



HAL
open science

Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium

Marie Dexet

► **To cite this version:**

Marie Dexet. Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Polytechnique X, 2006. Français. NNT: . tel-00115684

HAL Id: tel-00115684

<https://pastel.hal.science/tel-00115684>

Submitted on 22 Nov 2006

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

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



Thèse présentée pour obtenir le titre de
DOCTEUR de l'ÉCOLE POLYTECHNIQUE

Filière : Mécanique

Spécialité : Mécanique et Matériaux

par Marie DEXET

Sujet :

Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium

Soutenue le 24 octobre 2006 devant le jury composé de :

Président :	J. Grilhé
Rapporteurs :	B. Bacroix S. Forest
Examineurs :	J. Crépin C. Lemaignan
Directeur de thèse :	A. Zaoui
Invité :	L. Gélébart

Je commencerai par remercier les différents membres de mon jury pour avoir accepté d'examiner ce travail et pour l'intérêt qu'ils lui ont montré.

Je tiens ensuite à souligner que ce travail n'aurait pu voir le jour sans les contributions ni le soutien de nombreuses personnes que je vais tenter de remercier.

Merci tout d'abord à André Zaoui pour m'avoir accueillie et suivie au cours de cette thèse. Il fut un directeur de thèse disponible (même si je n'en ai certainement pas assez profité), non avare de conseils avisés et faisant preuve d'une rigueur et d'une précision de langage impressionnantes.

Je tiens ensuite à remercier Jérôme Crépin pour m'avoir fait partager pendant trois ans son expérience et son intérêt pour les Matériaux et les subtilités liées à leurs déformations. Mais en dehors de l'aspect scientifique, je tiens particulièrement à le remercier pour ses qualités humaines. Merci pour les nombreuses discussions que nous avons partagé, qui pouvaient aussi bien mêler politique de recherche qu'humour et économie. Merci de m'avoir soutenue, encouragée et conseillée, et merci pour ces remarques tout aussi pertinentes que constructives qui ont permis à ce travail d'aboutir à ce mémoire.

Je remercie aussi Lionel Gélébart qui a encadré ma thèse au SRMA. Merci de m'avoir plus d'une fois sortie des méandres de Castem et de m'avoir fait partager ses connaissances en mécanique mais aussi son enthousiasme et sa bonne humeur.

J'en profite pour remercier les différentes personnes qui ont collaboré à cette étude de façon plus ou moins directe, Jean-Sébastien Lecompte au LETAM, Monica Ceretti au LLB, Halim Haddadi et Abdellah Salahouelhadj au LPMTM, ainsi que deux stagiaires, Damien Hérisson et Luc Saint-Pierre.

Merci à toutes les personnes que j'ai côtoyées au LMS et au SRMA et qui ont rendu ces trois années passionnantes. Au LMS, j'ai une pensée particulière pour Daniel Caldemaison qui m'a entre autre, initiée aux joies de la microscopie électronique à balayage et au dépôt de microgrilles. J'attends toujours néanmoins de tester ses talents culinaires... J'ai aussi une pensée pour tous les membres de l'ex OR microméca que j'avais un mal fou à réunir mensuellement mais qui m'ont toujours rendu leurs calendriers à temps... Et je remercie l'ensemble des membres du LMS pour leur accueil. Au SRMA, je remercie particulièrement Maxime Sauzay pour avoir vérifié et validé avec moi de nombreux calculs, Grégory Perez, Christel Caes et Annabelle Legrand pour m'avoir aidé à réaliser de nombreux essais ainsi que Fabien Onimus pour m'avoir initiée aux affres de la microscopie électronique à transmission.

La liste est longue et je vais malheureusement en oublier (ne m'en veuillez pas trop...) mais je remercie tous les thésards et toutes les personnes qui ont contribué à la bonne ambiance qui a entouré cette étude : au LMS, Nicolas R., José, Michel, Aude, Vincent, Emna, Kamal, Frédéric, Alexandre, Nicolas B., Graciela et Emmanuelle ; au SRMA, Roger, Valérie, Laurence, Gwénael, Benjamin, Véronique et Nono ; et enfin à l'escalade Pierre, Georges-Olivier, Thomas, Aurélie et Paul-Henri.

