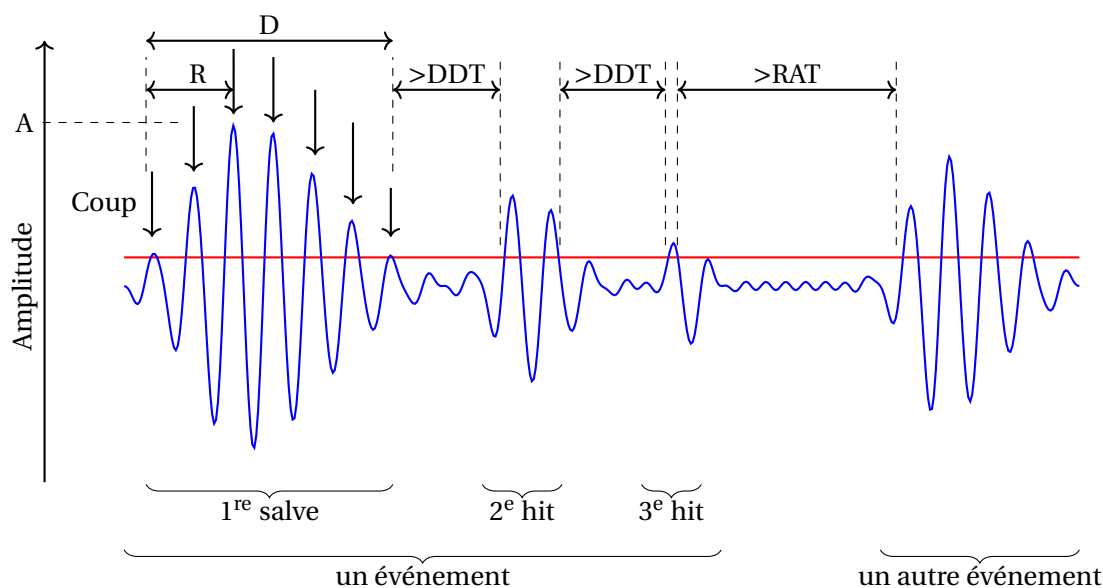


FIGURE III.10 – Illustration des salves enregistrées par un capteur acoustiques dans le cas d'une émission discontinue.

maximale  $A$ , le temps de montée  $R$ , la durée  $D$ , le nombre de coups et l'énergie. Dans le cadre de cette étude, l'énergie des signaux enregistrés est choisie comme indicateur de la cinétique de fissuration du revêtement.

## III.2.2 Résultats

### III.2.2.1 Comportement macroscopique

La Figure III.11 présente les courbes de la contrainte axiale moyenne en fonction de la déformation axiale moyenne pour les taux de biaxialité  $\infty$  (traction axiale simple) et 2, et de la contrainte circonférentielle moyenne en fonction de la déformation circonférentielle moyenne pour les taux de biaxialité 1, 0,5, et 0 (traction circonférentielle pure), pour des essais biaxés réalisés sur des tubes non revêtus et des tubes revêtus. Les contraintes et déformations sont calculées selon les Équations (III.1) et (III.2). Les contraintes sont normées par une valeur unique pour des raisons de confidentialité. Rappelons que les essais ont été menés jusqu'à une valeur moyenne de déformation principale maximale d'environ 5%.

Les réponses macroscopiques obtenues pour les tubes non revêtus sont conformes aux attentes. On observe un « crochet de traction » en début de plasticité, résultant notamment de l'interaction entre les dislocations et les atomes d'oxygène interstitiels dans l'alliage de zirconium. Il est trouvé que le revêtement de 15-18  $\mu\text{m}$  a peu d'effet sur la réponse macroscopique des tubes. La différence observée dans le domaine élastique pour les taux de biaxialité 1, 0,5 et 0 (pour lesquels l'essai a été piloté par la déformation circonférentielle) est due à l'incertitude de mesure avec l'extensomètre radial (Annexe B.1). La fissuration du revêtement n'est pas visible sur la réponse macroscopique. Cela est cohérent avec les résultats reportés par Framatome (essais de traction sur tubes à 20°C et 400°C) [35]. Belous et al. (2019) [213] rapportent aussi un effet négligeable d'un revêtement de chrome de 5-8  $\mu\text{m}$  déposé par « cathodic arc evaporation » sur le comportement mécanique de gaines en alliage ukrainien Zr1Nb à 20°C et à 350°C.

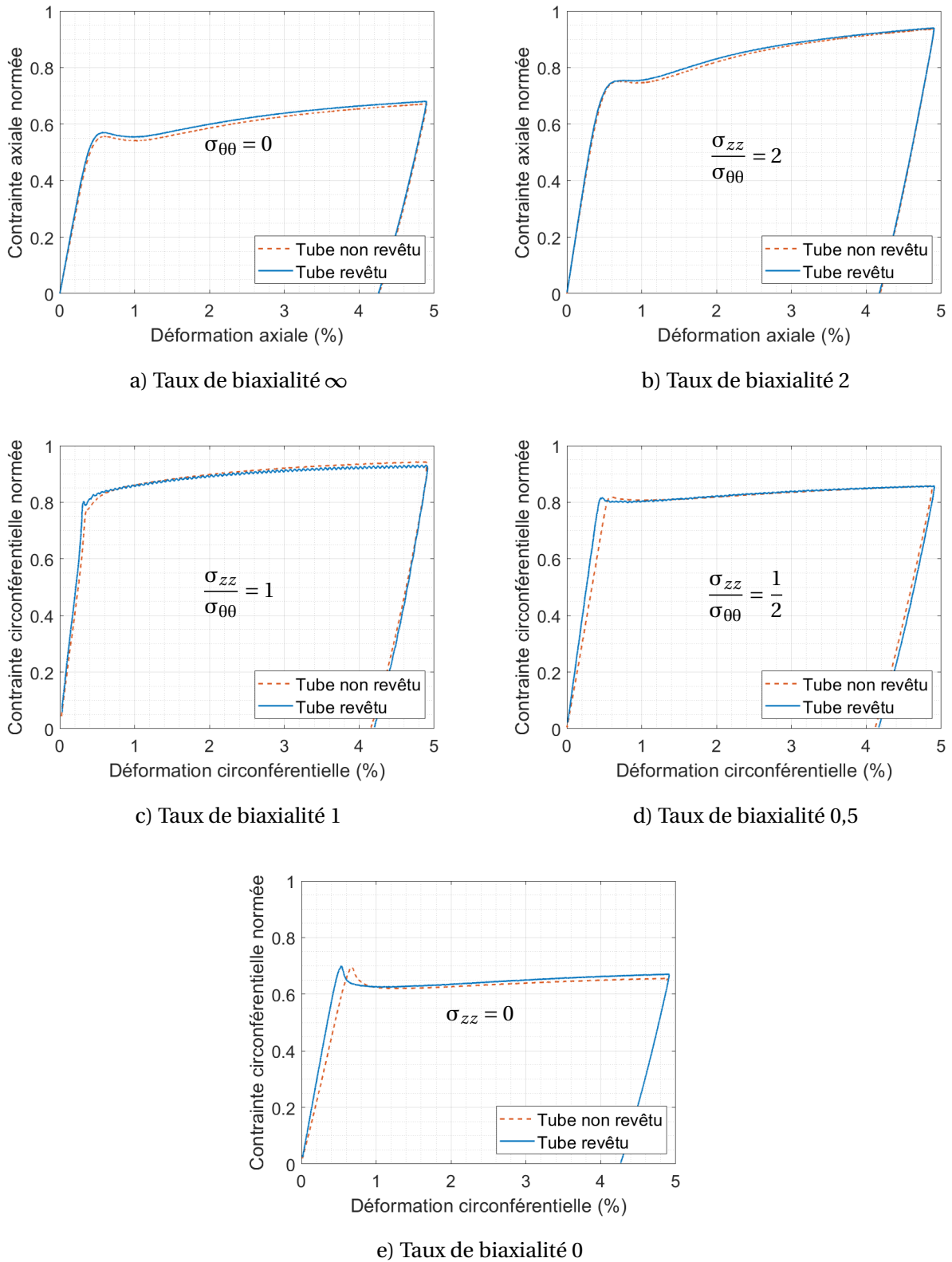


FIGURE III.11 – Comportement macroscopique des tubes non revêtus et revêtus lors des essais biaxés (les contraintes sont normées par une valeur unique).



### III.2.2.2 Seuil et cinétique de fissuration

La fissuration du revêtement durant les essais biaxés a pu être détectée par corrélation d'images et émission acoustique. Les Figures III.12, III.13, III.14, III.15 et III.16 présentent les champs de déformation obtenus pour différents niveaux de chargement durant les essais. Les fissures se manifestent sous la forme de bandes de déformation localisée (de couleur jaune sur les figures). Généralement, les fissures se propagent de manière « instantanée », d'une image à l'autre (0,1 seconde). Vu que le déplacement de la surface filmée des éprouvettes sort progressivement de la profondeur de champ de l'objectif et que les images deviennent ainsi de moins en moins nettes durant l'essai, les fissures ne sont clairement observées que jusqu'à 1-2% de déformation. En particulier dans le cas du taux de biaxialité 1, la qualité des images se dégrade rapidement après la fissuration. Néanmoins, les premiers stades de fissuration sont bien détectés dans tous les cas.

La Figure III.17 représente l'évolution de la densité de fissures évaluée localement dans la zone de corrélation d'images et les courbes normées de l'énergie cumulée des signaux acoustiques, représentant la cinétique macroscopique de fissuration de l'ensemble de l'éprouvette, durant les essais réalisés avec différents taux de biaxialité. Ces courbes sont mises en relation avec les courbes de comportement macroscopique des tubes revêtus. On considère que les seuils de fissuration macroscopique du revêtement (seuil AE) correspondent aux moments où l'énergie acoustique cumulée augmente de manière brutale. On trouve que ces seuils macroscopiques sont généralement en accord avec le moment où la première fissure est observée par corrélation d'images, même si les zones de corrélation sont petites par rapport aux dimensions des éprouvettes. Cela confirme la cohérence entre les deux méthodes de détection. De plus, on remarque que les seuils d'apparition des fissures correspondent approximativement au seuil d'apparition de la plasticité macroscopique dans le substrat. Ce point sera approfondi ultérieurement par l'approche numérique (Chapitre 4).

Les déformations moyennes du revêtement mesurées par corrélation d'images au seuil de fissuration déterminé par émission acoustique sont données dans le Tableau III.1 pour les différents taux de biaxialité testés. Il semble qu'une augmentation de la biaxialité du chargement ( $\gamma$  se rapproche de 1) conduise à une diminution des déformations auxquelles le revêtement commence à fissurer. De plus, la déformation circonférentielle critique lors d'une traction circonférentielle pure (0,48%) est plus grande que la déformation axiale critique lors d'une traction axiale. Cette différence pourrait être associée à un effet géométrique (fissures parallèles à l'axe du tube dans le cas de la traction circonférentielle et perpendiculaires à l'axe du tube dans le cas de la traction axiale), plutôt à l'anisotropie plastique du substrat comme montré dans la Partie III.3.2.2. Elle peut être aussi due à un état non équibiaxiale de contraintes résiduelles du revêtement.

Les déformations critiques mesurées ici dans le cas du chargement unidirectionnel (0,39% et 0,48%) sont très comparables à celles reportées par d'autres auteurs pour d'autres revêtements de chrome pour les gaines E-ATF testés à température ambiante. En effet, Jiang et al. (2020) [214] rapportent un seuil de 0,41% pour un revêtement de Cr de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposé par « multi-arc ion plating technique » sur un substrat en Zircaloy-4 recristallisé sollicité en traction. Roache et al. [203] rapportent un seuil de l'ordre de 0,35-0,45% pour un revêtement de Cr de 30-45  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposé par « cold spraying » sur un alliage de zirconium (non précisé), testé par flexion 4 points et par des essais de type EDC (pour Expansion Due à la Compression ou « Expanding plug ») générant un chargement majoritairement circonférentiel du tube.

Quant à la cinétique de fissuration, la pente des courbes de l'énergie acoustique cumulée semble cohérente avec l'évolution de la densité de fissures évaluée par corrélation d'images. On peut en déduire que la cinétique de fissuration est très rapide juste après le seuil de fissuration et ralentit de plus en plus au cours du chargement. La fissuration du revêtement semble atteindre une saturation après environ 2% de déformation macroscopique. Cette saturation est mise en évidence notamment par corrélation d'images dans le cas de la traction axiale simple (Figure III.12).

En faisant en première approche l'hypothèse (qui sera discutée par la suite) que le comportement du revêtement reste élastique isotrope et homogène dans l'épaisseur du revêtement, que les contraintes sont homogènes dans l'épaisseur dans le revêtement et sont planes (contrainte normale à la surface libre nulle  $\sigma_{rr}^f = 0$ ) et que les directions axiale, circonférentielle et radiale sont les directions principales, les déformations et les contraintes mécaniques dans le revêtement au seuil de fissuration sont données par les relations suivantes (les tenseurs sont exprimés dans la base cylindrique  $(r, \theta, z)$ ) :

$$\underline{\varepsilon}^f = \begin{pmatrix} \varepsilon_{rr}^f & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{\theta\theta}^f & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz}^f \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{\nu^f}{\nu^f - 1}(\varepsilon_{zz}^f + \varepsilon_{\theta\theta}^f) & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{\theta\theta}^f & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz}^f \end{pmatrix} \tag{III.10}$$

$$\underline{\sigma}^f = \begin{pmatrix} \sigma_{rr}^f & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{\theta\theta}^f & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{zz}^f \end{pmatrix} = \frac{E^f}{1 + \nu^f} \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{\theta\theta}^f + \frac{\nu^f}{1 - \nu^f}(\varepsilon_{zz}^f + \varepsilon_{\theta\theta}^f) & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz}^f + \frac{\nu^f}{1 - \nu^f}(\varepsilon_{zz}^f + \varepsilon_{\theta\theta}^f) \end{pmatrix}$$

où  $E^f$  et  $\nu^f$  sont respectivement le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du revêtement (exposant f pour « film ») et  $\varepsilon_{zz}^f$  et  $\varepsilon_{\theta\theta}^f$  sont respectivement les déformations axiale et circonférentielle du revêtement au seuil de fissuration. Le Tableau III.1 présente les contraintes dans le revêtement calculées par l'Équation (III.10) aux seuils de fissuration détectés par émission acoustique, en prenant  $E^f = 290$  GPa et  $\nu^f = 0,22$  (page 36).

$\gamma$	Déformation axiale (%)	Déformation circonférentielle (%)	Contrainte axiale (MPa)	Contrainte circonférentielle (MPa)
$\infty$	0,39 ± 0,01	-0,11 ± 0,01	1115 ± 38	-74 ± 38
2	0,34 ± 0,01	0,06 ± 0,01	1076 ± 38	441 ± 38
1	0,32 ± 0,01	0,26 ± 0,01	1150 ± 38	1007 ± 38
0,5	0,07 ± 0,01	0,33 ± 0,01	435 ± 38	1053 ± 38
0	-0,21 ± 0,01	0,48 ± 0,01	-318 ± 38	1322 ± 38

TABLEAU III.1 – Déformations moyennes et contraintes dans le revêtement estimées à l'aide de l'Équation (III.10), à partir des mesures de déformation par corrélation d'images, au seuil de fissuration détecté par émission acoustique pour différents taux de biaxialité des contraintes.

Les résultats montrent que le revêtement commence à fissurer quand la contrainte principale maximale dépasse une certaine valeur d'environ  $1075 \pm 75$  MPa, sauf dans le cas du taux de biaxialité 0 (traction circonférentielle pure) où la contrainte critique est notablement plus grande. Il faut bien noter que ces contraintes ont été calculées en considérant que le revêtement reste élastique avant de fissurer. Par ailleurs, il s'agit seulement de contraintes d'origine mécanique sachant qu'à l'état brut de

dépôt, les revêtements présentent des contraintes résiduelles compressives de quelques centaines de MPa typiquement (cf. partie II.2.4). La contrainte dans le revêtement au seuil de fissuration serait alors de l'ordre de 800 MPa. Cette valeur supporte l'hypothèse de comportement élastique faite pour calcul, vu que la limite d'élasticité d'un revêtement de chrome avec une taille de grain de 1-10  $\mu\text{m}$  est attendue entre 500 et 1000 MPa (cf. page 42).

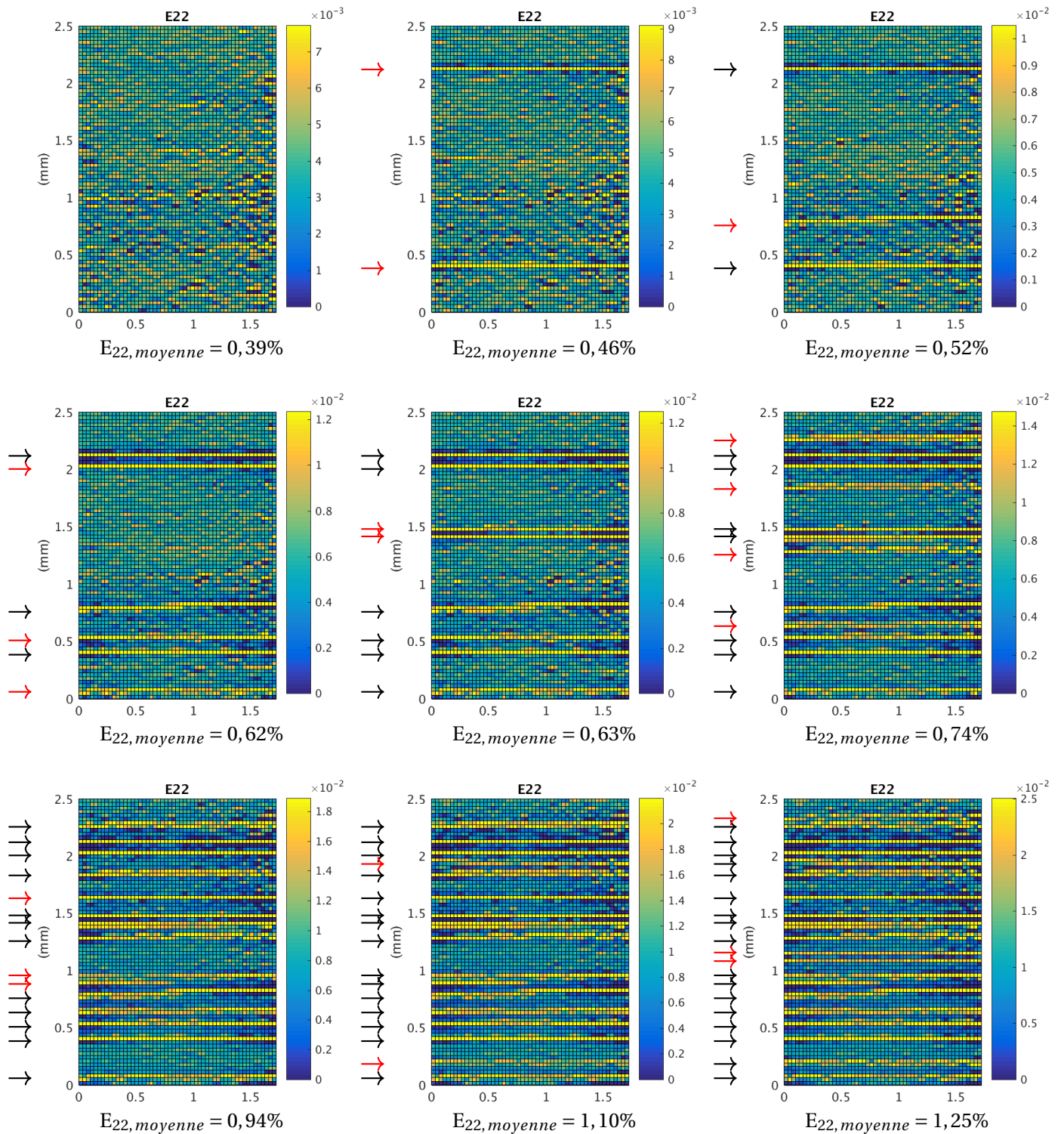


FIGURE III.12 – Cartographie des champs de déformation axiale  $E_{22}$  (direction verticale sur les figures) mesurée par corrélation d’images aux différents instants durant l’essai biaxé au taux de biaxialité  $\infty$  (traction axiale simple) (fissures marquées par les flèches, noires lorsqu’elles étaient déjà présentes à l’étape précédente, rouges lorsqu’elles sont nouvelles).

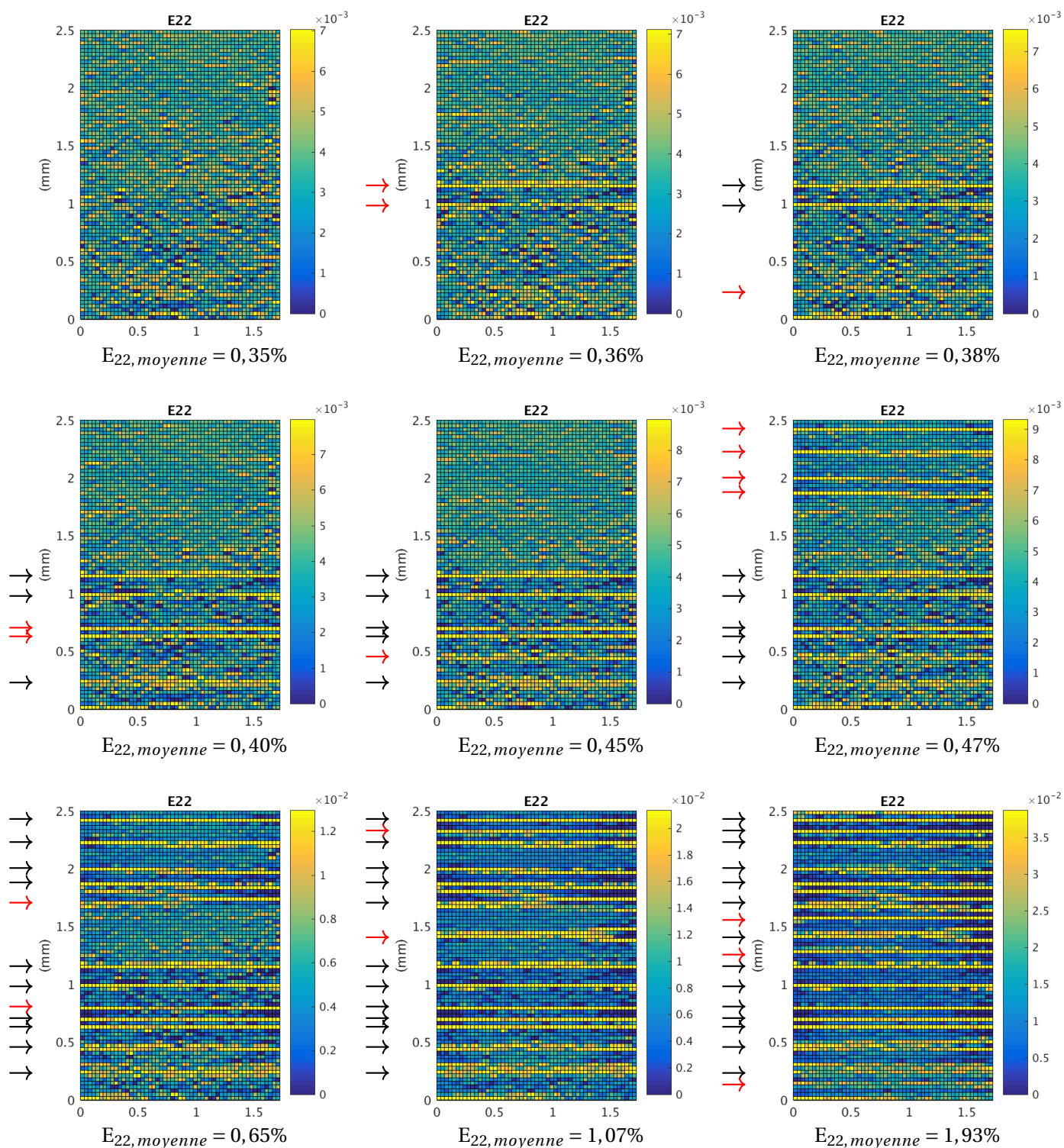


FIGURE III.13 – Cartographie des champs de déformation axiale  $E_{22}$  (direction verticale sur les figures) mesurée par corrélation d'images aux différents instants durant l'essai biaxé au taux de biaxialité 2 (fissures marquées par les flèches, noires lorsqu'elles étaient déjà présentes à l'étape précédente, rouges lorsqu'elles sont nouvelles).

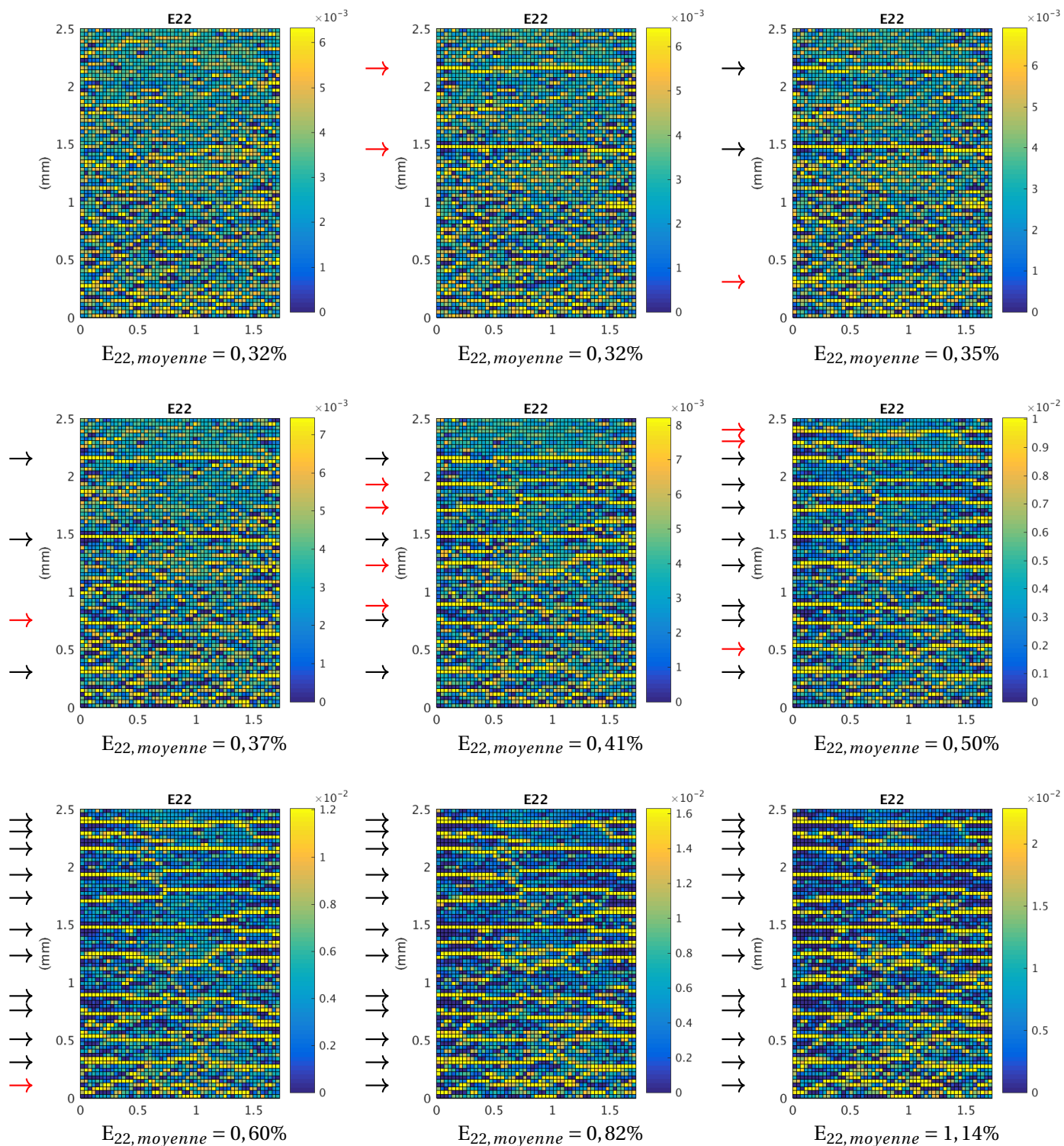


FIGURE III.14 – Cartographie des champs de déformation axiale  $E_{22}$  (direction verticale sur les figures) mesurée par corrélation d’images aux différents instants durant l’essai biaxé au taux de biaxialité 1 (fissures marquées par les flèches, noires lorsqu’elles étaient déjà présentes à l’étape précédente, rouges lorsqu’elles sont nouvelles).

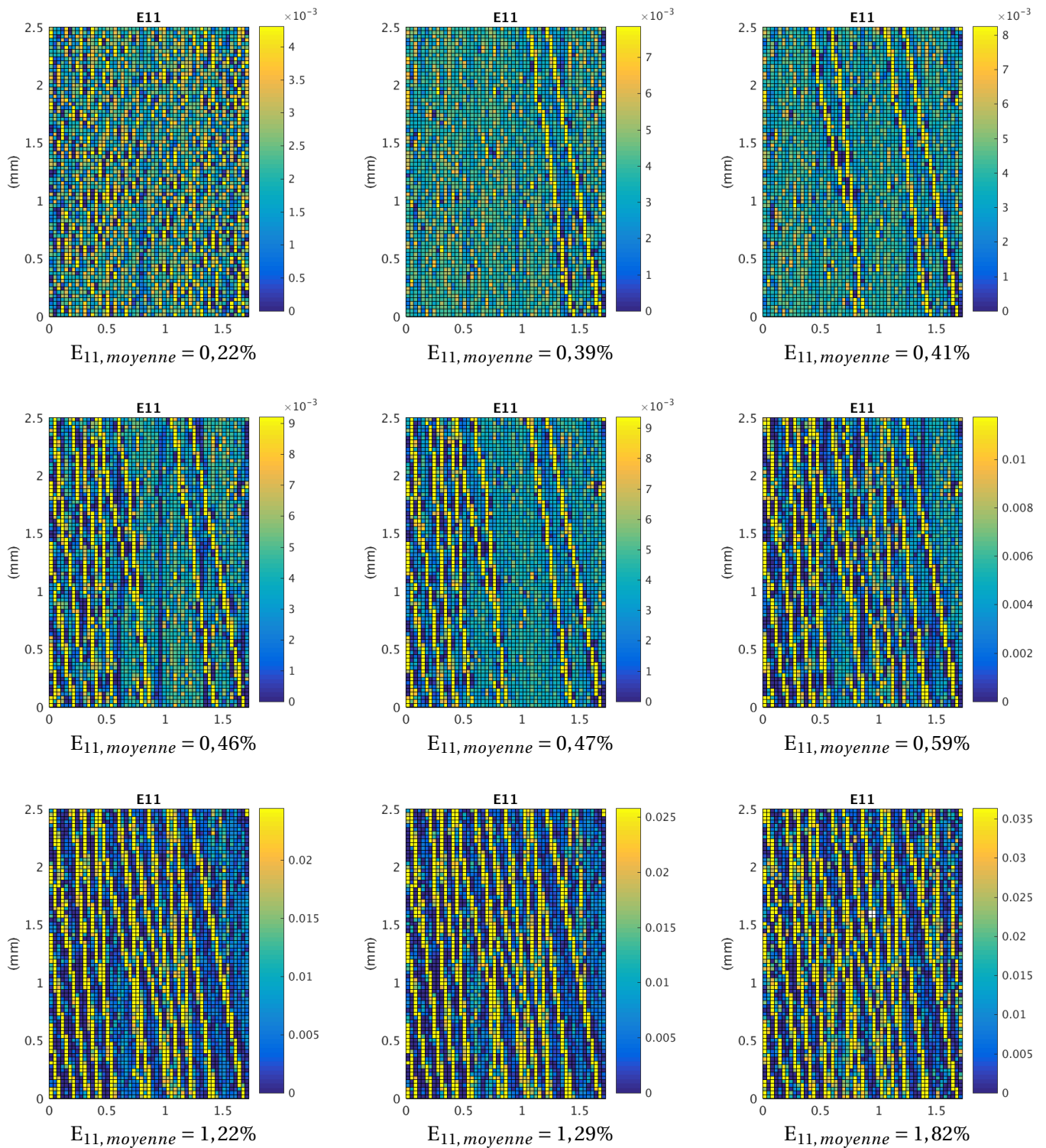


FIGURE III.15 – Cartographie des champs de déformation circonférentielle  $E_{11}$  (direction horizontale sur les figures) mesurée par corrélation d'images aux différents instants durant l'essai biaxé au taux de biaxialité 0,5.

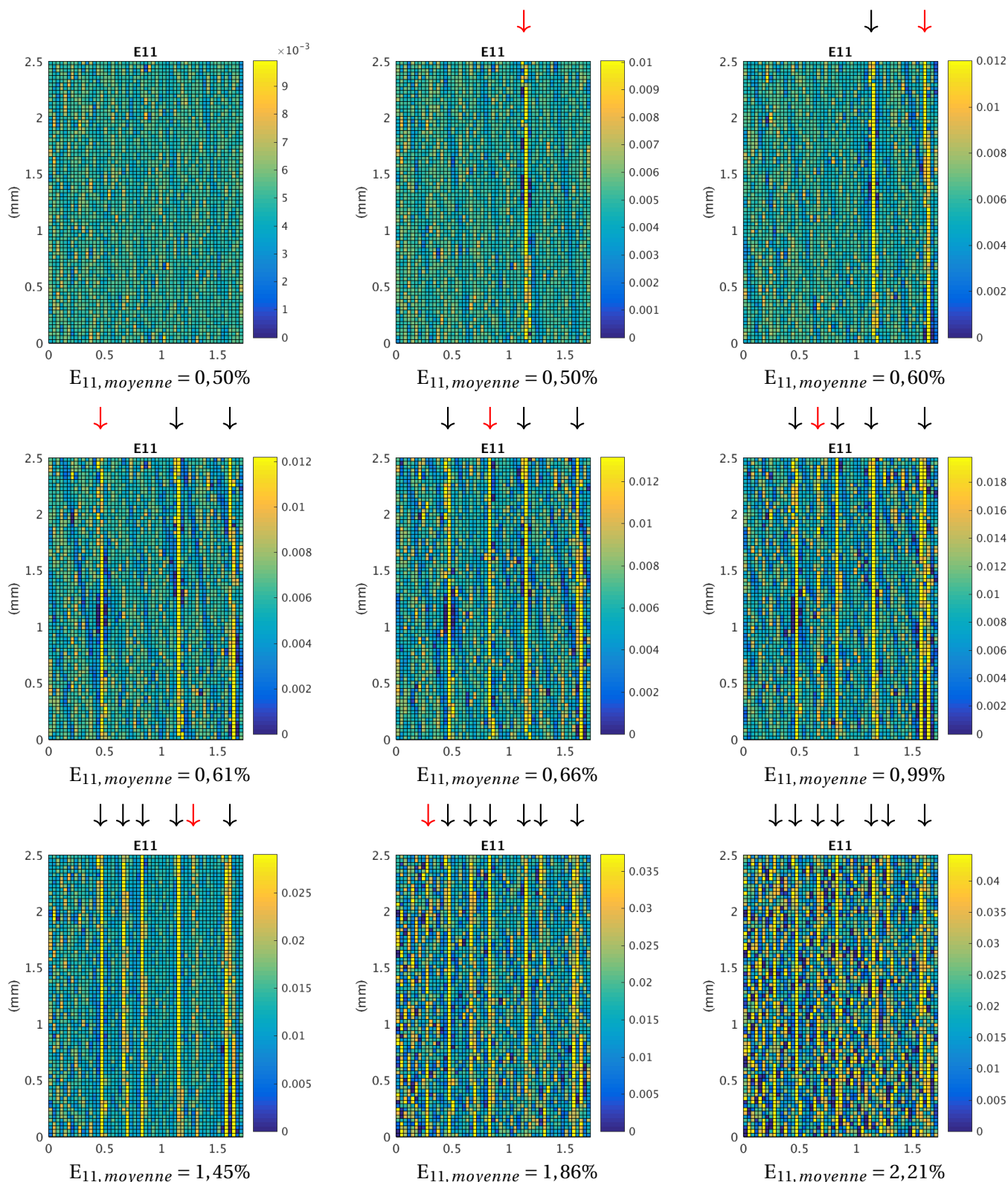


FIGURE III.16 – Cartographie des champs de déformation circonférentielle  $E_{11}$  (direction horizontale sur les figures) mesurée par corrélation d’images aux différents instants durant l’essai biaxé au taux de biaxialité 0 (traction circonférentielle pure) (fissures marquées par les flèches, noires lorsqu’elles étaient déjà présentes à l’étape précédente, rouges lorsqu’elles sont nouvelles).



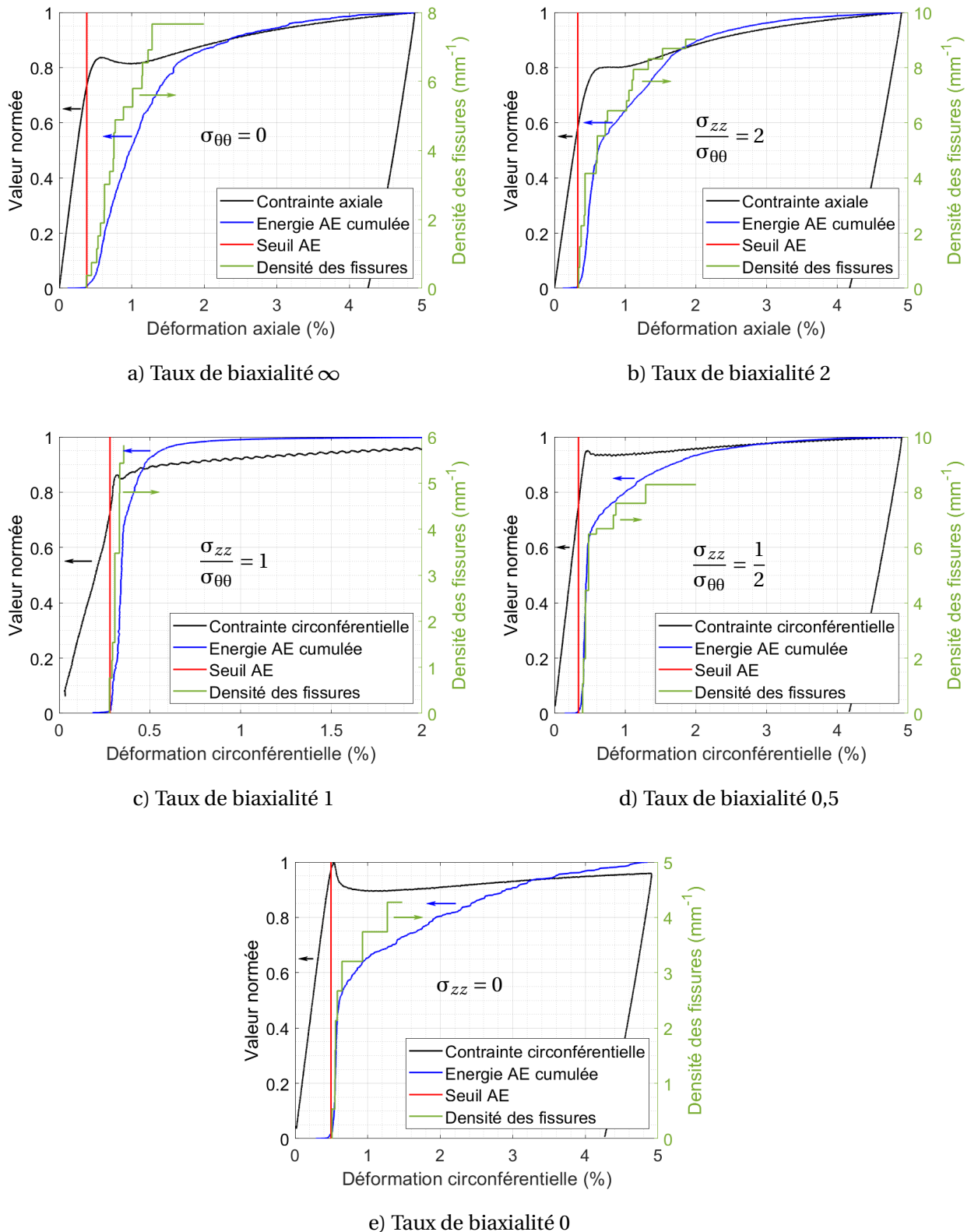


FIGURE III.17 – Illustration de la cinétique de fissuration du revêtement durant les essais biaxés aux différents taux de biaxialité à travers l'énergie acoustique cumulée et l'évolution de la densité de fissures détectées par corrélation d'images, en relation avec la courbe du comportement macroscopique des tubes revêtus.

### III.2.2.3 Densité de fissures à saturation - Observation après les essais

Les éprouvettes issues des essais biaxés ont été observées post essai sous un microscope optique 3D (série VHX-2000F de marque Keyence) à un grandissement x400. La Figure III.19 illustre le réseau des fissures dans le revêtement pour les différents taux de biaxialité. Les fissures se sont propagées préférentiellement dans la direction perpendiculaire à la direction de la contrainte principale maximale : dans les cas des taux de biaxialité  $\infty$  et 2, les fissures se sont propagées dans la direction circonférentielle (a, b); dans les cas des taux de biaxialité 0 et 0,5, les fissures se sont propagées plutôt dans la direction axiale (d, e), bien qu'elles soient légèrement inclinées et ramifiées dans le cas du taux de biaxialité 0,5. Dans le cas du taux de biaxialité 1, les fissures se sont propagées dans plusieurs directions et se sont connectées les unes aux autres en formant des « îlots » non fissurés (c).

Pour évaluer de manière statistique la densité de fissures, des images couvrant une grande surface sont enregistrées, afin qu'un nombre suffisant de fissures soit détecté. Pour les taux de biaxialité  $\infty$ , 2 et 1, des images de  $620 \times 10000 \mu\text{m}^2$  sont enregistrées, en balayant selon deux génératrices opposées la surface des tubes. Pour les taux de biaxialité de 0 et 0,5, un système de rotation est mis en place pour filmer la surface des éprouvettes selon une circonférence complète, sur des zones de  $830 \mu\text{m}$  de largeur (Figure III.18). Ces vidéos sont ensuite transformées en images 2D à l'aide du logiciel ImageJ<sup>1</sup> pour faciliter le dépouillement. La densité moyenne des fissures est calculée par :

$$D = \frac{L_{crack}}{A} \quad (\text{III.11})$$

où  $L_{crack}$  est la longueur totale des fissures observées et  $A$  est l'aire de la surface observée (mesurée dans la configuration déformée). Le Tableau III.2 présente la densité de fissures évaluée dans une région à mi-longueur des tubes et sur une zone décalée de 20 mm (« côté »), pour différents taux de biaxialité. Ainsi, la densité de fissures est plutôt uniforme entre le milieu des tubes et la zone décalée à 20 mm. Cela est cohérent avec les observations post essai qui montrent que la déformation circonférentielle des tubes est plutôt homogène sur une longueur de 40 mm au centre des tubes (Annexe B.1). De plus, la densité de fissures est généralement plus grande dans les cas où les tubes sont chargés biaxialement. Par ailleurs, la densité de fissures se propageant dans la direction axiale dans le cas de la traction circonférentielle pure est plus petite que celle des fissures se propageant dans la direction circonférentielle dans le cas de la traction axiale simple et du taux de biaxialité 2. Cette différence pourrait être associée à un effet géométrique comme déjà évoqué pour le seuil de fissuration. On note qu'elle ne peut pas être expliquée simplement par une différence de contraintes résiduelles dans le revêtement selon deux directions, comme montré dans le Chapitre 4. Ainsi, l'amorçage et la propagation des fissures semble plus difficile en traction circonférentielle qu'en traction axiale.

Pour les taux de biaxialité  $\infty$ , 2 et 0, les fissures ne sont pas ramifiées et sont généralement parallèles les unes aux autres. Elles divisent le revêtement en pavés non fissurés. La largeur de ces pavés observée au sein des zones représentées sur la Figure III.18 est mesurée et représentée statistiquement sous forme d'histogrammes sur la Figure III.20. Les données sont ajustées avec une loi de Weibull à trois

1. <https://imagej.nih.gov/ij/>

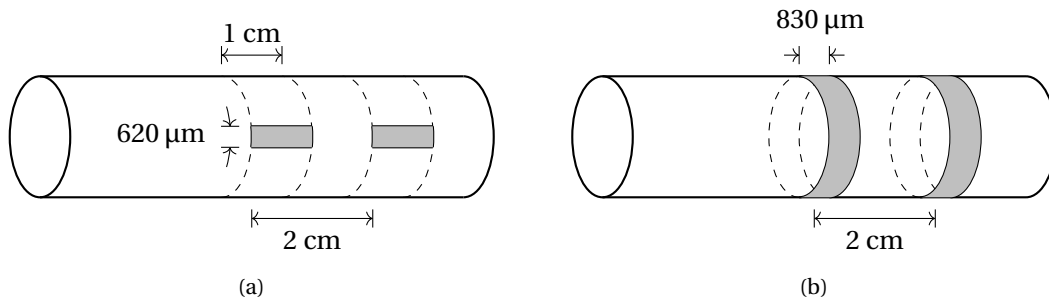


FIGURE III.18 – Illustration des zones observées par microscopie optique 3D pour mesurer la densité de fissures : (a) pour les taux de biaxialité  $\infty$ , 2 et 1, (b) pour les taux de biaxialité 0 et 0,5.

Taux de biaxialité		$\infty$	2	1	0,5	0
Densité des fissures ( $\text{mm}^{-1}$ )	Milieu	$8,5 \pm 0,1$	$10,6 \pm 0,1$	$18,6 \pm 0,9$	11,2	5,3
	Côté	$8,7 \pm 0,4$	$11,0 \pm 0,2$	$19,0 \pm 0,4$	11,2	5,3

TABLEAU III.2 – Densité de fissures à saturation observée sous un microscope optique 3D avec un objectif à grandissement x400 après des essais biaxés avec différents taux de biaxialité (l'erreur de mesure correspond à la différence des densités mesurées entre deux génératrices opposées pour les taux de biaxialité  $\infty$ , 2 et 1).

paramètres dont la densité de probabilité et la fonction de répartition sont respectivement :

$$f(x, k, \lambda, \theta) = \begin{cases} \frac{k}{\lambda} \left( \frac{x-\theta}{\lambda} \right)^{k-1} \exp \left[ - \left( \frac{x-\theta}{\lambda} \right)^k \right] & \text{pour } x \geq \theta \\ 0 & \text{pour } x < \theta \end{cases} \quad (\text{III.12})$$

$$\mathcal{F}(x, k, \lambda, \theta) = \begin{cases} 1 - \exp \left[ - \left( \frac{x-\theta}{\lambda} \right)^k \right] & \text{pour } x \geq \theta \\ 0 & \text{pour } x < \theta \end{cases}$$

où  $k$ ,  $\lambda$  et  $\theta$  sont respectivement le paramètre de forme, le paramètre d'échelle et le paramètre de position de la loi. Cette loi de probabilité permet de visualiser la présence des grandes valeurs et l'absence des petites valeurs. Le Tableau III.3 présente les paramètres ajustés et les valeurs limites inférieures et supérieures de la largeur des pavés non fissurés correspondant à 95% de la population de la fonction de répartition (en excluant 2,5% des valeurs extrêmes minimales et maximales). Ainsi, la taille des pavés non fissurés à saturation est très variable pour un échantillon donné. Les limites supérieures sont environ 5-6 fois plus grandes que les limites inférieures.

Dans le cas de la traction circonférentielle, les fissures se propagent plutôt librement dans la direction axiale. Leur longueur atteint généralement plusieurs centimètres. En revanche, les fissures se propagent dans la direction circonférentielle dans le cas de la traction axiale simple et du taux de biaxialité 2 recouvrent rarement une circonférence complète du tube. La Figure III.21 présente sous forme d'histogrammes les résultats d'une étude statistique sur la longueur des fissures observées sur une circonférence dans une portion d'environ 2 mm selon la direction axiale au milieu du tube dans le cas de la traction axiale simple. La longueur des fissures est exprimée par leur angle de propagation selon la circonférence du tube qui est égale à leur longueur divisée par le rayon du tube (dans la configuration déformée). On trouve qu'en termes de nombre de fissures, la plupart

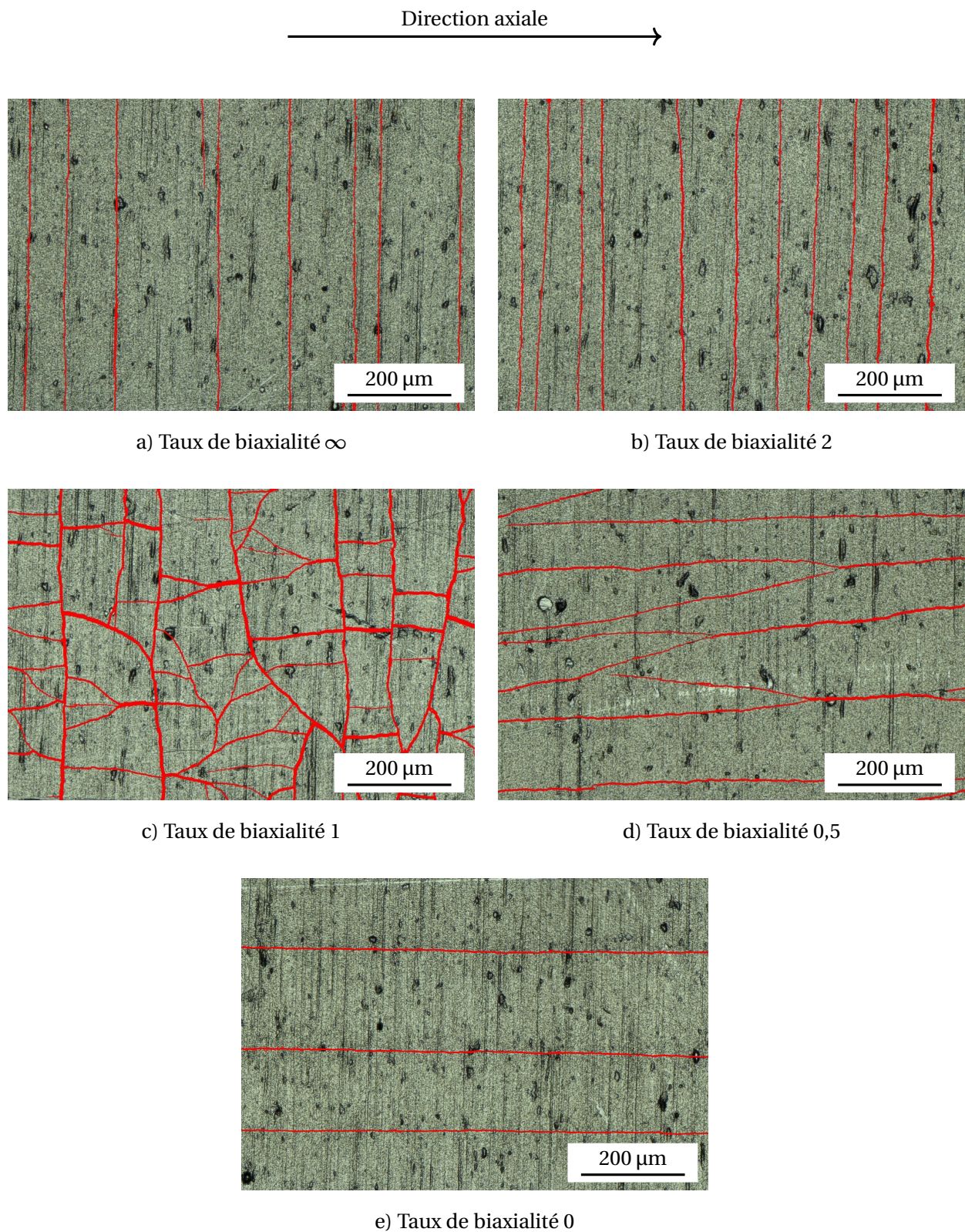


FIGURE III.19 – Fissuration du revêtement à la suite des essais biaxés aux différents taux de biaxialité ( $900 \times 600 \mu\text{m}^2$ ) (observation sous un microscope optique 3D avec un objectif à grandissement  $\times 400$ ) (fissures mises en évidence à l'aide du logiciel ImageJ et de la méthode de seuillage local Sauvola [215]).

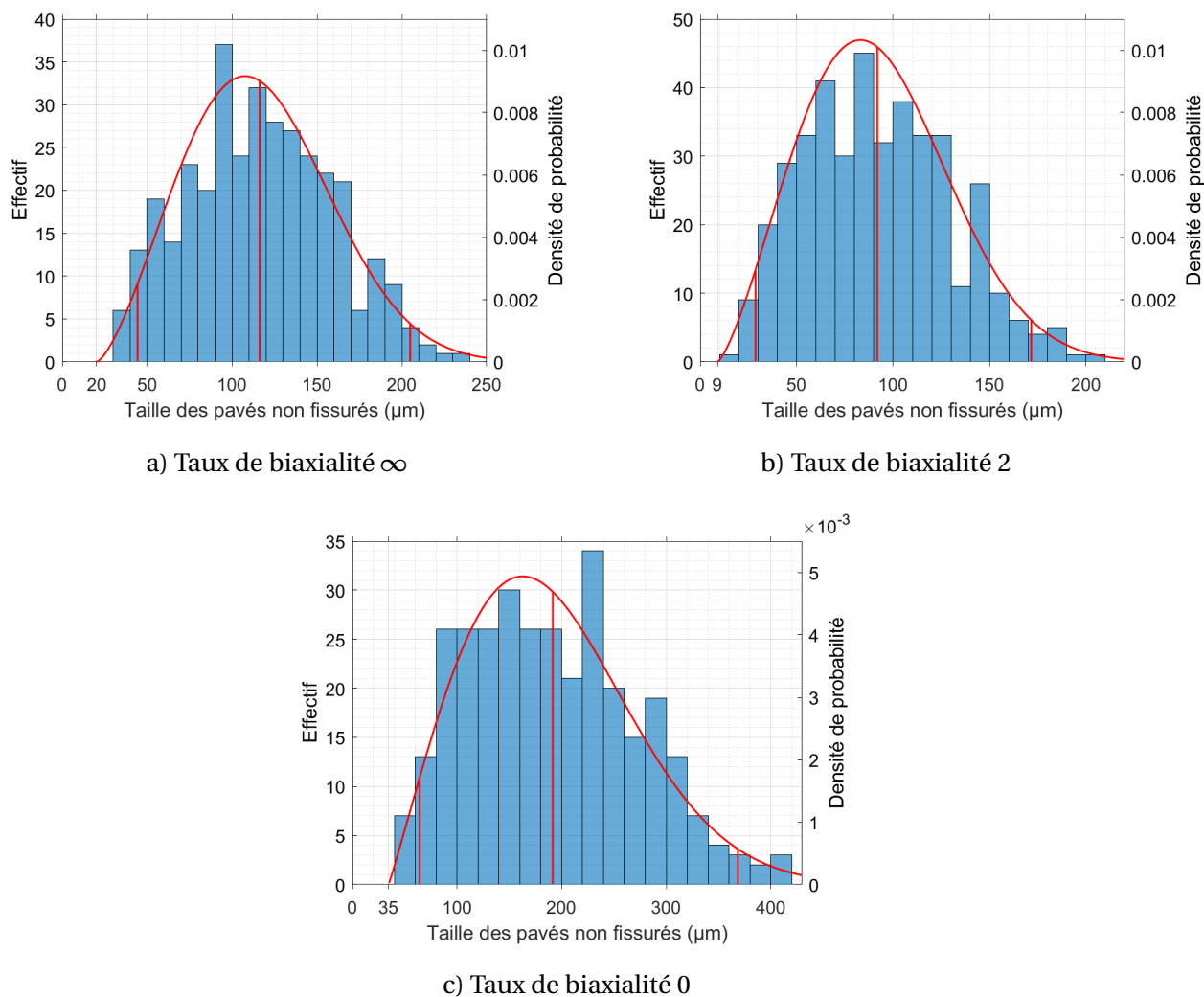


FIGURE III.20 – Histogramme des tailles des pavés non fissurés à saturation pour différents taux de biaxialité et illustration des fonctions de distribution ajustées de la loi de Weibull à trois paramètres (valeur moyenne et valeurs limites à 95% de la population représentées par des droites verticales rouges).

des fissures se propagent jusqu'à 90° autour de l'axe du tube. Seules quelques fissures se propagent au-delà d'une circonférence complète. En termes de longueur cumulée, ces fissures propagées sur plus d'une circonférence occupent une proportion assez importante. Elles sont probablement les premières fissures qui se propagent dans le revêtement de telle sorte que leur propagation n'est pas influencée par d'autres fissures. Par ailleurs, ces longues fissures se propagent en « hélice » avec un pas d'environ 30-100  $\mu\text{m}$ , équivalent à une inclinaison de 0,05 à 0,2° par rapport à la direction circonférentielle.

L'absence de pavés non fissurés de faible largeur est due aux interactions entre les fissures voisines (Figure III.22). Les fissures ont tendance à arrêter de se propager lorsqu'elles se rapprochent d'une autre fissure proche. Cela est dû à la relaxation des contraintes dans le revêtement due à la présence des fissures pré-existantes, comme cela sera montré au Chapitre 4.

Enfin, des interactions entre des fissures et les quelques défauts dans le revêtement sont observées. Une fissure peut selon les cas « traverser » (Figure III.23), se propager « au-dessous » (Figure III.24) ou dévier autour d'un défaut (Figure III.25). De plus, quelques fissures s'arrêtent au niveau d'un défaut (Figure III.26). En particulier, le décollement de quelques défauts de croissance est observé (Figure

Taux de biaxialité	$\lambda$	$k$	$\theta$	Limite inférieure ( $\mu\text{m}$ )	Limite supérieure ( $\mu\text{m}$ )
$\infty$	108,3	2,447	20,3	44,4	204,9
2	93,5	2,361	9,0	28,7	171,5
0	177,2	2,058	34,5	64,2	368,5

TABLEAU III.3 – Paramètres ajustés de la loi de Weibull décrivant la distribution de la taille des pavés non fissurés entre fissures parallèles pour les taux de biaxialité  $\infty$ , 2 et 0 et limites encadrant 95% de la population.

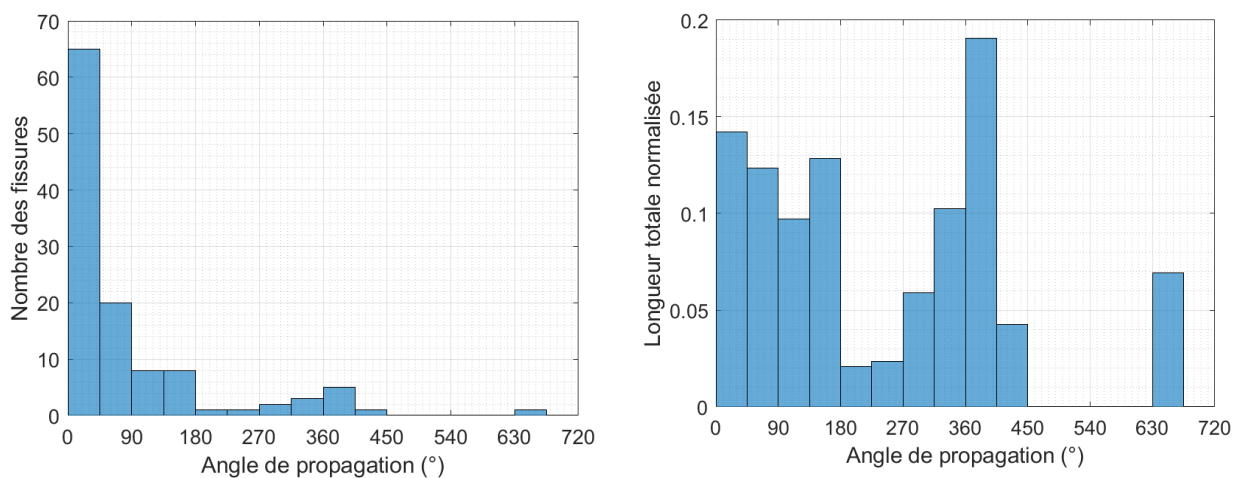


FIGURE III.21 – Histogramme de la longueur, exprimée en angle de propagation, des fissures dans le revêtement se propageant dans la direction circonférentielle lors de l'essai de traction axiale simple.

III.27). Il faut noter que beaucoup de défauts n'interagissent pas avec les fissures (Figure III.28). Ainsi, il semble que les défauts ne sont pas des sites d'initiation des fissures. Ils présentent une cohésion relativement faible avec le reste du revêtement de telle sorte que dans certains cas, ils relaxent la singularité au fond des fissures et freinent leur propagation.

Après essais, les tubes revêtus sont coupés soigneusement à l'aide d'une scie à fil diamanté. Les surfaces découpées sont ensuite polies miroir et observées sous microscope optique (Figure III.29). Un dépôt Au-Ni est préalablement déposé sur la surface libre du revêtement dans le but de protéger le revêtement lors du polissage. De plus, des enrobages à froid par durcissement de résine sont effectués au lieu des enrobages sous pression à chaud dans le but de ne pas changer l'état de fissuration du revêtement. Les observations montrent que les fissures se propagent jusqu'à l'interface revêtement/substrat mais ne pénètrent pas significativement dans le substrat, au moins jusqu'aux déformations globales maximales appliquées (~5%). La pointe des fissures relativement arrondie est le signe d'une déformation plastique du substrat. Enfin, aucune décohésion de l'interface à l'échelle macroscopique n'a été observée, ce qui confirme la qualité de la tenue de l'interface substrat/revêtement des gaines revêtues étudiées.

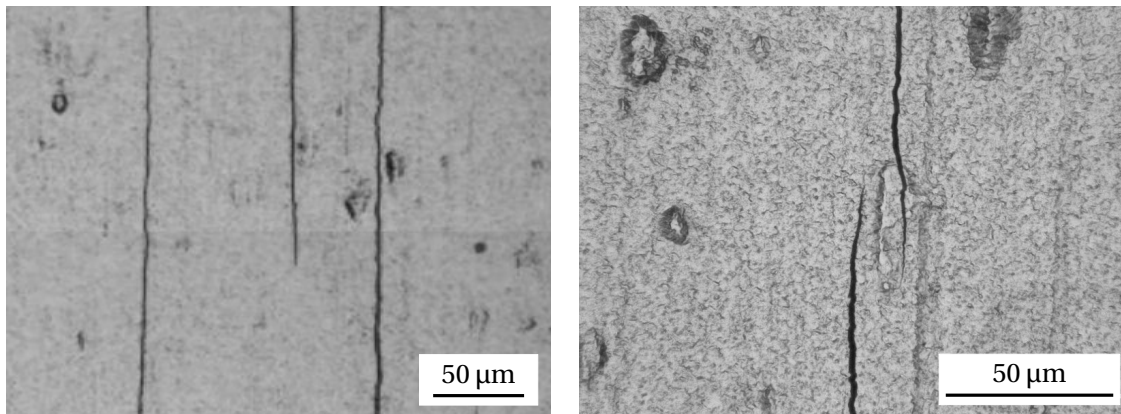


FIGURE III.22 – Arrêt de propagation dû à la petite distance par rapport aux fissures déjà existantes.

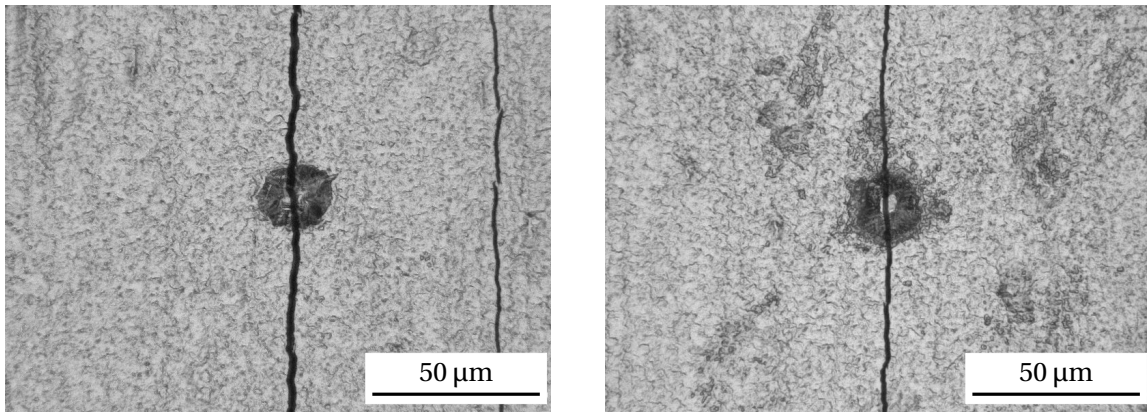


FIGURE III.23 – Défauts de croissance du revêtement « traversés » par une fissure.

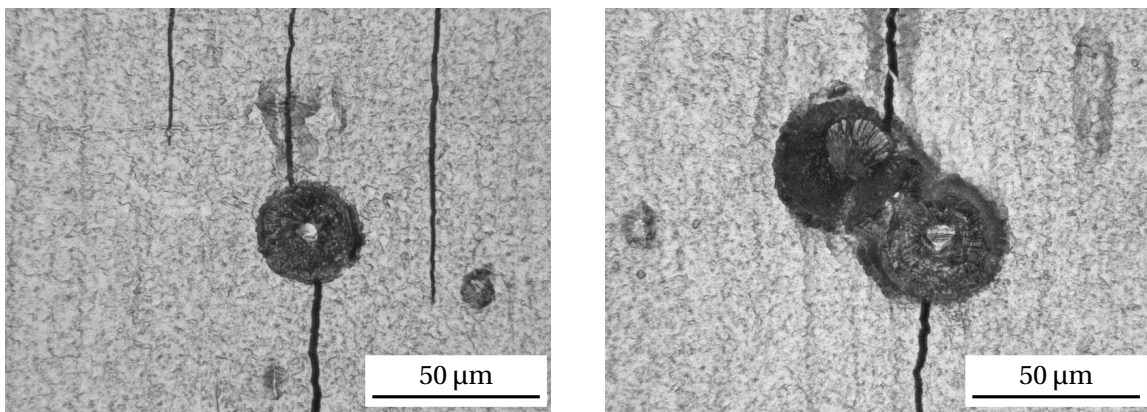


FIGURE III.24 – Fissures se propageant au-dessous d'un défaut de croissance dans le revêtement.

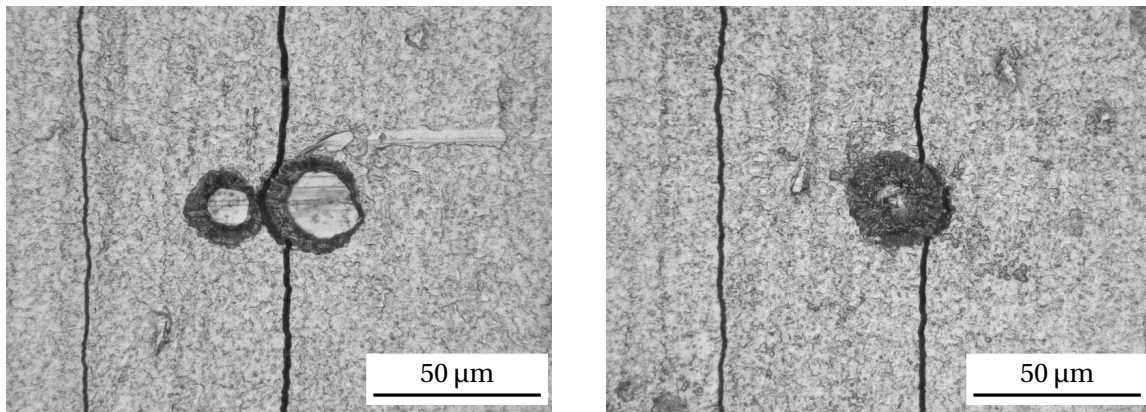


FIGURE III.25 – Déviation des fissures autour d'un défaut de croissance dans le revêtement.

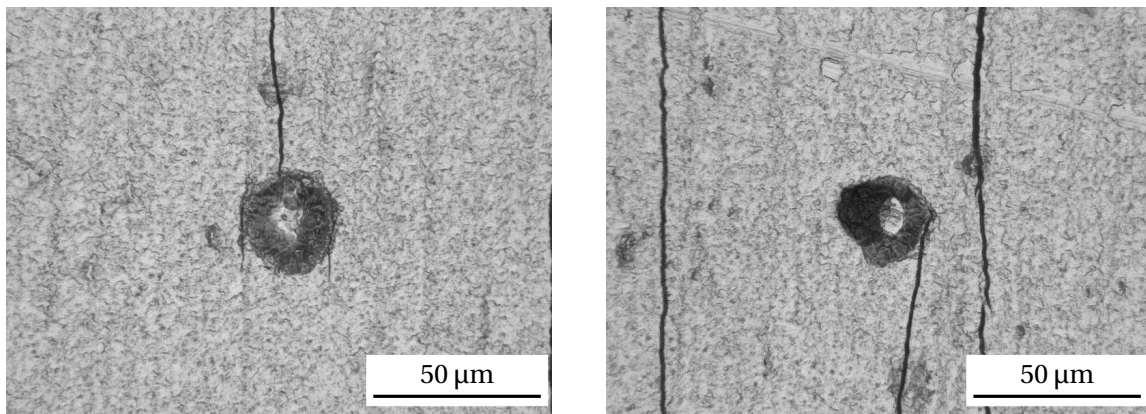


FIGURE III.26 – Arrêt d'une fissure au niveau d'un défaut de croissance.

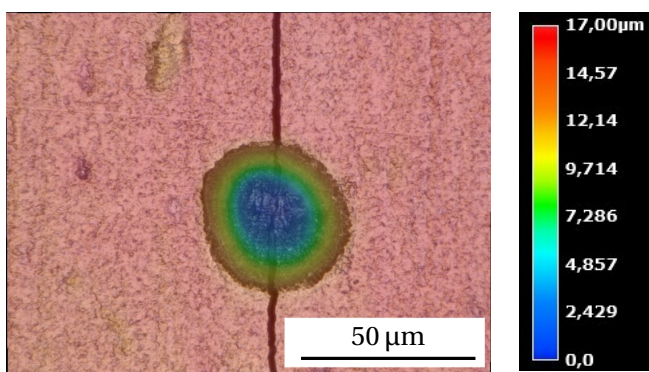


FIGURE III.27 – Décollement d'un défaut de croissance observé par microscopie optique 3D (la couleur présente la hauteur relative de la surface).

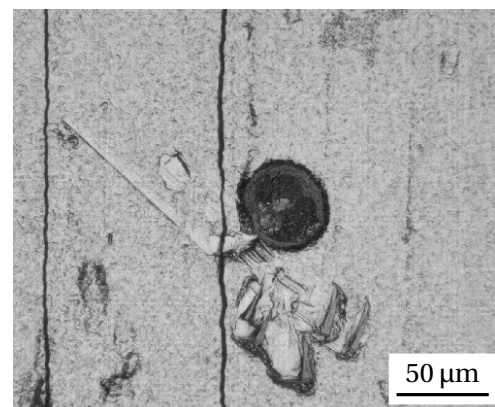


FIGURE III.28 – Absence d'interaction entre un défaut et une fissure proche.



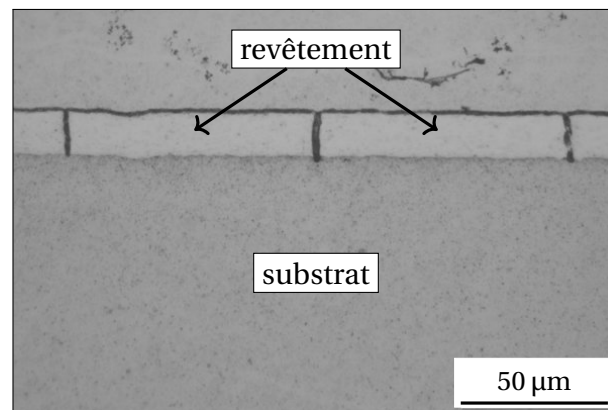


FIGURE III.29 – Observation post essai sous microscope optique de fissures dans l'épaisseur du revêtement dans le cas de la traction simple.

### III.3 Plasticité et fissuration du revêtement à l'échelle de la microstructure en traction uniaxiale

Pour étudier de manière plus locale, à l'échelle de la microstructure, la plasticité éventuelle et la fissuration du revêtement, via notamment des mesures du niveau de déformation locale du revêtement et de l'ouverture des fissures, des essais de traction *in situ* sous MEB sont réalisés sur des plaquettes en M5<sub>Framatome</sub> revêtues de Cr (15 µm). Cette section présente les techniques expérimentales puis les résultats obtenus.

#### III.3.1 Méthodes expérimentales

##### III.3.1.1 Préparation des éprouvettes

Des éprouvettes sont prélevées dans des plaquettes de 1,1 mm d'épaisseur revêtues d'environ 15 µm de chrome de sorte que l'axe principal des éprouvettes soit la direction transverse de laminage (DT) de la tôle dont sont issues les plaquettes. La découpe est faite par électro-érosion par fil en limitant autant que possible les échauffements locaux et la présence de pollution en surface des éprouvettes. La figure III.30 représente les deux géométries d'éprouvettes utilisées.

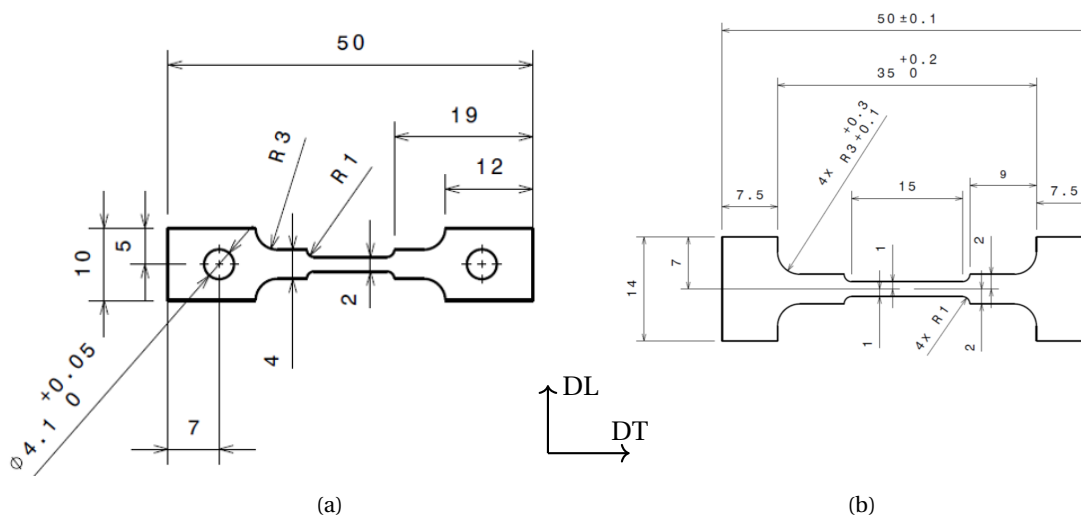


FIGURE III.30 – Géométries des éprouvettes utilisées pour les essais de traction *in situ* sous MEB : (a) ancienne géométrie avec trous, (b) nouvelle géométrie adaptée.

Pour la première géométrie, la force est appliquée via des plaques serrées par l'intermédiaire des vis passant par des trous dans les têtes de l'éprouvette (Figure III.32a). Avec cette géométrie, un premier essai a été réalisé à température ambiante sur une éprouvette en alliage Zircaloy-4 détendu revêtue d'environ 15 µm de chrome. Une flexion/torsion parasite sur l'éprouvette a été observée. Par conséquent, les fissures dans le revêtement ne sont pas tout à fait perpendiculaires à la direction de traction. Le détail de cet essai préliminaire peut être trouvé dans l'Annexe C.

Un deuxième essai de traction *in situ*, présenté par la suite, est réalisé à température ambiante sur une éprouvette en alliage M5<sub>Framatome</sub> revêtue d'environ 15 µm de chrome, avec la nouvelle géométrie. Dans ce cas, la force est appliquée via des pions en céramique. Le maintien en position de l'éprouvette dans le montage durant l'essai est assuré par deux vis légèrement serrées (Figure III.32b). Ainsi, lors de

cet essai, les fissures observées sont perpendiculaires à l'axe de traction, comme attendu.

Pour augmenter le contraste des images MEB et favoriser la corrélation d'images, des marquages artificiels sont ajoutés sur la surface du revêtement : deux microgrilles de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  avec un pas de  $1 \mu\text{m}$  sont déposées sur la surface du revêtement, par faisceau d'ions focalisés (FIB, « Focus Ion Beam »), l'une avec un agrégat de platine (grille numéro 1) et l'autre avec un agrégat de tungstène (grille numéro 2), au moyen d'un MEB FEI de type Helios NanoLab 650 via des injecteurs de gaz d'organométalliques (Figure III.31). La corrélation d'images est également appliquée sur deux zones sans microgrille.

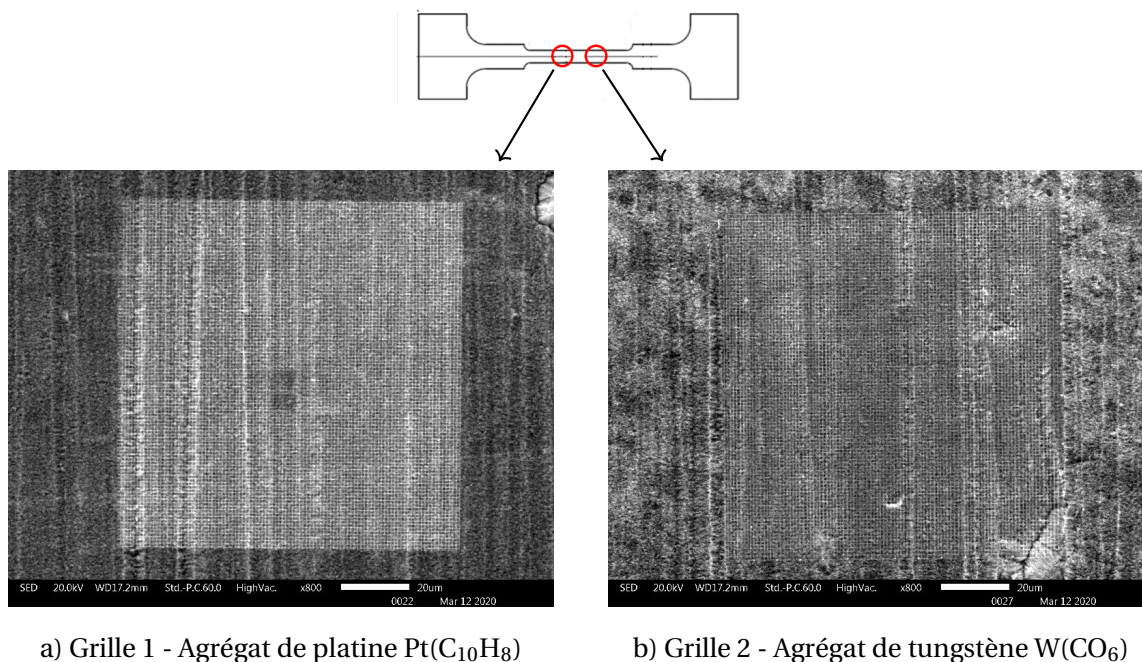


FIGURE III.31 – Images MEB en mode électrons secondaires de deux microgrilles de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  à pas de  $1 \mu\text{m}$ , déposées par FIB à partir de deux matériaux de dépôt différents, enregistrées avant l'essai et utilisées comme images de référence pour la corrélation d'images.

### III.3.1.2 Mise en place

**Montage de l'éprouvette** L'essai de traction a été réalisé au moyen d'une platine de traction miniature MicroMecha modèle Proxima, équipée d'une cellule de force de 3kN (Figure III.32). La machine de traction avec l'éprouvette montée est placée dans la chambre d'un MEB JSM-IT300 de marque JEOL équipé d'un canon à électrons à filament de tungstène. La procédure de montage est la suivante : mettre en place de l'éprouvette (hors MEB), calibrer la force nulle, appliquer une précharge de 50N pour correctement aligner le montage, serrer légèrement les deux vis pour assurer la planéité de l'éprouvette durant l'essai, monter l'ensemble platine/éprouvette dans la chambre du MEB, faire le vide, allumer le faisceau, aligner l'éprouvette par rapport à la direction de balayage et démarrer l'essai.

**Réglage du faisceau** Le réglage du faisceau avant l'essai est effectué dans l'ordre suivant : mettre au point, aligner le diaphragme, corriger l'astigmatisme, ajuster l'inclinaison du filament, ré-aligner le diaphragme et re-corriger l'astigmatisme.

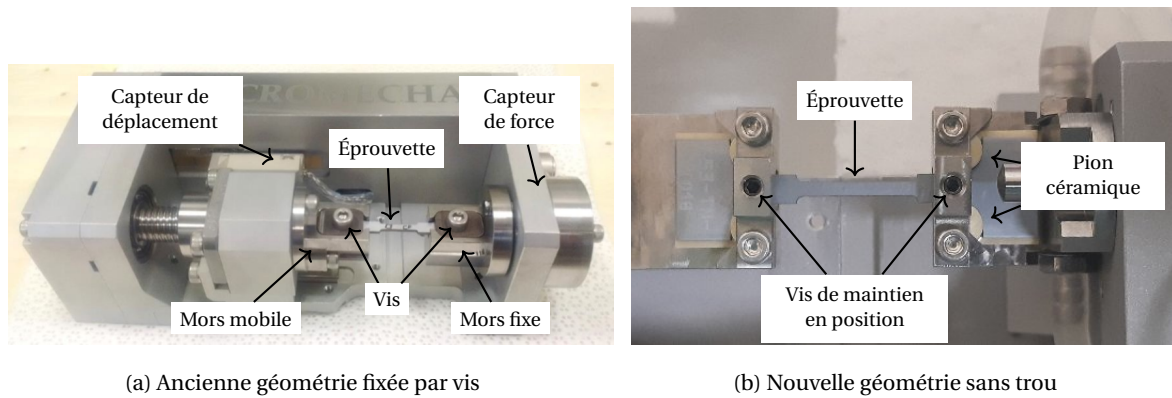


FIGURE III.32 – Montage des éprouvettes sur la platine de traction.

**Paramètres d'observation** Les observations sont faites avec une tension d'accélération de 20 kV. La surface de l'éprouvette est rapprochée le plus possible du canon à électrons pour avoir une meilleure résolution, en assurant néanmoins l'absence de contact durant l'essai. Ainsi, une distance de travail de 17,2 mm est choisie. Le choix de l'ouverture du diaphragme et du courant de sonde influence directement la qualité des images. Plus l'ouverture du diaphragme et le courant sont faibles, plus la taille du point de faisceau sur la surface observée est petite, par conséquent meilleure est la résolution spatiale mais plus l'image est bruitée. De plus, pour la corrélation d'images numériques, la taille du faisceau sur l'éprouvette doit être égale ou supérieure à la taille des pixels de l'image numérique. Un test préliminaire a été réalisé pour choisir l'ouverture du diaphragme et le courant du faisceau en cherchant à minimiser les déformations parasites mesurées par corrélation d'images sur deux images de la grille 1 suite à un mouvement de corps rigide de la platine (et de l'éprouvette) (Annexe B.2.2). Les images des microgrilles utilisées pour mesurer la déformation locale du revêtement par corrélation d'images sont acquises en mode électrons secondaires, de taille 5120x3840 pixel<sup>2</sup> avec un grandissement 800x (1 pixel ~ 31,25 nm) et un temps d'acquisition de 160 secondes (~ 8 μs/pixel).

**Déroulement de l'essai** L'essai est piloté avec une vitesse de déplacement constante du mors mobile de 2 μm/s, de sorte que la vitesse de déformation dans la zone utile de l'éprouvette soit de l'ordre de  $1,3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . L'essai est interrompu (allongement constant) 10 fois à différents niveaux de contraintes/déformations pour suivre la fissuration du revêtement (il n'est naturellement pas envisageable de prendre les images à la volée). L'ensemble des observations faites à chaque interruption dure environ 2 heures.

Avant l'essai et à chaque interruption, des images à grandissement x800 des deux microgrilles et de deux zones de la surface naturelle (sans microgrille) sont enregistrées, dans le but de mesurer les déformations locales du revêtement en fonction du chargement. La mise au point et l'astigmatisme sont systématiquement corrigés avant chaque acquisition. La hauteur de l'éprouvette est ajustée ( $\pm 0,1$  mm) si nécessaire pour que la distance de travail (la distance physique entre la surface observée et la canon électronique) soit constante entre les images (17,2 mm). Par ailleurs, la luminosité et le contraste des images sont réglés pour que leur histogramme de niveaux de gris soit le plus « étalé » possible (sans saturation).

Avant l'essai, des microfissures au bord de l'éprouvette sont observées (Figure III.40). Le développement de certaines d'entre elles est examiné à chaque interruption. Pour localiser la zone

observée, on a choisi deux points de marquage initialement séparés d'environ 4 mm selon la direction de traction dans la zone centrale de la longueur utile, au niveau de deux défauts de croissance dans le revêtement (Figure III.33). Il était initialement prévu de récupérer la distance entre deux marquages à chaque interruption à l'aide des coordonnées de la platine, dans le but d'estimer la déformation moyenne de la longueur utile, comme fait pour l'essai présenté en Annexe C. Malheureusement, la platine de traction a dû tourner légèrement durant l'essai, ce qui a rendu ces mesures inexploitable.

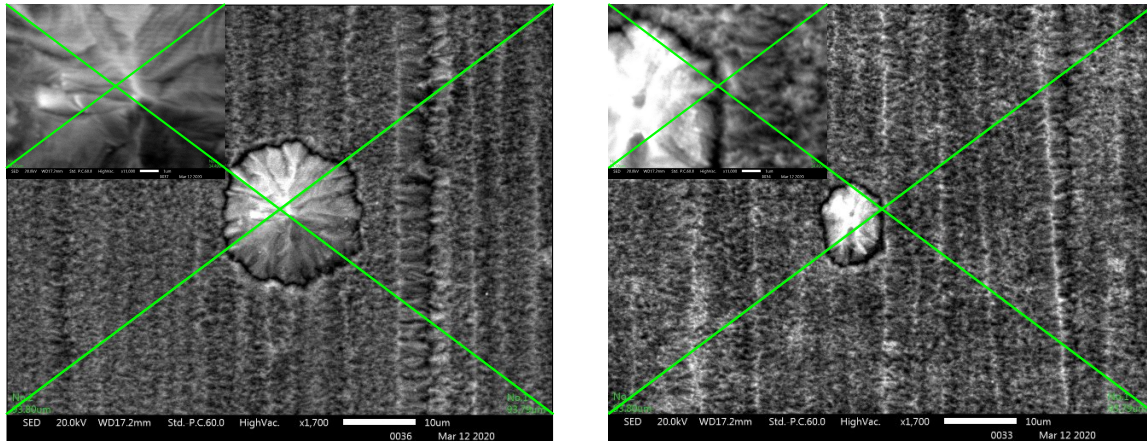


FIGURE III.33 – Deux points de marquage entre lesquels les fissures sont étudiées.

La densité de fissures est évaluée à chaque interruption. Afin de compter les fissures (entre deux points de marquage) de manière cohérente, une fissure est comptée seulement si elle dépasse la mi-largeur de l'éprouvette. En effet, la densité de fissures aux bords de l'éprouvette est souvent plus grande dû à l'effet de « singularité ». Par ailleurs, une image à fort grandissement (x22000) de chaque fissure est acquise à chaque interruption dans le but de mesurer leur ouverture.

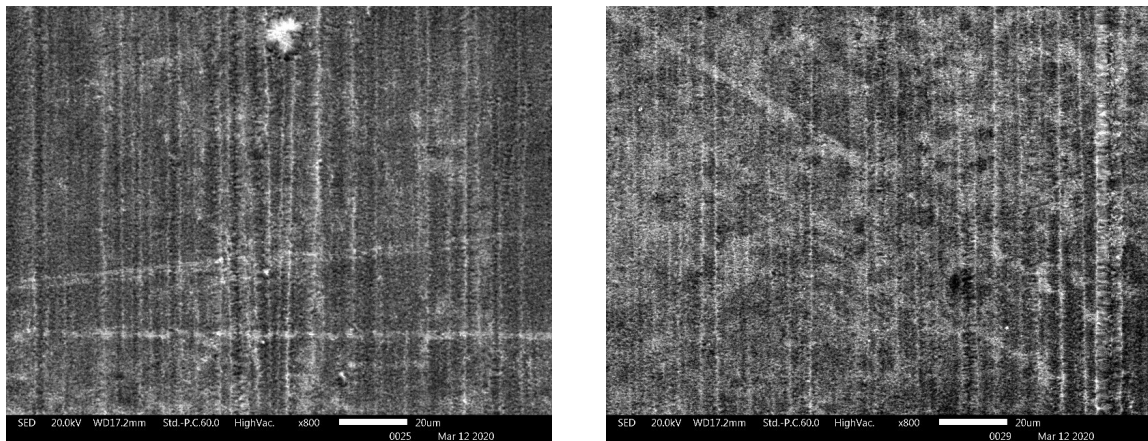
Puisque l'essai a duré au total trois jours, l'éprouvette a été complètement déchargée à deux reprises à la fin de la journée et rechargée le lendemain.

### III.3.1.3 Mesure du champ de déformation par corrélation d'images

Des images 8-bits de haute résolution (5120x3840 pixels, 31,25 nm/pixel) des deux microgrilles (Figure III.31) et de deux zones sans microgrille (contraste naturel) (Figure III.34) sont acquises en mode électrons secondaires à chaque interruption. L'idée est de mesurer les déformations locales du revêtement durant l'essai, à l'aide du logiciel de corrélation d'images CorrelManuV, afin de mettre en évidence une éventuelle déformation plastique du chrome.

Pour les images des deux microgrilles, on a taché de centrer au mieux les points de corrélation sur les intersections des barreaux de la grille (pas de  $\sim 1 \mu\text{m}$  soit  $\sim 32$  pixels). Pour les images de la surface naturelle, les points de corrélation sont régulièrement positionnés sous forme d'une grille à pas de 30 pixels ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ).

Des transformations apparentes d'ordre zéro (translation pures) sont utilisées pour la corrélation d'images. Les déformations sont calculées à partir des déplacements par un schéma d'intégration de type « petit rectangle », comme décrit à la page 58. Cela correspond à une base de mesure de  $1 \mu\text{m}$ . Dans le but de choisir les paramètres optimaux pour la corrélation, différentes tailles de domaine de corrélation et quatre types d'interpolation ont été appliquées sur les images des deux microgrilles et des deux zones de surface naturelle, après application d'une translation pure de l'éprouvette.



a) Zone sans grille 1

a) Zone sans grille 2

FIGURE III.34 – Images MEB en mode électrons secondaires de deux zones de surface naturelle numérotées 1 et 2 enregistrées avant l'essai et utilisées comme images de référence pour la corrélation d'images.

Les paramètres optimaux sont ceux qui permettent de minimiser les déformations mesurées, qui sont censées être nulles théoriquement. Le détail de cette étude paramétrique peut être trouvé dans l'Annexe B.2.2. Ainsi, un domaine de corrélation de 30 pixels de côté est jugé suffisamment large pour contenir assez d'informations pour la corrélation d'images tout en permettant de caractériser les déformations locales (une taille plus grande risque de cacher des déformations locales, sans gain très significatif sur la précision de mesure) (Figure III.35). De plus, l'interpolation bilinéaire semble donner les erreurs les plus petites. Par ailleurs, tandis que l'erreur obtenue pour la zone de la surface naturelle numéro 2 est du même ordre de grandeur d'erreur que celles obtenues pour les deux microgrilles, elle est significativement plus grande pour la zone de la surface naturelle numéro 1 (écart-type  $\sim 2,9\%$ ). Les résultats de corrélation obtenus sur cette dernière ne seront pas présentés. Cela confirme l'intérêt du dépôt des microgrilles qui assure un bon contraste. Le niveau d'erreur dans les autres zones (écart-type  $\sim 1,1-1,3\%$ ) est jugé suffisamment faible pour visualiser la localisation des déformations dans le revêtement durant l'essai.

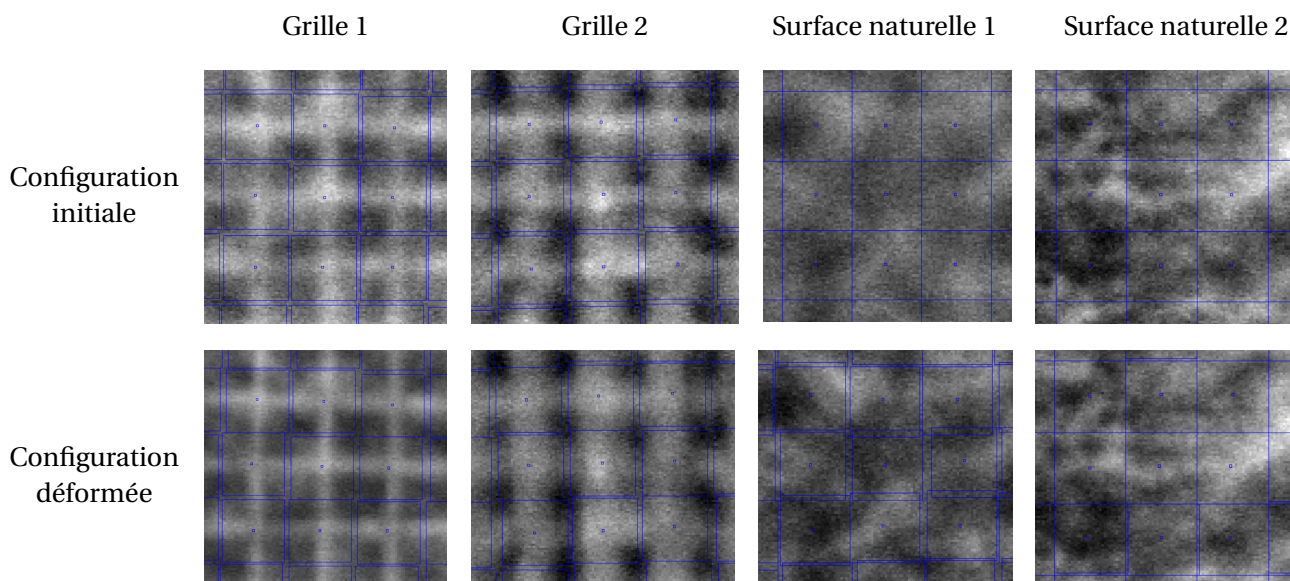


FIGURE III.35 – Exemple des domaines de corrélation (carrés bleus) dans la configuration initiale (avant l'essai) et dans la configuration déformée à ~ 6% de déformation macroscopique (dernière interruption), pour différentes surfaces corrélées.