Je vais aussi ajouter un merci particulier pour Eva Héripuré avec qui j'ai eu beaucoup de plaisir à partager un bureau au LMS. Merci pour sa persévérance notamment pour la rédaction de nos articles communs, pour son enthousiasme et sa disponibilité et pour m'avoir soutenue dans les petits moments de déprime de la rédaction... Merci.

Merci enfin à mes parents et à ma sœur pour m'avoir toujours soutenue dans mes choix et un immense merci à Stéphane pour n'avoir eu de cesse de me supporter et de m'encourager durant ces trois heureuses années.

Merci à tous !

1	INTRODUCTION GENERALE	10
2	DEMARCHE ET METHODOLOGIE.....	14
2.1	Rappel de quelques caractéristiques physiques du zirconium	16
2.1.1	Structure cristalline	16
2.1.2	Composition chimique	16
2.1.3	Comportement mécanique.....	17
2.1.3.1	Elasticité.....	17
2.1.3.2	Plasticité	18
2.2	Principe de la combinaison mesure / simulation numérique.....	21
2.3	Description des techniques expérimentales.....	22
2.3.1	Analyse microstructurale.....	22
2.3.2	Analyse des champs mécaniques	25
2.3.2.1	Corrélation d'images	25
2.3.2.2	Marquage de la surface	27
2.3.2.3	Acquisition des images.....	30
2.3.3	Superposition.....	31
2.4	Simulation numérique	36
2.4.1	Présentation de la simulation numérique	36
2.4.1.1	Le maillage	36
2.4.1.2	La loi de comportement.....	39
2.4.2	Conditions aux limites utilisées.....	41
2.4.3	Trajet de chargement.....	43
2.5	Identification	49
2.5.1	Construction d'une fonction coût.....	50
2.5.2	Méthode de minimisation proposée	51
2.6	Synthèse	52
3	CARACTERISATION DU MATERIAU.....	54
3.1	Généralités sur le zirconium et ses alliages.....	54
3.1.1	Propriétés physiques.....	54
3.1.2	Composition chimique	54
3.2	Caractérisation microstructurale	56
3.2.1	Présence de précipités	56
3.2.2	Texture cristallographique.....	57
3.2.3	Répartition et taille des grains.....	58
3.3	Comportement mécanique du zirconium	61
3.3.1	Elasticité	61
3.3.2	Plasticité	61
3.4	Réponses mécaniques macroscopique et à l'échelle de la microstructure granulaire..	63

3.4.1	Essais de traction uniaxiale	63
3.4.1.1	Essais à température ambiante	64
3.4.1.2	Essais à 280°C.....	82
3.4.2	Essais biaxés.....	90
3.4.2.1	Traction puis sollicitation circonférentielle pure	90
3.4.2.2	Torsion puis traction.....	102
3.5	Synthèse	110
4	MISE EN ŒUVRE ET VALIDATION.....	111
4.1	Identification sur trajet uniaxial	112
4.1.1	Première identification	114
4.1.2	Seconde identification	124
4.2	Perturbation des conditions aux limites	129
4.3	Effet de la troisième dimension.....	133
4.4	Influence de la microstructure granulaire dans la troisième dimension.....	137
4.5	Effet des contraintes résiduelles	141
4.6	Effet du formalisme grandes transformations	145
4.7	Synthèse	152
5	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	153
6	REFERENCES.....	157
7	ANNEXES	165
7.1	Annexe 1 : Plan de prélèvement des éprouvettes et plans des éprouvettes.....	166
7.2	Annexe 2 : Le microscope électronique à balayage (MEB), l'analyse EBSD et l'analyse EDS, le microscope électronique en transmission (MET).....	168
7.2.1	Le microscope électronique à balayage (MEB)	168
7.2.2	L'Electron BackScattering Diffraction (EBSD)	169
7.2.3	L'analyse Energy Dispersive Spectrometry (EDS).....	169
7.2.3.1	Principe de la mesure :	169
7.2.3.2	Conditions opératoires :	170
7.2.3.3	Spectre obtenu :.....	170
7.2.4	Le microscope électronique en transmission (MET)	170
7.3	Annexe 3 : Préparation des échantillons	172
7.3.1	Polissage.....	172
7.3.2	Dépôt des plots et des microgrilles d'or - Microélectrolithographie	172
7.3.3	Préparation de lames minces	173
7.4	Annexe 4 : Résultats issus de l'analyse EBSD des éprouvettes de traction.....	174

7.5	Annexe 5 : Résultats issus des essais de traction	176
7.5.1	Essais de traction à 280°C.....	176
7.5.2	Essais de traction à température ambiante	181

CHAPITRE 1
INTRODUCTION GENERALE

1 Introduction générale

Afin d'améliorer l'appréciation de la durée de vie des composants des réacteurs nucléaires en exploitation et de prévoir la fiabilité des réacteurs futurs ou l'évolution du comportement des combustibles au cours de leur stockage, un Contrat de Programme de Recherche (CPR) a été mis en place entre EDF, le CEA et le CNRS portant sur la Simulation des Métaux des Installations et Réacteurs Nucléaires (SMIRN). Il doit permettre d'aborder la modélisation multi-échelle des matériaux utilisés dans l'industrie nucléaire. Ainsi, les matériaux étudiés, au cœur de ce CPR, sont ceux que l'on trouve dans la conception des réacteurs à eau pressurisée. Il s'agit d'aciers bainitiques que l'on trouve dans les cuves, d'aciers austénitiques présents dans les internes et le circuit primaire et d'alliages de zirconium qui constituent les gaines de combustible.

Dans l'étude du comportement mécanique des matériaux métalliques, plusieurs échelles d'observation peuvent être mises en évidence (cf. : figure 1.1). L'objet de ce CPR ne se limite pas à la réalisation, à chaque échelle, d'études approfondies, mais a l'ambition de mettre en place des méthodes volontairement multi-échelles pour rendre compte des phénomènes complexes mis en jeu.

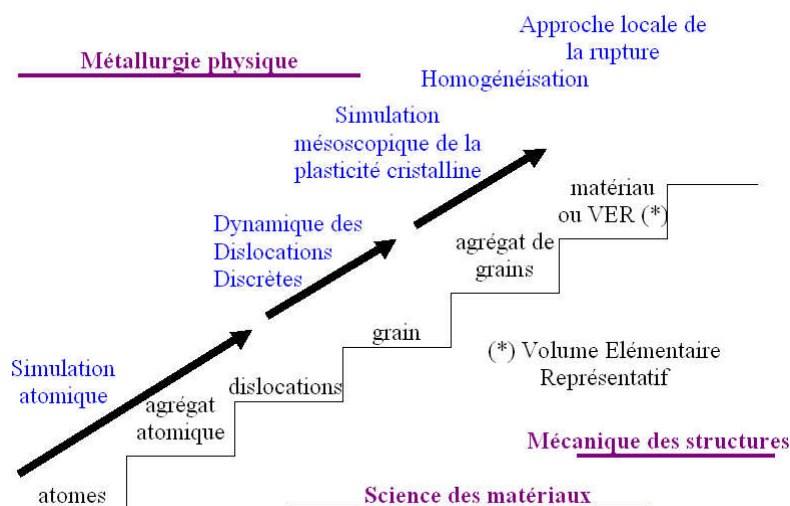


Figure 1.1 : Visualisation des différentes échelles d'observation et d'étude considérées dans le CPR SMIRN [Bou]

Ce travail s'inscrit dans un sous programme du CPR SMIRN traitant de l'étude du comportement mécanique des alliages de zirconium. A l'échelle du matériau, S. Graff [Die] a étudié et modélisé les instabilités visco-plastiques de ces alliages pour une large gamme de températures et de sollicitations. A l'échelle des agrégats de grains, définis comme des familles dont chaque élément est constitué par des grains de même orientation cristallographique, N. Letouzé [Let02] a étudié les hétérogénéités des déformations résiduelles dans ces alliages, via des comparaisons entre mesures de déformation élastique obtenues par diffraction de neutrons et de rayons X sur grands instruments et sur appareils de laboratoire et des simulations numériques via l'utilisation de modèles d'homogénéisation. Ces comparaisons ont permis de définir un outil d'évaluation des fonctions de transfert des instruments utilisés et d'en étudier l'influence sur les résultats expérimentaux. A une échelle plus fine, celle du grain, J. L. Béchade [Béc05] a élaboré des pluricristaux à gros grains qui devront permettre d'étudier la déformation de monocristaux, afin d'améliorer la compréhension des conditions d'activation de leurs mécanismes de déformation. L'étude que

nous avons menée fait partie elle aussi des approches multi-échelles. Il s'agit de mettre en place une méthodologie d'identification de loi de comportement cristalline (échelle du grain) à partir de polycristaux et d'un couplage entre des expérimentations (échelles du matériau mais aussi du grain) et des simulations numériques (échelle de l'agrégat de grains).