### III.3.1.4 Mesure de l'ouverture des fissures

À chaque interruption, des images à fort grossissement (x22000) de chaque fissure sont enregistrées au niveau de la mi-largeur de l'éprouvette. Les lèvres des fissures sont détectées de manière empirique en repérant une variation brutale du niveau de gris sur une ligne parallèle à la direction de sollicitation (Figure III.36). Vu la qualité de l'image, l'ouverture sur une telle ligne peut être mesurée avec une incertitude de l'ordre de  $\pm 150$  nm. L'ouverture de chaque fissure et l'incertitude correspondante sont issues de mesures effectuées sur 10 lignes équidistantes (espacées de  $0,4 \mu\text{m}$ ) dans chaque image.

## III.3.2 Résultats

### III.3.2.1 Comportement macroscopique

La Figure III.37a présente l'évolution de la force de traction en fonction du déplacement du mors mobile mesurée pendant l'essai de traction sur l'éprouvette revêtue, en comparaison avec les résultats d'un essai sans interruption réalisé sur une éprouvette non revêtue. Les phases de relaxation de la force correspondent aux 10 interruptions effectuées pendant l'essai sur l'éprouvette revêtue. La relaxation est particulièrement significative quand on dépasse la limite d'élasticité du substrat. Le comportement macroscopique de l'éprouvette revêtue est quasi identique à celui de l'éprouvette non revêtue. La comparaison des essais avec et sans interruption révèle un accord satisfaisant. L'écart observé n'est à priori pas dû à la présence du revêtement ; on juge qu'il est dans l'incertitude de mesure.

La contrainte moyenne conventionnelle dans la longueur utile  $\sigma$  peut être calculée par :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (\text{III.13})$$

où  $F$  est la force axiale et  $S$  est la section utile initiale de l'éprouvette. Puisque la pente élastique

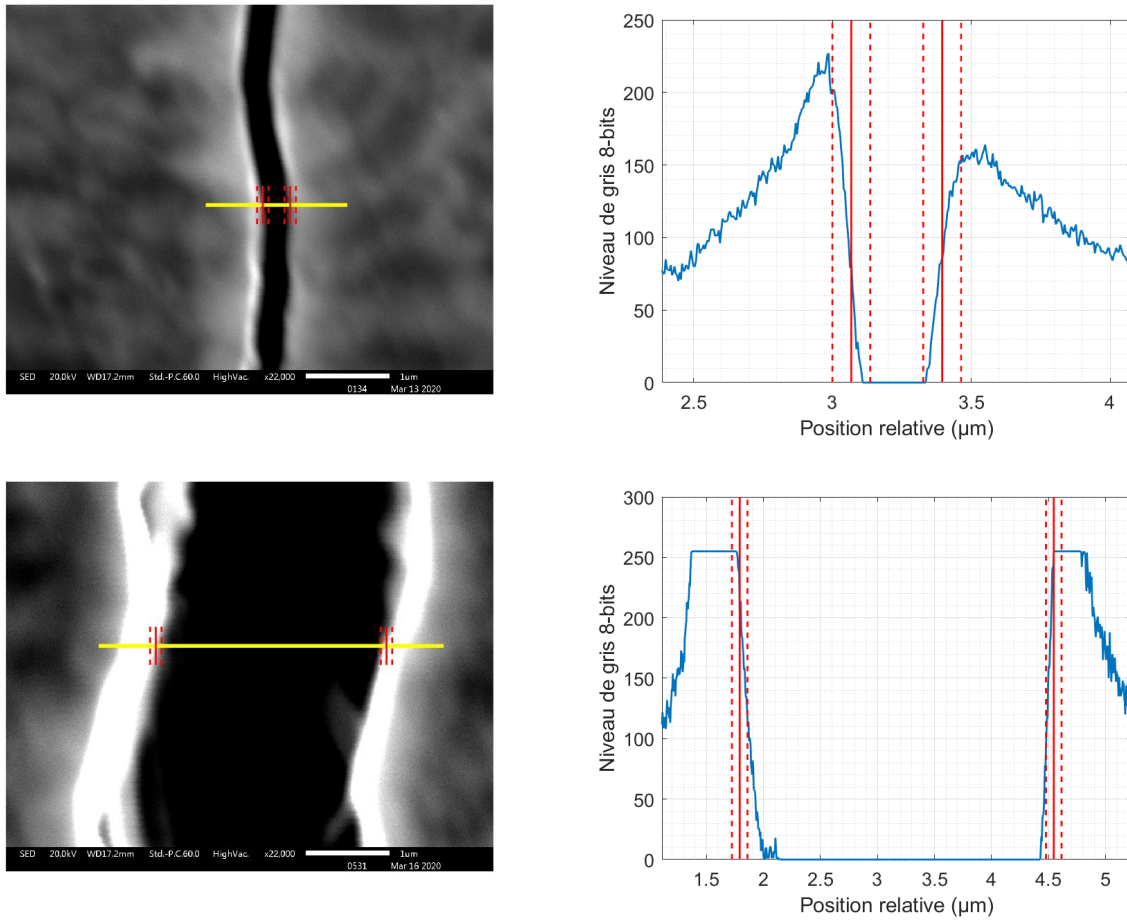


FIGURE III.36 – Illustration de la mesure de l'ouverture des fissures à partir des images MEB en mode électrons secondaires au grandissement x22000 (l'incertitude de mesure est illustrée par les lignes verticales en pointillées sur les figures de droite).

observée est liée à la rigidité de la longueur utile de l'éprouvette mais aussi des têtes de l'éprouvette et de la platine de traction, la déformation macroscopique de la longueur utile  $\epsilon_{macro}$  est calculée en supposant que la composante plastique du déplacement de la traverse  $\Delta L^P$  est totalement due à la déformation plastique de la longueur utile :

$$\begin{aligned}
 \epsilon_{macro} &= \epsilon_{macro}^e + \epsilon_{macro}^p \\
 \epsilon_{macro}^e &= \frac{\sigma}{E} \\
 \epsilon_{macro}^p &= \frac{\Delta L^P}{L}
 \end{aligned}
 \tag{III.14}$$

où  $\epsilon_{macro}^e$  et  $\epsilon_{macro}^p$  sont respectivement les composantes élastique et plastique de la déformation macroscopique de la longueur utile,  $E = 92$  GPa est le module d'élasticité du M5<sub>Framatome</sub> et  $L = 15$  mm est la longueur utile de l'éprouvette. L'évolution de la contrainte au début de chaque interruption en fonction de la déformation de la longueur utile est illustrée sur la Figure III.37b. Les valeurs sont données dans le Tableau III.4.



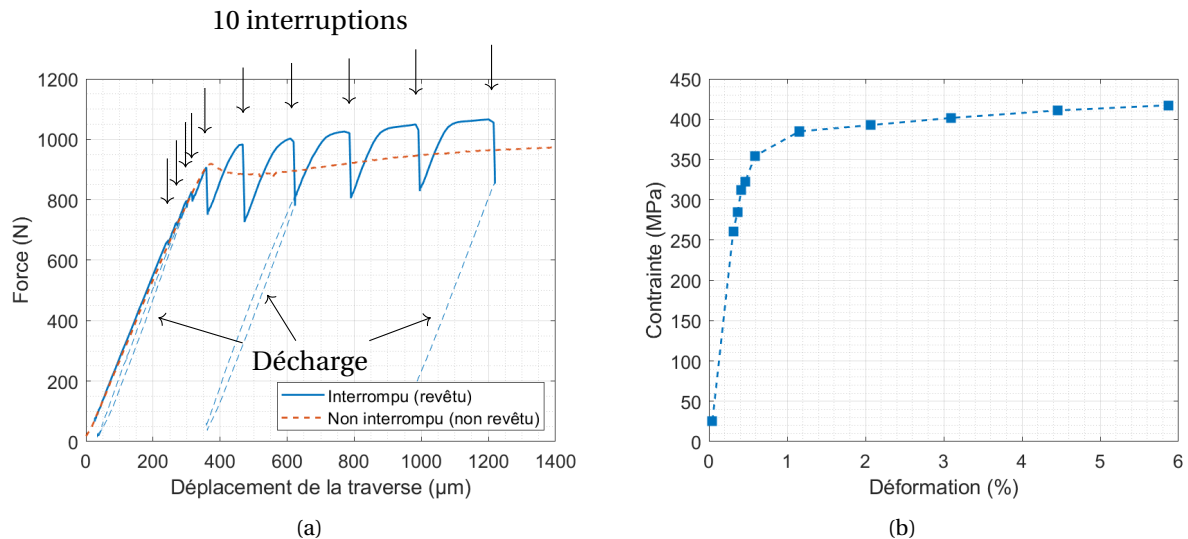


FIGURE III.37 – (a) Évolution de la force en fonction du déplacement de la traverse, (b) contrainte et déformation conventionnelles macroscopiques au début de chaque interruption.

Interruption	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\sigma$ (MPa)	261	284	312	323	354	385	393	402	411	417
$\epsilon_{macro}$ (%)	0,31	0,36	0,41	0,46	0,59	1,15	2,06	3,09	4,46	5,88

TABLEAU III.4 – Contraincte conventionnelle et déformation macroscopiques de la longueur utile au début de chaque interruption de l'essai de traction *in situ* sur une éprouvette en M5<sub>Framatome</sub> revêtu.

### III.3.2.2 Cinétique de fissuration

Avant l'essai, seules des amorces de fissures (longueur < 30 μm), formées lors de l'usinage, sont observées aux bords de l'éprouvette. Jusqu'à la deuxième interruption, seules quelques fissures isolées traversant la largeur de l'éprouvette sont observées dans le revêtement (deux fissures comptées entre les deux points de marquage). Aux quatre interruptions suivantes, plusieurs nouvelles fissures sont observées. Ensuite, le réseau de fissures tend à saturer. Les fissures sont perpendiculaires à la direction de traction (Figure III.38).

La Figure III.39 présente, en fonction de la déformation macroscopique, l'évolution de la densité de fissures mesurée entre deux points de marquages (nombre de fissures divisé par la distance entre ces deux points). Rappelons que les fissures sont comptées en balayant une ligne centrée au milieu de la largeur de l'éprouvette.

On peut considérer que le seuil de fissuration en termes de déformation est de 0,4%. Au-delà de ce seuil, la cinétique de fissuration, illustrée par la pente sur la Figure III.39, devient significative. Elle est la plus rapide jusqu'à 2% de déformation macroscopique. Au delà, seules quelques nouvelles fissures se forment, la densité de fissures tend vers une valeur de saturation de  $\sim 10 \text{ mm}^{-1}$ . Ces résultats sont cohérents avec les résultats de l'essai de traction axiale sur tubes, présentés en Partie III.2.2.3 (seuil de fissuration à 0,39% et densité de fissures à saturation  $\sim 9 \text{ mm}^{-1}$ ). Cela montre que la fissuration du revêtement déposé sur un tube sollicité en traction axiale n'est pas très différente de celle d'un revêtement déposé sur une plaquette sollicitée en traction uni-axiale, et ce malgré une géométrie différente (plaque contre tube), une épaisseur de substrat différente (1,1 mm revêtu sur deux faces contre 0,57 mm revêtu sur une seule face) et une orientation du substrat différente (axe de traction

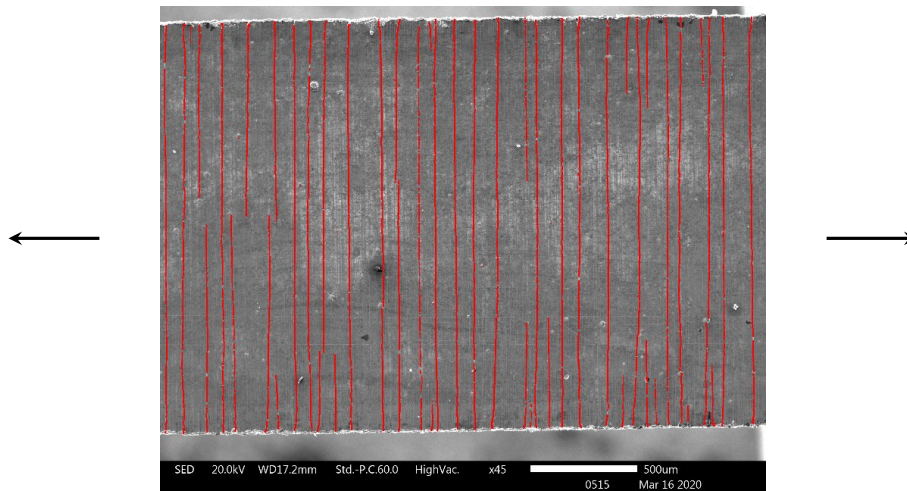


FIGURE III.38 – Réseau des fissures à saturation à la 10<sup>ème</sup> interruption (fissures mises en évidence à l'aide du logiciel ImageJ et de la méthode de seuillage local Sauvola [215]).

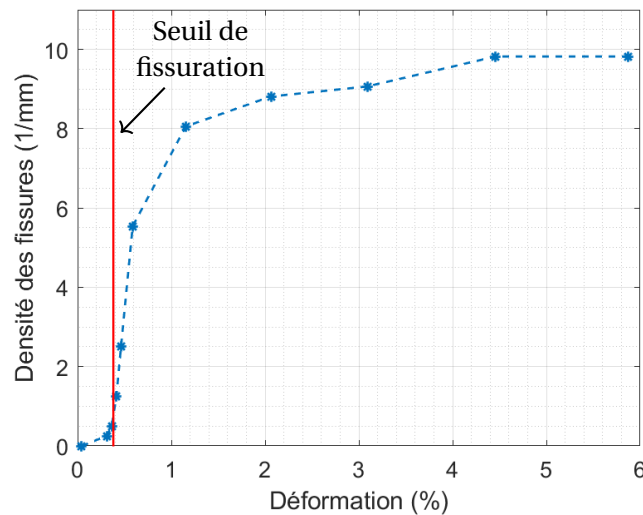


FIGURE III.39 – Évolution de la densité de fissures en fonction de la déformation macroscopique conventionnelle (évaluée entre deux points de marquage séparés de 4 mm).

parallèle à DT contre traction parallèle à DL). L'anisotropie de la plasticité du substrat semble avoir peu d'effet sur la cinétique de la fissuration du revêtement.

Les amorces de fissures observées aux bords de l'éprouvette avant l'essai tendent à se propager durant l'essai et deviennent une longue fissure. La Figure III.40 illustre le développement de deux amorces de fissures. Pourtant, seules certaines d'entre elles traversent totalement la largeur de l'éprouvette. Ainsi, la densité de fissures aux bords de l'éprouvette est plus grande que celle au milieu de la largeur de l'éprouvette qui est plus représentative du cas d'un dépôt sur tube (sans singularité).

Par ailleurs, les défauts dans le revêtement ne sont pas des sites d'amorçage de fissures. Ils présentent une cohésion relativement faible avec le reste du revêtement (Figure III.41a). Dans certains cas, ils peuvent freiner la propagation des fissures (Figure III.41b).

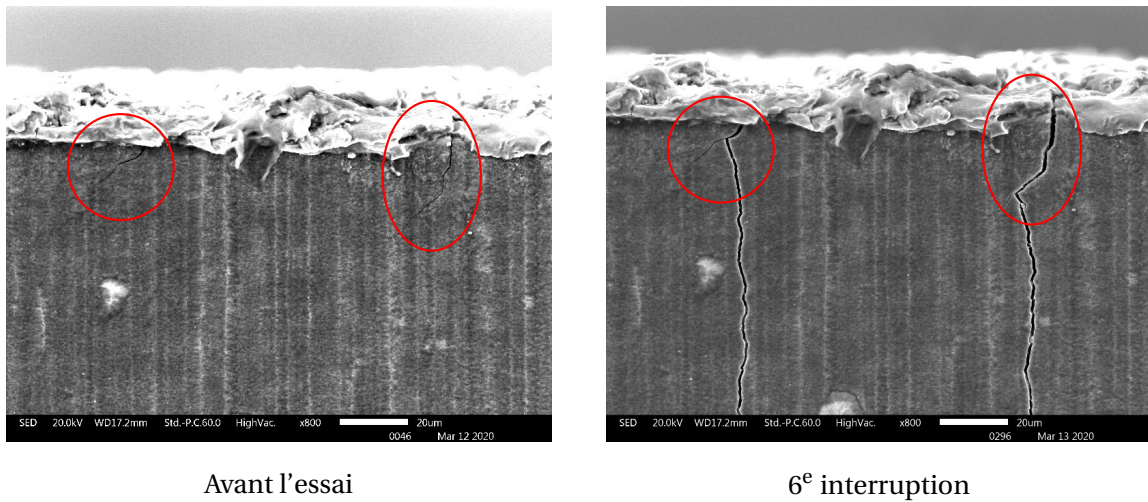


FIGURE III.40 – Développement de deux amorces de fissures aux bords de l'éprouvette.

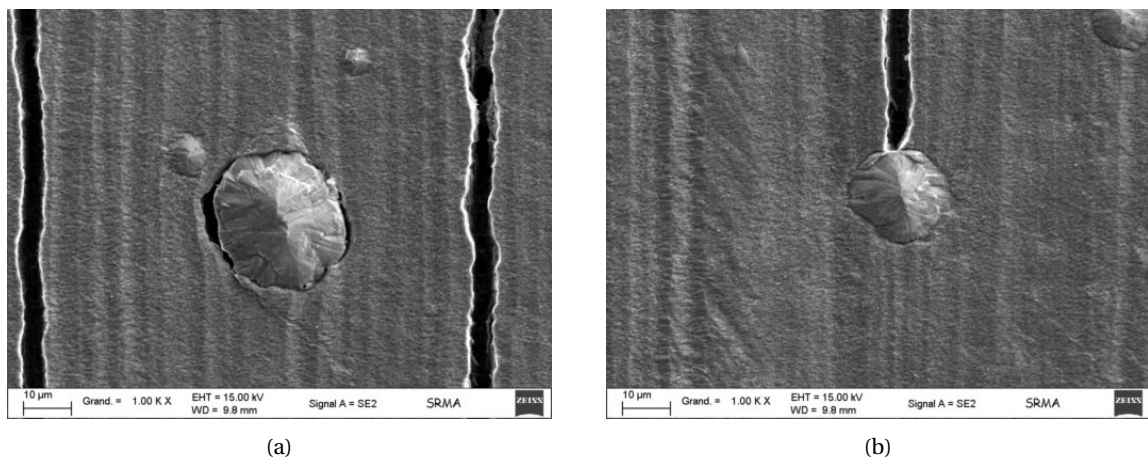


FIGURE III.41 – Défauts dans le revêtement de Cr à 10% de déformation macroscopique.

### III.3.2.3 Ouverture des fissures

L'ouverture de chaque fissure entre les deux points de marquage est mesurée à chaque interruption. La Figure III.42 illustre l'ouverture des fissures au cours du chargement. Les fissures sont regroupées (présentées par une couleur pour chaque groupe) selon l'interruption à laquelle elles ont été observées pour la première fois. En particulier, les fissures qui apparaissent avant 0,6% de déformation macroscopique (5<sup>e</sup> interruption) ont toutes à peu près la même ouverture et sont présentées par une même couleur sur la figure. L'ouverture initiale des fissures est relativement faible : ~ 200 nm. En général, l'ouverture des fissures augmente régulièrement avec le chargement. D'une manière moyenne, la cinétique d'ouverture reste à peu près la même quelle que soit la déformation macroscopique à laquelle les fissures apparaissent (les pentes sont similaires). Ainsi, l'ouverture des fissures à une déformation macroscopique donnée est d'autant plus faible que les fissures sont apparues tard. Néanmoins, l'ouverture des fissures d'un même groupe est plus ou moins dispersée de telle sorte que les fissures se propageant avant 2% de déformation ont des ouvertures proches. Ces fissures constituent la plupart des fissures observées. Bien que l'ouverture de quelques fissures se propageant plus tard soit notablement plus petite, elle contribue peu à l'ouverture totale ainsi qu'à l'ouverture moyenne des fissures.

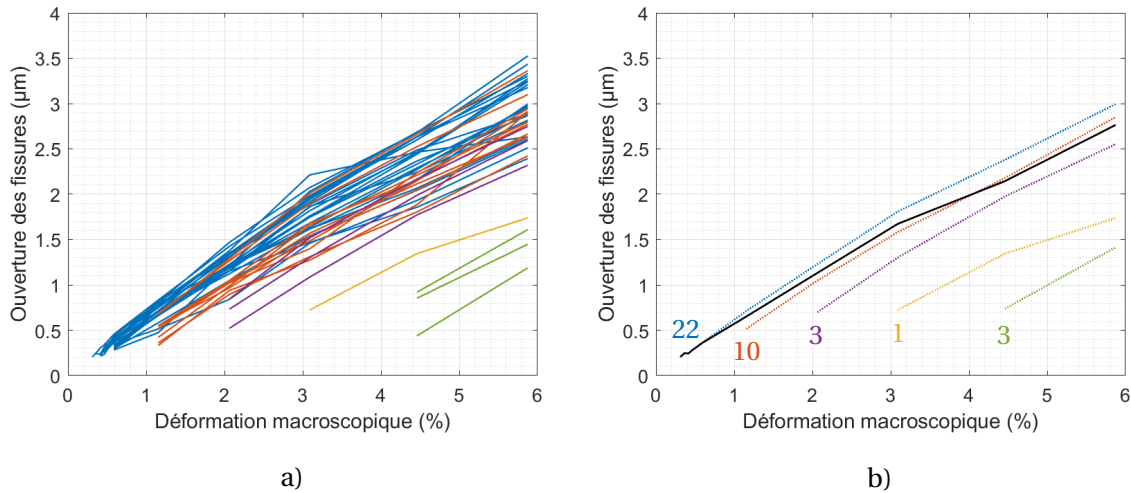


FIGURE III.42 – (a) Évolution au cours du chargement de l'ouverture de chaque fissure (la couleur représente le moment de la première observation), (b) évolution au cours du chargement de l'ouverture moyenne de toutes les fissures (ligne noire) et de chaque groupe de fissure (lignes en pointillés en couleur) selon le moment de la première observation (le nombre de fissure associé est indiqué).

La déformation macroscopique dans la direction de traction  $\epsilon_{macro}$  de l'éprouvette peut être décomposée en deux parties :

- Partie associée à l'ouverture des fissures  $\epsilon_{crack}$  :

$$\epsilon_{crack} = \frac{\sum_{i=1}^n \delta_i}{l} \quad (\text{III.15})$$

où  $n$  est le nombre des fissures,  $\delta_i$  est l'ouverture de chaque fissure,  $l$  est la distance entre les deux points de marquage entre lesquels les fissures sont comptées.

- Partie associée à la déformation propre du revêtement  $\epsilon_{film}$  :

$$\epsilon_{film} = \epsilon_{macro} - \epsilon_{crack} \quad (\text{III.16})$$

La Figure III.43 représente l'évolution de ces deux composantes en fonction de la déformation macroscopique. Les barres d'erreur représentent l'erreur possible lors de la mesure de l'ouverture des fissures. Il est montré que le revêtement se déforme jusqu'à 3% à la dernière interruption. Cette déformation est équivalente à 50% de déformation macroscopique. Autrement dit, le revêtement semble plastifier sans formation de nouvelles fissures aux grands niveaux de chargement. Cela est confirmé dans la section suivante.

### III.3.2.4 Déformation locale du revêtement - Plasticité

La déformation locale moyenne dans des domaines carrés de  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$  est calculée à partir des champs de déplacement mesurés par corrélation d'images, à chaque interruption, sur les deux microgrilles et une zone de la surface naturelle.

Avant d'étudier les champs, il est intéressant de comparer les déformations moyennes sur les

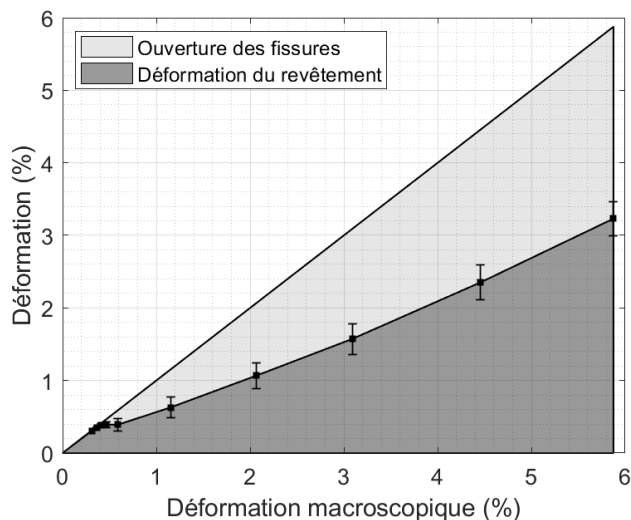


FIGURE III.43 – Décomposition de la déformation macroscopique au cours du chargement.

régions sur lesquelles la corrélation d'images a été effectuée avec la déformation macroscopique  $\epsilon_{macro}$  et la déformation moyenne (surfacerique) du revêtement  $\epsilon_{film}$  (page 89). Ainsi, on définit deux déformations moyennes (Figure III.44) :

- $\epsilon_{contour}$  : déformation moyenne calculée par un schéma d'intégration à partir des points au contour du domaine total de corrélation ;
- $\epsilon_{moyenne}$  : moyenne des déformations locales calculées par un schéma d'intégration de type « petit rectangle », en excluant les points de corrélation au voisinage des fissures qui sont mal corrélés.

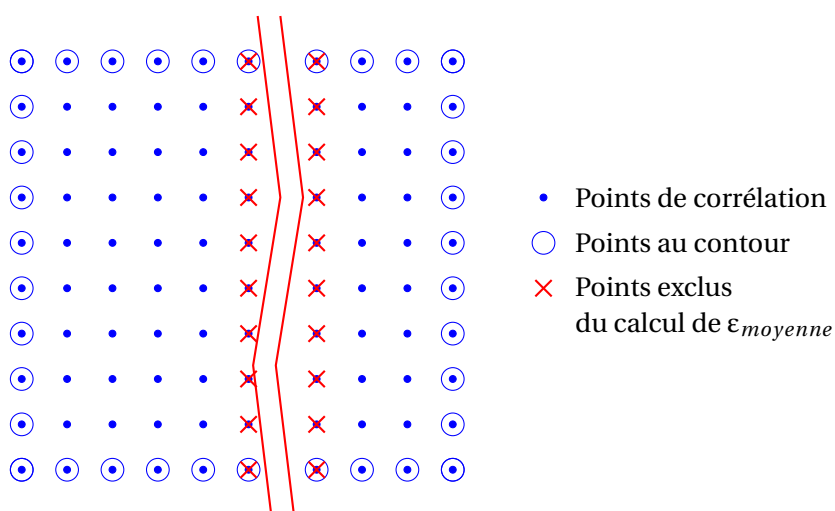


FIGURE III.44 – Illustration des points de corrélation utilisés pour calculer  $\epsilon_{contour}$  et  $\epsilon_{moyenne}$ .

La déformation  $\epsilon_{contour}$  tient compte de l'ouverture des fissures traversant la zone de corrélation. En revanche, la déformation  $\epsilon_{moyenne}$  donne explicitement la déformation moyenne surfacerique du revêtement à l'exclusion des fissures. La différence entre  $\epsilon_{contour}$  et  $\epsilon_{moyenne}$  illustre la présence d'une fissure traversant la zone de corrélation. Ces deux mesures sont comparables respectivement à la

déformation macroscopique  $\varepsilon_{macro}$  et à la déformation moyenne du revêtement  $\varepsilon_{film}$ , mais sur une base de mesure beaucoup plus petite ( $\sim 100 \mu\text{m}$  contre  $3,4 \text{ mm}$ ). Le Tableau III.5 regroupe les résultats obtenus sur les deux grilles et sur une zone de surface naturelle, illustrés sur les Figures III.45 et III.46.

Interruption	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$\varepsilon_{macro}$ (%)	0,31	0,36	0,41	0,46	0,59	1,15	2,06	3,09	4,46	5,88
$\varepsilon_{film}$ (%)	0,31	0,35	0,38	0,39	0,39	0,63	1,06	1,57	2,35	3,23
Grille 1	$\varepsilon_{contour}$ (%)	0,30	0,27	0,37	0,43	0,76	1,32	2,59	3,78	6,94
	$\varepsilon_{moyenne}$ (%)	0,31	0,28	0,38	0,44	0,40	0,53	1,25	1,91	2,62
Grille 2	$\varepsilon_{contour}$ (%)	0,50	0,58	0,61	0,90	0,78	2,17	3,59	5,31	9,35
	$\varepsilon_{moyenne}$ (%)	0,30	0,33	0,34	0,58	0,28	0,53	0,87	1,40	1,67
Surface naturelle	$\varepsilon_{contour}$ (%)	0,21	0,29	0,24	0,43	0,15	0,71	1,36	2,25	2,92
	$\varepsilon_{moyenne}$ (%)	0,22	0,30	0,24	0,47	0,16	0,72	1,41	2,30	2,99

TABLEAU III.5 – Des déformations moyennes aux différentes interruptions sur les zones de corrélation : grille 1 (traversée par une fissure), grille 2 (traversée par deux fissures) et zone de surface naturelle (située entre deux fissures).

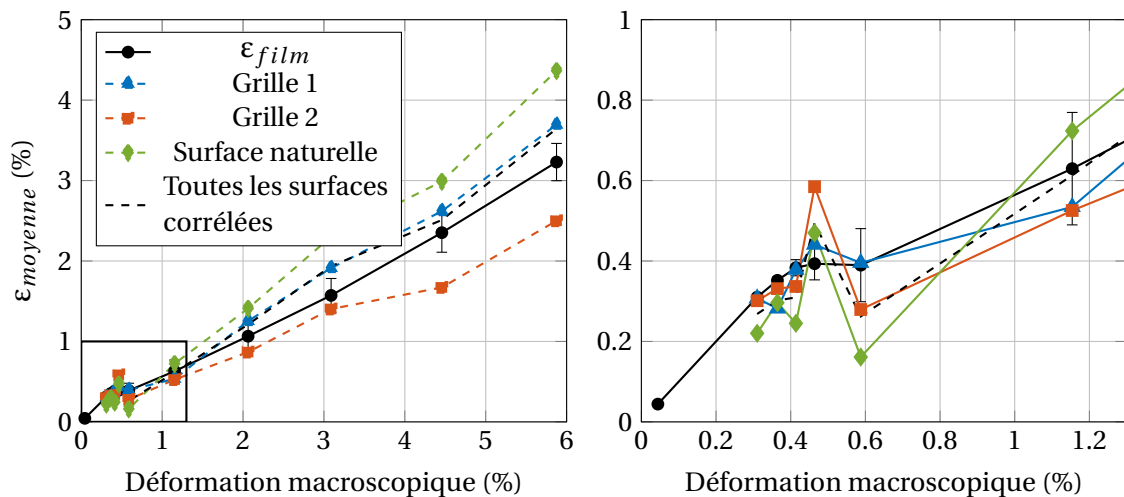


FIGURE III.45 – Évolution de  $\varepsilon_{moyenne}$  calculée sur différentes zones de corrélation, comparaison avec  $\varepsilon_{film}$  (la zone encadrée aux faibles déformations est agrandie sur la figure de droite).

Puisque la taille des zones de mesure par corrélation d'images est de l'ordre de la distance inter-fissures moyenne à saturation, les déformations  $\varepsilon_{contour}$  et  $\varepsilon_{moyenne}$  fluctuent avec la propagation des nouvelles fissures. Toutefois, elles sont plutôt comparables à  $\varepsilon_{macro}$  et  $\varepsilon_{film}$ . En particulier, les quatre déformations sont très proches ( $0,30 \pm 0,01\%$ ), sur la grille 1 à la première interruption où il n'y a aucune fissure au voisinage. Cela confirme au passage la justesse du module d'Young utilisé pour le M5<sub>Framatome</sub> lors du calcul de  $\varepsilon_{macro}$ .

La corrélation d'images capte bien la relaxation des déformations induite par la formation des fissures en leur voisinage, par exemple entre les interruptions 1 et 2 pour la grille 1 ou entre les interruptions 4 et 5 pour la zone de surface naturelle.

Les Figures III.47, III.48 et III.49 présentent les cartographies de la déformation dans la direction de traction sur respectivement la grille 1, la grille 2 et la zone de surface naturelle aux différentes interruptions. Aux 6 premières interruptions ( $\varepsilon_{macro} < 1\%$ ), les déformations du revêtement sont

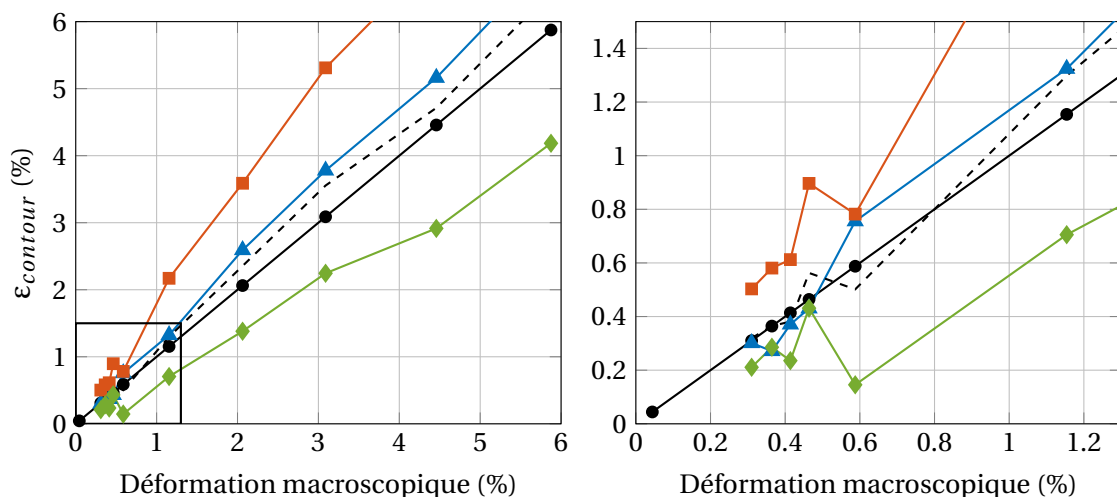


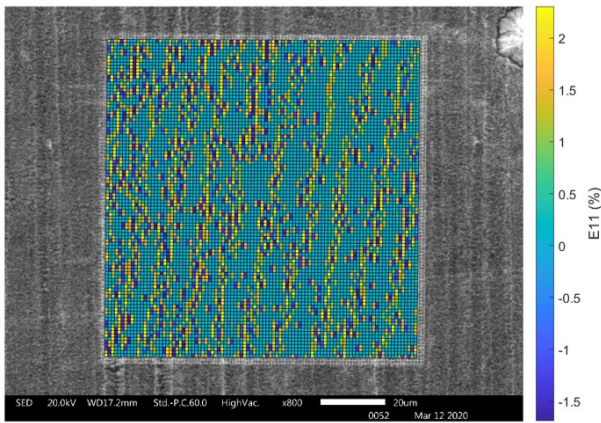
FIGURE III.46 – Évolution de  $\varepsilon_{contour}$  calculée sur différentes zones de corrélation, comparaison avec  $\varepsilon_{macro}$  (la zone encadrée aux faibles déformations est agrandie sur la figure de droite) (les légendes sont identiques à celles de la Figure III.45).

« cachées » par les erreurs intrinsèques de la mesure par corrélation d'images. Les bandes de déformation observées correspondent à une erreur systématique dépendante de la composante sub-pixel du déplacement mesuré [209].

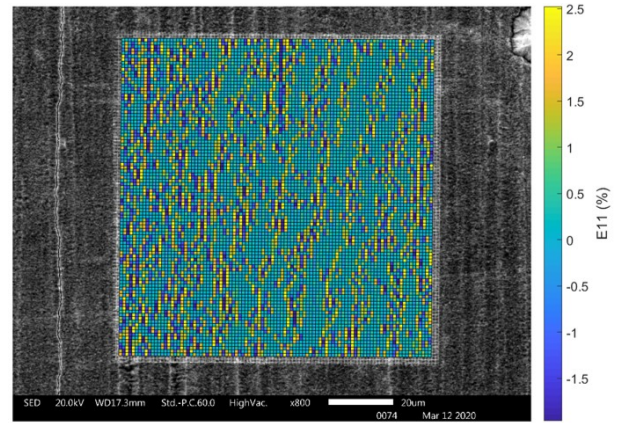
Pour visualiser la distribution de déformation entre deux fissures, les pavés non fissurés sont divisés en 20 portions de même largeur et leur déformation moyenne (dans la direction de traction) est tracée en fonction de leur position relative par rapport aux fissures (Figure III.50). Tout d'abord, la déformation locale du revêtement atteint jusqu'à 6%. Cela est une preuve de la plasticité du revêtement (à température ambiante). Ensuite, le revêtement au voisinage de fissures est au moins partiellement relaxé même aux niveaux de déformations les plus élevés testés ici tandis que sa déformation est maximale au milieu des pavés non fissurés. Cette valeur maximale augmente avec la largeur du pavé.

Aux 4 dernières interruptions, on observe des bandes de déformation localisée orientées à 45° par rapport à la direction de sollicitation. Ces bandes sont plus prononcées à mi-distance entre deux fissures. De plus, elles sont moins prononcées sur la grille 2 où la distance entre deux fissures est plus petite ( $\sim 60 \mu\text{m}$ , par rapport à  $\sim 100 \mu\text{m}$  sur la grille 1 et  $\sim 150 \mu\text{m}$  sur la zone de surface naturelle). Le schéma de localisation des déformations n'évolue pas en fonction du chargement. Ces déformations localisées sont probablement imposées par la localisation de la déformation plastique au sein du substrat. Pour confirmer cela, les dimensions caractéristiques des bandes sont analysées par la méthode de la covariance à deux points adaptée aux cartes de déformation [78] et comparées à celles des bandes observées dans le substrat en M5<sub>Framatome</sub> par Elbachiri et al. [76]. Cette méthode consiste à calculer une fonction de corrélation  $C(\underline{h})$  adimensionnelle, qui quantifie l'écart entre les valeurs de déformation pour deux points distants de  $\underline{h}$ , via une procédure de calcul basée sur la transformée de Fourier à deux dimensions.

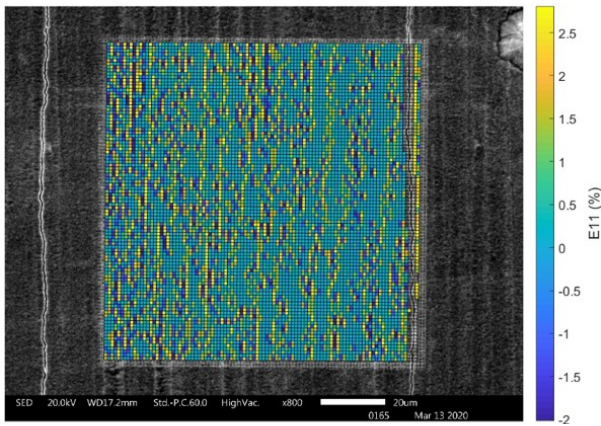
La Figure III.51 présente une cartographie de  $C(\underline{h})$  (ou un covariogramme) calculée à partir d'un champ de déformation équivalente au sens de Von Mises<sup>2</sup> [76] mesurés entre deux fissures sur la



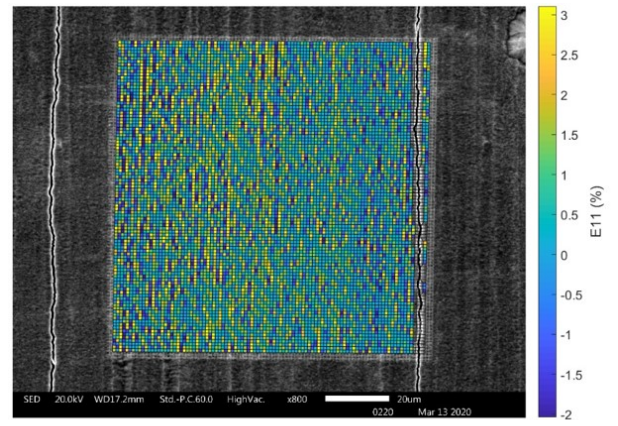
a) 1<sup>re</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 0,31\%$   
 $\epsilon_{contour} = 0,30\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,31\%$



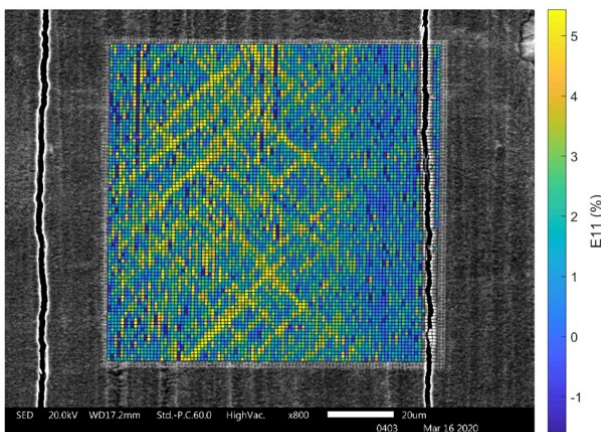
b) 2<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 0,36\%$   
 $\epsilon_{contour} = 0,27\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,28\%$



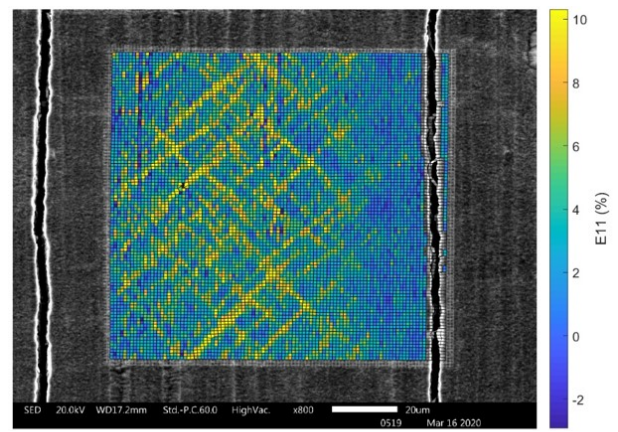
c) 5<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 0,59\%$   
 $\epsilon_{contour} = 0,76\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,40\%$



d) 6<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 1,15\%$   
 $\epsilon_{contour} = 1,32\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,53\%$



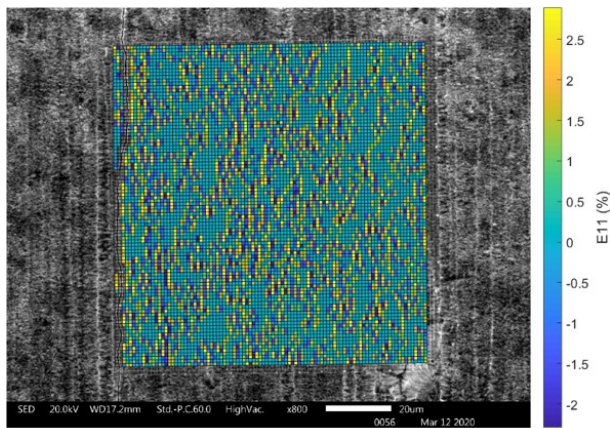
e) 8<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 3,09\%$   
 $\epsilon_{contour} = 3,78\%$   $\epsilon_{moyenne} = 1,91\%$



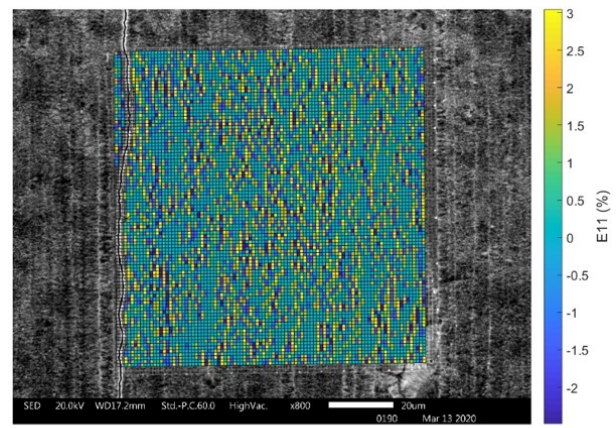
f) 10<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 5,88\%$   
 $\epsilon_{contour} = 6,94\%$   $\epsilon_{moyenne} = 3,69\%$

FIGURE III.47 – Cartographie des déformations locales dans la direction de traction (direction horizontale) mesurées par corrélation d'images sur la grille 1 aux différentes interruptions.

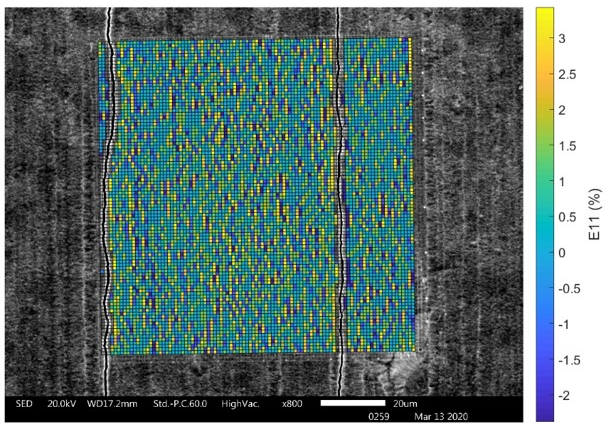




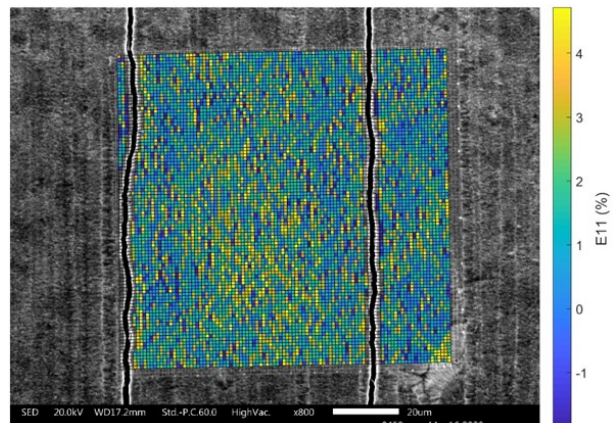
a) 1<sup>re</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 0,31\%$   
 $\epsilon_{contour} = 0,50\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,30\%$



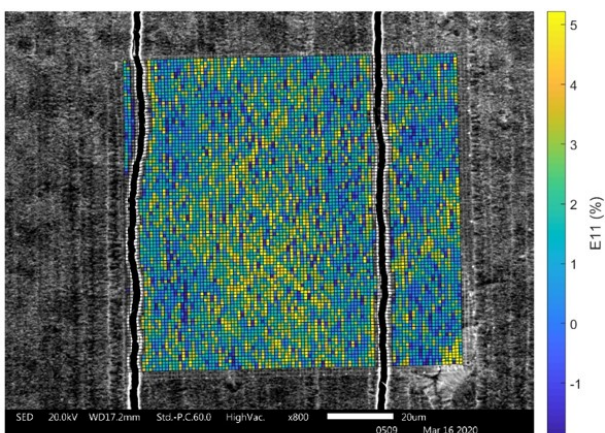
b) 5<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 0,59\%$   
 $\epsilon_{contour} = 0,78\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,28\%$



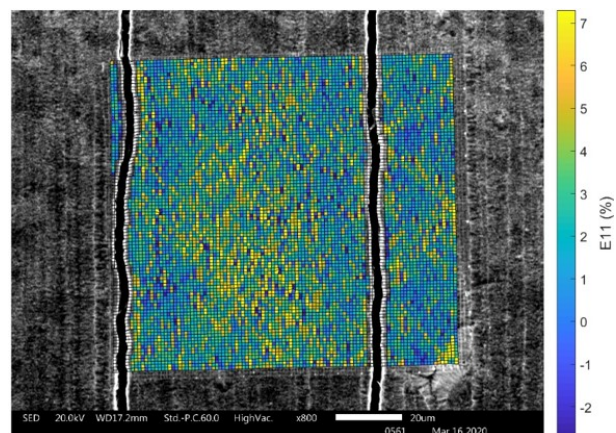
c) 6<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 1,15\%$   
 $\epsilon_{contour} = 2,17\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,53\%$



d) 8<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 3,09\%$   
 $\epsilon_{contour} = 5,31\%$   $\epsilon_{moyenne} = 1,40\%$

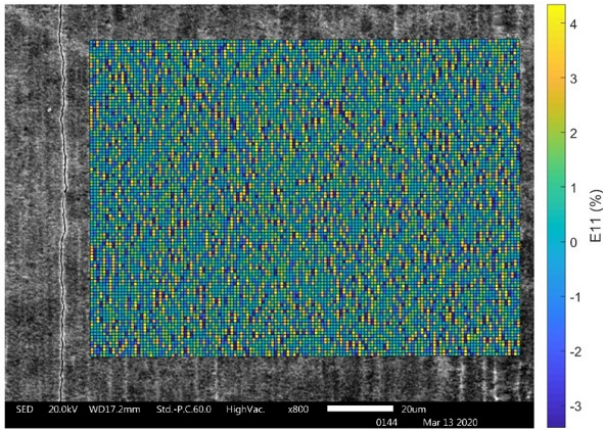


e) 9<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 4,46\%$   
 $\epsilon_{contour} = 6,98\%$   $\epsilon_{moyenne} = 1,67\%$

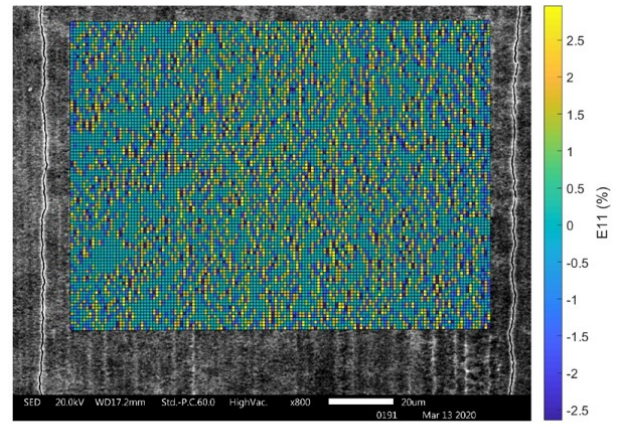


f) 10<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 5,88\%$   
 $\epsilon_{contour} = 9,53\%$   $\epsilon_{moyenne} = 2,50\%$

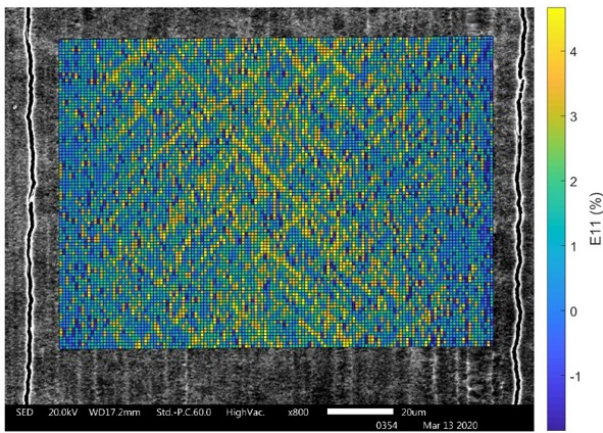
FIGURE III.48 – Cartographie des déformations locales dans la direction de traction (direction horizontale) mesurées par corrélation d'images sur la grille 2 aux différentes interruptions.



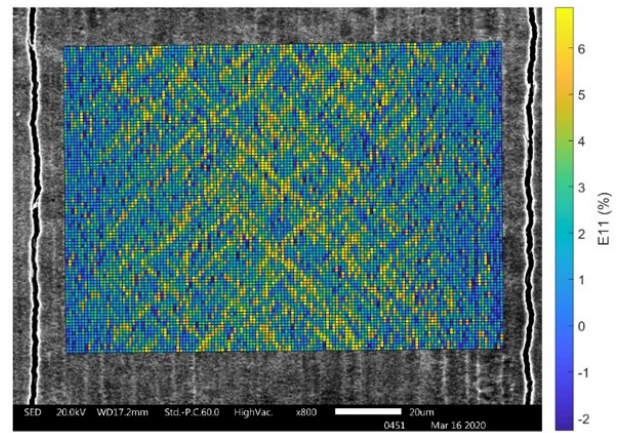
a) 4<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 0,46\%$   
 $\epsilon_{contour} = 0,43\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,47\%$



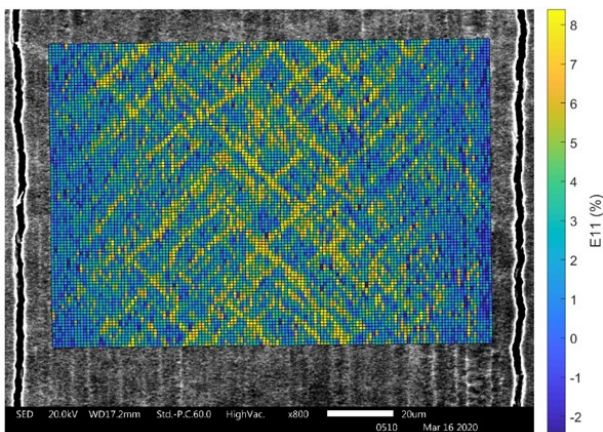
b) 5<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 0,59\%$   
 $\epsilon_{contour} = 0,15\%$   $\epsilon_{moyenne} = 0,16\%$



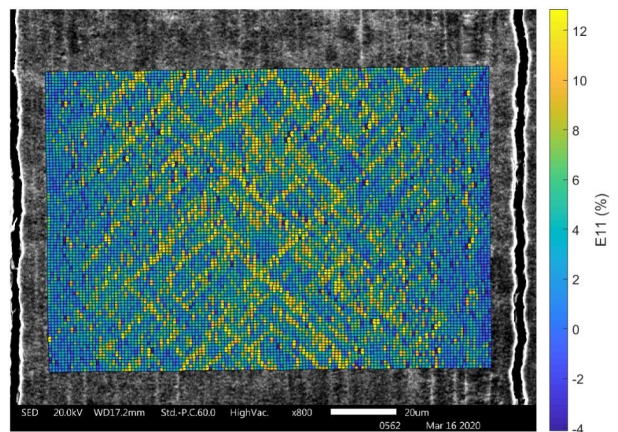
c) 7<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 2,06\%$   
 $\epsilon_{contour} = 1,36\%$   $\epsilon_{moyenne} = 1,41\%$



d) 8<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 3,09\%$   
 $\epsilon_{contour} = 2,25\%$   $\epsilon_{moyenne} = 2,30\%$



e) 9<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 4,46\%$   
 $\epsilon_{contour} = 2,92\%$   $\epsilon_{moyenne} = 2,99\%$



f) 10<sup>e</sup> interruption :  $\epsilon_{macro} = 5,88\%$   
 $\epsilon_{contour} = 4,18\%$   $\epsilon_{moyenne} = 4,37\%$

FIGURE III.49 – Cartographie des déformations locales dans la direction de traction (direction horizontale) mesurées par corrélation d'images sur la zone de surface naturelle aux différentes interruptions.

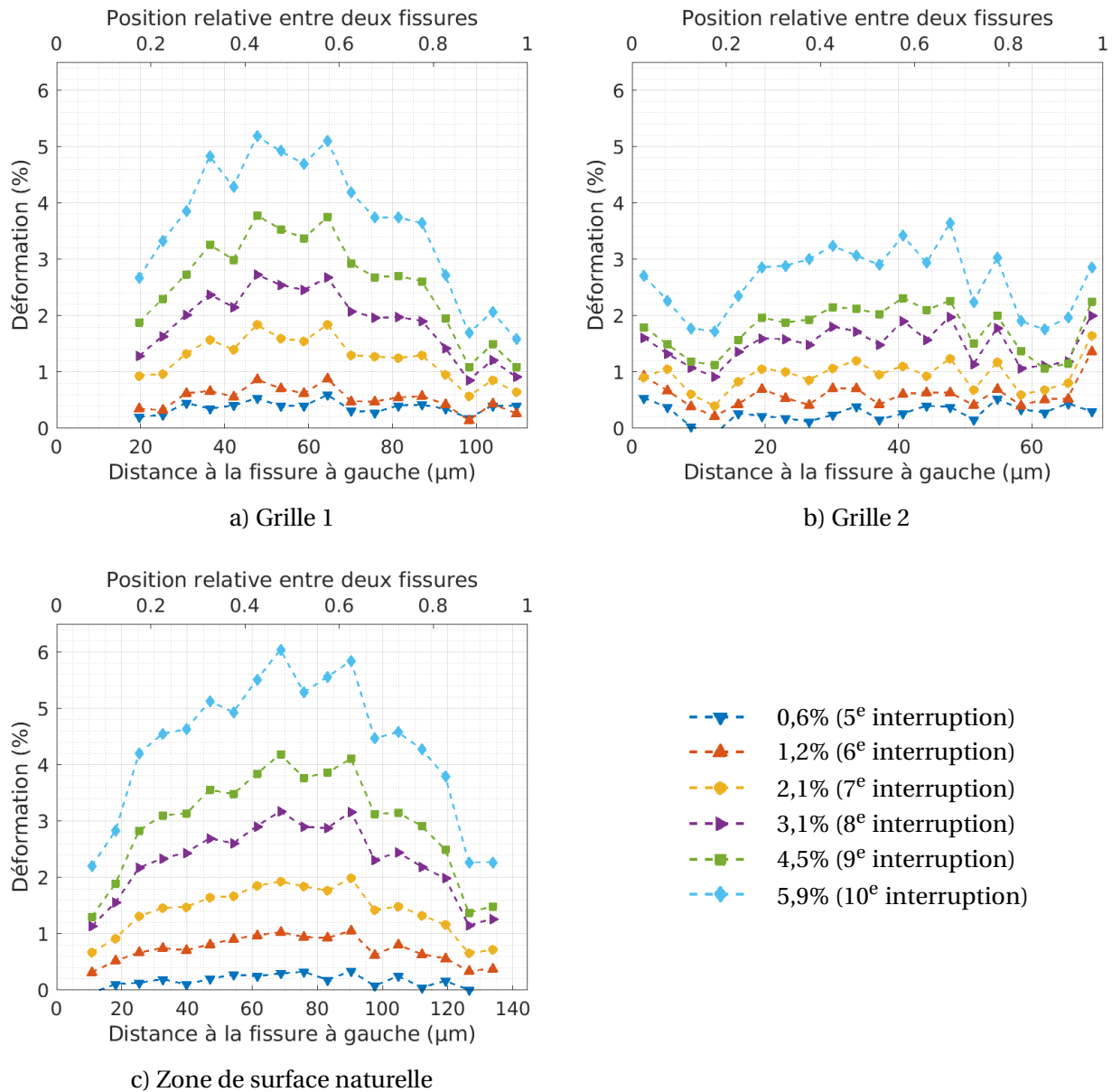


FIGURE III.50 – Profil de déformation (dans la direction de traction) des pavés non fissurés aux différentes déformations macroscopiques.

surface naturelle (sans microgrille) à 4,5% de déformation macroscopique (9<sup>e</sup> interruption).

Le motif symétrique au centre du covariogramme caractérise statistiquement la manière dont la déformation se répartit. Sa géométrie permet de déterminer les caractéristiques géométriques des bandes de localisations. D'abord, l'orientation à 45° par rapport à la direction de sollicitation (mesurée dans la configuration non déformée) des bandes est mise en évidence. Ensuite, les longueurs maximales  $l_{max}$  et minimales  $l_{min}$  du motif sont mesurées selon les directions verticale et horizontale et selon les directions à 45° et -45°, en traçant l'évolution de  $C(h)$  par rapport au centre du motif (Figure

2. La déformation équivalente au sens de Von Mises  $\epsilon_{eq}$  est calculée par (la même procédure est utilisée par Elbachiri et al. pour quantifier les bandes de localisation de la déformation dans le M5<sub>Framatome</sub> [76]) :

$$\epsilon_{eq} = \frac{2}{3} \sqrt{(\epsilon_{11} - \epsilon_{22})^2 + 4\epsilon_{12}^2}$$

où  $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  et  $\epsilon_{12}$  sont les déformations mesurées par corrélations d'images.

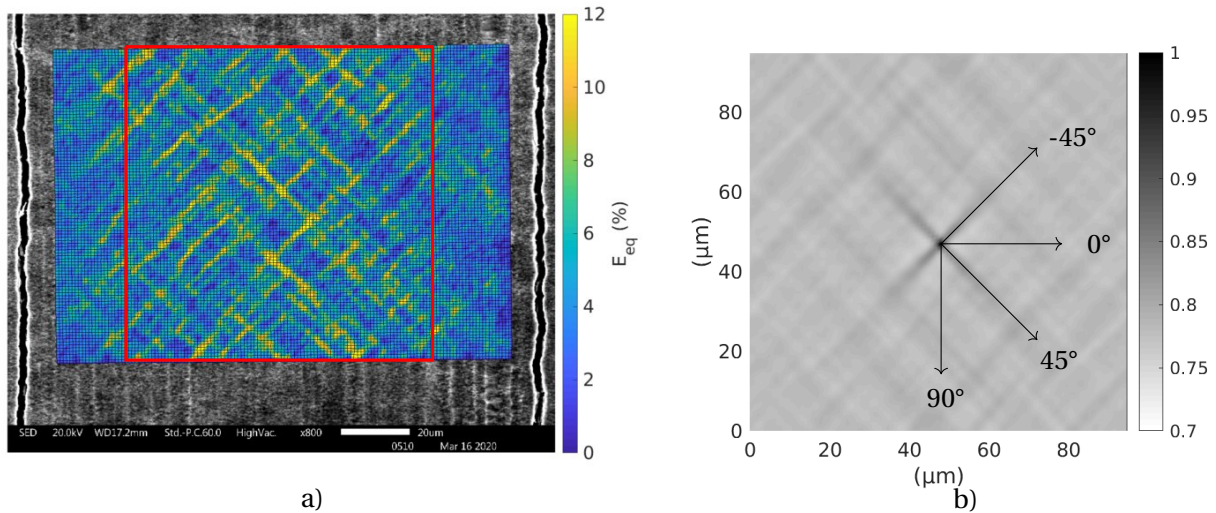


FIGURE III.51 – (a) Cartographie de déformation équivalente au sens de Von Mises à 4,5% de déformation macroscopique mesurée sur la zone de surface naturelle entre deux fissures, (b) covariogramme correspondant au champ encadré sur l'image de gauche (sur la configuration initiale).

III.52). Les longueurs sont définies comme celles pour laquelle  $C(\underline{h}) = C_\infty$  où  $C_\infty$  est la valeur pour les grandes distances de  $\underline{h}$  qui peut être déterminée par la moyenne des valeurs loin du centre. La longueur  $L_b$  et la largeur  $e_b$  des bandes (en terme de statistique) sont déterminées par les relations :

$$L_b = l_{max} \quad \text{et} \quad e_b = l_{min} \sin(45^\circ) \quad (III.17)$$

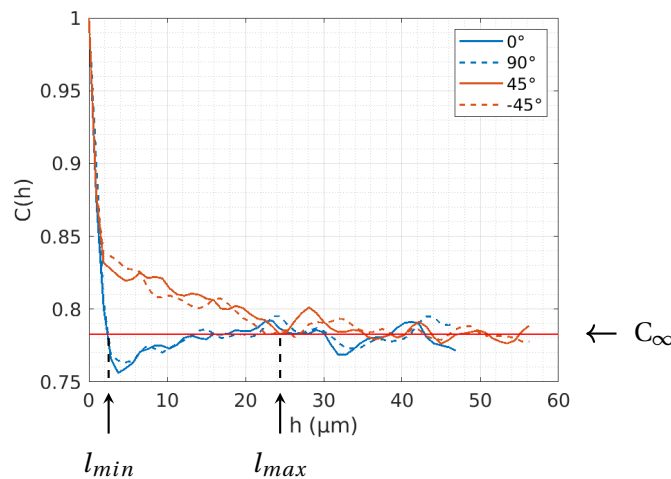


FIGURE III.52 – Évolution de  $C(\underline{h})$  selon différentes directions.

Le Tableau III.6 présente les caractéristiques géométriques des bandes mesurées ici sur le revêtement et celles mesurées pour le M5<sub>Framatome</sub> par Elbachiri et al. (traction selon la direction transverse) [76]. Les déformations du revêtement de Cr sont mesurées sur une base de mesure de  $1 \mu\text{m}$  tandis qu'Elbachiri et al. mesurent les déformations sur une base de mesure de  $4 \mu\text{m}$ . Pour exclure l'effet éventuel de la base de mesure, les résultats issus des déformations du revêtement de Cr mesurées sur la même base de mesure que Elbachiri et al. sont aussi reportés.

Avant de discuter les résultats, il est important de rappeler que le calcul de  $C(\underline{h})$  fait appel à la

transformée de Fourier qui impose une condition aux limites périodique sur le champ de déformation. Par conséquent, la taille du champ de déformation analysé doit être suffisamment large pour garantir que les caractéristiques obtenues sont stationnaires. Néanmoins, cette condition n'est pas vérifiée ici. En effet, on se limite au champ situé entre deux fissures. De plus, le choix d'une zone où le gradient de déformation est « faible » au milieu du pavé réduit encore le champ analysé. La taille du champ étudié ici est notablement plus petite de celle du champ étudié par Elbachiri et al. (Figure III.53). Les résultats obtenus risquent de ne pas être statistiquement représentatifs.

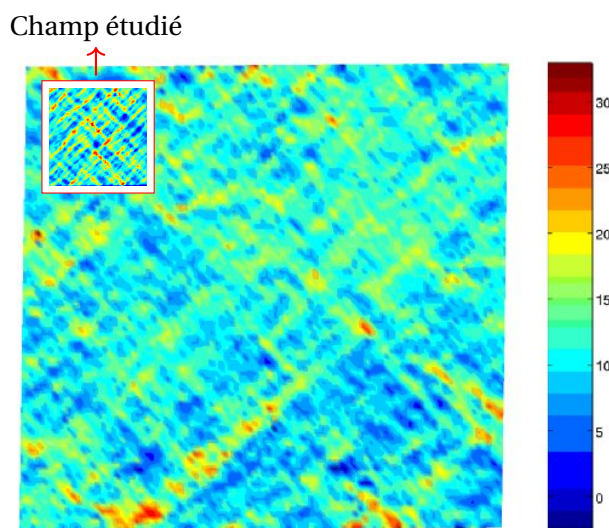


FIGURE III.53 – Comparaison de la taille du champ étudié ici ( $\sim 90 \times 90 \mu\text{m}^2$ ) et de la taille du champ étudié par Elbachiri et al. [76] ( $\sim 450 \times 450 \mu\text{m}^2$ ).

La largeur des bandes est de l'ordre de la taille des grains de chrome ( $1-2 \mu\text{m}$ ) et leur longueur est d'environ 20 fois cette taille. La largeur mesurée ici est de l'ordre de la base de mesure. Il s'agit donc plutôt d'une limite supérieure. La longueur des bandes mesurée ici reste approximative notamment en raison d'une zone d'analyse de taille limitée et par conséquent de l'évaluation délicate de  $C_\infty$  dû aux fluctuations importantes loin du centre. Toutefois, la longueur des bandes est environ trois fois plus faible que celles des bandes attendues dans le substrat d'après les résultats de Elbachiri et al. Ainsi, le revêtement, dont le module d'élasticité est trois fois plus grand que celui du substrat, semble avoir un effet sur la déformation locale de ce dernier.

	Longueur $L_b$ ( $\mu\text{m}$ )	Largeur $e_b$ ( $\mu\text{m}$ )
Revêtement Cr Base de mesure $1 \mu\text{m}$	20-35	2-4
Revêtement Cr Base de mesure $4 \mu\text{m}$	20-40	4-6
M5 <sub>Framatome</sub> [76] Base de mesure $4 \mu\text{m}$	75	9

TABEAU III.6 – Longueur et largeur des bandes de localisation de la déformation dans le revêtement de Cr d'après les résultats obtenus ici et dans le M5<sub>Framatome</sub> d'après les résultats de Elbachiri et al. [76].

### III.3.2.5 Nature des fissures : intergranulaires ou transgranulaires

Pour étudier la nature des fissures, une étude par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) est faite au voisinage de fissures peu ouvertes ( $< 100$  nm) dans un revêtement de chrome déposé sur un substrat de Zircaloy-4 détendu, fissuré lors d'un essai de traction *in situ* (axe de traction parallèle à DT), présenté en Annexe C. La géométrie de l'éprouvette est illustrée sur la Figure III.30a. La légère flexion parasite induite lors de cet essai, qui conduit à l'inclinaison des fissures, ne doit pas remettre en cause les conclusions tirées ici. L'analyse EBSD est effectuée à l'aide d'un MEB-FEG (équipé d'un canon à émission de champ) de la marque ZEISS modèle Sigma HD, qui permet de mener directement l'analyse sur la surface brute du revêtement, sans nécessiter de préparation particulière qui aurait pu modifier l'état de surface, endommager le matériau ou modifier l'état de contraintes internes. Le taux d'indexation est plus de 70%, ce qui n'a pas pu être atteint avec un MEB à canon à filament de tungstène.

L'analyse EBSD est faite au voisinage de huit fissures ( $\sim 20$   $\mu\text{m}$  de long de chacune). La Figure III.54 montre la cartographie d'orientation cristalline obtenue autour d'une fissure (lignes noires plus épaisses). Celle-ci met en relation la propagation de la fissure avec la microstructure du revêtement. Ces observations montrent qu'à 20°C, les fissures, ou du moins leur émergence sur la surface externe du revêtement, sont à la fois intergranulaire et intragranulaire, avec des proportions « surfaciques » respectives assez semblables.

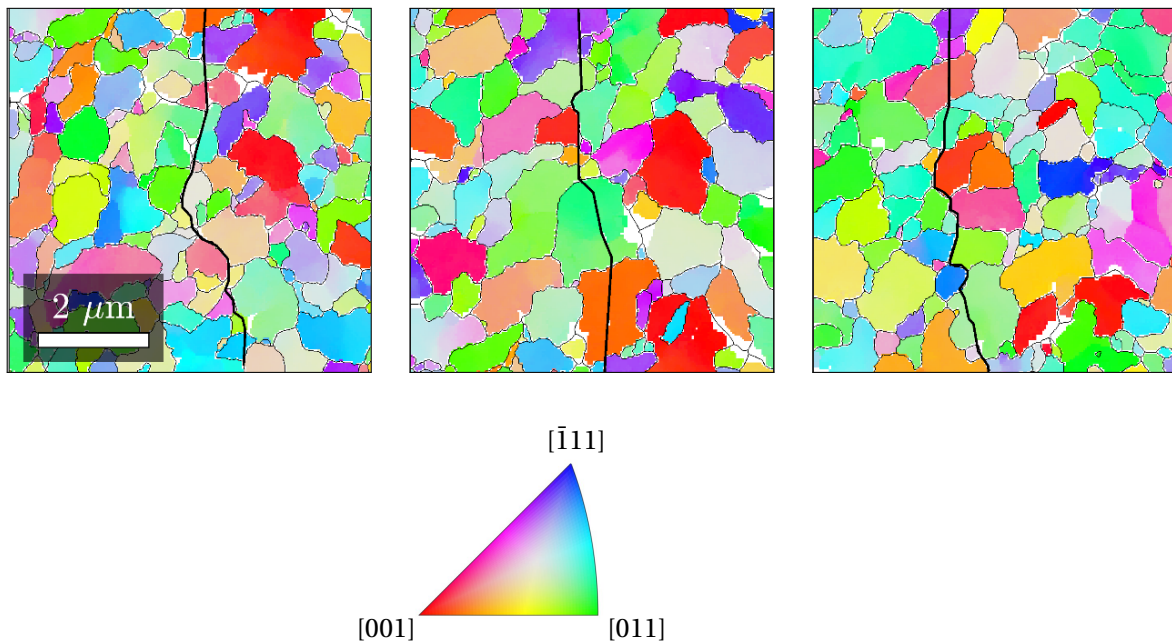


FIGURE III.54 – Cartographies EBSD d'orientation cristalline, en figures de pôles inverses (direction parallèle à la traction), autour de fissures peu ouvertes illustrées par les lignes noires (35 nm/pixel).

Dans les matériaux polycristallins, la rupture intergranulaire se fait préférentiellement selon les joints de grains avec des grands angles de désorientation [216, 217]. Pour vérifier ce point, l'angle de désorientation entre les grains des deux côtés des fissures intergranulaires est calculé. Son histogramme est présenté sur la Figure III.55. On trouve que les fissures intergranulaires se propagent préférentiellement le long des joints de grains dont l'angle de désorientation est important, notamment supérieur à 20°.

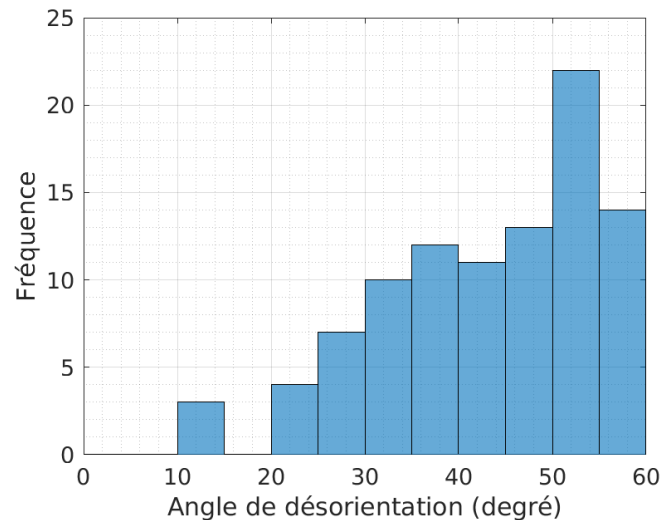


FIGURE III.55 – Histogramme de l'angle de désorientation entre les grains des deux côtés adjacents des fissures intergranulaires.

### III.4 Synthèse

Deux types d'essais expérimentaux à deux échelles différentes ont permis d'étudier la fissuration du revêtement de Cr d'environ  $15\ \mu\text{m}$  d'épaisseur déposé sur un substrat en alliage M5<sub>Framatome</sub> sous chargement externe à température ambiante. Les résultats conduisent aux conclusions principales suivantes :

- Le revêtement a peu d'effet sur le comportement mécanique global de la gaine.
- Des fissures « channeling » en mode I se propagent dans le revêtement à environ 0,4% de déformation macroscopique dans le cas d'un chargement unidirectionnel. Ce seuil de fissuration correspond approximativement au seuil d'apparition de la plasticité du substrat.
- La biaxialité du chargement diminue la déformation au seuil de fissuration. En revanche, le revêtement semble commencer à fissurer quand la contrainte principale maximale dépasse une valeur d'environ  $1075 \pm 75\ \text{MPa}$  à laquelle il faudrait retrancher les contraintes résiduelles compressives de quelques centaines de MPa typiquement.
- Les fissures se sont propagées préférentiellement dans la direction perpendiculaire à la direction de la contrainte principale maximale : dans la direction circonférentielle pour les taux de biaxialité de  $\infty$  et 2, dans la direction axiale pour les taux de biaxialité de 0 et 0,5, et dans plusieurs directions avec des connections entre les fissures dans le cas du chargement équi axial (taux de biaxialité de 1).
- La densité de fissures augmente rapidement après le seuil de fissuration mais atteint une saturation au-delà de 2% de déformation macroscopique. La densité linéique des fissures est de  $\sim 9\ \text{mm}^{-1}$  dans le cas de traction axiale et de  $\sim 5\ \text{mm}^{-1}$  dans le cas de traction circonférentielle pure. Elle augmente avec la biaxialité du chargement, jusqu'à  $\sim 20\ \text{mm}^{-1}$  dans le cas du chargement équi axial.
- Les fissures ne pénètrent pas significativement dans le substrat, au moins jusqu'à 5% de déformation macroscopique.

- Les fissures, ou du moins leur émergence sur la surface externe du revêtement, sont à la fois intergranulaire et intragranulaire, avec des proportions « surfaciques » respectives assez semblables. Les fissures intergranulaires se propagent préférentiellement selon des joints de grains ayant des angles de désorientation importants ( $> 20^\circ$ ).
- Aucune décohésion de l'interface revêtement/substrat n'est observée. La bonne tenue de l'interface est ainsi confirmée.
- Bien que le revêtement se comporte de manière plutôt fragile aux faibles déformations, il est démontré qu'il se déforme plastiquement pour des niveaux de chargement plus élevés et notamment après la saturation de la fissuration. À une échelle fine, des bandes de localisation de la déformation orientées à  $45^\circ$  dans le revêtement sont observées entre deux fissures lors d'un essai de traction uniaxiale. Cette localisation semble être imposée par le substrat.

Rappelons que ces résultats concernent le comportement du revêtement à l'état brut de dépôt à température ambiante, notablement inférieure à la température en service de la gaine (300-360°C). Il faut se garder de transposer les résultats obtenus ici à plus haute température, notamment du fait de l'existence d'une température de transition ductile-fragile du chrome pur potentiellement comprise entre 20°C et 300°C. Par ailleurs, il serait intéressant d'étudier l'effet d'un traitement thermique, qui ferait varier les contraintes résiduelles et la microstructure du revêtement.

Pour interpréter ces observations expérimentales, telles que la saturation de la fissuration, il est nécessaire d'étudier l'effet de la plasticité du substrat et du revêtement ou l'influence des contraintes résiduelles sur la fissuration du revêtement. Pour cela, une démarche de modélisation a été mise en place. Cela fait l'objet du chapitre suivant.





# Chapitre IV

## Simulation de la fissuration du revêtement

### Sommaire du présent chapitre

---

<b>IV.1 Bilan bibliographique</b>	<b>104</b>
IV.1.1 Introduction . . . . .	104
IV.1.2 Fissuration « channeling » du revêtement - Critère énergétique . . . . .	106
IV.1.3 Taux de restitution d'énergie de la fissuration « channeling » - Fissure isolée	108
IV.1.4 Critère énergétique ou critère en contrainte maximale ? . . . . .	114
IV.1.5 Effets des fissures pré-existantes - Résultats numériques . . . . .	117
IV.1.6 Évolution de la densité de fissures - Modèles analytiques . . . . .	120
<b>IV.2 Méthodologie mise en œuvre</b>	<b>123</b>
IV.2.1 Méthode de FFT - Solveur AMITEX_FFTP . . . . .	123
IV.2.2 Maillage . . . . .	126
IV.2.3 Chargement mécanique . . . . .	128
IV.2.4 Lois de comportement du revêtement et du substrat . . . . .	128
IV.2.5 Simulation de la fissuration . . . . .	130
IV.2.6 Calcul du taux de restitution d'énergie associé à la fissuration du revêtement	130
<b>IV.3 Validation de la méthodologie</b>	<b>132</b>
IV.3.1 Travaux de Beuth et al. . . . .	132
IV.3.2 Substrat élastique linéaire . . . . .	134
IV.3.3 Substrat élastique non linéaire . . . . .	135
IV.3.4 Substrat élasto-plastique . . . . .	136
<b>IV.4 Seuil de fissuration sous un chargement uniaxial</b>	<b>137</b>
IV.4.1 Substrat élastique linéaire . . . . .	137
IV.4.2 Substrat élasto-plastique . . . . .	140
<b>IV.5 Cinétique de fissuration</b>	<b>149</b>
IV.5.1 Substrat élastique linéaire . . . . .	149
IV.5.2 Substrat élasto-plastique . . . . .	156
<b>IV.6 Synthèse et perspectives</b>	<b>168</b>

---

Les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre précédent sont interprétés dans ce chapitre à travers des simulations numériques. On cherche à répondre aux questions suivantes :

- Quel est le taux de restitution d'énergie critique du revêtement de Cr ?
- Pourquoi la fissuration du revêtement sature ?
- Quelle est l'influence de la déformation plastique du substrat sur la fissuration du revêtement ?
- Quelle est l'influence des contraintes résiduelles sur la fissuration du revêtement ?

Tout d'abord, le terme de fissuration « channeling » du revêtement, le critère énergétique associé et l'état de l'art sur ces problématiques sont introduits. Ensuite, le taux de restitution d'énergie critique du revêtement est déterminé à partir du seuil de fissuration mesuré lors d'essais de traction uniaxiale à l'aide de simulations numériques. Enfin, la cinétique de fissuration du revêtement est simulée afin de mieux interpréter les observations expérimentales.

## IV.1 Bilan bibliographique sur les études numériques et analytiques de la fissuration du revêtement

### IV.1.1 Introduction

En mécanique de la rupture, la propagation des fissures est généralement étudiée à partir de quantités scalaires caractérisant la singularité des champs mécaniques au voisinage de la pointe des fissures telles que le facteur d'intensité des contraintes  $K$  (en  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ), l'intégrale de contour (de Rice)  $J$  (en  $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ ) ou le taux de restitution d'énergie  $G$  (en  $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ ).  $K$  caractérise l'intensité de la singularité de la contrainte en pointe de fissure.  $J$  et  $G$  renseignent sur l'énergie nécessaire pour faire progresser la fissure. Ces grandeurs dépendent notamment de la géométrie de la fissure et de l'état de contrainte global.

Le champ des contraintes au voisinage de la pointe d'une fissure sollicitée en mode I a la forme suivante dans le cas d'un problème plan :

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{r^s \sqrt{2\pi}} f_{ij}(\theta) \quad (\text{IV.1})$$

où  $r$  et  $\theta$  sont les coordonnées polaires caractérisant la position par rapport à la pointe de la fissure (Figure IV.1),  $s$  est l'exposant de singularité et  $f_{ij}(\theta)$  sont des fonctions scalaires dépendant de  $\theta$ . Dans le cas d'un matériau élastique homogène,  $s = 1/2$ . Le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  est défini par :

$$K_I = \lim_{r \rightarrow 0} (\sigma_{ij} \sqrt{2\pi r}) \quad (\text{IV.2})$$

Dans le cas élastique d'une fissure de longueur  $a$  se propageant à partir d'une surface libre d'une plaque semi-infinie perpendiculairement à une contrainte uniaxiale homogène appliquée loin de la fissure  $\sigma_\infty$  (Figure IV.1), on a la solution [170] :

$$K_I = 1,1215 \sigma_\infty \sqrt{\pi a} \quad (\text{IV.3})$$

Le taux de restitution d'énergie  $G$  est égal à l'opposé du taux de variation de l'énergie potentielle

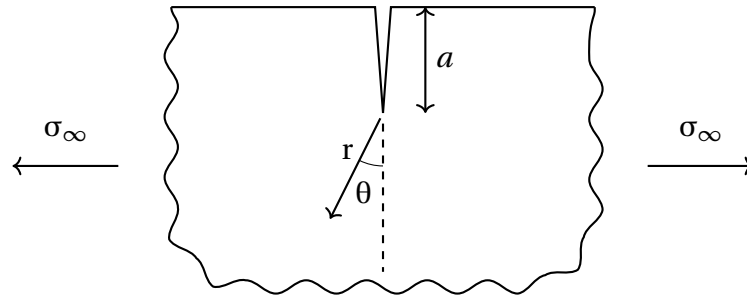


FIGURE IV.1 – Fissure superficielle sollicitée en mode I dans un milieu semi-infini.

totale  $U$  de la structure par rapport à un accroissement de fissure :

$$G = -\frac{dU}{dA} = -\frac{dU}{e_z da} \quad (\text{IV.4})$$

où  $A$  est la surface de la fissure,  $e_z$  est l'épaisseur dans la direction normale (perpendiculairement à sa longueur  $a$ ). Il représente l'énergie restituée lors de la propagation d'une fissure. Dans le cas d'un matériau élastique linéaire ou non linéaire (mais pas dans le cas d'un matériau au comportement plastique), il est égal à l'intégrale  $J$  calculée sur un contour  $C$  autour de la pointe de fissure (Figure IV.2) [218] :

$$J = \int_C \left( w dx_2 - \sigma_{ij} n_j \frac{\partial u_i}{\partial x_1} ds \right) \quad (\text{IV.5})$$

où  $w$  est la densité de l'énergie de déformation,  $\mathbf{n}$  est la normale extérieure du contour et  $\mathbf{u}$  est le vecteur du déplacement. L'intégrale  $J$  ne dépend pas du contour sur lequel elle est effectuée. Dans le

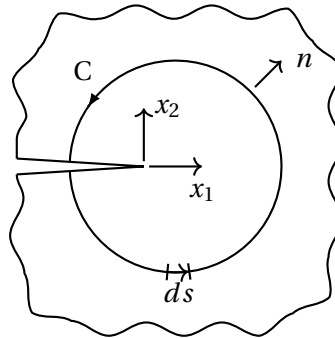


FIGURE IV.2 – Illustration du contour d'intégration.

cas d'un problème plan et d'un matériau au comportement élastique linéaire isotrope, on a la relation [219] :

$$G = J = \frac{1}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1+\nu}{E} K_{III}^2 \quad (\text{IV.6})$$

où  $K_I$ ,  $K_{II}$  et  $K_{III}$  sont respectivement les facteurs d'intensité des contraintes en pointe de fissure en modes de sollicitation I, II et III (Figure IV.3), et  $\bar{E} = E/(1-\nu^2)$  en déformations planes.

En terme de critère de fissuration, une fissure existante se propage une fois que ces quantités, *i.e.*  $K$ ,  $J$  et  $G$ , dépassent, avec l'augmentation du chargement ou l'allongement de fissure (par fatigue par exemple), leurs valeurs critiques respectives,  $K_c$ ,  $J_c$  et  $G_c$ . Ces valeurs critiques caractérisent la ténacité ou la résistance à la fissuration du matériau. Par la suite,  $K_c$  et  $G_c$  sont désignés respectivement par les termes « ténacité » et « taux de restitution d'énergie critique ».

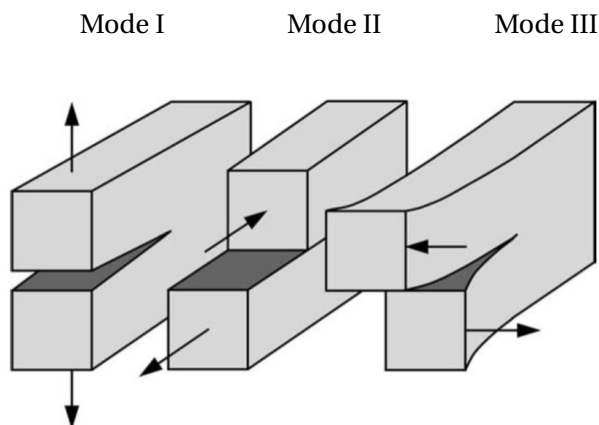


FIGURE IV.3 – Illustration des 3 modes de sollicitations d'une fissure : mode I ou mode d'ouverture, mode II ou mode de cisaillement plan et mode III ou mode de cisaillement antiplan [218].

#### IV.1.2 Fissuration « channeling » du revêtement - Critère énergétique

Nakamura et Kamath (1992) [220] étudient, numériquement par la méthode des éléments finis en 3D, le facteur d'intensité des contraintes<sup>1</sup>  $K_I$  au fond d'une fissure isolée (Figure IV.4a) dans un revêtement au comportement élastique linéaire déposé sur un substrat non déformable, soumis à des contraintes résiduelles en traction équibiaxiale  $\sigma_0$ . Le fond de la fissure est supposé perpendiculaire à la surface libre et touche l'interface revêtement/substrat. Il est trouvé que  $K_I$ , qui varie selon l'épaisseur du revêtement, augmente avec la longueur de la fissure et y devient insensible quand cette longueur est supérieure à une valeur égale à environ deux fois l'épaisseur du revêtement ( $a/h \geq 1$ , Figure IV.4b).

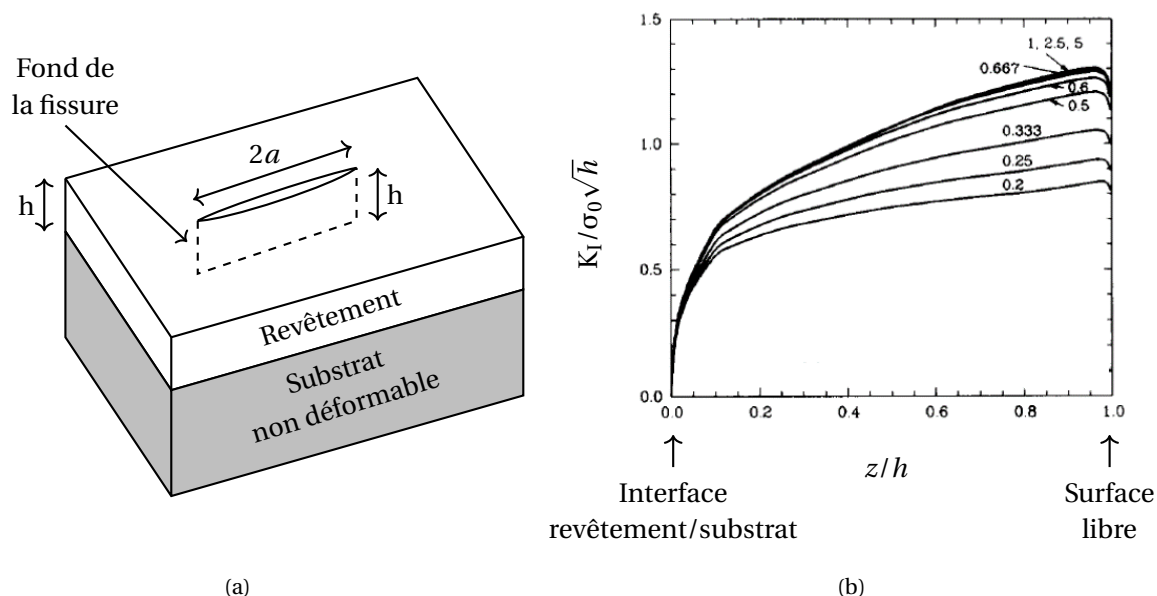


FIGURE IV.4 – (a) Illustration de la fissure isolée étudiée par Nakamura et Kamath (1992) [220], (b) évolution du facteur d'intensité des contraintes (normé) à travers l'épaisseur du revêtement le long du fond de la fissure perpendiculaire à la surface libre pour différents rapports  $a/h$  compris entre 0,2 et 5.

Par la suite, cette longueur caractéristique normée par l'épaisseur du revêtement est notée  $l_{ss}$  (ss pour « steady-state »). La fissuration atteint un régime dit stationnaire pour lequel le taux de restitution

1. Précisément, le facteur d'intensité des contraintes est calculé à partir de l'intégrale de contour J à l'aide de l'Équation (IV.6).

d'énergie, qui est la force motrice de propagation, est constant. À ce stade, le fond de la fissure présente une forme courbe de sorte que le taux de restitution d'énergie  $G = G_{ss}$  est le même en chacun de ses points (Figure IV.5). Autrement dit, une fois que ce taux de restitution d'énergie atteint la valeur critique pour le revêtement  $G_{ss} = G_c$ , la fissure se propage librement dans le plan du revêtement (perpendiculairement à sa surface libre), d'où le terme « channeling ». Ce critère énergétique basé sur le taux de restitution d'énergie est valable dès lors que la taille des fissures est plus grande que  $l_{ss}$ .

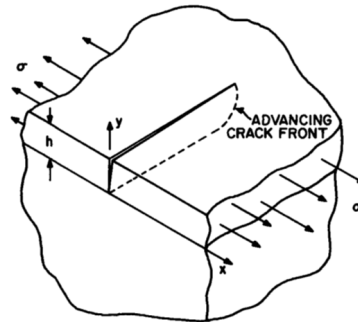


FIGURE IV.5 – Illustration du fond courbe d'une fissure « channeling » [170].

Ambrico et Begley (2002) [221] étendent ce travail en étudiant une fissure amorcée au bord de la plaque et en considérant la souplesse du substrat (semi-infini). Il est trouvé que la longueur à partir de laquelle le régime est stable est plus importante lorsque la fissure s'amorce au bord que lorsqu'elle a amorcé loin du bord. Dans le cas d'un substrat non déformable,  $l_{ss} = 6$  pour une fissure amorcée au bord, sachant que  $l_{ss}$  vaut 2 pour une fissure amorcée loin du bord. Par ailleurs,  $l_{ss}$  augmente significativement avec la déformabilité du substrat. Dans le cas d'un système élastique et homogène,  $l_{ss} = 6$  pour une fissure loin du bord et  $l_{ss} = 20$  pour une fissure amorcée au bord. Dans le cas d'un système où le revêtement est extrêmement rigide par rapport au substrat (typiquement un revêtement céramique déposé sur un polymère),  $l_{ss} = 40$  pour une fissure loin du bord ; elle est encore plus grande pour une fissure amorcée au bord. De plus, la longueur  $l_{ss}$  d'une fissure amorcée au bord augmente avec la déformabilité plastique du substrat tandis que celle d'une fissure loin du bord n'est quasiment pas affectée.

Considérons le système Cr/M5<sub>Framatome</sub> étudié dans cette thèse et supposons que le revêtement et le substrat restent élastiques, avec des modules d'Young respectifs de 290 GPa et 92 GPa, à température ambiante. Par interpolation des résultats de Ambrico et Begley [221], on trouve  $l_{ss} \approx 10$  pour une fissure loin du bord ( $\sim 150 \mu\text{m}$ ) et  $l_{ss} > 40$  pour une fissure amorcée au bord, si on considère que le régime stable est atteint quand le taux de restitution d'énergie atteint 90% de  $G_{ss}$ . Cette première valeur est du même ordre que la valeur  $l_{ss} \approx 6,3$  obtenue à partir de l'approximation proposée<sup>2</sup> par Andersons et al. (2008) [222] pour une fissure loin du bord. Il faut noter que ces résultats sont obtenus dans le cas d'une fissuration due aux contraintes résiduelles dans le revêtement, amorcée à partir d'un défaut spécifique. Ils ne sont pas nécessairement valables dans le cas où un chargement externe est appliqué et où les matériaux sont déformables plastiquement. Si la taille des amorces de fissure dans le revêtement de Cr étudié ici, de  $15 \mu\text{m}$  d'épaisseur, est inférieure à  $150 \mu\text{m}$ , l'application du critère énergétique basé sur la fissuration « channeling » du revêtement risque de conduire à une sur-estimation du taux de restitution d'énergie critique du revêtement, tel que discuté dans [222]. Aussi, si le taux de restitution d'énergie critique du revêtement est connu, le critère énergétique risque

de sous-estimer le chargement nécessaire pour la propagation des fissures.

### IV.1.3 Taux de restitution d'énergie de la fissuration « channeling » - Fissure isolée

La valeur de  $G_{ss}$  associée à la propagation « channeling » d'une fissure peut être calculée à travers le bilan d'énergie potentielle totale du système en amont  $U_1$  et en aval  $U_2$  de la propagation (Figure IV.6)) [170] :

$$G_{ss} = \frac{U_1 - U_2}{lh} = \frac{\Delta U}{h} \quad (\text{IV.7})$$

où  $l$  est l'incrément de longueur de la fissure,  $\Delta U$  (J/m) le changement d'énergie potentielle induit par une propagation d'une longueur unitaire de la fissure ( $l = 1$ ) et  $h$  l'épaisseur du revêtement.

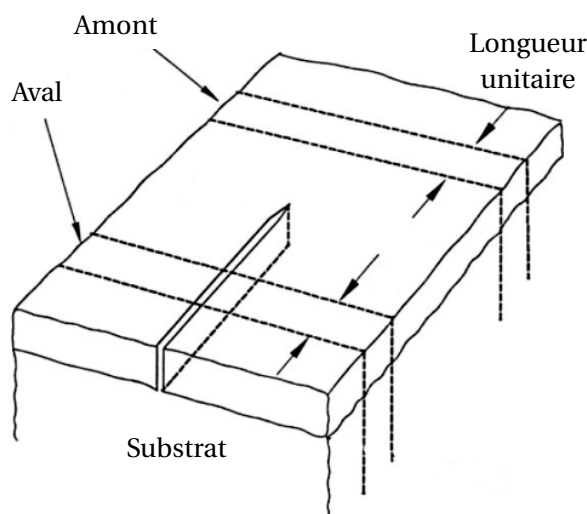


FIGURE IV.6 – Illustration du bilan énergétique en amont et en aval de la propagation « channeling » d'une fissure dans un revêtement [170].

#### IV.1.3.1 Cas de l'élasticité linéaire

Selon Hutchinson (1996) [170], un calcul 2D avec l'hypothèse de déformation plane permet de calculer précisément  $\Delta U$  dans le cas d'un système élastique linéaire où le revêtement est déposé sur un substrat semi-infini élastique et fissuré sous l'effet de contraintes résiduelles équibiaxiales de traction (contraintes initiales dans le substrat nulles). La validité de l'hypothèse de déformation plane pour un tel système a été confirmée numériquement par des calculs par éléments finis 3D, par Ambrico et Begley (2002) [221]. De plus, il est montré que cette hypothèse est aussi valable si le substrat plastifie, à condition que les contraintes initiales dans le substrat soient nulles. Par ailleurs, Ambrico et Begley montrent que dans le cas où il y a une couche intermédiaire déformable plastiquement entre le revêtement et le substrat et où cette couche présente des contraintes résiduelles, l'hypothèse de déformation plane conduit à une sous-estimation de  $G_{ss}$ . Ainsi, la validité de cette hypothèse pour calculer  $G_{ss}$  dans le cas d'une fissuration due à un chargement externe n'est pas garantie vu que les contraintes dans le substrat avant fissuration ne sont pas nulles. D'ailleurs, un chargement

2. Andersons et al. (2008) [222] rapportent une approximation de  $l_{ss}$  (fissure loin du bord) par la formule suivante :

$$l_{ss} = \pi g$$

où  $g$  est défini plus tard dans l'Équation (IV.13). Pour le système Cr/M5Framatome,  $g \approx 2$ .

unidirectionnel en déformation plane doit générer une contrainte moyenne non nulle dans la direction transverse. Une hypothèse de déformations planes généralisées avec une force résultante nulle dans la direction transverse semble plus adaptée pour nos études numériques. Cette hypothèse permet de simuler une traction uniaxiale sur un substrat plan de faible largeur revêtu ou une traction axiale sur un tube mince revêtu. En effet, il a été montré dans le cadre de la thèse que cette hypothèse permet de reproduire les résultats d'un calcul axisymétrique sur la redistribution de contrainte au voisinage d'une fissure isolée dans un revêtement de  $15\ \mu\text{m}$  d'épaisseur déposé sur la surface externe d'un tube de  $570\ \mu\text{m}$  d'épaisseur et de  $9,5\ \text{mm}$  de diamètre externe sollicité selon la direction axiale.

Dans le cas d'un problème plan,  $G_{ss}$  peut être déterminé par l'intégrale [170] :

$$G_{ss} = \frac{1}{h} \int_0^h G(z) dz \quad (\text{IV.8})$$

où  $G(z)$  est le taux de restitution d'énergie au fond d'une fissure se propageant jusqu'à une profondeur  $z$  depuis la surface libre (Figure IV.7).

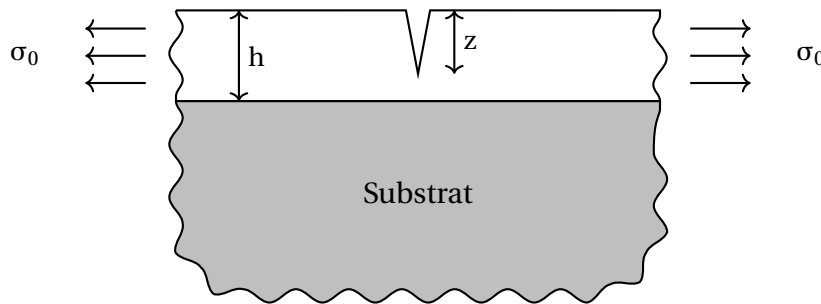


FIGURE IV.7 – Illustration 2D d'une fissure surfacique qui se propage depuis la surface libre jusqu'à une profondeur  $z < h$ .

La solution analytique de la singularité au fond d'une telle fissure existe dans le cas élastique. Avant de l'aborder, il convient de parler des paramètres de Dundurs [223]. L'auteur montre que la solution des problèmes 2D portant sur un système de bimatériaux aux comportements élastiques linéaires isotropes dépend seulement de deux paramètres sans dimension dits de Dundurs,  $\alpha$  et  $\beta$ , qui caractérisent la différence de comportement entre les deux matériaux. Dans le cas d'un revêtement déposé sur un substrat, en faisant l'hypothèse de déformation plane, ces paramètres sont définis par les relations :

$$\alpha = \frac{\bar{E}^f - \bar{E}^s}{\bar{E}^f + \bar{E}^s}, \quad -1 < \alpha < 1$$

$$\beta = \frac{\mu^f(1 - 2\nu^s) - \mu^s(1 - 2\nu^f)}{2\mu^f(1 - \nu^s) + 2\mu^s(1 - \nu^f)}, \quad -1 < \alpha - 4\beta < 1$$
(IV.9)

où  $\bar{E} = E/(1 - \nu^2)$ ,  $E$  le module d'Young,  $\nu$  le coefficient de Poisson et  $\mu$  le module de cisaillement. Rappelons que les exposants  $f$  et  $s$  désignent respectivement le revêtement et le substrat. Les paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  mesurent respectivement la différence relative de module d'élasticité en traction en déformation plane et de module de compressibilité entre les deux matériaux [219].

Beuth (1992) [224] calcule analytiquement<sup>3</sup> en 2D déformations planes le facteur d'intensité des contraintes  $K_I = K_I(\alpha, \beta, z/h)$  au fond d'une fissure surfacique isolée (Figure IV.7) dans un revêtement



élastique déposé sur un substrat élastique semi-infini et soumis à une contrainte résiduelle de traction  $\sigma_0$  (dans la direction perpendiculaire à la propagation de fissures). L'auteur trouve que pour un revêtement avec une rigidité élastique plus élevée que le substrat ( $\alpha > 0$ ),  $K_I$  augmente vers l'infini quand la fissure se propage vers l'interface substrat/revêtement (Figure IV.8). Cela signifie qu'une fois que  $K_c$  est atteint, une fissure isolée à la surface se propage instantanément jusqu'à l'interface revêtement/substrat. En revanche, pour un revêtement moins dur, l'évolution de  $K_I$  présente un maximum et se rapproche de 0 à l'interface. Physiquement, dans ce cas, la fissure ne se propage jamais jusqu'à l'interface. Ces résultats sont en accord avec les résultats de Gecit (1979) [225] qui détermine les champs mécaniques autour de la fissure sous forme d'équations intégrales. Le revêtement de Cr étudié ici est a priori plus rigide que le substrat en Zr. Bien qu'ils aient été obtenus en considérant des contraintes résiduelles et non pas un chargement mécanique externe, les résultats de Beuth indiqueraient donc que les fissures dans le revêtement de Cr se propageraient jusqu'à l'interface. C'est effectivement ce qui a été observé expérimentalement suite aux essais mécaniques réalisés (Chapitre 3). Dans la suite, seule cette configuration sera considérée.

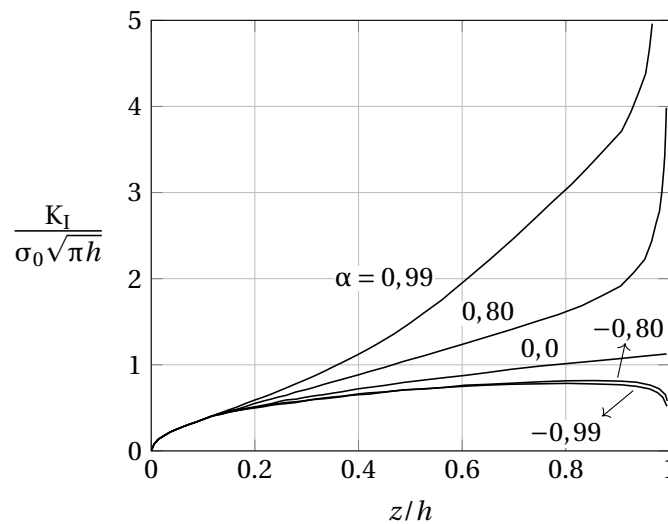


FIGURE IV.8 – Évolution du facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  en fonction de la profondeur de pénétration de la fissure pour différents niveaux de  $\alpha$  caractérisant la différence relative de module d'élasticité revêtement/substrat ( $\alpha > 0$  lorsque le revêtement est plus rigide que le substrat,  $\alpha < 0$  dans le cas contraire) (d'après les données de [224]).

Le fait que  $K_I$  tend vers l'infini quand la fissure s'approche de l'interface substrat/revêtement indique une forte concentration des contraintes due à la présence d'un substrat plus rigide. En effet, l'exposant de singularité  $s$  (cf. Équation (IV.1)) peut être calculé par l'équation suivante proposée par Zak et Williams (1963) [226] :

$$\cos(s\pi) - 2 \frac{\alpha - \beta}{1 - \beta} (1 - s)^2 + \frac{\alpha - \beta^2}{1 - \beta^2} = 0 \quad (\text{IV.10})$$

Dans le cas d'un revêtement plus rigide ( $\alpha > 0$ ),  $s$  est plus grand que 1/2 (Figure IV.9). Autrement dit, la singularité est plus importante que dans le cas d'un matériau homogène. Par conséquent, la fissure tendrait à pénétrer dans le substrat ou à dévier le long de l'interface revêtement/substrat. La fissuration

3. L'auteur considère la fissure comme une rangée des dislocations coin. Le champ des contraintes au fond de la fissure est la superposition des champs induits par chaque dislocation.

« channeling » du revêtement est dans ce cas accompagnée par une fissuration du substrat ou une décohésion au niveau de l'interface à côté de la fissure. Ye et al. [227] proposent la condition suivante pour que la propagation de la fissure vers le substrat soit négligeable dans le cas de la fissuration d'un revêtement due aux contraintes résiduelles en traction (substrat et revêtement élastiques) :

$$G_c^f < G_c^s \quad (IV.11)$$

où  $G_c^f$  et  $G_c^s$  sont respectivement le taux de restitution d'énergie critique du revêtement et du substrat. Hutchinson (1996) [170] rapporte un critère plus strict et un critère interdisant la décohésion de l'interface :

$$G_c^f < \frac{1}{2} G_c^s \quad G_c^f < 2G_c^i \quad (IV.12)$$

où  $G_c^i$  est le taux de restitution d'énergie critique de l'interface qui tient compte de la nature mixte (mode I et II) de la fissuration le long de l'interface.

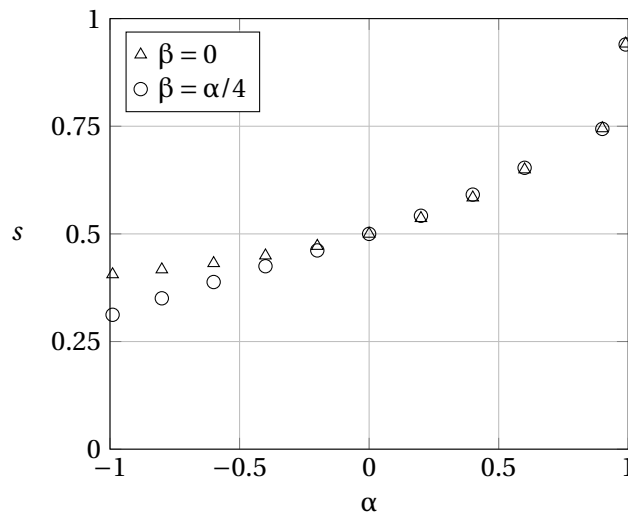


FIGURE IV.9 – Évolution de l'exposant de singularité  $s$  au fond d'une fissure traversant toute l'épaisseur du revêtement, en fonction de  $\alpha$  caractérisant la différence relative de module d'élasticité revêtement/substrat (d'après les données de [224]).

Le taux de restitution d'énergie dans le cas de la fissuration « channeling »  $G_{ss}$  peut être calculé par la relation suivante :

$$G_{ss} = \frac{\pi (\sigma^f)^2 h}{2 \bar{E}^f} g \quad (IV.13)$$

où  $\sigma^f$  est la contrainte dans le revêtement au moment de la fissuration,  $g$  est un coefficient sans dimension caractérisant ici la différence entre les propriétés mécaniques du revêtement et du substrat. Ainsi dans un système élastique linéaire, le coefficient  $g$  dans l'Équation (IV.13) dépend seulement de  $\alpha$  et  $\beta$  :  $g = g(\alpha, \beta)$ . En cas d'absence de différence de comportement ( $\alpha = \beta = 0$ ),  $g = 1,1215^2 = 1,26$ .

Les valeurs de  $g$  sont déterminées analytiquement par Beuth (1992) [224] en utilisant l'Équation (IV.8) dans le cas de la fissuration d'un revêtement élastique déposé sur un substrat semi-infini élastique, due aux contraintes résiduelles, en fonction des deux paramètres de Dundurs  $\alpha$  et  $\beta$ . La fissure est supposée isolée (première à se former). Il est trouvé que  $g$  augmente avec  $\alpha$  et est quasiment insensible à  $\beta$  (Figure IV.10). Autrement dit, le taux de restitution d'énergie est d'autant plus grand

que le revêtement a une rigidité élastique élevée. L'évolution de  $g$  en fonction de  $\alpha$  peut être décrite approximativement par la relation ajustée suivante (proposée par Yin et al. (2008) [228]) :

$$g(\alpha, \beta) = \frac{1,258 - 0,40\alpha - 0,26\alpha^3 - 0,30\alpha^4}{1 - \alpha} \quad (\text{IV.14})$$

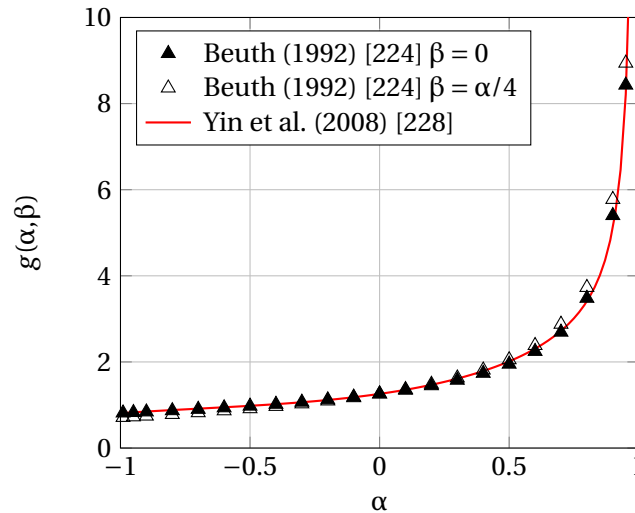


FIGURE IV.10 – Valeurs de  $g$  déterminées par Beuth (1992) [224] en fonction des deux paramètres de Dundurs et fonction proposée par Yin et al. (2008) [228].

Pour le cas du système Cr/M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante ( $E^f = 290$  GPa,  $\nu^f = 0,22$ ,  $E^s = 92$  GPa,  $\nu^s = 0,372$ ),  $\alpha = 0,48$ ,  $\beta = 0,058$  et  $g = 1,97 \approx 2$ .

Avant de parler de l'effet de la plasticité dans la partie suivante, il convient de noter que les résultats montrés ci-dessus sont aussi applicables dans le cas de la fissuration du revêtement due à un chargement mécanique externe lorsque le comportement du revêtement et du substrat est élastique linéaire, par principe de superposition (cf. Partie IV.23).

#### IV.1.3.2 Effet de la plasticité du substrat et du revêtement

En fonction de la taille de la zone de localisation des déformations plastiques au fond des fissures, on peut distinguer deux régimes : plasticité localisée à l'extrémité de la fissure (« small scale yielding ») et plasticité généralisée (« large scale yielding »). Le premier régime correspond au cas où la déformation plastique est localisée au fond des fissures de sorte que le problème de fissuration peut être modélisé par un revêtement et un substrat ayant un comportement parfaitement élastique. En revanche, le deuxième régime correspond au cas où la taille de la zone plastifiée est importante. Dans ce cas, le comportement plastique du substrat doit être considéré. En raison de la non-linéarité du comportement, des outils numériques sont nécessaires.

Beuth et Klingbeil (1996) [229] étudient numériquement l'effet de la plasticité du substrat, par la méthode des éléments finis, toujours dans le cas de la fissuration d'un revêtement due aux contraintes résiduelles. Dans ce cas, le coefficient  $g$  dépend en plus du niveau de chargement et de la plasticité du substrat (limite d'élasticité, écrouissage). Il est trouvé que la transition du régime « small scale yielding » au régime « large scale yielding » se fait quand la contrainte résiduelle du revêtement dépasse

environ deux fois la limite d'élasticité du substrat. Au-delà, le coefficient  $g$ , et donc le taux de restitution d'énergie et la tendance à la fissuration, augmentent quand la contrainte résiduelle augmente. Cela est expliqué par le fait que la localisation des déformations plastiques dans le substrat au fond des fissures facilite leur ouverture et par conséquent favorise leur propagation. Autrement dit, un revêtement déposé sur un substrat déformable plastiquement se fissure à une contrainte résiduelle plus petite qu'un revêtement déposé sur un substrat purement élastique. Il faut noter que ce résultat n'est valable que dans le cas où la fissuration est due aux contraintes résiduelles dans le revêtement et que les contraintes initiales dans le substrat sont nulles.

Chai (2011) [230] étudie, numériquement en 2D par la méthode des éléments finis, l'effet de la plasticité du substrat et du revêtement dans deux cas : chargement thermique (contraintes résiduelles liées à la différence de dilatation thermique entre le revêtement et le substrat) et chargement mécanique externe unidirectionnel. L'hypothèse de déformation plane est utilisée. La plasticité du substrat et du revêtement est modélisée par une loi de comportement d'élasticité non linéaire de type Ramberg-Osgood de manière à pouvoir comparer avec les résultats de Beuth et Klingbeil [229]. Il faut noter qu'un comportement élastique identique est défini pour le revêtement et le substrat dans l'étude ( $\alpha = 0$ ).

Pour un revêtement élastique déposé sur un substrat élasto-plastique, l'augmentation de  $g$  avec la contrainte résiduelle dans le revêtement calculée par l'auteur est identique à celle rapportée par Beuth et Klingbeil [229]. Toutefois, pour les mêmes contraintes dans le revêtement (dans la direction de traction pour le chargement externe),  $g$  est plus grand dans le cas du chargement mécanique externe que dans le cas du chargement thermique (Figure IV.11). Autrement dit, l'effet de la plasticité du substrat est plus important (pour un même niveau de contrainte dans le revêtement) lorsqu'un chargement mécanique externe est appliqué. Cette remarque est également faite par Chen et Gan (2006) [199] sur la base de résultats numériques. L'explication est que dans le cas du chargement thermique, la zone plastifiée est localisée au voisinage de la pointe de fissure tandis que sous chargement externe, cette zone est plus grande et se développe dans tout le substrat quand le chargement dépasse sa limite d'élasticité. Ainsi, la contrainte critique de fissuration du revêtement est plus faible dans le cas du chargement externe que dans le cas du chargement thermique. Par ailleurs, on notera que l'utilisation d'une loi d'élasticité non linéaire du substrat dans le cas du chargement externe, qui facilite le calcul, n'est a priori pas valable vu que leur évolution n'est pas nécessairement monotone lors de la fissuration, notamment quand les contraintes dans le substrat avant la fissuration ne sont pas nulles. Ce point sera discuté ultérieurement.

Pour un revêtement parfaitement plastique (*i.e.* sans écrouissage) déposé sur un substrat élastique, Chai [230] montre que le résultat est identique entre les deux types de chargement, *i.e.* thermique ou mécanique.  $g$  augmente avec la contrainte dans le revêtement (*i.e.* avec le chargement) jusqu'à ce qu'elle atteigne la limite d'élasticité du matériau. Si le chargement continue d'augmenter,  $g$  atteint sa valeur maximale et reste constant à l'instar de la contrainte dans le revêtement. Ainsi, le taux de restitution d'énergie reste constant. Concrètement, une fois que sa limite d'élasticité est atteinte, un revêtement pas encore fissuré ne fissurera pas quand le chargement augmente.

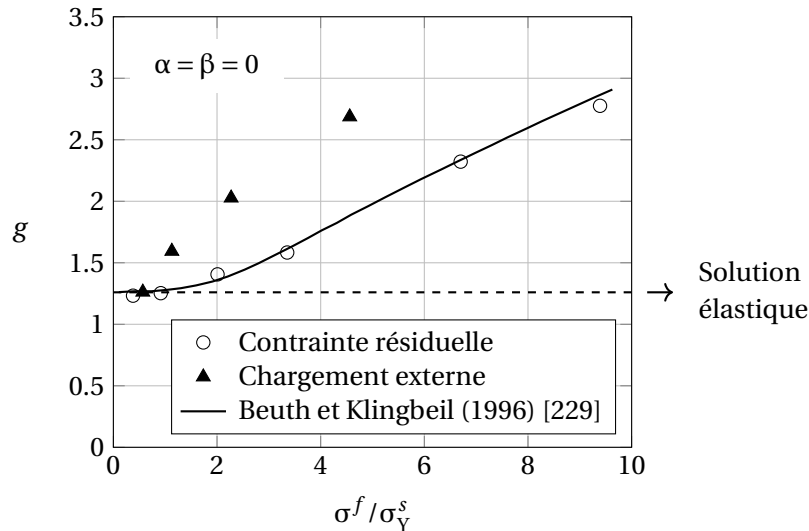


FIGURE IV.11 – Évolution du coefficient  $g$  en fonction du rapport entre la contrainte dans le revêtement  $\sigma^f$  et la limite d'élasticité du substrat  $\sigma_Y^s$  dans le cas d'un revêtement élastique déposé sur un substrat au comportement élastique non linéaire (pour modéliser un comportement plastique) dans le cas d'un chargement thermique et le cas d'un chargement mécanique externe unidirectionnel, d'après les données de Chai (2011) [230].

#### IV.1.4 Critère énergétique ou critère en contrainte maximale ?

Le critère énergétique prévoit que le revêtement fissure quand le critère suivant est satisfait :

$$G_{ss} = G_c \quad (\text{IV.15})$$

Pour  $G_{ss} < G_c$ , la fissure ne se propage pas. En considérant l'Équation (IV.13) et le fait que  $G_c$  est constant pour un matériau donné, on s'attend à ce que la fissuration « channeling » d'un revêtement plus épais se manifeste à une contrainte (et une déformation) plus faible. Cette relation entre l'épaisseur du revêtement et le chargement critique de fissuration a été observée expérimentalement par plusieurs auteurs sur différents systèmes revêtement/substrat [176-178, 194]. En ajustant le modèle décrit par les Équations (IV.13) et (IV.15) aux résultats expérimentaux, le taux de restitution d'énergie critique  $G_c$  du revêtement peut être estimé [178, 222]. Cette estimation est à priori plus exacte en termes statistiques qu'une estimation à partir du chargement critique obtenu pour une seule épaisseur du revêtement. La Figure IV.12 illustre les résultats obtenus par Andersons et al. (2008) [222] dans le cas d'un revêtement de nitrure de silicium  $\text{SiN}_x$  déposé sur un substrat en polymère Upilex S ( $\alpha = 0,90$ ,  $\beta = 0,30$ ) à partir d'essais de traction uni-axiale. La ligne pointillée présente la relation théorique (selon le critère énergétique) en considérant un substrat purement élastique ( $g = 5,8$ ). La ligne continue présente la relation théorique en considérant le comportement élastoplastique du substrat. Dans ce dernier cas,  $g$ , qui est évalué par simulation numérique par éléments finis, est plus grand que dans le cas élastique comme démontré par Chai (cf. partie précédente). Cela conduit à une valeur ajustée  $G_c = 10,5 \text{ J.m}^{-2}$  plus grande que la valeur  $G_c = 6,9 \text{ J.m}^{-2}$  obtenue dans le cas élastique. Ainsi, il est important de tenir compte de l'effet de la plasticité du substrat lors de la détermination du taux de restitution d'énergie critique d'un revêtement à partir du seuil de fissuration.

Un autre critère possible est exprimé en contrainte maximale qui prévoit que le revêtement commence à fissurer quand la contrainte principale maximale dans le revêtement atteint une certaine

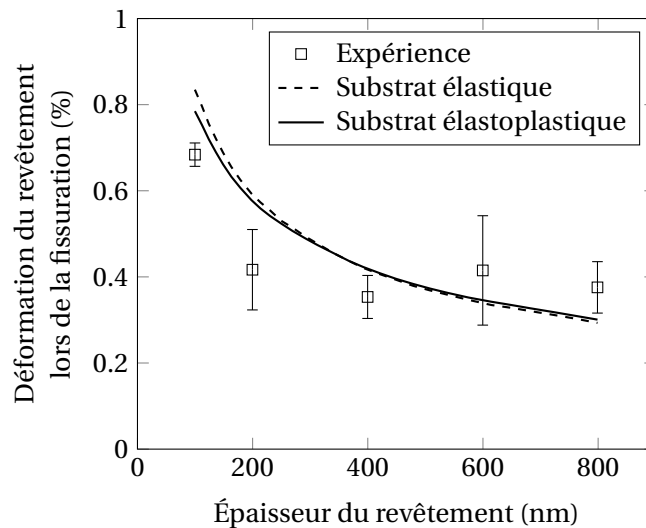


FIGURE IV.12 – Évolution de la déformation critique (lors du seuil de fissuration) de revêtements de  $\text{SiN}_x$  déposé sur un substrat en polymère Upilex S en fonction de l'épaisseur du revêtement lors d'essais de traction uni-axiale (d'après les données de [222]). La ligne en pointillés et la ligne continue correspondent aux relations théoriques (en appliquant un critère énergétique) en considérant un substrat purement élastique ( $g = 5,8$ ) et un substrat élastoplastique, respectivement.

valeur  $\sigma_c$  :

$$\sigma_{max}^f = \sigma_c \quad (IV.16)$$

La contrainte dans le revêtement sous l'effet d'un chargement mécanique, et par conséquent le seuil de fissuration selon le critère en contrainte maximale, ne dépend généralement pas de l'épaisseur du revêtement. Néanmoins, la plupart des études trouvées dans la littérature [176-178, 231] montrent expérimentalement que la contrainte critique lors de la fissuration du revêtement n'est pas constante mais diminue avec l'épaisseur du revêtement. En toute rigueur, le critère énergétique est valable seulement si la taille des défauts présents dans le revêtement est plus grande qu'une valeur critique qui augmente avec l'épaisseur du revêtement (cf. partie IV.1.2). Ainsi, pour un revêtement assez épais, le critère énergétique n'est plus valable. Le critère de contrainte maximale devient un critère raisonnable. En effet, Ganne et al. (2002) [196] montrent que le seuil de fissuration d'un revêtement de tungstène (épaisseur > 14  $\mu\text{m}$ ) déposé par PVD sur un substrat en acier lors d'un essai de traction uniaxiale suit plutôt le critère de contrainte maximale.

Leguillon et Martin (2018) [232] proposent un critère couplé (CC pour « coupled criterion ») pour la propagation des premières fissures dans le revêtement qui impose de satisfaire simultanément le critère énergétique et le critère en contrainte maximale. Les auteurs montrent la validité d'un tel critère dans le cas d'un revêtement de nitrure de silicium  $\text{SiN}_x$  déposé sur un substrat en polymère Upilex S (présenté auparavant sur la Figure IV.12). Cela est illustré sur la Figure IV.13. Le critère énergétique prévoit mieux les résultats expérimentaux pour les faibles épaisseurs du revêtement tandis que le critère de contrainte maximale convient mieux pour les épaisseurs plus grandes. La transition dépend des valeurs de  $G_c$  et  $\sigma_c$ .

Pour le système Cr/M5<sub>Framatome</sub> étudié ici, il est difficile de déterminer le meilleur critère sur la base des données disponibles (Chapitre 2). À l'état de dépôt, le revêtement est dense. Aucune microfissure n'est observée dans toute l'épaisseur du revêtement. Les défauts dans le revêtement à

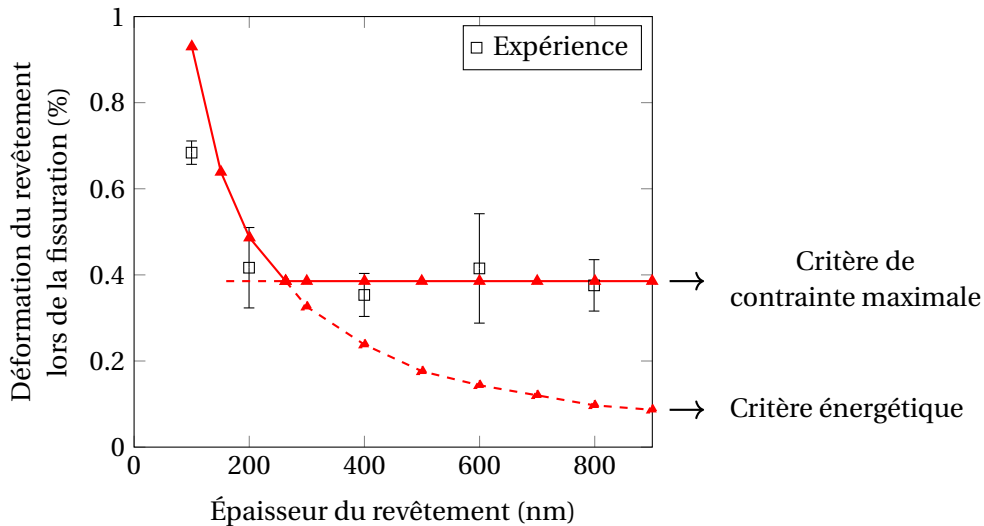


FIGURE IV.13 – Application du critère couplé (exprimé en taux de restitution d'énergie et en contrainte critiques) dans le cas de la fissuration d'un revêtement de nitrure de silicium  $\text{SiN}_x$  déposé sur un substrat en polymère Upilex S (d'après les données de [232]).

l'issue du dépôt (cf. Figure II.19) ne sont pas à priori des sites préférentiels d'amorçage des fissures (Chapitre 3). La rugosité de la surface du revêtement peut favoriser l'initiation des fissures sachant qu'il est reporté dans la littérature que la rupture du chrome massif y est sensible. Ainsi, le régime stable de fissuration n'est à priori pas atteint. Dans ce cas, comme évoqué en partie IV.1.2, l'application du critère énergétique basé sur la fissuration « channeling » du revêtement risque de sur-estimer le taux de restitution d'énergie maximal du revêtement ou de sous-estimer le seuil de fissuration du revêtement. Néanmoins, cela n'est pas nécessairement vrai sous chargement lorsque les premières fissures sont détectées. Par exemple, si on suppose que des microfissures existent à l'état brut de dépôt mais qu'elles restent fermées dû aux contraintes résiduelles compressives ou que des microfissures se développent en début de chargement, ces microfissures doivent s'ouvrir sous chargement. Quoi qu'il en soit, pour pouvoir conclure sur le critère de fissuration le plus pertinent pour le système étudié, il serait nécessaire de déterminer le seuil de fissuration du revêtement pour d'autres épaisseurs que celle de  $15 \mu\text{m}$  étudiée dans cette thèse. Ces informations manquent à ce stade.

Pour étudier l'évolution de la densité de fissures en fonction du chargement, le critère énergétique est utilisé par plusieurs auteurs [177, 178, 231]. Ce critère semble être un bon choix vu qu'aux niveaux de chargement plus élevés pour lesquels le revêtement est déjà fissuré macroscopiquement, la densité de fissures ne dépend pas de l'amorçage des fissures mais plutôt de la propagation de longues fissures dont l'arrêt est lié notamment à la présence des fissures voisines déjà existantes (Figure III.22). On peut s'attendre à ce que ces fissures atteignent le régime stable. Par ailleurs, le critère en contrainte maximale est utilisé par certains auteurs pour simuler l'évolution de la densité de fissures, tels que Yanaka et al. [233] dans le cas d'un revêtement de  $\text{SiO}_x$  de  $120 \text{ nm}$  d'épaisseur déposé sur un substrat en polymère ou Ganne (2001) [234] dans le cas d'un revêtement de tungstène de  $15\text{-}30 \mu\text{m}$  d'épaisseur déposé sur un substrat en acier. Une comparaison entre le critère énergétique et le critère en contrainte maximale est faite par Hsueh et Yanaka (2003) [177] dans le cas d'un revêtement de  $\text{SiO}_x$  de  $43\text{-}320 \text{ nm}$  d'épaisseur déposé sur un substrat en polymère et par Fu et al. [235] dans le cas d'un revêtement de  $\text{ZrO}_2$  de  $3\text{-}9 \mu\text{m}$  d'épaisseur déposé sur un alliage de nickel. Ces auteurs trouvent que le critère

énergétique permet de mieux prévoir l'évolution de la densité de fissures que le critère de contrainte maximale qui conduit à une sur-estimation de celle-ci.

Pour la suite de notre étude, on choisit d'appliquer un critère énergétique pour étudier la fissuration du revêtement, au seuil de fissuration ainsi que postérieurement aux niveaux de chargement plus élevés. Une comparaison entre le critère énergétique et le critère en contrainte maximale sera tout de même faite en partie.

#### IV.1.5 Effets des fissures pré-existantes - Résultats numériques

Jusqu'ici, on ne s'est intéressé qu'au seuil de fissuration du revêtement. Seules les fissures isolées ont été considérées. Pour étudier l'évolution de la densité de fissures en fonction du chargement, l'évaluation du taux de restitution d'énergie associé à la propagation d'une nouvelle fissure doit tenir compte de la présence des fissures pré-existantes.

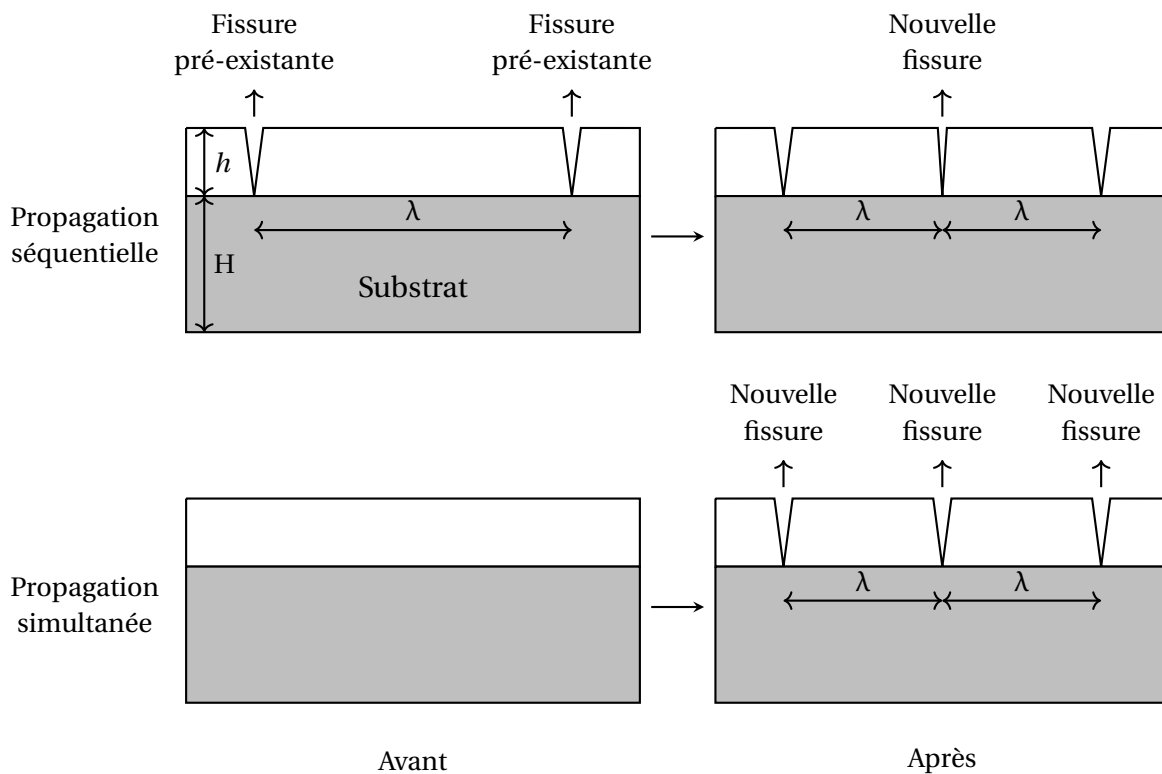


FIGURE IV.14 – Illustration de la propagation séquentielle d'une nouvelle fissure au milieu de deux fissures pré-existantes séparées de  $2\lambda$  et de la propagation simultanée des fissures séparées d'une distance  $\lambda$ .

Dans le cas élastique linéaire, le taux de restitution d'énergie associé à la propagation (séquentielle) d'une nouvelle fissure au milieu de deux fissures pré-existantes séparées de  $2\lambda$  (Figure IV.14) peut être calculé indirectement par (les signes prime et étoile sont pour différencier la fissuration séquentielle et la fissuration simultanée du cas de la fissuration d'une fissure isolée) :

$$G'_{ss}(\lambda) = G^*_{ss}(2\lambda) - G^*_{ss}(\lambda) \quad (IV.17)$$

où  $G^*_{ss}(x)$  est le taux de restitution d'énergie associé à la propagation simultanée des fissures « channeling » parallèles et séparées d'une distance  $x$ . La solution analytique des valeurs de  $G^*_{ss}$  existe



dans le cas d'un matériau homogène semi-infini ( $\alpha = 0$ ) où le revêtement est soumis à une contrainte résiduelle de traction  $\sigma_0$ . Elle est reportée graphiquement par Hutchinson et Suo (1992) [236]. La Figure IV.15 illustre les valeurs de  $G'_{ss}(\lambda)$  et  $G^*_{ss}(\lambda)$  à travers les valeurs des coefficients sans dimension  $g'$  et  $g^*$  respectivement, définies par l'Équation (IV.13) avec  $\sigma^f = \sigma_0$ .

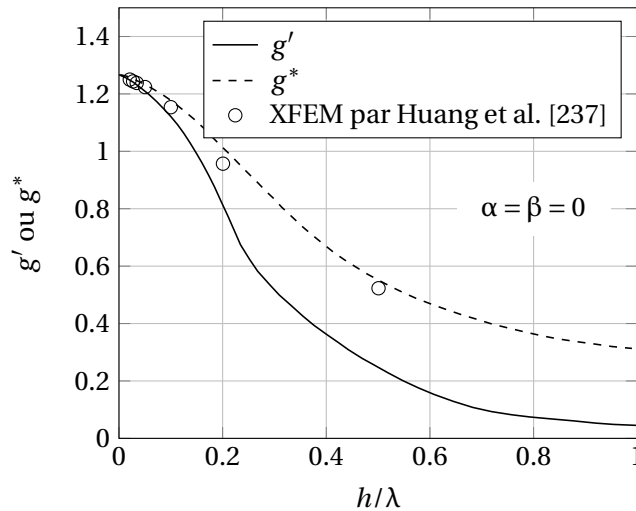


FIGURE IV.15 – Coefficients sans dimension  $g^*$  et  $g'$  intervenant dans les expressions respectives des taux de restitution d'énergie associés à la propagation simultanée des fissures parallèles séparées de  $\lambda$  et à la propagation d'une fissure au milieu de deux fissures pré-existantes séparées de  $2\lambda$  dans le cas d'un matériau homogène semi-infini élastique linéaire ( $\alpha = 0$ ) (d'après [236]).

Tout d'abord, quand la distance entre deux fissures pré-existantes tend vers l'infini ( $h/\lambda \rightarrow 0$ ), on retrouve la valeur correspondant au cas d'une fissure isolée :  $g = 1,26$ . Thouless (1990) [238] propose que dans ce cas ( $\alpha = 0$ ), deux fissures séparées d'une distance supérieure à 8 fois l'épaisseur du revêtement ( $h/\lambda < 1/8 = 0,125$ ) peuvent être considérées comme deux fissures isolées. Ensuite, le taux de restitution d'énergie associé à la propagation simultanée des fissures est plus important que celui associé à la propagation séquentielle. Enfin, le taux de restitution d'énergie diminue avec la distance entre les deux fissures pré-existantes ( $\lambda \downarrow$ ,  $h/\lambda \uparrow$ ) (pour une même valeur de  $\sigma_0$ ), autrement dit avec l'augmentation de la densité de fissures. Cela signifie que la propagation séquentielle de fissures ne peut se faire que si le chargement augmente.

Pour les cas de deux matériaux avec des comportements différents ( $\alpha \neq 0$ ), il n'y a pas de solution analytique exacte. Huang et al. (2003) [237] résolvent ce problème (dans le cas de la propagation simultanée des fissures) numériquement par la méthode XFEM (pour « Extended Finite Element Method »). Leurs résultats dans le cas  $\alpha = 0$  sont présentés sur la Figure IV.15. Ils sont cohérents avec la solution analytique. L'effet de l'épaisseur du substrat ( $H$ ) est aussi étudié. La Figure IV.16 présente les résultats dans les cas  $\alpha = 0$  et  $\alpha = 0,5$  (proche du système étudié dans cette thèse pour lequel  $\alpha = 0,48$ ). Ces résultats seront comparés plus loin avec ceux des simulations réalisées dans le cadre de cette thèse (cf. Partie IV.5.1). Tout d'abord, les résultats convergent bien vers le cas d'un substrat semi-infini quand  $H/h \rightarrow \infty$ . Les auteurs suggèrent que le substrat peut être considéré comme semi-infini si  $H/h \geq 20$  dans le cas  $\alpha = 0$  et  $H/h \geq 40$  dans le cas  $\alpha = 0,5$ . Ensuite, les résultats convergent vers le cas d'une fissure isolée quand  $\lambda/h \rightarrow \infty$ . La convergence se fait pour une distance interfissures plus faible dans le cas  $\alpha = 0$  que dans le cas  $\alpha = 0,5$ . Ainsi, l'effet de la présence d'une fissure dans un revêtement porte sur une zone plus large lorsque le revêtement est plus rigide ( $\alpha$  plus grand).

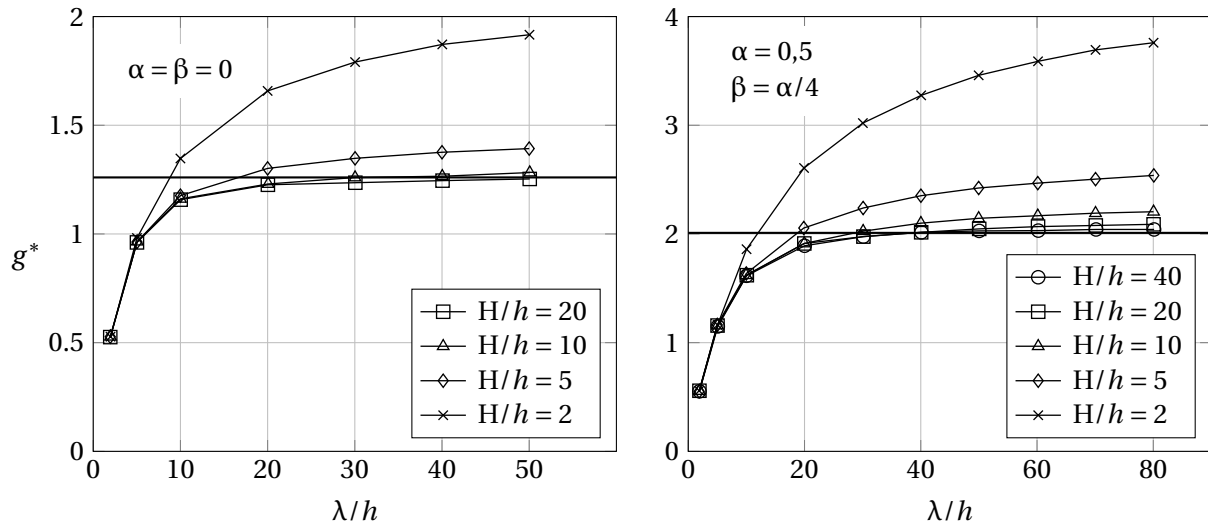


FIGURE IV.16 – Coefficient sans dimension intervenant dans l'expression du taux de restitution d'énergie associé à la propagation simultanée des fissures parallèles séparées de  $\lambda$  dans le cas  $\alpha = 0,5$  (d'après [237]). Les droites horizontales en trait plus épais présentent les valeurs dans le cas d'une fissure isolée et d'un substrat semi-infini.

La diminution du taux de restitution d'énergie avec l'augmentation de la densité de fissures est liée à la relaxation des contraintes dans le revêtement due à la présence des fissures. La redistribution des contraintes (et des déformations) dans le revêtement et dans le substrat au voisinage des fissures est étudiée numériquement par plusieurs auteurs, principalement par la méthode des éléments finis. En raison de la densité très importante des fissures, il est souvent choisi de simuler un volume représentatif 2D situé entre deux fissures du revêtement comme illustré sur la Figure IV.17 [231-233, 239]. La structure totale peut être reconstruite par une juxtaposition périodique du volume représentatif. La configuration fissurée est simulée par l'introduction de deux surfaces libres dans le revêtement au niveau de la fissure [231-233]. Par ailleurs, des éléments cohésifs peuvent aussi être utilisés pour simuler la fissuration [239].

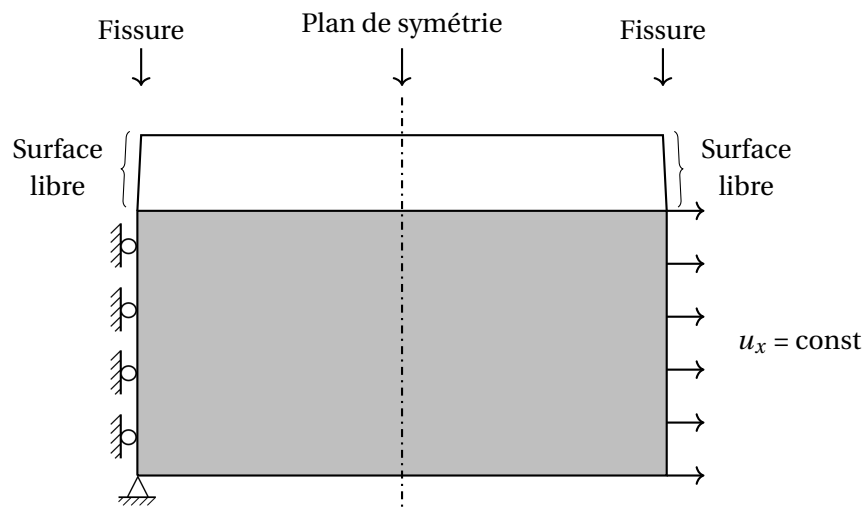


FIGURE IV.17 – Illustration d'un volume représentatif typique pour simuler la fissuration du revêtement par la méthode des éléments finis.

En raison du fort gradient des contraintes et des déformations au fond des fissures, la densité

des nœuds doit y être élevée (Figure IV.18). Dans le cas d'un substrat au comportement plastique, des problèmes numériques sont souvent reportés pour une fissure « pointue » dont la pointe est composée d'un seul nœud [221, 230]. Cela est dû à la distorsion des éléments au voisinage de la pointe de fissure. Ce problème a aussi été rencontré lors de simulations par éléments finis préliminaires effectuées avec Cast3M<sup>4</sup> dans le cadre de ce travail de thèse (changement de signe du déterminant de la matrice Jacobienne de la transformation géométrique permettant de passer de l'élément de référence à l'élément réel). Pour s'en affranchir, la pointe des fissures doit être arrondie. Il est montré qu'un rayon suffisamment faible de la pointe des fissures (trois ordres de grandeur plus petit que l'épaisseur du revêtement) n'influence pas les résultats de simulation [221, 230]. Néanmoins, cette méthode rend l'étape de maillage plus ou moins compliquée.

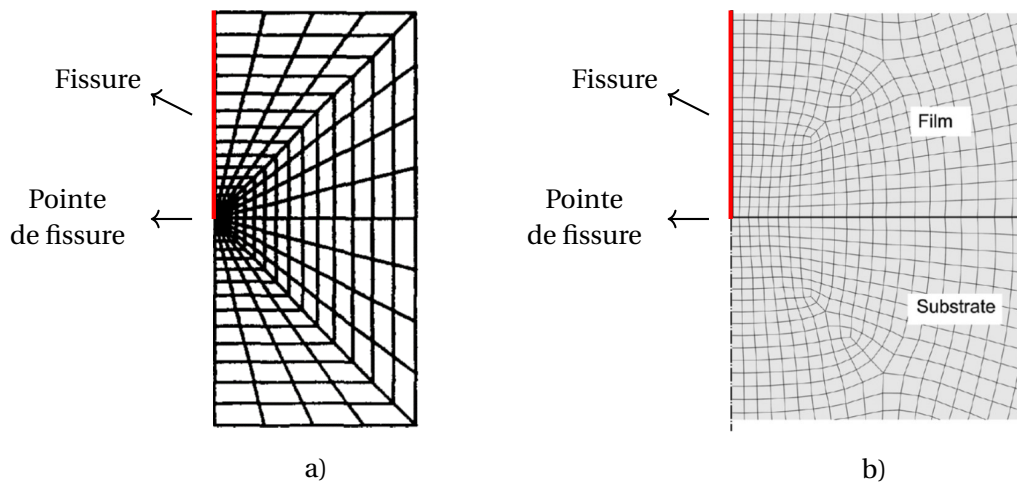


FIGURE IV.18 – Maillage autour de la pointe de fissure utilisé par a) Beuth et Klingbeil (1996) [229] et b) Chai (2011) [230].

#### IV.1.6 Évolution de la densité de fissures - Modèles analytiques

La simulation de l'évolution de la densité de fissures en fonction du chargement permet d'extraire des informations caractéristiques du revêtement (et éventuellement de l'interface substrat/revêtement) à partir des résultats expérimentaux ou à l'inverse, de valider les caractéristiques connues du matériau en comparant les courbes simulées avec ceux-ci. Pour cela, il est nécessaire de connaître l'évolution du taux de restitution d'énergie (ou de la contrainte maximale dans le revêtement si un critère en contrainte maximale est utilisé) en fonction de la densité de fissures. L'effet des fissures pré-existantes doit être considéré et les champs de déplacement, de contraintes et de déformations dans le revêtement fissuré doivent être déterminés. Plusieurs modèles analytiques ont été proposés dans la littérature par différents auteurs pour répondre à cette question. Le point commun de ces modèles est qu'ils sont tous de type « shear-lag », qui suppose que la contrainte dans un revêtement fissuré est transférée du substrat uniquement par cisaillement selon l'interface revêtement/substrat ; la contrainte normale à l'interface substrat/revêtement dans le revêtement est ainsi nulle.

Pour rendre comparable les modèles, il faut bien définir la densité (moyenne) des fissures calculée. Dans la plupart des cas, on arrive à déterminer, pour un chargement donné, une valeur minimale  $\lambda_{min}$  de telle sorte qu'une nouvelle fissure doit se propager au milieu de deux fissures pré-existantes séparées

4. <http://www-cast3m.cea.fr/>

d'une distance supérieure à  $2\lambda_{min}$  et ne pas se propager pour une distance inférieure. Ainsi, à ce niveau de chargement, la distance entre deux fissures voisines doit varier entre  $\lambda_{min}$  et  $\lambda_{max} = 2\lambda_{min}$ . Par conséquent, la densité de fissures varie entre  $D_{min} = 1/\lambda_{max}$  et  $D_{max} = 1/\lambda_{min}$ . La taille moyenne des pavés non fissurés  $\lambda_m$  et la densité moyenne de fissures  $D_m$  sont définies par les relations suivantes [177, 235] :

$$\begin{aligned}\lambda_m &= \frac{1}{2}(\lambda_{min} + \lambda_{max}) = \frac{3}{2}\lambda_{min} = \frac{3}{4}\lambda_{max} \\ D_m &= \frac{1}{\lambda_m} = \frac{2}{3} \frac{1}{\lambda_{min}} = \frac{2}{3}D_{max} = \frac{4}{3}D_{min}\end{aligned}\tag{IV.18}$$

Pour voir ce qu'ils donnent quantitativement, ces modèles sont appliqués au système revêtement de Cr sur substrat en M5<sub>Framatome</sub> étudié ici, à température ambiante. Pour cela, un module d'Young  $E^s = 92$  GPa et un coefficient de Poisson  $\nu^s = 0,372$  sont utilisés pour le substrat [240] et un module d'Young  $E^f = 290$  GPa et un coefficient de Poisson  $\nu^f = 0,22$  pour le revêtement [120]. La contrainte résiduelle dans le revêtement n'est pas étudiée, bien que certains modèles permettent d'en tenir compte. L'épaisseur du revêtement et celle du substrat sont respectivement  $h = 15$   $\mu\text{m}$  et  $H = 570$   $\mu\text{m}$  (sauf mention contraire ou si un substrat semi-infini est supposé par le modèle). Le taux de restitution d'énergie critique du revêtement est pris arbitrairement égal à  $G_c = 100$   $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ , qui est une valeur plutôt raisonnable pour le chrome massif, comme discuté dans la Partie II.3.3. La sensibilité à ces paramètres est aussi étudiée.

Le détail des modèles et leur application au système Cr/M5<sub>Framatome</sub> sont présentés dans l'Annexe E. Les hypothèses utilisées sont très diverses entre les différents modèles (cf. Tableau E.1). Les remarques qualitatives retirées de l'analyse de ces modèles analytiques sont résumées dans le Tableau IV.1. Ces modèles arrivent à reproduire qualitativement des observations expérimentales reportées dans la littérature : un revêtement plus épais commence à se fissurer à une déformation plus faible et présente une densité de fissures plus faible aux niveaux de chargement élevés ; la cinétique de fissuration diminue avec le chargement. En revanche, la saturation de la fissuration (*i.e.* la densité de fissures n'augmente plus avec le chargement), qui a été observée lors des essais de traction uni-axiale effectués à température ambiante durant cette thèse, n'est prévue que par certains modèles.

La plupart des modèles supposent que le revêtement et le substrat ont un comportement purement élastique et se basent sur le critère énergétique pour décrire la cinétique de fissuration en fonction du chargement. Toutefois, la plasticité du substrat est prise en compte par deux modèles. Le modèle de McGuigan et al. [244], qui se base sur le critère de fissuration en contrainte maximale, prévoit une saturation de la fissuration comme une conséquence directe de la plasticité du substrat. La densité à saturation dépend du cisaillement maximal du substrat et de la contrainte critique de fissuration du revêtement. Ensuite, le modèle de Zhang et al. [245] modélise la plasticité du substrat par une loi d'élasticité bi-linéaire et prévoit que la déformation « plastique » du substrat réduit la densité de fissures à saturation. Par ailleurs, la plasticité du revêtement n'est pas étudiée par ces modèles analytiques.

Le Tableau IV.2 rapporte le seuil de fissuration et la densité moyenne de fissures prévus par les modèles analytiques pour le système étudié dans cette thèse (revêtement de Cr déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub>). Les résultats sont très dispersés entre les différents modèles. La densité de fissures prévue aux grandes déformations imposées est généralement plus grande que celle observée expérimentalement (8-10  $\text{mm}^{-1}$ ).

Modèle	Remarques principales
Hu et Evans [194, 241]	- Un substrat avec une limite d'élasticité plus faible conduit à une fissuration du revêtement à un niveau de chargement plus faible.
Mezin [242]	- La contrainte maximale au centre du pavé non fissuré est peu relaxée (90% de la contrainte qu'il y aurait dans le revêtement non fissuré) pour un pavé de taille > 1200 $\mu\text{m}$ . - La taille de la zone de relaxation de contrainte (90%) autour d'une fissure isolée est de $\sim 300 \mu\text{m}$ .
Nairn et Kim [178]	- Un revêtement plus épais commence à se fissurer à une déformation plus faible et présente une densité de fissures plus faible aux grands niveaux de chargement. - La cinétique de fissuration diminue au cours du chargement. - Le seuil de fissuration diminue avec l'augmentation de l'épaisseur du substrat. - La saturation de la fissuration est prévue. - La densité de fissures à saturation est indépendante du taux de restitution d'énergie maximal du revêtement, mais dépendante de l'épaisseur du substrat (et du revêtement).
Xia et Hutchinson [243]	- La taille de la zone de relaxation de contrainte (90%) autour d'une fissure isolée est de $\sim 100 \mu\text{m}$ .
Hsueh et Yanaka [177]	- La taille de la zone de relaxation de contrainte (90%) autour d'une fissure isolée est de $\sim 350 \mu\text{m}$ - Un revêtement plus épais commence à se fissurer à une déformation plus faible et présente une densité de fissures plus faible aux grands niveaux de chargement. - La cinétique de fissuration diminue au cours du chargement. - Le seuil de fissuration diminue avec l'augmentation de l'épaisseur du substrat. - La saturation de la fissuration n'est pas prévue. - Le critère de contrainte maximale prévoit une densité de fissure plus grande que le critère énergétique.
McGuigan et al. [244]	- Le critère de fissuration est exprimé en contrainte maximale. - La saturation de la fissuration est prévue.
Yin et al. [228]	- Un revêtement plus épais commence à se fissurer à une déformation plus faible et présente une densité de fissures plus faible aux grands niveaux de chargement. - La cinétique de fissuration diminue au cours du chargement. - La saturation de la fissuration n'est pas prévue.
Zhang et al. [245]	- Un revêtement plus épais commence à se fissurer à une déformation plus faible et présente une densité de fissures plus faible aux grands niveaux de chargement. - La cinétique de fissuration diminue au cours du chargement. - La saturation de la fissuration est prévue pour un substrat élastique et élastique bi-linéaire ( $\sim$ déformable plastiquement). - La densité de fissures à saturation est indépendante de la ténacité du revêtement. - La densité de fissures à saturation est plus petite lorsque le substrat est élastique bi-linéaire que lorsqu'il est élastique.

TABLEAU IV.1 – Résumé des principales tendances prévues par les modèles analytiques pour le système revêtement Cr/substrat M5<sub>Framatome</sub> étudié.

Modèle	Densité de fissures	Seuil de fissuration
Nairn et Kim [178]	14 mm <sup>-1</sup> à 5% (saturation)	0,2%
Hsueh et Yanaka [177]	11 mm <sup>-1</sup> à 5% 16 mm <sup>-1</sup> à 10%	0,12%
Yin et al. [228]	65 mm <sup>-1</sup> à 5% 100 mm <sup>-1</sup> à 10%	0,26%
Zhang et al. [245]	Substrat élastique : 60 mm <sup>-1</sup> à 5% (saturation) Substrat « plastique » : 38 mm <sup>-1</sup> à 5% (saturation)	0,5%

TABLEAU IV.2 – Densité de fissures (à 5% et à 10% de déformation) et seuil de fissuration en terme de déformation issus des modèles analytiques dans le cas d'un revêtement de Cr déposé sur un substrat M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante (le taux de restitution d'énergie critique du revêtement est pris égal à  $G_c = 100 \text{ J.m}^{-2}$  et la contrainte résiduelle du revêtement est nulle).

Ainsi, pour bien estimer le taux de restitution d'énergie du revêtement de chrome étudié et correctement interpréter les résultats expérimentaux, en particulier la mise en évidence de l'effet de la déformation plastique (irréversible) du substrat et du revêtement, il est nécessaire d'adopter une approche numérique. Cela fait l'objet de la deuxième partie de ce chapitre.

## IV.2 Méthodologie mise en œuvre

Dans cette partie, la méthodologie numérique utilisée dans cette étude pour interpréter les résultats expérimentaux est détaillée. Le choix s'est porté sur l'utilisation originale de la méthode FFT pour le calcul du taux de restitution d'énergie. Il était intéressant de tester l'application de cette méthode à ce problème vu que l'évaluation numérique de ces quantités par des codes EF peut être parfois délicate. D'abord, la méthode d'homogénéisation basée sur la transformation de Fourier rapide est brièvement introduite. Ensuite, l'application originale de cette méthode dans le contexte de la fissuration du revêtement, à l'aide du code AMITEX\_FFTP, est présentée.

### IV.2.1 Méthode de FFT - Solveur AMITEX\_FFTP

La méthode d'homogénéisation par résolution de l'équation de Lippmann-Schwinger à l'aide de la transformation de Fourier rapide ou la méthode FFT (pour « Fast Fourier Transform ») est proposée initialement par Moulinec et Suquet (1994) [246] afin d'étudier la réponse d'un matériau hétérogène sous sollicitation mécanique et conditions aux limites périodiques. La méthode utilise comme donnée d'entrée une image pixelisée (en 2D) ou voxelisée (en 3D) des propriétés mécaniques des constituants.

Pour l'introduire, on s'intéresse au problème d'un domaine hétérogène  $\Omega$  soumis à une déformation macroscopique moyenne imposée  $\bar{\epsilon}$  et à des conditions aux limites périodiques, dans le cadre des petites perturbations. Le domaine est composé de constituants au comportement élastique linéaire et caractérisé par une distribution du tenseur d'élasticité local  $\underline{\underline{C}}(\mathbf{x})$  où  $\mathbf{x}$  désigne le vecteur position. Il s'agit de calculer les champs de déplacements  $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ , de contraintes  $\underline{\underline{\sigma}}(\mathbf{x})$  et de déformations

$\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{x})$  dans le domaine. Le problème est décrit par les équations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \mathbf{div}(\underline{\boldsymbol{\sigma}}(\mathbf{x})) = \mathbf{0} & \forall \mathbf{x} \in \Omega, \\ \underline{\boldsymbol{\sigma}}(\mathbf{x}) = \underline{\mathbf{C}}(\mathbf{x}) : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{x}) & \forall \mathbf{x} \in \Omega, \quad \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \mathbf{n} - \# \partial \Omega \\ \mathbf{u}(\mathbf{x}) = \underline{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}} \cdot \mathbf{x} + \mathbf{u}^*(\mathbf{x}) & \forall \mathbf{x} \in \Omega, \quad \mathbf{u}^* \# \partial \Omega \\ \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{x}) = \mathbf{u}(\mathbf{x}) \otimes^{sym} \nabla & \forall \mathbf{x} \in \Omega, \end{array} \right. \quad (\text{IV.19})$$

où  $\otimes^{sym}$  est la partie symétrique du produit tensoriel,  $\nabla$  est l'opérateur différentiel vectoriel et  $\# \partial \Omega$  et  $-\# \partial \Omega$  signifient respectivement des conditions aux limites périodiques et antipériodiques. Pour le résoudre, on définit un problème auxiliaire en introduisant un champ de polarisation  $\underline{\boldsymbol{\tau}}(\mathbf{x})$  associé à un tenseur d'élasticité homogène  $\underline{\mathbf{C}}_0$  :

$$\underline{\boldsymbol{\tau}}(\mathbf{x}) = [\underline{\mathbf{C}}(\mathbf{x}) - \underline{\mathbf{C}}_0] : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{x}) \quad (\text{IV.20})$$

Ainsi, le problème auxiliaire est exprimé par les équations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \mathbf{div}(\underline{\boldsymbol{\sigma}}(\mathbf{x})) = \mathbf{0} & \forall \mathbf{x} \in \Omega, \\ \underline{\boldsymbol{\sigma}}(\mathbf{x}) = \underline{\mathbf{C}}_0 : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{x}) + \underline{\boldsymbol{\tau}}(\mathbf{x}) & \forall \mathbf{x} \in \Omega, \quad \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \mathbf{n} - \# \partial \Omega \\ \mathbf{u}(\mathbf{x}) = \underline{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}} \cdot \mathbf{x} + \mathbf{u}^*(\mathbf{x}) & \forall \mathbf{x} \in \Omega, \quad \mathbf{u}^* \# \partial \Omega \\ \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{x}) = \mathbf{u}(\mathbf{x}) \otimes^{sym} \nabla & \forall \mathbf{x} \in \Omega, \end{array} \right. \quad (\text{IV.21})$$

On note que  $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{x})$ ,  $\underline{\boldsymbol{\sigma}}(\mathbf{x})$  et  $\underline{\boldsymbol{\tau}}(\mathbf{x})$  sont périodiques. Par l'application de la transformée de Fourier, les Équations (IV.21) peuvent être réécrites dans l'espace de Fourier :

$$\left\{ \begin{array}{ll} i \boldsymbol{\xi} \hat{\boldsymbol{\sigma}}(\boldsymbol{\xi}) = \mathbf{0} & \forall \boldsymbol{\xi} \\ \hat{\boldsymbol{\sigma}}(\boldsymbol{\xi}) = \underline{\mathbf{C}}_0 : \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\boldsymbol{\xi}) + \hat{\boldsymbol{\tau}}(\boldsymbol{\xi}) & \forall \boldsymbol{\xi} \\ \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\boldsymbol{\xi}) = i \hat{\mathbf{u}}^*(\boldsymbol{\xi}) \otimes^{sym} \boldsymbol{\xi} & \forall \boldsymbol{\xi} \neq 0 \\ \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(0) = \underline{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}} \end{array} \right. \quad (\text{IV.22})$$

où  $i$  est l'unité imaginaire ( $i^2 = -1$ ),  $\boldsymbol{\xi}$  est le vecteur d'onde spatial et le symbole  $\hat{\square}$  indique la transformée de Fourier d'une grandeur.

La solution des Équations (IV.22) est donnée par :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(\boldsymbol{\xi}) = -\hat{\underline{\boldsymbol{\Gamma}}}_0(\boldsymbol{\xi}) : \hat{\boldsymbol{\tau}}(\boldsymbol{\xi}) & \forall \boldsymbol{\xi} \neq 0 \\ \hat{\boldsymbol{\varepsilon}}(0) = \underline{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}} \end{array} \right. \quad (\text{IV.23})$$

où  $\underline{\boldsymbol{\Gamma}}_0(\boldsymbol{\xi})$  et  $\hat{\underline{\boldsymbol{\Gamma}}}_0(\boldsymbol{\xi})$  sont l'opérateur de Green associé à  $\underline{\mathbf{C}}_0$  et sa transformée de Fourier respectivement. Le développement détaillé de cette solution est rapporté par Moulinec et Suquet (1998) (en annexe de [247]).

La solution du problème auxiliaire dans l'espace réel en est déduite :

$$\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}(\mathbf{x}) = -\underline{\boldsymbol{\Gamma}}_0 * \underline{\boldsymbol{\tau}}(\mathbf{x}) + \underline{\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}} \quad (\text{IV.24})$$

où  $*$  désigne le produit de convolution. En injectant l'Équation (IV.20) dans l'Équation (IV.24), on trouve la solution du problème initial :

$$\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}(\mathbf{x}) = -\underline{\underline{\boldsymbol{\Gamma}}_0} * \left( [\underline{\underline{\mathbf{C}}}(\mathbf{x}) - \underline{\underline{\mathbf{C}}_0}] : \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}(\mathbf{x}) \right) + \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}} \quad (\text{IV.25})$$

Cette équation est dite l'équation de Lippmann–Schwinger périodique.

Moulinec et Suquet (1998) [247] proposent l'algorithme de point fixe pour résoudre l'Équation (IV.25). Il s'agit de résoudre les deux équations suivantes de manière itérative :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\boldsymbol{\tau}}}^k(\mathbf{x}) = [\underline{\underline{\mathbf{C}}}(\mathbf{x}) - \underline{\underline{\mathbf{C}}_0}] : \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^k(\mathbf{x}) & \forall \mathbf{x} \in \Omega \\ \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^{k+1}(\boldsymbol{\xi}) = -\underline{\underline{\hat{\boldsymbol{\Gamma}}_0}}(\boldsymbol{\xi}) : \underline{\underline{\boldsymbol{\tau}}}^k(\boldsymbol{\xi}) & \forall \boldsymbol{\xi} \neq 0, \quad \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^{k+1}(0) = \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}} \end{cases} \quad (\text{IV.26})$$

où l'exposant  $k$  désigne la valeur à la  $k$ -ième itération. La résolution itérative est faite jusqu'à ce que le champ des contraintes  $\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^k$  soit équilibré. Par construction, le champ de déformation issu de l'application de l'opérateur de Green est compatible. On note trois intérêts principaux à cette méthode. Premièrement, le produit de convolution (Équation (IV.24)), qui est une opération non locale dans l'espace réel, peut être calculé de manière locale dans l'espace de Fourier à l'aide de la deuxième équation de (IV.26). Deuxièmement, le chargement (la déformation moyenne  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}$ ) est facilement imposé en fixant la valeur de  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}$  à la fréquence nulle. La formulation dans le cas d'une contrainte moyenne ou d'un chargement mixte imposé est aussi proposée par Moulinec et Suquet (1998) [247] ou encore par Kabel et al. (2016) [248]. Troisièmement, la construction et l'inversion de la matrice de rigidité, qui sont coûteuses en temps et en puissance de calcul, ne sont pas nécessaires.

L'application de cet algorithme dans le cas d'un comportement général non linéaire (élasticité non linéaire, écoulement, etc.) symbolisé par  $\mathcal{F}$ , se fait simplement en remplaçant le tenseur d'élasticité local  $\underline{\underline{\mathbf{C}}}(\mathbf{x})$  dans la première équation de (IV.26) :

$$\underline{\underline{\boldsymbol{\tau}}}^k(\mathbf{x}) = \mathcal{F}(\mathbf{x}, \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^k(\mathbf{x}), \mathbf{V}(\mathbf{x})) - \underline{\underline{\mathbf{C}}_0} : \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^k(\mathbf{x}) \quad \forall \mathbf{x} \in \Omega \quad (\text{IV.27})$$

où  $\mathbf{V}$  désigne les variables internes.

En pratique, les problèmes mécaniques sont résolus de manière discrète. La microstructure 3D simulée est décrite par éléments de volume élémentaire, appelés voxels, situés sur une grille régulière. Ainsi, cette méthode permet d'utiliser directement l'image de la microstructure, virtuelle ou issue d'une technique d'imagerie (EBSD, tomographie, etc.), et de s'affranchir de l'étape de maillage. Les champs sont évalués au centre des voxels. Dans la méthode originelle [247], l'application de l'opérateur de Green est réalisée dans l'espace de Fourier de manière discrète en n'utilisant que les vecteurs d'onde  $\boldsymbol{\xi}$  associés à la discrétisation de la grille. Les passages entre l'espace de Fourier et l'espace réel lors des itérations sont effectués par transformation de Fourier discrète, notamment par l'algorithme rapide FFT. Il est montré qu'un solveur FFT est dans de nombreux cas plus performant qu'un code EF standard utilisé dans le même contexte.

La convergence de l'algorithme de point fixe dépend tout d'abord du choix de  $\underline{\underline{\mathbf{C}}_0}$ , appelé le matériau de référence. Moulinec et Suquet (1998) [247] utilisent un matériau de référence élastique isotrope caractérisé par deux coefficients de Lamé  $\lambda_0$  et  $\mu_0$ . Les auteurs rapportent que des valeurs de  $\lambda_0$  et  $\mu_0$  égales à la moyenne des valeurs maximales et minimales sur tout le domaine  $\Omega$  donnent la



meilleure vitesse de convergence :

$$\begin{aligned}\lambda_0 &= \frac{1}{2}(\max_{\mathbf{x} \in \Omega} \lambda(\mathbf{x}) + \min_{\mathbf{x} \in \Omega} \lambda(\mathbf{x})) \\ \mu_0 &= \frac{1}{2}(\max_{\mathbf{x} \in \Omega} \mu(\mathbf{x}) + \min_{\mathbf{x} \in \Omega} \mu(\mathbf{x}))\end{aligned}\tag{IV.28}$$

Ce choix sera utilisé pour notre étude. Ensuite, le nombre d'itérations augmente significativement avec le contraste élastique entre les phases du domaine  $\Omega$ , par exemple le rapport entre le module d'élasticité maximal et le module minimal. La convergence n'est plus assurée avec la présence de vides ou d'inclusions rigides.

Depuis, différents auteurs contribuent à l'évolution de l'algorithme itératif utilisé pour résoudre l'équation de Lippmann-Schwinger afin d'améliorer la vitesse de convergence et de réduire la sensibilité au contraste de propriétés des phases [249-251]. De plus, différentes modifications de l'opérateur de Green discret permettent d'améliorer la qualité de la solution, notamment de réduire les oscillations parasites des champs, tout en améliorant les propriétés de convergence [252, 253].

Le code AMITEX\_FFTP<sup>5</sup> utilisé dans le cadre de cette thèse est développé au CEA/SRMA et à la Maison de la Simulation. Il présente les caractéristiques principales suivantes :

- L'algorithme de point fixe est utilisé avec une procédure optionnelle d'accélération de convergence [254], qui est aussi utilisée dans le code éléments finis Cast3M. Cette procédure d'accélération permet de réduire la sensibilité au choix du matériau de référence et au contraste de propriétés des phases.
- Il utilise un opérateur de Green modifié basé sur des opérateurs de dérivation discrète qui est équivalent à celui proposé par Willot (2015) [253]. Cet opérateur permet d'améliorer nettement les propriétés de convergence, de limiter la dépendance au choix du matériau de référence et de réduire largement les oscillations parasites. Par ailleurs, il a été démontré que les solutions obtenues sont équivalentes à celles par éléments finis avec un maillage avec des éléments hexaédraux réguliers à intégration réduite [255].
- Il est compatible avec le formalisme UMAT (« User MATerial ») permettant d'utiliser des lois de comportement externes implémentées pour les codes Abaqus ou Cast3M. Cette compatibilité permet également d'utiliser les lois issues du générateur de code MFront<sup>6</sup>.
- La méthode FFT est implémentée de manière massivement parallèle en mémoire distribuée (avec MPI pour « Message Passing Interface »). Cela permet de pouvoir tirer le meilleur parti des moyens de calculs à haute performance afin de repousser les limites usuelles des simulations (temps de calcul, taille de la mémoire vive).

## IV.2.2 Maillage

Pour utiliser la méthode FFT dans le contexte de la fissuration du revêtement, il convient de discrétiser la microstructure en voxels. Considérons le cas de la propagation simultanée des fissures

5. [http://www.maisondelasimulation.fr/projects/amitex/general/\\_build/html/index.html](http://www.maisondelasimulation.fr/projects/amitex/general/_build/html/index.html)

6. <http://tfel.sourceforge.net/>

parallèles séparées d'une distance  $\lambda$  qui traversent toute l'épaisseur du revêtement. La Figure IV.19 illustre la microstructure utilisée.

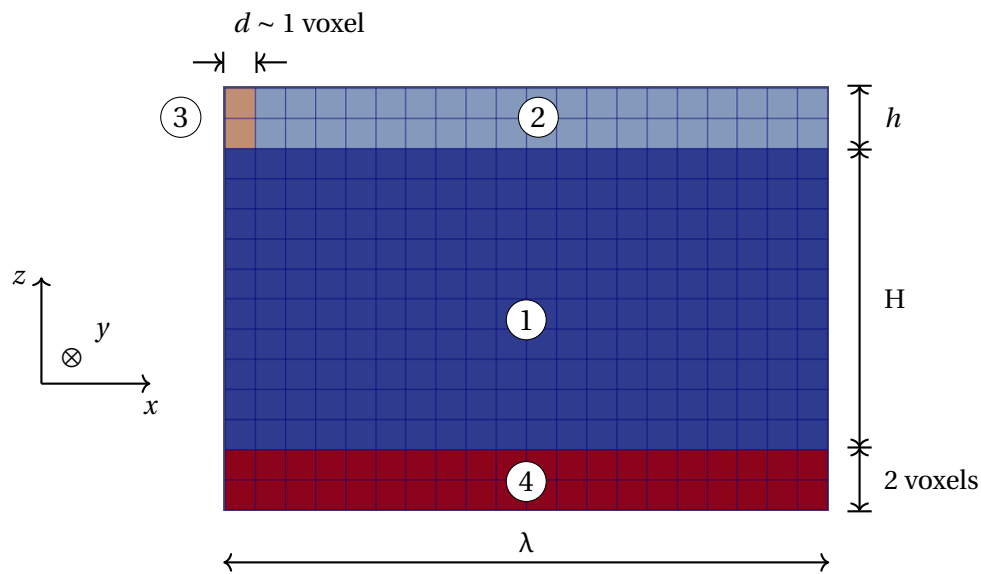


FIGURE IV.19 – Illustration de la microstructure utilisée pour simuler la propagation simultanée des fissures (la taille des voxels (cubes)  $d$  est largement agrandie pour la visualisation).

À priori, AMITEX\_FFTP traite seulement les problèmes en 3D. Vu qu'un calcul 2D est suffisant pour notre étude, l'épaisseur des microstructures dans la direction de propagation des fissures (direction  $y$ ) est toujours de 1 voxel. En raison de la condition aux limites périodique, les composantes de la déformation dans la direction hors-plan  $y$  ( $\epsilon_{yy}$ ,  $\epsilon_{xy}$ ,  $\epsilon_{yz}$ ) sont ainsi homogènes.

Cette microstructure est équivalente à celle illustrée sur la Figure IV.17. Elle se compose de 4 matériaux avec 4 comportements mécaniques différents :

- Phase 1 : Substrat
- Phase 2 : Revêtement
- Phase 3 : Voxels de fissure
- Phase 4 : Vide

La condition de bord libre sur la surface supérieure du revêtement et sur la surface inférieure du substrat est assurée par la présence d'une couche de voxels vides (deux voxels dans la direction  $z$ ) pour lesquels la contrainte est imposée nulle. La fissuration du revêtement est simulée à travers des voxels de fissure (un seul voxel dans la direction  $x$ ) auxquels une loi de comportement particulière sera attribuée dans la Partie IV.2.5. La taille de voxel  $d$  doit être assez petite pour simuler des fissures de largeur à priori infinitésimale. Des tests sont systématiquement réalisés pour chaque calcul pour trouver la valeur maximale de la taille des voxels en-dessous de laquelle les résultats (le taux de restitution d'énergie de fissuration) y sont insensibles.

Bien qu'une seule fissure soit présente, la condition aux limites périodique impose la présence d'une autre fissure identique (propagation simultanée) à la droite de la microstructure. Ainsi, le domaine simulé représente bien le pavé non fissuré du revêtement (et le substrat au-dessous) situé entre deux fissures parallèles. On notera que l'étude de fissures isolées pourra être entreprise en considérant de grandes valeurs de  $\lambda$ .

### IV.2.3 Chargement mécanique

Dans le code AMITEX\_FFTP, les chargements mécaniques sont appliqués sous forme de contrainte ou de déformation moyennes (désignées par  $\bar{\sigma}_{ij}$  ou  $\bar{\epsilon}_{ij}$ ) dans toute la structure pour chaque composante. Leur choix permet de reproduire les hypothèses planes en 2D dans le contexte d'un calcul 3D sur une microstructure d'épaisseur d'un voxel.

L'hypothèse de déformations planes (xOz) est appliquée en imposant :

$$\bar{\epsilon}_{yy} = \bar{\epsilon}_{xy} = \bar{\epsilon}_{yz} = 0 \quad (\text{IV.29})$$

Les composantes de la déformation dans la direction  $y$  sont nécessairement homogènes en raison de la condition aux limites périodique.

L'hypothèse de déformation plane est valable dans le cas de la fissuration isolée d'un revêtement due aux contraintes résiduelles mais n'est plus valable si la contrainte initiale dans le substrat est non nulle, comme discuté dans la partie IV.1.3.1. Ainsi, pour notre étude ultérieure avec un chargement externe, une hypothèse en déformation plane généralisée avec une force résultante nulle selon  $y$  (direction transverse) est plus adaptée. Cette hypothèse est appliquée en imposant :

$$\bar{\sigma}_{yy} = \bar{\sigma}_{xy} = \bar{\sigma}_{yz} = 0 \quad (\text{IV.30})$$

De la même manière que précédemment, les composantes  $\epsilon_{yy}$ ,  $\epsilon_{xy}$  et  $\epsilon_{yz}$  sont homogènes (mais non nulles).

Ensuite, la présence de deux surfaces libres simulée par la couche de voxels vides impose naturellement :

$$\bar{\sigma}_{zz} = \bar{\sigma}_{xz} = 0 \quad (\text{IV.31})$$

Le chargement externe est ensuite imposé selon la direction  $x$ . Dans le cas d'un essai de traction simple, on impose la déformation moyenne dans cette direction  $\bar{\epsilon}_{xx}$ . Les contraintes résiduelles dans le revêtement sont préalablement introduites par un premier chargement thermique, avec  $\bar{\sigma}_{xx} = 0$ , en introduisant un coefficient de dilatation virtuel (positif) dans la loi du comportement du revêtement. Ainsi, une augmentation de la température introduit des contraintes résiduelles compressives dans le revêtement, et vice-versa.

### IV.2.4 Lois de comportement du revêtement et du substrat

Les lois de comportement du revêtement, du substrat et des voxels de fissures sont implémentées à l'aide du générateur de code MFront. L'implémentation de la loi élastique linéaire est faite facilement<sup>7</sup>. Pour modéliser la plasticité, on peut utiliser une loi d'élasticité non linéaire ou une loi d'écoulement plastique qui est plus précise si le chargement n'est pas monotone. Pour notre étude, on se met dans le contexte de l'hypothèse des petites perturbations.

Pour comparer avec les résultats dans la littérature, on reprend la loi d'élasticité non linéaire de

7. à l'aide de la brique *StandardElasticity*.

type Ramberg-Osgood utilisée par Beuth et Klingsbeil (1996) [229], définie par la relation suivante :

$$\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}} = \underline{\underline{\mathbf{S}}} : \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}} + \frac{3}{2} \frac{\alpha_0}{E} \left( \frac{\sigma_{eq}}{\sigma_Y} \right)^{n-1} \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^D \quad (\text{IV.32})$$

où  $\underline{\underline{\mathbf{S}}}$  est le tenseur d'ordre 4 de souplesse,  $n$  le coefficient d'écrouissage ( $n = 1$  pour une loi d'élasticité,  $n = 100$  pour une loi de plasticité quasi parfaite),  $\sigma_Y$  la limite d'élasticité,  $\alpha = 3/7$  une constante,  $\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^D$  et  $\sigma_{eq}$  sont respectivement le déviateur du tenseur des contraintes et la contrainte équivalente de Von Mises définis par :

$$\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^D = \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}} - \frac{1}{3} \text{Tr}(\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}) \underline{\underline{\mathbf{I}}} \quad \sigma_{eq} = \frac{3}{2} \sqrt{\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^D : \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^D} \quad (\text{IV.33})$$

Le détail de l'implémentation de cette loi dans MFront est rapporté dans l'Annexe F.

Bien qu'une loi d'élasticité non linéaire soit suffisante dans certains cas, une loi d'écoulement plastique doit être utilisée dans des cas où la déformation initiale n'est pas nulle et où le chargement n'est pas monotone. Ainsi, l'irréversibilité de la déformation plastique doit être considérée. On définit alors une loi de comportement d'écoulement plastique équivalente à la loi d'élasticité non linéaire décrite ci-dessus. Cette loi de plasticité isotrope basée sur le critère de Von Mises est définie par les équations suivantes :

$$\begin{aligned} \text{Partition de la déformation :} & \quad \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^t = \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e + \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^p \\ \text{Déformation élastique :} & \quad \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e = \underline{\underline{\mathbf{S}}} : \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}} \\ \text{Surface de charge :} & \quad f(\sigma_{eq}, p) = \sigma_{eq} - R(p) \\ & \quad f < 0 \quad \longrightarrow \text{Domaine élastique} \\ & \quad f = 0 \text{ et } \dot{f} = 0 \quad \longrightarrow \text{Écoulement plastique} \\ & \quad f = 0 \text{ et } \dot{f} < 0 \quad \longrightarrow \text{Décharge élastique} \\ \text{Ecrouissage isotrope :} & \quad R(p) = \sigma_Y \left( \frac{E}{\alpha_0 \sigma_Y} \right)^{1/n} p^{1/n} \\ \text{Règle de normalité :} & \quad \underline{\underline{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p = \dot{p} \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} = \dot{p} \underline{\underline{\mathbf{n}}} \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{\mathbf{n}}} = \frac{3}{2} \frac{\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^D}{\sigma_{eq}} \end{aligned} \quad (\text{IV.34})$$

où  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^t$ ,  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e$  et  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^p$  sont respectivement les tenseurs de déformation totale, élastique et plastique,  $p$  la déformation plastique cumulée qui est une variable interne de la loi et égale à l'intégrale de la vitesse de déformation plastique équivalente  $\dot{p}$  :

$$p(t) = \int_0^t \dot{p} dt = \int_0^t \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p : \underline{\underline{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p} dt \quad (\text{IV.35})$$

Dans le cas d'un chargement unidirectionnel (traction simple) et d'une contrainte initiale nulle, les deux lois de comportement décrites ci-dessus (élastique non linéaire et écoulement plastique) sont identiques :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \frac{\alpha_0 \sigma_Y}{E} \left( \frac{\sigma}{\sigma_Y} \right)^n \quad (\text{IV.36})$$

où  $\sigma$  et  $\varepsilon$  sont respectivement la contrainte et la déformation dans la direction de traction.

### IV.2.5 Simulation de la fissuration

La fissuration du revêtement est simulée à travers des voxels de fissure. Avant fissuration, ces voxels présentent le même comportement que les autres voxels du revêtement. Après fissuration, leur module d'élasticité est réduit à 0 de telle sorte que leurs contraintes sont nulles (surface libre créée par la fissure). Pour implémenter cela dans la loi du comportement, le module d'élasticité des voxels de fissure  $E^c$  ( $c$  pour « crack ») est exprimé par une fonction conditionnelle :

$$E^c = \begin{cases} E^f, & \text{si } v \leq a \\ (E^f)^{1-j} (E^0)^j, & \text{si } a < v < b \text{ avec } j = \frac{v-a}{b-a} \\ E^0, & \text{si } b \leq v \end{cases} \quad (\text{IV.37})$$

où  $v$  est une variable externe scalaire qui dirige la fissuration,  $E^0$  est le module d'élasticité des voxels de fissure à l'état fissuré et  $a$  et  $b$  sont deux propriétés de la loi de comportement des voxels de fissure. Les états en amont et en aval de la fissuration correspondent respectivement à  $v = a$  et  $v = b$ . Deux fissures qui se propagent à deux instants différents sont introduites par des valeurs de  $a$  et  $b$  différentes. La variable externe  $v$  varie linéairement entre  $a$  et  $b$  au cours d'un certain nombre de pas du temps, appelé par la suite nombre de pas de fissuration, noté NP. Cela induit une diminution exponentielle du module d'élasticité de tous les voxels de fissure concernés de  $E^f$  vers  $E^0$ . Dans le cas d'une loi d'écoulement plastique, le résultat est sensible au nombre du pas de fissuration et converge pour un nombre de pas de fissuration assez grand. Par ailleurs,  $E_0$  doit être théoriquement égal à 0 pour simuler la surface libre de la fissure. Numériquement, on choisit  $E_0 = 10^{-14}$  Pa qui donne un contraste largement suffisant.

Durant les pas du temps de fissuration, la déformation moyenne dans la direction de chargement  $x$  est maintenue constante :

$$\bar{\epsilon}_{xx} = \text{const} \quad (\text{IV.38})$$

La stratégie ainsi mise en place permet donc de simuler l'apparition d'une fissure à un niveau donné du chargement afin d'évaluer le taux de restitution d'énergie de la fissure. Il ne s'agit pas ici de modéliser l'amorçage/propagation de la fissure comme le ferait un modèle de zone cohésive.

### IV.2.6 Calcul du taux de restitution d'énergie associé à la fissuration du revêtement

L'idée est de calculer le taux de restitution d'énergie  $G_{ss}$  associé à la propagation d'une fissure dans le revêtement pour un chargement donné. Connaissant le seuil de fissuration en déformation, on peut calculer le taux de restitution d'énergie critique du revêtement. Inversement, connaissant ce dernier, on peut déduire le chargement nécessaire pour faire fissurer le revêtement, à partir de l'évolution de  $G_{ss}$  en fonction du chargement (évaluée par la simulation).

Le taux de restitution d'énergie  $G_{ss}$  peut être calculé par l'Équation (IV.7) [170]. Il convient de calculer l'énergie potentielle totale du système avant et après la fissuration du revêtement. Par définition, l'énergie potentielle (stationnaire) d'un solide est la différence entre l'énergie de déformation du solide  $W$  et le travail des efforts externes imposés aux interfaces avec le milieu extérieur  $F$  [218] :

$$U = W - F \quad (\text{IV.39})$$

Tout d'abord, on s'intéresse au premier terme. L'énergie de déformation du solide est calculée par une intégrale sur le volume  $V$  :

$$W = \int_V w(\mathbf{x}) d\mathbf{x} \quad (\text{IV.40})$$

où  $w$  est le potentiel thermodynamique ou la densité de l'énergie de déformation définie par la loi de comportement de telle sorte que :

$$A_i = \frac{\partial w}{\partial V_i} \quad (\text{IV.41})$$

où  $A_i$  sont les forces thermodynamiques ou variables associées aux variables internes  $V_i$ .

Pour une loi d'élasticité,  $w$  est appelé le potentiel élastique et donné dans le cas linéaire par :

$$\begin{aligned} \underline{\boldsymbol{\sigma}} &= \frac{\partial w}{\partial \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}} \\ w &= \frac{1}{2} \underline{\boldsymbol{\varepsilon}} : \underline{\mathbf{C}} : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}} = \frac{1}{2} \underline{\boldsymbol{\sigma}} : \underline{\mathbf{S}} : \underline{\boldsymbol{\sigma}} \end{aligned} \quad (\text{IV.42})$$

Pour la loi d'élasticité non linéaire définie par l'Équation (IV.32), le potentiel élastique  $w$  est donné par :

$$\begin{aligned} \underline{\boldsymbol{\sigma}} &= \frac{\partial w}{\partial \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}, \quad \underline{\boldsymbol{\varepsilon}} = \frac{\partial w^*}{\partial \underline{\boldsymbol{\sigma}}} \\ w^* &= \frac{1}{2} \underline{\boldsymbol{\sigma}} : \underline{\mathbf{S}} : \underline{\boldsymbol{\sigma}} + \frac{\alpha_0}{n+1} \frac{\sigma_Y^2}{E} \left( \frac{\sigma_{eq}}{\sigma_Y} \right)^{n+1} \\ w &= \underline{\boldsymbol{\sigma}} : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}} - w^* \end{aligned} \quad (\text{IV.43})$$

où  $w^*$  est le potentiel dual.

Pour la loi d'écoulement plastique isotrope (Équation (IV.34)), le potentiel  $w$  se décompose en une partie élastique et une partie plastique :

$$\begin{aligned} \underline{\boldsymbol{\sigma}} &= \frac{\partial w}{\partial \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^e}, \quad \sigma_{eq} = \frac{\partial w}{\partial p} \\ w &= \frac{1}{2} \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^e : \underline{\mathbf{C}} : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^e + \frac{n}{n+1} \sigma_Y \left( \frac{E}{\alpha_0 \sigma_Y} \right)^{1/n} p^{1/n+1} \\ &= \frac{1}{2} \underline{\boldsymbol{\sigma}} : \underline{\mathbf{S}} : \underline{\boldsymbol{\sigma}} + \frac{n}{n+1} \sigma_Y \left( \frac{E}{\alpha_0 \sigma_Y} \right)^{1/n} p^{1/n+1} \end{aligned} \quad (\text{IV.44})$$

Dans AMITEX\_FFTP, les champs solution sont donnés de manière discrète au centre des voxels. En considérant que la densité de l'énergie de déformation est constante au sein de chaque voxel, l'énergie de déformation totale pour une épaisseur unitaire peut être calculée approximativement par :

$$W = d^2 \sum_{i=1}^N w_i = d^2 \left( \sum_{i=1}^{N^f} w_i^f + \sum_{i=1}^{N^s} w_i^s + \sum_{i=1}^{N^c} w_i^c \right) \quad (\text{IV.45})$$

où  $d$  est la taille de voxel,  $N^f$ ,  $N^s$ ,  $N^c$  sont respectivement les nombres de voxels du substrat, du revêtement et de fissure,  $N = N^f + N^s + N^c$  est le nombre total des voxels (en excluant les voxels de vide) et  $w_i$  est la densité de l'énergie de déformation du  $i$ -ème voxel. En particulier, la formulation de la

densité de l'énergie de déformation des voxels de fissure est identique à celle des voxels du revêtement avant la fissuration et est nulle après.

Le travail des efforts externes imposés aux surfaces, *i.e.* le deuxième terme de l'Équation (IV.39), dans le contexte du chargement périodique est calculé par (convention de sommation d'Einstein) :

$$F = V \bar{\sigma}_{kl} \bar{\epsilon}_{kl} \quad (\text{IV.46})$$

où  $V$  est le volume total de la structure,  $\bar{\sigma}_{kl}$  est la composante  $kl$  de la contrainte moyenne imposée et  $\bar{\epsilon}_{kl}$  est la composante correspondante de la déformation moyenne issue du calcul. Les composantes dont la déformation moyenne est imposée sont exclues de la sommation. La démonstration et la validation de cette formulation sont détaillées dans l'Annexe G. Pour nos simulations, les contraintes moyennes imposées sont toujours nulles. Par conséquent, le travail des efforts externes est nul. L'énergie potentielle est ainsi égale à l'énergie de déformation totale :

$$F = 0 \quad U = W \quad (\text{IV.47})$$

### IV.3 Validation de la méthodologie : Comparaison avec les résultats de Beuth et al. sur la fissuration « channeling » d'un revêtement due aux contraintes résiduelles

Bien que la méthode FFT présente des avantages pour des calculs hétérogènes, elle n'a jusqu'à présent pas été utilisée dans le contexte du calcul du taux de restitution d'énergie associé à la fissuration « channeling » d'un revêtement. Pour vérifier la validité de la démarche, il convient de comparer les résultats calculés en utilisant la méthodologie décrite dans la partie précédente aux résultats analytiques ou numériques disponibles dans la littérature. On choisit de reproduire le travail de Beuth et al. [224, 229] dans le cas de la fissuration du revêtement due aux contraintes résiduelles en traction  $\sigma_0^f$ . Après avoir brièvement rappelé ces travaux de Beuth et al. [224, 229], leurs résultats sont comparés à ceux obtenus avec la méthode FFT.

#### IV.3.1 Travaux de Beuth et al.

Beuth (1992) [224] détermine analytiquement le taux de restitution d'énergie associé à une fissure isolée dans un revêtement au comportement élastique linéaire déposé sur un substrat semi-infini au comportement élastique linéaire, en fonction des deux paramètres de Dundurs  $\alpha$  et  $\beta$  qui caractérisent la différence des propriétés élastiques entre les deux matériaux. Ensuite, Beuth et Klingbeil (1996) [229] étendent ce travail en étudiant l'effet de la plasticité du substrat par la méthode numérique des éléments finis. L'hypothèse de déformations planes est utilisée. La plasticité du substrat est modélisée par une loi d'élasticité non linéaire de type Ramberg-Osgood décrite par l'Équation (IV.32). Leur résultats sont illustrés sur les Figures IV.10 et IV.11.

Les auteurs résolvent un problème réduit basé sur le principe de superposition illustré sur la Figure IV.20. Le changement d'énergie potentielle  $\Delta U$  entre l'état non fissuré (numéro 1) et l'état fissuré

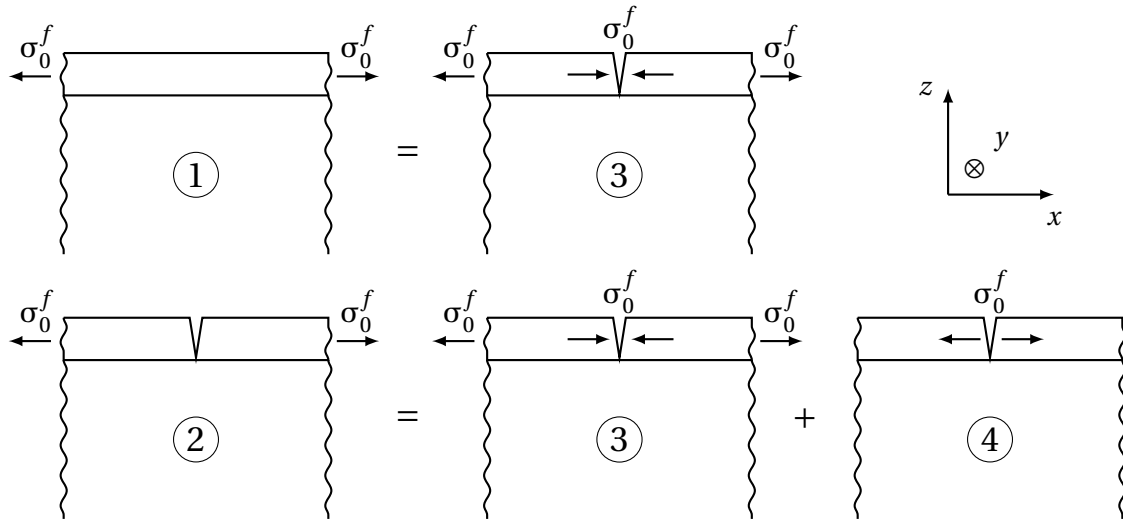


FIGURE IV.20 – Principe de superposition utilisé par Beuth et al. [224].

(numéro 2) est ainsi égal à l'opposé de l'énergie potentielle du problème réduit (numéro 4) :

$$\Delta U = U_1 - U_2 = U_3 - (U_3 + U_4) = -U_4 \quad (\text{IV.48})$$

Le problème réduit consiste à appliquer une contrainte normale égale à l'opposé des contraintes résiduelles  $\sigma_0^f$  (homogènes) du revêtement du problème initial sur les deux surfaces de fissure au sein d'un système revêtement/substrat libre (pas de chargement mécanique externe, pas de contraintes résiduelles dans le revêtement). Ce principe de superposition est valable pour un comportement élastique linéaire du substrat (et du revêtement) mais aussi pour un comportement non linéaire du substrat si la contrainte initiale du substrat est nulle. On définit  $\Delta$  qui est l'intégrale, selon la profondeur de la fissure (selon  $z$ ), du déplacement relatif  $\delta$  entre les deux surfaces de la fissure associée à  $\sigma_0^f$  :

$$\Delta(\sigma_0^f) = \int_0^h \delta(z) dz \quad (\text{IV.49})$$

L'énergie potentielle du problème réduit (pour une épaisseur unitaire) peut être calculée comme suit :

$$\begin{aligned} U_4 &= \frac{1}{e_y} \left( \int_V w dV - \int_S \mathbf{t} \cdot \mathbf{u} dS \right) \\ &= \int_0^\Delta \sigma_0^f(\Delta) d\Delta - \sigma_0^f \Delta \end{aligned} \quad (\text{IV.50})$$

où  $e_y$  est l'épaisseur dans la direction  $y$  considérée unitaire ici,  $\mathbf{t}$  est l'effort imposé sur la surface externe  $S$  (du revêtement) et  $\mathbf{u}$  est le déplacement.

En bref, on a :

$$\Delta U \text{ (J/m)} = \sigma_0^f \Delta - \int_0^\Delta \sigma_0^f(\Delta) d\Delta \quad (\text{IV.51})$$



Dans le cas d'un substrat élastique linéaire :

$$\Delta U = \frac{1}{2} \sigma_0^f \Delta \quad (\text{IV.52})$$

### IV.3.2 Substrat élastique linéaire

On reproduit le problème réduit avec AMITEX\_FFTP dans le cas d'un substrat élastique linéaire. Pour simuler une fissure isolée avec le maillage illustré sur la Figure IV.19 et des conditions aux limites périodiques, il faut assurer une distance  $\lambda$  assez grande entre les fissures pour qu'elles n'interagissent pas entre elles. De plus, l'épaisseur du substrat  $H$  doit être assez grande pour que l'on s'approche du cas d'un substrat semi-infini. Enfin, la taille d'un voxel  $d$  doit être assez petite. Des tests paramétriques présentés dans l'Annexe H.1.1 ont permis de déterminer les valeurs suivantes :  $\lambda = 100h$ ,  $H = 32h$ ,  $d = h/32$  (3 379 200 voxels).

Le module d'Young du revêtement est fixé à  $E^f = 100$  GPa. Trois valeurs du coefficient de Poisson du revêtement sont utilisées :  $\nu^f = 0,1, 0,25$  et  $0,4$ . Pour chaque valeur de  $\nu^f$ , plusieurs valeurs de module d'Young  $E^s$  et de coefficient de Poisson  $\nu^s$  du substrat sont choisies dans le but de faire varier  $\alpha$  (en fixant  $\beta = \alpha/4$  en accord avec le choix de Beuth). L'idée est d'évaluer l'évolution du coefficient  $g = g(\alpha, \beta)$  (cf. Équation (IV.13)). Les évaluations ont été faites pour trois valeurs de  $E^s$  et  $\nu^s$  pour vérifier l'unicité de la dépendance de  $g$  aux deux paramètres de Dundurs. Ainsi, chaque calcul est réalisé pour un triplet  $\{\nu^f, E^s, \nu^s\}$  correspondant à différents couples  $(\alpha, \beta)$ .

Dans le cas du problème réduit, le chargement, y compris la pression sur les deux lèvres de la fissure, est appliqué en imposant les contraintes dans les voxels de fissure :

$$\underline{\sigma}^c = \begin{pmatrix} \sigma_{xx}^c & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\sigma_0^f & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (\text{IV.53})$$

L'ouverture des fissures et son intégrale  $\Delta$  sont calculées comme suit (exposant c pour « crack ») :

$$\begin{aligned} \delta(z) &= \epsilon_{xx}^c(z) d \\ \Delta &= d^2 \sum_{i=1}^{N_c} \epsilon_{xx,i}^c \end{aligned} \quad (\text{IV.54})$$

Ainsi, le taux de restitution d'énergie et le coefficient  $g$  sont calculés par :

$$\begin{aligned} G_{ss} &= \frac{\Delta U}{h} = \frac{\sigma_0^f d^2}{2h} \sum_{i=1}^{N_c} \epsilon_{xx,i}^c \\ g &= G_{ss} \frac{2 \bar{E}^f}{\pi (\sigma_0^f)^2 h} = \frac{d^2 \bar{E}^f}{\pi \sigma_0^f h^2} \sum_{i=1}^{N_c} \epsilon_{xx,i}^c \end{aligned} \quad (\text{IV.55})$$

La Figure IV.21 présente l'évolution du coefficient  $g$  calculé en comparaison avec les résultats de Beuth.

Premièrement, les résultats des simulations sont en accord avec le fait que l'évolution du taux de restitution d'énergie en fonction des quatre propriétés élastiques des deux matériaux se résume à une

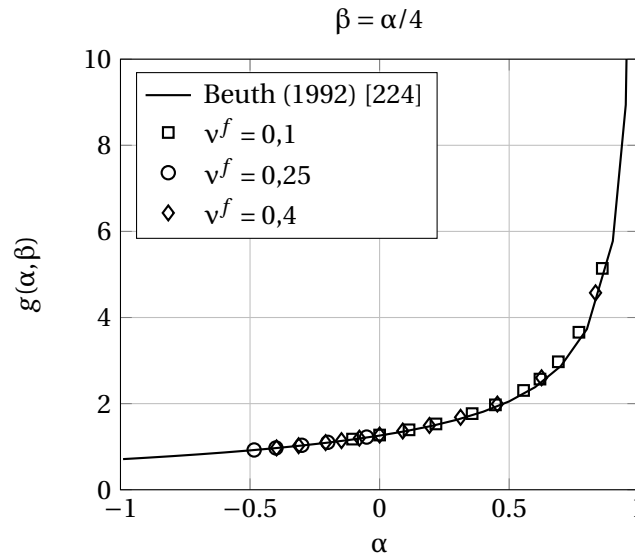


FIGURE IV.21 – Comparaison des résultats analytiques de Beuth (1992) [224] et des résultats numériques obtenus avec AMITEX\_FFTP sur l'évolution du coefficient  $g(\alpha, \beta)$  associé à une fissure isolée dans un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat élastique linéaire.

dépendance aux deux paramètres de Dundurs :  $g(E_f, \nu_f, E_s, \nu_s) = g(\alpha, \beta)$ . Deuxièmement, les résultats de simulations effectuées avec AMITEX\_FFTP sont identiques aux résultats analytiques de Beuth [224], ce qui confirme la validité de la méthodologie numérique (au moins pour le problème considéré). Par ailleurs, cela valide aussi le calcul de l'ouverture de fissure par l'Équation (IV.54).

### IV.3.3 Substrat élastique non linéaire

D'abord, on reproduit le problème réduit avec AMITEX\_FFTP dans le cas d'un substrat au comportement élastique non linéaire (réversible et indépendant de l'histoire de chargement). Dans l'idée de comparer les résultats avec ceux de Beuth et Klingbeil (1996) [229], on utilise exactement la même loi de comportement élastique non linéaire que celle adoptée par les auteurs. Il s'agit de mettre en évidence la relation :

$$g = g\left(\alpha, \beta, \frac{\sigma_0^f}{\sigma_Y^s}, n\right) \quad (IV.56)$$

où  $\sigma_Y^s$  et  $n$  sont respectivement la limite d'élasticité et le coefficient d'écrouissage du substrat, définis par l'Équation (IV.32). Conformément au choix des auteurs,  $\beta = \alpha/4$ .

Pour notre calcul, pour le cas  $\alpha = 0$ , les propriétés élastiques du substrat et du revêtement sont identiques :  $E^f = E^s = 100$  GPa,  $\nu^f = \nu^s = 0,2$ . Pour le cas  $\alpha = 0,9$ ,  $E^s = 4,89$  GPa et  $\nu^s = 0,327$ . La limite d'élasticité du substrat est fixée à  $\sigma_Y^s = 20$  MPa. Plusieurs valeurs de contrainte dans le revêtement  $\sigma_0^f$  sont définies dans le but de faire varier le rapport  $\frac{\sigma_0^f}{\sigma_Y^s}$ . Pour le cas  $\alpha = 0$ , le maillage avec  $\lambda = 100h$ ,  $H = 32h$  et  $d = h/32$  est suffisant. Pour le cas  $\alpha = 0,9$ , il faut modéliser un domaine beaucoup plus grand dû à la forte rigidité du revêtement. À travers une étude de sensibilité (Annexe H.1.2), les valeurs  $\lambda = 640h$ ,  $H = 256h$  et  $d = h/8$  (10 526 720 voxels) sont choisies. Dans ce cas, la taille des voxels a été augmentée pour alléger le calcul sans impact significatif sur le résultat. Ainsi, on note un inconvénient de la méthode FFT qui impose une densité homogène des voxels partout dans la microstructure, ce qui peut alourdir inutilement le calcul.

Beuth et Klingbeil [229] calculent le premier terme de l'Équation (IV.50) de manière indirecte à partir de l'évolution de l'ouverture de fissure avec l'augmentation de pression  $\sigma_0^f$ . Dans notre cas, on calcule ce terme directement à partir de l'intégration des champs dans le volume. Le taux de restitution d'énergie dans le cas du problème réduit est ainsi calculé par :

$$G_{ss} = \frac{\Delta U}{h} = \frac{1}{h} \left[ \sigma_0^f \Delta - \frac{1}{d} \int_V w dV \right] = \frac{1}{h} \left[ d^2 \sigma_0^f \sum_{i=1}^{N_c} \varepsilon_{xx,i}^c - d^2 \left( \sum_{i=1}^{N^f} w_i^f + \sum_{i=1}^{N^s} w_i^s \right) \right] \quad (IV.57)$$

Comme illustré sur la Figure IV.22, les résultats des simulations avec AMITEX\_FFTP sont très proches de ceux de Beuth et Klingbeil.

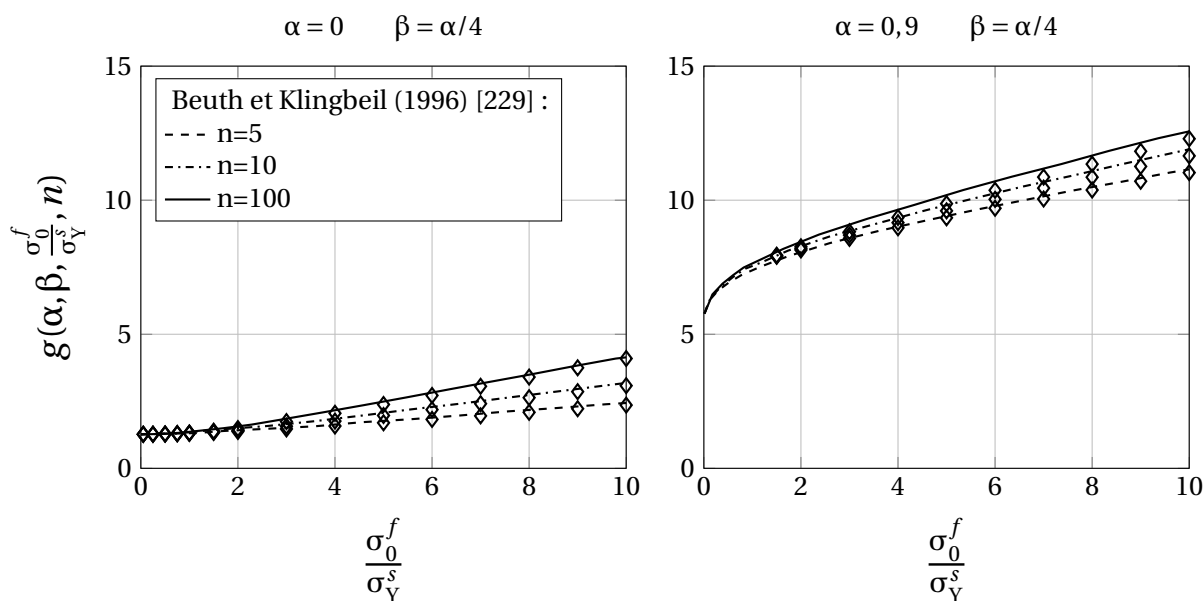


FIGURE IV.22 – Comparaison des résultats de Beuth et Klingbeil (1996) [229] (lignes) et des résultats numériques obtenus avec AMITEX\_FFTP (symboles diamant) sur l'évolution du coefficient  $g(\alpha, \beta, \frac{\sigma_0^f}{\sigma_Y^s}, n)$  associé à une fissure isolée dans un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat élastique non linéaire.

### IV.3.4 Substrat élasto-plastique

L'approche basée sur le principe de superposition et le problème réduit ne peut pas être étendue au cas d'un chargement externe avec un substrat plastique. On se propose ici de valider l'approche considérant le problème initial, avec les énergies évaluées avant et après fissuration. On travaille directement sur le problème initial avec la loi de comportement avec écoulement plastique (Équation (IV.34)) pour le substrat (équivalent en traction uniaxiale monotone à la loi d'élasticité non linéaire utilisée ci-dessus). Il s'agit d'attribuer un coefficient de dilatation fictif au revêtement et d'appliquer un chargement thermique pour générer une contrainte résiduelle dans le revêtement. On introduit ensuite une fissure dans le revêtement en diminuant le module d'élasticité des voxels de fissure vers 0, comme décrit dans la Partie IV.2.5. Le nombre de pas de fissuration est de 1. Autrement dit, la fissuration est introduite de manière brutale et AMITEX\_FFTP se charge de trouver un nouvel état d'équilibre. Le taux de restitution d'énergie est calculé par :

$$G_{ss} = \frac{\Delta U}{h} = \frac{U_1 - U_2}{dh} = \frac{W_1 - W_2}{dh} \quad (IV.58)$$

En effet, on vérifie que le résultat est identique à celui obtenu avec le problème réduit. Cela confirme la validité de l'utilisation d'une loi élastique non-linéaire au lieu d'une loi d'écoulement plastique pour le problème de fissuration du revêtement due aux contraintes résiduelles. De plus, cela valide également la procédure utilisée pour calculer l'énergie de déformation dans le cas d'un substrat au comportement élasto-plastique (Équation (IV.44)).

#### IV.4 Application à la fissuration d'un revêtement due à un chargement externe unidirectionnel : Seuil de fissuration

Dans cette partie, on utilise la méthodologie numérique décrite et validée dans la partie précédente pour étudier le taux de restitution d'énergie associé à la propagation des premières fissures au seuil de fissuration ( $\sim$  fissures isolées) dans notre revêtement de Cr. On se limite au cas de la traction uniaxiale où le seuil de fissuration en termes de déformations est trouvé égal à  $0,39 \pm 0,01\%$  (cf. Chapitre 3). La distribution des champs avant et après fissuration est étudiée. On commence avec le cas d'un substrat élastique linéaire. La plasticité du substrat est ensuite prise en compte. Le revêtement est considéré élastique linéaire et ne plastifie pas. Les épaisseurs du revêtement et du substrat sont celles correspondant aux gaines de combustible avec une épaisseur de Cr de  $15 \mu\text{m}$  et de substrat de  $570 \mu\text{m}$ .

##### IV.4.1 Substrat élastique linéaire

Le taux de restitution d'énergie associé à la propagation d'une fissure isolée dans un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat élastique linéaire soumis à un chargement externe unidirectionnel n'est pas différent de celui obtenu dans le cas de la fissuration due aux contraintes résiduelles. La Figure IV.23 illustre cette équivalence par le principe de superposition. En effet, on revient toujours au problème réduit utilisé par Beuth et Klingbeil [229].

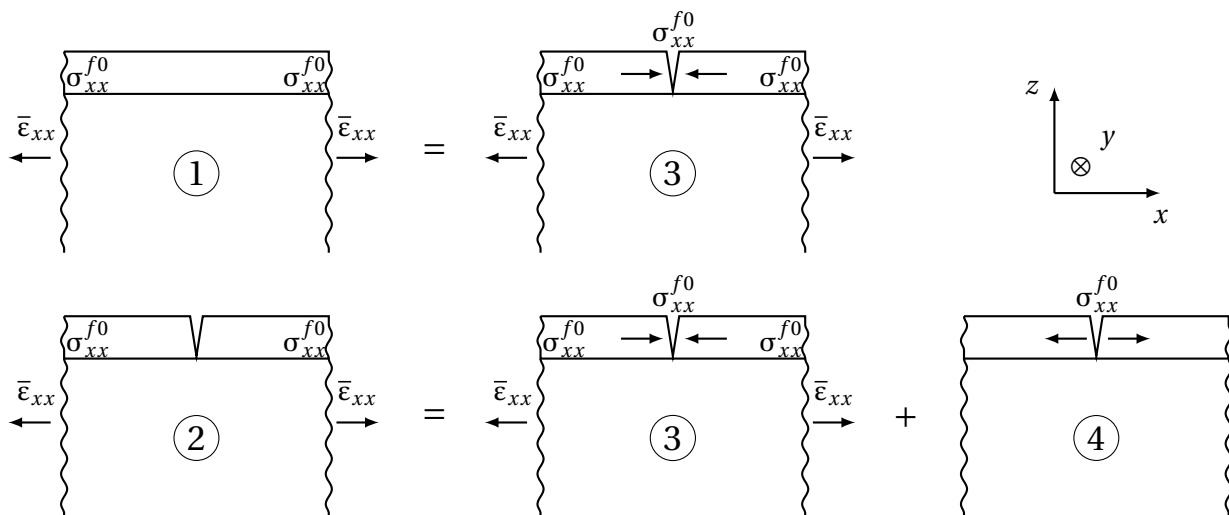


FIGURE IV.23 – Principe de superposition dans le cas d'un revêtement et d'un substrat élastiques linéaires soumis à un chargement externe.

Le taux de restitution d'énergie est ainsi calculé par :

$$G_{ss} = \frac{\pi (\sigma_{xx}^{f0})^2 h}{2 \bar{E}^f} g(\alpha, \beta) \quad (IV.59)$$

où  $\sigma_{xx}^{f0}$  est la contrainte dans le revêtement non fissuré (juste avant la fissuration) qui peut être calculée analytiquement comme suit (hypothèse de déformation plane généralisée) :

$$\sigma_{xx}^{f0} = \sigma_0^f + \bar{\epsilon}_{xx} \left[ E^f + \frac{E^s v^f (v^f - v^s)}{\frac{E^s}{E^f} (1 - (v^f)^2) + \frac{h}{H} (1 - (v^s)^2)} \right] \quad (IV.60)$$

On note qu'une contrainte résiduelle compressive dans le revêtement doit reporter le chargement critique de fissuration du revêtement à un niveau plus élevé. La différence correspond au chargement nécessaire pour rendre nulle la contrainte dans le revêtement  $\sigma_{xx}^f$ .

On applique cette formule au cas du système Cr/M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante ( $E^f = 290$  GPa,  $v^f = 0,22$ ,  $E^s = 92$  GPa,  $v^s = 0,372$ ). La fonction  $g(\alpha, \beta)$  peut être approchée par l'Équation (IV.14). Dans ce cas,  $\alpha = 0,48$  et  $g \approx 2$ . Pour un seuil de fissuration en déformation de 0,39%, si on suppose que le niveau des contraintes résiduelles dans le plan du revêtement de Cr est de  $\sigma_0^f = -300$  MPa, on trouve un taux de restitution d'énergie critique  $G_c = 98$  J.m<sup>-2</sup>.

On s'intéresse aux champs mécaniques dans le revêtement fissuré et dans le substrat. La simulation est effectuée avec  $\lambda = 100h$ ,  $d = h/32$  et  $H = 38h$ . L'épaisseur du revêtement est de  $h = 15$  μm. On note que l'épaisseur du substrat est assez grande pour que l'on puisse l'assimiler à un substrat semi-infini (Annexe H). La Figure IV.24 présente le champ de déformation  $\epsilon_{xx}$  normé par la déformation moyenne imposée  $\bar{\epsilon}_{xx}$  dans le revêtement et le substrat après la fissuration. Seule la moitié du champ est représentée.

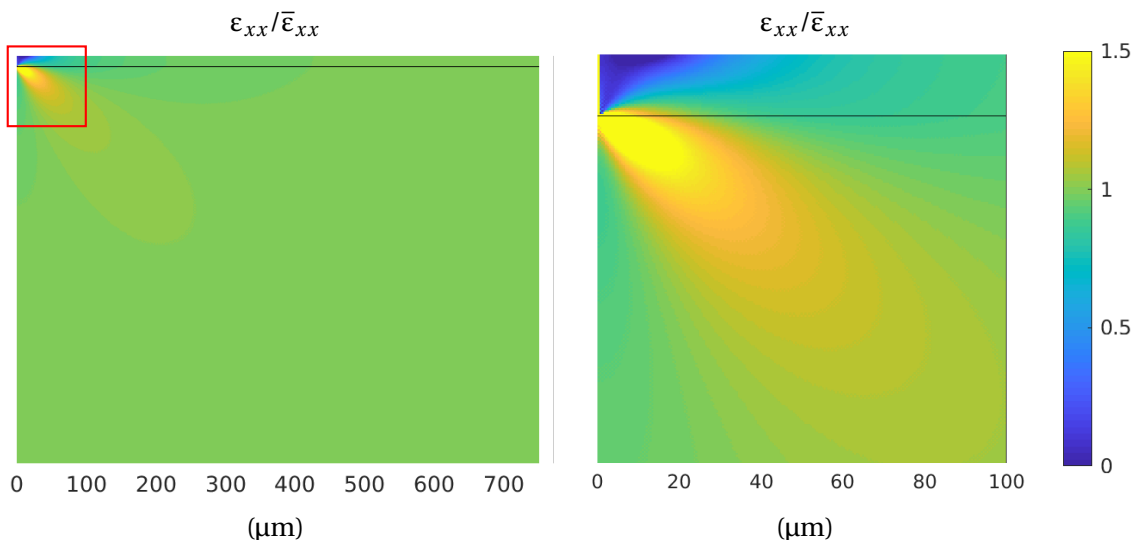


FIGURE IV.24 – Champ de déformation  $\epsilon_{xx}$  normée par la déformation moyenne imposée  $\bar{\epsilon}_{xx}$  dans le revêtement et le substrat après la fissuration (substrat et revêtement élastiques). Seule la moitié du champ est représentée.

La déformation dans le substrat est répartie de manière hétérogène dans une zone d'environ  $200 \times 200$  μm<sup>2</sup> au fond de la fissure. Elle est localisée dans des bandes de déformation orientées à

environ  $45^\circ$  par rapport à l'interface substrat/dépôt. Cela induit une relaxation des contraintes dans les zones sous la fissure et sous les pavés non fissurés de dépôts (relativement loin du fond de fissure).

La présence d'une fissure relaxe la contrainte dans le revêtement en son voisinage. L'effet de la relaxation diminue lorsqu'on s'écarte de la fissure, dû à la transmission du chargement du substrat à travers l'interface substrat/revêtement. Proche de la fissure ( $< 80 \mu\text{m}$ ), la déformation axiale ainsi que la contrainte axiale dans le revêtement ne sont pas homogènes dans l'épaisseur du revêtement. Elles augmentent de la surface libre jusqu'à l'interface. Pour le mettre en évidence, on trace l'évolution de la contrainte  $\sigma_{xx}^f$  dans le revêtement en fonction de la distance par rapport à la fissure, à différentes profondeurs par rapport à la surface libre (Figure IV.25). D'abord, on constate qu'une zone de compression se développe au niveau de la surface libre au voisinage de la fissure. Ensuite, comme cela a été noté par Wang et al. (2018) [256] par la méthode des éléments finis pour un revêtement composite polymère/céramique déposé sur un substrat en acier, on retrouve que la zone proche de l'interface substrat/revêtement au voisinage de la pointe de fissure est fortement sollicitée.

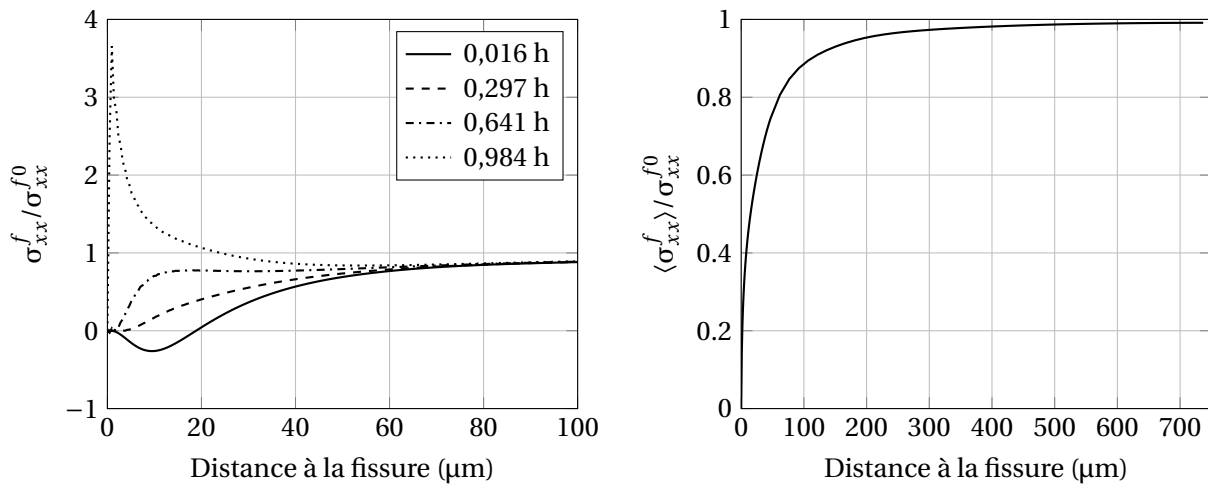


FIGURE IV.25 – Évolution de la contrainte  $\sigma_{xx}^f$  dans le revêtement à différentes profondeurs (exprimées en fonction de l'épaisseur  $h$  du revêtement) par rapport à la surface libre (image de gauche) et de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle$  (image de droite), normées par la valeur dans le cas d'un revêtement non fissuré  $\sigma_{xx}^{f0}$ , en fonction de la distance (selon la direction  $x$ ) par rapport à la fissure (substrat et revêtement élastiques).

Le profil de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement (notée  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle$ ) est tracé sur la Figure IV.25 en fonction de la distance selon  $x$  par rapport à la fissure. On trouve que la taille de la zone dans laquelle les contraintes sont relaxées ( $< 90\%$  de la contrainte avant la fissuration) est de  $\sim 120 \mu\text{m}$ . Cette valeur est comparable avec celle prévue par le modèle semi-analytique proposé par Xia et Hutchinson ( $\sim 100 \mu\text{m}$ , Annexe E.4) et plus faible que celles prévues par le modèle de Mezin ( $\sim 300 \mu\text{m}$ ) (Annexe E.2) et par le modèle de Hsueh et Yanaka ( $\sim 350 \mu\text{m}$ ) (Annexe E.6). La différence par rapport à ces deux modèles est liée aux hypothèses utilisées par les auteurs. Mezin autorise l'ouverture du fond de fissure tandis que Hsueh et Yanaka utilisent une condition aux limites « faible » au niveau de la fissure (contrainte nulle en moyenne sur la surface de la fissure) ; avec ces hypothèses, la redistribution locale de la contrainte ne peut pas être étudiée correctement.

#### IV.4.2 Substrat élasto-plastique

La singularité du champ de contrainte en pointe de la fissure doit dans notre cas conduire à une plastification du substrat. On s'attend à ce que l'effet de cette plastification soit plus important lorsque la fissuration du revêtement est due à un chargement externe que lorsqu'elle est liée aux contraintes résiduelles puisqu'au moment de la fissuration, la contrainte dans le substrat est proche de ou même dépasse sa limite d'élasticité. Par conséquent, le comportement plastique du substrat doit être considéré pour correctement estimer ou plus exactement pour ne pas sous-estimer le taux de restitution d'énergie du revêtement de Cr à partir du seuil de fissuration. De plus, l'effet des contraintes résiduelles compressives dans le substrat doit aussi être considéré.

L'irréversibilité de la déformation due à la plasticité doit être considérée vu que l'évolution de la déformation du substrat n'est à priori pas monotone. Pour la modéliser, on utilise la loi d'écoulement plastique décrite dans la partie IV.2.4. Les paramètres de la loi sont déterminés par l'ajustement de l'Équation (IV.36) aux courbes expérimentales (en fixant  $\alpha_0$  et  $E^f$ ) obtenues lors d'un essai de traction axiale réalisé sur un tube en M5<sub>Framatome</sub> non revêtu (Figure IV.26) :

$$E^s = 92 \text{ GPa}, \quad \sigma_Y^s = 326,7 \text{ MPa}, \quad \varepsilon_Y^s = \frac{\sigma_Y^s}{E^s} = 0,36\% \quad (\text{IV.61})$$

$$\alpha_0 = 0,4, \quad n = 10,8$$

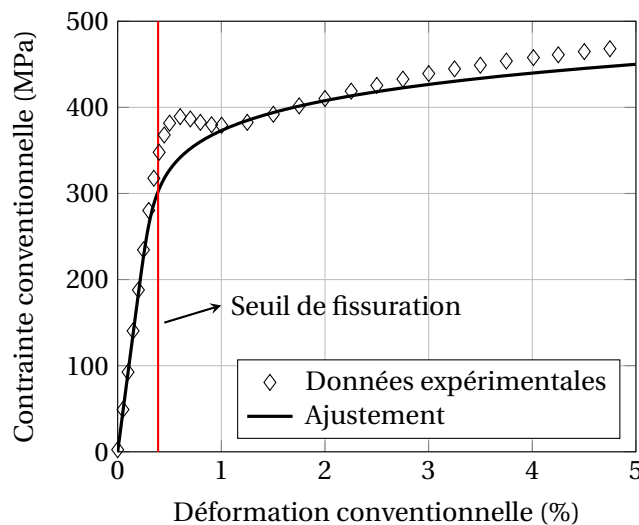


FIGURE IV.26 – Ajustement de l'Équation (IV.36) aux courbes expérimentales obtenues lors d'un essai de traction axiale sur un tube en M5<sub>Framatome</sub> non revêtu.

L'idée est d'évaluer, pour un niveau de contraintes résiduelles  $\sigma_0^f$  donné, le taux de restitution d'énergie du revêtement associé à la propagation d'une fissure isolée pour différents niveaux de chargement externe  $\bar{\varepsilon}_{xx}$  :

$$G_{ss} = G_{ss}(\bar{\varepsilon}_{xx}) \quad (\text{IV.62})$$

Ainsi, le taux de restitution d'énergie critique du revêtement  $G_c$  ou le seuil de fissuration du revêtement  $\varepsilon_c$  sont évalués selon le critère énergétique :

$$G_{ss}(\varepsilon_c) = G_c \quad (\text{IV.63})$$

Les contraintes résiduelles sont introduites par un chargement thermique initial avant le chargement mécanique. L'hypothèse de déformations planes généralisées est utilisée. En raison de la non-linéarité du comportement et de la présence de contraintes non nulles dans le substrat avant la fissuration, le principe de superposition n'est plus valable. Il est nécessaire de travailler directement sur le problème initial et non sur le problème réduit (cf. Partie IV.3.1).

La microstructure modélisée (y compris la distance entre fissures) doit être assez large pour que les fissures puissent être considérées comme isolées. La taille minimale à représenter est d'autant plus grande que le niveau de chargement est élevé. Des études paramétriques ont montré qu'une valeur  $\lambda = 2000h$  est nécessaire pour assurer l'absence d'interaction entre fissures jusqu'à 0,6% de déformation (Annexe H.2). L'épaisseur du substrat est fixée à  $H = 38h$ , en cohérence avec l'épaisseur de la gaine en alliage de zirconium de 0,57 mm et l'épaisseur du revêtement de 15  $\mu\text{m}$ . Cela est important parce que l'épaisseur relative du substrat a un effet sur les résultats, comme montré ultérieurement. La taille de voxels est choisie à  $d = h/8$ , ce qui est suffisant pour assurer la convergence des résultats sans trop alourdir le calcul (Annexe H.2). La microstructure finale simulée est composée de 5 024 000 voxels.

Puisque la loi d'écoulement plastique du substrat est dépendante du trajet de chargement, les résultats sont sensibles au nombre de pas de fissuration NP. La Figure IV.27 présente l'évolution du taux de restitution d'énergie en fonction du nombre de pas de fissuration dans un cas typique :  $\sigma_0^f = 0$  et fissuration du revêtement à  $\bar{\epsilon}_{xx} = 0,4\%$ . Bien que cette évolution reste modérée, voire faible, on peut observer qu'il y a convergence des résultats lorsqu'on augmente le nombre de pas de fissuration. Pour notre étude, on choisit  $NP = 32$  qui conduit à une différence  $< 1\%$  sur la valeur du taux de restitution d'énergie par rapport au cas  $NP = 128$  tandis qu'un seul pas de fissuration donne une différence d'environ 3%.

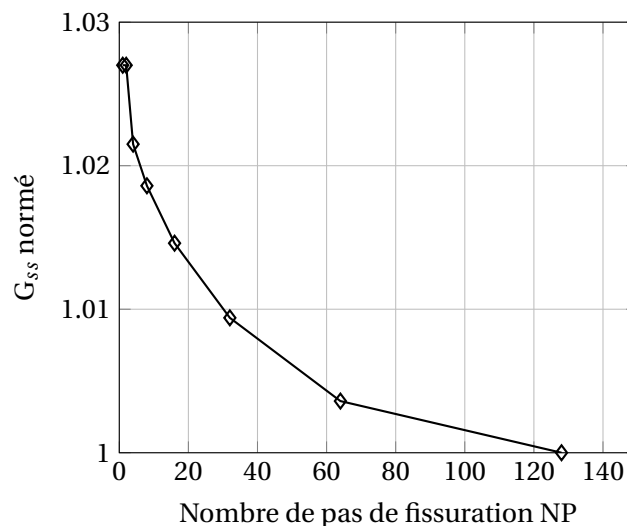


FIGURE IV.27 – Évolution du taux de restitution d'énergie (normé) en fonction du nombre de pas de fissuration (substrat élasto-plastique, revêtement élastique).

On s'intéresse à la pertinence de l'utilisation d'une loi d'écoulement plastique, qui demande un calcul plus long, par rapport à l'utilisation d'une loi d'élasticité non linéaire (Tableau IV.3). Pour cela, on compare les taux de restitution d'énergie évalués avec ces deux lois de comportement (qui sont équivalentes dans le cas d'un chargement monotone) (Figure IV.28). Il est trouvé que la loi d'élasticité non linéaire donne des résultats quasi-identiques à ceux de la loi d'écoulement plastique si le substrat



n'atteint pas sa limite d'élasticité avant la fissuration ( $\bar{\epsilon}_{xx}/\epsilon_Y^s < 1$ ). Au-delà, la loi d'élasticité non linéaire sur-estime le taux de restitution d'énergie, avec une différence de  $\sim 6\%$  et de  $\sim 10\%$  pour  $\bar{\epsilon}_{xx}/\epsilon_Y^s = 1$  et 1,25 respectivement. Or, les résultats obtenus suggèrent que la fissuration du revêtement de Cr se produit après plastification du substrat. Il semble donc qu'il faille utiliser une loi élasto-plastique dans le cas présent. Par ailleurs, le critère de convergence (sur l'équilibre local) par défaut dans AMITEX\_FFTP (1E-4) n'est pas suffisant pour assurer la justesse des résultats (Annexe H.2). Un critère de 1E-6 sera utilisé.

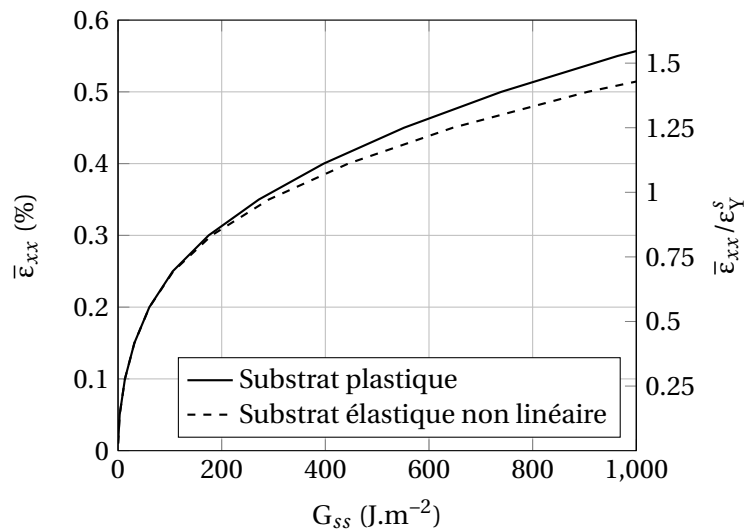


FIGURE IV.28 – Comparaison de l'évolution du taux de restitution d'énergie  $G_{ss}$  en fonction du chargement  $\bar{\epsilon}_{xx}$  lors de la fissuration, calculée avec deux lois de comportement différentes du substrat, équivalentes dans le cas d'un chargement monotone : loi d'élasticité non linéaire et loi d'écoulement plastique. Les contraintes résiduelles du revêtement sont nulles.

Critère de convergence	Loi d'écoulement plastique		Loi d'élasticité non linéaire
	NP = 1	NP = 32	
1E-4	24	83	39
1E-6	199	808	408

TABLEAU IV.3 – Temps de calcul (en secondes) pour différentes lois de comportement du substrat pour un calcul typique : 5 024 000 voxels,  $\bar{\epsilon}_{xx} = 0,4\%$  ( $\sim$  seuil de fissuration) et  $\sigma_0^f = 0$ , réalisé sur 8 nœuds (28 processeurs<sup>8</sup> chacun) du cluster Marquises du CEA.

Les résultats sont illustrés sur la Figure IV.29 pour trois niveaux de contraintes résiduelles : 0, -300 MPa, -600 MPa (ces valeurs couvrent le niveau attendu des contraintes résiduelles dans le revêtement de Cr). Pour un même niveau de chargement, le taux de restitution d'énergie associé à la fissuration d'un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat plastique est plus important que dans le cas d'un substrat élastique linéaire. Autrement dit, un même revêtement (même  $G_c$ ) va fissurer pour un niveau de déformation plus faible s'il est déposé sur un substrat plastique. Par conséquent, on peut

8. 2 x Intel Xeon 6132, 2.6GHz (skylake).

s'attendre à ce que le durcissement du substrat en alliage de zirconium par l'irradiation par exemple conduise à une élévation du seuil de fissuration en déformation du revêtement (au moins sous la condition que le substrat n'est pas fissuré).

Ensuite, le taux de restitution d'énergie dépend largement du niveau des contraintes résiduelles dans le revêtement (avant application du chargement externe). Conformément à l'intuition, un même revêtement va fissurer pour un niveau de déformation plus élevé si ses contraintes résiduelles compressives sont plus importantes. La Figure IV.30 présente le taux de restitution d'énergie associé au seuil de fissuration expérimental  $\bar{\epsilon}_{xx} = 0,39\%$ , en fonction du niveau des contraintes résiduelles dans le revêtement  $\sigma_0^f$ . Le taux de restitution d'énergie critique varie de 370 à 50  $\text{J.m}^{-2}$  lorsque les contraintes résiduelles varient de 0 à -600 MPa. Ainsi, il est crucial de connaître les contraintes résiduelles dans le revêtement pour correctement évaluer le taux de restitution d'énergie critique  $G_c$  du revêtement. Si  $\sigma_0^f = -300$  MPa,  $G_c$  vaut 170  $\text{J.m}^{-2}$ . Cette valeur, qui est cohérente avec celles reportées dans la littérature pour le chrome massif (entre 100 à 300  $\text{J.m}^{-2}$ , cf. Chapitre 2), est plus grande que la valeur de 98  $\text{J.m}^{-2}$  obtenue si on ne considère pas la plasticité du substrat.

La Figure IV.31 présente le champ de déformation  $\epsilon_{xx}$  (normé) dans le revêtement et le substrat juste après la fissuration du revêtement à 0,2%, 0,4% et à 0,6% de déformation moyenne dans le cas d'une contrainte résiduelle nulle. On trouve que jusqu'à 0,2% de déformation ( $\bar{\epsilon}_{xx}/\epsilon_Y^s = 0,56$ ), la zone plastifiée localisée reste confinée au fond de la fissure. Mais si la fissuration se produit à des niveaux plus grands de chargement, cette zone se développe sur un domaine plus large selon une direction à environ 45° par rapport à l'interface revêtement/substrat et à la direction de chargement mécanique. En particulier, à 0,6% de déformation ( $\bar{\epsilon}_{xx}/\epsilon_Y^s = 1,69$ ), cette zone plastifiée atteint la surface inférieure du substrat. Cela suggère que l'hypothèse du substrat semi-infini n'est plus valable dans ce cas, et que l'effet de l'épaisseur  $H$  doit être pris en compte malgré un rapport  $H/h = 38$  assez élevé.

La plasticité du substrat induit une relaxation des contraintes plus importante que celle observée dans le cas d'un substrat élastique linéaire (Figure IV.32). En particulier, on observe une légère sur-contrainte dans le revêtement à environ 400-600  $\mu\text{m}$  de la fissure. Cette distance est égale approximativement à l'épaisseur du substrat (570  $\mu\text{m}$ ). Cette sur-contrainte est probablement liée au développement de la zone plastifiée localisée jusqu'à la surface inférieure du substrat. Pour confirmer cette hypothèse, une simulation a été faite dans le cas d'un substrat moins épais ( $H = 20h = 300 \mu\text{m}$ ). En effet, on trouve que la sur-contrainte dans le revêtement est dans ce cas plus proche de la fissure, à une distance proche de l'épaisseur du substrat par rapport à la fissure (Figure IV.33).

Beuth et Klingbeil (1996) [229] interprètent l'augmentation du taux de restitution d'énergie avec la plasticité du substrat par l'augmentation de l'ouverture des fissures. Pour le mettre en évidence, on étudie l'ouverture des fissures (calculée par l'Équation (IV.54)) juste après la fissuration aux différents niveaux de chargement  $\bar{\epsilon}_{xx}$ , dans le cas d'une contrainte résiduelle nulle du revêtement  $\sigma_0^f = 0$  (Figure IV.34). On trouve que la localisation de la déformation plastique dans le substrat au fond de fissure conduit à une augmentation significative de l'ouverture des fissures dans toute l'épaisseur du revêtement. Les deux lèvres de la fissure deviennent quasi parallèles.

On note une ouverture de  $\sim 1 \mu\text{m}$  pour une fissuration à 0,4% de déformation (contraintes résiduelles nulles), dans le cas où on tient compte de la plasticité du substrat. Cette valeur est beaucoup plus grande que l'ouverture des fissures mesurée expérimentalement au seuil de fissuration (0,39%) du revêtement ( $\sim 200 \text{ nm}$ , cf. Figure III.42, page 89). Cette différence est probablement liée aux

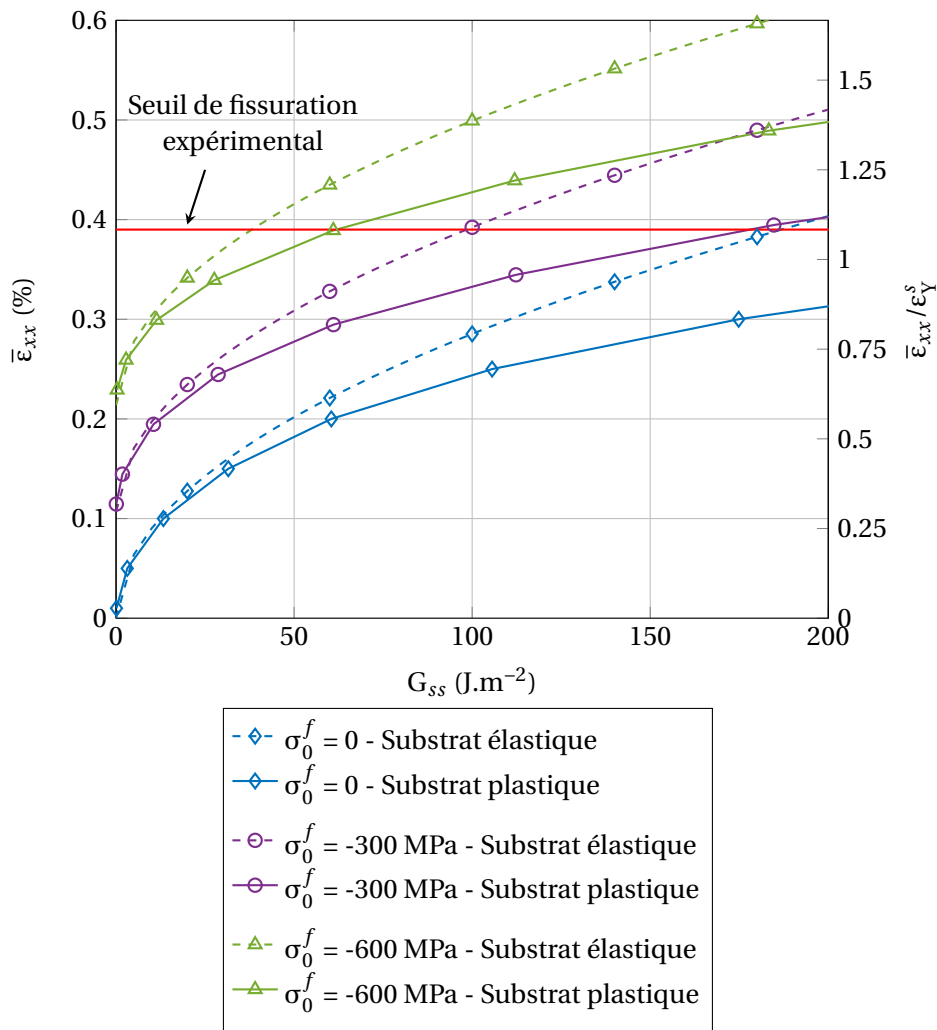


FIGURE IV.29 – Évolution du taux de restitution d’énergie  $G_{ss}$  en fonction du chargement  $\bar{\epsilon}_{xx}$  lors de la fissuration, pour différents niveaux de contraintes résiduelles dans le revêtement (la ligne rouge illustre le seuil de fissuration mesuré lors des essais de traction uniaxiale).

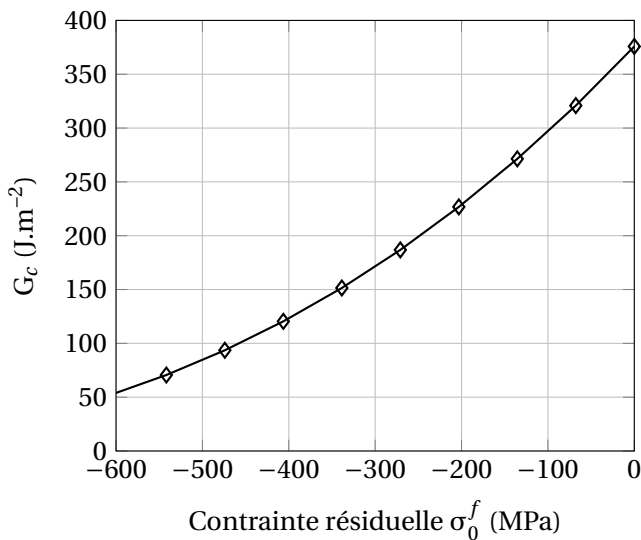


FIGURE IV.30 – Évolution du taux de restitution d’énergie critique  $G_c$  en fonction du niveau de contraintes résiduelles dans le revêtement  $\sigma_0^f$ , associée à la propagation d’une fissuration isolée à  $\bar{\epsilon}_{xx} = 0,39\%$  (substrat élasto-plastique, revêtement élastique).

contraintes résiduelles compressives du revêtement qui réduisent la contrainte dans le revêtement pour un chargement donné. La Figure IV.35 présente l'ouverture des fissures pour différents niveaux de contraintes résiduelles du revêtement, juste après la fissuration à 0,39% de déformation (seuil de fissuration déterminé expérimentalement). Ainsi, l'ouverture des fissures au seuil de fissuration diminue de 0,9 à 0,3  $\mu\text{m}$  si  $\sigma_0^f$  varie de 0 à -600 MPa. Néanmoins, on surestime encore l'ouverture expérimentale des fissures. On notera enfin que la plasticité du revêtement de Cr, mise en évidence expérimentalement, n'a pas pu être prise en compte dans le cadre de la thèse. À ce stade, les résultats obtenus sont encore trop préliminaires pour être présentés.

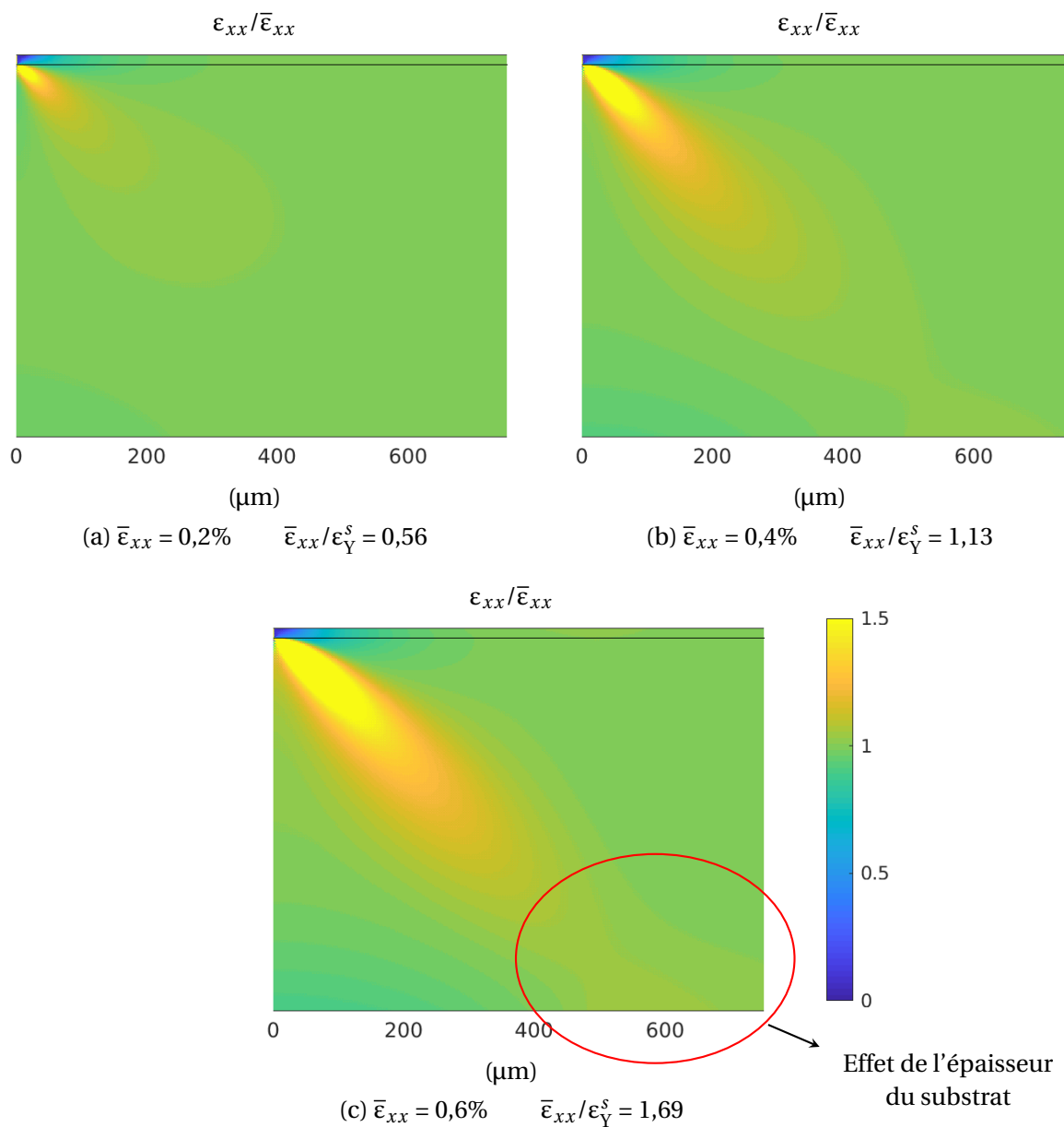


FIGURE IV.31 – Champ de déformation  $\varepsilon_{xx}$  normée par la déformation moyenne imposée  $\bar{\varepsilon}_{xx}$  dans le revêtement et le substrat après la fissuration pour différents niveaux de chargements (substrat élasto-plastique, revêtement élastique). Seule une partie de la microstructure simulée est présentée.

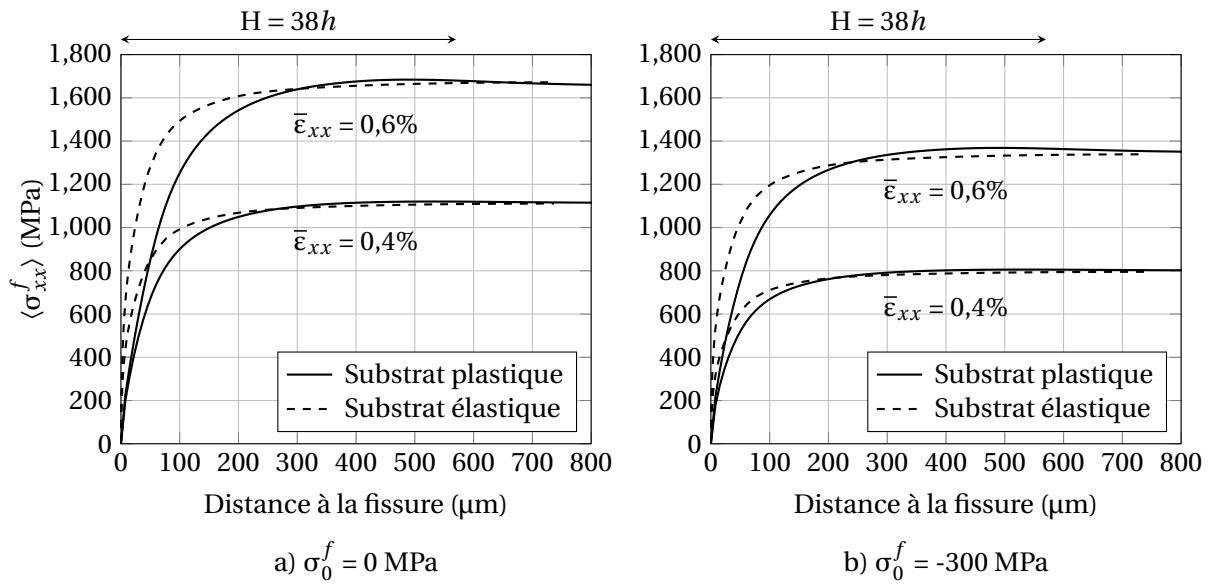


FIGURE IV.32 – Évolution de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle$  en fonction de la distance à la fissure (pour un substrat d'épaisseur  $H = 38h$ ), juste après la fissuration à  $\bar{\epsilon}_{xx} = 0,4\%$  et  $0,6\%$  pour deux niveaux de contraintes résiduelles dans le revêtement : a)  $\sigma_0^f = 0$ , b)  $\sigma_0^f = -300$  MPa.

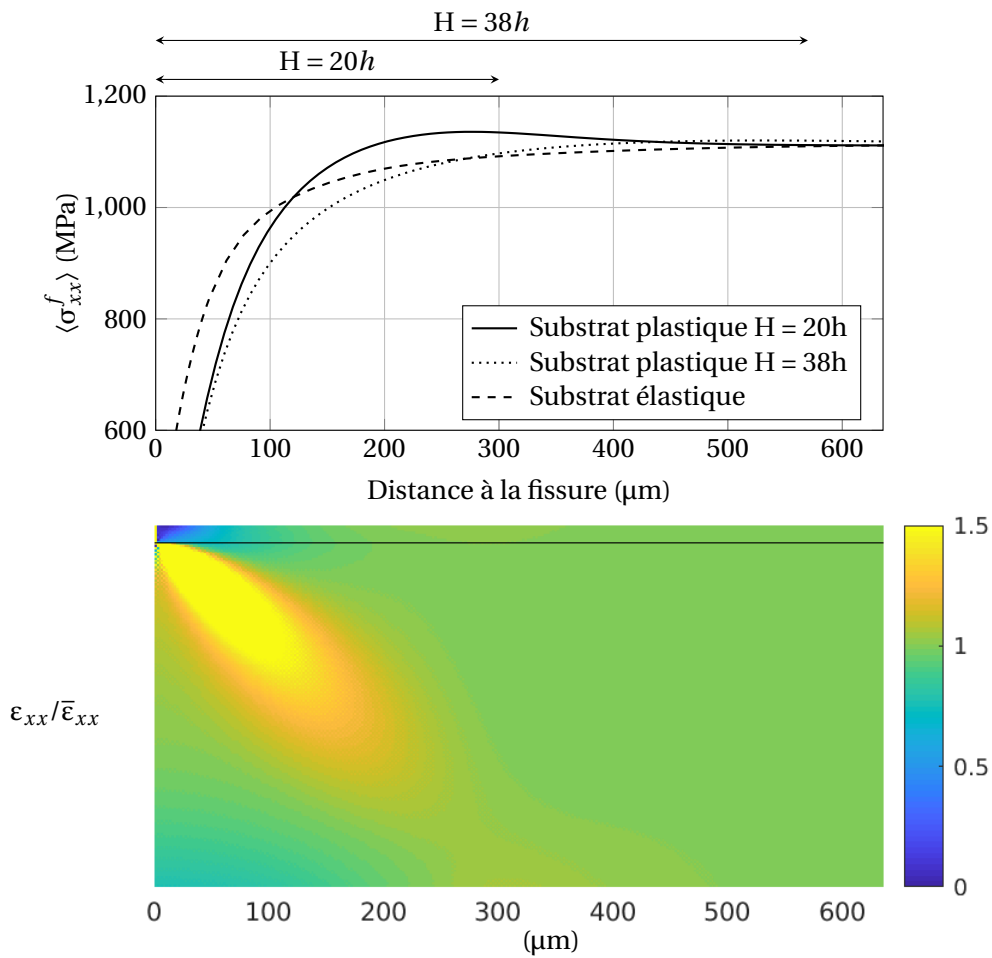


FIGURE IV.33 – Évolution de la contrainte  $\sigma_{xx}^f$  moyenne dans l'épaisseur du revêtement en fonction de la distance à la fissure, juste après la fissuration à  $\bar{\epsilon}_{xx} = 0,4\%$ , dans le cas d'un substrat (élasto-plastique) moins épais  $H = 20h = 300 \mu\text{m}$  ( $h = 15 \mu\text{m}$ ).

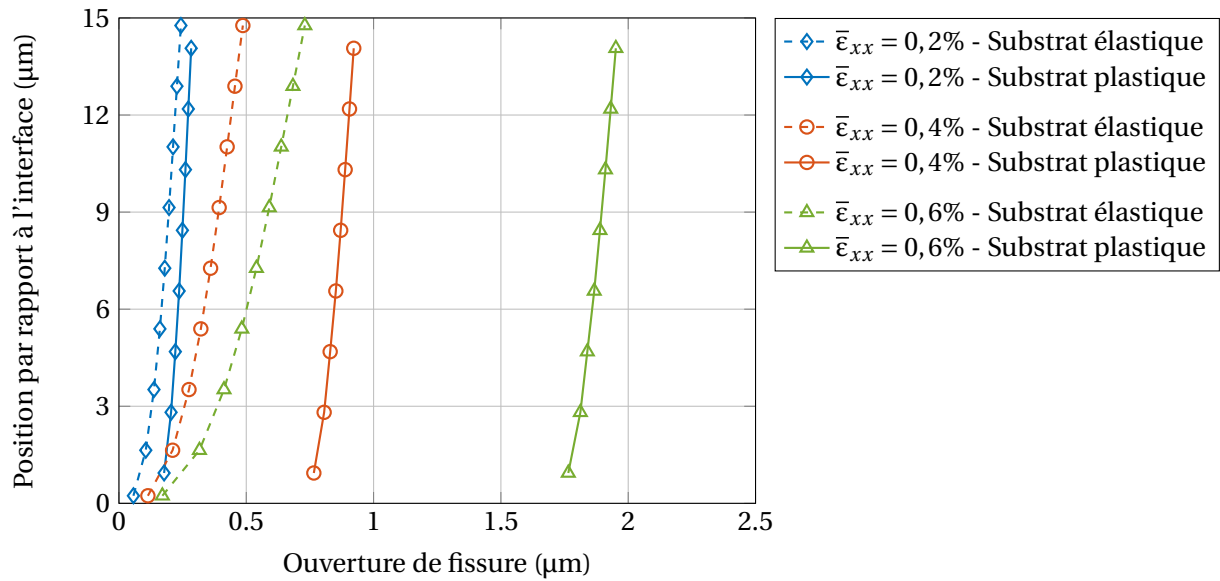


FIGURE IV.34 – Ouverture des fissures dans l'épaisseur du revêtement juste après la fissuration aux différents niveaux de chargement  $\bar{\epsilon}_{xx}$  (contraintes résiduelles nulles).

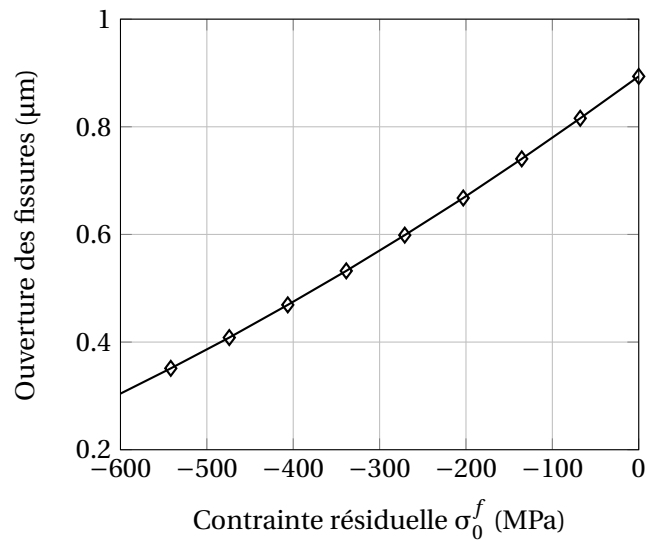


FIGURE IV.35 – Ouverture des fissures juste après la fissuration du revêtement à  $\bar{\epsilon}_{xx} = 0,39\%$  pour différents niveaux de contraintes résiduelles dans le revêtement (substrat élasto-plastique, revêtement élastique).

## IV.5 Application à la fissuration d'un revêtement due à un chargement externe unidirectionnel : Cinétique de fissuration

Dans la partie précédente, on a étudié le taux de restitution d'énergie associé à la propagation d'une fissure isolée dans le revêtement. Cela permet d'évaluer le taux de restitution d'énergie critique du revêtement à partir du seuil de fissuration (en déformation) mesuré ou, dans le sens inverse, de prévoir le seuil de fissuration en connaissant le taux de restitution d'énergie critique du revêtement. Pour simuler la cinétique de fissuration et interpréter la saturation de la fissuration du revêtement, on doit tenir compte des effets de fissures pré-existantes sur la propagation d'une nouvelle fissure. Cela fait l'objet de cette partie.

Pour dissocier les effets, on étudie tout d'abord le cas d'un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat élastique linéaire. Ensuite, la plasticité du substrat est considérée. On suppose que le revêtement ne plastifie pas.

### IV.5.1 Substrat élastique linéaire

Pour notre étude, on fait l'hypothèse qu'une nouvelle fissure se propage toujours au milieu de deux fissures pré-existantes et qu'à un chargement donné, les fissures sont régulièrement séparées. Par conséquent, dans ce cas complètement linéaire, les fissures sont toutes équivalentes (les champs de contrainte et de déformation au voisinage des fissures sont identiques).

Comme discuté dans la Partie IV.1.5, le taux de restitution d'énergie associé à la propagation séquentielle d'une nouvelle fissure au milieu de deux fissures pré-existantes peut être calculé indirectement à partir du taux de restitution d'énergie associé à la propagation simultanée des fissures régulièrement séparées (Équation (IV.17)). Ainsi, on peut utiliser la microstructure illustrée sur la Figure IV.19 qui correspond à la propagation simultanée de fissures séparées de  $\lambda$ . On fait varier la largeur  $\lambda$  dans le but d'évaluer  $G_{ss}^*(\lambda)$ . Les résultats reportés ci-dessous ont été obtenus avec  $H = 38h$  et  $d = h/32$ . On note qu'une taille de voxel plus petite ( $d = h/256$ ) est utilisée pour assurer une bonne précision sur les résultats dans le cas des faibles distances entre fissures ( $\lambda < 4h$ ) (Annexe H.3.1).

Avant d'aborder le taux de restitution d'énergie, on s'intéresse aux champs mécaniques dans le revêtement et le substrat. Les Figures IV.36 et IV.37 présentent les champs de déformation  $\epsilon_{xx}$  (normée par la déformation moyenne imposée  $\bar{\epsilon}_{xx}$ ) et l'évolution de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle$  (normée par la contrainte dans un revêtement non fissuré  $\sigma_{xx}^{f0}$ ) avant et après la propagation séquentielle des nouvelles fissures entre deux fissures initiales séparées de  $\lambda_0 = 100h = 1,5 \text{ mm}$ . Tout d'abord, les résultats montrent que quand les fissures sont assez proches, les bandes de déformation localisée dans le substrat au voisinage des fissures interagissent, de telle sorte que sous les pavés non fissurés du revêtement, le substrat est relaxé.

Ensuite, on montre que la contrainte dans le revêtement est maximale au milieu du pavé non fissuré et la contrainte est d'autant plus relaxée que la distance interfissures est faible. Cela est mis en évidence sur la Figure IV.38 qui représente le rapport entre la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement au milieu du pavé non fissuré du revêtement et la valeur dans un revêtement non fissuré, en fonction de la largeur du pavé. En effet, la contrainte au milieu du pavé non fissuré est réduite de plus de 10% pour une déformation macroscopique donnée quand la distance interfissures est inférieure à 450  $\mu\text{m}$  soit moins de 30 fois l'épaisseur du revêtement. Logiquement, elle tend vers 0



quand la distance interfissures tend vers 0.

Le modèle analytique de Hsueh et Yanaka (2003) [177] propose que l'évolution de la contrainte au milieu d'un pavé non fissuré entre deux fissures dans le revêtement en fonction de la distance  $\lambda$  entre elles suit l'équation suivante :

$$\langle \sigma_{xx}^f \rangle_{max} = \sigma_{xx}^{f0} [1 - \text{sech}(\zeta \lambda)] \quad (\text{IV.64})$$

où sech est la fonction sécante hyperbolique ( $\text{sech} = 1/\cosh$ ) et :

$$\zeta = \left[ \frac{3}{2} \frac{1}{1 + \nu^s} \frac{h}{H} \left( \frac{h}{H} + \frac{1 - (\nu^s)^2 E^s}{1 - \nu_f \nu_s E^f} \right) \right]^{1/2} \quad (\text{IV.65})$$

Les prévisions de cette équation sont illustrées sur la Figure IV.38. Cette relation ne permet pas de bien reproduire les résultats numériques de notre étude. L'écart observé doit être lié aux hypothèses et simplifications du modèle analytique, reportées en Annexe E.6. Ainsi, on propose une nouvelle formule purement empirique<sup>9</sup> :

$$\langle \sigma_{xx}^f \rangle_{max}(\lambda) = \sigma_{xx}^{f0} \left[ 1 + \left( A_1 \left( \frac{\lambda}{h} + A_2 \right)^{A_3} - A_1 A_2^{A_3} - 1 \right)^{-1} \right] \quad (\text{IV.66})$$

où  $A_1$ ,  $A_2$  et  $A_3$  sont des constantes. Ces paramètres sont déterminés par l'ajustement de l'Équation (IV.66) aux résultats numériques :  $A_1 = -0,0065$ ,  $A_2 = 4,2719$  et  $A_3 = 2,0928$ .

L'étude d'une fissure isolée dans la partie précédente a montré que la contrainte et la déformation ne sont pas homogènes dans l'épaisseur du revêtement au voisinage de la fissure. Ainsi, quand les deux fissures sont assez proches, les contraintes et les déformations doivent être hétérogènes dans tout le revêtement. Cela est mis en évidence sur la Figure IV.39 et la Figure IV.40. Ainsi, un gradient de contrainte dans l'épaisseur du revêtement se développe au milieu de deux fissures quand leur distance est inférieure à 120  $\mu\text{m}$  soit 8 fois l'épaisseur du revêtement. La contrainte est maximale au niveau de l'interface substrat/revêtement. Par conséquent, des fissures peuvent s'initier de l'interface et se propager vers la surface libre du revêtement [239]. Bien que ce phénomène n'ait pas été observé pendant les études expérimentales menées sur notre revêtement de Cr, il a été observé par Jiang et al. (2020) [214] lors d'essais de traction sur un revêtement de Cr de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposé sur un substrat en Zircaloy-4 recristallisé. Le gradient de contrainte est d'autant plus important que la distance interfissures est faible. En particulier, quand cette dernière est de moins de 60  $\mu\text{m}$  soit 4 fois l'épaisseur du revêtement, le revêtement est en compression au niveau de la surface libre. Ce phénomène est parfois évoqué pour interpréter la saturation de la fissuration du revêtement [239, 257].

Le taux de restitution d'énergie  $G'_{ss}(\lambda)$  associé à la propagation d'une fissure au milieu de deux fissures préexistantes séparées de  $2\lambda$  est présenté sur la Figure IV.41, à travers l'évolution du coefficient sans dimension  $g'$  défini par l'équation suivante :

$$G'_{ss}(\lambda) = \frac{\pi (\sigma_{xx}^{f0})^2 h}{2 \bar{E}^f} g' \quad (\text{IV.67})$$

Les résultats sont comparés aux prévisions du modèle analytique de Yin et al. [228] (cf. Équation (E.41)),

9. Un ajustement de la constante  $\zeta$  de l'Équation (IV.64) ne donne pas un accord satisfaisant.

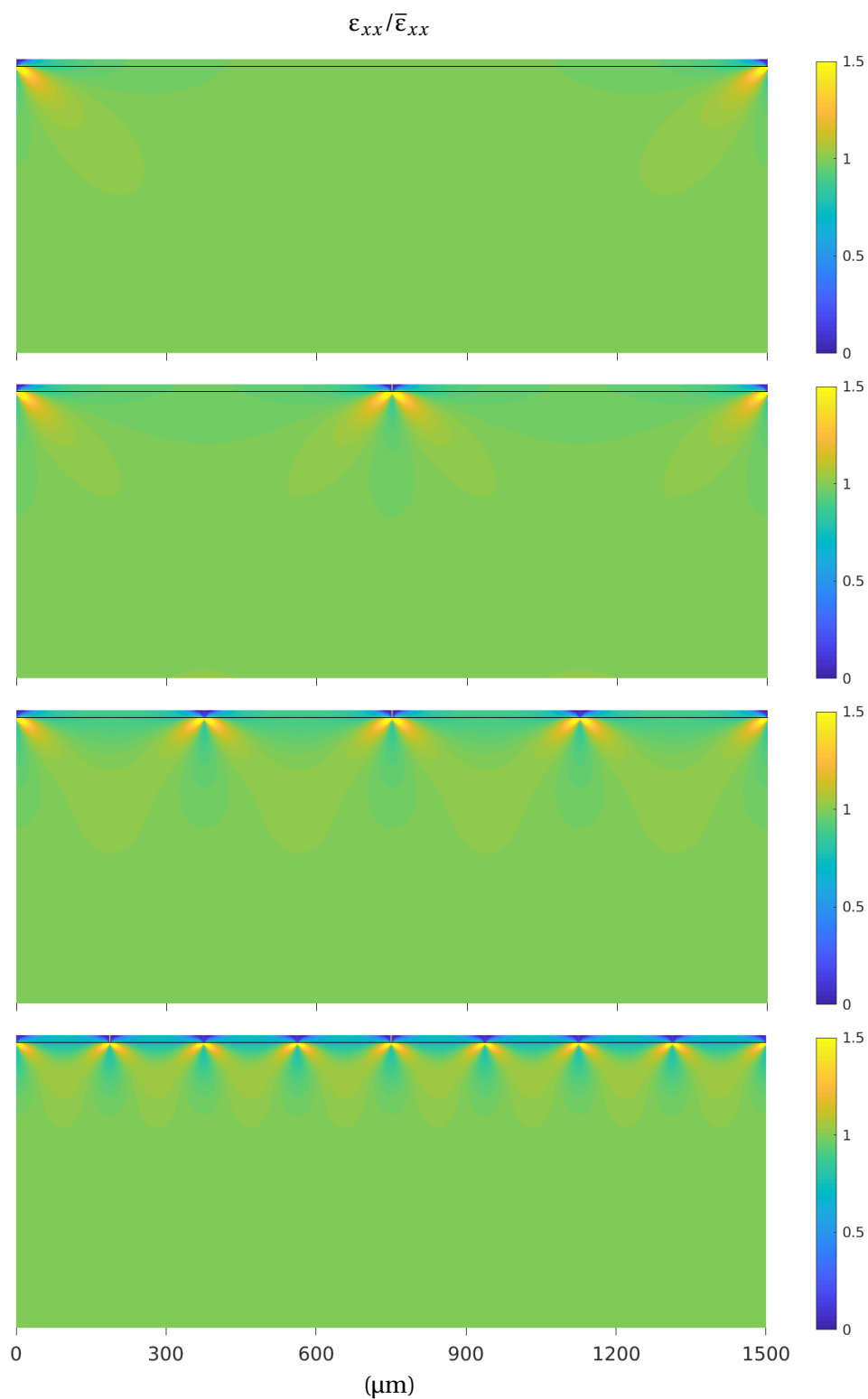


FIGURE IV.36 – Champ de déformation  $\epsilon_{xx}$  normée par la déformation moyenne imposée  $\bar{\epsilon}_{xx}$  pour différentes densités des fissures (substrat et revêtement élastiques).

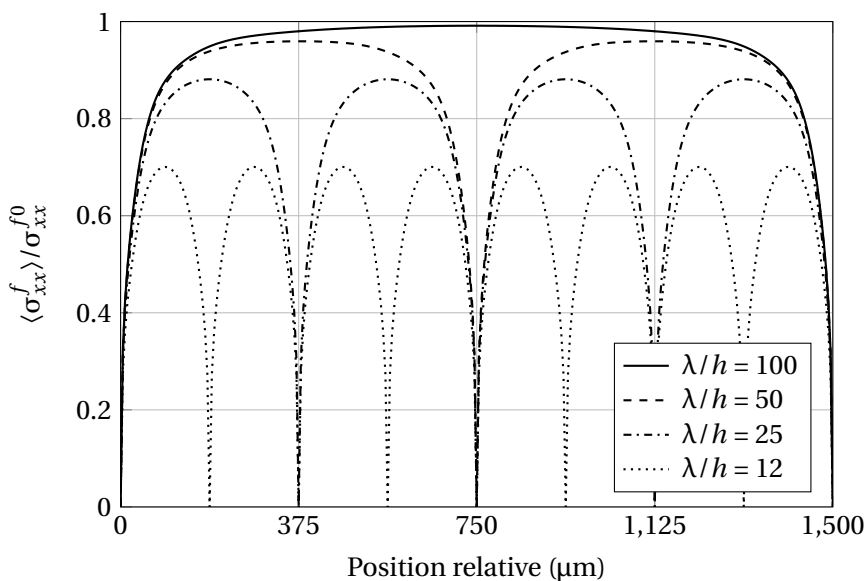


FIGURE IV.37 – Profil de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement au milieu des fissures séparées de  $\lambda_0 = 100 = 1,5$  mm avant et après la propagation des nouvelles fissures (substrat et revêtement élastiques).

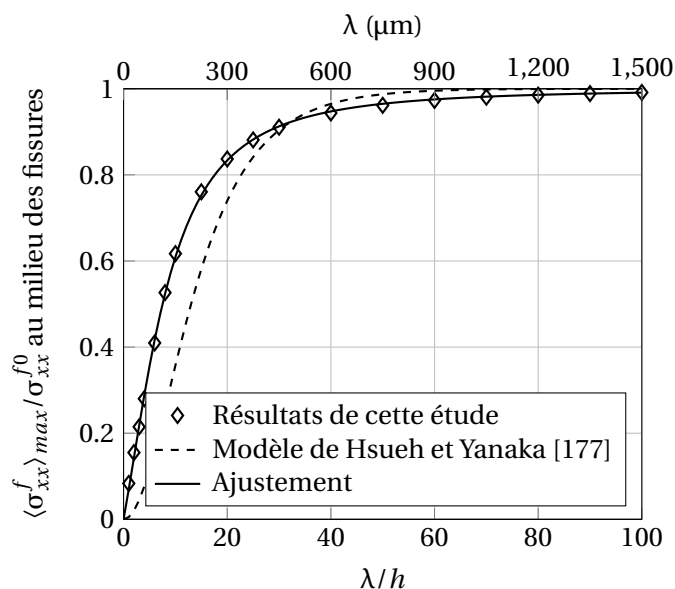


FIGURE IV.38 – Contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle_{max} / \sigma_{xx}^{f0}$  au milieu des fissures séparées de  $\lambda$  (substrat et revêtement élastiques).

page 235) :

$$g'(\lambda) = g \left[ 2 \tanh\left(\frac{1}{\pi g} \frac{\lambda}{h}\right) - \tanh\left(\frac{2}{\pi g} \frac{\lambda}{h}\right) \right] \quad (\text{IV.68})$$

et aux résultats numériques de Huang et al. [237] (cf. Figure IV.16). Tout d'abord, on constate que les résultats numériques obtenus ici par la méthode FFT sont cohérents avec ceux de Huang et al. [237] obtenus par la méthode des éléments finis. Ensuite, on montre que le modèle analytique de Yin et al. [228] sous-estime la distance d'interaction entre deux fissures. Par ailleurs, le taux de restitution d'énergie est toujours positif pour les plus faibles distances entre fissures pré-existantes, entre lesquelles le revêtement est partiellement en compression. Autrement dit, la propagation d'une nouvelle fissure est toujours favorable d'un point de vue énergétique.

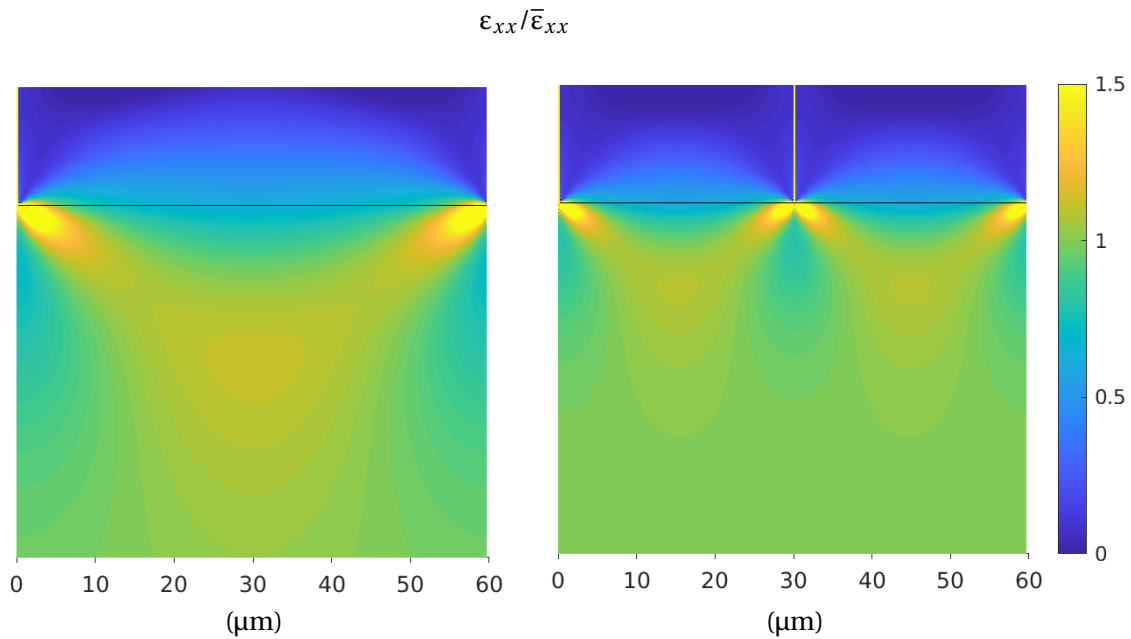


FIGURE IV.39 – Champ de déformation  $\varepsilon_{xx}$  normée par la déformation moyenne imposée  $\bar{\varepsilon}_{xx}$  pour une densité de fissures élevée (seule une partie de la profondeur du substrat est illustrée) (substrat et revêtement élastiques).

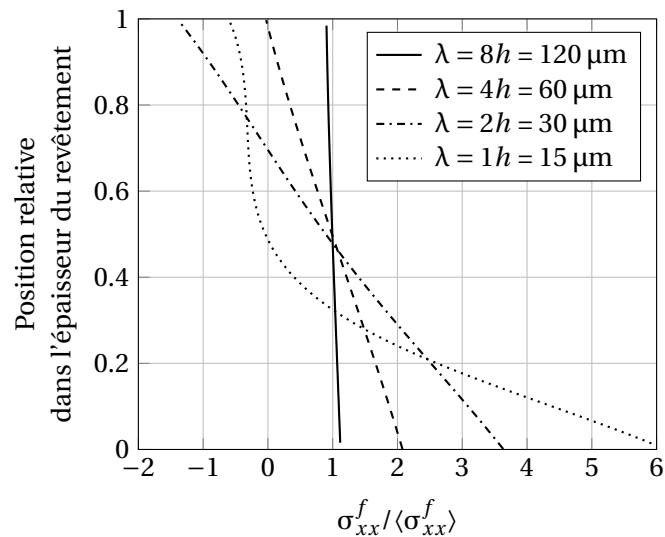


FIGURE IV.40 – Évolution de la contrainte  $\sigma_{xx}^f$  dans l'épaisseur du revêtement au milieu des pavés non fissurés de faible largeur, normée par la valeur moyenne dans l'épaisseur du revêtement  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle$  (substrat et revêtement élastiques).

On essaie de décrire analytiquement l'évolution de  $g'(\lambda)$  dans le but de simuler l'évolution de la densité de fissures en fonction du chargement. Pour étudier la saturation de la fissuration du revêtement (par le critère énergétique), il faut bien reproduire les valeurs de  $g'$  pour les faibles valeurs de  $\lambda$ , qui sont présentées sur la Figure IV.42. Ainsi, il est choisi de modéliser  $g'(\lambda)$  empiriquement par

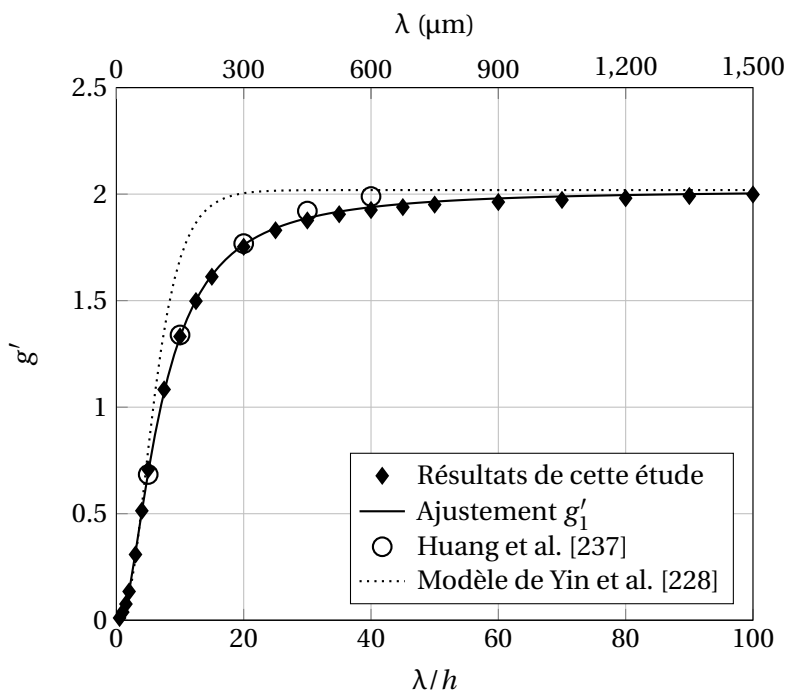


FIGURE IV.41 – Évolution du coefficient  $g'$  en fonction de  $\lambda$  (substrat et revêtement élastiques).

deux fonctions différentes<sup>10</sup> :

$$g'(\lambda) = \begin{cases} g'_1(\lambda) = g + (B_1(\lambda/h)^{B_2} + B_3)^{-1} & \text{pour } \lambda/h \geq B_0 \\ g'_2(\lambda) = B_4(\lambda/h)^{B_5} & \text{pour } \lambda/h < B_0 \end{cases} \quad (\text{IV.69})$$

où  $B_1 = -0,0150$ ,  $B_2 = 1,8116$  et  $B_3 = -0,4779$  sont ajustés sur le domaine  $\lambda/h \geq 2$  et  $B_4 = 0,0379$  et  $B_5 = 1,8568$  sont ajustés sur le domaine  $\lambda/h \leq 3$ <sup>11</sup>. On choisit  $B_0 = 2,0815$  (point rouge sur la Figure IV.42) de telle sorte que l'évolution de  $g'(\lambda)$  est continue. Cette transition correspond approximativement à l'apparition des contraintes de compression au milieu des pavés non fissurés.

Selon le critère énergétique :

$$G'_{ss}(\lambda_{min}, \bar{\epsilon}_{xx}) = \frac{\pi (\sigma_{xx}^{f0}(\bar{\epsilon}_{xx}, \sigma_0^f))^2 h}{2 \bar{E}^f} g'(\lambda_{min}) = G_c \quad (\text{IV.70})$$

La résolution de cette équation donne l'évolution de la taille minimale des pavés non fissurés en fonction du chargement :  $\lambda_{min} = \lambda_{min}(\bar{\epsilon}_{xx})$  (pour un niveau de contraintes résiduelles  $\sigma_0^f$  donné). L'évolution de la densité de fissures est ensuite déduite à l'aide de l'Équation (IV.18).

La Figure IV.43 présente les résultats dans un cas typique du revêtement de Cr déposé sur substrat en M5<sub>Framatome</sub>, avec  $\sigma_0^f = -300$  MPa et  $G_c = 98$  J.m<sup>-2</sup>, qui permet de reproduire le seuil de fissuration

10. On a essayé d'ajuster les résultats numériques avec une fonction unique de forme similaire à l'Équation (IV.68) ( $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$  sont les constantes à ajuster) :

$$g'(\lambda) = g \left[ C_1 \tanh\left(C_2 \frac{\lambda}{h}\right) - (C_1 - 1) \tanh\left(C_3 \frac{\lambda}{h}\right) \right]$$

mais l'accord n'est pas satisfaisant.

11. L'ajustement est fait avec la fonction « lsqnonlin » de MATLAB avec l'algorithme de Levenberg-Marquardt. Le résidu utilisé pour l'optimisation, traduisant l'erreur entre les prévisions de l'équation à ajuster et les données de référence, est normé par les valeurs de référence.

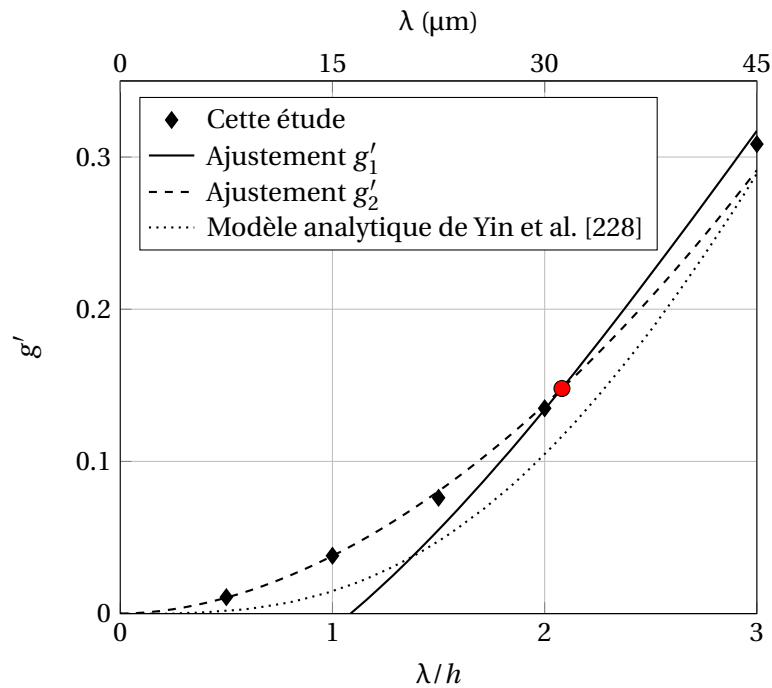


FIGURE IV.42 – Évolution du coefficient  $g'$  pour les faibles valeurs de  $\lambda$  (substrat et revêtement élastiques).

expérimental (0,39% de déformation) si l'on considère que le substrat a un comportement élastique linéaire. On sur-estime la densité de fissures par rapport à l'observation expérimentale (8-10  $\text{mm}^{-1}$  à 1% de déformation). De plus, la saturation de la fissuration du revêtement n'est pas reproduite. Ainsi, en restant avec l'hypothèse de comportements élastiques linéaires, quelques auteurs interprètent la saturation de la fissuration du revêtement par la déviation des fissures « channeling » le long de l'interface revêtement/substrat [232, 239] qui conduit à une relaxation des contraintes dans le revêtement. Pourtant, aucune décohésion n'est observée dans notre étude. Cela suggère un effet important de la plasticité du substrat.

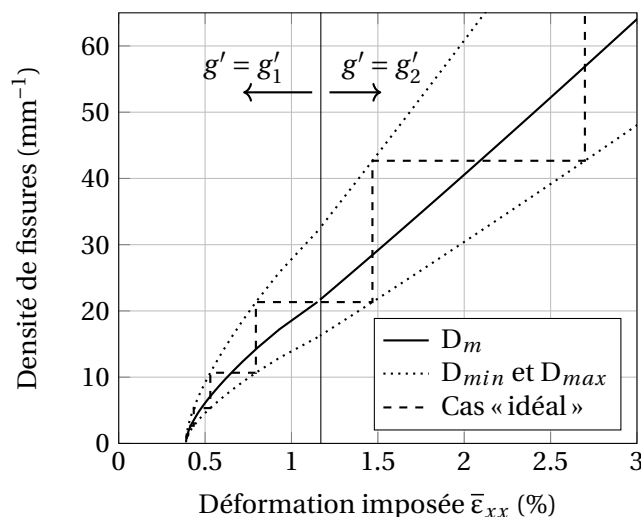


FIGURE IV.43 – Évolution des densités moyenne  $D_m$ , maximale  $D_{max}$ , minimale  $D_{min}$  de fissures en fonction du chargement externe uniaxial  $\bar{\epsilon}_{xx}$  (substrat et revêtement élastiques). Le cas « idéal » correspond à celui où les premières fissures sont régulièrement séparées d'une distance de 1,5 mm.

La Figure IV.44 illustre l'effet du taux de restitution d'énergie critique du revêtement  $G_c$  sur l'évolution de la densité moyenne de fissures. Les contraintes résiduelles sont choisies de telle sorte que le seuil de fissuration soit égal à 0,39% de déformation pour les différentes valeurs de  $G_c$  considérées. On rappelle qu'une variation des contraintes résiduelles (à un  $G_c$  constant) conduit à une translation des courbes selon l'axe des abscisses. On trouve que l'augmentation de  $G_c$  réduit la cinétique de fissuration (diminution de la pente des courbes).

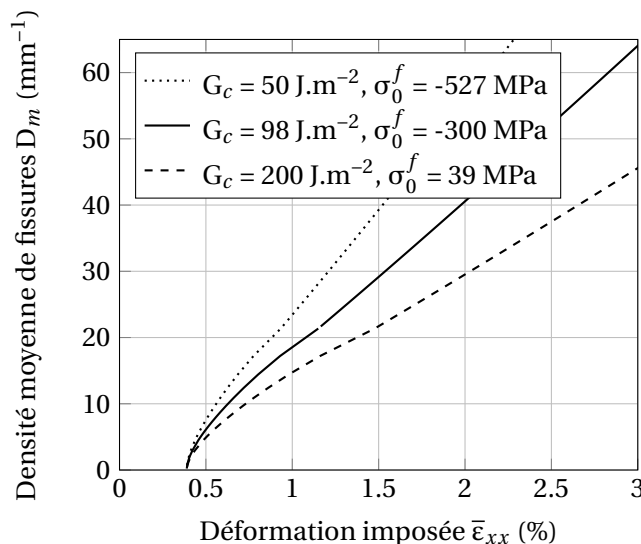


FIGURE IV.44 – Évolution de la densité moyenne  $D_m$  de fissures en fonction du chargement externe uniaxial  $\bar{\epsilon}_{xx}$  pour différents taux de restitution d'énergie critiques du revêtement  $G_c$  (substrat et revêtement élastiques).

En fin, on compare le critère en contrainte maximale et le critère énergétique. Puisque la contrainte n'est pas homogène dans l'épaisseur du revêtement pour les densités de fissures élevées, on applique le critère en contrainte maximale en moyenne dans l'épaisseur :

$$\langle \sigma_{xx}^f \rangle_{max}(\lambda_{max}) = \sigma_c \quad (IV.71)$$

On se met dans le cas typique :  $\sigma_0^f = -300$  MPa. La contrainte critique et le taux de restitution d'énergie critique sont choisis à  $\sigma_c = 794$  MPa et  $G_c = 98$  J.m<sup>-2</sup> de telle sorte que pour les deux critères, le seuil de fissuration du revêtement soit égal à 0,39% de déformation. L'évolution de la densité moyenne de fissures déduite des deux critères est présentée sur la Figure IV.45. Les deux critères donnent des résultats très proches dans cette étude. Cela n'est pas cohérent avec les résultats analytiques de Hsueh et Yanaka (2003) [177] et de Fu et al. (2013) [235], toutefois obtenus sur des systèmes différents de celui de cette étude, qui indiquent que le critère en contrainte maximale prévoit une densité de fissures plus grande que le critère énergétique pour une déformation imposée donnée.

#### IV.5.2 Substrat élasto-plastique

Les simulations présentées dans la partie précédente ont montré que la saturation de la fissuration du revêtement ne peut pas être expliquée si l'on considère que le comportement du substrat et du revêtement est élastique linéaire. De plus, la densité de fissures est fortement surestimée. Ainsi, dans cette partie, la plasticité du substrat est prise en compte.

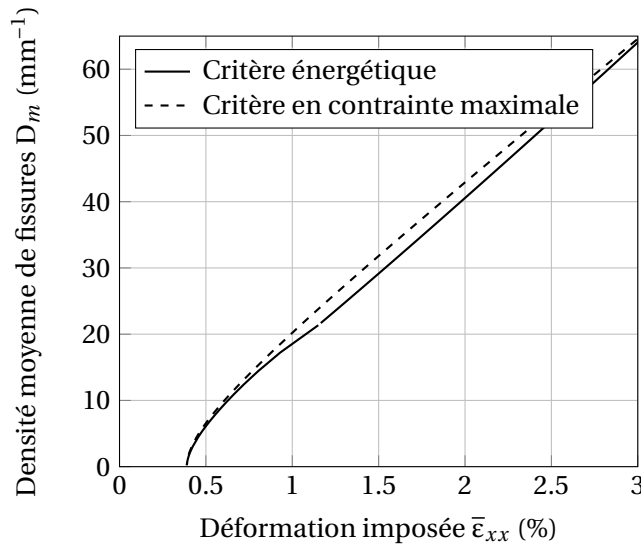


FIGURE IV.45 – Évolution de la densité moyenne  $D_m$  de fissures en fonction du chargement externe uniaxial selon le critère énergétique ( $G_c = 98 \text{ J.m}^{-2}$ ) et le critère en contrainte maximale ( $\sigma_c = 794 \text{ MPa}$ ), dans le cas d'une contrainte résiduelle  $\sigma_0^f = -300 \text{ MPa}$  (substrat et revêtement élastiques).

D'abord, une étude préliminaire basée sur un scénario « réaliste » de la fissuration du revêtement est menée. Les conclusions de cette étude permettent de proposer un scénario « simplifié » qui facilite les calculs. Ensuite, ce scénario est appliqué pour simuler la cinétique de fissuration d'un revêtement de Cr élastique linéaire déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> supposé plastique isotrope.

#### IV.5.2.1 Scénario réaliste

La prise en compte de la déformation plastique (irréversible) du substrat rend le problème plus délicat. Dans ce cas, la déformation du substrat dépend de l'histoire du chargement. Le taux de restitution d'énergie associé à la propagation d'une nouvelle fissure dans le revêtement dépend désormais du moment de la propagation des fissures pré-existantes, qui diffèrent les unes des autres. L'Équation (IV.17) n'est plus valable. Ainsi, il convient de simuler l'essai de traction depuis le début du chargement et de faire fissurer le revêtement de manière séquentielle. Il s'agit du scénario dit réaliste.

On suppose que les premières fissures se propagent à un même niveau de chargement et qu'elles sont séparées régulièrement d'une grande distance  $\lambda_0$ . De plus, on considère que les nouvelles fissures se propagent toujours au milieu des fissures pré-existantes, de telle sorte qu'à un chargement donné, toutes les fissures dans le revêtement sont séparées régulièrement. La Figure IV.46 illustre la microstructure utilisée pour simuler le scénario réaliste avec ces hypothèses dans le code AMITEX\_FFTP. Le revêtement se compose de voxels de fissures de différents ordres. Les voxels de fissure d'ordre 1 correspondent aux premières fissures qui se propagent. Les voxels de fissure d'ordre  $n + 1$  ( $n \geq 1$ ) se situent au milieu des fissures d'ordre  $n$  et correspondent aux fissures qui se propagent après les fissures d'ordre  $n$  mais avant les fissures d'ordre  $n + 2$ .

La simulation est effectuée à travers différentes séries de calcul. La série numéro  $n$  sert à déterminer le chargement critique  $\bar{\epsilon}_{xx} = \epsilon_c^n$  pour lequel les fissures d'ordre  $n$  se propagent. Elle se décompose en deux étapes :

- À partir d'un revêtement non fissuré, on augmente le chargement externe  $\bar{\epsilon}_{xx}$  de 0 jusqu'à  $\epsilon_c^{n-1}$ .



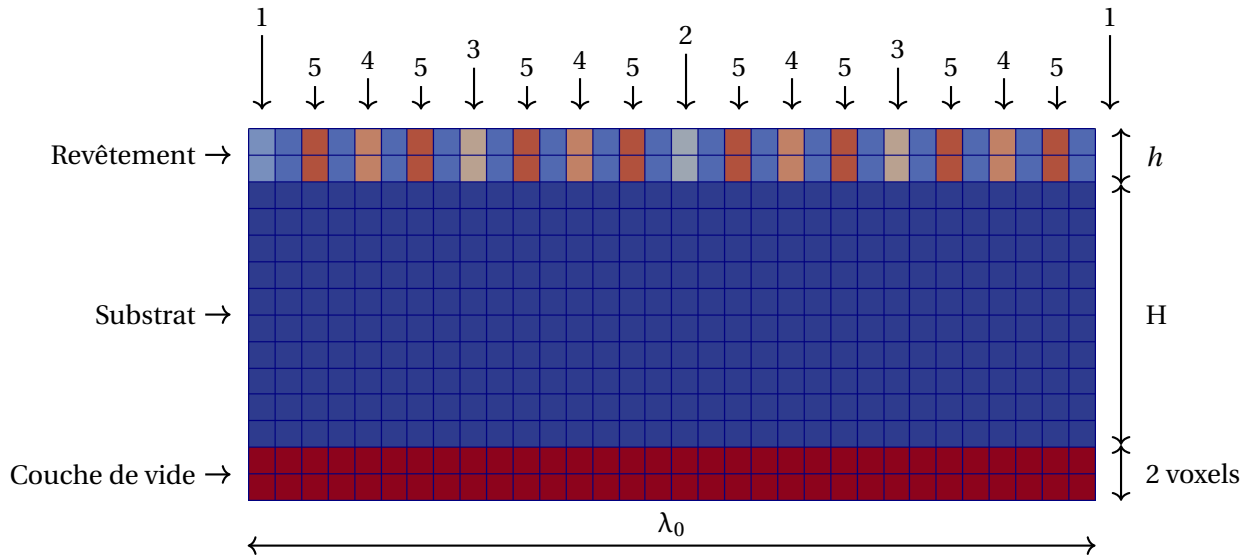


FIGURE IV.46 – Illustration de la microstructure utilisée pour simuler la propagation séquentielle des fissures selon le scénario réaliste (taille des voxels agrandie pour la visualisation). Les voxels de fissure sont repérés par les flèches avec leur ordre indiqué au dessus.

Durant cette étape, on fait se propager les fissures d'ordre inférieur de manière séquentielle à leur chargement critique correspondant (déterminé par les séries de calcul précédentes). Cette étape est rendue nécessaire car le code AMITEX\_FFPT ne permet pas actuellement de reprendre un calcul à partir d'un calcul précédent. Elle est ignorée pour la première série de calcul.

- On fait se propager les fissures d'ordre  $n$  pour différents niveaux de chargement ( $\bar{\epsilon}_{xx} > \epsilon_c^{n-1}$ ) et le taux de restitution d'énergie associé est calculé :

$$G_{ss}^n(\bar{\epsilon}_{xx}) = \begin{cases} \frac{\Delta U}{h} = 0 & \text{si } n = 1 \\ \frac{1}{2^{n-2}} \frac{\Delta U}{h} = 0 & \text{si } n \geq 2 \end{cases} \quad (\text{IV.72})$$

Il s'agit d'établir l'évolution du taux de restitution d'énergie associé à la propagation des fissures d'ordre  $n$  en fonction du chargement  $G_{ss}^n(\bar{\epsilon}_{xx})$ . Ainsi, la déformation critique  $\epsilon_c^n$  est déterminée selon le critère énergétique :

$$G_{ss}^n(\bar{\epsilon}_{xx} = \epsilon_c^n) = G_c \quad (\text{IV.73})$$

Ce protocole est appliqué au cas suivant :  $\sigma_0^f = 0$ ,  $G_c = 100 \text{ J.m}^{-2}$ . Les dimensions du maillage utilisées sont  $h = 15 \mu\text{m}$ ,  $H = 38h$ ,  $\lambda_0 = 64h$  et  $d = h/32$  (2 560 000 voxels au total). La propagation des fissures est effectuée en 32 pas (cf. Partie IV.2.5). Les évolutions du taux de restitution d'énergie associé à la propagation des fissures de différents ordres sont présentées sur la Figure IV.47.

À la déformation critique  $\epsilon_c^n$ , la distance interfissures diminue d'un facteur deux de  $\lambda_{max}^n = 2\lambda_{min}^n$  à  $\lambda_{min}^n$  où :

$$\lambda_{min}^n = \frac{\lambda_0}{2^{n-1}} \quad (\text{IV.74})$$

et la densité de fissures augmente d'un facteur deux de  $D_{min}^n = 1/\lambda_{max}^n$  à  $D_{max}^n = 1/\lambda_{min}^n$ . La Figure IV.48 illustre l'évolution de la densité de fissures  $D$  et de ses valeurs maximales et minimales en fonction du chargement. La Figure IV.49 présente la densité moyenne de fissures (définie par l'Équation (IV.18))

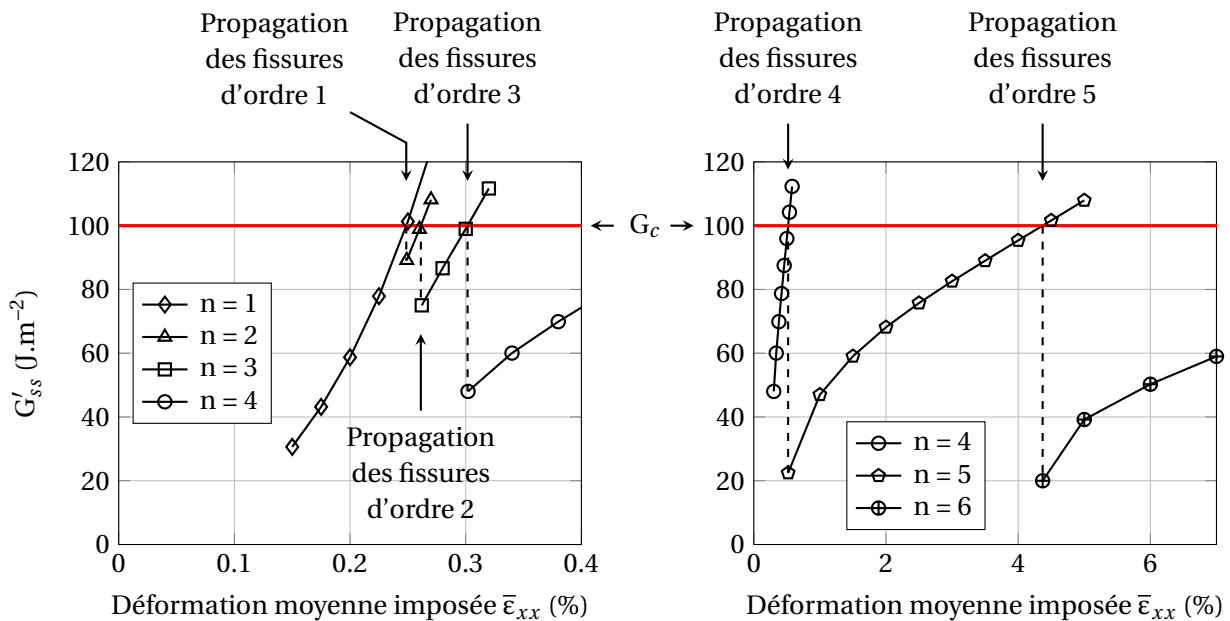


FIGURE IV.47 – Évolution du taux de restitution d'énergie associé à la propagation des fissures de différents ordres (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

en fonction du chargement. Puisque la densité de fissures augmente exponentiellement, il y a peu de points pour visualiser son évolution. Ainsi, une étude du même type a été menée avec une distance initiale interfissures  $\lambda_0 = 96h$ . Les résultats sont présentés sur la même figure. On soulignera qu'il y a un effet potentiel de la taille des voxels. Un calcul avec une taille des voxels plus petite serait possible, mais il serait lourd. Néanmoins, comme montré dans la partie suivante présentant une description simplifiée de la fissuration du revêtement, la tendance obtenue sur l'évolution de la densité de fissures au cours du chargement est correcte (Figure IV.57).

D'abord, les fissures d'ordre 1 et 2 se propagent quasiment au même niveau de chargement. Cela montre que la distance initiale entre les fissures  $\lambda_0$  est suffisamment grande pour simuler des fissures isolées et capturer le seuil de fissuration. Ensuite, on prévoit une densité de fissures plus faible que dans le cas d'un substrat au comportement élastique linéaire. Cela suggère un effet significatif de la plasticité du substrat sur la saturation de la fissuration du revêtement.

On s'intéresse maintenant aux champs de déformation avant et après la propagation des fissures (Figure IV.50). Juste après la propagation, la localisation de la déformation dans le substrat au-dessous des nouvelles fissures est moins prononcée qu'au-dessous des fissures pré-existantes. La différence est d'autant plus prononcée que les fissures se propagent tard. Pourtant, au cours du chargement, la localisation de la déformation au-dessous des fissures tend à devenir la même pour toutes les fissures de telle sorte qu'avant la propagation des fissures ultérieures, elle devient identique pour toutes les fissures, indépendamment du niveau de chargement auquel elles sont apparues.

La Figure IV.51 présente l'évolution de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle$  entre une fissure pré-existante et une nouvelle fissure pour différents niveaux de chargement. De manière cohérente avec la localisation de la déformation dans le substrat, le profil de contrainte entre une fissure pré-existante et une nouvelle fissure juste après la propagation de celle-ci n'est pas symétrique. La contrainte maximale ne se situe pas au milieu du pavé non fissuré du revêtement. Le profil de contrainte tend à devenir symétrique au cours du chargement, avant la propagation des

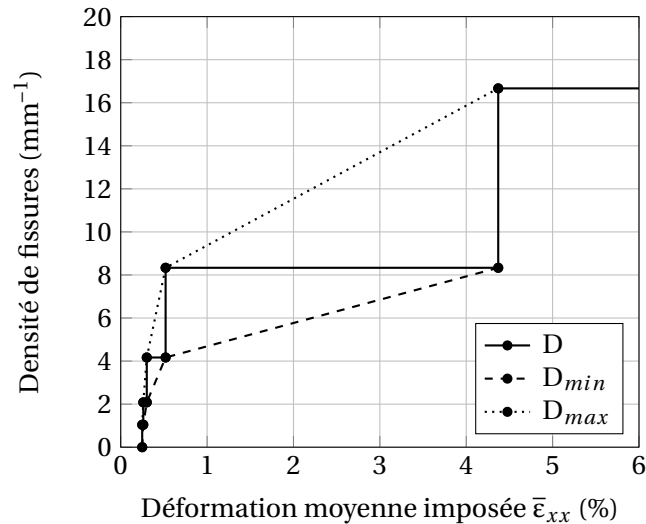


FIGURE IV.48 – Évolution de la densité de fissures en fonction du chargement (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

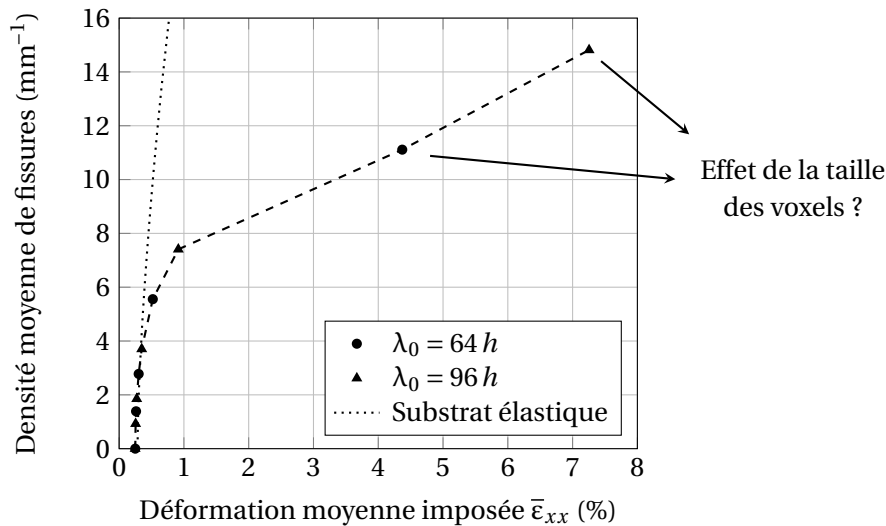


FIGURE IV.49 – Évolution de la densité moyenne de fissures en fonction du chargement (substrat élastique ou élasto-plastique et revêtement élastique).

fissures ultérieures. Cela conforte notre hypothèse d'une nouvelle fissure se propageant à mi-distance entre les fissures pré-existantes.

La Figure IV.52 présente l'évolution de valeur maximale de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle$  en fonction du chargement. Logiquement, la contrainte maximale dans le revêtement augmente avec le chargement. Pourtant, le taux d'augmentation (*i.e.* la pente des courbes) diminue à chaque propagation de nouvelles fissures, de telle sorte qu'à plus de 6% de déformation, la contrainte maximale évolue peu quand le chargement augmente. Le taux de restitution d'énergie présente la même tendance (Figure IV.47). Dans ce cas, l'incrément du chargement contribue principalement à la localisation de la déformation au fond des fissures et donc à l'augmentation de l'ouverture des fissures, plutôt qu'à la déformation du revêtement.

Par ailleurs, bien qu'un critère énergétique soit utilisé pour diriger la fissuration, on remarque que la contrainte maximale dans le revêtement lors de la propagation des fissures est quasiment

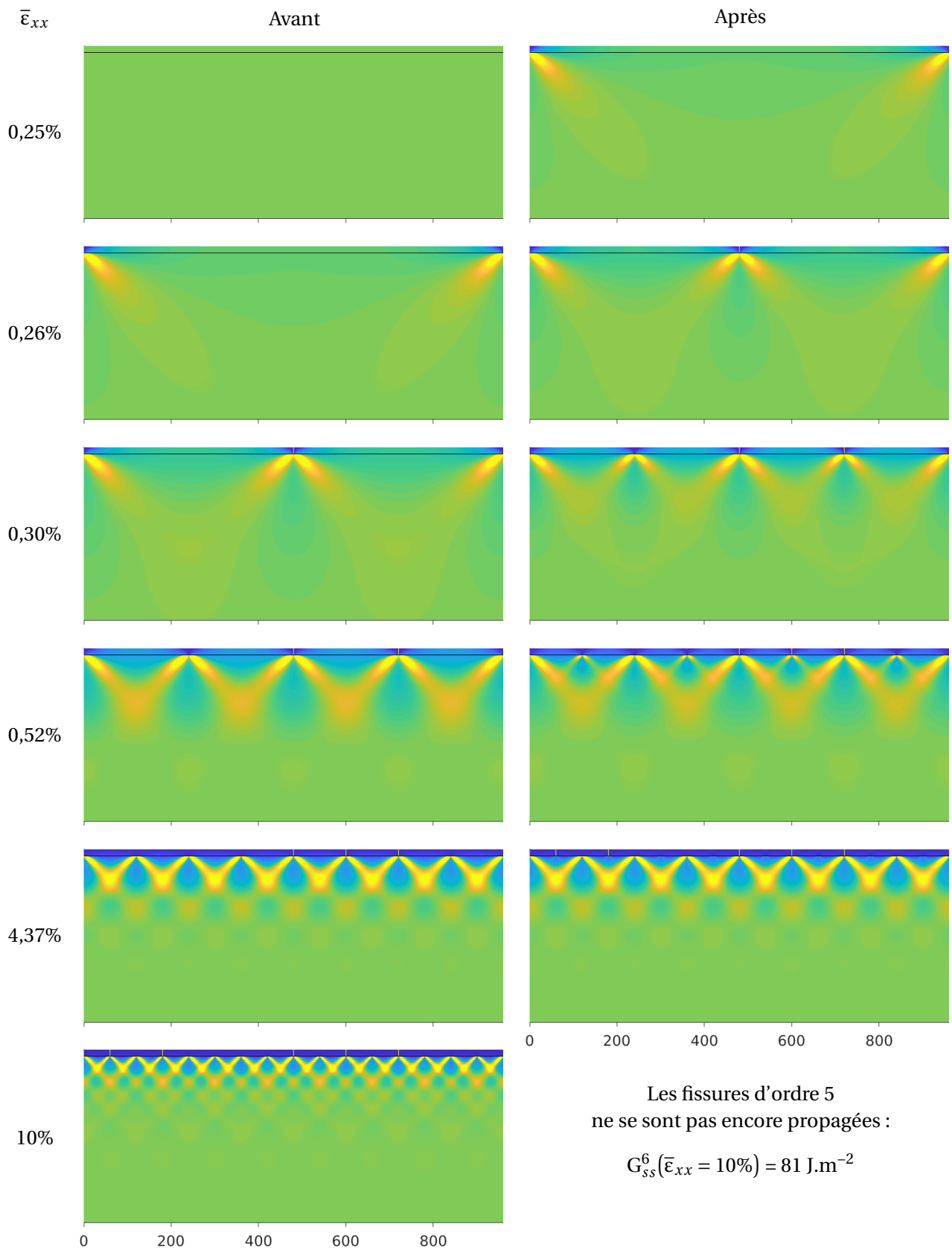


FIGURE IV.50 – Champ de déformation  $\epsilon_{xx}$  normée par la déformation moyenne imposée  $\bar{\epsilon}_{xx}$  juste avant et après la propagation des fissures pour différents niveaux de chargement (seuls deux tiers de la profondeur du substrat sont illustrés) (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

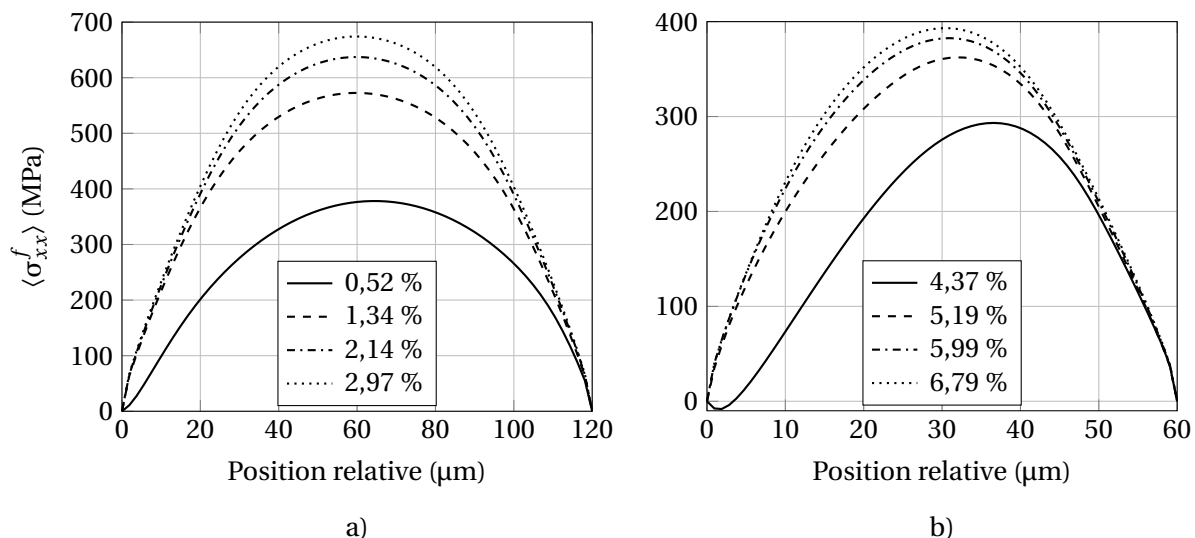


FIGURE IV.51 – Profil de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement entre une fissure pré-existante (abscisse 0) et une fissure récente (abscisse maximale) pour différents niveaux de chargement après la propagation des a) fissures d'ordre 4 et b) fissures d'ordre 5 (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

constante ( $700 \pm 20$  MPa). Cela suggère l'équivalence entre le critère en contrainte maximale et le critère énergétique dans le cas étudié.

La Figure IV.53 présente l'évolution de l'ouverture des fissures en fonction du chargement. Tout d'abord, l'ouverture des fissures augmente avec le chargement. Ensuite, l'ouverture des fissures d'ordres 1, 2 et 3, qui se propagent quasiment au même moment (0,25-0,3% de déformation), est identique. Les fissures d'ordre 4 se propageant un peu plus tard, à 0,52% de déformation, présentent initialement une ouverture plus faible que les autres fissures formées antérieurement. Pourtant, leur ouverture atteint rapidement celle des fissures pré-existantes au cours du chargement. Les fissures d'ordre 5 se propagent à un niveau de chargement beaucoup plus élevé (4,37% de déformation). Leur ouverture est notablement plus faible mais leur cinétique d'ouverture reste comparable à celle des autres fissures. Cela est plutôt cohérent avec les observations expérimentales sur le revêtement de Cr (Figure III.42). Il faut noter qu'expérimentalement, il y a très peu de fissures se propageant après 2% de déformation, tandis qu'un grand nombre des fissures d'ordre 5 sont simulées ici. Par ailleurs, l'ouverture des fissures pré-existantes diminue légèrement après la propagation des nouvelles fissures.

La Figure IV.54 illustre les contributions de l'ouverture des fissures et de la déformation du revêtement à la déformation macroscopique, de manière similaire à la Figure III.43 (page 90). On trouve que le chargement imposé contribue essentiellement à l'ouverture des fissures, pas à la déformation du revêtement. Ce résultat diffère des observations expérimentales montrant que la déformation du revêtement peut accommoder la moitié de la déformation macroscopique jusqu'à 6% de déformation. Cette confrontation souligne à nouveau l'importance de prendre en compte la plastification du revêtement de Cr dans les futures simulations.

#### IV.5.2.2 Scénario simplifié

Le scénario réaliste proposé dans la partie précédente présente les inconvénients suivants :

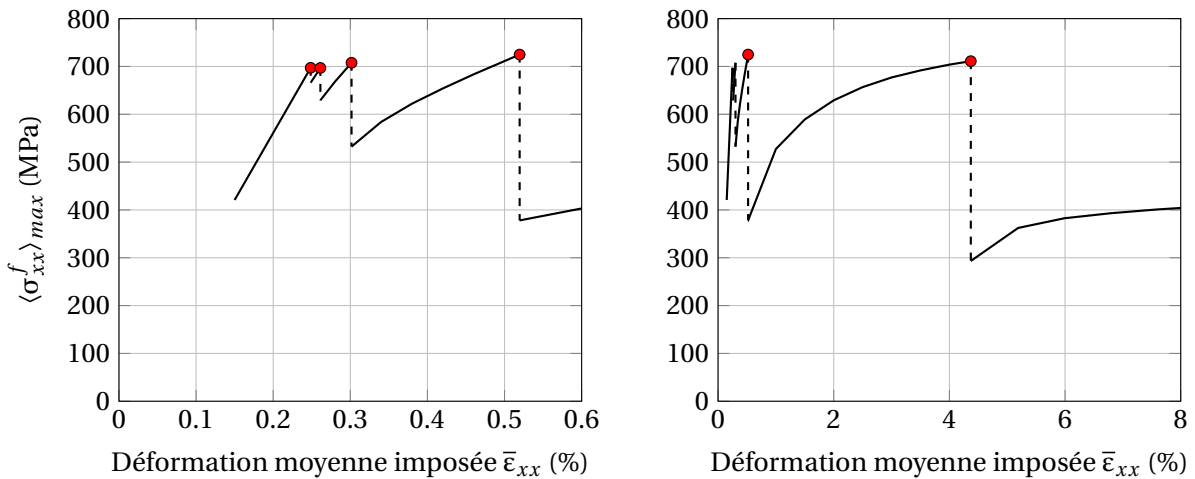


FIGURE IV.52 – Évolution de la valeur maximale de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement  $\langle \sigma_{xx}^f \rangle$  en fonction du chargement (substrat élasto-plastique et revêtement élastique). Les points rouges marquent la propagation des nouvelles fissures.

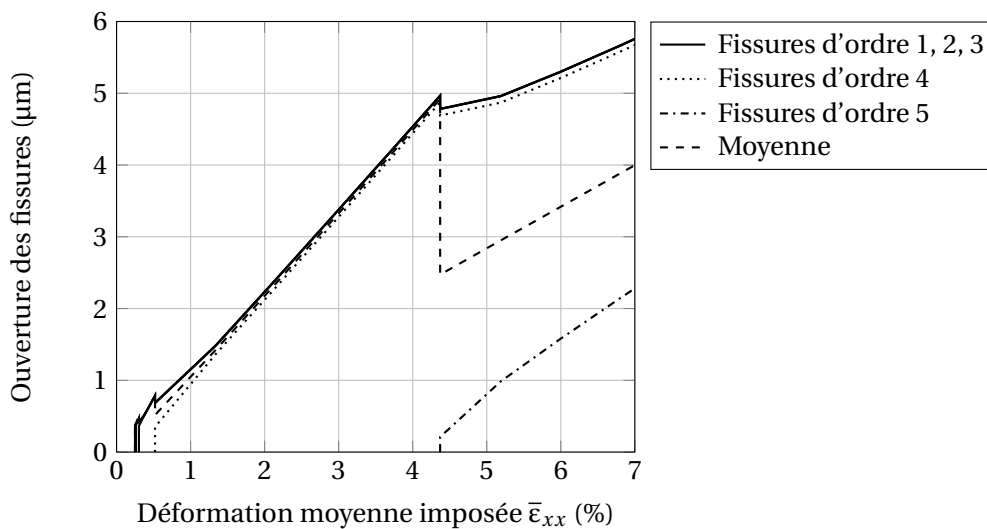


FIGURE IV.53 – Évolution de l'ouverture des fissures en fonction du chargement (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

- La densité de fissures augmente exponentiellement. Par conséquent, peu de configurations avec des densités élevées de fissures sont simulées. Cela rend difficile la mise en évidence de la saturation de la fissuration où la densité de fissures varie peu avec l'augmentation du chargement.
- Le calcul est lourd vu qu'une grande largeur du revêtement doit être simulée pour capturer le seuil de la fissuration. De plus, parce que la version actuelle d'AMITEX\_FFTP ne permet pas de reprendre un calcul à partir d'un pas de temps intermédiaire, pour chaque série de calcul menée à un niveau de chargement supérieur, il faut recalculer l'ensemble de la série de calcul précédente. Par conséquent, la réduction de la taille des voxels, qui est nécessaire pour les densités importantes de fissures, rend le calcul long et fastidieux.
- Le protocole est plus ou moins compliqué à mettre en place.

La partie précédente montre que juste avant la propagation de nouvelles fissures, les fissures pré-

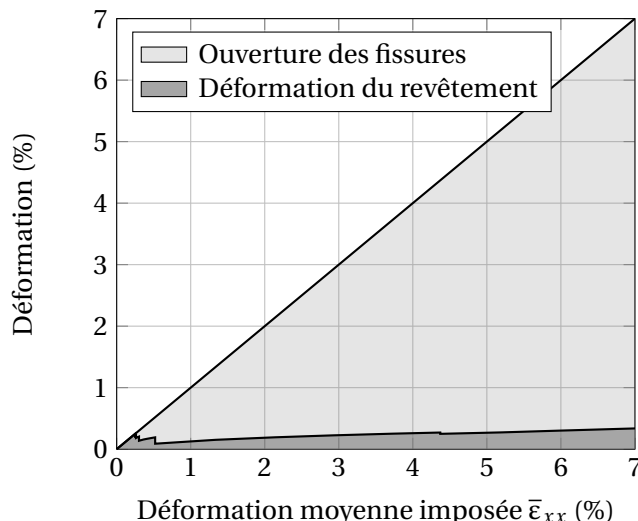


FIGURE IV.54 – Décomposition de la déformation macroscopique au cours du chargement en contributions de l’ouverture des fissures et de la déformation du revêtement (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

existantes, qui se sont propagées elles-mêmes à différents niveaux de chargement, sont équivalentes en termes de localisation de la déformation dans le substrat et de distribution des contraintes dans le revêtement entre les fissures (Figures IV.50 et IV.51). En se basant sur ces résultats et pour les raisons évoquées ci-dessus, un scénario simplifié est proposé pour décrire la fissuration du revêtement.

La Figure IV.55 illustre la microstructure utilisée. Il s’agit de simuler la propagation d’une nouvelle fissure à mi-distance entre deux fissures pré-existantes séparées d’une distance  $2\lambda$ . Premièrement, on fait se propager ces deux fissures équivalentes au seuil de fissuration, qui est déterminé par le protocole présenté dans la Partie IV.4.2. Ensuite, on fait se propager la nouvelle fissure pour différents niveaux de chargement et le taux de restitution d’énergie associé est évalué :

$$G'_{ss} = G'_{ss}(\lambda, \bar{\epsilon}_{xx}) \quad (\text{IV.75})$$

Le chargement correspondant à la densité moyenne de fissures  $D_m = \frac{2}{3} \frac{1}{\lambda}$  (c.f. Équation (IV.18)) est estimé selon le critère énergétique :

$$G'_{ss}(\lambda, \bar{\epsilon}_{xx}) = G_c \quad (\text{IV.76})$$

Ainsi, différents calculs pour différentes largeurs  $2\lambda$  de microstructure modélisée donnent l’évolution de la densité de fissures en fonction du chargement. Un des intérêts de cette méthode est que l’on peut choisir la densité de fissures simulée directement en choisissant une valeur de  $\lambda$  appropriée.

Pour montrer son équivalence avec le scénario réaliste, on applique le scénario simplifié au cas étudié dans la partie précédente :  $\sigma_0^f = 0$ ,  $G_c = 100 \text{ J.m}^{-2}$ ,  $h = 15 \mu\text{m}$ ,  $H = 38h$  et  $d = h/32$ . Les résultats obtenus en considérant toujours la même taille de voxels sont présentés sur la Figure IV.56. On montre qu’en effet, les deux scénarios donnent des résultats identiques.

Le scénario simplifié permet de réduire largement le temps de calcul, notamment pour les densités de fissures élevées. Cela permet ainsi de réduire la taille des voxels afin d’assurer la convergence des résultats (Annexe H.3.2). La Figure IV.57 présente les résultats pour lesquels la convergence est assurée. On peut observer que les résultats obtenus avec le scénario réaliste étaient peu précis pour les densités

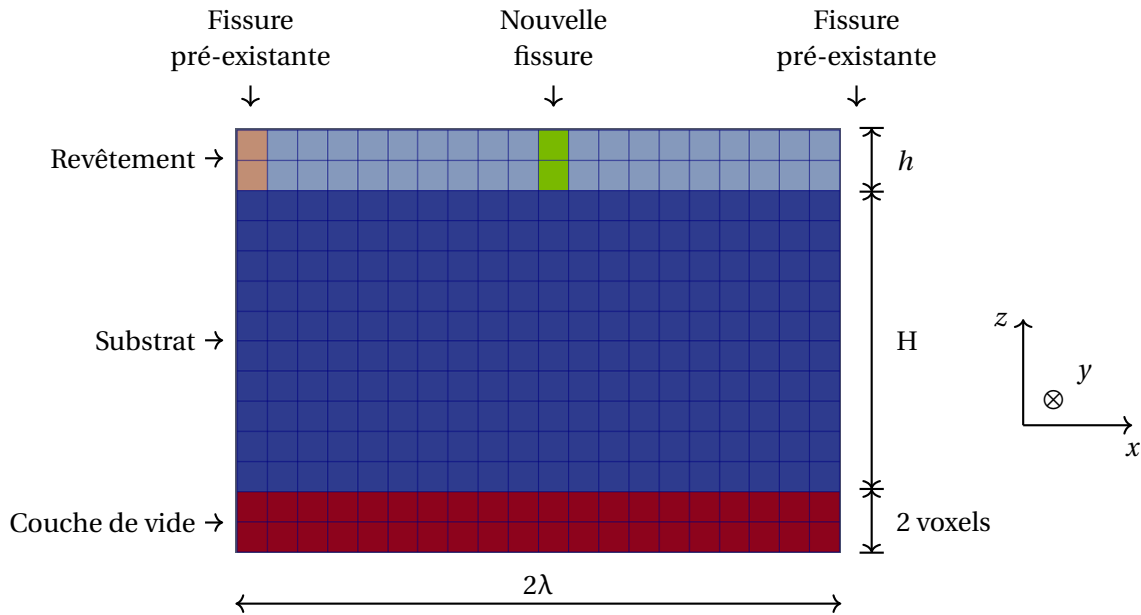


FIGURE IV.55 – Illustration de la microstructure utilisée pour simuler la propagation séquentielle des fissures selon le scénario simplifié (taille des voxels agrandie pour la visualisation).

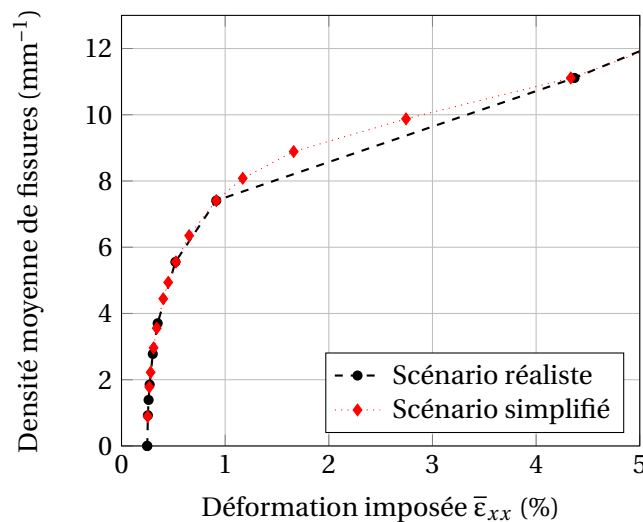


FIGURE IV.56 – Évolution de la densité moyenne de fissures en fonction du chargement issue du scénario simplifié en comparaison avec le scénario réaliste (substrat élasto-plastique et revêtement élastique). La taille des voxels est fixée à  $d = h/32$  pour les deux scénarios.

de fissures élevées en raison d'une discrétisation spatiale insuffisante.

Ainsi, on applique le scénario simplifié dans le cas typique du revêtement de Cr, lorsqu'on tient compte de la plasticité du substrat avec  $\sigma_0^f = -300$  MPa et  $G_c = 170$  J.m<sup>-2</sup>, ce qui conduit à un seuil de fissuration à 0,39% de déformation identique à celui obtenu expérimentalement, comme montré à la Partie IV.4.2. L'évolution de la densité moyenne de fissures est présentée sur la Figure IV.58. On montre que la prise en compte de la plasticité du substrat permet de reproduire la saturation de la fissuration du revêtement, qui ne peut pas être reproduite avec un comportement purement élastique. Ensuite, la densité prévue des fissures à la saturation ( $\sim 8$  mm<sup>-1</sup>) est très comparable avec les valeurs expérimentales ( $\sim 8,5$  mm<sup>-1</sup> dans le cas de l'essai de traction axiale réalisé sur gaine revêtue et  $\sim 10$



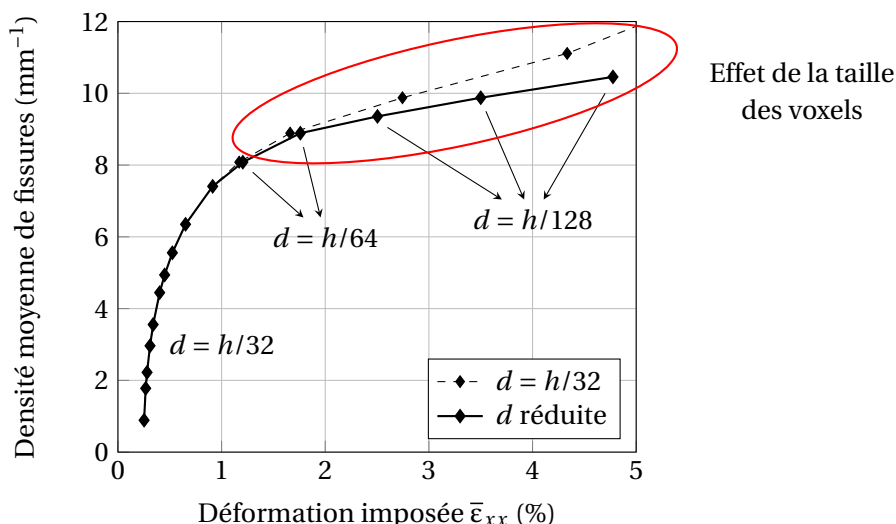


FIGURE IV.57 – Évolution de la densité moyenne de fissures en fonction du chargement issue du scénario simplifié avec une taille des voxels réduite pour les densités de fissures élevées afin de garantir la justesse des résultats (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

$\text{mm}^{-1}$  dans le cas de l'essai de traction *in situ* réalisé sur plaquette revêtue).

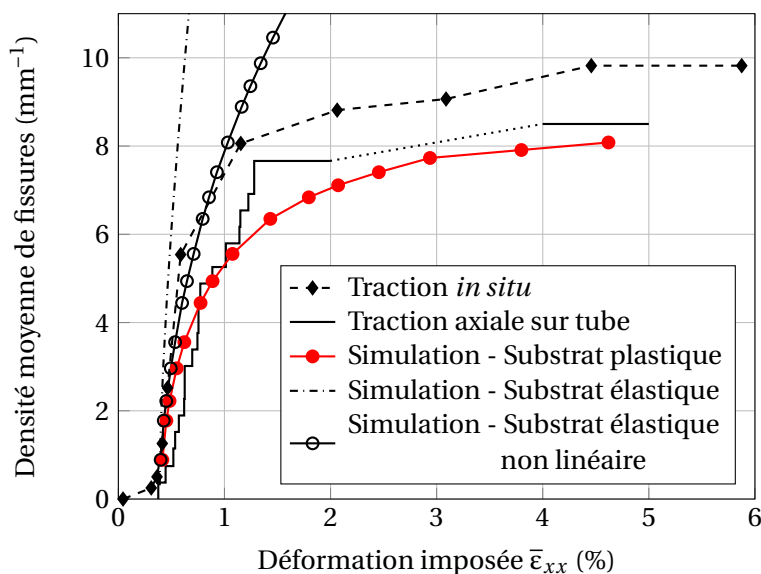


FIGURE IV.58 – Évolution de la densité moyenne de fissures en fonction du chargement issue du scénario simplifié pour le cas  $\sigma_0^f = -300 \text{ MPa}$  et  $G_c = 170 \text{ J.m}^{-2}$  (substrat élasto-plastique et revêtement élastique), en comparaison avec les résultats expérimentaux.

Les résultats en considérant un substrat au comportement élastique non linéaire sont aussi présentés sur la Figure IV.58. Dans ce cas, les résultats sont indépendants de l'instant d'apparition des premières fissures en raison de la réversibilité du comportement. Il suffit alors de faire le calcul avant (avec les fissures pré-existantes introduites dès le début du chargement) et après la propagation de la nouvelle fissure. On trouve que l'utilisation d'une loi d'élasticité non linéaire conduit à une surestimation du taux de restitution d'énergie et ainsi de la densité de fissures. L'accord est cependant très bon pour les densités de fissures faibles ( $\sim$  fissures isolées).

La Figure IV.59 présente la valeur maximale de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du

revêtement juste avant la propagation des nouvelles fissures, aux différents niveaux de chargement. On remarque que la contrainte maximale varie peu, de  $\sim 800$  MPa pour les premières fissures à  $\sim 1000$  MPa pour les fissures qui se propagent plus tard.

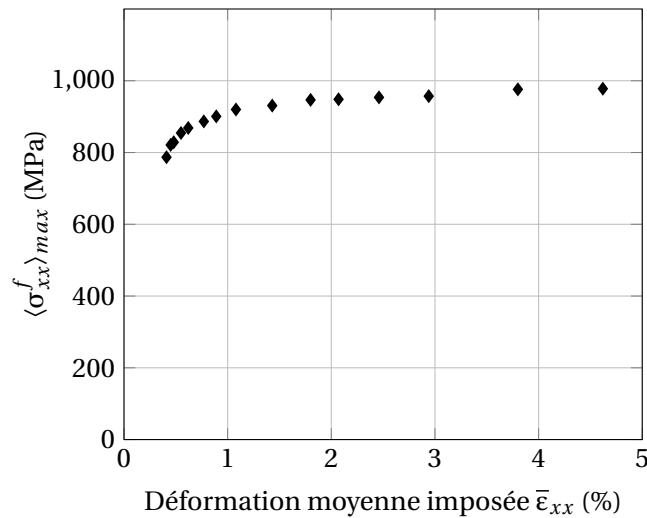


FIGURE IV.59 – Valeur maximale de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement juste avant la propagation des nouvelles fissures en fonction du chargement, pour le cas  $\sigma_0^f = -300$  MPa et  $G_c = 170$  J.m $^{-2}$  (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

Enfin, on étudie l'effet des contraintes résiduelles et du taux de restitution d'énergie critique du revêtement sur la cinétique de la fissuration. La Figure IV.60 présente l'évolution de la densité moyenne de fissures en fonction du chargement pour différents niveaux de contraintes résiduelles dans le revêtement. Le taux de restitution d'énergie critique est pris à  $G_c = 100$  J.m $^{-2}$ . Ainsi, les contraintes résiduelles compressives dans le revêtement conduisent à une augmentation du seuil de fissuration en déformation mais ont peu d'effet sur la cinétique de fissuration et la densité de fissures à saturation. On observe essentiellement une translation des courbes.

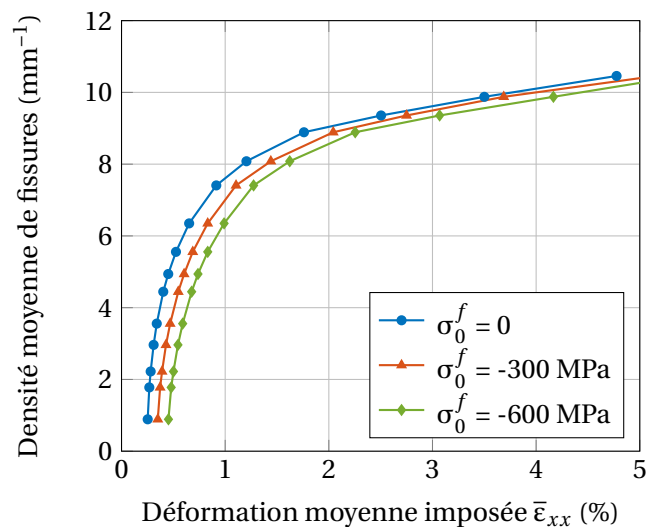


FIGURE IV.60 – Évolution de la densité moyenne de fissures en fonction du chargement pour différents niveaux de contraintes résiduelles dans le revêtement dans le cas  $G_c = 100$  J.m $^{-2}$  (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

La Figure IV.61 présente l'évolution de la densité moyenne de fissures en fonction du chargement pour différents taux de restitution d'énergie critiques du revêtement  $G_c$  dans le cas des contraintes résiduelles nulles  $\sigma_0^f = 0$ . Les résultats montrent que la cinétique de fissuration et la densité de fissures à saturation dépendent du taux de restitution d'énergie critique du revêtement. Néanmoins, la dépendance est relativement faible dans la gamme de taux de restitution d'énergie critiques attendue ici. La densité de fissures à saturation (évaluée à 5% de déformation) va de 11 à 8  $\text{mm}^{-1}$  environ lorsque le taux de restitution d'énergie critique va de 100 à 200  $\text{J.m}^{-2}$ .

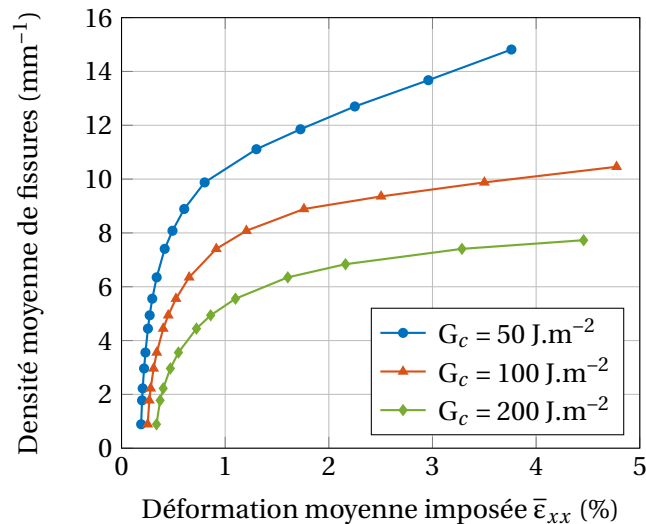


FIGURE IV.61 – Évolution de la densité moyenne de fissures en fonction du chargement pour différents taux de restitution d'énergie critiques du revêtement dans le cas  $\sigma_0^f = 0$  (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).

## IV.6 Synthèse et perspectives

Dans ce chapitre, les observations expérimentales sur la cinétique de fissuration du revêtement de Cr faites pendant l'essai de traction axiale sur gaine revêtue et l'essai de traction uniaxiale *in situ* sous MEB sur plaquette revêtue sont interprétées à partir de simulations numériques. Le travail réalisé peut être résumé comme suit :

- Un bilan bibliographique sur la fissuration des revêtements est fait. Lorsque la longueur de la fissure dans le revêtement est suffisante, sa propagation atteint un régime stable pour lequel le taux de restitution d'énergie  $G_{ss}$ , *i.e.* la force motrice de la propagation, est constant. Le critère énergétique prévoit que le revêtement fissure quand  $G_{ss}$  dépasse le taux de restitution d'énergie critique, qui est une caractéristique du revêtement.
- Le critère énergétique est choisi pour simuler la fissuration du revêtement de Cr. L'objectif est de déterminer le taux de restitution d'énergie critique du revêtement et d'interpréter sa cinétique de fissuration, en particulier la saturation de la fissuration observée expérimentalement.
- La méthode FFT avec le code AMITEX\_FFPT est choisie pour notre étude numérique. La méthodologie mise en œuvre dans le contexte de la fissuration d'un revêtement est validée préalablement par une comparaison aux résultats déjà publiés dans la littérature sur la fissuration d'un revêtement due à des contraintes résiduelles en traction. La méthodologie

validée est ensuite utilisée pour simuler la fissuration du revêtement de Cr due à un chargement mécanique externe unidirectionnel, dans le but d'évaluer le taux de restitution d'énergie associé à la propagation des fissures.

- Le comportement du revêtement de Cr est supposé élastique linéaire isotrope. Deux cas sont étudiés systématiquement. Le premier cas suppose un comportement élastique linéaire isotrope du substrat. Le deuxième cas considère la déformation plastique du substrat (supposée isotrope). L'intérêt de l'utilisation d'une loi d'écoulement plastique pour le substrat par rapport à une loi d'élasticité non linéaire équivalente est étudiée.

Les principaux résultats obtenus sont les suivants :

- Il est important de considérer la déformation plastique du substrat pour correctement évaluer le taux de restitution d'énergie critique  $G_c$  du revêtement. À partir du seuil de fissuration expérimental à 0,39% de déformation et en supposant une contrainte résiduelle de -300 MPa dans le revêtement, les simulations donnent  $G_c = 98 \text{ J.m}^{-2}$  dans le cas d'un substrat élastique linéaire et  $G_c = 170 \text{ J.m}^{-2}$  dans le cas d'un substrat élasto-plastique.
- Un substrat élastique ne permet pas d'expliquer la saturation de la fissuration du revêtement, au moins d'un point de vue énergétique. Cette saturation est due à la localisation des déformations plastiques dans le substrat au fond des fissures. À des niveaux de chargement élevés, l'augmentation du chargement conduit à une augmentation de l'ouverture des fissures plutôt qu'à une sollicitation supplémentaire du revêtement. Les simulations effectuées en considérant la plasticité du substrat permettent de reproduire de manière satisfaisante la densité expérimentale des fissures à la saturation (8-10  $\text{mm}^{-1}$ ).
- L'irréversibilité de la déformation plastique du substrat doit être considérée. L'utilisation d'une loi d'élasticité non linéaire conduit à une surestimation du taux de restitution d'énergie, notamment lorsque la densité de fissures augmente.
- Les contraintes résiduelles compressives dans le revêtement conduisent à une augmentation du seuil de fissuration mais n'ont pas d'effet sur la densité de fissures à la saturation. L'évaluation du taux de restitution d'énergie critique  $G_c$  du revêtement à partir du seuil de fissuration en déformation nécessite donc la connaissance des contraintes résiduelles du revêtement.
- Pour les systèmes considérés, le critère énergétique de fissuration conduit finalement à la fissuration du revêtement lorsque sa contrainte dépasse une certaine valeur qui varie peu du début du chargement jusqu'à la saturation de la fissuration. Cela suggère l'équivalence approximative entre le critère énergétique et le critère en contrainte maximale.
- L'ouverture des fissures issue des simulations est généralement plus élevée que celle obtenue expérimentalement. Cela suggère une certaine plasticité du revêtement de Cr à température ambiante.

Les simulations par la méthode FFT ont permis d'interpréter nos résultats expérimentaux. Néanmoins, à ce stade, on a considéré seulement le cas d'un chargement unidirectionnel. La même méthodologie peut être utilisée pour simuler des chargements biaxiaux et interpréter par exemple la diminution du seuil de fissuration (en terme de déformation) et l'augmentation de la densité de fissures lorsque le chargement est biaxial. De plus, l'effet de la plasticité du revêtement, qui est observée expérimentalement, n'a pas encore été étudié. La prise en compte de plasticité du

revêtement pourrait permettre de mieux prévoir l'ouverture des fissures. Enfin, l'orthotropie de la plasticité du M5<sub>Framatome</sub> n'a pour le moment pas été considérée en première approche. Sa prise en compte reste une perspective.

## Conclusions générales et perspectives

### Sommaire du présent chapitre

<b>Conclusions générales</b>	<b>171</b>
<b>Perspectives</b>	<b>174</b>

### Conclusions générales

Dans le cadre de cette thèse, nous avons étudié le comportement mécanique, ou plus précisément le comportement à la fissuration et la plasticité, à température ambiante, d'un revêtement de chrome de 15  $\mu\text{m}$  déposé par un procédé de type PVD sur un substrat en alliage de zirconium.

Il y a relativement peu de données dans la littérature sur le comportement mécanique du chrome et elles concernent essentiellement le chrome massif de pureté variable. Ces données montrent que le module d'élasticité du chrome est environ trois fois plus élevé que celui des alliages de zirconium. Par ailleurs, ayant une structure cristallographique cubique centrée, le chrome présente une Température de Transition Ductile-Fragile (TTDF) (macroscopique) relativement élevée, comprise entre la température ambiante et 200°C. Sa fragilité dépend notamment de la teneur des impuretés, de la taille des grains et des traitements thermiques et mécaniques appliqués lors de la fabrication. Ces données disponibles dans la littérature, obtenues essentiellement sur chrome massif, sont difficilement transposables au chrome d'intérêt ici, déposé selon un procédé particulier sur un substrat particulier et sous forme d'une couche mince. L'objectif de cette thèse était de développer et d'appliquer une démarche permettant d'étudier le comportement mécanique de ce revêtement de Cr particulier, à température ambiante. Dans un premier temps, la microstructure du revêtement a été caractérisée. Le comportement mécanique du revêtement a ensuite été étudié expérimentalement, à différentes échelles. Enfin, une approche numérique a été développée pour interpréter les résultats expérimentaux.

Tout d'abord, l'état brut de dépôt du revêtement de Cr a été caractérisé. Sa microstructure est constituée de grains colonnaires allongés selon la direction de croissance du dépôt. Au niveau de la surface libre, la largeur de grains est de l'ordre de quelques micromètres tandis qu'au niveau de

l'interface, elle est de l'ordre de quelques centaines de nanomètres. Le revêtement présente une texture fibreuse particulière de type <100>. À l'issue du dépôt, des contraintes résiduelles en compression de l'ordre de quelques centaines de MPa sont estimées par diffraction des rayons X dans le revêtement. Par ailleurs, la rugosité de la surface libre du revêtement est comparable à celle du substrat non revêtu.

Dans une première phase, le comportement mécanique du revêtement a été étudié à travers des essais expérimentaux à deux échelles différentes. À l'échelle macroscopique, des essais biaxés consistant à appliquer simultanément une pression interne et un effort axial sur des tubes en alliage de Zr revêtus de Cr ont été effectués. Plusieurs taux de biaxialité du chargement ont été appliqués pour étudier l'effet sur la fissuration du revêtement. À l'échelle microscopique, des essais de traction *in situ* sous MEB ont été réalisés. La fissuration et la plasticité du revêtement ont été examinées par différentes techniques : observations optique et électronique, émission acoustique et corrélation d'images numériques. Ces études ont permis de répondre aux différentes questions posées initialement au Chapitre 1 (page 7).

Le revêtement de Cr de 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur ne modifie pas significativement le comportement global de la gaine à température ambiante. Autrement dit, à cette température, le comportement mécanique des gaines revêtues est quasi-identique à celui des gaines non revêtues.

À température ambiante (probablement inférieure à la TTDF), le revêtement de Cr se comporte de manière plutôt fragile aux faibles niveaux de chargement. Des fissures « channeling » en mode I se propagent dans le revêtement approximativement au seuil d'apparition de la plasticité macroscopique du substrat.

Ces fissures se propagent préférentiellement dans la direction perpendiculaire à la direction de la contrainte principale maximale : dans la direction circonférentielle pour les taux de biaxialité de  $\infty$  (traction axiale) et 2, dans la direction circonférentielle pour les taux de biaxialité de 0 (traction circonférentielle) et 0,5, et dans plusieurs directions avec des connections entre les fissures dans le cas du chargement équiaxial (taux de biaxialité de 1).

La biaxialité du chargement conduit à une légère diminution de la déformation macroscopique au seuil de fissuration. La déformation axiale critique est de 0,39% dans le cas de la traction axiale et de 0,32% dans le cas du chargement équibiaxial. En revanche, le revêtement semble commencer à fissurer quand la contrainte principale maximale dépasse une certaine valeur d'environ  $1075 \pm 75$  MPa, à laquelle il faudrait retrancher les contraintes résiduelles compressives de quelques centaines de MPa typiquement.

La densité de fissures augmente rapidement après le seuil de fissuration mais atteint une saturation au-delà de 2% de déformation macroscopique. La densité linéique de fissures est de  $\sim 9 \text{ mm}^{-1}$  dans le cas de la traction axiale et de  $\sim 5 \text{ mm}^{-1}$  dans le cas de la traction circonférentielle pure. Elle augmente avec la biaxialité du chargement, jusqu'à  $\sim 20 \text{ mm}^{-1}$  dans le cas du chargement équiaxial.

On note que le seuil de fissuration en déformation est significativement plus élevé dans le cas d'une traction circonférentielle pure (0,48%) que dans celui du cas d'une traction axiale simple (0,39%). De plus, la densité de fissures à saturation dans ce dernier cas est notablement plus faible ( $\sim 5 \text{ mm}^{-1}$  contre  $\sim 9 \text{ mm}^{-1}$ ). Ainsi, l'amorçage et la propagation des fissures semblent plus difficiles en traction circonférentielle qu'en traction axiale. Cette différence pourrait être associée à un effet géométrique

(dans un cas, les fissures sont parallèles à l'axe du tube ; dans l'autre cas, elles sont perpendiculaires à l'axe du tube). L'anisotropie plastique du substrat semble avoir peu d'effet sur la cinétique de fissuration du revêtement vu que le seuil de fissuration ( $\sim 0,4\%$  de déformation) et la densité de fissures à saturation ( $\sim 8-10\text{mm}^{-1}$ ) ne sont pas très différents dans le cas d'un revêtement déposé sur une plaquette sollicitée en traction uniaxiale selon la direction transverse à la direction de laminage et dans le cas d'un revêtement déposé sur un tube sollicité en traction selon la direction de laminage.

Les fissures ne pénètrent pas de manière significative dans le substrat, au moins jusqu'à 5% de déformation macroscopique. Aucune décohésion de l'interface revêtement/substrat n'est observée. Cela confirme la bonne adhérence du revêtement au substrat.

À des niveaux de chargement plus élevés, notamment après la saturation de la fissuration, le revêtement se déforme plastiquement. Il peut accommoder jusqu'à la moitié de la déformation macroscopique et ainsi limiter l'ouverture des fissures. À une échelle fine, des bandes de localisation de la déformation (largeur de quelques microns) orientées à  $45^\circ$  par rapport à la direction de sollicitation dans le revêtement sont observées entre deux fissures lors d'un essai de traction uniaxiale. Cette localisation est probablement imposée par la déformation plastique du substrat. Les fissures dans le revêtement, ou du moins leur émergence sur la surface externe, sont à la fois intergranulaire et intragranulaire (mode de rupture par clivage dans ce dernier cas).

Dans une deuxième phase, des simulations numériques ont été effectuées pour interpréter les observations expérimentales. Pour cela, une méthodologie originale basée sur la méthode FFT est proposée, validée puis appliquée au problème étudié. À ce stade, on se limite au cas de la traction uniaxiale et le comportement du revêtement est supposé élastique linéaire. La plasticité du substrat est modélisée par une loi d'écoulement plastique isotrope de type Ramberg-Osgood. La fissuration du revêtement est prise en compte en se basant sur un critère énergétique. Selon ce critère, le revêtement fissure quand le taux de restitution d'énergie associé à la propagation de la fissure est égal au taux de restitution d'énergie critique du revêtement, qui est une caractéristique du matériau. Il est montré que l'irréversibilité de la déformation plastique du substrat doit être considérée pour évaluer correctement le taux de restitution d'énergie. L'utilisation, régulièrement faite en mécanique de la rupture, d'une loi d'élasticité non linéaire (réversible), équivalente à une loi de plasticité dans le cas d'un chargement monotone, conduit à une sur-estimation du taux de restitution d'énergie et ainsi de la densité de fissures.

Il est montré qu'il est important de prendre en compte la plasticité du substrat pour évaluer correctement le taux de restitution d'énergie critique  $G_c$  du revêtement. À partir du seuil de fissuration en déformation mesuré expérimentalement (0,39%) et en supposant une contrainte résiduelle initiale de -300 MPa dans le revêtement, les simulations donnent  $G_c = 170 \text{ J.m}^{-2}$  dans le cas d'un substrat au comportement élasto-plastique, contre  $G_c = 98 \text{ J.m}^{-2}$  lorsque l'on considère un substrat au comportement élastique linéaire. Il faut noter qu'il est crucial de connaître les contraintes résiduelles dans le revêtement pour correctement évaluer  $G_c$ . En effet, pour le même seuil de fissuration,  $G_c$  varie de 370 à 50  $\text{J.m}^{-2}$  lorsque les contraintes résiduelles varient de 0 à -600 MPa.

La saturation de la fissuration du revêtement ne peut pas être reproduite si on considère un substrat au comportement élastique linéaire. En effet, elle est liée à la localisation des déformations plastiques dans le substrat au fond des fissures. L'augmentation du chargement conduit préférentiellement à une



augmentation de l'ouverture des fissures plutôt qu'à une sollicitation supplémentaire du revêtement. Les simulations effectuées en considérant la plasticité du substrat permettent de reproduire de manière satisfaisante la densité de fissures à la saturation mesurée expérimentalement ( $8-10 \text{ mm}^{-1}$ ). Des contraintes résiduelles compressives dans le revêtement conduisent à une augmentation du seuil de fissuration (en déformation) mais n'ont pas d'effet sur la cinétique de fissuration et la densité de fissures à saturation.

Bien que le critère énergétique soit utilisé pour piloter la fissuration, il est trouvé que le revêtement fissure lorsque sa contrainte dépasse une certaine valeur qui varie peu lors du processus de fissuration au cours du chargement. Autrement dit, le critère en contrainte maximale doit conduire à une cinétique de fissuration proche de celle estimée avec le critère énergétique.

## Perspectives

À ce stade, les études expérimentales ont été menées à température ambiante. Les informations obtenues sont utiles vis-à-vis de l'application, dans le but de garantir l'intégrité du revêtement lors du transport et de la mise en place des gaines dans les assemblages puis dans le réacteur. En service en réacteur, les gaines sont soumises à des températures plus élevées, de  $300-360^\circ\text{C}$  en conditions nominales de fonctionnement ou à des températures encore plus élevées en conditions accidentelles. Les résultats obtenus ici à température ambiante ne sont pas transposables à ces températures, notamment du fait de l'existence d'une température de transition ductile-fragile du chrome pur potentiellement comprise entre  $20^\circ\text{C}$  et  $200^\circ\text{C}$ . Il faudrait donc réaliser le même type d'étude pour des températures supérieures à  $300^\circ\text{C}$ .

Néanmoins, les techniques de détection *in situ* de la fissuration utilisées lors des essais biaxés réalisés à température ambiante sur tubes revêtus sont difficiles à mettre en place à haute température. En effet, les capteurs d'émission acoustique standards fonctionnent jusqu'à  $100^\circ\text{C}$ . Même des capteurs dédiés ne fonctionnent pas au delà de  $200^\circ\text{C}$ . Par ailleurs, dans le but pouvoir détecter les premiers stades de la fissuration du revêtement par corrélation d'images numériques, il convient d'utiliser un objectif de grandissement  $\times 4$  ayant une faible distance de travail de 10 cm. Son montage en température (avec la présence d'un four notamment) n'est pas évident. Par conséquent, bien que cela soit fastidieux, il semble nécessaire d'interrompre les essais à différents niveaux de chargement pour pouvoir examiner *ex situ* le revêtement, par observation optique par exemple.

En revanche, la mise en place d'essais de traction *in situ* sous MEB en température semble moins délicate. Il est possible de chauffer l'éprouvette directement dans la chambre du MEB à l'aide d'un élément chauffant. Toutefois, il faut s'assurer de la justesse et de l'homogénéité de la température sur l'éprouvette.

Une étude préliminaire a montré qu'un pré-recuit à  $800^\circ\text{C}$  pendant 1h30 pourrait reporter la fissuration du revêtement au delà de 1% de déformation à température ambiante (Annexe C). Ainsi, il serait intéressant d'étudier l'effet d'un traitement thermique, qui modifierait les contraintes résiduelles et la microstructure initiale du revêtement, sur son comportement mécanique. En particulier, d'un point de vue industriel, on pourrait envisager d'appliquer des traitements thermiques sur les gaines si les effets positifs de tels traitements sont démontrés.

Des premières estimations des contraintes internes dans le revêtement à l'issue du dépôt ont été faites par diffraction des rayons X. Il serait utile d'affiner l'évaluation de ces contraintes internes, qui jouent un rôle important à priori, en poursuivant les essais engagés, mais n'ayant pas encore abouti, d'analyse par la méthode de multi-réflexions.

En lien avec la plasticité du revêtement observée à température ambiante, une étude préliminaire a été menée pour caractériser les dislocations dans le revêtement et leur évolution potentielle avec le chargement mécanique (Annexe A). Cette étude mériterait d'être poursuivie pour déterminer les mécanismes élémentaires de déformation du revêtement.

Par ailleurs, il serait intéressant d'appliquer la démarche mise en œuvre ici pour étudier les effets potentiels de l'irradiation (à laquelle les gaines sont exposées en réacteur) sur le comportement mécanique du revêtement de Cr.

À côté des techniques expérimentales déjà évoquées, une collaboration a été engagée avec le Laboratoire Georges Friedel (CNRS UMR 5307, Mines Saint-Etienne) pour réaliser des essais mécaniques à petite échelle sur le revêtement de Cr. Des premiers essais de compression sur micro-pilliers prélevés (par FIB) au sein du revêtement ont été réalisés à température ambiante (Annexe D). Toutefois, ce type d'essai est complexe à analyser finement. Par ailleurs, le mode de sollicitation (compression) n'est pas représentatif de celui de premier intérêt ici. Néanmoins, ces essais ont permis de montrer que la limite d'élasticité du chrome en compression est de l'ordre du GPa à température ambiante. Pour étudier le comportement à la rupture du revêtement (sollicitation en traction) et déterminer la température de transition ductile-fragile du revêtement, des essais de flexion de micro-poutres, à différentes températures, seraient intéressants.

Quant aux simulations numériques, l'effet de la plasticité du revêtement, qui est observée expérimentalement, n'a pas encore été étudié pour le moment. La prise en compte de la plasticité du revêtement pourrait permettre de mieux prévoir l'ouverture des fissures qui est encore surestimée avec les calculs déjà effectués. Ensuite, l'orthotropie de la plasticité du substrat n'a pas été considérée. Sa prise en compte pourrait permettre d'affiner encore l'analyse. Enfin, seul le cas d'un chargement unidirectionnel a été considéré à ce stade. La même méthodologie peut être utilisée pour simuler des chargements biaxiaux et interpréter la diminution du seuil de fissuration (en terme de déformation) et l'augmentation de la densité de fissures lorsque le chargement est biaxial. Enfin, pour affiner la compréhension des mécanismes de déformation et l'interprétation des données expérimentales, on pourrait envisager de réaliser des simulations, reposant sur la méthode FFT, à l'échelle de la microstructure, en tenant compte de la microstructure particulière du revêtement, caractérisée par EBSD par exemple.



# Bibliographie

- [1] Y. GUÉRIN et B. BONIN. À quoi ressemble le combustible des réacteurs à eau? In : *Combustibles nucléaires*, p. 9-12, CEA Saclay, Groupe Moniteur, 2008.
- [2] D. PARRAT et J.-C. BRACHET. Le combustible, lors d'un accident de perte de réfrigérant primaire (APRP). In : *Combustibles nucléaires*, p. 59-61, CEA Saclay, Groupe Moniteur, 2008.
- [3] G. HACHE et H. M. CHUNG. The History of LOCA Embrittlement Criteria. In : *28th Water Reactor Safety Information Meeting*, Bethesda, MD, USA, 2001.
- [4] H. M. CHUNG. Fuel Behavior under Loss-of-Coolant Accident Situations. In : *Nuclear Engineering and Technology*, 37 (4), p. 327-362, 2005.
- [5] F. NAGASE. Behavior of LWR Fuel During Loss-of-Coolant Accidents. In : *Comprehensive Nuclear Materials 2*, p. 595-608, Elsevier, 2012.
- [6] F. ONIMUS et J. L. BÉCHADE. Radiation Effects in Zirconium Alloys. In : *Comprehensive Nuclear Materials*, p. 1-31, Elsevier, 2012.
- [7] P. BOSSIS, D. PÊCHEUR, K. HANIFI, J. THOMAZET et M. BLAT. Comparison of the High Burn-Up Corrosion on M5 and Low Tin Zircaloy-4. In : *Journal of ASTM International*, 3 (1), p. 1-32, 2006.
- [8] T. R. ALLEN, R. J. M. KONINGS et A. T. MOTTA. Corrosion of Zirconium Alloys. In : *Comprehensive Nuclear Materials*, p. 49-68, Elsevier, 2012.
- [9] C. E. COLEMAN et D. HARDIE. The Hydrogen Embrittlement of  $\alpha$ -Zirconium - A Review. In : *Journal of the Less Common Metals*, 11 (3), p. 168-185, 1966.
- [10] S. ARSENE, J. BAI et P. BOMPARD. Hydride Embrittlement and Irradiation Effects on the Hoop Mechanical Properties of Pressurized Water Reactor (PWR) and Boiling-Water Reactor (BWR) ZIRCALOY Cladding Tubes : Part III. Mechanical Behavior of Hydride in Stress-Relieved Annealed and Recrystallized ZIRCALOYS at 20°C and 300°C. In : *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34 (3), p. 579-588, 2003.
- [11] M. LE SAUX, J. BESSON, S. CARASSOU, C. POUSSARD et X. AVERTY. Behavior and Failure of Uniformly Hydrided Zircaloy-4 Fuel Claddings between 25°C and 480°C under Various Stress States, Including RIA Loading Conditions. In : *Engineering Failure Analysis*. Selected papers from the 17th European Conference on Fracture' 17 (3), p. 683-700, 2010.
- [12] J. J. KEARNS. Terminal Solubility and Partitioning of Hydrogen in the Alpha Phase of Zirconium, Zircaloy-2 and Zircaloy-4. In : *Journal of Nuclear Materials*, 22 (3), p. 292-303, 1967.
- [13] J. BAKER et L. C. JUST. *Studies Of Metal-Water Reactions At High Temperatures. III. Experimental And Theoretical Studies Of The Zirconium-Water Reaction*. ANL-6548. Argonne National Lab. (ANL), Argonne, IL (United States), 1962.
- [14] F. NAGASE, T. OTOMO et H. UETSUKA. Oxidation Kinetics of Low-Sn Zircaloy-4 at the Temperature Range from 773 to 1,573K. In : *Journal of Nuclear Science and Technology*, 40 (4), p. 213-219, 2003.

- [15] M. LE SAUX, J. C. BRACHET, V. VANDENBERGHE, E. ROUESNE, S. URVOY, A. AMBARD et R. CHOSSON. Effect of a Pre-Oxide on the High Temperature Steam Oxidation of Zircaloy-4 and M5<sub>Framatome</sub> Alloys. In : *Journal of Nuclear Materials*, 518, p. 386-399, 2019.
- [16] H. UETSUKA, T. FURUTA et S. KAWASAKI. Zircaloy-4 Cladding Embrittlement Due to Inner Surface Oxidation under Simulated Loss-of-Coolant Condition. In : *Journal of Nuclear Science and Technology*, 18 (9), p. 705-717, 1981.
- [17] J.-C. BRACHET, D. HAMON, M. LE SAUX, V. VANDENBERGHE, C. TOFFOLON-MASCLET, E. ROUESNE, S. URVOY, J.-L. BÉCHADE, C. RAEPSAET, J.-L. LACOUR, G. BAYON et F. OTT. Study of Secondary Hydriding at High Temperature in Zirconium Based Nuclear Fuel Cladding Tubes by Coupling Information from Neutron Radiography/Tomography, Electron Probe Micro Analysis, Micro Elastic Recoil Detection Analysis and Laser Induced Breakdown Spectroscopy Microprobe. In : *Journal of Nuclear Materials*, 488, p. 267-286, 2017.
- [18] A. SAWATZKY. A Proposed Criterion for the Oxygen Embrittlement of Zircaloy-4 Fuel Cladding. In : *Zirconium in the Nuclear Industry*, 1979.
- [19] J.-C. BRACHET, V. VANDENBERGHE-MAILLOT, L. PORTIER, D. GILBON, A. LESBROS, N. WAECKEL et J.-P. MARDON. Hydrogen Content, Preoxidation, and Cooling Scenario Effects on Post-Quench Microstructure and Mechanical Properties of Zircaloy-4 and M5 Alloys in LOCA Conditions. In : *Journal of ASTM International*, 5 (5), p. 1-28, 2008.
- [20] B. CAZALIS, J. DESQUINES, C. POUSSARD, M. PETIT, Y. MONERIE, C. BERNAUDAT, P. YVON et X. AVERTY. The PROMETRA Program : Fuel Cladding Mechanical Behavior under High Strain Rate. In : *Nuclear Technology*, 157 (3), p. 215-229, 2007.
- [21] A. HELLOUIN DE MENIBUS, J. SERCOMBE, Q. AUZOUX et C. POUSSARD. Thermomechanical Loading Applied on the Cladding Tube during the Pellet Cladding Mechanical Interaction Phase of a Rapid Reactivity Initiated Accident. In : *Journal of Nuclear Materials*, 453 (1), p. 210-213, 2014.
- [22] C. CANY. Interactions entre énergie nucléaire et énergies renouvelables variables dans la transition énergétique en France : adaptations du parc électrique vers plus de flexibilité. Thèse de doct. Université Paris-Saclay, 16 mars 2017.
- [23] L. PORTIER, T. BREDEL, J.-C. BRACHET, V. MAILLOT, J.-P. MARDON et A. LESBROS. Influence of Long Service Exposures on the Thermal-Mechanical Behavior of Zy-4 and M5<sup>TM</sup> Alloys in LOCA Conditions. In : *Journal of ASTM International*, 2 (2), p. 1-24, 2005.
- [24] F. NAGASE et T. FUKETA. Behavior of Pre-Hydrided Zircaloy-4 Cladding under Simulated LOCA Conditions. In : *Journal of Nuclear Science and Technology*, 42 (2), p. 209-218, 2005.
- [25] S. YAGNIK et A. GARDE. Chapter 7 - Zirconium Alloys for LWR Fuel Cladding and Core Internals. In : *Structural Alloys for Nuclear Energy Applications*, p. 247-291, Elsevier, 2019.
- [26] S. J. ZINKLE, K. A. TERRANI, J. C. GEHIN, L. J. OTT et L. L. SNEAD. Accident Tolerant Fuels for LWRs : A Perspective. In : *Journal of Nuclear Materials*, 448 (1), p. 374-379, 2014.
- [27] S. BRAGG-SITTON. Development of Advanced Accident-Tolerant Fuels for Commercial LWRs. In : *Nuclear News*, 57 (3), p. 83-91, 2014.
- [28] Y.-H. KOO, J.-H. YANG, J.-Y. PARK, K.-S. KIM, H.-G. KIM, D.-J. KIM, Y.-I. JUNG et K.-W. SONG. KAERI's Development of LWR Accident-Tolerant Fuel. In : *Nuclear Technology*, 186 (2), p. 295-304, 2014.
- [29] K. A. TERRANI. Accident Tolerant Fuel Cladding Development : Promise, Status, and Challenges. In : *Journal of Nuclear Materials*, 501, p. 13-30, 2018.

- [30] J.-C. BRACHET, I. IDARRAGA-TRUJILLO, M. L. FLEM, M. L. SAUX, V. VANDENBERGHE, S. URVOY, E. ROUESNE, T. GUILBERT, C. TOFFOLON-MASCLET, M. TUPIN, C. PHALIPPOU, F. LOMELLO, F. SCHUSTER, A. BILLARD, G. VELISA, C. DUCROS et F. SANCHETTE. Early Studies on Cr-Coated Zircaloy-4 as Enhanced Accident Tolerant Nuclear Fuel Claddings for Light Water Reactors. In : *Journal of Nuclear Materials*, 517, p. 268-285, 2019.
- [31] I. IDARRAGA-TRUJILLO, M. LE FLEM, J.-C. BRACHET, M. LE SAUX, D. HAMON, S. MULLER, V. VANDENBERGHE, M. TUPIN, E. PAPIN, A. BILLARD, F. MONSIFROT et F. SCHUSTER. Assessment at CEA of Coated Nuclear Fuel Cladding for LWRs with Increasing Margins in LOCA and beyond LOCA Conditions. In : *LWR Fuel Performance Meeting / Top Fuel 2013*, Charlotte, NC, USA, 15-19 sept. 2013, p. 860-867.
- [32] J. C. BRACHET, C. LORRETTE, A. MICHAUX, C. SAUDER, I. IDARRAGA-TRUJILLO, M. LE SAUX, M. LE FLEM, F. SCHUSTER, A. BILLARD, E. MONSIFROT, E. TORRES, F. REBILLAT, J. BISCHOFF et A. AMBARD. CEA Studies on Advanced Nuclear Fuel Claddings for Enhanced Accident Tolerant LWRs Fuel (LOCA and beyond LOCA Conditions). In : *The International Symposium Fontevraud 8 on Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability*, Avignon, France, 15-18 sept. 2014.
- [33] J.-C. BRACHET, M. LE SAUX, M. LE FLEM, S. URVOY, E. ROUESNE, T. GUILBERT, C. COBAC, F. LAHOGUE, J. ROUSSELOT, M. TUPIN, P. BILLAUD, C. HOSSEPIED, F. SCHUSTER, F. LOMELLO, A. BILLARD, G. VELISA, E. MONSIFROT, J. BISCHOFF et A. AMBARD. On-Going Studies at CEA on Chromium Coated Zirconium Based Nuclear Fuel Claddings for Enhanced Accident Tolerant LWRs Fuel. In : *TopFuel 2015 - Reactor Fuel Performance Meeting*, Zurich, Switzerland, 13-17 sept. 2015.
- [34] J.-C. BRACHET, I. IDARRAGA, M. LE FLEM, M. LE SAUX, F. SCHUSTER, F. LOMELLO, J. BISCHOFF, C. DELAFOY et E. POUILLIER. Out-of-Pile R&D on Chromium Coated Nuclear Fuel Zirconium Based Claddings for Enhanced Accident Tolerance in LWRs. In : *18th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry*, Hilton Head, SC, USA, 15-19 mai 2016.
- [35] J. BISCHOFF, C. VAUGLIN, C. DELAFOY, P. BARBERIS, D. PERCHE, B. GUERIN, J.-P. VASSAULT et J.-C. BRACHET. Development of Cr-Coated Zirconium Alloy Cladding for Enhanced Accident Tolerance. In : *Topfuel 2016 - Light Water Reactor (LWR) Fuel Performance Meeting*, Boise, Idaho, USA, 11-16 sept. 2016, p. 1165-1171.
- [36] J.-C. BRACHET, M. LE SAUX, V. LEZAUD-CHAILLIOUX, M. DUMERVAL, Q. HOUMAIRE, F. LOMELLO, F. SCHUSTER, E. MONSIFROT, J. BISCHOFF et E. POUILLIER. Behavior under LOCA Conditions of Enhanced Accident Tolerant Chromium Coated Zircaloy-4 Claddings. In : *Topfuel 2016 - Light Water Reactor (LWR) Fuel Performance Meeting*, Boise, Idaho, USA, 11-16 sept. 2016, p. 1173-1178.
- [37] J. BISCHOFF, C. DELAFOY, C. VAUGLIN, P. BARBERIS, C. ROUBEYRIE, D. PERCHE, D. DUTHOO, F. SCHUSTER, J.-C. BRACHET, E. W. SCHWEITZER et K. NIMISHAKAVI. AREVA NP's Enhanced Accident-Tolerant Fuel Developments : Focus on Cr-Coated M5 Cladding. In : *Nuclear Engineering and Technology*, 50 (2), p. 223-228, 2018.
- [38] M. DUMERVAL, Q. HOUMAIRE, J.-C. BRACHET, H. PALANCHER, J. BISCHOFF et E. POUILLIER. Behavior of Chromium Coated M5 Claddings upon Thermal Ramp Tests under Internal Pressure (Loss-of-Coolant Accident Conditions). In : *Topfuel 2018 - Light Water Reactor (LWR) Fuel Performance Meeting 2018*, Prague, Czech Republic, sept. 2018.
- [39] J. C. BRACHET, M. LE SAUX, J. BISCHOFF, H. PALANCHER, R. CHOSSON, E. POUILLIER, T. GUILBERT, S. URVOY, G. NONY, T. VANDENBERGHE, A. LEQUIEN, C. MITON et P. BOSSIS. Evaluation of Equivalent Cladding Reacted Parameters of Cr-Coated Claddings Oxidized in Steam at 1200 °C in Relation with Oxygen Diffusion/Partitioning and Post-Quench Ductility. In : *Journal of Nuclear Materials*, 533, p. 152106, 2020.

- [40] S. BANERJEE et P. MUKHOPADHYAY. Chapter 1 - Phases and Crystal Structures. In : *Phase Transformations : Examples from Titanium and Zirconium Alloys*, Volume 12, Pergamon Materials Series, p. 1-86, Pergamon, 2007.
- [41] D. R. LIDE. Physical Constants of Inorganic Compounds. In : *CRC Handbook of Chemistry and Physics, Internet Version 2005*. CRC Press, Boca Raton, FL, 2005.
- [42] O. D. NEIKOV, S. S. NABOYCHENKO et I. B. MURASHOVA. Chapter 24 - Production of Rare Metal Powders. In : *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders (Second Edition)*, p. 757-829, Elsevier, 2019.
- [43] Process for Producing Metallic Zirconium. US4242136A. H. ISHIZUKA. 30 déc. 1980.
- [44] P. G. PARTRIDGE. The Crystallography and Deformation Modes of Hexagonal Close-Packed Metals. In : *Metallurgical Reviews*, 12 (1), p. 169-194, 1967.
- [45] A. HEIMING, W. PETRY, J. TRAMPENAU, W. MIEKELEY et J. COCKCROFT. The Temperature Dependence of the Lattice Parameters of Pure BCC Zr and BCC Zr-2 at.%Co. In : *Journal of Physics : Condensed Matter*, 4 (3), p. 727-733, 1992.
- [46] P. MONTMITONNET et J.-L. AUBIN. Formage des tubes métalliques - Procédés – Analyse détaillée du laminage à pas de pèlerin. In : *Techniques de l'Ingénieur - Mise en forme des métaux et fonderie*, 2009.
- [47] J.-P. MARDON. Matériaux des tubes de gainage pour réacteurs à eau pressurisée. In : *Techniques de l'Ingénieur - Génie nucléaire*, 2008.
- [48] O. RUANO et G. ELSSNER. On Solid Solution Hardening in the Zirconium-Oxygen System. In : *Journal of the Less Common Metals*, 40 (1), p. 121-128, 1975.
- [49] H.-S. HONG, S.-J. KIM et K.-S. LEE. Effects of Alloying Elements on the Tensile Properties and Oxidation Behavior of Modified Zircaloy-4 in 360°C Water. In : *Journal of Nuclear Materials*, 238 (2), p. 211-217, 1996.
- [50] X. Y. MENG et D. O. NORTHWOOD. Intermetallic Precipitates in Zircaloy-4. In : *Journal of Nuclear Materials*, 132 (1), p. 80-87, 1985.
- [51] X. MENG et D. O. NORTHWOOD. Second Phase Particles in Zircaloy-2. In : *Journal of Nuclear Materials*, 168 (1), p. 125-136, 1989.
- [52] K. ANNAND, M. NORD, I. MACLAREN et M. GASS. The Corrosion of Zr(Fe,Cr)<sub>2</sub> and Zr<sub>2</sub>Fe Secondary Phase Particles in Zircaloy-4 under 350°C Pressurised Water Conditions. In : *Corrosion Science*, 128, p. 213-223, 2017.
- [53] J.-P. MARDON, D. CHARQUET et J. SENEVAT. Influence of Composition and Fabrication Process on Out-of-Pile and In-Pile Properties of M5 Alloy. In : *Zirconium in the Nuclear Industry : Twelfth International Symposium*, 2000.
- [54] J. P. MARDON, J. C. BRACHET, L. PORTIER, V. MAILLOT, T. FORGERON, A. LESBROS et N. WAECKEL. Influence of Hydrogen Simulating Burn-up Effects on the Metallurgical and Thermal-Mechanical Behaviour of M5<sup>TM</sup> and Zircaloy-4 Alloys under LOCA Conditions. In : *The 13th international conference on nuclear engineering abstracts*, 2005.
- [55] O. FANDEUR. Etude expérimentale et modélisation mécanique de la corrosion sous contrainte des gaines en zircaloy-4. Thèse de doct. Ecole Centrale Paris, 14 déc. 2001.
- [56] K. LINGA MURTY et I. CHARIT. Texture Development and Anisotropic Deformation of Zircalloys. In : *Progress in Nuclear Energy*, 48 (4), p. 325-359, 2006.
- [57] D. KADDOUR. Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés ( $\alpha$  et  $\beta$ ) et biphasé ( $\alpha + \beta$ ) d'un alliage Zr-1%NbO. Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 13 déc. 2004.

- [58] G. TRÉGO. Comportement en fluage à haute température dans le domaine biphasé ( $\alpha + \beta$ ) de l'alliage M5 $\text{®}$ . Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 20 déc. 2011.
- [59] F. ONIMUS. Approche Expérimentale et Modélisation Micromécanique du Comportement des Alliages de Zirconium Irradiés. Thèse de doct. Ecole Centrale Paris, 8 déc. 2003.
- [60] J. C. COUTERNE et G. CIZERON. Comportement Dilatometrique de Monocristaux de Zirconium  $\alpha$  et Application a La Mesure Des Coefficients Moyens d'expansion Thermique Suivant Les Axes Principaux. In : *Journal of Nuclear Materials*, 32 (2), p. 310-321, 1969.
- [61] D. T. HAGRMAN, C. M. ALLISON et G. A. BERNA. *SCDAP/RELAP5/MOD 3.1 Code Manual : MATPRO, A Library of Materials Properties for Light-Water-Reactor Accident Analysis*. NUREG/CR-6150, Volume 4, Revision 2. Idaho National Engineering and Environmental Laboratory, 1995.
- [62] J.-L. BÉCHADE. Texture et Écrouissage de Tôles En Zircaloy-4 : Évolutions En Fonction Des Paramètres de Laminage à Froid : Influence Sur Le Comportement Élastique, La Dilatation Thermique et l'anisotropie Plastique. Thesis. Ecole Centrale de Nantes, 1<sup>er</sup> jan. 1993.
- [63] E. S. FISHER et C. J. RENKEN. Single-Crystal Elastic Moduli and the Hcp-Bcc Transformation in Ti, Zr, and Hf. In : *Physical Review*, 135, A482-A494, 2A, 1964.
- [64] J. L. KATZ et A. MEUNIER. The Elastic Anisotropy of Bone. In : *Journal of Biomechanics*. F. Gaynor Evans Anniversary Issue on Bone Biomechanics 20 (11), p. 1063-1070, 1987.
- [65] D. TROMANS. Elastic Anisotropy of Hcp Metal Crystals and Polycrystals. In : *International Journal of Research & Reviews in Applied Sciences*, 6 (4), p. 462-483, 2011.
- [66] M. LE SAUX. Comportement et rupture de gaines en zircaloy-4 détendu vierges, hydrurées ou irradiées en situation accidentelle de type RIA. Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 23 oct. 2008.
- [67] W. TYSON. Basal and Prismatic Slip in h.c.p. Crystals. In : *Acta Metallurgica*, 15 (3), p. 574-577, 1967.
- [68] A. AKHTAR et A. TEGHTSOONIAN. Plastic Deformation of Zirconium Single Crystals. In : *Acta Metallurgica*, 19 (7), p. 655-663, 1971.
- [69] P. GEYER. Comportement élasto-viscoplastique de tubes en Zircaloy 4 : approche expérimentale et modélisation micromécanique. Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 9 déc. 1999.
- [70] R. BRENNER. Influence de La Microstructure Sur Le Comportement En Fluage Thermique d'alliages de Zirconium : Analyse Expérimentale et Mise En Œuvre de Méthodes d'homogénéisation. Thèse de doct. Université Paris 13, 1<sup>er</sup> jan. 2001.
- [71] M. DEXET. Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium. Thèse de doct. Ecole Polytechnique X, 24 oct. 2006.
- [72] D. MILLS et G. B. CRAIG. The Plastic Deformation of Zirconium-Oxygen Alloy Single Crystals in the Range 77 K to 950 K. In : *Trans. of Metall. Society of AIME*, 242, p. 1881-1890, 1968.
- [73] N. CHAARI, D. RODNEY et E. CLOUET. Oxygen - Dislocation Interaction in Zirconium from First Principles. In : *Acta Materialia*, 132, p. 416-424, 2017.
- [74] F. FERRER. Etude Des Mécanismes de Déformation Du Zirconium Entre 25°C et 400°C. Influence d'une Faible Teneur En Soufre. Thèse de doct. Ecole Polytechnique, 2000.
- [75] D. L. DOUGLASS. Metallurgy of Zirconium. In : *At. Energy Rev. Suppl.* 1971, 1-470, 1971.
- [76] K. ELBACHIRI, P. DOUMALIN, J. CRÉPIN, M. BORNERT, P. BARBERIS, V. REBEYROLLE et T. BRETHEAU. Characterization of Local Strain Distribution in Zircaloy-4 and M5 Alloys. In : *Journal of ASTM International*, 5 (9), p. 1-11, 2008.



- [77] M. GRANGE. Fragilisation du Zircaloy-4 par l'hydrogène : comportement, mécanismes d'endommagement, interaction avec la couche d'oxyde, simulation numérique. Thèse de doct. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 17 déc. 1998.
- [78] P. DOUMALIN, M. BORNERT et J. CRÉPIN. Caractérisation de La Répartition de La Déformation Dans Les Matériaux Hétérogènes. In : *Mécanique & Industries*, 4 (6), p. 607-617, 2003.
- [79] E. HÉRIPRÉ, M. DEXET, J. CRÉPIN, L. GÉLÉBART, A. ROOS, M. BORNERT et D. CALDEMAISON. Coupling between Experimental Measurements and Polycrystal Finite Element Calculations for Micromechanical Study of Metallic Materials. In : *International Journal of Plasticity*, 23 (9), p. 1512-1539, 2007.
- [80] H. A. PADILLA, J. LAMBROS, A. J. BEAUDOIN et I. M. ROBERTSON. Relating Inhomogeneous Deformation to Local Texture in Zirconium through Grain-Scale Digital Image Correlation Strain Mapping Experiments. In : *International Journal of Solids and Structures*, 49 (1), p. 18-31, 2012.
- [81] D. LUNT, A. OROZCO-CABALLERO, R. THOMAS, P. HONNIBALL, P. FRANKEL, M. PREUSS et J. QUINTA DA FONSECA. Enabling High Resolution Strain Mapping in Zirconium Alloys. In : *Materials Characterization*, 139, p. 355-363, 2018.
- [82] R. THOMAS, D. LUNT, M. D. ATKINSON, J. QUINTA DA FONSECA, M. PREUSS, F. BARTON, J. O'HANLON et P. FRANKEL. Characterisation of Irradiation Enhanced Strain Localisation in a Zirconium Alloy. In : *Materialia*, 5, p. 100248, 2019.
- [83] T. ONCHI, H. KAYANO et Y. HIGASHIGUCHI. The Inhomogeneous Deformation Behaviour of Neutron Irradiated Zircaloy-2. In : *Journal of Nuclear Materials*, 88 (2), p. 226-235, 1980.
- [84] F. ONIMUS, I. MONNET, J. L. BÉCHADE, C. PRIOUL et P. PILVIN. A Statistical TEM Investigation of Dislocation Channeling Mechanism in Neutron Irradiated Zirconium Alloys. In : *Journal of Nuclear Materials*, 328 (2), p. 165-179, 2004.
- [85] L. FOURNIER, A. SERRES, Q. AUZOUX, D. LÉBOULCH et G. S. WAS. Proton Irradiation Effect on Microstructure, Strain Localization and Iodine-Induced Stress Corrosion Cracking in Zircaloy-4. In : *Journal of Nuclear Materials*, 384 (1), p. 38-47, 2009.
- [86] J. C. SLATER. Atomic Radii in Crystals. In : *The Journal of Chemical Physics*, 41 (10), p. 3199-3204, 1964.
- [87] General Physical and Chemical Constants. In : *Smithells Metals Reference Book (Seventh Edition)*, p. 3-1, Butterworth-Heinemann, 1992.
- [88] R. G. ROSS et W. HUME-ROTHERY. High Temperature X-Ray Metallography : I. A New Debye-Scherrer Camera for Use at Very High Temperatures II. A New Parafocusing Camera III. Applications to the Study of Chromium, Hafnium, Molybdenum, Rhodium, Ruthenium and Tungsten. In : *Journal of the Less Common Metals*, 5 (3), p. 258-270, 1963.
- [89] P. BLAZY et V. HERMANT. Métallurgie extractive du chrome. In : *Techniques de l'Ingénieur - Élaboration et recyclage des métaux*, 2014.
- [90] H.-J. LUNK. Discovery, Properties and Applications of Chromium and Its Compounds. In : *ChemTexts*, 1 (1), p. 6, 2015.
- [91] H. OKAMOTO et ASM INTERNATIONAL. *Volume 3 - Alloy Phase Diagrams*. T. 3. ASM Handbook. OCLC : 970349751. Materials Park, Ohio : ASM International, 2016.
- [92] A. WU. Etude du comportement hors et sous irradiation aux ions d'un gainage combustible REP innovant base zirconium revêtu de chrome. Thèse de doct. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 26 oct. 2017.

- [93] J.-C. BRACHET, E. ROUESNE, J. RIBIS, T. GUILBERT, S. URVOY, G. NONY, C. TOFFOLON-MASCLET, M. LE SAUX, N. CHAABANE, H. PALANCHER, A. DAVID, J. BISCHOFF, J. AUGEREAU et E. POUILLIER. High Temperature Steam Oxidation of Chromium-Coated Zirconium-Based Alloys : Kinetics and Process. In : *Corrosion Science*, 167, p. 108537, 2020.
- [94] A. BILLARD et F. PERRY. Pulvérisation cathodique magnétron. In : *Techniques de l'ingénieur. Traitement des métaux*, 2005.
- [95] A. FERREC. Dépôt et Caractérisation de Métaux et de Nitrures à Base de Chrome Par Pulvérisation Magnétron Pulsée (HiPIMS). Thèse de doct. Nantes, 1<sup>er</sup> jan. 2013.
- [96] M. MICHIELS, S. KONSTANTINIDIS et R. SNYDERS. La pulvérisation cathodique magnétron en régime d'impulsions de haute puissance (HiPIMS). In : *Techniques de l'ingénieur*, 2013.
- [97] A. ANDERS. A Structure Zone Diagram Including Plasma-Based Deposition and Ion Etching. In : *Thin Solid Films*, 518 (15), p. 4087-4090, 2010.
- [98] Gains de Combustible Nucléaire, Procédés de Fabrication et Utilisation Contre l'oxydation. Brevet Français FR 3025929B. J. C. BRACHET, A. BILLARD, F. SHUSTER, M. LE FLEM, I. IDARRAGA-TRUJILLO, M. LE SAUX et F. LOMELLO. 23 sept. 2014.
- [99] B. MAIER, H. YEOM, G. JOHNSON, T. DABNEY, J. WALTERS, J. ROMERO, H. SHAH, P. XU et K. SRIDHARAN. Development of Cold Spray Coatings for Accident-Tolerant Fuel Cladding in Light Water Reactors. In : *JOM*, 70 (2), p. 198-202, 2018.
- [100] M. ČEKADA, P. PANJAN, A. DRNOVŠEK, M. PANJAN et P. GSELMAN. Growth Defects in PVD Hard Coatings. In : *Recent Advances in Thin Films*, Materials Horizons : From Nature to Nanomaterials, p. 35-73, Springer Singapore, 2020.
- [101] A. WU, J. RIBIS, J. .-. BRACHET, E. CLOUET, F. LEPRÊTRE, E. BORDAS et B. ARNAL. HRTEM and Chemical Study of an Ion-Irradiated Chromium/Zircaloy-4 Interface. In : *Journal of Nuclear Materials*, 504, p. 289-299, 2018.
- [102] J. RIBIS, A. WU, J. BRACHET, F. BARCELO et B. ARNAL. Atomic-Scale Interface Structure of a Cr-Coated Zircaloy-4 Material. In : *Journal of Materials Science*, 53, 2018.
- [103] T. C. REILEY et W. D. NIX. The Structure and Mechanical Properties of Physically Vapor Deposited Chromium. In : *Metallurgical Transactions A*, 7 (11), p. 1695-1701, 1976.
- [104] C. GAUTIER et J. MACHET. Effects of Deposition Parameters on the Texture of Chromium Films Deposited by Vacuum Arc Evaporation. In : *Thin Solid Films*, 289 (1), p. 34-38, 1996.
- [105] J. PINA, A. DIAS, M. FRANÇOIS et J. L. LEBRUN. Residual Stresses and Crystallographic Texture in Hard-Chromium Electroplated Coatings. In : *Surface and Coatings Technology*, 96 (2), p. 148-162, 1997.
- [106] A. LE PRIOL, E. LE BOURHIS, P.-O. RENAULT, P. MULLER et H. SIK. Influence des contraintes résiduelles et de la texture sur les propriétés mécaniques de films minces de Cr élaborés par pulvérisation cathodique RF - Relation structure-dureté de films de Cr. In : *Matériaux & Techniques*, 101 (3), p. 307, 2013.
- [107] R. W. HOFFMAN. Stresses in Thin Films : The Relevance of Grain Boundaries and Impurities. In : *Thin Solid Films*, 34 (2), p. 185-190, 1976.
- [108] M. F. DOERNER et W. D. NIX. Stresses and Deformation Processes in Thin Films on Substrates. In : *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 14 (3), p. 225-268, 1988.
- [109] J. A. THORNTON et D. W. HOFFMAN. Stress-Related Effects in Thin Films. In : *Thin Solid Films*, 171 (1), p. 5-31, 1989.
- [110] O. KNOTEK, R. ELSING, G. KRÄMER et F. JUNGBLUT. On the Origin of Compressive Stress in PVD Coatings — an Explicative Model. In : *Surface and Coatings Technology*, 46 (3), p. 265-274, 1991.

- [111] I. C. NOYAN et J. B. COHEN. *Residual Stress : Measurement by Diffraction and Interpretation*. Materials Research and Engineering. New York : Springer-Verlag, 1987.
- [112] U. WELZEL, J. LIGOT, P. LAMPARTER, A. C. VERMEULEN et E. J. MITTEMEIJER. Stress Analysis of Polycrystalline Thin Films and Surface Regions by X-Ray Diffraction. In : *Journal of Applied Crystallography*, 38 (1), p. 1-29, 2005.
- [113] M. MARCISZKO, A. BACZMANSKI, C. BRAHAM, M. WROBEL, S. WRONSKI et G. CIOS. Stress Measurements by Multi-Reflection Grazing-Incidence X-Ray Diffraction Method (MGIXD) Using Different Radiation Wavelengths and Different Incident Angles. In : *Acta Materialia*, 123, p. 157-166, 2017.
- [114] U. HOLZSWARTH et H. STAMM. Mechanical and Thermomechanical Properties of Commercially Pure Chromium and Chromium Alloys. In : *Journal of Nuclear Materials*, 300 (2), p. 161-177, 2002.
- [115] D. I. BOLEF et J. de KLERK. Anomalies in the Elastic Constants and Thermal Expansion of Chromium Single Crystals. In : *Physical Review*, 129 (3), p. 1063-1067, 1963.
- [116] A. SUMER et J. F. SMITH. A Comparison of the Elastic Constants of Chromium as Determined from Diffuse X-Ray and Ultrasonic Techniques. In : *Journal of Applied Physics*, 34 (9), p. 2691-2694, 1963.
- [117] C. ZENER. *Elasticity and Anelasticity of Metals*. OCLC : 1485228. Chicago, Illinois : University of Chicago Press, 1948.
- [118] H. J. van RIJN et H. L. ALBERTS. Elastic Constants of Chromium in the Single Q-Domain State. In : *Journal of Physics F : Metal Physics*, 13 (7), p. 1559, 1983.
- [119] W. C. MUIR, J. M. PERZ et E. FAWCETT. Elastic Constants of Antiferromagnetic Chromium. In : *Journal of Physics F : Metal Physics*, 17 (12), p. 2431, 1987.
- [120] T. TIETZ et J. W. WILSON. *Behaviour and Properties of Refractory Metals*. Stanford University Press, 1965.
- [121] J. B. WACHTMAN, W. E. TEFFT, D. G. LAM et C. S. APSTEIN. Exponential Temperature Dependence of Young's Modulus for Several Oxides. In : *Physical Review*, 122 (6), p. 1754-1759, 1961.
- [122] I.-C. CHOI, C. BRANDL et R. SCHWAIGER. Thermally Activated Dislocation Plasticity in Body-Centered Cubic Chromium Studied by High-Temperature Nanoindentation. In : *Acta Materialia*, 140, p. 107-115, 2017.
- [123] D. BARAL, J. E. HILLIARD, J. B. KETTERSON et K. MIYANO. Determination of the Primary Elastic Constants from Thin Foils Having a Strong Texture. In : *Journal of Applied Physics*, 53 (5), p. 3552-3559, 1982.
- [124] F. HUANG et M. L. WEAVER. Biaxial Modulus of Fiber-Textured Cubic Polycrystalline Films with an Arbitrary Texture Axis [Hkl]. In : *Journal of Applied Physics*, 98 (7), p. 073505, 2005.
- [125] H. L. WAIN et F. HENDERSON. Room Temperature Brittleness of Chromium. In : *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 66 (6), p. 515-517, 1953.
- [126] H. L. WAIN, F. HENDERSON et S. T. M. JOHNSTONE. A Study of the Room-Temperature Ductility of Chromium. In : *Journal of the Institute of Metals*, 83, p. 133-142, 1954.
- [127] C. L. BRIANT, K. S. KUMAR, N. ROSENBERG et H. TOMIOKA. The Mechanical Properties of High Purity Chromium. In : *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 18 (1), p. 9-11, 2000.
- [128] A. GILBERT, C. N. REID et G. T. HAHN. Observations on the Fracture of Chromium. In : *Journal of the Institute of Metals*, 92, p. 351, 1963.
- [129] A. V. SAMELJUK, A. D. VASILEV et S. A. FIRSTOV. Low Temperature Deformation and Fracture Behaviour of [100] and [110] Chromium Single Crystals. In : *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 14 (4), p. 249-255, 1996.

- [130] M. MORINAGA, T. NAMBU, J. FUKUMORI, M. KATO, T. SAKAKI, Y. MATSUMOTO, Y. TORISAKA et M. HORIHATA. Effect of Surface Imperfections on the Ductility of Pure Chromium. In : *Journal of Materials Science*, 30 (4), p. 1105-1110, 1995.
- [131] R. WADSACK, R. PIPPAN et B. SCHEDLER. Fracture in Chromium : An Attempt to Improve Ductility. In : *International Conference on Fracture ICF10*, Honolulu, USA, 2001.
- [132] K. HONG, J. R. BARBER, M. D. THOULESS et W. LU. Cracking of Cr-Coated Accident-Tolerant Fuel during Normal Operation and under Power-Ramping Conditions. In : *Nuclear Engineering and Design*, 353, p. 110275, 2019.
- [133] J. C. THORNLEY et A. S. WRONSKI. The Grain-Size-Dependences of the Failure Mode and Ductility Transition Temperatures of Melted Chromium and Tungsten. In : *Metal Science Journal*, 6, p. 113-118, 1972.
- [134] Y. MATSUMOTO, M. MORINAGAT et M. FURUI. Multiple Deformation Effect on the Ductility of Chromium. In : *Scripta Materialia*, 38 (2), p. 321-327, 1997.
- [135] R. WADSACK, R. PIPPAN et B. SCHEDLER. The Effect of Pre-Deformation on the Ductility of Chromium. In : *Journal of Nuclear Materials*, 307-311, p. 701-704, 2002.
- [136] N. L. KARETA et V. G. MAZUR. Variation of Ductile-Brittle Transition Temperature with Grain Size. In : *Strength of Materials*, 9 (2), p. 214-217, 1977.
- [137] V. PROVENZANO, R. VALIEV, D. G. RICKERBY et G. VALDRE. Mechanical Properties of Nanostructured Chromium. In : *Nanostructured Materials. The Fourth International Conference on Nanostructured Materials (NANO '98)* 12 (5), p. 1103-1108, 1999.
- [138] H. G. MELLOR et A. S. WRONSKI. The Effect of Pressurization on the Ductile-Brittle Transition Temperature of Polycrystalline Chromium. In : *Acta Metallurgica*, 18 (7), p. 765-773, 1970.
- [139] E. A. BRANDES, H. T. GREENAWAY et H. E. N. STONE. Ductility in Chromium. In : *Nature*, 178 (4533), p. 587-587, 1956.
- [140] H. L. WAIN, F. HENDERSON et S. T. M. JOHNSTONE. Further Observations of the Ductility of Chromium. In : *JOURNAL OF THE INSTITUTE OF METALS*, 86 (6), p. 281-288, 1957.
- [141] C. W. WEAVER. Strain-Age Hardening and Brittleness in Chromium. In : *Nature*, 180 (4590), p. 806-808, 1957.
- [142] W. H. SMITH et A. U. SEYBOLT. Ductile Chromium. In : *Journal of The Electrochemical Society*, 103 (6), p. 347-352, 1956.
- [143] T. NAMBU, J. FUKUMORI, M. MORINAGA, Y. MATSUMOTO et T. SAKAKI. Environmental Effects on the Ductility of Pure Chromium. In : *Scripta Metallurgica et Materialia*, 32 (3), p. 407-410, 1995.
- [144] Y. MATSUMOTO, S. OHTA, N. AOKI et M. MORINAGA. Effect of Surface Polishing on the Ductility of Pure Chromium Tested in Several Environments. In : *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 19 (2), p. 123-129, 2001.
- [145] B. A. WILCOX, N. D. VEIGEL et A. H. CLAUER. Ductile-Brittle Transition of Thoriated Chromium. In : *Metallurgical and Materials Transactions B*, 3 (1), p. 273-283, 1972.
- [146] Y. MATSUMOTO, J. FUKUMORI, M. MORINAGA, M. FURUI, T. NAMBU et T. SAKAKI. Alloying Effect of 3d Transition Elements on the Ductility of Chromium. In : *Scripta Materialia*, 34 (11), p. 1685-1689, 1996.
- [147] A. GILBERT, C. N. REID et G. T. HAHN. Tensile Properties of Chromium and Chromium-Rhenium Alloys. In : *Met. Soc. Conf.*, 34 : 194-214(1966)., 1966.
- [148] J. F. MCNEIL et H. R. LIMB. Cleavage in Chromium of High Purity. In : *Nature*, 179 (4559), p. 581, 1957.
- [149] R. E. HOOK et A. M. ADAIR. On the Recrystallisation Embrittlement of Chromium. In : *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 227, p. 151, 1963.

- [150] R. WADSACK. Fracture Behavior and Severe Plastic Deformation of Chromium. Institute of Metal Physics, University of Leoben, 2002.
- [151] A. S. WRONSKI, A. C. CHILTON et E. M. CAPRON. The Ductile-Brittle Transition in Polycrystalline Molybdenum. In : *Acta Metallurgica*, 17 (6), p. 751-755, 1969.
- [152] E. O. HALL. The Deformation and Ageing of Mild Steel : III Discussion of Results. In : *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 64 (9), p. 747-753, 1951.
- [153] Z. C. CORDERO, B. E. KNIGHT et C. A. SCHUH. Six Decades of the Hall-Petch Effect – A Survey of Grain-Size Strengthening Studies on Pure Metals. In : *International Materials Reviews*, 61 (8), p. 495-512, 2016.
- [154] M. J. MARCINKOWSKI et H. A. LIPSITT. The Plastic Deformation of Chromium at Low Temperatures. In : *Acta Metallurgica*, 10 (2), p. 95-111, 1962.
- [155] C. P. BRITAIN, R. W. ARMSTRONG et G. C. SMITH. Hall-Petch Dependence for Ultrafine Grain Size Electrodeposited Chromium. In : *Scripta Metallurgica*, 19 (1), p. 89-91, 1985.
- [156] D. WU, J. ZHANG, J. C. HUANG, H. BEI et T. G. NIEH. Grain-Boundary Strengthening in Nanocrystalline Chromium and the Hall-Petch Coefficient of Body-Centered Cubic Metals. In : *Scripta Materialia*, 68 (2), p. 118-121, 2013.
- [157] S. N. NAIK et S. M. WALLEY. The Hall-Petch and Inverse Hall-Petch Relations and the Hardness of Nanocrystalline Metals. In : *Journal of Materials Science*, 55 (7), p. 2661-2681, 2020.
- [158] M. F. DOERNER, D. S. GARDNER et W. D. NIX. Plastic Properties of Thin Films on Substrates as Measured by Submicron Indentation Hardness and Substrate Curvature Techniques. In : *Journal of Materials Research*, 1 (6), p. 845-851, 1986.
- [159] H. L. CASWELL, J. R. PRIEST et Y. BUDO. Low-Temperature Properties of Evaporated Lead Films. In : *Journal of Applied Physics*, 34 (11), p. 3261-3266, 1963.
- [160] P. KHANIKAR, A. KUMAR et A. SUBRAMANIAM. Image Forces on Edge Dislocations : A Revisit of the Fundamental Concept with Special Regard to Nanocrystals. In : *Philosophical Magazine*, 91 (5), p. 730-750, 2011.
- [161] C. N. REID et A. GILBERT. Dislocation Structure in Chromium, Chromium-Rhenium, and Chromium-Iron Alloys. In : *Journal of the Less Common Metals*, 10 (2), p. 77-90, 1966.
- [162] A. SEEGER. Why Anomalous Slip in Body-Centred Cubic Metals? In : *Materials Science and Engineering : A*, 319-321, p. 254-260, 2001.
- [163] A. ARGON. *Strengthening Mechanisms in Crystal Plasticity*. Oxford University Press, 30 août 2007.
- [164] C. R. WEINBERGER, B. L. BOYCE et C. C. BATTAILE. Slip Planes in Bcc Transition Metals. In : *International Materials Reviews*, 58 (5), p. 296-314, 2013.
- [165] G. TAYLOR. Thermally-Activated Deformation of BCC Metals and Alloys. In : *Progress in Materials Science*, 36, p. 29-61, 1992.
- [166] R. FRITZ, V. MAIER-KIENER, D. LUTZ et D. KIENER. Interplay between Sample Size and Grain Size : Single Crystalline vs. Ultrafine-Grained Chromium Micropillars. In : *Materials Science and Engineering : A*, 674, p. 626-633, 2016.
- [167] R. FRITZ, D. WIMLER, A. LEITNER, V. MAIER-KIENER et D. KIENER. Dominating Deformation Mechanisms in Ultrafine-Grained Chromium across Length Scales and Temperatures. In : *Acta Materialia*, 140, p. 176-187, 2017.
- [168] V. MAIER, A. HOHENWARTER, R. PIPPAN et D. KIENER. Thermally Activated Deformation Processes in Body-Centered Cubic Cr – How Microstructure Influences Strain-Rate Sensitivity. In : *Scripta Materialia*, C (106), p. 42-45, 2015.

- [169] D. WU, X. L. WANG et T. G. NIEH. Variation of Strain Rate Sensitivity with Grain Size in Cr and Other Body-Centred Cubic Metals. In : *Journal of Physics D : Applied Physics*, 47 (17), p. 175303, 2014.
- [170] J. W. HUTCHINSON. *Stresses and Failure Modes in Thin Films and Multilayers*. 1996.
- [171] P. WELLNER, O. KRAFT, G. DEHM, J. ANDERSONS et E. ARZT. Channel Cracking of  $\beta$ -NiAl Thin Films on Si Substrates. In : *Acta Materialia*, 52 (8), p. 2325-2336, 2004.
- [172] O. JØRGENSEN, A. HORSEWELL, B. F. SØRENSEN et P. LEISNER. The Cracking and Spalling of Multilayered Chromium Coatings. In : *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 (11), p. 3991-4000, 1995.
- [173] M. S. HU, M. D. THOULESS et A. G. EVANS. The Decohesion of Thin Films from Brittle Substrates. In : *Acta Metallurgica*, 36 (5), p. 1301-1307, 1988.
- [174] B. ERDEM ALACA, M. T. A. SAIF et H. SEHITOGLU. On the Interface Debond at the Edge of a Thin Film on a Thick Substrate. In : *Acta Materialia*, 50 (5), p. 1197-1209, 2002.
- [175] Z. SUO et J. W. HUTCHINSON. Steady-State Cracking in Brittle Substrates beneath Adherent Film. In : 1989.
- [176] Y. LETERRIER, J. ANDERSONS, Y. PITTON et J.-A. E. MÅNSON. Adhesion of Silicon Oxide Layers on Poly(Ethylene Terephthalate). II : Effect of Coating Thickness on Adhesive and Cohesive Strengths. In : *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 35 (9), p. 1463-1472, 1997.
- [177] C. H. HSUEH et M. YANAKA. Multiple Film Cracking in Film/Substrate Systems with Residual Stresses and Unidirectional Loading. In : *Journal of Materials Science*, 38 (8), p. 1809-1817, 2003.
- [178] J. A. NAIRN et S.-R. KIM. A Fracture Mechanics Analysis of Multiple Cracking in Coatings. In : *Engineering Fracture Mechanics*, 42 (1), p. 195-208, 1992.
- [179] F. MACIONCZYK et W. BRÜCKNER. Tensile Testing of AlCu Thin Films on Polyimide Foils. In : *Journal of Applied Physics*, 86 (9), p. 4922-4929, 1999.
- [180] C. ANGÉLÉLIS et E. FELDER. Caractérisation mécanique des films minces. In : *Matériaux & Techniques*, 84, p. 23-28, 11-12, 1996.
- [181] A. C. FISCHER-CRIPPS. *Nanoindentation*. 2<sup>e</sup> éd. Mechanical Engineering Series. New York : Springer-Verlag, 2004.
- [182] W. C. OLIVER et G. M. PHARR. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments. In : *Journal of Materials Research*, 7 (6), p. 1564-1583, 1992.
- [183] D. MA, C. W. ONG, J. LU et J. HE. Methodology for the Evaluation of Yield Strength and Hardening Behavior of Metallic Materials by Indentation with Spherical Tip. In : *Journal of Applied Physics*, 94 (1), p. 288-294, 2003.
- [184] M. F. DOERNER et W. D. NIX. A Method for Interpreting the Data from Depth-Sensing Indentation Instruments. In : *Journal of Materials Research*, 1 (4), p. 601-609, 1986.
- [185] R. B. KING. Elastic Analysis of Some Punch Problems for a Layered Medium. In : *International Journal of Solids and Structures*, 23 (12), p. 1657-1664, 1987.
- [186] R. SAHA et W. D. NIX. Effects of the Substrate on the Determination of Thin Film Mechanical Properties by Nanoindentation. In : *Acta Materialia*, 50 (1), p. 23-38, 2002.
- [187] G. ABADIAS, J. J. COLIN, D. TINGAUD, P. DJEMIA, L. BELLIARD et C. TROMAS. Elastic Properties of  $\alpha$ - and  $\beta$ -Tantalum Thin Films. In : *Thin Solid Films*. A Special Issue "Thin Film Advances", dedicated to the 75th birthday of Professor Joe Greene 688, p. 137403, 2019.
- [188] P.-O. RENAULT, K. F. BADAWI, L. BIMBAULT, P. GOUDEAU, E. ELKAIM et J. P. LAURIAT. Poisson's Ratio Measurement in Tungsten Thin Films Combining an x-Ray Diffractometer with in Situ Tensile Tester. In : *Applied Physics Letters*, 73 (14), p. 1952-1954, 1998.

- [189] M. A. HAQUE et M. T. A. SAIF. In-Situ Tensile Testing of Nano-Scale Specimens in SEM and TEM. In : *Experimental Mechanics*, 42 (1), p. 123-128, 2002.
- [190] H. D. ESPINOSA, B. C. PROROK et M. FISCHER. A methodology for determining mechanical properties of freestanding thin films and MEMS materials. In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 51 (1), p. 47-67, 2003.
- [191] Y.-W. CHENG, D. T. READ, J. D. MCCOLSKEY et J. E. WRIGHT. A Tensile-Testing Technique for Micrometer-Sized Free-Standing Thin Films. In : *Thin Solid Films*, 484 (1), p. 426-432, 2005.
- [192] T. LI, Z. Y. HUANG, Z. C. XI, S. P. LACOUR, S. WAGNER et Z. SUO. Delocalizing Strain in a Thin Metal Film on a Polymer Substrate. In : *Mechanics of Materials. New Directions in Mechanics and Selected Articles in Micromechanics of Materials* 37 (2), p. 261-273, 2005.
- [193] S. DJAZIRI, D. FAURIE, E. L. BOURHIS, P. GOUDEAU, P.-O. RENAULT, C. MOCUTA, D. THIAUDIÈRE et F. HILD. Deformation Modes of Nanostructured Thin Film under Controlled Biaxial Deformation. In : *Thin Solid Films*, 530, p. 30-34, 2013.
- [194] M. S. HU et A. G. EVANS. The Cracking and Decohesion of Thin Films on Ductile Substrates. In : *Acta Metallurgica*, 37 (3), p. 917-925, 1989.
- [195] S. FRANK, U. A. HANDGE, S. OLLIGES et R. SPOLENAK. The Relationship between Thin Film Fragmentation and Buckle Formation : Synchrotron-Based in Situ Studies and Two-Dimensional Stress Analysis. In : *Acta Materialia*, 57 (5), p. 1442-1453, 2009.
- [196] T. GANNE, J. CRÉPIN, S. SERROR et A. ZAOUI. Cracking Behaviour of PVD Tungsten Coatings Deposited on Steel Substrates. In : *Acta Materialia*, 50 (16), p. 4149-4163, 2002.
- [197] Y. LI, X.-S. WANG et X.-K. MENG. Buckling Behavior of Metal Film/Substrate Structure under Pure Bending. In : *Applied Physics Letters*, 92 (13), p. 131902, 2008.
- [198] T. GUO, L. QIAO, X. PANG et A. A. VOLINSKY. Brittle Film-Induced Cracking of Ductile Substrates. In : *Acta Materialia*, 99, p. 273-280, 2015.
- [199] Z. CHEN et Z. GAN. Fracture Toughness Measurement of Thin Films on Compliant Substrate Using Controlled Buckling Test. In : *Thin Solid Films. TMS 2005 - Mechanical Behaviour of Thin Films and Small Structures* 515 (6), p. 3305-3309, 2007.
- [200] B. MERLE. Mechanical Properties of Thin Films Studied by Bulge Testing. Erlangen - Nürnberg, GERMANY : Friedrich-Alexander-University, 2013.
- [201] E. HARRY, A. ROUZAUD, M. IGNAT et P. JULIET. Mechanical Properties of W and W(C) Thin Films : Young's Modulus, Fracture Toughness and Adhesion. In : *Thin Solid Films*, 332 (1), p. 195-201, 1998.
- [202] S. A. NIKULIN, V. G. KHANZHIN, A. B. ROZHNOV, A. V. BABUKIN et V. A. BELOV. Analysis of Crack Resistance and Quality of Thin Coatings by Acoustic Emission. In : *International Journal of Microstructure and Materials Properties*, 1, p. 364-373, 3-4, 2006.
- [203] D. C. ROACHE, A. JARAMA, C. H. BUMGARDNER, F. M. HEIM, J. WALTERS, J. ROMERO, B. MAIER et X. LI. Unveiling Damage Mechanisms of Chromium-Coated Zirconium-Based Fuel Claddings by Coupling Digital Image Correlation and Acoustic Emission. In : *Materials Science and Engineering : A*, 774, p. 138850, 2020.
- [204] K. I. SCHIFFMANN. Determination of Fracture Toughness of Bulk Materials and Thin Films by Nanoindentation : Comparison of Different Models. In : *Philosophical Magazine*, 91, p. 1163-1178, 7-9, 2011.
- [205] S. J. BULL. Failure Mode Maps in the Thin Film Scratch Adhesion Test. In : *Tribology International*, 30 (7), p. 491-498, 1997.

- [206] F. ONIMUS, M. BONO, J. GARNIER, A. SONIAK-DEFRESNE, R. LIMON, D. GILBON, F. BOURLIER et A. AMBARD. Strain-Path Change Tests and Physically Based Polycrystalline Modeling of the Behavior of Recrystallized Zirconium Alloys. In : *Zirconium in the Nuclear Industry : 18th International Symposium*, ASTM STP1597, p. 180-213, 2018.
- [207] F. BERNACHY-BARBE, L. GÉLÉBART, M. BORNERT, J. CRÉPIN et C. SAUDER. Anisotropic Damage Behavior of SiC/SiC Composite Tubes : Multiaxial Testing and Damage Characterization. In : *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 76, p. 281-288, 2015.
- [208] M. BORNERT, F. BRÉMAND, P. DOUMALIN, J.-C. DUPRÉ, M. FAZZINI, M. GRÉDIAC, F. HILD, S. MISTOU, J. MOLIMARD, J.-J. ORTEU, L. ROBERT, Y. SURREL, P. VACHER et B. WATTRISSE. Assessment of Digital Image Correlation Measurement Errors : Methodology and Results. In : *Experimental Mechanics*, 49 (3), p. 353-370, 2008.
- [209] M. BORNERT, P. DOUMALIN, J.-C. DUPRÉ, C. POILÂNE, L. ROBERT, E. TOUSSAINT et B. WATTRISSE. Assessment of Digital Image Correlation Measurement Accuracy in the Ultimate Error Regime : Improved Models of Systematic and Random Errors. In : *Experimental Mechanics*, 58 (1), p.33-48, 2018.
- [210] L. ALLAIS, M. BORNERT, T. BRETHERAU et D. CALDEMAISON. Experimental Characterization of the Local Strain Field in a Heterogeneous Elastoplastic Material. In : *Acta Metallurgica et Materialia*, 42 (11), p. 3865-3880, 1994.
- [211] J. C. LENAIN. Introduction à l'émission acoustique. Applications industrielles. In : *Revue de Métallurgie*, 87 (3), p. 285-298, 1990.
- [212] J. ROGET. Émission acoustique. In : *Techniques de l'Ingénieur - Mesures mécaniques et dimensionnelles*, 1990.
- [213] V. A. BELOUS, S. V. GOZHENKO, Y. A. KRAINYUK, A. S. KUPRIN, V. D. OVCHARENKO, V. I. SAVCHENKO et S. V. SHRAMCHENKO. Effect of Chromium Coatings on the Mechanical Properties of Zr1Nb Fuel Claddings in Longitudinal and Transverse Directions. In : *Problems of atomic science and technology*, 123 (5), p. 142-146, 2019.
- [214] J. JIANG, H. ZHAI, P. GONG, W. ZHANG, X. HE, X. MA et B. WANG. In-Situ Study on the Tensile Behavior of Cr-Coated Zircaloy for Accident Tolerant Fuel Claddings. In : *Surface and Coatings Technology*, 394, p. 125747, 2020.
- [215] J. SAUVOLA et M. PIETIKÄINEN. Adaptive Document Image Binarization. In : *Pattern Recognition*, 33 (2), p. 225-236, 2000.
- [216] B. B. RATH et I. M. BERNSTEIN. The Relation between Grain-Boundary Orientation and Intergranular Cracking. In : *Metallurgical Transactions*, 2 (10), p. 2845-2851, 1971.
- [217] D. M. BOND et M. A. ZIKRY. Differentiating between Intergranular and Transgranular Fracture in Polycrystalline Aggregates. In : *Journal of Materials Science*, 53 (8), p. 5786-5798, 2018.
- [218] T. ANDERSON. *Fracture Mechanics : Fundamentals and Applications, Third Edition*. CRC Press, 24 juin 2005.
- [219] J. LEMAITRE, J.-L. CHABOCHE, A. BENALLAL et R. DESMORAT. *Mécanique des matériaux solides - 3ème édition*. Dunod, 23 sept. 2009.
- [220] T. NAKAMURA et S. M. KAMATH. Three-Dimensional Effects in Thin Film Fracture Mechanics. In : *Mechanics of Materials*, 13 (1), p. 67-77, 1992.
- [221] J. M. AMBRICO et M. R. BEGLEY. The Role of Initial Flaw Size, Elastic Compliance and Plasticity in Channel Cracking of Thin Films. In : *Thin Solid Films*, 419 (1), p. 144-153, 2002.
- [222] J. ANDERSONS, J. MODNIKS, Y. LETERRIER, G. TORNARE, P. DUMONT et J. -. E. MÅNSON. Evaluation of Toughness by Finite Fracture Mechanics from Crack Onset Strain of Brittle Coatings on Polymers. In : *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 49 (2), p. 151-157, 2008.



- [223] J. DUNDURS. Edge-Bonded Dissimilar Orthogonal Elastic Wedges Under Normal and Shear Loading. In : *Journal of Applied Mechanics*, 36 (3), p. 650-652, 1969.
- [224] J. L. BEUTH. Cracking of Thin Bonded Films in Residual Tension. In : *International Journal of Solids and Structures*, 29 (13), p. 1657-1675, 1992.
- [225] M. R. GECIT. Fracture of a Surface Layer Bonded to a Half Space. In : *International Journal of Engineering Science*, 17 (3), p. 287-295, 1979.
- [226] A. R. ZAK et M. L. WILLIAMS. Crack Point Stress Singularities at a Bi-Material Interface. In : *Journal of Applied Mechanics*, 30 (1), p. 142-143, 1963.
- [227] T. YE, Z. SUO et A. G. EVANS. Thin Film Cracking and the Roles of Substrate and Interface. In : *International Journal of Solids and Structures*, 29 (21), p. 2639-2648, 1992.
- [228] H. M. YIN, G. H. PAULINO et W. G. BUTTLAR. An Explicit Elastic Solution for a Brittle Film with Periodic Cracks. In : *International Journal of Fracture*, 153 (1), p. 39, 2008.
- [229] J. L. BEUTH et N. W. KLINGBEIL. Cracking of Thin Films Bonded to Elastic-Plastic Substrates. In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44 (9), p. 1411-1428, 1996.
- [230] H. CHAI. Channel Cracking in Inelastic Film/Substrate Systems. In : *International Journal of Solids and Structures*, 48 (7), p. 1092-1100, 2011.
- [231] N. E. JANSSON, Y. LETERRIER et J. -. E. MÅNSON. Modeling of Multiple Cracking and Decohesion of a Thin Film on a Polymer Substrate. In : *Engineering Fracture Mechanics*, 73 (17), p. 2614-2626, 2006.
- [232] D. LEGUILLON et E. MARTIN. Prediction of Multi-Cracking in Sub-Micron Films Using the Coupled Criterion. In : *International Journal of Fracture*, 209 (1), p. 187-202, 2018.
- [233] M. YANAKA, Y. TSUKAHARA, T. OKABE et N. TAKEDA. Statistical Analysis of Multiple Cracking Phenomenon of a SiO<sub>x</sub> Thin Film on a Polymer Substrate. In : *Journal of Applied Physics*, 90 (2), p. 713-719, 2001.
- [234] T. GANNE. Comportement à La Fissuration de Revêtements Fragiles Sur Substrat Ductile : Application à Des Dépôts PVD de Tungstène Sur Substrat En Acier. Ecole Polytechnique X, 2001.
- [235] Y. FU, X. C. ZHANG, F. Z. XUAN, S. T. TU et Z. D. WANG. Multiple Cracking of Thin Films Due to Residual Stress Combined with Bending Stress. In : *Computational Materials Science*, 73, p. 113-119, 2013.
- [236] J. W. HUTCHINSON et Z. SUO. Mixed Mode Cracking in Layered Materials. In : *Advances in Applied Mechanics*, 29, p. 63-191, 1992.
- [237] R. HUANG, J. H. PRÉVOST, Z. Y. HUANG et Z. SUO. Channel-Cracking of Thin Films with the Extended Finite Element Method. In : *Engineering Fracture Mechanics*, 70 (18), p. 2513-2526, 2003.
- [238] M. D. THOULESS. Crack Spacing in Brittle Films on Elastic Substrates. In : *Journal of the American Ceramic Society*, 73 (7), p. 2144-2146, 1990.
- [239] H. ur REHMAN, F. AHMED, C. SCHMID, J. SCHAUFLEER et K. DURST. Study on the Deformation Mechanics of Hard Brittle Coatings on Ductile Substrates Using In-Situ Tensile Testing and Cohesive Zone FEM Modeling. In : *Surface and Coatings Technology*, 207, p. 163-169, 2012.
- [240] S. LEHMANN et R. MAURY. Mesure Des Coefficients d'élasticité Des Tubes de Ginage En Alliage de Zirconium M5 (X1 2ème Phase). In : *CEA/Saclay – NT SRMA 96-2169*, 1996.
- [241] A. G. EVANS, M. D. DRORY et M. S. HU. The Cracking and Decohesion of Thin Films. In : *Journal of Materials Research*, 3 (5), p. 1043-1049, 1988.
- [242] A. MEZIN, J. -. CHAMBARD, J. LEPAGE et M. NIVOIT. Relaxation de Contrainte Dans Un Dépôt Fissuré. In : *Thin Solid Films*, 185 (1), p. 57-69, 1990.

- [243] Z. C. XIA et J. W. HUTCHINSON. Crack Patterns in Thin Films. In : *Journal of Mechanics Physics of Solids*, 48, p. 1107, 2000.
- [244] A. P. MCGUIGAN, G. A. D. BRIGGS, V. M. BURLAKOV, M. YANAKA et Y. TSUKAHARA. An Elastic-plastic Shear Lag Model for Fracture of Layered Coatings. In : *Thin Solid Films*, 424 (2), p. 219-223, 2003.
- [245] C. ZHANG, F. CHEN, M. H. GRAY, R. TIRAWAT et R. E. LARSEN. An Elasto-Plastic Solution for Channel Cracking of Brittle Coating on Polymer Substrate. In : *International Journal of Solids and Structures*, 120, p. 125-136, 2017.
- [246] H. MOULINEC et P. SUQUET. A Fast Numerical Method for Computing the Linear and Nonlinear Mechanical Properties of Composites. In : *A fast numerical method for computing the linear and nonlinear mechanical properties of composites*, 318 (11), p. 1417-1423, 1994.
- [247] H. MOULINEC et P. SUQUET. A Numerical Method for Computing the Overall Response of Nonlinear Composites with Complex Microstructure. In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 157 (1), p. 69-94, 1998.
- [248] M. KABEL, S. FLIEGENER et M. SCHNEIDER. Mixed Boundary Conditions for FFT-Based Homogenization at Finite Strains. In : *Computational Mechanics*, 57 (2), p. 193-210, 2016.
- [249] D. J. EYRE et G. W. MILTON. A Fast Numerical Scheme for Computing the Response of Composites Using Grid Refinement. In : *The European Physical Journal Applied Physics*, 6 (1), p. 41-47, 1999.
- [250] J. C. MICHEL, H. MOULINEC et P. SUQUET. A Computational Scheme for Linear and Non-Linear Composites with Arbitrary Phase Contrast. In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 52, p. 139-160, 1-2, 2001.
- [251] L. GÉLÉBART et R. MONDON-CANCEL. Non-Linear Extension of FFT-Based Methods Accelerated by Conjugate Gradients to Evaluate the Mechanical Behavior of Composite Materials. In : *Computational Materials Science*, 77, p. 430-439, 2013.
- [252] S. BRISARD et L. DORMIEUX. Combining Galerkin Approximation Techniques with the Principle of Hashin and Shtrikman to Derive a New FFT-Based Numerical Method for the Homogenization of Composites. In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 217-220, p. 197-212, 2012.
- [253] F. WILLOT. Fourier-Based Schemes for Computing the Mechanical Response of Composites with Accurate Local Fields. In : *Comptes Rendus Mécanique*, 343 (3), p. 232-245, 2015.
- [254] Y. CHEN, L. GÉLÉBART, C. CHATEAU, M. BORNERT, C. SAUDER et A. KING. Analysis of the Damage Initiation in a SiC/SiC Composite Tube from a Direct Comparison between Large-Scale Numerical Simulation and Synchrotron X-Ray Micro-Computed Tomography. In : *International Journal of Solids and Structures*, 161, p. 111-126, 2019.
- [255] M. SCHNEIDER, D. MERKERT et M. KABEL. FFT-Based Homogenization for Microstructures Discretized by Linear Hexahedral Elements. In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 109 (10), p. 1461-1489, 2017.
- [256] K. WANG, F. ZHANG et R. K. BORDIA. FEM Modeling of In-Plane Stress Distribution in Thick Brittle Coatings/Films on Ductile Substrates Subjected to Tensile Stress to Determine Interfacial Strength. In : *Materials*, 11 (4), 2018.
- [257] T. BAI et D. D. POLLARD. Spacing of Fractures in a Multilayer at Fracture Saturation. In : *International Journal of Fracture*, 100 (4), p. 23-28, 2000.
- [258] D. B. WILLIAMS et C. B. CARTER. The Transmission Electron Microscope. In : *Transmission Electron Microscopy : A Textbook for Materials Science*. Springer US, 1996.
- [259] S. M. HU. Film-edge-induced Stress in Substrates. In : *Journal of Applied Physics*, 50 (7), p. 4661-4666, 1979.

- [260] F. L. CHEN, X. HE, P. A. PRIETO-MUÑOZ et H. M. YIN. Opening-Mode Fractures of a Brittle Coating Bonded to an Elasto-Plastic Substrate. In : *International Journal of Plasticity*, 67, p. 171-191, 2015.

# Observation des dislocations dans un revêtement de chrome recristallisé

## Sommaire du présent chapitre

<b>A.1 Matériau</b>	<b>193</b>
<b>A.2 Essai de traction <i>in situ</i> sous MEB</b>	<b>194</b>
<b>A.3 Prélèvement des lames minces</b>	<b>195</b>
<b>A.4 Observation des dislocations au MET</b>	<b>196</b>
<b>A.5 Conclusion</b>	<b>198</b>

Cette annexe présente une étude préliminaire réalisée pour observer les dislocations qui peuvent se présenter dans le revêtement de chrome. Pour cela, des lames minces sont prélevées par FIB dans des revêtements de Cr recristallisés non déformé et déformé uniaxialement à 1,3%. La première partie présente la microstructure recristallisée du revêtement. La deuxième partie décrit l'essai de traction effectué pour déformer le revêtement. La dernière partie présente des observations des dislocations au MET.

## A.1 Matériau

Pour augmenter la taille des grains du chrome et faciliter l'observation au MET, un traitement thermique à 800°C pendant 1h30 sous vide est appliqué sur une plaquette en M5<sub>Framatome</sub> revêtue d'environ 15 µm de chrome dans le but de recristalliser le revêtement. A l'issue du traitement à 800°C, la plaquette est refroidie lentement pour limiter les risques de fissuration du revêtement due à la contrainte thermique en traction à laquelle le revêtement est susceptible d'être soumis lors du refroidissement, du fait d'un coefficient de dilatation thermique plus élevée que celui du substrat (Chapitre 2). La Figure A.1 illustre la microstructure du revêtement recristallisé (à comparer à la Figure II.20 illustrant la microstructure typique avant traitement de recristallisation).

Ainsi, le traitement thermique conduit à une homogénéisation de la taille des grains. Les petits grains proches de l'interface recristallisent en formant des grains équiaxes. La largeur de ces derniers est désormais comparable à celle des grains proches de la surface libre. Les joints de grains sont plus lisses. Les plus gros grains colonnaires gardent leur morphologie mais sont légèrement plus larges après la recristallisation.

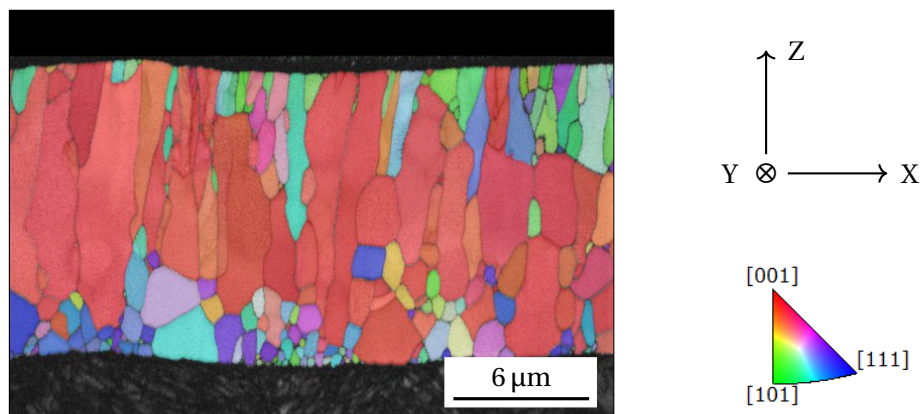


FIGURE A.1 – Cartographie EBSD d'orientation cristalline dans l'épaisseur du revêtement de Cr recristallisé à 800°C pendant 1h30 (35 nm/pixel) sous forme de figure de pôles inverses selon la direction Z.

## A.2 Essai de traction *in situ* sous MEB

Dans l'espoir de créer des dislocations dans le revêtement de Cr, le revêtement est déformé via un essai de traction réalisé *in situ* au MEB sur une éprouvette de traction prélevée de la plaquette recristallisée (géométrie illustrée à la Figure III.30b). La Figure A.2 présente l'évolution de la contrainte conventionnelle en fonction du déplacement de la traverse pendant cet essai.

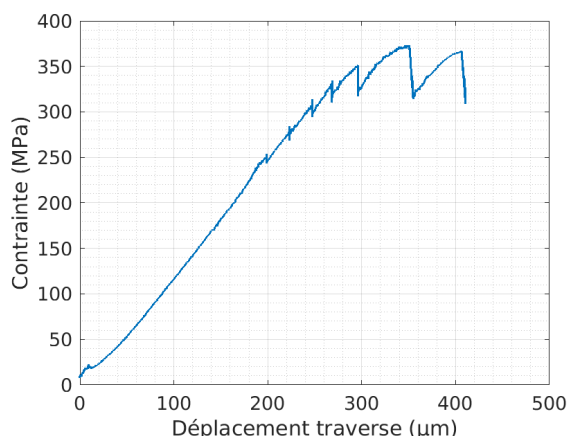


FIGURE A.2 – Évolution de la contrainte conventionnelle en fonction du déplacement traverse lors d'un essai de traction *in situ* sous MEB sur une plaquette revêtue recristallisée.

L'essai est interrompu plusieurs fois pour vérifier la fissuration du revêtement. Curieusement, seules quelques courtes fissures sont observées aux bords de l'éprouvette dans toute la longueur utile (15 mm) jusqu'à la dernière interruption à 1,3% de déformation macroscopique (évaluée à partir des coordonnées relatives de deux marquages sur le revêtement avant et après déformation) (Figure A.3). En particulier, on observe une fissure s'étant propagée dans la direction de traction très proche d'un bord de l'éprouvette. Cette fissure semble s'être propagée avant l'essai, lors du refroidissement après le traitement thermique.

Cela est un peu surprenant vu que l'essai de traction réalisé sur une éprouvette à l'état de réception (*i.e.* non recristallisée) prévoit une fissuration du revêtement dès 0,4% de déformation et une densité de fissures la largeur de l'éprouvette d'environ  $8 \text{ mm}^{-1}$  dès 1% de déformation (cf. Chapitre 3). De plus, on s'attend à ce que des contraintes résiduelles en traction se soient développées au sein du revêtement lors du refroidissement à l'issue du traitement thermique de recristallisation, vu que le coefficient de dilatation thermique du chrome est plus grand que celui du zirconium. La présence d'une fissure

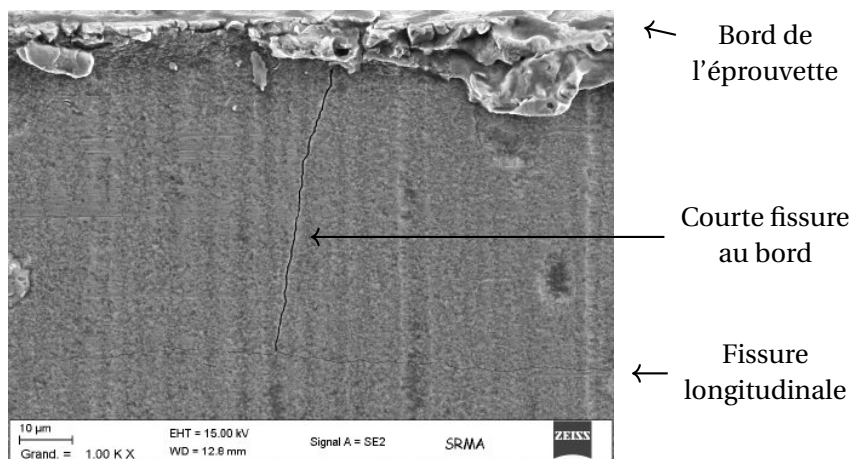


FIGURE A.3 – Fissure isolée au bord de l'éprouvette de traction.

longitudinale proche du bord, qui semble empêcher la propagation de quelques fissures traversantes, ne peut pas expliquer la suppression de la fissuration du revêtement à l'échelle macroscopique. Ainsi, la recristallisation semble avoir un effet sur le comportement mécanique à la fissuration du revêtement. Ce point mériterait de faire l'objet d'une étude dédiée.

### A.3 Prélèvement des lames minces

Pour l'observation au MET, deux lames minces sont prélevées par faisceau d'ions (FIB) à partir du revêtement non déformé (sur une chute d'usinage de l'éprouvette de traction) et du revêtement déformé (à 1,3%) au milieu de la longueur utile de l'éprouvette de traction (perpendiculairement à la direction de traction). Pour cela, un MEB FEI de type HELIOS NANOLAB 650 est utilisé.

Premièrement, un revêtement organométallique de platine est déposé sur la surface libre du revêtement pour minimiser l'irradiation sur les lames. Ensuite, un mur est creusé dans le revêtement par un faisceau d'ions Gallium focalisés. Le mur est prélevé et collé sur une grille en cuivre. Il est ensuite aminci jusqu'à une épaisseur d'une centaine de nanomètres. Enfin, des étapes de finition sont appliquées pour enlever les dégâts d'irradiation. Des micrographies MEB des lames fabriquées sont données sur la Figure A.4.

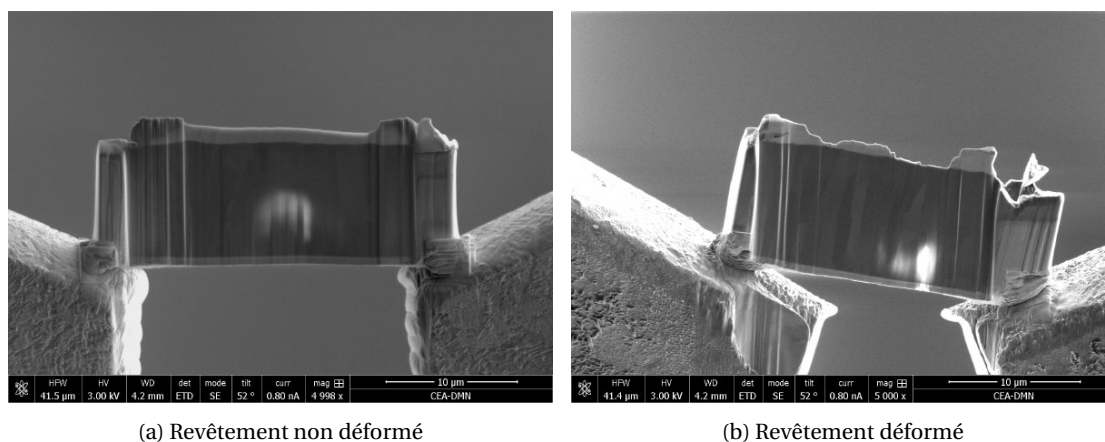


FIGURE A.4 – Deux lames FIB observées au MEB.

## A.4 Observation des dislocations au MET

Les micrographies présentées par la suite sont obtenues en mode champ clair avec un MET JEOL 2100 (filament LaB6) avec une tension d'accélération de 200kV. Le diaphragme est mis dans le plan focal et sélectionne seul le faisceau transmis (Figure A.5). Une image se forme dans le plan image. Cette image est ensuite agrandie par d'autres lentilles. Enfin, une caméra permet d'acquérir une micrographie de la microstructure. Par conséquent, les zones qui diffractent fortement sont plus sombres. Les lames minces sont montées sur un porte-objet « double tilt ».

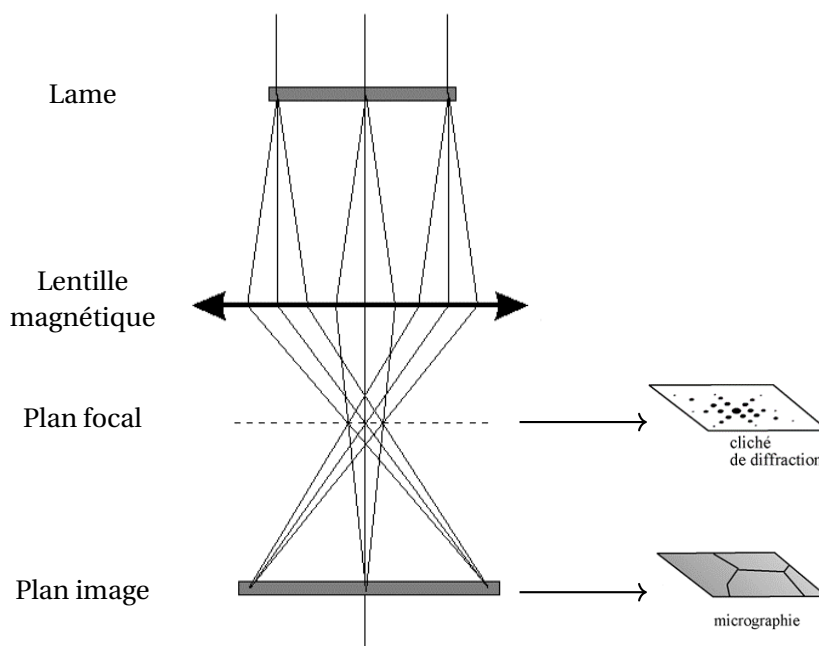


FIGURE A.5 – Illustration du fonctionnement du microscope électronique en transmission.

Pour chaque lame, un grain est choisi pour les observations. En principe, les dislocations conduisent à une distorsion du réseau. Cela cause un contraste de diffraction et par conséquent un contraste linéaire (1D) sur les images, permettant ainsi leur observation. La Figure A.6 présente les dislocations observées. Les dislocations sont différenciées grâce à leur caractère linéaire et leur position invariante en fonction de l'inclinaison des lames. Sans faire une mesure statistique, on a l'impression d'observer plus de dislocations dans la lame issue du revêtement déformé que dans la lame prélevée dans le revêtement non déformé.

Le vecteur de Burgers des dislocations peut être déterminé en se basant sur le fait que l'observation d'une dislocation dépend du produit scalaire du vecteur de Burgers  $\vec{b}$  et du vecteur de diffraction  $\vec{g}$  [258]. La condition suivante conduit à l'extinction des dislocations (aucun contraste) :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0 \quad (\text{A.1})$$

Le vecteur de Burgers est ainsi déterminé si deux vecteurs  $\vec{g}$  non colinéaires satisfaisant l'Équation (A.1) sont trouvés. De plus, il faut se rapprocher de conditions dites « two-beam condition » où la condition de Bragg est satisfaite pour un seul point dans le réseau réciproque (un seul vecteur  $\vec{g}$ ). La Figure A.7 présente deux configurations où quelques dislocations observées dans la lame issue du revêtement non déformé sont « éteintes ». Les deux vecteurs de diffraction sont déterminés de manière cohérente à l'aide du logiciel CaRIne<sup>1</sup>.

À partir de l'Équation (A.1), on trouve que le vecteur de Burgers de deux dislocations éteintes

1. <http://carine.crystallography.pagesperso-orange.fr/>

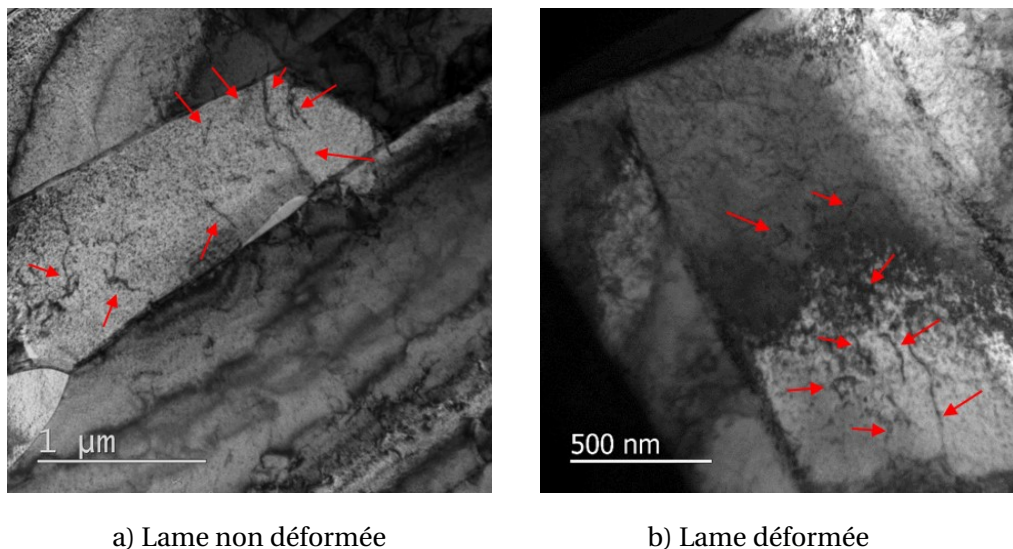


FIGURE A.6 – Dislocations observées dans les deux lames FIB, repérées par les flèches.

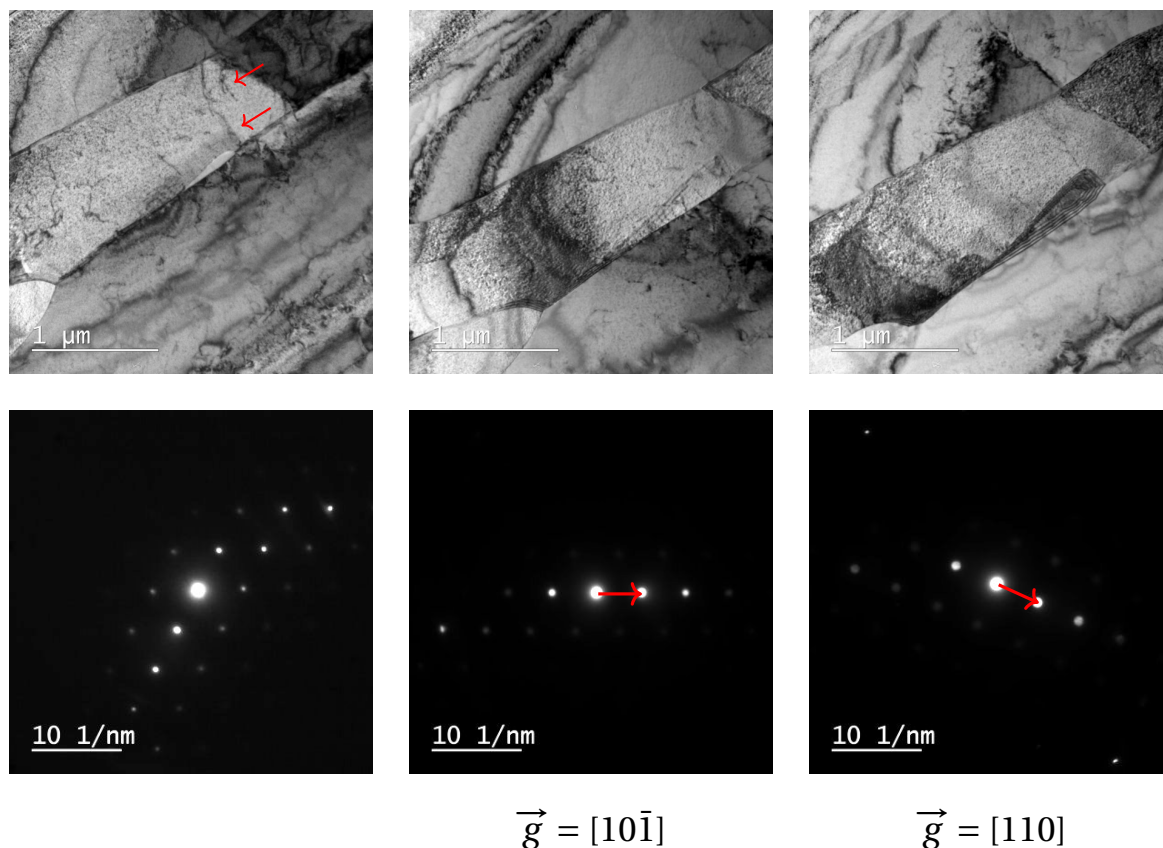


FIGURE A.7 – Extinction des dislocations (repérées par les flèches sur l’image à gauche) pour deux vecteurs de diffraction.

est selon la direction  $[1\bar{1}1]$ , ce qui est cohérent avec les résultats de la littérature pour les métaux de transition à structure cubique centrée tels que le fer. Néanmoins, comme une « two-beam condition » n’est pas parfaitement satisfaite, il est difficile de conclure sur l’extinction ou non d’une dislocation. De plus, ces observations ne permettent pas de conclure de manière statistique. Les résultats présentés ici restent donc indicatifs.



## A.5 Conclusion

Il est trouvé que la densité des dislocations est plus importante après application du chargement mécanique. Cela est une preuve de la capacité du revêtement de Cr à se déformer plastiquement (au moins à l'état recristallisé) à température ambiante. Le vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$  des dislocations est confirmé.

# Qualification des essais expérimentaux

## Sommaire du présent chapitre

<b>B.1 Profil des déformations diamétrales et incertitude sur la mesure lors des essais biaxés</b>	<b>199</b>
<b>B.2 Choix des paramètres de corrélation d'images - Erreur de mesure</b>	<b>201</b>
B.2.1 Essais biaxés . . . . .	201
B.2.2 Essais de traction <i>in situ</i> sous MEB . . . . .	203

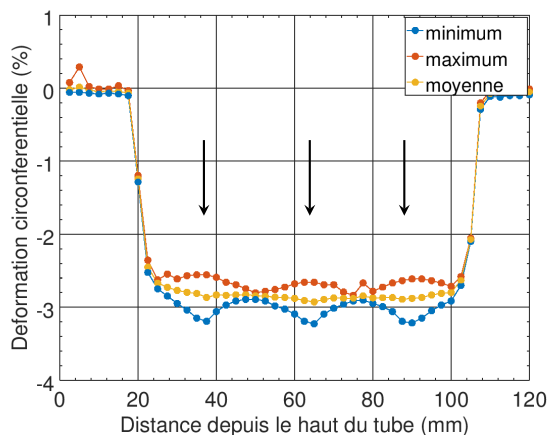
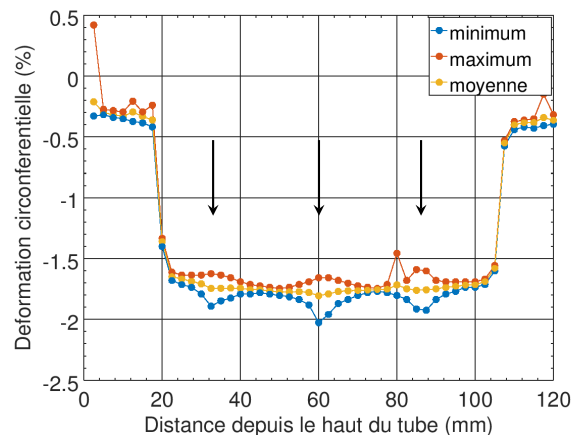
## B.1 Profil des déformations diamétrales et incertitude sur la mesure lors des essais biaxés

En raison de la géométrie particulière des éprouvettes (noyaux intérieurs aux extrémités, tête d'amarrage), les déformations ne sont pas parfaitement homogènes le long des tubes durant les essais biaxés. Pour mettre en évidence cette hétérogénéité, le profil du diamètre externe des tubes a été mesuré post essais le long des tubes à l'aide d'un système de mesure de profil par laser BETA LaserMike<sup>1</sup>. Pour chaque section, huit valeurs de diamètres sont mesurées ; les déformations circonférentielles maximales, minimales et moyennes sont ensuite calculées selon l'Équation (III.2).

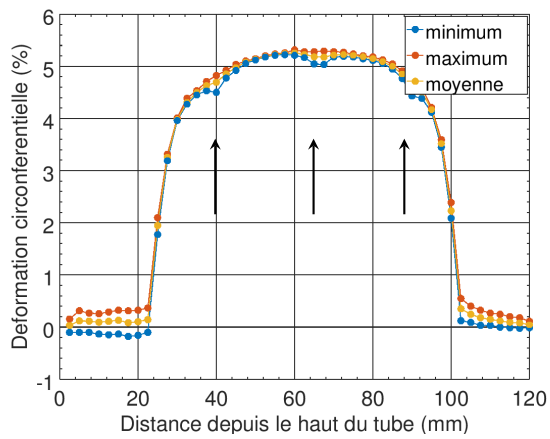
La Figure B.1 présente l'évolution des déformations circonférentielles le long des tubes après déchargement pour différents taux de biaxialité. Il est observé que la déformation circonférentielle est quasi homogène sur une longueur de 40 mm au centre des tubes. Sur les parties proches des deux extrémités, la déformation du tube est influencée par la présence des noyaux intérieurs et des têtes d'amarrage aux extrémités qui empêchent le déplacement radial du tube.

Par ailleurs, aux positions où le tube est en contact avec les extensomètres, la section n'est pas homogène. Des « indentations » sont observées. Elles sont dues à la force de contact pour maintenir les extensomètres. Ainsi, les déformations circonférentielles mesurées par l'extensomètre radial ne sont pas parfaitement représentatives des déformations dans le reste de l'éprouvette.

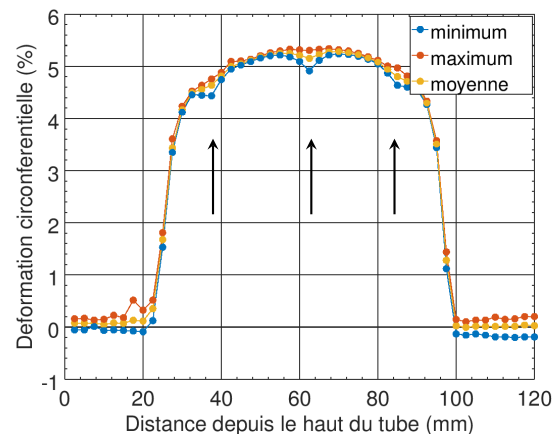
1. précision de mesure d'environ 1 µm.

a) Taux de biaxialité  $\infty$ 

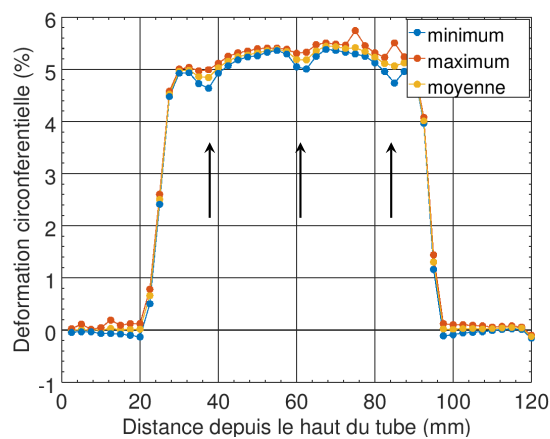
b) Taux de biaxialité 2



c) Taux de biaxialité 1



d) Taux de biaxialité 0,5



e) Taux de biaxialité 0

FIGURE B.1 – Evolution de la déformation circonférentielle après déchargement le long des tubes pour différents taux de biaxialité (positions des extensomètres illustrées par les flèches).

## B.2 Choix des paramètres de corrélation d'images - Erreur de mesure

### B.2.1 Essais biaxés

Pour choisir la taille du Domaine de Corrélation (DC) optimale pour les essais biaxés et évaluer les incertitudes de mesure, une étude préalable a été menée. Il s'agit de filmer la surface d'une éprouvette revêtue de chrome mise en place dans la configuration d'essai en lui appliquant un mouvement de corps rigide de quelques centaines de pixels. Ainsi, des coefficients de corrélation nuls et des déformations nulles sont attendus. Les figures B.2 et B.3 montrent l'évolution de la moyenne des coefficients de corrélation et des déformations circonférentielles de Green-Lagrange notées E11 ainsi que leur écart-type en fonction de la taille du DC. Les autres paramètres de corrélation sont identiques à ceux finalement retenus pour le dépouillement.

Il est trouvé que la moyenne des déformations est peu sensible à la taille du DC et reste assez faible, de l'ordre de 0,01%, pour des domaines de plus de 10 pixels de côté. Cette valeur donne une idée sur l'erreur intrinsèque de la mesure (la déformation est en réalité nulle). Dès que la taille du DC est inférieure à 10 pixels, la moyenne et l'écart-type des déformations augmentent significativement. Les moyennes et les écarts-types du coefficient de corrélation et de la déformation diminuent quand la taille du DC augmente et n'évoluent plus trop quand elle dépasse 30 pixels. Vu que le DC doit être assez grand pour contenir une quantité suffisante d'informations autour des points d'études et qu'avec des DC trop grands, il est plus difficile de visualiser des phénomènes locaux comme la fissuration, une taille de 30 pixels est retenue car elle offre un bon compromis.

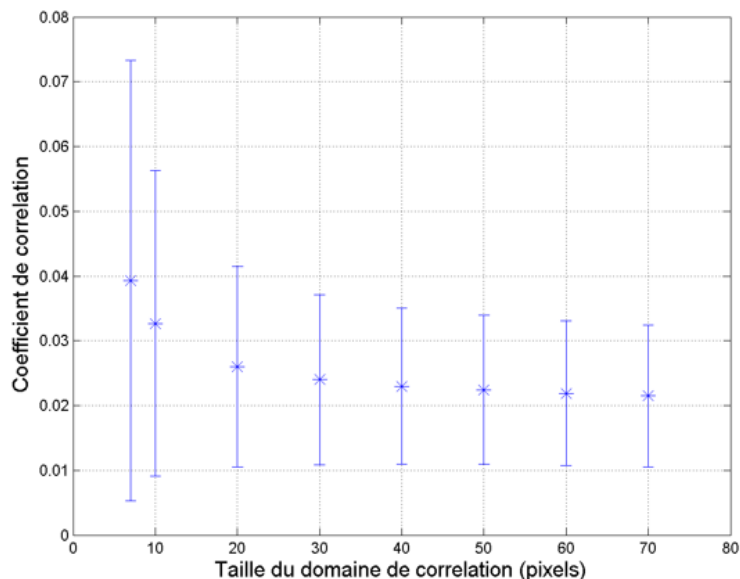


FIGURE B.2 – Évolution de la moyenne des coefficients de corrélation (écart-type représenté par les barres d'erreur) en fonction de la taille du domaine de corrélation pour un déplacement de corps rigide.

Une autre source d'erreur est la variation de la distance entre la surface filmée et l'objectif. Bien qu'un objectif télécentrique soit utilisé, sa profondeur de champ est très petite (0,1 mm) et la netteté des images peut fortement changer au cours de l'essai. C'est aussi pour cette raison que seules les images enregistrées pendant environ les 100 premières secondes des essais, durant lesquelles la déformation maximale reste inférieure à 2% environ, sont exploitables. L'erreur induite est évaluée en fonction de la distance relative de la caméra par rapport à la surface filmée non déformée. La Figure B.4 montre l'évolution de la moyenne des composantes normales E11 et E22 et de cisaillement E12 des déformations de Green-Lagrange mesurées par corrélation d'images, en fonction de la position

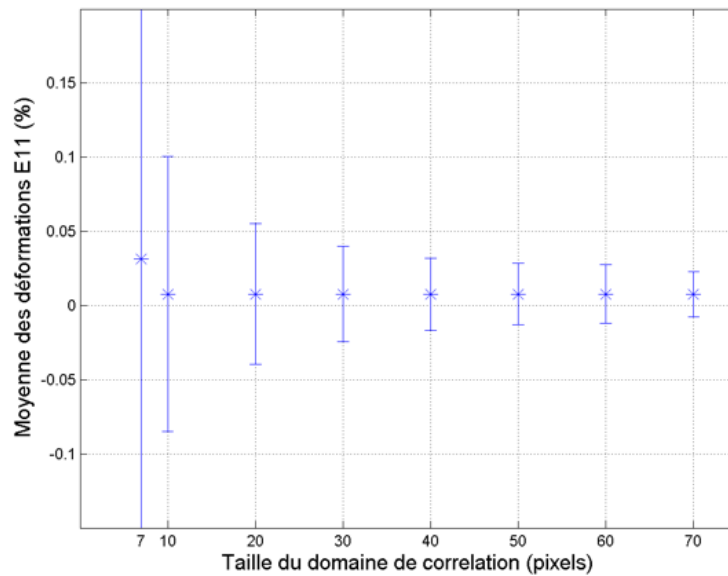


FIGURE B.3 – Évolution de la moyenne des déformations circonférentielles calculées (écart-type représenté par les barres d'erreur) en fonction de la taille du domaine de corrélation pour un déplacement de corps rigide.

relative par rapport à la caméra. La position de référence correspond à une image nette. Il est trouvé que l'erreur des déformations moyennes est inférieure à 0,05% si la surface des éprouvettes reste dans la profondeur de champ de la caméra.

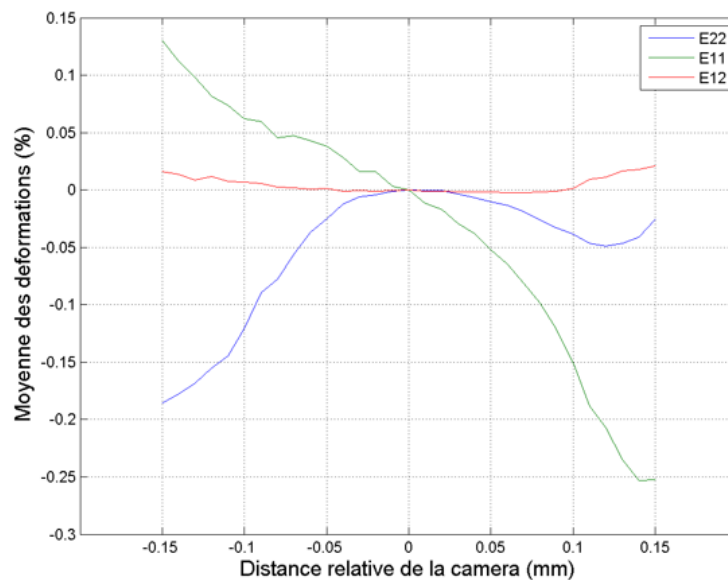


FIGURE B.4 – Évolution des déformations moyennes en fonction de la position relative de la caméra.

### B.2.2 Essais de traction *in situ* sous MEB

Premièrement, un test préliminaire est réalisé pour choisir les bons paramètres d'observation avec le MEB dans le but de favoriser la corrélation d'images. Il s'agit du courant du faisceau et de l'ouverture du diaphragme. Le choix de ces deux paramètres joue directement sur la qualité des images. Plus l'ouverture du diaphragme et le courant sont faibles, plus la taille du point de faisceau sur la surface observée est petite, par conséquent plus la résolution spatiale est bonne mais plus l'image est bruitée (Figure B.5). Le MEB JEOL JSM-IT300 possède trois diaphragmes numérotés 1, 2 et 3 de tailles différentes interchangeable par encliquetage. Le courant est réglé à travers un « numéro de courant » (0-100).

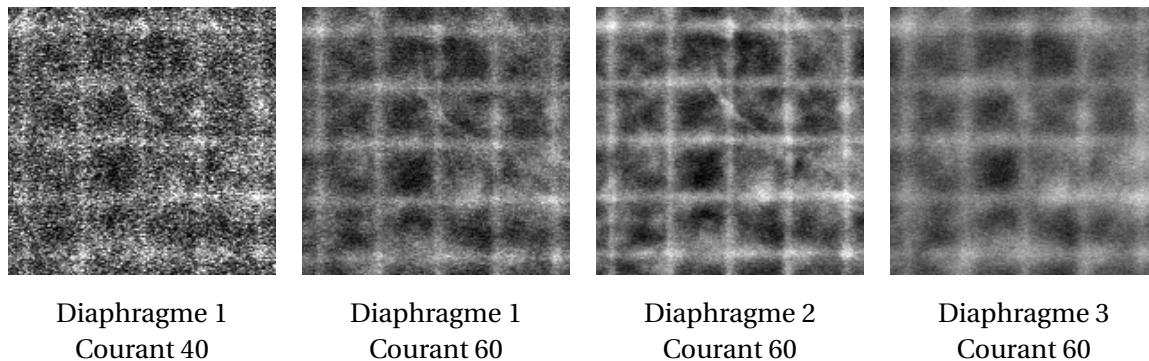


FIGURE B.5 – Illustration de la cartographies MEB en mode électrons secondaires de la grille 1 aux différentes ouvertures du diaphragme et courants du faisceau.

Deux images en mode électrons secondaires de la microgrille 1 avant et après un mouvement de corps rigide de  $\sim 20 \mu\text{m}$  ( $\sim 600$  pixels) dans la direction de traction sont enregistrées pour différents couples de ces deux paramètres (tension d'accélération 20kV, distance de travail  $\sim 10$  mm). Elles sont ensuite corrélées pour calculer les déformations locales qui sont censées être nulles. Les points de corrélation sont centrés sur les intersections de la grille et la taille du domaine de corrélation est choisi à 30 pixels ( $\sim$  pas de la grille). La Figure B.6 présente l'écart-type des déformations locales dans la direction du mouvement mesurées par corrélation d'images. Il est trouvé que la combinaison du diaphragme numéro 2 et du courant 60 est un bon compromis et donne l'erreur la plus faible, d'environ 1%. Cette erreur est jugée acceptable pour visualiser la localisation des déformations plastiques dans le revêtement.

Deuxièmement, différents paramètres de corrélation d'images sont testés dans le but de trouver un bon compromis entre l'erreur de mesure et la résolution spatiale de mesure. L'idée est de corréler les images des zones de corrélation issues d'une translation de la platine ( $\sim 20 \mu\text{m}$ ,  $\sim 700$  pixels) en changeant la taille du domaine de corrélation et le type d'interpolation (pour les déplacements sub-pixel), et de calculer les déformations locales parasites. La Figure B.7 présente l'écart-type des déformations locales (dans la direction du mouvement) mesurées sur quatre zones de corrélation, avec différentes tailles du domaine de corrélation et différents types d'interpolation. Il est trouvé qu'un domaine de corrélation de 30 pixels est suffisamment large. Une taille plus petite conduit à une augmentation des erreurs de mesure tandis qu'une taille plus grande ne permet pas de diminuer beaucoup les erreurs et risque de cacher des déformations locales. De plus, l'interpolation bilinéaire semble donner des erreurs plus petites. Par ailleurs, tandis que l'erreur obtenue sur la zone naturelle (sans microgrille) numéro 2 est du même ordre de grandeur que celles obtenues sur les deux microgrilles (écart-type  $\sim 1,1-1,3\%$ ), l'erreur sur la zone de la surface naturelle numéro 1 est significativement plus grande (écart-type  $\sim 2,9\%$ ). Cela confirme l'intérêt du dépôt des microgrilles qui assurent un bon contraste.

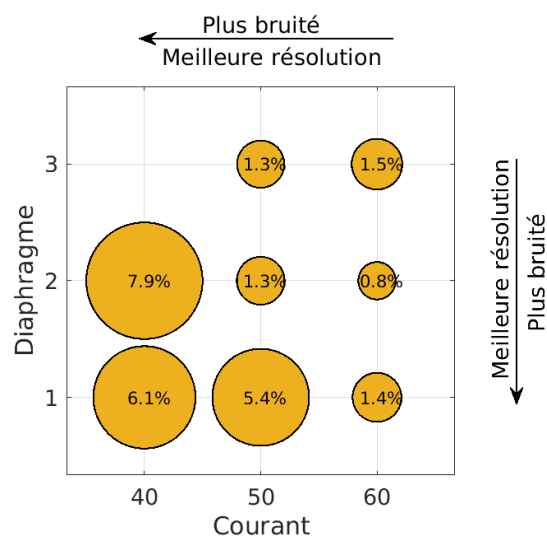


FIGURE B.6 – Écart-type des déformations locales mesurées par corrélation d'images sur les images de la microgrille 1 issues d'un mouvement de corps rigide.

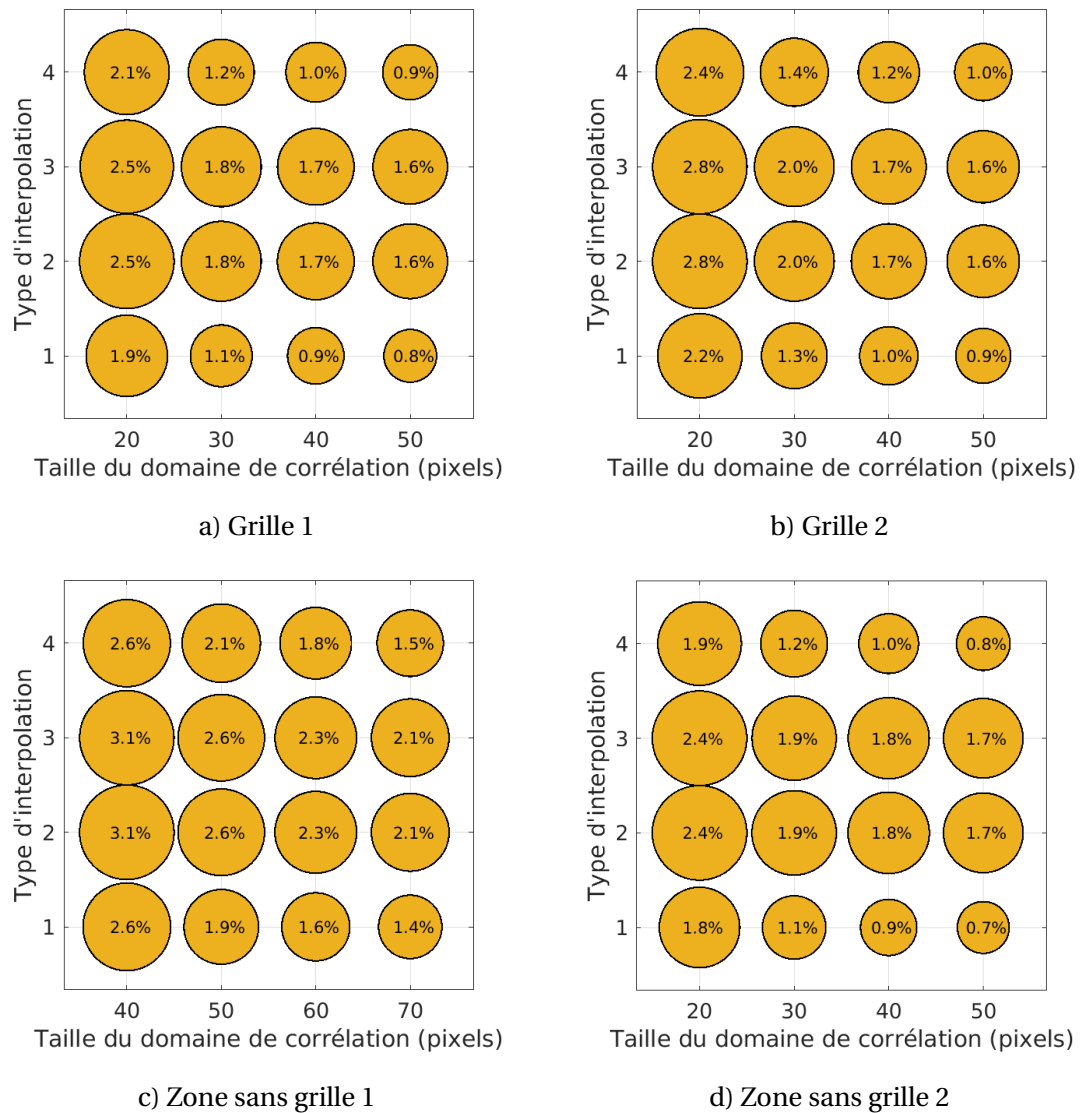


FIGURE B.7 – Écart-type des déformations locales mesurées par corrélation d'images sur les images issues d'un mouvement de corps rigide au niveau des deux microgrilles et de deux surfaces naturelles sans grilles, pour différentes tailles du domaine de corrélation et différents types d'interpolation : bilinéaire (1), bicubique (2), spline bicubique (3) et spline biquintique (4).





# Essai de traction *in situ* sous MEB sur une plaquette en Zircaloy-4 détendu revêtue de chrome

## Sommaire du présent chapitre

C.1 Mise en place	207
C.2 Résultats	208

### C.1 Mise en place

Au début de la thèse, un essai de traction sur une plaquette en alliage Zircaloy-4 détendu revêtue d'environ 15  $\mu\text{m}$  de chrome, a été réalisé *in situ* au sein de la chambre d'un MEB de la marque ZEISS modèle Sigma HD avec un canon à émission de champ, à température ambiante (C.1). La traction est appliquée au moyen d'une machine de traction miniature MicroMecha modèle Proxima. La géométrie de l'éprouvette est présentée sur la Figure III.30a.

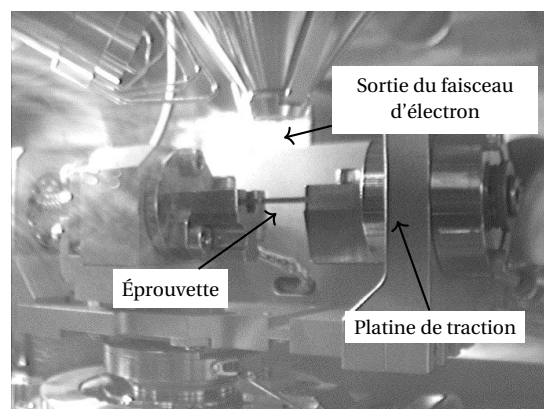


FIGURE C.1 – Mise en place de l'essai de traction *in situ* dans la chambre du MEB.

Ce premier essai est piloté avec une vitesse de déplacement constante de l'extrémité mobile de 2  $\mu\text{m/s}$  de sorte que la vitesse de déformation dans la zone utile de l'éprouvette (10 mm de long) soit

de l'ordre de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . L'essai est interrompu 7 fois à différents niveaux de forces/allongements. À chaque interruption, la déformation macroscopique du revêtement, notée par la suite  $\epsilon_{macro}$ , est calculée grâce aux coordonnées de deux points de marquage sur la surface du revêtement, initialement séparés d'environ 3,4 mm l'un de l'autre. Cette déformation correspond au rapport entre les déplacements relatifs des deux points selon la direction de traction et leur distance initiale. De plus, la position et l'ouverture de chacune des fissures situées entre ces deux marquages sont mesurées à partir des images MEB enregistrées.

Sur cette éprouvette, une microgrille de tungstène de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  avec un pas de  $1 \mu\text{m}$  (Figure 32a) est déposée par faisceau d'ions focalisés dans la zone utile, dans le but de favoriser la corrélation d'images à partir des images MEB. À chaque interruption, une image en mode électrons rétrodiffusés de la microgrille est enregistrée dans le but d'évaluer le champ des déformations locales du revêtement, à l'aide du logiciel CorrelManuV. Les domaines de corrélation sont centrés sur les intersections des barreaux de la grille. La taille des domaines de corrélation est de  $30 \times 30 \text{ pixel}^2$  ( $\sim 1 \times 1 \mu\text{m}^2$ ). Les déformations sont ensuite calculées en utilisant le schéma d'intégration « diamant » (Figure III.9, page 58).

Compte tenu de la qualité de l'état de surface des revêtements issus du procédé particulier et des conditions de dépôt mis en oeuvre, des analyses par EBSD visant à étudier la nature des fissures ont pu être menées directement sur la surface du revêtement, sans nécessiter de préparation particulière qui aurait pu modifier l'état de surface, endommager le matériau ou modifier l'état de contraintes internes. Les résultats de cette analyse sont présentés à la page 99.

## C.2 Résultats

La Figure C.2 présente l'évolution du nombre de fissures observées à mi-largeur de l'éprouvette et situées entre deux marquages séparés de 3,4 mm, en relation avec le comportement macroscopique de l'éprouvette, représenté par l'évolution de la contrainte en fonction du déplacement de la traverse de la platine. La contrainte est évaluée en divisant la force par la section utile initiale de l'éprouvette. On observe au total 39 fissures, équivalant à une densité linéique de 11,5 fissures/mm.

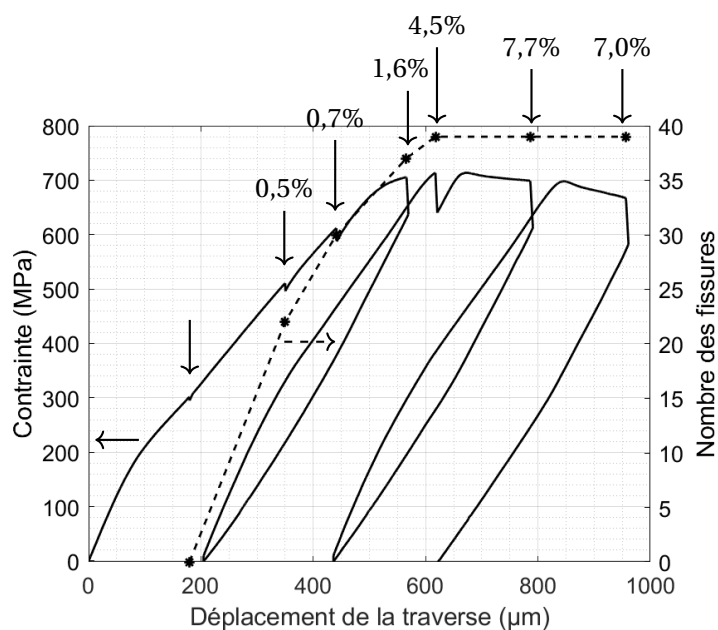


FIGURE C.2 – Évolution du nombre de fissures dans le revêtement (traversant la mi-largeur de l'éprouvette), en relation avec la contrainte conventionnelle comportement macroscopique (les interruptions sont repérées par les flèches verticales et les déformations macroscopiques  $\epsilon_{macro}$  associées sont présentées).

À la première interruption ( $\epsilon_{macro} = 0,3\%$ ), seules des amorces de fissures sont observées aux bords de l'éprouvette. À la deuxième interruption ( $\epsilon_{macro} \sim 0,6\% \pm 0,1\%$ ), déjà plusieurs fissures traversant la largeur de l'éprouvette sont observées. Certaines résultent de la propagation des amorces observées précédemment (Figure C.3). Des nouvelles fissures se propagent au cours du chargement jusqu'à la 5<sup>e</sup> interruption à partir de laquelle une zone de striction commence à se développer (Figure C.4). Au-delà, aucune nouvelle fissure n'est observée. Le fait que les fissures ne soient pas tout à fait perpendiculaires à la direction de traction et soient légèrement incurvées est dû au serrage de deux vis aux deux extrémités de l'éprouvette lors du montage de l'éprouvette sur la platine, qui induit une flexion/torsion parasite. Ce défaut ne remet pas en cause les principales conclusions tirées de l'essai présenté ici. Ce problème a été résolu en utilisant une nouvelle géométrie d'éprouvette (Figure III.30b), pour les essais de traction ultérieurs, réalisés sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> revêtu, présentés dans la partie principale de ce mémoire.

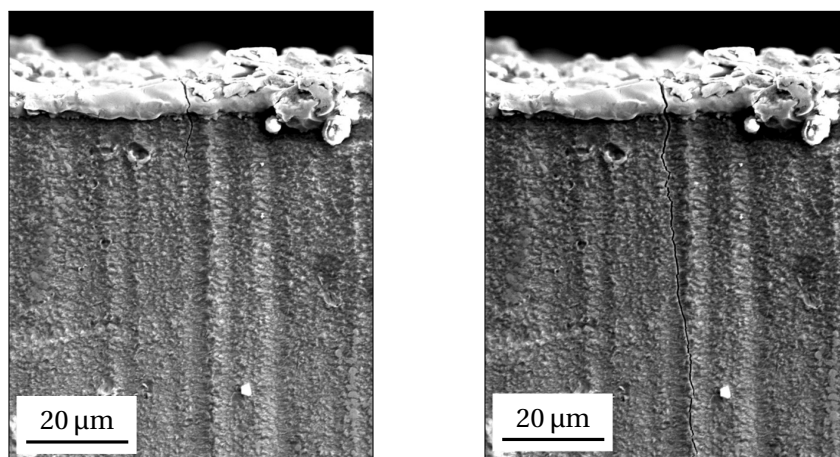
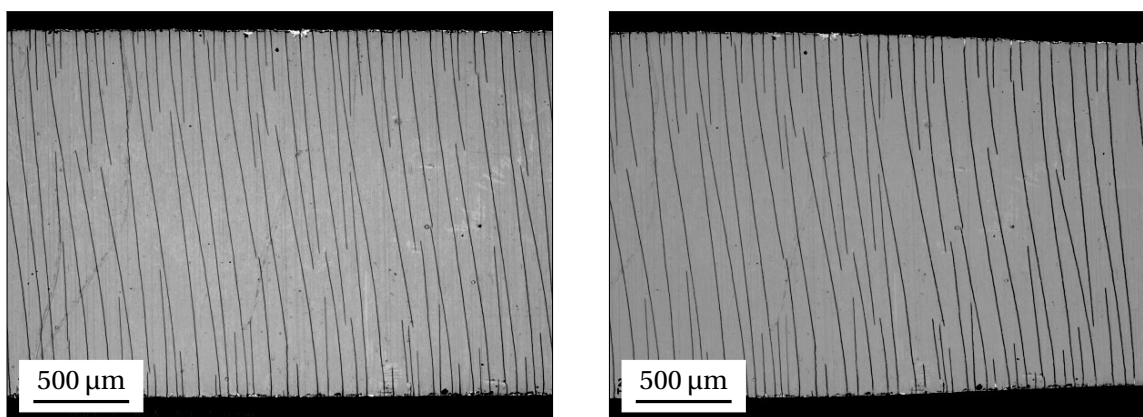


FIGURE C.3 – Amorçage d'une fissure au bord de l'éprouvette.



a) 5<sup>e</sup> interruption  
 $\epsilon_{macro} = 4,5\%$

a) 6<sup>e</sup> interruption  
 $\epsilon_{macro} = 7,7\%$

FIGURE C.4 – Réseau des fissures à saturation et développement de la zone de striction.

L'ouverture des fissures augmente de manière plutôt homogène avec le chargement avant la striction (Figure C.5). Dès la striction (5<sup>e</sup> interruption), les fissures situées dans la zone de striction s'ouvrent rapidement tandis que les autres fissures n'évoluent quasiment pas. Cette différence est mise en évidence sur la Figure C.6. Par ailleurs, la déformation macroscopique et ainsi l'ouverture des fissures diminuent entre les deux dernières interruptions (6<sup>e</sup> et 7<sup>e</sup>), dû à la striction hors de la zone observée.

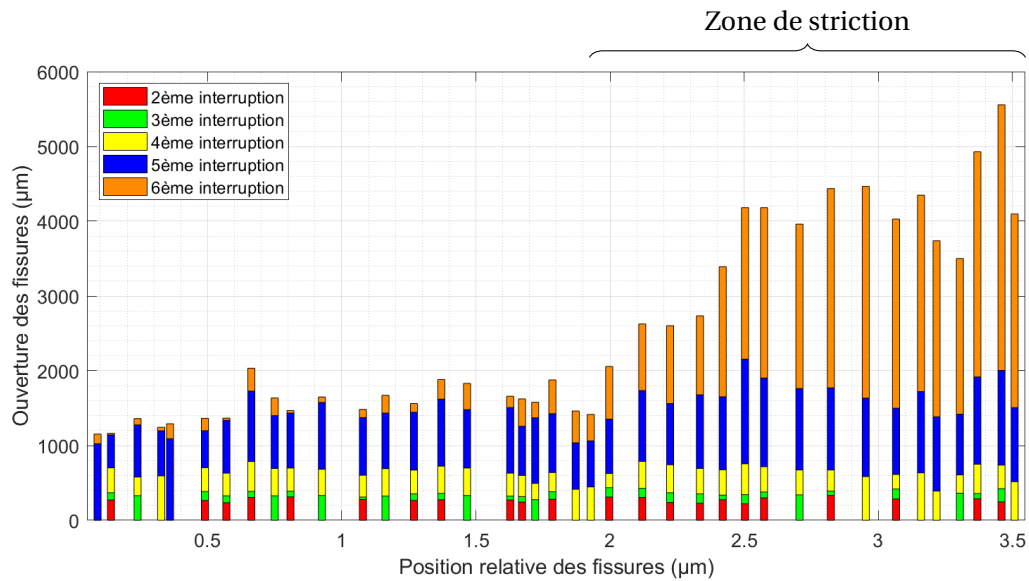


FIGURE C.5 – Illustration de l'incrément de l'ouverture de chaque fissure (observée entre deux marquages séparés de 3,4 mm) mesurée aux différentes interruptions durant essai.

La Figure C.7 représente la cartographie de la composante de déformation dans la direction de traction à la dernière interruption ( $\epsilon_{macro} = 7,0\%$ ), mesurée sur la microgrille par corrélation d'images. La déformation moyenne de la partie non fissurée du revêtement entre deux fissures (au sein de la zone délimitée par le parallélogramme rouge) atteint jusqu'à 2,5%. Autrement dit, après la formation des premières fissures, les pavés non fissurés du revêtement semblent plastifier sans formation de nouvelles fissures. De plus, on observe des bandes de déformation localisée orientées à 45° par rapport à la direction de sollicitation. Celles-ci sont probablement imposées par la localisation de la déformation plastique du substrat. Ces observations sont également faites sur le revêtement de chrome déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> (Partie III.3.2.4).

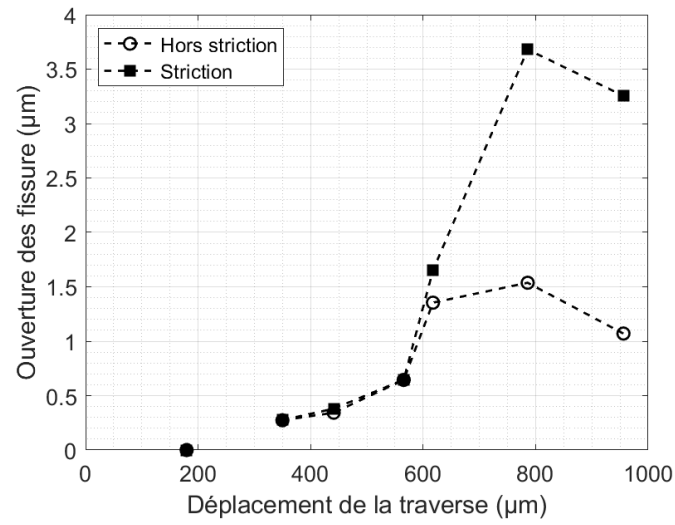
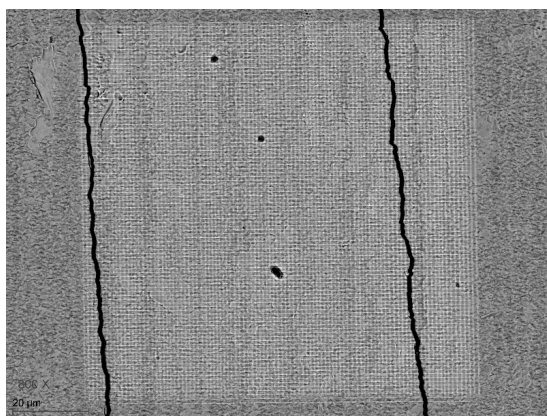
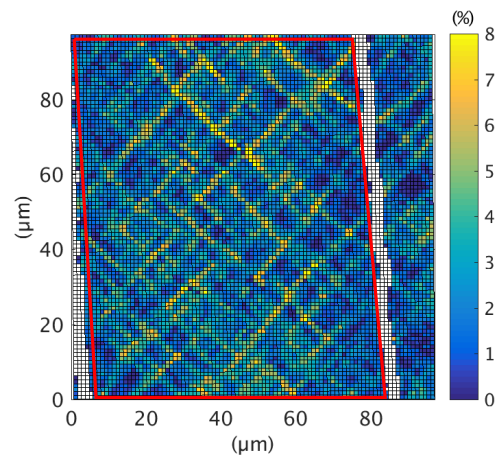


FIGURE C.6 – Évolution de l'ouverture moyenne des fissures situées dans et hors de la zone de striction.



a)



b)

FIGURE C.7 – (a) Image de la microgrille traversée par deux fissures transversales, (b) cartographie de la déformation selon la direction de traction, mesurée par corrélation d'images à la dernière interruption sur la microgrille ( $\epsilon_{macro} = 7,0\%$ ).



## Essais de microcompression

### Sommaire du présent chapitre

<b>D.1 Préparation des piliers</b>	<b>213</b>
<b>D.2 Essais de compression</b>	<b>215</b>
<b>D.3 Premiers résultats</b>	<b>215</b>
<b>D.4 Conclusion</b>	<b>217</b>

Dans le but d'étudier le comportement mécanique intrinsèque du revêtement de Cr, notamment sa plasticité et sa température de transition ductile-fragile, des essais de microcompression sur (micro)piliers ont été engagés en collaboration avec le Laboratoire Georges Friedel (CNRS UMR 5307, Mines Saint-Etienne). Cette annexe rapporte des premiers résultats obtenus à température ambiante.

### D.1 Préparation des piliers

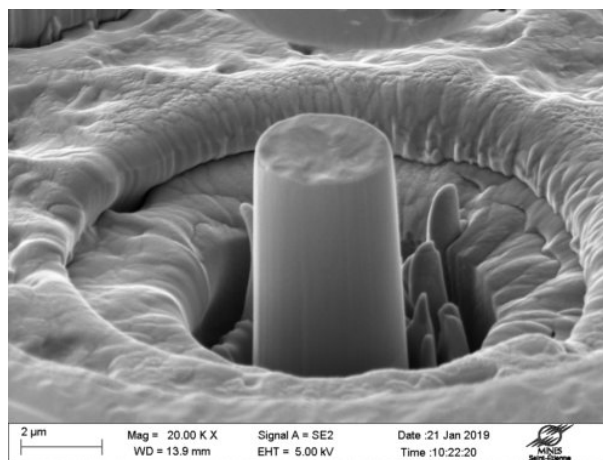


FIGURE D.1 – Image sous MEB d'un pilier préparé par FIB.

Les piliers testés sont préparés par FIB au laboratoire CEA/SRMA/LA2M. La Figure D.1 présente un pilier typique. Le diamètre des piliers n'est pas tout à fait homogène selon leur hauteur. Ils présentent



une forme tronconique avec un angle d'ouverture de cône de  $5(\pm 3)^\circ$ . Deux séries (A et B) des piliers ont été préparées et testées. Leurs dimensions sont reportées dans le Tableau D.1, où  $h$  est la hauteur initiale du pilier,  $r_1$  et  $r_2$  sont respectivement les rayons initiaux au sommet et à la base du pilier (Figure D.2) et  $r_{eq} = \sqrt{r_1 r_2}$  est le rayon équivalent du pilier. On note que les diamètres des piliers sont quelques fois plus grands que la largeur des grains de Cr (quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres). Ainsi, les piliers préparés ne sont pas entièrement monocristallins.

Pilier	$r_1$ ( $\mu\text{m}$ )	$r_2$ ( $\mu\text{m}$ )	$r_{eq}$ ( $\mu\text{m}$ )	$h_p$ ( $\mu\text{m}$ )	$h_p/(2r_{eq})$	Vitesse de compression ( $\mu\text{m/s}$ )
A1	1,5	1,8	1,7	8*	2,6	0,1
A2	1,5	2,0	1,7	8*	2,7	0,1
A3	1,6	1,9	1,7	8*	2,5	0,1
A4	1,7	1,9	1,8	8*	2,4	0,1
B11	1,7	1,9	1,8	3,2	0,9	0,05
B12	1,7	1,9	1,7	3,2	1,0	0,05
B2	1,7	2,1	1,8	3,0	0,9	0,1
B3	1,5	1,9	1,7	2,8	1,0	0,1
B4	1,4	1,8	1,6	4,6	1,6	0,1
B1	1,8	2,0	1,8	3,0	0,8	1
B5	1,7	1,9	1,8	2,9	0,9	1
B6	1,7	2,1	1,9	3,4	1,0	3
B7	1,5	1,8	1,6	3,3	1,1	3
B8	1,5	1,9	1,7	3,5	1,2	3

TABEAU D.1 – Dimensions des piliers préparés et testés en compression à différentes vitesses. Les symboles \* indiquent les hauteurs estimées approximativement parce que la base des piliers n'était pas visible.

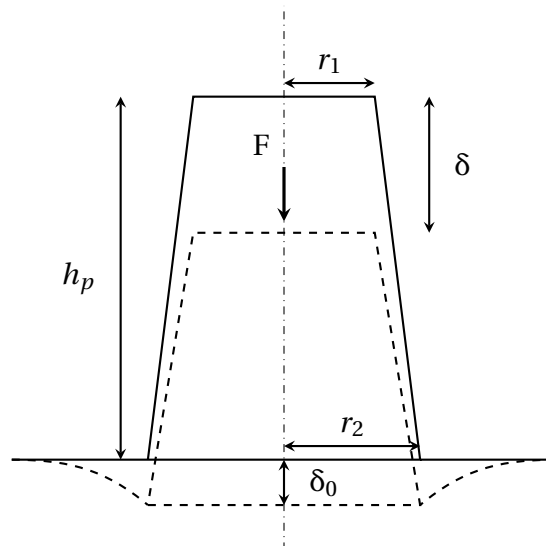


FIGURE D.2 – Illustration d'un essai de microcompression sur pilier.

## D.2 Essais de compression

Des essais de microcompression sont effectués au Laboratoire Georges Friedel en utilisant un nanoindenteur ALEMNIS<sup>1</sup> *in situ* sous MEB. Il s'agit d'appliquer un effort de compression avec un poinçon plat instrumenté (Figure D.3). Les essais sont réalisés à vitesse de déplacement constante. Les vitesses appliquées sont indiquées dans le Tableau D.1.

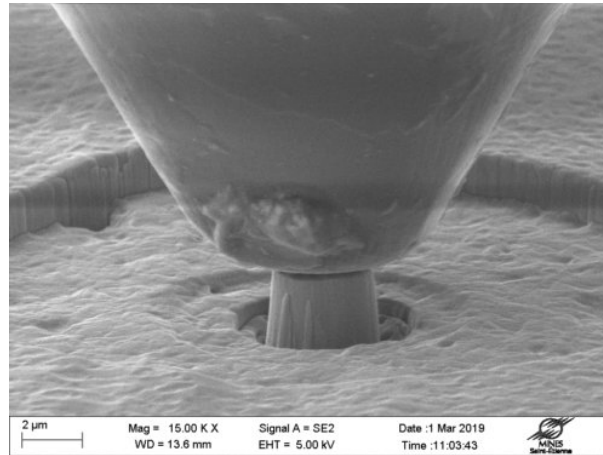


FIGURE D.3 – Compression d'un pilier.

La Figure D.2 illustre la déformation du pilier où  $\delta$  est le déplacement relatif du sommet et  $\delta_0$  est le déplacement relatif de la base. Ce dernier est estimé à l'aide de la solution élastique du problème de l'indentation plane dans un solide semi-infini :

$$\delta_0 = \frac{F}{E^f} \frac{1 - (\nu^f)^2}{2r_2} \quad (\text{D.1})$$

Le module d'élasticité  $E^f = 290$  GPa et le coefficient de Poisson  $\nu^f = 0,22$  du revêtement de Cr sont utilisés puisque la hauteur des piliers est significativement plus petite que l'épaisseur du revêtement ( $15 \mu\text{m}$ ).

La contrainte rationnelle (de Cauchy)  $\Sigma$  et la déformation rationnelle (logarithmique)  $E$  sont calculées comme suit :

$$\begin{aligned} \Sigma &= \frac{F}{S} \left( 1 + \frac{\Delta h_p}{h_p} \right) \\ E &= \ln \left( 1 + \frac{\Delta h_p}{h_p} \right) \end{aligned} \quad (\text{D.2})$$

où  $F$  est l'effort appliqué,  $S = \pi r_{eq}^2$  est la section équivalente initiale du pilier et  $\Delta h_p (< 0)$  est le changement de la hauteur du pilier calculé par :

$$\Delta h_p = \delta_0 - \delta \quad (\text{D.3})$$

## D.3 Premiers résultats

Les essais de microcompression sur les piliers de la première série sont menés avec une vitesse de compression de  $0,1 \mu\text{m/s}$  ( $\dot{\epsilon} \sim 0,01 \text{ s}^{-1}$ ). La Figure D.4 illustre l'état du pilier A2 avant et après l'essai.

1. <https://alemnis.com/>

Les piliers se déforment en « tonneau ». On n’observe pas l’émergence des plans de glissement sur sa surface. Par ailleurs, le flambement des piliers est observé à la fin des essais. Cela est lié à la géométrie des piliers dont le rapport hauteur/diamètre est relativement élevé (2,4-2,7).

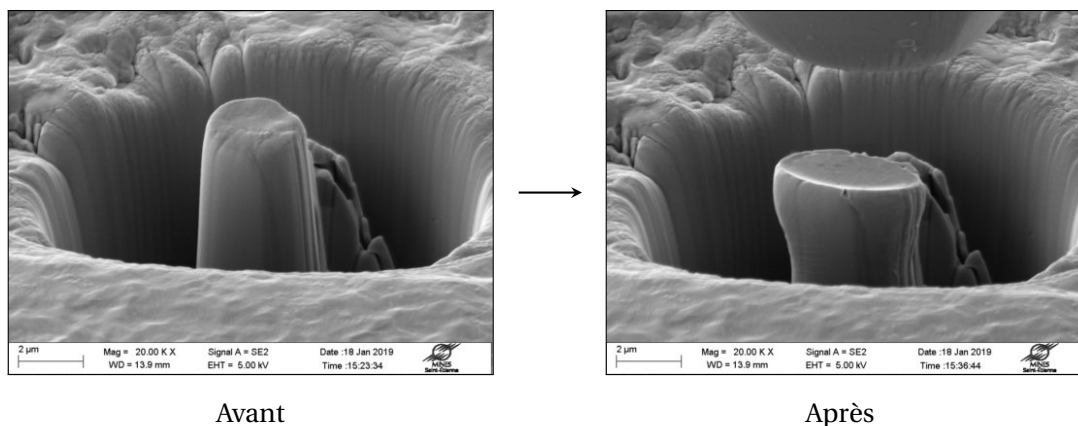


FIGURE D.4 – Pilier A2 avant et après compression.

La Figure D.5 présente l’évolution de la contrainte rationnelle en fonction de la déformation rationnelle issue des essais de compression réalisés sur les piliers de la première série. Le changement de pente dans le domaine élastique est lié à l’écrasement des aspérités et/ou à l’alignement des surfaces du poinçon et du pilier. Tout d’abord, le module d’élasticité du chrome ne peut pas être correctement évalué. La déformation élastique est fortement sur-estimée, dû probablement à la déformation élastique du système de support prise en compte dans le calcul. Ensuite, la limite d’élasticité est de l’ordre d’un GPa. Sa répétabilité est satisfaisante. Enfin, la diminution de la contrainte au-delà de 15% de déformation est liée au flambement des piliers.

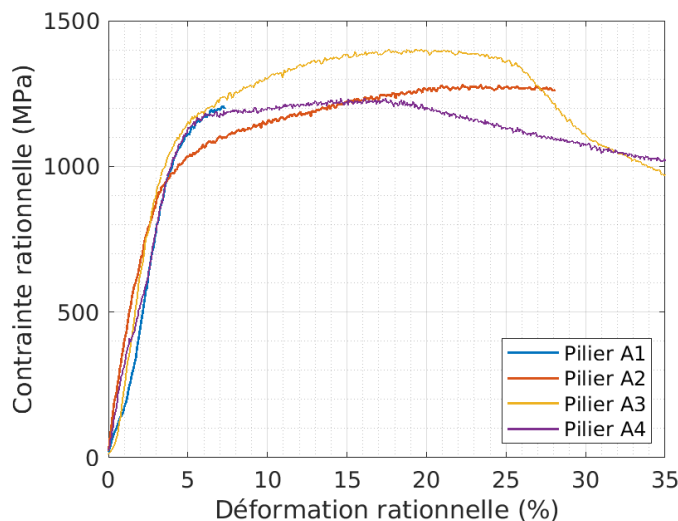


FIGURE D.5 – Évolution de la contrainte rationnelle en fonction de la déformation rationnelle issue des essais de compression réalisés sur les piliers de la première série (A1 à A4).

La Figure D.6 présente l’évolution de la contrainte rationnelle en fonction de la déformation rationnelle issue des essais de compression réalisés sur les piliers de la deuxième série à différentes vitesses de compression comprises entre 0,05 et 3  $\mu\text{m/s}$  ( $\dot{\epsilon} \sim 0,01\text{-}1 \text{ s}^{-1}$ ). Ces piliers présentent un rapport hauteur/diamètre inférieur à 1, ce qui ne favorise pas l’établissement d’une déformation uniforme au cours de l’essai. Par conséquent, la limite d’élasticité mesurée est plus élevée que celles

mesurées sur les piliers de la première série. De plus, comme les résultats sont trop dispersés, on ne peut pas conclure sur un effet de la vitesse de déformation sur le comportement plastique du chrome.

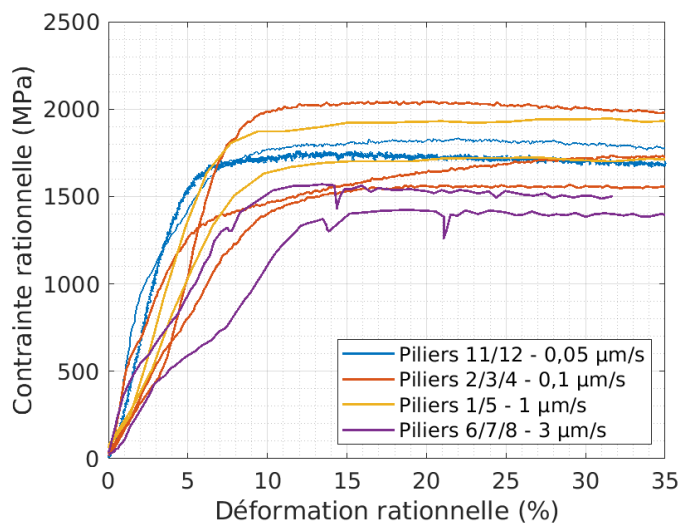


FIGURE D.6 – Évolution de la contrainte rationnelle en fonction de la déformation rationnelle issue des essais de compression réalisés à différentes vitesses sur les piliers de la deuxième série (B1 à B12).

## D.4 Conclusion

Les premiers essais de microcompression réalisés ont permis de montrer que le revêtement de chrome plastifie en compression à température ambiante et que sa limite d'élasticité en compression est de l'ordre du GPa. Toutefois, ce type d'essai est complexe à analyser finement. De plus, le mode de sollicitation (compression) ne permet pas d'étudier le comportement à la rupture du matériau en traction. Pour cela, des essais de flexion de micro-poutres sont envisagés.



# Modèles analytiques sur la fissuration du revêtement

## Sommaire du présent chapitre

<b>E.1</b>	<b>Modèle de Hu et Evans</b>	<b>219</b>
<b>E.2</b>	<b>Modèle de Mezin et al.</b>	<b>221</b>
<b>E.3</b>	<b>Modèle de Nairn et Kim</b>	<b>223</b>
<b>E.4</b>	<b>Modèle de Xia et Hutchinson</b>	<b>226</b>
<b>E.5</b>	<b>Modèle de McGuigan et al.</b>	<b>228</b>
<b>E.6</b>	<b>Modèle de Hsueh et Yanaka</b>	<b>230</b>
<b>E.7</b>	<b>Modèle de Yin et al.</b>	<b>233</b>
<b>E.8</b>	<b>Modèle de Zhang et al.</b>	<b>236</b>
<b>E.9</b>	<b>Résumé des hypothèses</b>	<b>244</b>

Cette annexe présente le bilan bibliographique des modèles analytiques portant sur la fissuration du revêtement déposé sur un substrat. Ils sont appliqués au système Cr/M5<sub>Framatome</sub> étudié dans cette thèse ( $E^s = 92$  GPa,  $\nu_s = 0,372$ ,  $E^f = 290$  GPa,  $\nu_f = 0,22$ ). Sauf mention contraire, l'application des modèles utilise une épaisseur du revêtement  $h = 15$   $\mu\text{m}$ , une épaisseur du substrat  $H = 570$   $\mu\text{m}$  et un taux de restitution d'énergie critique du revêtement  $G_c = 100$   $\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$ . Les contraintes résiduelles du revêtement ne sont pas considérées (nulles). La sensibilité à ces paramètres est aussi étudiée.

## E.1 Modèle de Hu et Evans

Hu et Evans (1989) [194, 241] ont proposé un modèle qui permet de calculer le taux de restitution d'énergie correspondant à une fissure traversant l'épaisseur d'un revêtement mince ( $h/H \ll 1$ ) et de mettre en évidence la transition du régime « small scale yielding » au régime « large scale yielding ». Il est supposé que le revêtement et le substrat restent élastiques et qu'il existe une zone de déformation plastique du substrat, confinée au niveau de l'interface autour de pointe de la fissure (Figure E.1) où la contrainte de cisaillement est constante (plasticité parfaite) et égale à :

$$\tau = \frac{\sigma_Y^s}{\sqrt{3}} = \text{constante} \quad (\text{E.1})$$

où  $\sigma_Y^s$  est la limite d'élasticité du substrat.

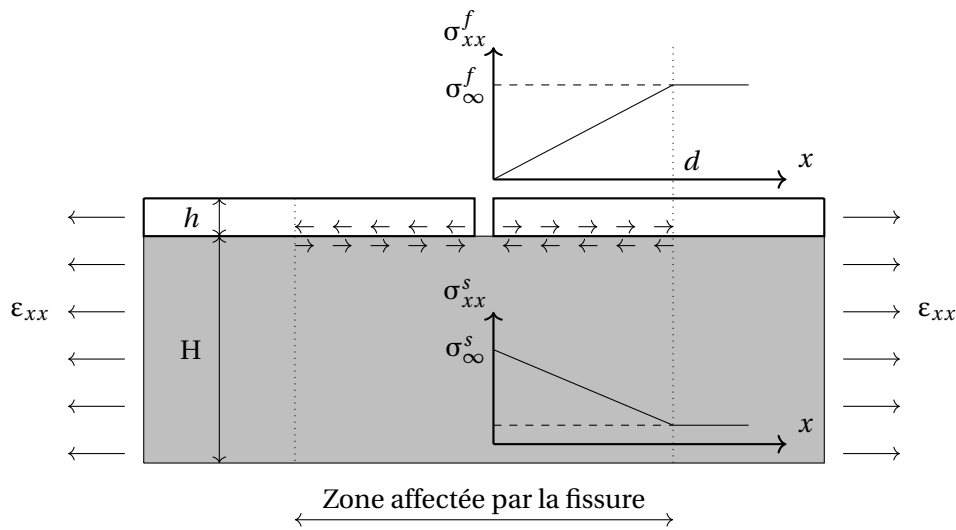


FIGURE E.1 – Illustration de la redistribution des contraintes selon le modèle de Hu et Evans [194].

Les contraintes dans le revêtement et dans le substrat varient ainsi linéairement dans la zone affectée par la fissure ( $x < d$ ) :

$$\begin{aligned}\sigma_{xx}^f &= \frac{\tau x}{h} \\ \sigma_{xx}^s &= \sigma_\infty^s + \frac{\tau(d-x)}{H}\end{aligned}\quad (\text{E.2})$$

où  $h$  et  $H$  sont respectivement les épaisseurs du revêtement et du substrat et  $x$  est la distance par rapport la fissure.

La taille de la zone affectée par la fissure est ainsi :

$$d = \frac{\sigma_\infty^f h}{\tau} \quad (\text{E.3})$$

Pour  $x \geq d$ , les contraintes sont constantes et ne sont plus affectées par la présence de la fissure.

Si on suppose qu'une nouvelle fissure peut apparaître quand la contrainte dans le revêtement est égale à la contrainte critique de fissuration  $\sigma^f = \sigma_c^f$ , la distance entre deux fissures à saturation  $\lambda$  doit varier dans la gamme suivante :

$$\lambda_{min} = \frac{\sigma_c^f h}{\tau} < \lambda < 2 \frac{\sigma_c^f h}{\tau} = \lambda_{max} \quad (\text{E.4})$$

La densité moyenne des fissures à saturation peut être calculée par :

$$D_m^{sat} = \frac{2}{3} \frac{1}{\lambda_{min}} = \frac{2}{3} \frac{\tau}{\sigma_c^f h} \quad (\text{E.5})$$

En étudiant le bilan énergétique du système avant et après la fissuration, Hu et Evans ont déduit l'expression du taux de restitution d'énergie en fonction de la contrainte dans le revêtement (pour les

premières fissures qui se forment) :

$$\begin{aligned}
 G_{ss} &= \frac{\Delta U}{h} = \frac{1}{h} (\Delta U_e + \Delta W + \Delta W_d + \Delta U_s) \\
 &= \frac{1}{h} \left[ \frac{(\sigma^f)^2 h^2}{E^f} \pi F(\Sigma) + \frac{(\sigma^f)^3 h^2}{\tau E^f} - \frac{(\sigma^f)^3 h^2}{3\tau E^f} - \frac{(\sigma^f)^3 h^2}{3\tau E^f} \right] \\
 &= \left[ \frac{(\sigma^f)^2 h}{E^f} \right] \left[ \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{\sigma^f}{\sigma_Y^s} + \pi F(\Sigma) \right]
 \end{aligned} \tag{E.6}$$

où  $\Delta U_e$  est l'énergie de déformation élastique restituée lors de la fissuration à travers l'épaisseur du revêtement,  $\Delta W$  est le travail du chargement externe,  $\Delta W_d$  est l'énergie dissipée par le glissement au niveau de l'interface,  $\Delta U_s$  est le changement de l'énergie de déformation associé,  $\sigma^f$  est la contrainte dans le revêtement avant la fissuration et  $\Sigma = E^f/E^s$  est le rapport entre le module d'élasticité du revêtement et celui du substrat. Les valeurs de  $F(\Sigma)$  sont reportées dans [194].

Ce modèle permet de modéliser la contribution de la plasticité du substrat au taux de restitution d'énergie associé à la fissuration. Un substrat avec une limite d'élasticité  $\sigma_Y^s$  plus petite conduit à une valeur de  $G_{ss}$  plus élevée et favorise la fissuration « channeling » du revêtement à un chargement plus petit.

## E.2 Modèle de Mezin et al.

Dans le but d'étudier la relaxation des contraintes dans le revêtement après la fissuration due à un chargement externe, Mezin et al. (1990) [242] ont proposé un modèle analytique basé sur le travail de Hu (1979) [259]. Il est supposé que le comportement du revêtement est élastique linéaire. Pour modéliser la zone plastique au fond des fissures, Mezin propose de supprimer virtuellement les pavés de revêtement adjacents en considérant que le substrat reste partout élastique (Figure E.2). L'épaisseur du substrat est considérée infinie de telle sorte que sa déformation n'est pas affectée par le revêtement et que les contraintes dans le revêtement sont homogènes dans son épaisseur. Les contraintes résiduelles dans le revêtement sont considérées nulles. Sous sollicitation, le substrat est supposé être dans un état de contraintes planes (contrainte nulle dans la direction  $y$ ). De plus, les contraintes dans la direction  $z$  (perpendiculaire à la surface) du revêtement sont supposées nulles.

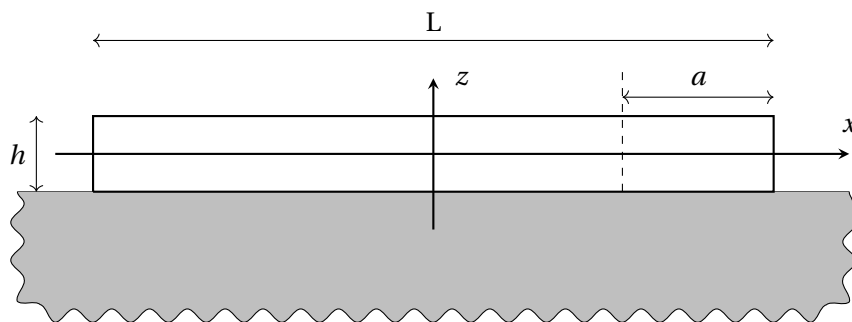


FIGURE E.2 – Illustration du modèle de Mezin et al. [242].

La contrainte dans le revêtement est exprimée sous la forme d'une équation différentielle :

$$\sigma_{xx}^f(\bar{x}) = \frac{\sigma_{0,xx}^s}{K} - \frac{4h}{K\pi L} \int_{-1}^1 \frac{1}{\bar{x} - \bar{u}} \frac{\partial \sigma_{xx}^f(\bar{u})}{\partial \bar{u}} d\bar{u} \tag{E.7}$$

où :  $\bar{x} = \frac{2x}{L}$ ,  $K = \frac{E^s}{E^f} \frac{1 - (\nu^f)^2}{1 - \nu^f \nu^s}$ ,  $\sigma_{0,xx}^s$  est la contrainte dans le substrat non fissuré,  $h$  est l'épaisseur du



revêtement et  $L$  est la longueur du pavé considéré.

Cette équation peut être résolue numériquement par la méthode des différences finies en discrétisant le revêtement en un ensemble de points suffisamment proches les uns des autres. Une solution correspond à un rapport  $L/h$  donné. À partir des solutions analytiques, Mezin a proposé une approximation de la contrainte au centre du pavé en fonction de la taille du pavé pour les cas  $L/h > 30$  :

$$\sigma_{xx}^f(x=0, K, \frac{L}{h}) = \sigma_{0,xx}^f (1 - \frac{C}{K} \frac{h}{L}) \quad (\text{E.8})$$

où  $\sigma_{0,xx}^f$  est la contrainte dans le revêtement non fissuré,  $C = 2,70$  est une constante sans unité, indépendante de  $K$  ou des propriétés élastiques du substrat et du revêtement.

La Figure E.3 illustre la solution de l'Équation (E.7) pour le cas du système Cr/M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante. Les contraintes sont normées par la contrainte  $\sigma_0^f$  qu'il y aurait dans un revêtement non fissuré. Les coordonnées sont normées par l'épaisseur du revêtement  $h$ . La solution analytique est comparée avec les résultats de simulation numérique par éléments finis effectuée avec Cast3M durant cette thèse pour la même configuration géométrique et en faisant les mêmes hypothèses (pavé isolé du revêtement, comportements élastiques, hypothèse de contraintes planes). Ainsi, il y a un bon accord entre la solution analytique et la solution numérique, avec néanmoins un écart significatif pour les petites tailles de pavé ( $L/h < 10$ ) lié à la validité de l'hypothèse des contraintes homogènes dans l'épaisseur du revêtement.

La Figure E.3a représente la redistribution de contrainte dans un pavé « infiniment » large en fonction de la distance par rapport à la fissure. On peut arbitrairement définir la zone où la contrainte est relaxée du fait de la présence de la fissure comme étant la zone où la contrainte dans le dépôt est inférieure à 90% de la contrainte dans le revêtement non fissuré. Dans notre cas, la taille de cette zone vaut environ 20 fois l'épaisseur du revêtement, soit environ 300  $\mu\text{m}$  pour un revêtement de 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

Les effets de la taille du pavé et de l'épaisseur du revêtement sur la relaxation de contrainte sont mis en évidence sur les Figures E.3b et E.3c. Logiquement, la relaxation est plus importante pour un pavé moins large et plus épais. La contrainte maximale au centre du pavé est peu relaxée ( $> 90\%$ ) pour des rapports  $L/h$  supérieurs à 80, soit une largeur du pavé supérieure à 1200  $\mu\text{m}$  pour un revêtement de 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur.

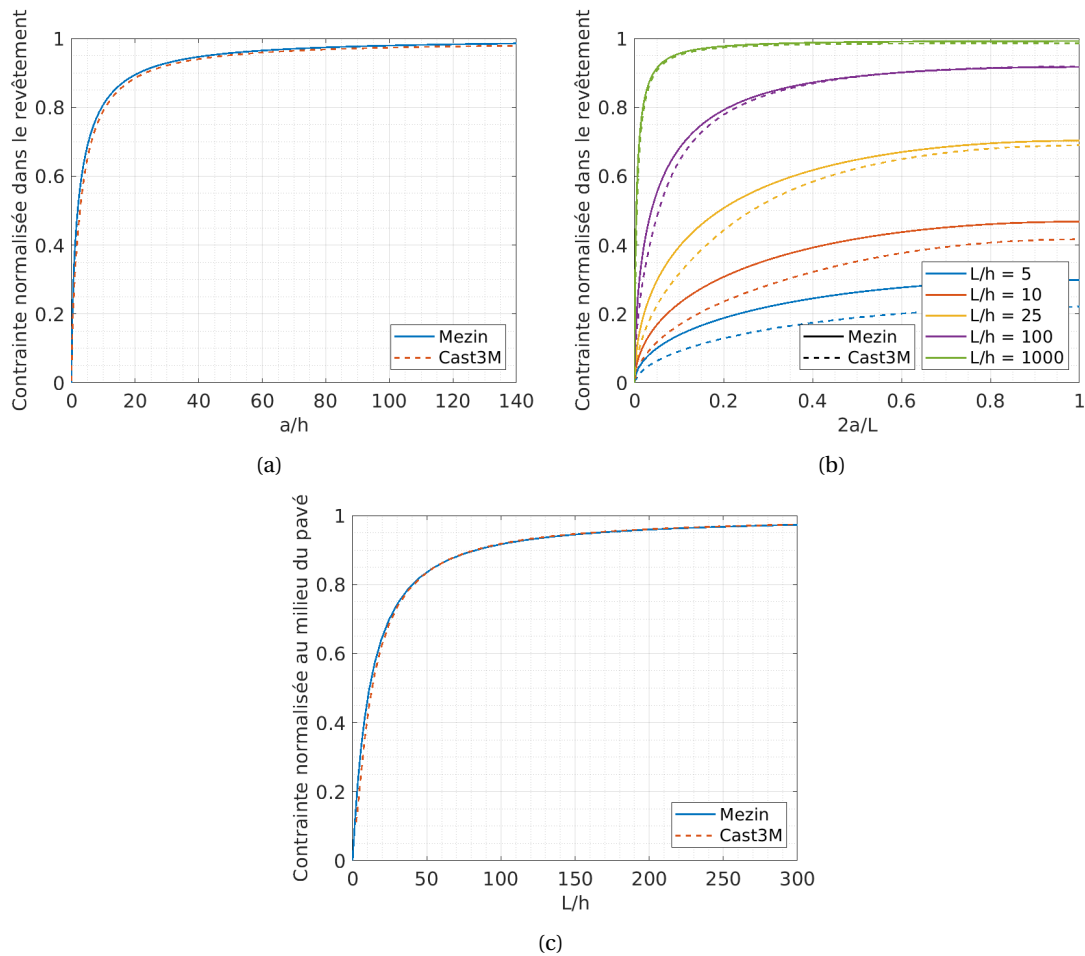


FIGURE E.3 – Résultats du modèle de Mezin et al. [242] dans le cas d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante : (a) redistribution de la contrainte dans un pavé « infiniment » large ( $L/h = 10000$ ) en fonction de la distance par rapport à la fissure, (b) redistribution de la contrainte dans un pavé pour plusieurs rapports  $L/h$ , (c) évolution de la valeur maximale de la contrainte au centre du pavé en fonction de la largeur du pavé. Les valeurs de contraintes sont normées par la contrainte obtenue pour le même chargement dans un revêtement non fissuré.

### E.3 Modèle de Nairn et Kim

Sous une hypothèse de contrainte plane, Nairn et Kim (1992) [178] ont déterminé les champs de contraintes et de déformations entre deux fissures dans le revêtement, pour un système revêtement/substrat élastique linéaire (Figure E.4). Le système est soumis à une déformation imposée  $\epsilon$  et une variation de température  $\Delta T$  (pour introduire des contraintes résiduelles). La formulation des champs mécaniques dans le revêtement et dans le substrat est présumée de telle sorte qu'elle satisfasse la condition d'équilibre au niveau de leur frontière. Pour assurer cette dernière, les auteurs ont divisé le substrat en deux couches avec des formulations de champs différentes (mais avec des comportements mécaniques identiques). Il est supposé que la contrainte dans la direction de traction dans le revêtement et dans chaque couche du substrat est constante dans la direction de l'épaisseur du revêtement. La solution des champs est déduite en minimisant l'énergie complémentaire de la structure. L'épaisseur de la première couche du substrat est un des paramètres à optimiser. Elle est trouvée égale à l'épaisseur du revêtement.

On définit les constantes suivantes :

$$\begin{aligned}
 C_1 &= \frac{1}{2} \left[ \frac{1}{E^f} + \frac{1}{E^s} \left( (1+R)^2 + \frac{R^2}{a} \right) \right] \\
 C_2 &= \frac{1}{6} \left[ -\frac{\nu^f}{E^f} + \frac{\nu^s}{E^s} \left( (1+R)(5-R) - aR^2 \right) \right] \\
 C_3 &= \frac{1}{120} \left[ \frac{3}{E^f} + \frac{1}{E^s} (3R^2 a^3 + 3R^2 - 19R + 43) \right] \\
 C_4 &= \frac{1}{6} \left[ \frac{2(1+\nu^f)}{E^f} + \frac{2(1+\nu^s)}{E^s} (R^2 a + R^2 - R + 1) \right] \\
 C_6 &= -\Delta\alpha\Delta T \\
 a &= \frac{H-h}{h} & R &= \frac{2}{1+a} \\
 p &= \frac{C_2 - C_4}{C_3} & q &= \frac{C_1}{C_3} \\
 \text{Si } 4q/p^2 > 1 : & & & \\
 \alpha &= \frac{1}{2} \sqrt{2\sqrt{q} - p} & \beta &= \frac{1}{2} \sqrt{2\sqrt{q} + p} \\
 \text{Si } 4q/p^2 < 1 : & & & \\
 \alpha &= \sqrt{-\frac{p}{2} + \sqrt{\frac{p^2}{4} - q}} & \beta &= \sqrt{-\frac{p}{2} - \sqrt{\frac{p^2}{4} - q}}
 \end{aligned} \tag{E.9}$$

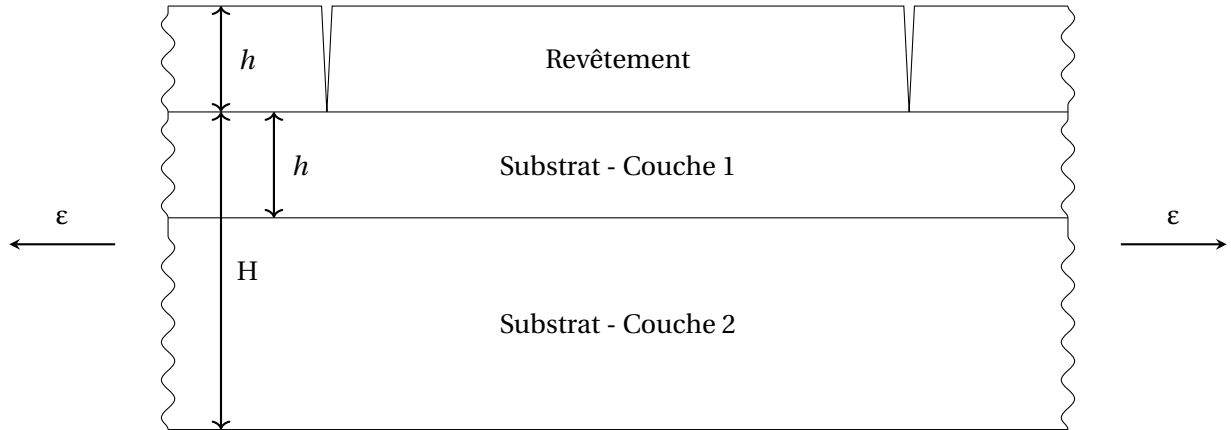


FIGURE E.4 – Illustration du modèle de Nairn et Kim [178].

Le taux de restitution d'énergie est :

$$G_{ss} = \left( E^f \varepsilon + \frac{C_6}{2C_1} \right)^2 C_3 h Y(D_m) \tag{E.10}$$

où  $D_m = 1/\lambda_m$  est la densité moyenne des fissures et  $Y(D_m)$  est une fonction déterminée en considérant qu'une nouvelle fissure se forme au milieu de deux fissures séparées d'une distance proche de l'inter-distance moyenne du réseau de fissures  $\lambda \sim \lambda_m$  :

$$Y(D_m) = 2\chi\left(\rho = \frac{1}{4hD_m}\right) - \chi\left(\rho = \frac{1}{2hD_m}\right) \tag{E.11}$$

avec :

$$\begin{aligned}\chi(\rho) &= 2\alpha\beta(\alpha^2 + \beta^2) \frac{\cosh 2\alpha\rho - \cos 2\beta\rho}{\beta \cosh 2\alpha\rho + \alpha \sin 2\beta\rho} & \text{si } 4q/p^2 > 1 \\ \chi(\rho) &= \alpha\beta(\beta^2 - \alpha^2) \frac{\tanh \beta\rho \tanh \alpha\rho}{\beta \tanh \beta\rho - \alpha \tanh \alpha\rho} & \text{si } 4q/p^2 < 1\end{aligned}\quad (\text{E.12})$$

Le taux de restitution d'énergie associé à la formation de la première fissure est :

$$G_{ss} = \left( E^f \varepsilon + \frac{C_6}{2C_1} \right)^2 C_3 h \lim_{D \rightarrow 0} Y(D_m) \quad (\text{E.13})$$

avec :

$$\begin{aligned}\lim_{D_m \rightarrow 0} Y(D_m) &= 2\alpha \sqrt{\frac{C_1}{C_3}} & \text{si } 4q/p^2 > 1 \\ \lim_{D_m \rightarrow 0} Y(D_m) &= (\alpha + \beta) \sqrt{\frac{C_1}{C_3}} & \text{si } 4q/p^2 < 1\end{aligned}\quad (\text{E.14})$$

Les auteurs ont utilisé les Équations (E.10) et (E.13) pour déterminer le taux de restitution d'énergie maximal d'un revêtement fragile « Stresscoat No. 1206 » déposé sur un substrat en aluminium, à partir de l'évolution observée expérimentalement de la densité des fissures en fonction du chargement. Le modèle de Nairn et Kim met en évidence trois tendances importantes (Figure E.5a) : un revêtement plus épais commence à se fissurer à une déformation plus faible ; aux chargements plus grands, un revêtement plus épais présente une densité des fissures plus faible qu'un revêtement moins épais ; après une augmentation rapide au début du chargement, la cinétique de fissuration diminue avec le chargement jusqu'à saturation.

Ce modèle a été appliqué au cas d'intérêt ici d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en alliage de M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante. La Figure E.5 présente l'évolution de la densité des fissures en fonction du chargement, pour différentes épaisseurs de revêtement  $h$  (Figures E.5a), taux de restitution d'énergie maximal du revêtement  $G_c$  (Figure E.5b) et épaisseurs du substrat  $H$  (Figure E.5c). Curieusement, les courbes ne sont pas tout à fait monotones en début de la phase de fissuration. Le modèle suggère que le taux de restitution d'énergie maximal du revêtement affecte le seuil de fissuration mais pas la densité des fissures à saturation (environ  $14 \text{ mm}^{-1}$ ). La déformation critique conduisant à fissuration varie de 0,15 à 0,3% pour  $G_c$  allant 50 à  $200 \text{ J.m}^{-2}$ . Par ailleurs, la densité de fissuration semble dépendre de l'épaisseur du substrat tandis que le seuil de fissuration varie peu (au moins dans cette configuration). Cela suggère que l'hypothèse d'un substrat semi-infini peut être invalable pour étudier la cinétique de fissuration. À noter que ce modèle ne tient pas compte de la plasticité du substrat et du revêtement.

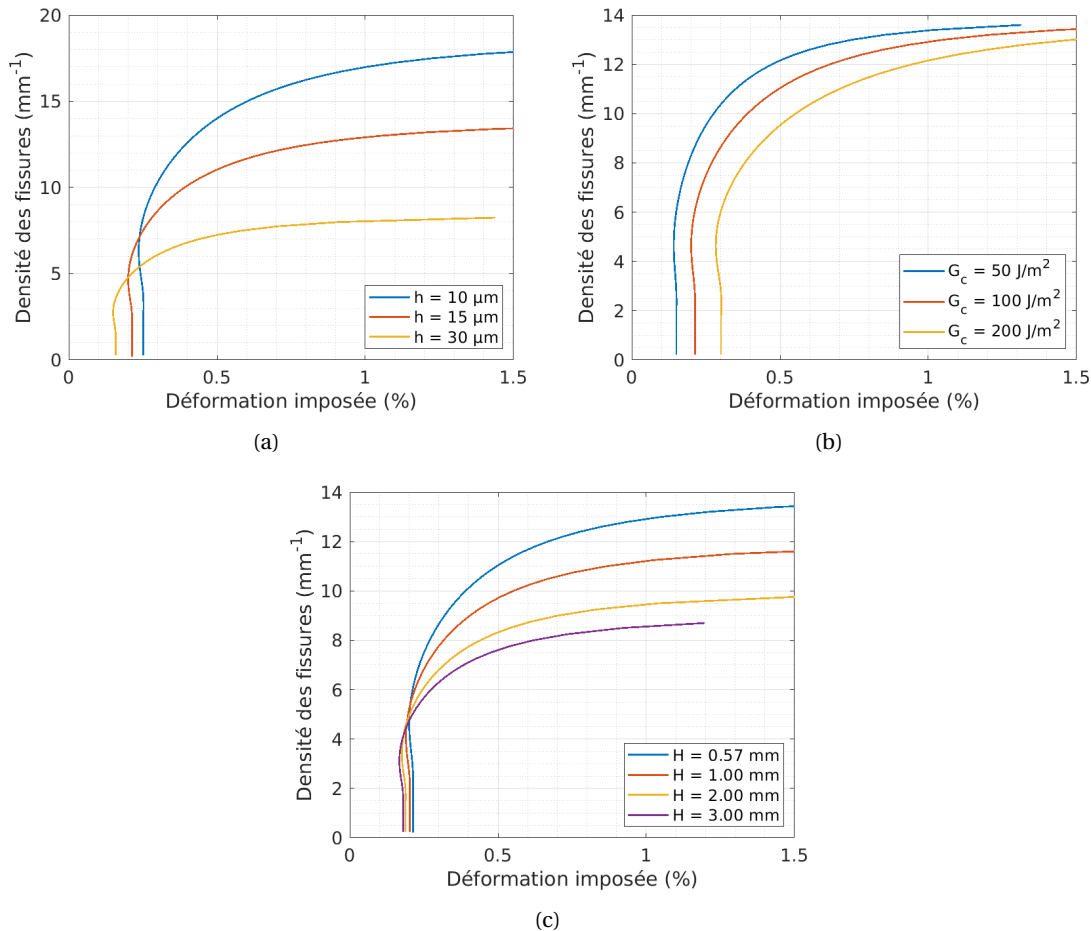


FIGURE E.5 – Évolution de la densité des fissures en fonction du chargement calculée avec le modèle de Nairn et Kim [178] dans le cas d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante ( $\Delta T = 0$ ) : (a) différentes épaisseurs de revêtement  $h$  ( $H = 0,57$  mm,  $G_c = 100$  J.m<sup>-2</sup>), (b) différents taux de restitution d'énergie maximaux du revêtement  $G_c$  ( $h = 15$  μm,  $H = 0,57$  mm), (c) différentes épaisseurs du substrat  $H$  ( $h = 15$  μm,  $G_c = 100$  J.m<sup>-2</sup>).

#### E.4 Modèle de Xia et Hutchinson

Xia et Hutchinson (2000) [243] proposent une solution semi-analytique du champ des contraintes pour un revêtement déposé sur un substrat semi-infini. Le comportement du revêtement et du substrat est supposé élastique linéaire. Le revêtement fissuré est soumis à des contraintes résiduelles en traction. Le chargement externe n'est pas considéré. Les déplacements, les contraintes et les déformations sont considérés constants dans l'épaisseur du revêtement. La contrainte normale à la surface libre est supposée nulle. Les auteurs font l'hypothèse que le revêtement est soumis à du cisaillement  $f_i$  au niveau de l'interface, proportionnel à son déplacement  $u_i$  :

$$f_i = -k u_i \quad \text{pour } i = \{x, y\} \quad (\text{E.15})$$

Ainsi, la déformation du substrat n'a pas d'effet sur le revêtement. La condition d'équilibre donne l'équation différentielle qui gouverne le déplacement du revêtement dans son plan :

$$\frac{1}{2}(1 - \nu^f) \frac{\partial^2 u_i}{\partial j^2} + \frac{1}{2}(1 + \nu^f) \frac{\partial^2 u_j}{\partial j \partial i} = \frac{(1 - (\nu^f)^2) k}{E f h} u_i \quad \text{pour } i = \{x, y\} \quad (\text{E.16})$$

La solution pour une fissure isolée ayant propagé dans la direction  $y$  (Figure E.6) dans un

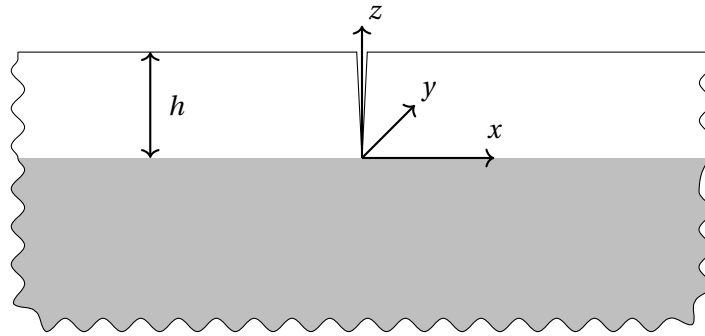


FIGURE E.6 – Illustration d'une fissure isolée dans le modèle de Xia et Hutchinson [243].

revêtement soumis à une contrainte résiduelle  $\sigma_0$  et le taux de restitution d'énergie correspondant sont exprimés de la manière suivante :

$$\begin{aligned}
 u_x(x) &= \sigma_0 \sqrt{\frac{h}{\bar{E}^f k}} \exp\left(-\sqrt{\frac{k}{\bar{E}^f h}} x\right) & u_y &= 0 \\
 \sigma_{xx} &= \sigma_0 \left[1 - \exp\left(-\sqrt{\frac{k}{\bar{E}^f h}} x\right)\right] \\
 G_{ss} &= \sqrt{\frac{h}{\bar{E}^f k}} (\sigma_0)^2
 \end{aligned} \tag{E.17}$$

Le coefficient  $k$  est calibré à partir des résultats de Beuth [224] :

$$\sqrt{\frac{\bar{E}^f}{hk}} = \frac{\pi}{2} g(\alpha, \beta) \tag{E.18}$$

Une distance  $l$  est définie pour caractériser la taille de la zone relaxée par la fissure :

$$l = \sqrt{\frac{\bar{E}^f h}{k}} = \frac{\pi}{2} g(\alpha, \beta) h \tag{E.19}$$

La Figure E.7 illustre l'évolution de la contrainte dans le revêtement en fonction de la distance par rapport à une fissure isolée et l'application dans le cas du système Cr/M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante pour lequel  $g(\alpha = 0,48) \approx 2$  et  $l \approx 47 \mu\text{m}$  pour  $h = 15 \mu\text{m}$ . La taille de la zone relaxée (où la contrainte dans le dépôt est inférieure à 90% de la contrainte du revêtement non fissuré) est d'environ  $100 \mu\text{m}$ , c'est-à-dire plus petite que celle prévue par le modèle de Mezin ( $300 \mu\text{m}$ ).

Les auteurs proposent le taux de restitution d'énergie associé à la propagation simultanée des fissures parallèles séparées d'une distance  $\lambda$  dans un revêtement soumis à un état de contrainte résiduelle biaxiale  $\sigma_0$  :

$$G_{ss}^* = \frac{l(\sigma_0)^2}{\bar{E}^f} \tanh \frac{\lambda}{2l} \tag{E.20}$$

Le taux de restitution d'énergie associé à la formation d'une fissure au milieu de deux fissures parallèles pré-existantes séparées d'une distance  $2\lambda$  est exprimé comme suit (cf. Équation (IV.17)) :

$$G_{ss}(\lambda) = \frac{l(\sigma_0)^2}{\bar{E}^f} \left[ 2 \tanh\left(\frac{\lambda}{2l}\right) - \tanh\left(\frac{\lambda}{l}\right) \right] \tag{E.21}$$

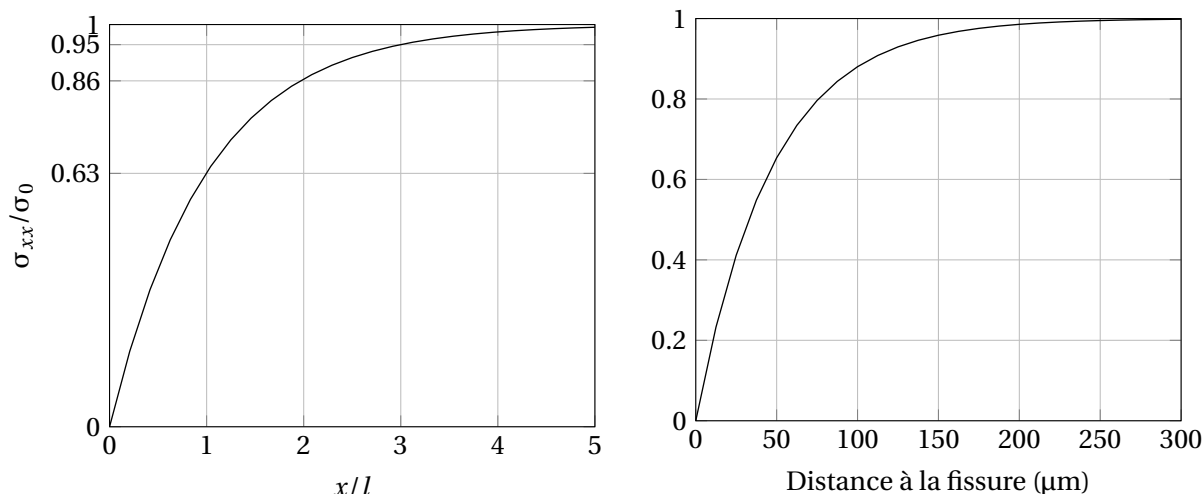


FIGURE E.7 – Relaxation de la contrainte dans le revêtement à côté d’une fissure isolée, d’après le modèle de Xia et Hutchinson [243] et application au cas d’un revêtement de chrome de  $15\ \mu\text{m}$  d’épaisseur déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> semi-infini à température ambiante (image de droite).

## E.5 Modèle de McGuigan et al.

McGuigan et al. (2003) [244] proposent un modèle pour décrire la fissuration d’un revêtement fragile d’épaisseur  $h$ , déposé sur un substrat déformé de manière homogène avec la présence d’une couche intermédiaire élasto-plastique d’épaisseur  $h^i$  au niveau de l’interface, le tout étant soumis à un chargement externe unidirectionnel (Figure E.8). Les contraintes résiduelles dans le revêtement ne sont pas considérées.

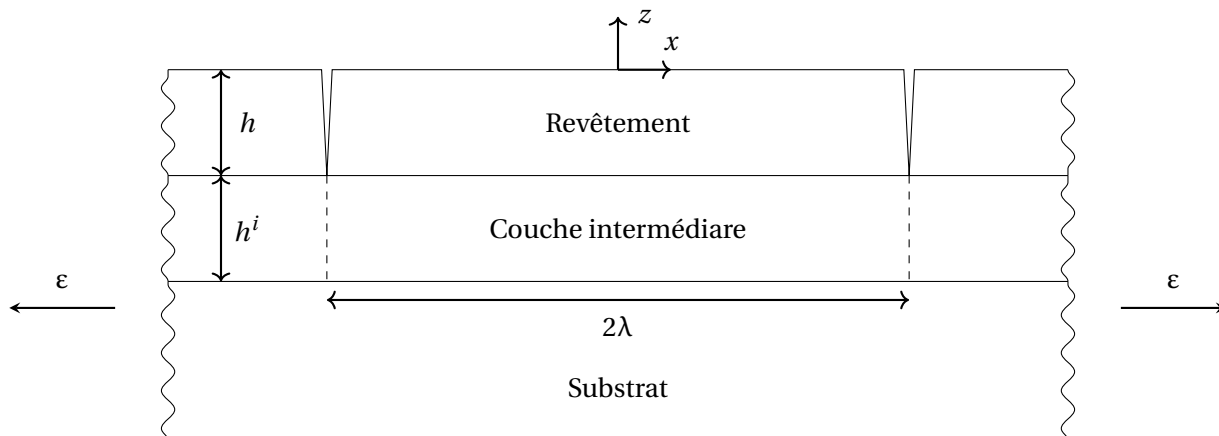


FIGURE E.8 – Illustration du modèle de McGuigan et al. [244].

L’hypothèse de contraintes planes est utilisée. Il est supposé que la fissuration du revêtement ne change pas la distribution des contraintes dans le substrat, qui sont considérées uniformes. Ainsi, la déformation du substrat est uniforme et égale à la déformation imposée  $\epsilon$ . La contrainte est uniforme dans l’épaisseur du revêtement. La couche intermédiaire est supposée élastique avec un module de cisaillement  $\mu$  jusqu’au cisaillement critique  $\tau = \tau_c$  et parfaitement plastique au-delà (c’est-à-dire au voisinage des fissures). Les distributions de la contrainte dans le revêtement  $\sigma_{xx}^f$  et du cisaillement dans la couche intermédiaire  $\tau_{xz}$  sont illustrées sur la Figure E.9a.

En supposant qu’une nouvelle fissure se forme au milieu de deux fissures pré-existantes quand la contrainte maximale au milieu dépasse une valeur critique  $\sigma_c$ , l’évolution de la densité moyenne des

fissures  $D_m$  en fonction du chargement  $\varepsilon$  est selon la relation suivante :

$$D_m = \frac{2}{3} \frac{\tau_c}{E^f h} \left[ \left( \frac{\sigma_c}{E^f} - \varepsilon \right) \cosh \left( \sinh^{-1} \left( \frac{\frac{\tau_c}{\mu} \sqrt{\frac{\mu h^i}{E^f h}}}{\varepsilon - \frac{\sigma_c}{E^f}} \right) + \varepsilon + \frac{\tau_c}{\mu} \sqrt{\frac{\mu h^i}{E^f h}} \sinh^{-1} \left( \frac{\frac{\tau_c}{\mu} \sqrt{\frac{\mu h^i}{E^f h}}}{\varepsilon - \frac{\sigma_c}{E^f}} \right) \right) \right]^{-1} \quad (\text{E.22})$$

Cette équation prévoit une saturation aux grandes valeurs de  $\varepsilon$  équivalente à celle prévue par le modèle de Hu et Evans (Équation (E.5)) avec  $\tau_c = \tau$  :

$$D_m^{sat} = \frac{2}{3} \frac{\tau_c}{\sigma_c h} \quad (\text{E.23})$$

Les auteurs trouvent qu'il existe un triplet  $\left\{ \tau_c, \frac{\mu}{E^f}, \frac{\sigma_c}{E^f} \right\}$  qui permet de bien décrire l'évolution de la densité des fissures observées lors d'essais de traction sur des éprouvettes en polytéraphalate d'éthylène revêtues par une couche de SiOx avec une couche intermédiaire en polymère de différentes épaisseurs. Ainsi, la contrainte critique  $\sigma_c$  du revêtement SiOx est déterminée comme un paramètre d'ajustement de l'Équation (E.22).

Par ailleurs, les auteurs suggèrent que ce modèle peut être appliqué sur un système sans couche intermédiaire en considérant une couche intermédiaire fictive dont l'épaisseur est égale à celle de la zone du substrat déformée plastiquement. Ce modèle a été appliqué au cas d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante. Le module de cisaillement de la couche intermédiaire est celui du substrat  $\mu = \mu^s = E^s / [2(1 + \nu^f)] = 33,53$  GPa. Le cisaillement critique de la couche intermédiaire est calculé par l'Équation (E.1) avec  $\sigma_Y^s = 300$  MPa. La contrainte critique du revêtement est choisie de manière arbitraire égale à  $\sigma_c = 750$  MPa. L'épaisseur de la couche intermédiaire est choisie égale à 3 fois l'épaisseur du revêtement  $h^i = 3h$ . La Figure E.9 présente l'évolution de la densité des fissures dans le revêtement en fonction du chargement, en illustrant la sensibilité à l'épaisseur et au cisaillement critique de la couche intermédiaire fictive et à la contrainte critique de fissuration. D'après ce modèle, la densité des fissures à saturation dépend de la contrainte critique de fissuration et du cisaillement maximal du substrat mais pas de l'épaisseur de la couche intermédiaire. En revanche, le choix de cette dernière a un effet sur la cinétique de fissuration.



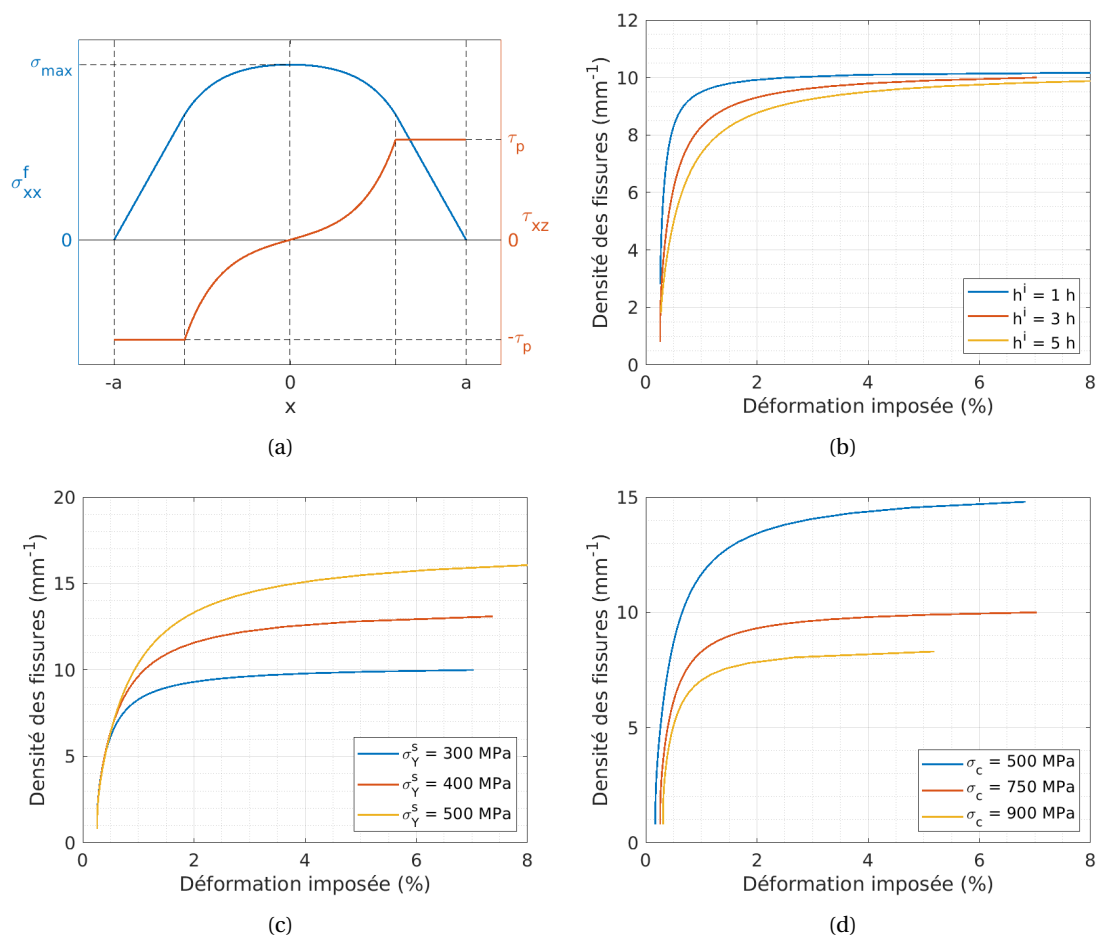


FIGURE E.9 – (a) Illustration de la distribution de contrainte entre deux fissures décrite par le modèle de Yin et al. [244]. Évolution calculée avec ce modèle de la densité moyenne des fissures dans le revêtement en fonction du chargement dans le cas d'un revêtement de chrome ( $h = 15 \mu\text{m}$ ) déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> pour (b) différentes épaisseurs de la couche intermédiaire  $p$  ( $\sigma_Y^s = 300 \text{ MPa}$ ,  $\sigma_c = 750 \text{ MPa}$ ), (c) différentes contraintes d'écoulement de la couche intermédiaire  $\sigma_Y^s$  ( $p = 3h$ ,  $\sigma_c = 750 \text{ MPa}$ ) et (d) différentes contraintes critiques du revêtement  $\sigma_c$  ( $p = 3h$ ,  $\sigma_Y^s = 300 \text{ MPa}$ ).

## E.6 Modèle de Hsueh et Yanaka

Hsueh et Yanaka (2003) [177] proposent une solution pour les champs de contraintes dans un revêtement fissuré d'épaisseur  $h$ , déposé sur un substrat d'épaisseur  $H$ , l'ensemble étant soumis à une contrainte résiduelle équi-biaxiale (due à une différence de déformation thermique  $\Delta\epsilon$  entre le revêtement et le substrat) et à un chargement unidirectionnel (Figure E.10). Le revêtement et le substrat sont élastiques linéaires. La contrainte normale à la surface libre est supposée nulle partout dans le substrat et le revêtement. La contrainte est supposée constante dans l'épaisseur du revêtement. La force résultante dans la direction  $x$  est supposée constante avant et après la fissuration.

En notant que l'hypothèse de déformations planes et l'hypothèse de contraintes planes ne sont pas valables pour un système soumis à un chargement externe, les auteurs utilisent l'hypothèse de déformations planes généralisées (2D) : la déformation du revêtement dans la direction de propagation de la fissure (direction  $y$ ) est égale à celle du substrat et la force résultante dans cette direction est nulle.

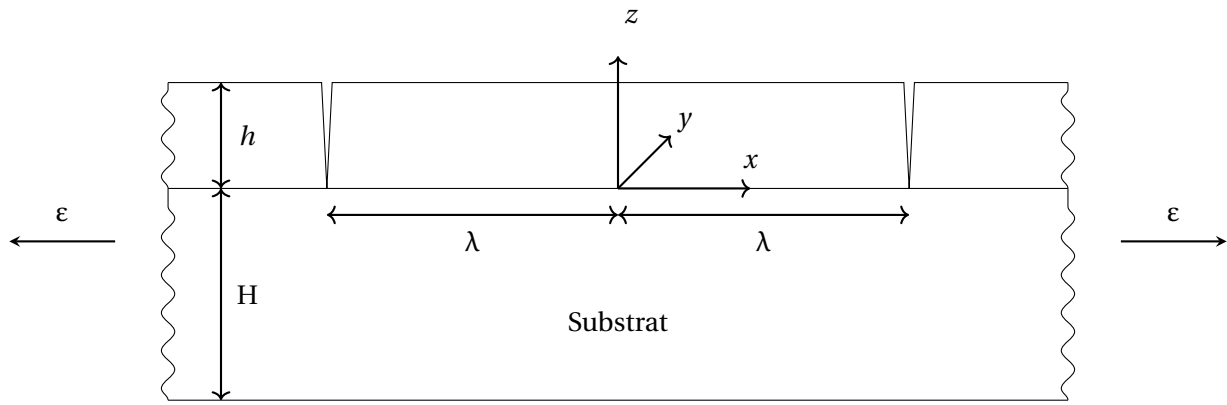


FIGURE E.10 – Illustration du modèle de Hsueh et Yanaka [177].

Le champ de contrainte dans le revêtement est donné par l'équation suivante :

$$\sigma_{xx} = \frac{E^f}{1 - \nu^f} [A(\epsilon) - \Delta\epsilon B] \left[ 1 - \frac{\cosh(\alpha x)}{\cosh(\alpha \lambda)} \right] \quad (-\lambda \leq x \leq \lambda) \quad (\text{E.24})$$

où :

$$\begin{aligned} A(\epsilon) &= \frac{(1 - \nu^f \nu^s) \epsilon}{1 + \nu^f} \\ B &= \frac{1}{1 + \frac{h(1 - \nu^f \nu^s) E^f}{H(1 - (\nu^f)^2) E^s}} \\ \alpha &= \left[ \frac{3}{2Hh(1 + \nu^s)} \left( \frac{h}{H} + \frac{(1 - (\nu^f)^2) E^s}{(1 - \nu^f \nu^s) E^f} \right) \right]^{1/2} \end{aligned} \quad (\text{E.25})$$

La Figure E.11 illustre la redistribution de la contrainte dans le revêtement à côté d'une fissure isolée dans le cas du système Cr/M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante. La taille de la zone relaxée (où la contrainte dans le dépôt est inférieure à 90% de la contrainte du revêtement non fissuré) est d'environ 350 μm.

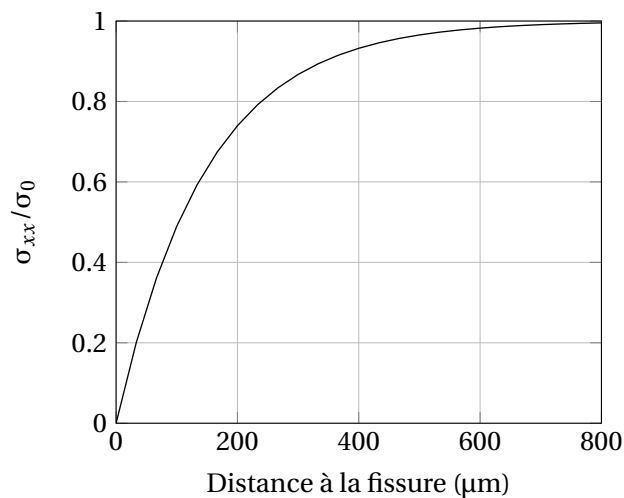


FIGURE E.11 – Relaxation de la contrainte dans le revêtement à côté d'une fissure isolée dans le cas d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante, prévue par le modèle de Hsueh et Yanaka [177].

Sous l'hypothèse que le changement d'énergie élastique stockée dans le revêtement est négligeable, le taux de restitution d'énergie relatif à une fissure qui se propage au milieu d'un pavé de largeur  $2\lambda$  est :

$$G_{ss}(\lambda) = \frac{E^f}{2\alpha(1-v^f)(1-v^s v^f)^2} [A(\varepsilon) - \Delta\varepsilon B]^2 \left[ P_1 R_1 - \frac{P_2 R_2 \Delta\varepsilon}{A(\varepsilon) - \Delta\varepsilon B} \right] \quad (E.26)$$

avec :

$$\begin{aligned} P_1 &= (1 + v^f)(1 - 2v^f v^s + (v^s)^2) \\ P_2 &= -2v^s(1 + v^s)(1 - (v^f)^2) \\ R_1 &= 4 \tanh(\alpha\lambda/2) - \frac{\exp(\alpha\lambda) - \exp(-\alpha\lambda) + 2\alpha\lambda}{\exp(\alpha\lambda) + \exp(-\alpha\lambda) + 2} \\ R_2 &= 2 \tanh(\alpha\lambda/2) - \tanh(\alpha\lambda) + \frac{1}{2} \frac{\exp(2\alpha\lambda) - \exp(-2\alpha\lambda) + 4\alpha\lambda}{\exp(2\alpha\lambda) + \exp(-2\alpha\lambda) + 2} \end{aligned} \quad (E.27)$$

Cette équation permet de relier la densité moyenne des fissures au chargement externe avec  $G_{ss} = G_c$ .

Le taux de restitution d'énergie associé à la propagation d'une fissure isolée est calculé par :

$$G_c = G_{ss}(\lambda \rightarrow \infty) = \frac{E^f}{2\alpha(1-v^f)(1-v^s v^f)^2} [A(\varepsilon = \varepsilon_c) - \Delta\varepsilon B]^2 \left[ \frac{3P_1}{2} - \frac{P_2 \Delta\varepsilon}{A(\varepsilon = \varepsilon_c) - \Delta\varepsilon B} \right] \quad (E.28)$$

Cette équation permet de déterminer le taux de restitution d'énergie maximal du revêtement  $G_c$  à partir de la déformation critique  $\varepsilon_c$  conduisant à la formation d'une première fissure et vice-versa.

Connaissant la déformation critique  $\varepsilon_c$ , on peut calculer la densité de fissures en fonction du chargement externe selon le critère énergétique à l'aide de la relation suivante :

$$\varepsilon = \frac{-(1 + v^f)\Delta\varepsilon}{1 - v^s v^f} \left[ -B + \frac{-P_2 R_2 + \sqrt{(P_2 R_2)^2 - 4P_1 R_1 Q}}{2P_1 R_1} \right] \quad (E.29)$$

avec :

$$Q = \frac{-3P_1}{2} [B - A(\varepsilon = \varepsilon_c)]^2 - P_2 [B - A(\varepsilon = \varepsilon_c)] \quad (E.30)$$

Les auteurs déclarent que le critère énergétique (Équations (E.28) et (E.29)) permet de reproduire les observations expérimentales de l'évolution de la densité des fissures en fonction de chargement, pour un revêtement de SiOx (épaisseur < 300 nm) déposé sur un substrat en polytéréphtalate d'éthylène (épaisseur 12  $\mu\text{m}$ ), bien que le substrat présente potentiellement des déformations plastiques non prises en compte dans le modèle. Un critère basé sur le critère de contrainte maximale (à partir de l'Équation (E.24)) tend à sur-estimer la densité des fissures.

Ce modèle est appliqué au cas du système Cr/M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante. On ne considère pas de contrainte résiduelle ( $\Delta\varepsilon = 0$ ). La Figure E.12 présente l'évolution de la densité des fissures en fonction du chargement, en illustrant la sensibilité à l'épaisseur du revêtement  $h$  (Figure E.12a), au taux de restitution d'énergie maximal du revêtement  $G_c$  (Figure E.12b) et à l'épaisseur du substrat  $H$  (Figure E.12c). Ce modèle ne prévoit pas une saturation de la fissuration (Figure E.12d). Le seuil de fissuration en termes de déformation varie de 0,085 à 0,175% pour  $uG_c$  variant de 50 à 200  $\text{J.m}^{-2}$ .

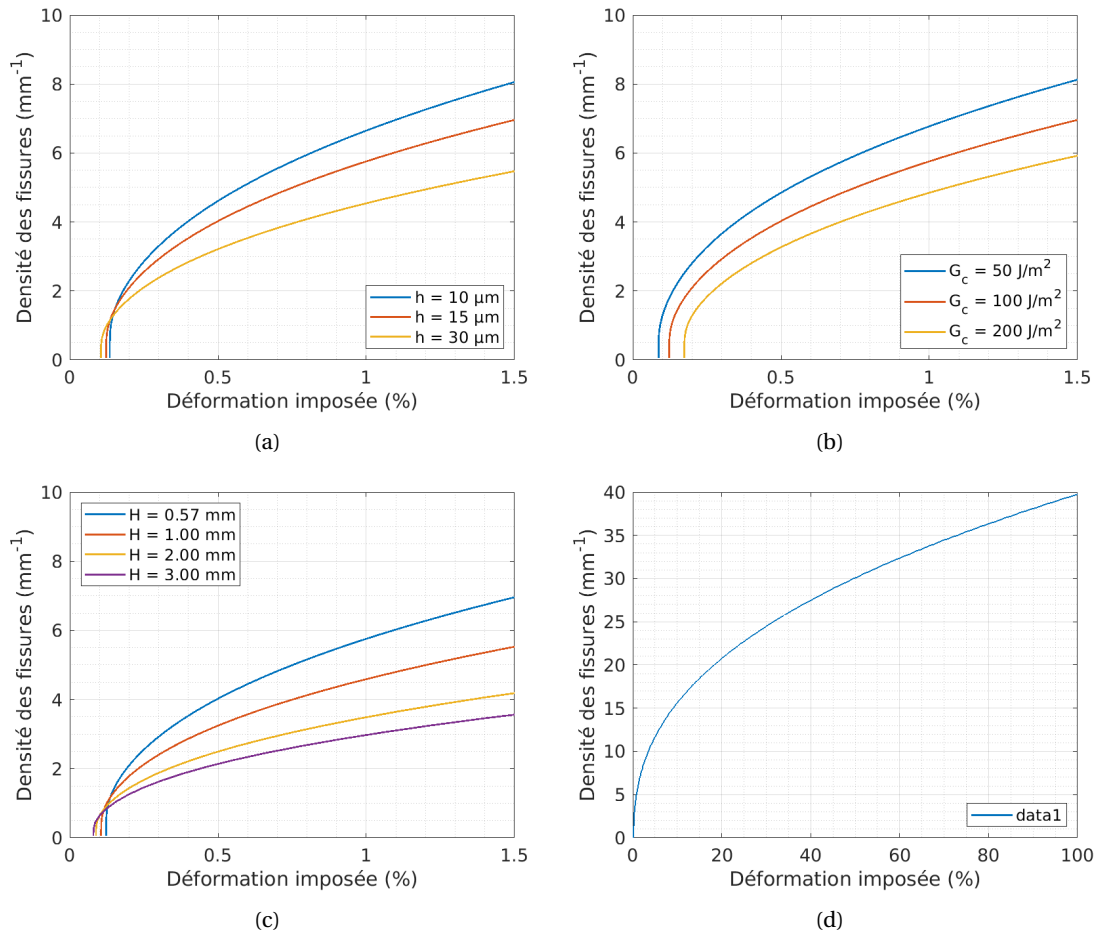


FIGURE E.12 – Évolution de la densité des fissures en fonction du chargement calculée avec le modèle de Hsueh et Yanaka [177] dans le cas d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante ( $\Delta\epsilon = 0$ ) pour (a) différentes épaisseurs de revêtement  $h$  ( $H = 0,57$  mm,  $G_c = 100$  J.m<sup>-2</sup>), (b) différents taux de restitution d'énergie maximaux du revêtement  $G_c$  ( $h = 15$   $\mu\text{m}$ ,  $H = 0,57$ ), (c) différentes épaisseurs du substrat  $H$  ( $h = 15$   $\mu\text{m}$ ,  $G_c = 100$  J.m<sup>-2</sup>); (d) illustration de l'absence de saturation de fissuration aux grandes déformations.

## E.7 Modèle de Yin et al.

Yin et al. (2008) [228] proposent une solution explicite des champs de déplacements, de déformations et de contraintes dans un pavé de revêtement élastique linéaire non fissuré entre deux fissures, déposé sur un substrat élastique linéaire semi-infini soumis à une déformation uniforme  $\epsilon_{xx}^0$  (en traction). Ils appliquent le principe de superposition pour résoudre le problème, comme illustré sur la Figure E.13. L'hypothèse de déformations planes est utilisée. La contrainte dans la direction  $z$  est supposée nulle dans tout le revêtement :  $\sigma_{zz}(x, z) = 0$ .

Il est supposé que les points d'un plan parallèle à la surface libre restent dans ce plan après déformation. Le déplacement dans la direction  $z$  du revêtement ne dépend pas de  $x$  :

$$u_z(x, z) = u_z(z) \quad (\text{E.31})$$

L'équation différentielle décrivant le déplacement du revêtement est déduite de la condition d'équilibre :

$$\bar{E}^f \frac{\partial^2 u_x}{\partial x^2} + \mu^f \frac{\partial^2 u_x}{\partial z^2} = 0 \quad (\text{E.32})$$

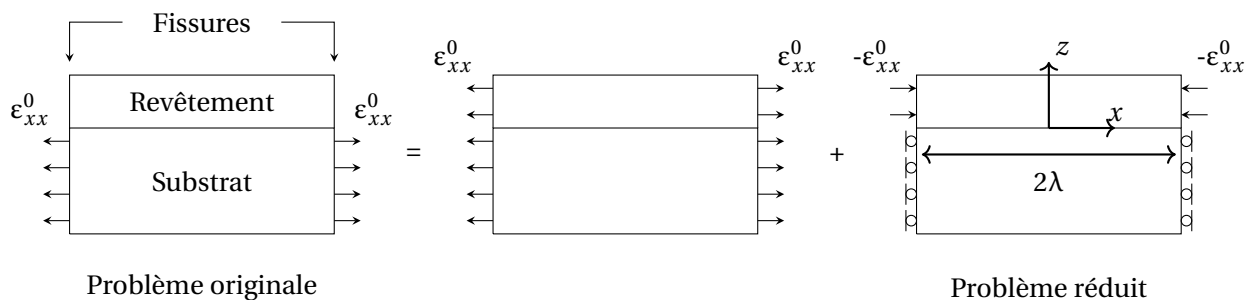


FIGURE E.13 – Illustration du principe de superposition utilisé par Yin et al. [228].

où  $\mu^f$  est le module de cisaillement du revêtement. En considérant la symétrie  $u_x(0, z) = 0$  et la condition de surface libre  $\frac{\partial u_x}{\partial z}(x, z = h) = 0$ , la solution a la forme :

$$u_x(x, z) = B \sinh\left(\frac{cx}{h}\right) \cos\left[d\left(1 - \frac{z}{h}\right)\right] \quad (\text{E.33})$$

où :

$$d = c \sqrt{\frac{\bar{E}^f}{\mu^f}} \quad (\text{E.34})$$

La constante B est déterminée à partir de la condition de surface libre au niveau de la fissure. En raison de l'hypothèse formulée selon l'Équation (E.31), cette condition ne peut pas être valable en tout point le long de la surface de fissure. Les auteurs utilisent une formulation faible de la condition aux limites imposant que la moyenne de la contrainte dans l'épaisseur au niveau de la fissure soit égale à  $-\sigma_x^0 = -\bar{E}^f \epsilon_x^0$  :

$$\frac{1}{h} \int_{z=0}^h \sigma_{xx}(\lambda, z) dz = -\sigma_{xx}^0 = -\bar{E}^f \epsilon_{xx}^0 \quad (\text{E.35})$$

Cette condition aux limites ne permet pas de décrire la singularité ou la distribution locale des contraintes au voisinage des fissures. La constante B en est déduite :

$$B = -\sqrt{\frac{\bar{E}^f}{\mu^f}} \frac{h \epsilon_{xx}^0}{\cosh\left(\frac{c\lambda}{h}\right) \sin d} \quad (\text{E.36})$$

Le cisaillement au niveau de l'interface est supposé proportionnel au déplacement du revêtement :

$$\tau_{x,0} = \mu^f u_{x,z}(x, 0) = k u_x \quad (\text{E.37})$$

Cette hypothèse définit la constante  $d$  (et de fait,  $c$ ) à calculer numériquement :

$$d \tan d = \frac{kh}{\mu^f} \quad (\text{E.38})$$

Ainsi, la solution du problème original est donnée par :

$$\begin{aligned} u_x(x, z) &= \epsilon_{xx}^0 x + B \sinh\left(\frac{cx}{h}\right) \cos\left[d\left(1 - \frac{z}{h}\right)\right] \\ \sigma_x &= \bar{E}^f \left\{ \epsilon_x^0 + B \frac{c}{h} \cosh\left(\frac{cx}{h}\right) \cos\left[d\left(1 - \frac{z}{h}\right)\right] \right\} \\ \tau_{xz} &= \mu^f B \frac{d}{h} \sinh\left(\frac{cx}{h}\right) \sin\left[d\left(1 - \frac{z}{h}\right)\right] \end{aligned} \quad (\text{E.39})$$

Le cisaillement le long de l'interface diminue depuis la pointe de la fissure pour atteindre 0 au centre du pavé, selon la relation suivante :

$$\tau_{xy}(x, 0) = -c\sigma_x^0 \frac{\sinh \frac{cx}{h}}{\cosh \frac{c\lambda}{h}} \quad (\text{E.40})$$

Cette solution permet de calculer le taux de restitution d'énergie associé à une fissure qui se propage au milieu de deux fissures séparées d'une distance  $2\lambda$  :

$$G_{ss}(\lambda) = \frac{(\sigma_x^0)^2 h}{\bar{E}^f c} \left[ 2 \tanh\left(\frac{c\lambda}{2h}\right) - \tanh\left(\frac{c\lambda}{h}\right) \right] \quad (\text{E.41})$$

Le coefficient  $c$  (et  $d$ ,  $k$ ) peut être calibré à partir des résultats de Beuth [224] pour une fissure isolée :

$$G_{ss}^{isole} = \lim_{\lambda \rightarrow \infty} G_{ss}(\lambda) = \frac{(\sigma_x^0)^2 h}{\bar{E}^f c} = \frac{(\sigma_x^0)^2 \pi}{\bar{E}^f} g(\alpha, \beta) \quad (\text{E.42})$$

donc :

$$c = \frac{2}{\pi g(\alpha, \beta)} \quad (\text{E.43})$$

L'expression du taux de restitution d'énergie proposée ici a la même forme que celle proposée par Xia et Hutchinson [243] avec  $l = h/c$ .

Le taux de restitution d'énergie associé à une nouvelle fissure qui est décalée d'une distance  $x$  par rapport au milieu du pavé peut aussi être calculé ( $0 < x < \lambda$ ) :

$$G_{ss}(x) = \frac{(\sigma_x^0)^2 h}{2\bar{E}^f c} \left[ \tanh\left(c \frac{\lambda+x}{2h}\right) + \tanh\left(c \frac{\lambda-x}{2h}\right) \right] \left( 1 - \frac{\cosh \frac{cx}{h}}{\cosh \frac{c\lambda}{h}} \right) \quad (0 < x < \lambda) \quad (\text{E.44})$$

Les prévisions de l'Équation (E.44) sont illustrées sur la Figure E.14 pour  $c = 0,32$  ( $\text{Cr}/\text{M5}_{\text{Framatome}}$  à température ambiante). Le taux de restitution d'énergie est maximal au milieu du pavé, notamment pour des pavés étroits. Pour un pavé très large, il est quasi constant au centre et proche du taux de restitution d'énergie associé à une fissure isolée. Ainsi, deux fissures séparées de plus de 10 fois l'épaisseur du revêtement ( $\sim 150 \mu\text{m}$  pour un revêtement de  $15 \mu\text{m}$  d'épaisseur) peuvent être considérées comme étant isolées.

Ensuite, la Figure E.15 présente l'évolution de la densité des fissures en fonction du chargement calculée par l'Équation (E.41) dans le cas du système  $\text{Cr}/\text{M5}_{\text{Framatome}}$  à température ambiante. Le modèle suggère qu'un revêtement plus épais se fissure à une déformation plus petite mais présente moins de fissures à déformation élevée. La saturation de la fissuration n'est pas prévue par ce modèle (cela a été vérifié jusqu'à 60% déformation). Par ailleurs, la déformation conduisant à fissuration varie de 0,19 à 0,38% pour  $G_c$  variant de 50 à 200  $\text{J.m}^{-2}$ .

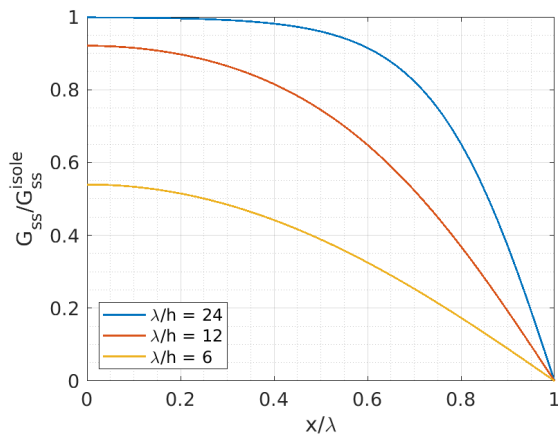


FIGURE E.14 – Évolution du taux de restitution d'énergie normé par le taux de restitution d'énergie associé à la formation de la première fissure en fonction de la position de la fissure par rapport au milieu du pavé (Équation (E.44)).

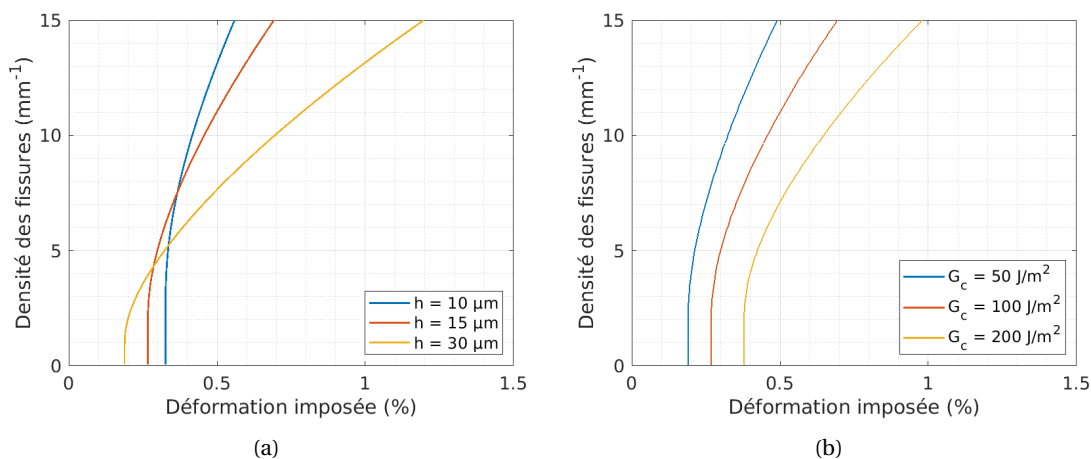


FIGURE E.15 – Évolution de la densité des fissures en fonction du chargement calculée avec le modèle de Yin et al. [228] dans le cas d'un revêtement de chrome déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante pour (a) différentes épaisseurs du revêtement  $h$  ( $G_c = 100 \text{ J.m}^{-2}$ ), (b) différents taux de restitution d'énergie maximaux du revêtement  $G_c$  ( $h = 15 \text{ μm}$ ).

## E.8 Modèle de Zhang et al.

Zhang et al. (2017) [245] étudient la fissuration d'un revêtement élastique d'épaisseur  $h$  déposé sur un substrat élasto-plastique d'épaisseur  $H$ , en considérant une couche intermédiaire élastique linéaire d'épaisseur  $h^i$  (Figure E.16). Le cas d'une couche intermédiaire élasto-plastique est étudié par Chen et al. (2015) [260].

L'hypothèse de déformations planes est utilisée. La contrainte dans la direction  $z$  est supposée nulle dans tout le revêtement et le substrat :  $\sigma_{zz}(x, z) = 0$ . La contrainte dans le substrat est supposée homogène dans son épaisseur; aux extrémités (au dessous du fond de fissure), elle est constante durant la fissuration  $\sigma_{xx}^s = \sigma_0$ . Le comportement élasto-plastique du substrat est modélisé par un modèle bi-linéaire (Figure E.17) ( $\bar{E}^s, \bar{E}_p^s, \bar{\sigma}_Y^s$  sont définis pour une hypothèse de déformation plane) :

$$\begin{aligned} \text{Si } \sigma_x^s < \bar{\sigma}_Y^s, \sigma_x^s &= \bar{E}^s \epsilon_x^s \\ \text{Si } \sigma_x^s > \bar{\sigma}_Y^s, \sigma_x^s &= \bar{E}_p^s (\epsilon_x^s - \epsilon_Y^s) + \bar{\sigma}_Y^s \text{ avec } \epsilon_Y^s = \frac{\bar{\sigma}_Y^s}{\bar{E}^s} \end{aligned} \quad (\text{E.45})$$

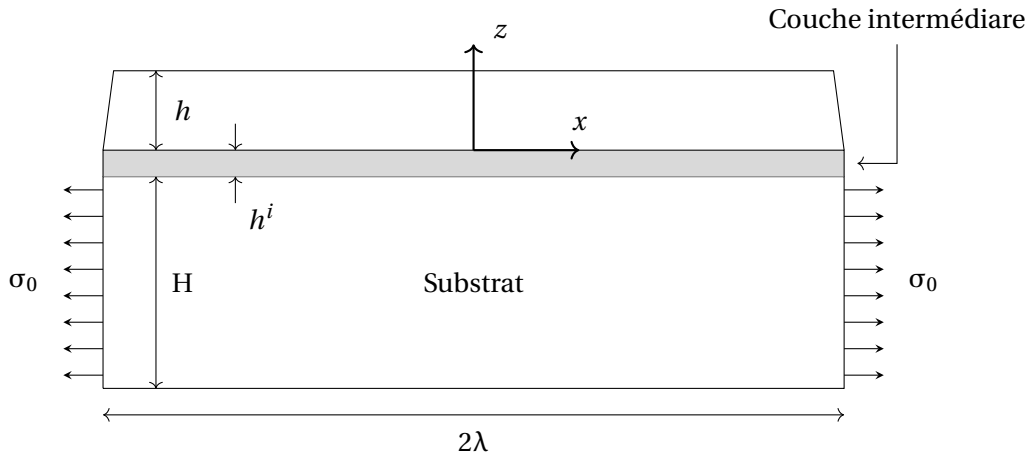


FIGURE E.16 – Illustration du modèle de Zhang et al. [245].

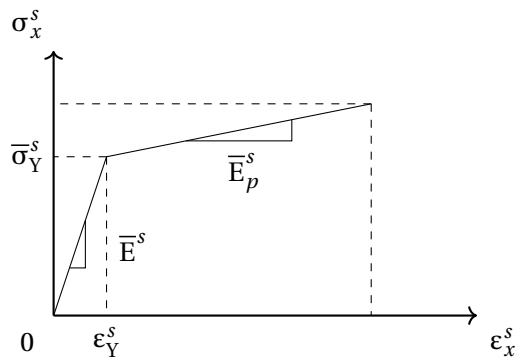


FIGURE E.17 – Illustration du comportement élasto-plastique du substrat.

On définit :

$$\alpha = \sqrt{\frac{0,5 - \nu^f}{1 - \nu^f}} \quad (\text{E.46})$$

Au fur et à mesure que  $\sigma_0$  augmente, on peut distinguer 3 phases et la solution des champs pour chaque phase est comme suit :

- Phase 1 : Substrat partout élastique :

$$\begin{aligned} u^f(x, z) &= A_1 \cos(d_1 h - d_1 z) \sinh(c_1 x) + \varepsilon_1^u x \\ \sigma_x^f(x, z) &= \bar{E}^f [A_1 c_1 \cos(d_1 h - d_1 z) \cosh(c_1 x) + \varepsilon_1^u] \end{aligned} \quad (\text{E.47})$$

$$\tau_{xz}^f(x, z) = \mu^f A_1 d_1 \sin(d_1 h - d_1 z) \sinh(c_1 x)$$

$$\tau_{xz}^i(x) = \mu^f A_1 d_1 \sin(d_1 h) \sinh(c_1 x) \quad (\text{E.48})$$

$$u_x^s(x) = A_1 k_1 \sinh(c_1 x) + \varepsilon_1^u x$$

$$\sigma_x^s(x) = \bar{E}^s [A_1 c_1 k_1 \cosh(c_1 x) + \varepsilon_1^u] \quad (\text{E.49})$$



avec :

$$\begin{aligned}
 k_1 &= -(\mu^f / \mu^i) d_1 h^i \sin(d_1 h) + \cos(d_1 h) \\
 \varepsilon_1^u &= \frac{\sigma^0}{\bar{E}^s} \frac{\sin(d_1 h)}{\sin(d_1 h) - d_1 k_1 h} \\
 A_1 &= \frac{-\varepsilon_1^u h}{\alpha \sin(d_1 h) \cosh(c_1 \lambda)} \\
 c_1 &= \alpha d_1
 \end{aligned} \tag{E.50}$$

$c_1, d_1$  peuvent être calculés numériquement à partir de :

$$\left[ -\alpha^2 h^i \frac{\bar{E}^s}{\mu^i} d_1 + \frac{1}{H d_1} \right] \sin(d_1 h) + \alpha^2 \frac{\bar{E}^s}{\mu^f} \cos(d_1 h) = 0; \tag{E.51}$$

- Phase 2 : Substrat élastique dans certaines zones, plastifié ailleurs

Pour  $x < x_1$  : Substrat élastique

$$\begin{aligned}
 u^f(x, z) &= A_2 \cos(d_2 h - d_2 z) \sinh(c_2 x) + \varepsilon_2^u x \\
 \sigma_x^f(x, z) &= \bar{E}^f [A_2 c_2 \cos(d_2 h - d_2 z) \cosh(c_2 x) + \varepsilon_2^u] \\
 \tau_{xz}^f(x, z) &= \mu^f A_2 d_2 \sin(d_2 h - d_2 z) \sinh(c_2 x)
 \end{aligned} \tag{E.52}$$

$$\tau_{xz}^i(x) = \mu^f A_2 d_2 \sin(d_2 h) \sinh(c_2 x) \tag{E.53}$$

$$\begin{aligned}
 u_x^s(x) &= A_2 k_2 \sinh(c_2 x) + \varepsilon_2^u x \\
 \sigma_x^s(x) &= \bar{E}^s [A_2 c_2 k_2 \cosh(c_2 x) + \varepsilon_2^u]
 \end{aligned} \tag{E.54}$$

Pour  $x_1 < x < \lambda$  : Substrat plastique

$$\begin{aligned}
 u^f(x, z) &= A_3 \cos(d_3 h - d_3 z) \sinh(c_3 x) + \varepsilon_3^u x \\
 \sigma_x^f(x, z) &= \bar{E}^f [A_3 c_3 \cos(d_3 h - d_3 z) \cosh(c_3 x) + \varepsilon_3^u] \\
 \tau_{xz}^f(x, z) &= \mu^f A_3 d_3 \sin(d_3 h - d_3 z) \sinh(c_3 x)
 \end{aligned} \tag{E.55}$$

$$\tau_{xz}^i(x) = \mu^f A_3 d_3 \sin(d_3 h) \sinh(c_3 x) \tag{E.56}$$

$$\begin{aligned}
 u_x^s(x) &= A_3 k_3 \sinh(c_3 x) + \varepsilon_3^u x \\
 \sigma_x^s(x) &= \bar{E}_p^s [A_3 c_3 k_3 \cosh(c_3 x) + \varepsilon_3^u - \bar{\sigma}_Y^s / \bar{E}^s] + \bar{\sigma}_Y^s
 \end{aligned} \tag{E.57}$$

avec :

$$\begin{aligned}
c_2 &= c_1; \quad d_2 = d_1; \quad k_2 = k_1; \\
k_3 &= -(\mu^f / \mu^i) d_3 h^i \sin(d_3 h) + \cos(d_3 h) \\
\varepsilon_3^u &= \left( \frac{\sigma_0 - \bar{\sigma}_Y^s}{\bar{E}_p^s} + \frac{\bar{\sigma}_Y^s}{\bar{E}^s} \right) \frac{\sin(d_3 h)}{\sin(d_3 h) - d_3 k_3 h} \\
A_3 &= \frac{-\varepsilon_3^u h}{\alpha \sin(d_3 h) \cosh(c_3 \lambda)} \\
\varepsilon_2^u &= \varepsilon_Y^s - \frac{(\varepsilon_Y^s - \varepsilon_3^u) [k_3 - \cos(d_3 h)] k_2}{k_3 [k_2 - \cos(d_2 h)]} \\
x_1 &= \arccos\left(\frac{\varepsilon_Y^s - \varepsilon_3^u}{k_3 c_3 A_3}\right) \\
A_2 &= \frac{\varepsilon_Y^s - \varepsilon_2^u}{k_2 c_2 \cosh(c_2 x_1)} \\
c_3 &= \alpha d_3
\end{aligned} \tag{E.58}$$

$c_3$ ,  $d_3$  peuvent être calculés numériquement à partir de :

$$\left[ -\alpha^2 h^i \frac{\bar{E}_p^s}{\mu^i} d_3 + \frac{1}{H d_3} \right] \sin(d_3 h) + \alpha^2 \frac{\bar{E}_p^s}{\mu^f} \cos(d_3 h) = 0; \tag{E.59}$$

Dans le cas d'un substrat parfaitement plastique,  $d_3 = 0$

- Phase 3 : Substrat plastifié partout : Les solutions sont exactement les mêmes que dans le cas substrat plastique de la phase 2, avec  $x_1 = 0$ .

Les auteurs calculent le taux de restitution d'énergie associé à une fissure qui se forme au milieu d'un pavé de largeur  $2\lambda$  par la relation suivante :

$$G_{ss} = \frac{1}{2h} \int_0^h \sigma_1(z) \delta_1(z) dz \tag{E.60}$$

où  $\sigma_1(z) = \sigma_x^f(0, z)$  est la contrainte au centre du pavé avant fissuration et  $\delta_1(z)$  est l'ouverture de la nouvelle fissure. En toute rigueur, cette formule sur-estime le taux de restitution d'énergie dans le cas où le substrat est déformé plastiquement [221, 229]. Pour chaque phase :

- Phase 1 :

$$G_{ss}(\lambda) = \bar{E}^f A_1 \left( \lambda = \frac{\lambda}{2} \right) \sinh\left(c_1 \frac{\lambda}{2}\right) \left[ A_1 c_1 \left( \frac{\sin(2d_1 h)}{4d_1 h} - \frac{1}{2} \right) - \varepsilon_1^u \left( \frac{\sin(d_1 h)}{d_1 h} - \cos(d_1 h) \right) \right] \tag{E.61}$$

- Phase 2 :

$$\begin{aligned}
G_{ss} = \bar{E}^f A_3 \left( \lambda = \frac{\lambda}{2} \right) \sinh\left(c_3 \frac{\lambda}{2}\right) \left[ (-1) * \frac{A_2 c_2}{h} \left( \frac{\sin(d_2 h - d_3 h)}{2(d_2 - d_3)} + \frac{\sin(d_2 h + d_3 h)}{2(d_1 + d_3)} \right) \right. \\
\left. - \frac{\cos(d_3 h) \sin(d_2 h)}{d_2} \right] - \varepsilon_2^u \left( \frac{\sin(d_3 h)}{d_3 h} - \cos(d_3 h) \right) \tag{E.62}
\end{aligned}$$

- Phase 3 :

$$G_{ss} = \bar{E}^f A_3 \left( \lambda = \frac{\lambda}{2} \right) \sinh\left(c_3 \frac{\lambda}{2}\right) \left[ A_3 c_3 \left( \frac{\sin(2d_3 h)}{4d_3 h} - \frac{1}{2} \right) - \varepsilon_3^u \left( \frac{\sin(d_3 h)}{d_3 h} - \cos(d_3 h) \right) \right] \tag{E.63}$$

Les Équations (E.61), (E.62) et (E.63) permettent d'étudier l'évolution de la densité des fissures en fonction du chargement. Il faut noter que ces formules ne tiennent pas compte de l'irréversibilité de la déformation plastique du substrat dans la mesure où une loi élastique bi-linéaire est utilisée.

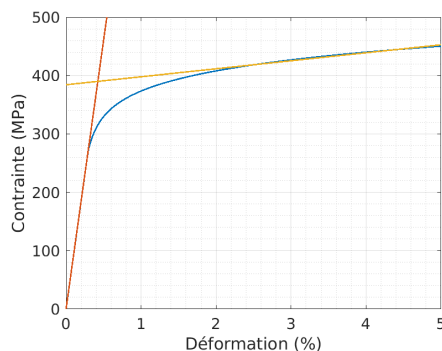


FIGURE E.18 – Modélisation du comportement du M5Framatome lors d'un essai de traction axiale simple par un modèle bi-linéaire décrit par l'Équation (E.45).

Ce modèle a été appliqué au cas d'un revêtement de chrome ( $h = 15 \mu\text{m}$ ) déposé sur un substrat en M5Framatome d'épaisseur  $H = 0,57 \text{ mm}$  à température ambiante. Pour cela, les valeurs  $E^s = 92 \text{ GPa}$ ,  $E_p^s = 1,37 \text{ GPa}$ ,  $E_p^s = 1,37 \text{ GPa}$  et  $\sigma_Y^s = 390 \text{ MPa}$  ont été utilisées car elles permettent de reproduire la courbe contrainte - déformation en traction simple dans une certaine mesure (Figure E.18). Les paramètres sont transformés comme suit pour qu'ils puissent être utilisés dans le cas de l'hypothèse de déformations planes :

$$\begin{aligned} \bar{E}^s &= \frac{E^s}{1 - \nu_s^2} = 106,8 \text{ GPa}, & \bar{E}_p^s &= \frac{E_p^s}{1 - \nu_s^2} = 1,59 \text{ GPa} \\ \bar{\sigma}_Y^s &= \frac{\sigma_Y^s}{\sqrt{\nu_s^2 - \nu_s + 1}} = 445,5 \text{ MPa} \end{aligned} \quad (\text{E.64})$$

Par la suite, la déformation (le chargement) est calculée en faisant l'hypothèse que le revêtement n'a pas d'effet sur la déformation du substrat. Cette dernière est calculée directement par l'Équation (E.45) ( $\varepsilon = \varepsilon_x^s$ ).

Nous commençons en étudiant la solution élastique (phase 1), en faisant l'hypothèse que le substrat ne se déforme pas plastiquement ( $\sigma_Y^s = \infty$ ). La solution dépend des propriétés élastiques et de l'épaisseur du revêtement et du substrat mais aussi des propriétés de la couche intermédiaire à travers le rapport  $\mu^i/h^i$ . La figure E.19 illustre l'effet de ce rapport sur l'évolution de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement en fonction de la distance par rapport à la fissure, sur l'ouverture de la fissure et sur le taux de restitution d'énergie, dans le cas d'une fissure isolée ( $\lambda = 1 \text{ cm}$ ,  $\varepsilon = 0,5\%$ ). Pour un rapport  $\mu^i/h^i$  plus grand, la zone de relaxation de la contrainte est plus petite et l'ouverture de la fissure et le taux de restitution d'énergie sont plus grands. Par ailleurs, les résultats deviennent quasiment insensibles pour  $\mu^i/h^i > 100 \mu^s/h$ . Pour la suite,  $\mu^i/h^i = 1000 * \mu^s/h$  est choisi, sauf mention contraire.

L'évolution de la densité des fissures calculée à partir de l'Équation (E.61) en fonction du chargement est présentée sur la Figure E.20. La sensibilité aux différents paramètres est aussi présentée. On trouve qu'un rapport  $\mu^i/h^i$  plus grand donne un seuil de fissuration plus petit et que la fissuration sature plus vite. En revanche, la densité à fissuration y est insensible. En outre, un revêtement avec un taux de restitution maximal plus grand fissure plus tard (ce qui est logique) mais atteint une même densité de fissures à saturation ( $\sim 60 \text{ mm}^{-1}$ ). Le seuil de fissuration en déformation varie d'environ 0,35 à 0,7% pour  $G_c$  allant de 50 à 200  $\text{J.m}^{-2}$ . De plus, le modèle prévoit qu'un revêtement plus épais commence à fissurer pour une déformation plus faible mais présente une densité de fissures à saturation plus faible. Enfin, l'épaisseur du substrat n'a aucun effet.

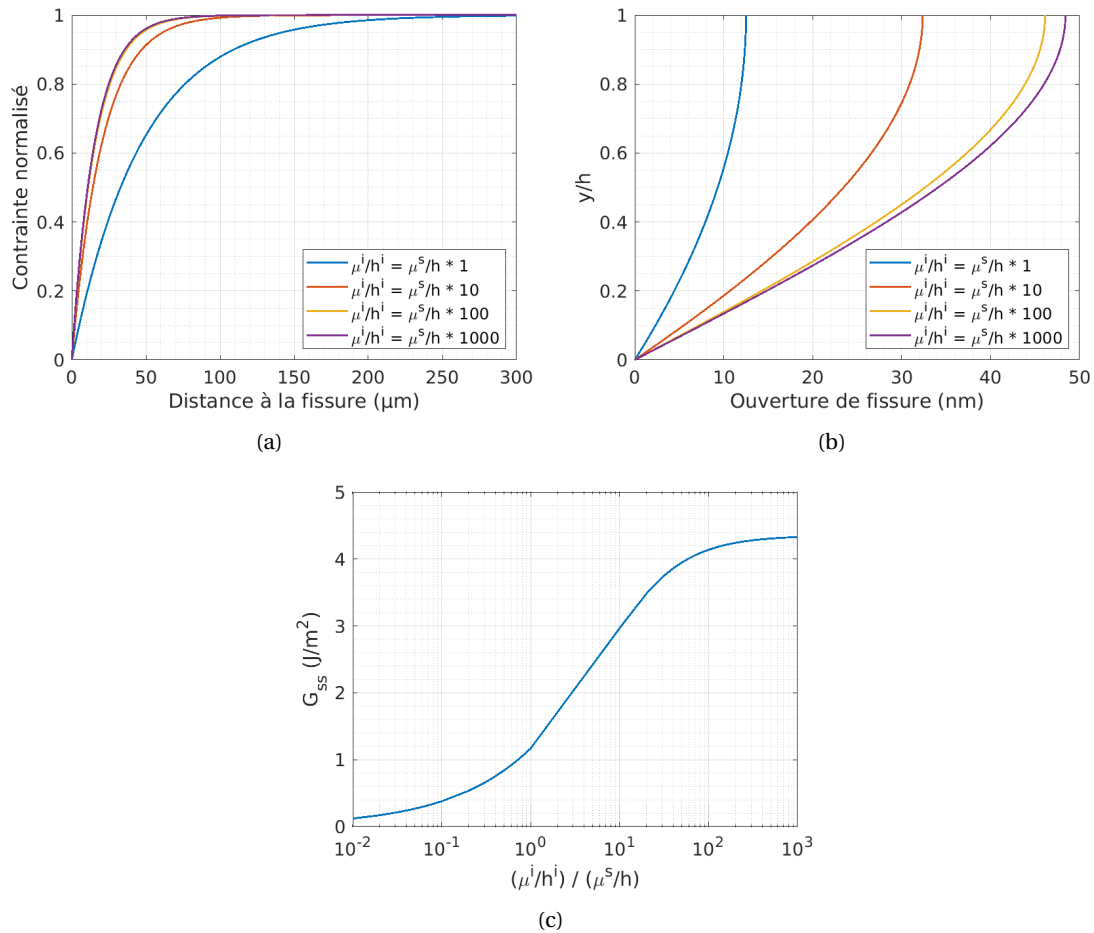


FIGURE E.19 – Résultats du modèle élastique de Zhang et al. [245] dans le cas d'un revêtement de Cr déposé sur un substrat M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante, avec  $\lambda = 1$  cm,  $\varepsilon = 0,5\%$  : (a) évolution de la contrainte moyenne dans l'épaisseur du revêtement (normée par la valeur de la contrainte au centre du pavé) en fonction de la distance par rapport à la fissure, (b) ouverture de la fissure dans l'épaisseur du revêtement, (c) taux de restitution d'énergie.

Ensuite, le modèle considérant que le substrat plastifie est appliqué. La Figure E.21 présente les évolutions de la densité des fissures et de la distance inter-fissure maximale en fonction du chargement prévues par le modèle élasto-plastique, pour  $G_c = 50 \text{ J.m}^{-2}$ . Il y a une discontinuité entre la phase 1 et la phase 2 ainsi qu'entre la phase 2 et la phase 3, due au changement de conditions aux limites. Zhang et al. [245] suggèrent de relier les phases par des plateaux. Le modèle élasto-plastique prévoit une densité de fissures plus petites que le modèle élastique, au début du chargement ainsi qu'à saturation ( $\sim 40 \text{ mm}^{-1}$  par rapport à  $\sim 60 \text{ mm}^{-1}$ ). Par ailleurs, dans cette configuration, le modèle élasto-plastique prévoit un taux de restitution d'énergie associé à la formation des premières fissures plus faible que le modèle purement élastique, donc un seuil de fissuration (en déformation) plus grand si la fissuration s'amorce dans la phase 2.

La densité des fissures à saturation est définie par l'Équation (E.63) (phase 3). La Figure E.22 illustre l'évolution de la densité des fissures aux grandes déformations (saturation de la fissuration), pour différentes valeurs de  $G_c$ . Ainsi, l'augmentation du taux de restitution d'énergie du revêtement ralentit la cinétique de fissuration mais n'a pas un effet significatif sur la densité des fissures à saturation.

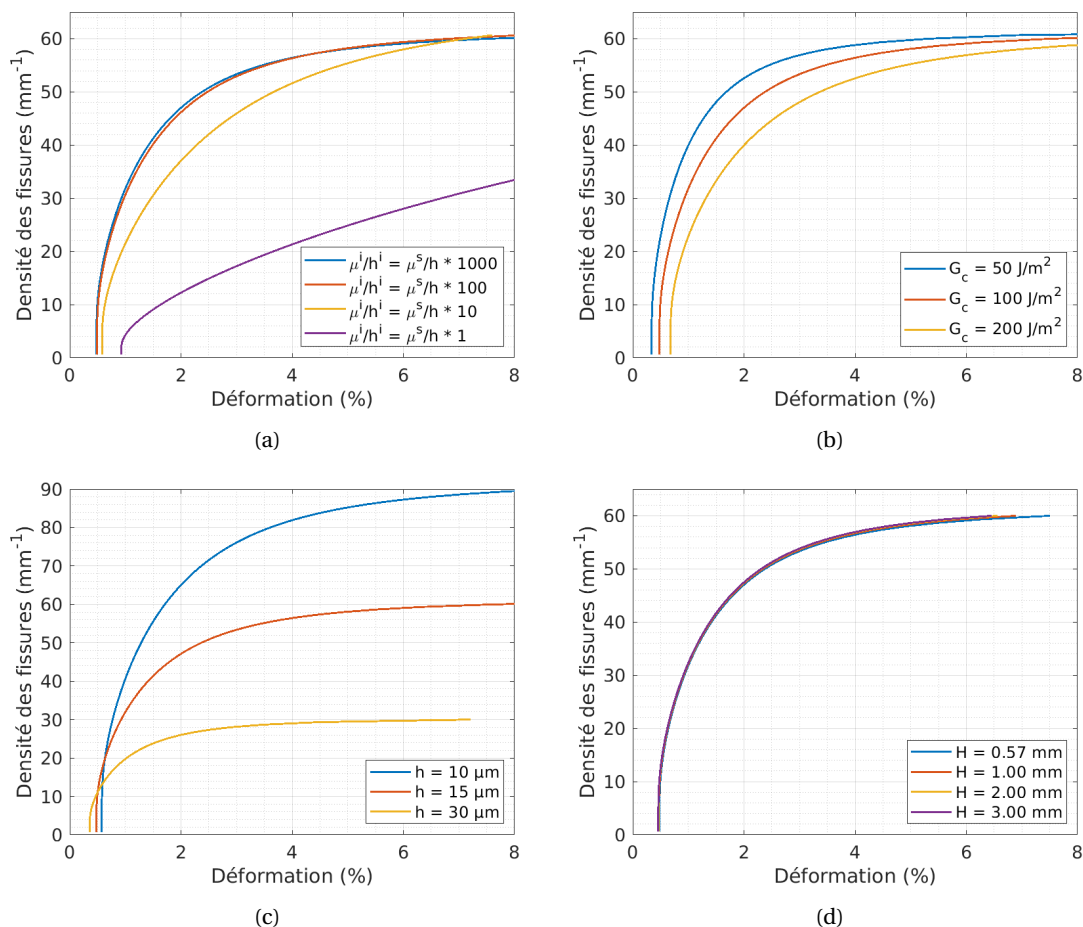


FIGURE E.20 – Evolution de la densité des fissures en fonction du chargement calculée par l'Équation (E.61) (solution élastique) dans le cas d'un revêtement de Cr ( $E^f = 290 \text{ GPa}$ ,  $\nu^f = 0,22$ ,  $h = 15 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $G_c = 100 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$ ) déposé sur un substrat M5<sub>Framatome</sub> ( $\bar{E}^s = 106,8 \text{ GPa}$ ,  $\nu^s = 0,372$ ,  $H = 0,57 \text{ mm}$ ) à température ambiante, pour différents (a) rapports  $\mu^i/h^i$ , (b) taux de restitution d'énergie maximaux du revêtement  $G_c$ , (c) épaisseurs du revêtement  $h$  et (d) épaisseurs du substrat  $H$ .

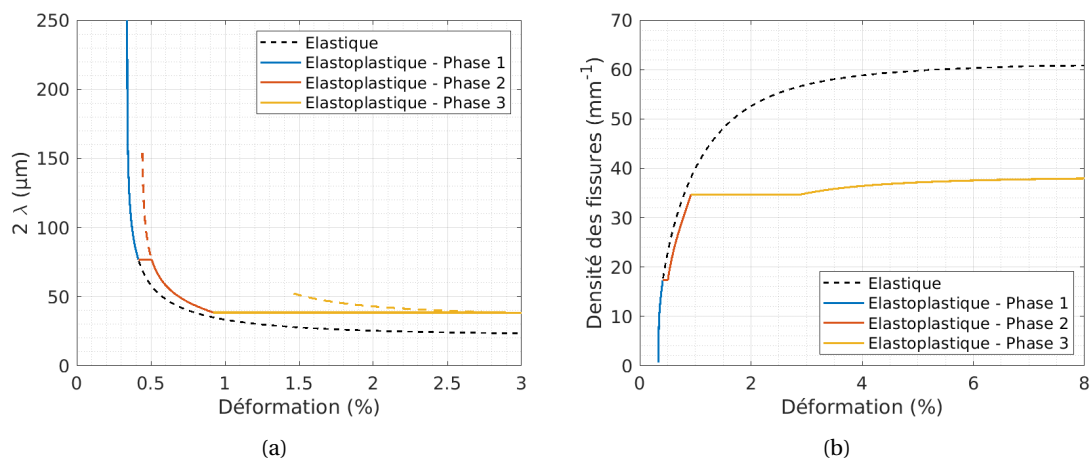


FIGURE E.21 – Évolution de (a) la distance inter-fissure maximale ( $2\lambda$ ) et (b) la densité des fissures en fonction du chargement calculée avec le modèle élasto-plastique de Zhang et al. [245] dans le cas d'un revêtement de chrome ( $E^f = 290 \text{ GPa}$ ,  $\nu^f = 0,22$ ,  $h = 15 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $G_c = 50 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$ ) déposé sur un substrat en M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante. ( $\bar{E}^s = 106,8 \text{ GPa}$ ,  $\nu^s = 0,372$ ,  $\bar{E}_p^s = 1,59 \text{ GPa}$ ,  $\bar{\sigma}_Y^s = 445,5 \text{ MPa}$ ,  $H = 0,57 \text{ mm}$ ).

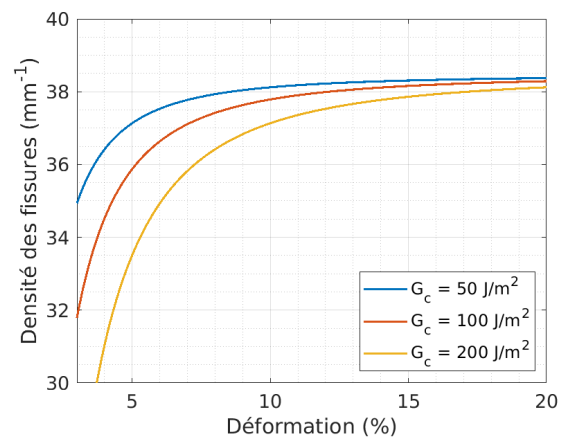


FIGURE E.22 – Évolution de la densité des fissures aux grandes déformations pour différentes valeurs du taux de restitution d'énergie du revêtement, calculée à partir de l'Équation (E.63) correspondant à la phase 3 du modèle élasto-plastique de Zhang et al. [245].

## E.9 Résumé des hypothèses

Modèle	Hypothèse
Nairn et Kim [178]	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Revêtement et substrat élastiques linéaires</li> <li>- Hypothèse de contrainte plane (plan xOz)</li> <li>- Contrainte dans le revêtement et dans chacune des deux couches du substrat homogène selon l'épaisseur</li> <li>- Formulation des champs présumée de sorte à satisfaire les conditions aux limites</li> <li>- Résolution par minimisation de l'énergie complémentaire</li> <li>- Critère de fissuration énergétique</li> </ul>
Hsueh et Yanaka [177]	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Revêtement et substrat élastiques linéaires</li> <li>- Hypothèse de déformation plane généralisée (plan xOz)</li> <li>- Hypothèse de contrainte plane (plan xOy)</li> <li>- Contrainte dans le revêtement homogène selon l'épaisseur</li> <li>- Force résultante du chargement externe constante avant/après fissuration</li> <li>- Équation d'équilibre approximative</li> <li>- Critère de fissuration énergétique</li> </ul>
McGuigan et al. [244]	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Revêtement et substrat élastiques linéaires</li> <li>- Hypothèse de contrainte plane (plan xOz)</li> <li>- Contrainte dans le revêtement homogène selon l'épaisseur</li> <li>- Contrainte dans le substrat homogène partout et constante avant/après fissuration</li> <li>- Couche intermédiaire de cisaillement élasto-parfaitement plastique</li> <li>- Critère de fissuration de contrainte maximale</li> </ul>
Yin et al. [228]	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Revêtement et substrat élastiques linéaires</li> <li>- Hypothèse de déformation plane (plan xOz)</li> <li>- Hypothèse de contrainte plane (plan xOy)</li> <li>- Contrainte non homogène dans le revêtement selon l'épaisseur</li> <li>- Cisaillement (à l'interface) proportionnel au déplacement du revêtement, pas d'effet de la contrainte/déformation dans le substrat</li> <li>- Condition aux limites faible sur la surface des fissures</li> <li>- Calibration par le taux de restitution d'énergie proposé par Beuth</li> <li>- Critère de fissuration énergétique</li> </ul>
Zhang et al. [245]	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Revêtement élastique - substrat élastique bilinéaire</li> <li>- Hypothèse de déformation plane (plan xOz)</li> <li>- Hypothèse de contrainte plane (plan xOy)</li> <li>- Contrainte non homogène dans le revêtement selon l'épaisseur</li> <li>- Contrainte dans le substrat homogène selon l'épaisseur, constante avant/après fissuration aux extrémités (sous fond des fissures)</li> <li>- Couche intermédiaire de cisaillement élastique</li> <li>- Condition aux limites faible sur la surface de fissures</li> <li>- Critère de fissuration énergétique</li> </ul>

TABLEAU E.1 – Résumé des hypothèses utilisées pour différents modèles analytiques prenant en compte l'évolution de la densité des fissures en fonction du chargement externe.

# Implémentation des lois de comportement

## Sommaire du présent chapitre

<b>F.1 Introduction</b>	<b>245</b>
<b>F.2 Loi d'élasticité non linéaire</b>	<b>245</b>
<b>F.3 Loi d'écoulement plastique équivalente</b>	<b>248</b>

Dans cette annexe, l'implémentation de deux lois du comportement utilisées pour les simulations numériques effectuées dans cette thèse est présentée. On commence par une introduction du rôle de la loi du comportement. Ensuite, on aborde les implémentations de la loi d'élasticité non linéaire et de la loi d'écoulement plastique équivalente à l'aide du générateur de code MFront.

## F.1 Introduction

Généralement, connaissant l'état mécanique du matériau à un instant  $t$  et en réponse à un incrément de sollicitation mécanique représenté par un incrément de déformation totale  $\Delta \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^t$  sur le pas de temps  $\Delta t$ , une loi de comportement doit permettre de fournir (en chaque point d'intégration) :

- la contrainte en fin de pas de temps ou l'incrément de contraintes  $\Delta \underline{\boldsymbol{\sigma}}$  ;
- l'évolution de l'ensemble de variables internes ;
- éventuellement la matrice tangente cohérente  $\frac{\Delta \underline{\boldsymbol{\sigma}}}{\Delta \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^t}$  ; celle-ci n'est pas nécessaire pour une simulation avec AMITEX\_FFTP.

## F.2 Loi d'élasticité non linéaire

La loi d'élasticité non linéaire de type Ramberg-Osgood est définie par l'Équation (IV.32) à la page 129. L'implémentation de cette loi demande l'inversion de cette équation qui n'est pas directe.

L'Équation (IV.32) peut être réécrite comme suit :

$$\underline{\boldsymbol{\varepsilon}} = \underline{\mathbf{S}} : \underline{\boldsymbol{\sigma}} + \beta_0 \left( \frac{\sigma_{eq}}{\sigma_Y} \right)^n \underline{\mathbf{n}} \tag{E.1}$$

en posant :



$$\underline{\mathbf{n}} = \frac{3}{2} \frac{\underline{\boldsymbol{\sigma}}^D}{\sigma_{eq}} \quad (\text{E.2}) \quad \beta_0 = \alpha_0 \frac{\sigma_Y}{E} \quad (\text{E.3})$$

La projection de l'Équation (E.1) sur l'espace hydrostatique donne :

$$\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^H = \frac{1}{3K} \underline{\boldsymbol{\sigma}}^H \quad \text{ou} \quad \underline{\boldsymbol{\sigma}}^H = 3K \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^H \quad (\text{E.4})$$

où K est le module de compressibilité.

La projection de l'Équation (E.1) sur l'espace déviatorique donne :

$$\begin{aligned} \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^D &= \frac{1}{2\mu} \underline{\boldsymbol{\sigma}}^D + \beta_0 \left( \frac{\sigma_{eq}}{\sigma_Y} \right)^n \underline{\mathbf{n}} = \frac{1}{2\mu} \left( \frac{2}{3} \sigma_{eq} \underline{\mathbf{n}} \right) + \beta_0 \left( \frac{\sigma_{eq}}{\sigma_Y} \right)^n \underline{\mathbf{n}} \\ &= \left[ \frac{\sigma_{eq}}{3\mu} + \beta_0 \left( \frac{\sigma_{eq}}{\sigma_Y} \right)^n \right] \underline{\mathbf{n}} = f(\sigma_{eq}) \underline{\mathbf{n}} \end{aligned} \quad (\text{E.5})$$

avec :

$$f(\sigma_{eq}) = \frac{\sigma_{eq}}{3\mu} + \beta_0 \left( \frac{\sigma_{eq}}{\sigma_Y} \right)^n \quad (\text{E.6})$$

On définit la déformation équivalente au sens de Von Mises par :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^D : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^D} \quad (\text{E.7})$$

En combinant les Équations (E.5) et (E.7), on trouve :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} f^2(\sigma_{eq}) \underline{\mathbf{n}} : \underline{\mathbf{n}}} \quad (\text{E.8})$$

En appliquant la relation  $\underline{\mathbf{n}} : \underline{\mathbf{n}} = \frac{3}{2}$ , on trouve une équation scalaire :

$$h(\sigma_{eq}) = f(\sigma_{eq}) - \varepsilon_{eq} = 0 \quad (\text{E.9})$$

Cette équation permet de déterminer  $\sigma_{eq}$  par la méthode itérative de Newton-Raphson :

$$\sigma_{eq}^{k+1} = \sigma_{eq}^k - \frac{h(\sigma_{eq}^k)}{h'(\sigma_{eq}^k)} \quad (\text{E.10})$$

avec :

$$h'(\sigma_{eq}) = f'(\sigma_{eq}) = \frac{1}{3\mu} + \beta_0 m \left( \frac{\sigma_{eq}}{\sigma_Y} \right)^{n-1} \quad (\text{E.11})$$

L'estimation initiale est choisie égale à :

$$\sigma_{eq}^0 = \sigma_Y \left( \frac{\varepsilon_{eq}}{\beta_0} \right)^{1/n} \quad (\text{E.12})$$

Une fois que la contrainte équivalente  $\sigma_{eq}$  est déterminée, le déviateur du tenseur des contraintes est calculé par :

$$\underline{\boldsymbol{\sigma}}^D = \frac{2}{3} \sigma_{eq} \underline{\mathbf{n}} = \frac{2}{3} \frac{\sigma_{eq}}{f(\sigma_{eq})} \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^D \quad (\text{E.13})$$

La contrainte totale est ainsi :

$$\underline{\boldsymbol{\sigma}} = \underline{\boldsymbol{\sigma}}^H + \underline{\boldsymbol{\sigma}}^D \quad (\text{E.14})$$

Le code utilisé pour l'implémentation en MFront est détaillé ci-dessous.

Code F.1 – Implémentation en MFront de la loi d'élasticité non linéaire

```

1 @DSL Default;
2 @Behaviour RambergOsgoodNonLinearElasticity;
3 @Author L. Gelebart/T. Helfer/D. V. Nguyen;
4
5 @MaterialProperty stress young;
6 young.setGlossaryName("YoungModulus");
7
8 @MaterialProperty real nu;
9 nu.setGlossaryName("PoissonRatio");
10
11 @MaterialProperty stress sigy;
12 @MaterialProperty real alpa;
13 @MaterialProperty real n;
14
15 @LocalVariable stress mu;
16 @LocalVariable stress K;
17 @LocalVariable real beta;
18
19 @InitLocalVariables {
20     mu = computeMu(young, nu);
21     K = young / (3 * (1 - 2 * nu));
22     beta = alpa * sigy / young;
23 }
24
25 @Integrator{
26     const auto eeps = real(1e-12); // Numerical threshold
27     const auto seps = young * eeps;
28     const auto e = eto + deto;
29     sig = K * trace(e) * Stensor::Id();
30     // Deviatoric part
31     const auto se = deviator(e);
32     const auto e_eq = sqrt(2 * (se | se) / 3);
33     if (e_eq > eeps) {
34         // Newton-Raphson on seq
35         const auto i3mu = 1 / (3 * mu);
36         auto fdf = [&](const stress seq) -> tuple<real, real> {
37             const auto rseq_n = pow(seq / sigy, n);
38             const auto iseq = 1 / max(seps, seq);
39             return {seq * i3mu + beta * rseq_n - e_eq, //
40                 i3mu + n * beta * rseq_n * iseq};
41         };
42         auto seq = sigy * stress{pow(e_eq / beta, 1 / n)};
43         auto r = real{};
44         auto dr = real{};
45         tie(r, dr) = fdf(seq);
46         auto iter = int{};
47         while (abs(r) > eeps) {
48             tie(r, dr) = fdf(seq);
49             const auto idr = 1 / max(dr, i3mu * eeps);
50             seq -= r * idr;
51             if (++iter > 20) {
52                 throw(DivergenceException());
53             }
54         }
55         sig += 2 * seq / (3 * e_eq) * se;
56     }
57     static_cast<void>(computeTangentOperator_);
58 }

```

### F.3 Loi d'écoulement plastique équivalente

La loi d'écoulement plastique équivalente à la loi d'élasticité non linéaire décrite dans la partie précédente est définie par les Équations (IV.34) à la page 129. Les variables internes de cette loi sont la déformation élastique  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e$  et la déformation plastique cumulée  $p$ .

Au début du pas de temps à l'instant  $t$  associé à une déformation totale  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}|_t$ , les variables internes  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}|_t$  et  $p|_t$  sont connues. Il s'agit de calculer les nouvelles valeurs des variables internes  $\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}|_{t+\Delta t}$  et  $p|_{t+\Delta t}$  induites par un incrément de déformation totale  $\Delta\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}$  en fin d'un pas de temps  $\Delta t$ . Leurs incréments sont notés  $\Delta\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e$  et  $\Delta p$ . Pour cela, on résout les deux équations suivantes :

$$\begin{cases} \underline{\underline{\boldsymbol{f}}}^e(\Delta\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e, \Delta p) = \Delta\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e + \Delta\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^p - \Delta\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^t = \underline{\underline{\mathbf{0}}} \\ \underline{\underline{f}}^p(\Delta\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e, \Delta p) = f(\sigma_{eq}|_{t+\Delta t}, p|_{t+\Delta t}) = 0 \end{cases} \quad (\text{E.15})$$

On suppose que la direction d'écoulement  $\underline{\underline{\boldsymbol{n}}}$  est constante durant le pas du temps et égale à celle à la fin du pas (schéma d'intégration implicite) :

$$\underline{\underline{\boldsymbol{n}}} = \underline{\underline{\boldsymbol{n}}}|_{t+\Delta t} = \frac{3}{2} \frac{\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^D|_{t+\Delta t}}{\sigma_{eq}|_{t+\Delta t}} \quad (\text{E.16})$$

L'incrément de la déformation plastique est ainsi calculé par :

$$\Delta\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^p = \Delta p \underline{\underline{\boldsymbol{n}}} \quad (\text{E.17})$$

Le système d'Équations (E.15), symboliquement écrit  $F(\Delta V) = 0$ , peut être résolu par la méthode itérative de Newton-Raphson :

$$\Delta V^{k+1} = \Delta V^k - [J^{-1}(\Delta V^k)] F(\Delta V^k) \quad (\text{E.18})$$

où  $\Delta V$  est le vecteur de l'incrément des variables internes,  $J = \frac{dF}{d\Delta V}$  est la matrice jacobienne calculée analytiquement qui se décompose en quatre parties :

$$\begin{cases} \frac{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{f}}}^e}{\partial \Delta \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e} = \underline{\underline{\mathbf{I}}} + \Delta p \frac{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{n}}}}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} \frac{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}}{\partial \Delta \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e} = \underline{\underline{\mathbf{I}}} + \frac{\Delta p}{\sigma_{eq}} (\underline{\underline{\mathbf{M}}} - \underline{\underline{\boldsymbol{n}}} \otimes \underline{\underline{\boldsymbol{n}}}) \underline{\underline{\mathbf{C}}} \\ \frac{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{f}}}^e}{\partial \Delta p} = \underline{\underline{\boldsymbol{n}}} \\ \frac{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{f}}}^p}{\partial \Delta \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e} = \frac{\partial \sigma_{eq}}{\partial \Delta \underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^e} = \underline{\underline{\boldsymbol{n}}} : \underline{\underline{\mathbf{C}}} \\ \frac{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{f}}}^p}{\partial \Delta p} = - \frac{\partial R(p)}{\partial \Delta p} = - \frac{R(p)}{np} \end{cases} \quad (\text{E.19})$$

où  $\underline{\underline{\mathbf{M}}}$  est le tenseur d'ordre 4 défini par :

$$\underline{\underline{\mathbf{M}}} = \frac{3}{2} \underline{\underline{\mathbf{I}}} - \frac{1}{2} \underline{\underline{\mathbf{I}}} \otimes \underline{\underline{\mathbf{I}}} \quad (\text{E.20})$$

L'implémentation de cet algorithme en MFfront est détaillée à la page suivante.

## Code F.2 – Implémentation en MFfront de la loi d'écoulement plastique isotrope

```

1 @Behaviour RambergOsgoodPlas;
2
3 @DSL Implicit;
4 @ModellingHypotheses {"."+};
5 @Algorithm NewtonRaphson ;
6 @Theta 1;
7 @Epsilon 1.e-14;
8 @Brick StandardElasticity;
9
10 @StateVariable real p;
11 p.setGlossaryName("EquivalentPlasticStrain");
12 @PhysicalBounds p in [0:*];
13
14 @MaterialProperty stress young;
15 young.setGlossaryName("YoungModulus");
16 @MaterialProperty real nu;
17 nu.setGlossaryName("PoissonRatio");
18 @MaterialProperty real sigy;
19 sigy.setGlossaryName("YieldStrength");
20 @MaterialProperty real K;
21 K.setEntryName("HardeningCoefficient");
22 @MaterialProperty real m;
23 m.setEntryName("StrainHardeningExponent");
24 @MaterialProperty thermalexpansion thco;
25 thco.setEntryName("ThermalExpansionCoefficient");
26
27 @ComputeStiffnessTensor<UnAltered> {"young","nu"};
28 @ComputeThermalExpansion "thco";
29
30 @LocalVariable real Rp;
31 @LocalVariable bool b;
32
33 @InitLocalVars{
34     constexpr const auto p0 = 1.e-8;
35     const auto sigel = computeElasticPrediction();
36     const auto seq = sigmaeq(sigel);
37     const real ml = 1/m;
38     Rp = sigy * pow(young / K / sigy, ml);
39     b = seq - Rp * pow(p + p0, ml) > 0; // écoulement plastique ou décharge élastique
40 }
41
42 // système implicite à résoudre
43 @Integrator{
44     constexpr const auto eeps = 1.e-12;
45     constexpr const auto p0 = 1.e-8;
46     if (b) {
47         const auto seq = sigmaeq(sig);
48         const auto iseq = 1 / max(seq, eeps * D(0, 0));
49         const auto n = eval(Stensor4::M() * sig * iseq);
50         const real p_ = max(p + theta * dp + p0, p0);
51         const auto ip_ = 1 / p_;
52         const real im = 1 / m;
53
54         feel += dp * n;
55         dfeel_ddeel += theta * dp * iseq * (Stensor4::M() - (n ^ n)) * D;
56         dfeel_ddp = n;
57
58         const auto R = Rp * pow(p_, im);
59         const auto dR_ddp = im * theta * R * ip_;
60         const auto dseq_ddeel = theta * (n | D);
61         fp = (seq - R) / D(0, 0);
62         dfp_ddeel = dseq_ddeel / D(0, 0);

```

```
63     dfp_ddp = -dR_ddp / D(0, 0);
64     if (seq - R == 0) {
65         dfp_ddp = 1;
66     }
67 }
68 }
```

# Travail des efforts externes imposés dans le cas de la méthode FFT

## Sommaire du présent chapitre

<b>G.1 Démonstration</b>	<b>251</b>
<b>G.2 Test de validation</b>	<b>253</b>

### G.1 Démonstration

Considérons un solide  $\Omega$ . Au niveau de sa surface externe  $\partial\Omega$ , il est soumis à des déplacements imposés  $\mathbf{u} = \mathbf{u}^d$  sur  $\partial\Omega_u$  et à des efforts surfaciques imposés  $\mathbf{t} = \mathbf{t}^d$  sur  $\partial\Omega_t$  (Figure G.1). Son énergie potentielle stationnaire est calculée comme suit :

$$U = W - F = \int_{\Omega} w dV - \int_{\partial\Omega_t} \mathbf{t}^d \cdot \mathbf{u} dS \quad (\text{G.1})$$

où  $w$  est la densité de l'énergie de déformation et  $\mathbf{u}$  est le déplacement (solution). Le premier terme  $W$  correspond à l'énergie de déformation totale du solide. Le deuxième terme  $F$  correspond au travail des efforts surfaciques imposés.

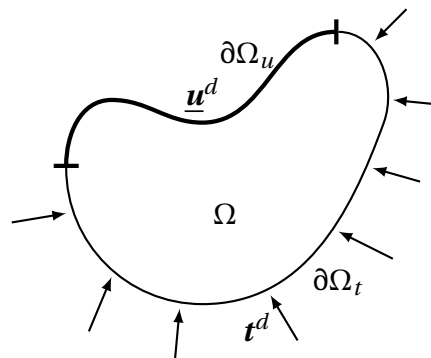


FIGURE G.1 – Illustration d'un solide soumis aux chargements surfaciques.

Tandis que le calcul du premier terme dans le contexte d'un calcul par la méthode FFT est direct, le calcul du deuxième terme ne l'est pas. Au lieu des déplacements et des efforts surfaciques imposés, le

chargement est appliqué à travers la moyenne des contraintes et des déformations et d'une condition aux limites périodique.

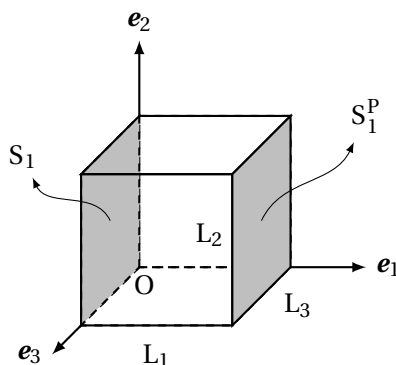


FIGURE G.2 – Illustration d'un volume soumis à une condition aux limites périodique.

Considérons un volume rectangulaire  $\Lambda$  de trois dimensions  $L_1$ ,  $L_2$  et  $L_3$  et de volume  $V = L_1 L_2 L_3$  (Figure G.2) soumis à une condition aux limites périodique et à des contraintes moyennes imposées sur toutes les composantes de  $\underline{\sigma}$ . À l'état d'équilibre, le champ des déplacements, des contraintes et des déformations sont respectivement  $\mathbf{u}$ ,  $\underline{\sigma}$  et  $\underline{\epsilon}$  (périodiques). Cela est équivalent au cas où le volume  $V$  est soumis à des efforts externes  $\underline{t}^d$  antipériodiques sur toutes ses surfaces :

$$\underline{t}^d = \underline{\sigma} \cdot \mathbf{n} \quad (\text{G.2})$$

où  $\mathbf{n}$  est le vecteur normal sortant. Le travail des efforts externes est ainsi calculé par :

$$\begin{aligned} F &= \int_{\partial\Lambda} \underline{t}^d \cdot \mathbf{u} dS \\ &= \int_{\partial\Lambda} (\underline{\sigma} \cdot \mathbf{n}) \cdot (\underline{\epsilon} \cdot \mathbf{x} + \mathbf{u}^*) dS \end{aligned} \quad (\text{G.3})$$

où  $\underline{\epsilon}$  est la déformation moyenne et  $\mathbf{u}^*$  est la fluctuation de déplacement périodique.

On évalue cette intégrale sur deux surfaces opposées notées  $S_1$  ( $\mathbf{x} = (0, x_2, x_3)$ ) et  $S_1^P$  ( $\mathbf{x} = (L_1, x_2, x_3)$ ) (P pour Périodique) perpendiculaires à l'axe 1 :

$$\begin{aligned} F^{S_1} &= \int_{S_1} (\underline{\sigma} \cdot \mathbf{n}) \cdot (\underline{\epsilon} \cdot \mathbf{x} + \mathbf{u}^*) dS + \int_{S_1^P} (\underline{\sigma} \cdot \mathbf{n}) \cdot (\underline{\epsilon} \cdot \mathbf{x} + \mathbf{u}^*) dS \\ &= - \int_{S_1} (\underline{\sigma} \cdot \mathbf{e}_1) \cdot (\underline{\epsilon} \cdot (x_2 \mathbf{e}_2 + x_3 \mathbf{e}_3) + \mathbf{u}^*) dS + \int_{S_1^P} (\underline{\sigma} \cdot \mathbf{e}_1) \cdot (\underline{\epsilon} \cdot (L_1 \mathbf{e}_1 + x_2 \mathbf{e}_2 + x_3 \mathbf{e}_3) + \mathbf{u}^*) dS \\ &= \int_{S_1} (\underline{\sigma} \cdot \mathbf{e}_1) \cdot (L_1 \underline{\epsilon} \cdot \mathbf{e}_1) dS \\ &= L_1 L_2 L_3 (\underline{\sigma} \cdot \mathbf{e}_1) \cdot (\underline{\epsilon} \cdot \mathbf{e}_1) \\ &= V (\bar{\sigma}_{11} \bar{\epsilon}_{11} + \bar{\sigma}_{12} \bar{\epsilon}_{12} + \bar{\sigma}_{13} \bar{\epsilon}_{13}) \end{aligned} \quad (\text{G.4})$$

De manière similaire, on obtient l'intégrale sur les deux autres couples de surfaces opposées :

$$\begin{aligned} F^{S_2} &= V (\bar{\sigma}_{12} \bar{\epsilon}_{12} + \bar{\sigma}_{22} \bar{\epsilon}_{22} + \bar{\sigma}_{23} \bar{\epsilon}_{23}) \\ F^{S_3} &= V (\bar{\sigma}_{13} \bar{\epsilon}_{13} + \bar{\sigma}_{23} \bar{\epsilon}_{23} + \bar{\sigma}_{33} \bar{\epsilon}_{33}) \end{aligned} \quad (\text{G.5})$$

Par conséquent, le travail des efforts externes est calculé par :

$$\begin{aligned} F &= F^{S_1} + F^{S_2} + F^{S_3} \\ &= V \bar{\sigma}_{ij} \bar{\epsilon}_{ij} \end{aligned} \quad (\text{G.6})$$

Dans le cas d'un chargement mixte, la contrainte moyenne est imposée seulement sur quelques composantes. La sommation dans l'Équation (G.6) doit être seulement faite sur ces composantes.

## G.2 Test de validation

Pour valider l'Équation (G.6), on se met dans le cas de la propagation simultanée de fissures parallèles séparées d'une distance  $\lambda = 50h$  dans un revêtement au comportement élastique linéaire déposé sur un substrat au comportement élastique linéaire, soumis à un chargement externe uniaxial ( $H = 32h$ ,  $dx = h/32$ ). La différence par rapport aux simulations présentées dans la Partie IV.5.1 est que c'est la contrainte (au lieu de la déformation) moyenne dans la direction de chargement qui est maintenue constante avant et après la fissuration :

$$\bar{\sigma}_{xx} = \text{const} \quad (\text{G.7})$$

Par le principe de superposition (Figure G.3), le problème initial (numéro 1) est équivalent à un problème réduit (numéro 4) :

$$\Delta U = U_1 - U_2 = U_3 - (U_3 + U_4) = -U_4 \quad (\text{G.8})$$

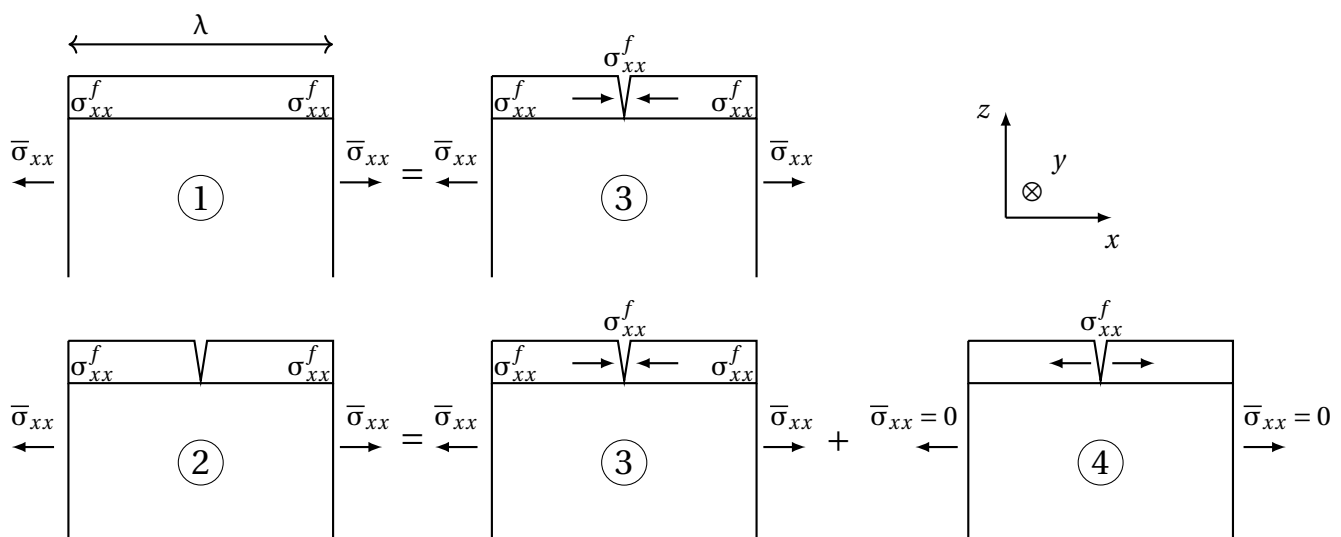


FIGURE G.3 – Principe de superposition dans le cas d'un revêtement et d'un substrat aux comportements élastiques linéaires soumis à un chargement externe.

L'énergie potentielle du problème réduit  $U_4$  est calculée par :

$$\begin{aligned} U_4 &= \int_V w dV - \int_S \mathbf{t} \cdot \mathbf{u} dS \\ &= \int_V w dV - \sigma_0^f \Delta \end{aligned} \quad (\text{G.9})$$

De manière similaire au problème réduit décrit dans la Partie IV.3.3, le taux de restitution d'énergie est calculé à partir des résultats d'un calcul réalisé avec AMITEX\_FFTP par l'Équation (IV.57). L'idée est de le comparer avec le taux de restitution d'énergie calculé à partir des résultats de la simulation du



problème initial :

$$G_{ss} = \frac{\Delta U}{h} = \frac{U_1 - U_2}{h} = \frac{(W_1 - F_1) - (W_2 - F_2)}{h} \quad (\text{G.10})$$

où  $F_1$  et  $F_2$  sont calculés par l'Équation (G.6).

En effet, on vérifie que les taux de restitution d'énergie calculés avec les deux approches sont identiques. Cela valide l'Équation (G.6).

# Étude paramétrique pour les simulations numériques

## Sommaire du présent chapitre

<b>H.1 Étude de validation de la méthodologie - Fissuration d'un revêtement due aux contraintes résiduelles</b>	<b>255</b>
H.1.1 Substrat élastique linéaire . . . . .	256
H.1.2 Substrat élastique non linéaire . . . . .	256
<b>H.2 Calculs du taux de restitution d'énergie associé au seuil de fissuration</b>	<b>257</b>
<b>H.3 Calculs du taux de restitution d'énergie associé à la fissuration séquentielle</b>	<b>259</b>
H.3.1 Substrat élastique linéaire . . . . .	259
H.3.2 Substrat élasto-plastique . . . . .	259

Dans notre étude numérique avec la méthode FFT, des voxels de fissure sont utilisés pour simuler la fissuration du revêtement. Leur taille, qui est égale à la taille de voxel, doit être assez petite pour simuler des fissures de largeur a priori infinitésimale. De plus, dans le cas de l'étude des fissures isolées, la largeur de la microstructure simulée doit être suffisamment grande. Cette annexe présente des études numériques préliminaires effectuées dans le but de trouver la valeur maximale de la taille des voxels et la valeur minimale de la largeur de la microstructure qui permettent d'assurer la convergence des résultats.

On commence par l'étude de validation de la méthodologie présentée dans la Partie IV.3. Ensuite, on aborde le calcul du taux de restitution d'énergie associé au seuil de fissuration du revêtement de Cr due à un chargement externe unidirectionnel, présentés dans la Partie IV.4. Enfin, le calcul du taux de restitution d'énergie associé à la fissuration séquentielle est étudié.

## H.1 Étude de validation de la méthodologie - Fissuration d'un revêtement due aux contraintes résiduelles

Dans cette partie, on étudie le cas du taux de restitution d'énergie associé à la propagation d'une fissure isolée dans un revêtement élastique linéaire due aux contraintes résiduelles en traction. Le détail des calculs est présenté dans la Partie IV.3. On traite le cas du substrat au comportement élastique linéaire et ensuite le cas du substrat au comportement élastique non linéaire.

### H.1.1 Substrat élastique linéaire

On étudie le cas d'un revêtement élastique linéaire ( $E^f = 100$  GPa,  $\nu^f = 0,1$ ) déposé sur un substrat élastique linéaire ( $E^s = 28,84$  GPa,  $\nu^s = 0,41$ ). Les paramètres de Dundurs correspondants sont  $\alpha = 0,5$  et  $\beta = 0$  (valeur typique du cas d'un revêtement de Cr et d'un substrat en M5<sub>Framatome</sub> à température ambiante). La Figure H.1 présente l'évolution du taux de restitution d'énergie (normé) en fonction de la taille de voxel  $d$ , de la largeur de la microstructure  $\lambda$  et de l'épaisseur du substrat  $H$ . L'étude de sensibilité à chacun des paramètres est effectuée en maintenant les autres paramètres de la microstructure constants et égaux à ceux utilisés pour les études principales :  $\lambda = 100h$ ,  $H = 32h$ ,  $d = h/32$ . On trouve que ces valeurs conduisent à une différence sur le taux de restitution d'énergie inférieure à 2% par rapport à la valeur calculée à la convergence.

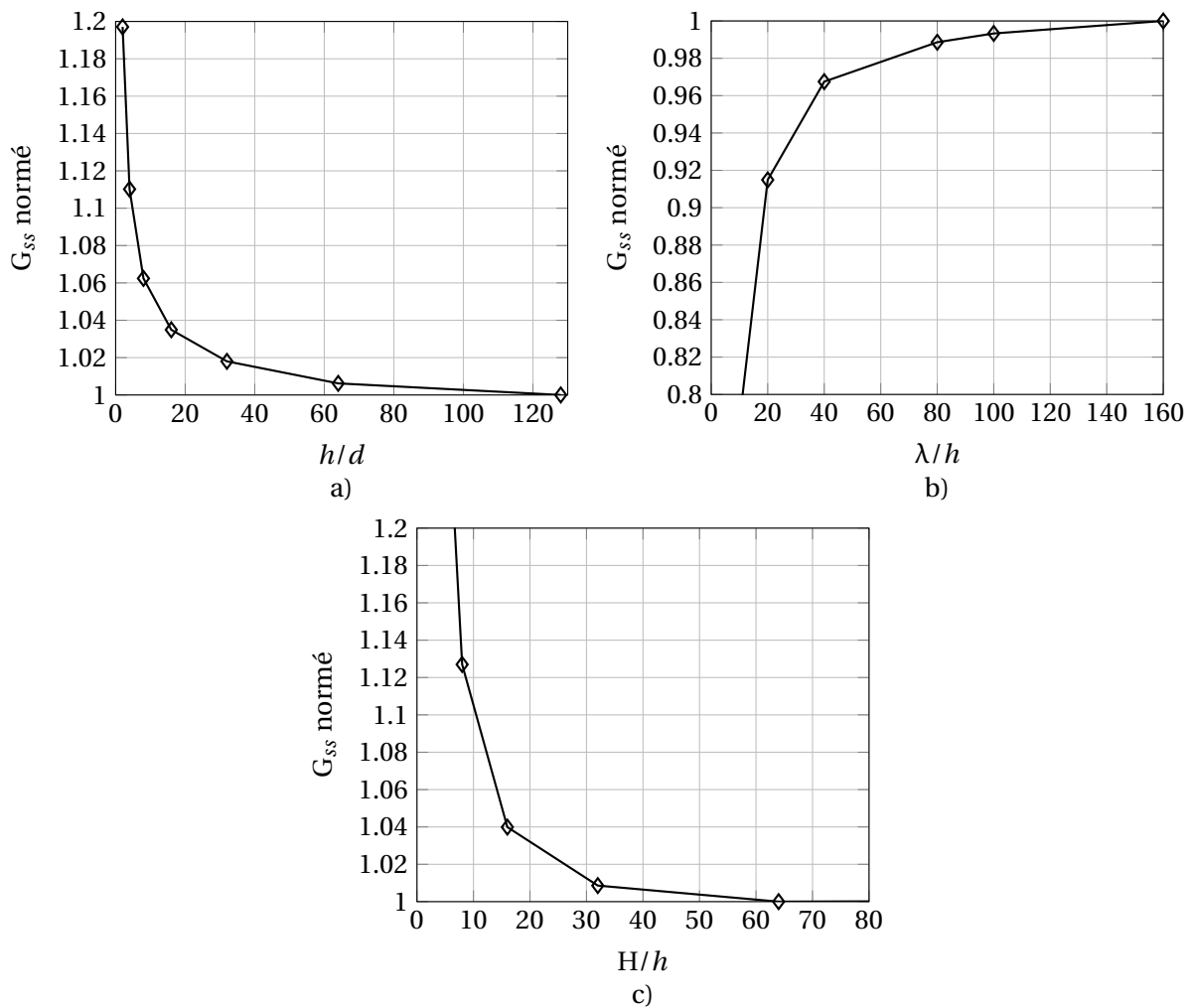


FIGURE H.1 – Évolution du taux de restitution d'énergie (normé), associé à la propagation d'une fissure isolée dans le cas d'un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat élastique linéaire, en fonction de (a) la taille de voxel  $d$  ( $\lambda = 100h$ ,  $H = 32h$ ), (b) la largeur de la microstructure  $\lambda$  ( $H = 32h$ ,  $d = h/32$ ) et (c) l'épaisseur du substrat  $H$  ( $\lambda = 100h$ ,  $d = h/32$ ).

### H.1.2 Substrat élastique non linéaire

On étudie le cas d'un revêtement élastique linéaire ( $E^f = 100$  GPa,  $\nu^f = 0,2$ ) déposé sur un substrat élastique non linéaire ( $E^s = 4,89$  GPa,  $\nu^s = 0,327$ ,  $\sigma_Y^s = 20$  MPa,  $m = 100$ ). Les paramètres de Dundurs correspondants sont  $\alpha = 0,9$  et  $\beta = \alpha/4$ . La contrainte résiduelle du revêtement est de  $\sigma_0^f = 200$  MPa.

On note que l'on est en train d'étudier un cas extrême où le revêtement est beaucoup plus rigide que le substrat et où la contrainte résiduelle dans le revêtement est importante ( $\sigma_0^f / \sigma_Y^s = 10$ ). La Figure H.2 présente l'évolution du taux de restitution d'énergie (normé) en fonction de la taille de voxel  $d$ , de la largeur de la microstructure  $\lambda$  et de l'épaisseur du substrat  $H$ . L'étude de sensibilité à chacun des paramètres est effectuée en maintenant les autres paramètres de la microstructure constants et égaux à ceux utilisés pour les études principales :  $\lambda = 640h$ ,  $H = 256h$ ,  $d = h/8$ . On trouve que dans ce cas, pour assurer la convergence des résultats, il faut modéliser une microstructure plus large et un substrat plus épais que dans le cas du comportement élastique linéaire du substrat. En revanche, le taux de restitution d'énergie dépend relativement peu de la taille de voxel pour  $d < h/4$ . Cela permet de travailler avec une taille de voxel plus grande ( $d = h/8$ ) et ainsi de réduire la taille de calcul.

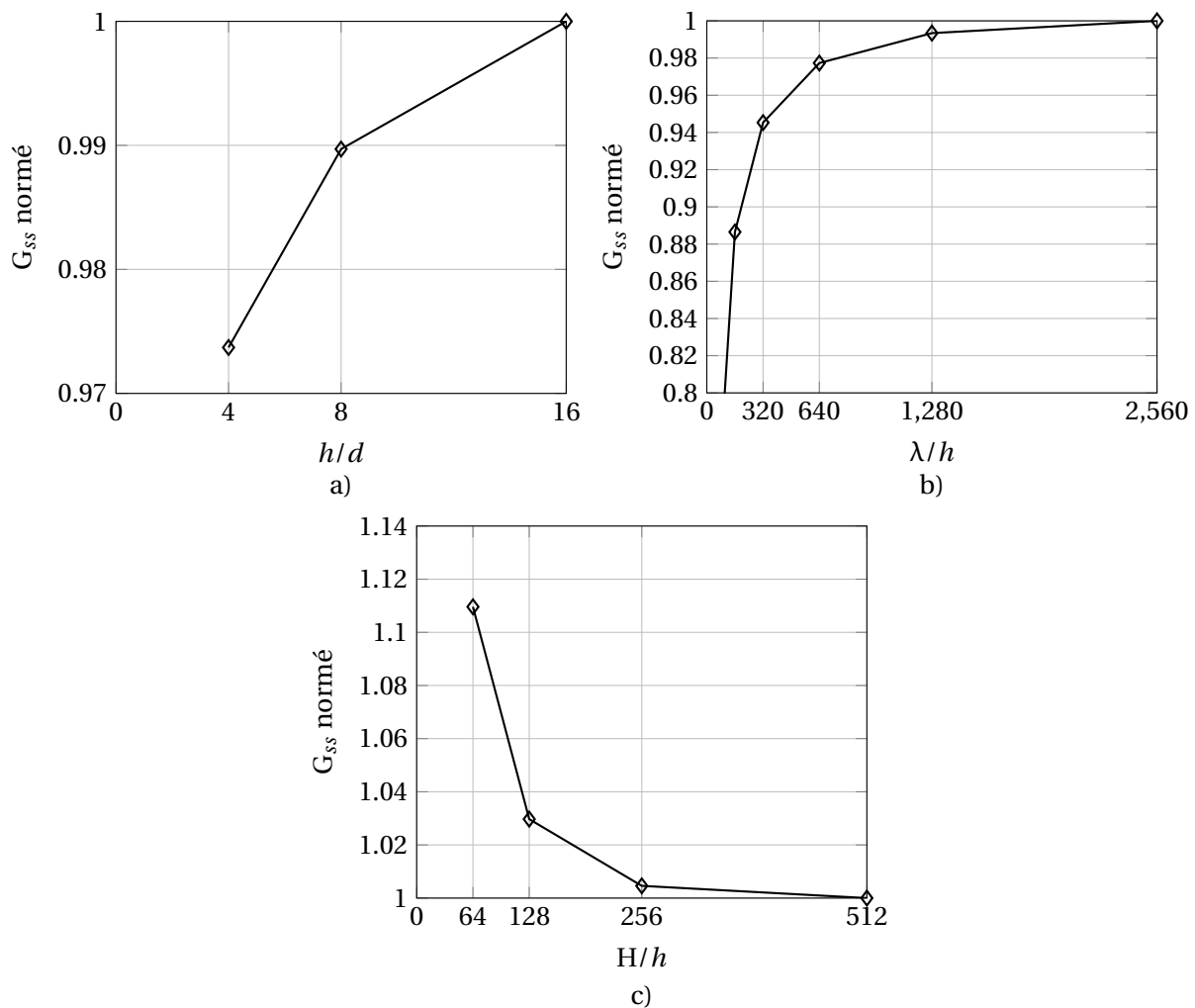


FIGURE H.2 – Évolution du taux de restitution d'énergie (normé), associé à la propagation d'une fissure isolée dans le cas d'un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat élastique non linéaire, en fonction de (a) la taille du voxel  $d$  ( $\lambda = 640h$ ,  $H = 256h$ ), (b) la largeur de la microstructure  $\lambda$  ( $H = 256h$ ,  $d = h/8$ ) et (c) l'épaisseur du substrat  $H$  ( $\lambda = 640h$ ,  $d = h/8$ ).

## H.2 Calculs du taux de restitution d'énergie associé au seuil de fissuration

Dans cette partie, on détermine les paramètres de la microstructure qui permettent de bien évaluer le taux de restitution d'énergie critique du revêtement de Cr à partir du seuil de fissuration. Dans le cas du substrat au comportement élastique linéaire, les valeurs optimales de ces paramètres sont les mêmes que celles déterminées dans la partie précédente pour la fissuration due aux contraintes

résiduelles. On traite le cas du substrat au comportement élasto-plastique. Les paramètres des lois de comportement et le détail du calcul peuvent être trouvés dans la Partie IV.4.2.

On considère un cas relativement extrême : contrainte résiduelle nulle  $\sigma_0^f = 0$  et fissuration à  $\bar{\epsilon}_{xx} = 0,6\%$  (le seuil de fissuration mesuré expérimentalement est de 0,39%). La Figure H.3 présente l'évolution du taux de restitution d'énergie (normé) en fonction de la taille de voxel  $d$ , de la largeur de la microstructure  $\lambda$ , de l'épaisseur du substrat  $H$ . La sensibilité au critère de convergence sur l'équilibre local (1E-4 par défaut dans AMITEX\_FFTP) est aussi reportée. L'étude de sensibilité à chacun des paramètres est effectuée en maintenant les autres paramètres constants et égaux à ceux utilisés pour les études principales :  $\lambda = 2000h$ ,  $H = 38h$ ,  $d = h/8$  et un critère de convergence de 1E-6.

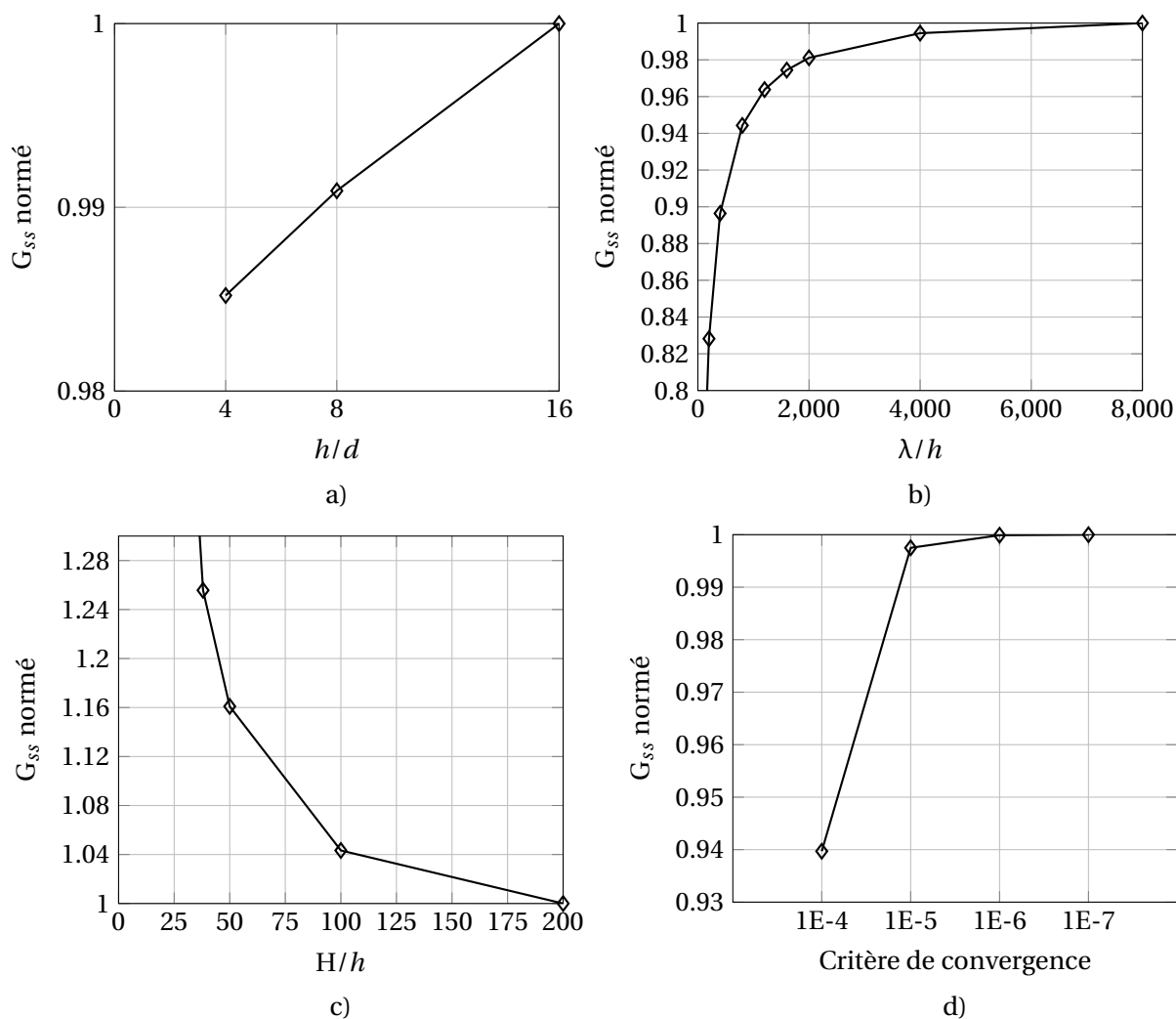


FIGURE H.3 – Évolution du taux de restitution d'énergie (normé), associé à la propagation d'une fissure au seuil de fissuration à 0,6% dans le cas d'un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat élasto-plastique, en fonction de (a) la taille du voxel  $d$  ( $\lambda = 2000h$ ,  $H = 38h$ , critère de convergence de 1E-6), (b) la largeur de la microstructure  $\lambda$  ( $H = 2000h$ ,  $d = h/8$ , critère de convergence de 1E-6), (c) l'épaisseur du substrat  $H$  ( $\lambda = 2000h$ ,  $d = h/8$ , critère de convergence de 1E-6) et (d) le critère de convergence ( $\lambda = 2000h$ ,  $H = 38h$ ,  $d = h/8$ ).

Tout d'abord, il est trouvé qu'il faut une largeur de la microstructure simulée jusqu'à 2000 fois l'épaisseur du revêtement pour supprimer l'interaction entre fissures. Ensuite, une taille de voxel  $d = h/8$  est suffisante. Le taux de restitution d'énergie calculé dépend de l'épaisseur du substrat. Par conséquent, il est important de simuler l'épaisseur réelle du substrat ( $H = 38h$ ). Enfin, on trouve que le critère de convergence par défaut de 1E-4 dans AMITEX\_FFTP ne permet pas d'assurer la convergence des résultats. Ainsi, un critère de 1E-6 est utilisé pour nos études.

### H.3 Calculs du taux de restitution d'énergie associé à la fissuration séquentielle

Dans cette partie, on vérifie qu'il est nécessaire de réduire la taille de voxel quand la distance interfissures diminue pour bien évaluer le taux de restitution d'énergie associé à la fissuration séquentielle du revêtement de Cr (cf. Partie IV.5). On étudie le cas du substrat au comportement élastique linéaire et ensuite le cas du substrat au comportement élasto-plastique.

#### H.3.1 Substrat élastique linéaire

Dans ce cas, il convient de calculer le taux de restitution d'énergie associé à la propagation simultanée de fissures séparées de  $\lambda$  (cf. Partie IV.5.1). On se met dans des cas extrêmes correspondant à des densités des fissures très élevées. La Figure H.4 présente l'évolution du taux de restitution d'énergie (normé) en fonction de la taille de voxel  $d$  dans les cas  $\lambda = 4h$  et  $\lambda = h$  (cf. Figure IV.19). On trouve que dans les cas  $\lambda \geq 4h$ , une taille de voxel de  $d = h/32$  est suffisamment petite. Pour des distances interfissures plus petites, jusqu'à  $\lambda = h$ , il est nécessaire de réduire la taille de voxel jusqu'à  $d = h/256$  pour assurer une bonne précision sur les résultats.

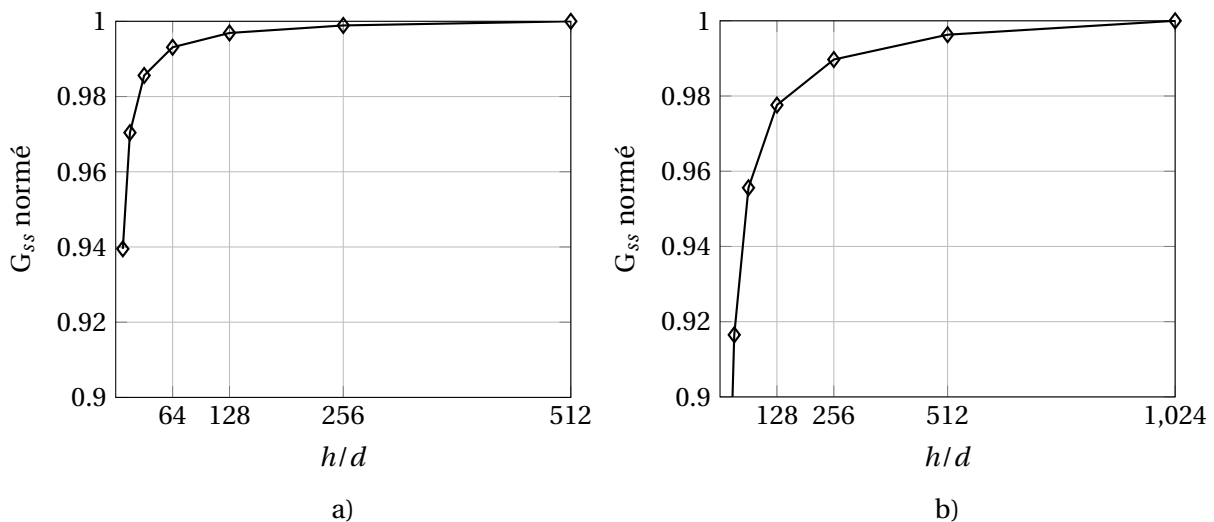


FIGURE H.4 – Évolution du taux de restitution d'énergie (normé) associé à la propagation simultanée de fissures séparées de (a)  $\lambda = 4h$  et (b)  $\lambda = h$  (substrat et revêtement élastiques linéaires).

#### H.3.2 Substrat élasto-plastique

La fissuration séquentielle d'un revêtement élastique linéaire déposé sur un substrat élasto-plastique est simulée et présentée dans la Partie IV.5.2. Pour des densités des fissures élevées, comme illustré sur la Figure IV.57, il faut réduire la taille de voxel pour assurer la justesse des résultats.

On considère le problème associé à la Figure IV.57 (scénario simplifié). On étudie le cas correspondant à une densité des fissures de  $10 \text{ mm}^{-1}$  soit  $2\lambda = 9h$  (cf. Figure IV.55). La Figure H.5 présente l'évolution du taux de restitution d'énergie (normé) associé à la propagation de la deuxième fissure, à 5% de déformation, en fonction de la taille de voxel. Ainsi, une taille de voxel de  $d = h/128$  est jugée suffisamment petite.

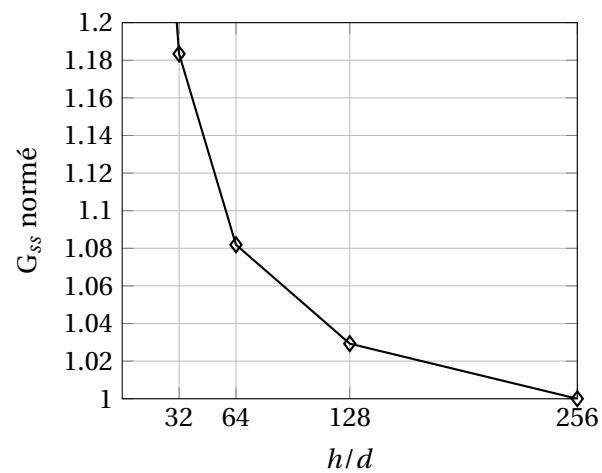


FIGURE H.5 – Évolution du taux de restitution d'énergie (normé) associé à la propagation simultanée de la deuxième fissure (scénario simplifié) à  $\bar{\epsilon}_{xx} = 5\%$  de déformation en fonction de la taille de voxel (substrat élasto-plastique et revêtement élastique).





**Titre :** Comportement mécanique à température ambiante d'un revêtement de Cr déposé sur un substrat en alliage de Zr

**Mots clés :** E-ATF, revêtement de chrome, fissuration, plasticité, alliage de zirconium

**Résumé :** Le comportement mécanique d'un revêtement de chrome de 15  $\mu\text{m}$  d'épaisseur déposé sur un substrat en alliage de zirconium par un procédé particulier de type dépôt physique en phase vapeur est étudié à température ambiante à l'aide de différentes techniques expérimentales à différentes échelles : essais « biaxés » consistant à appliquer simultanément une pression interne et un effort axial sur des tubes en alliage de Zr revêtus de Cr, essais de traction *in situ* sous MEB sur des plaquettes revêtues de Cr. La fissuration et la plasticité du revêtement sont étudiées par le biais de deux techniques principales : émission acoustique et corrélation d'images numériques. Il est montré que le revêtement de Cr fissure à 0,3-0,4% de déformation macroscopique, quand le substrat commence à plastifier. La densité de fissures augmente rapidement dans un premier temps puis plus lentement avant d'atteindre une saturation à environ 2% de déformation. La plasticité des pavés non fissurés du

revêtement est mise en évidence. Aucune décohésion du revêtement n'est observée jusqu'à au moins 5% de déformation macroscopique. Les fissures, à la fois transgranulaires et intergranulaires, se propagent dans toute l'épaisseur du revêtement mais ne pénètrent pas significativement dans le substrat. Des simulations numériques avec la méthode FFT (code AMITEX\_FFTP) sont effectuées afin de calculer le taux de restitution d'énergie critique du revêtement. Il est trouvé que la cinétique de fissuration du revêtement est fortement influencée par la plasticité du substrat. La saturation de la fissuration du revêtement est due à la localisation des déformations plastiques dans le substrat au fond des fissures. La démarche mise en place pourrait être appliquée pour étudier le comportement mécanique du revêtement de Cr quand la gaine est irradiée et/ou sollicitée à plus haute température (température en service notamment, *i.e.* 350°C).

**Title:** Mechanical behavior at room temperature of a chromium coating on a zirconium alloy substrate

**Keywords:** E-ATF, chromium coating, cracking, plasticity, zirconium alloy

**Abstract:** The mechanical behavior of a 15  $\mu\text{m}$ -thick chromium coating, deposited on a zirconium alloy substrate by a particular physical vapour deposition process, is studied at Room Temperature (RT) using several experimental techniques at several scales: "biaxial" tests consisting in applying simultaneously an internal pressure and an axial loading on Zr-based alloy tubes coated with Cr, *in situ* tensile tests in SEM on sheet samples coated with Cr. The cracking and plasticity of the coating are studied using two main techniques: acoustic emission and digital image correlation. The results show that, at RT, the first channeling cracks in the coating initiate at 0.3-0.4% macroscopic strain, when the substrate starts to yield. During further loading, the crack density increases first rapidly then more slowly, before reaching saturation. Plastic strain of the non-cracked coating regions is observed, in

addition to the increase of crack opening. Until at least ~5% applied strain, no interface decohesion of the coating is observed and the cracks, both transgranular and intergranular, do not penetrate significantly into the substrate. Numerical simulations using a FFT-based method (AMITEX\_FFTP solver) are performed to calculate the critical energy release rate of the coating. It is shown that the kinetics of the coating cracking is strongly influenced by plastic strain of the substrate. The cracking saturation is due to plastic strain localization in the substrate under the cracks in the coating. The methodology developed here could be applied to study the behavior of the coating when the cladding is irradiated or loaded at higher temperatures, especially at the cladding in-service temperature (~350°C).