Dans un premier chapitre, nous détaillerons la méthodologie concernant la mise en relation entre mesures expérimentales de champs microstructuraux et mécaniques et des champs issus de simulations numériques, puis nous présenterons et discuterons chacun des objets de ce couplage. Le second chapitre portera sur la caractérisation du zirconium grade 702, tant du point de vue microstructural que mécanique. Nous rapporterons les résultats de notre analyse expérimentale, multi-échelle, des réponses mécaniques, pour des essais de traction à température ambiante et à 280°C ainsi que pour des essais biaxés. Enfin, le troisième et dernier chapitre permettra d'appliquer la méthodologie décrite dans le premier chapitre au zirconium polycristallin grade 702. Nous nous intéresserons de plus à l'influence de différents paramètres du calcul sur les résultats de la simulation numérique.

CHAPITRE 2
DEMARCHE ET METHODOLOGIE

2 Démarche et méthodologie

La mécanique des matériaux a notamment comme objectifs de fournir des lois de comportement et d'endommagement réalistes à l'échelle de l'élément de volume constitutif des structures à concevoir ou dimensionner et de proposer des critères de choix des matériaux, ainsi que des pistes d'amélioration et des guides d'optimisation des propriétés mécaniques de ces mêmes matériaux, en vue d'applications dans des conditions étendues, souvent extrêmes (température, irradiation, environnement, durabilité, ...).

Le développement des moyens d'observation et de mesure de champs ainsi que l'augmentation des puissances de calcul disponibles et l'amélioration des méthodes algorithmiques et numériques rendent désormais possibles l'expérimentation et la simulation sur structures en vue de l'identification du comportement des matériaux constitutifs, au lieu de se contenter de recourir comme jusqu'ici à des essais homogènes sur éprouvettes de géométrie restrictive constituées de matériaux homogènes. Mieux encore, ces développements techniques ouvrent des perspectives comparables à la micromécanique des matériaux qui, s'adressant à des volumes élémentaires représentatifs (VER) de matériaux macroscopiquement homogènes mais hétérogènes à des échelles plus fines, peut désormais atteindre le comportement de ces micro-éléments constitutifs homogènes sans avoir besoin de les tester directement et isolément, en couplant expérimentation et simulation sur des VER, voire sur des sous-ensembles de VER, ce qui rend alors en particulier possible d'une façon nouvelle le retour au macroscopique par méthodes d'homogénéisation. C'est dans cette dernière perspective, celle de nouvelles approches d'identification de comportement en micromécanique des matériaux, que se situe notre étude.

Les moyens d'investigation expérimentale désormais disponibles dans cette optique concernent tout autant les caractérisations de la microstructure à diverses échelles (distribution spatiale et caractéristiques individuelles des hétérogénéités internes du VER, révélation des mécanismes fins de déformation et d'endommagement...) que des caractérisations mécaniques (champs de déplacement à l'intérieur du VER, mesures locales de contraintes par microdiffraction...). Dans le même temps, l'augmentation des moyens de calcul et de simulation numérique et l'utilisation de lois de comportement intégrant de plus en plus de paramètres physiques (lois élasto-viscoplastiques à écrouissage non linéaire, lois de comportement cristallines, lois d'endommagement...) ouvrent le champ à la confrontation entre les mesures expérimentales tant globales (à l'échelle du VER) que locales (internes au VER) et les données issues des simulations numériques aux mêmes échelles. La mise en œuvre de ces moyens permet ainsi dorénavant de viser à des identifications de lois de comportement tant du VER que de ses éléments constitutifs en s'affranchissant de l'obligation de sollicitations homogènes sur constituants homogènes, dont on n'est de surcroît jamais sûr qu'ils ont bien le même comportement mécanique que les éléments constitutifs du VER qu'ils sont censés représenter. L'accès aux champs mécaniques locaux (i.e., internes au VER) permet de plus une validation beaucoup plus assurée du comportement global du VER en exploitant la possibilité de la mener non seulement sur les réponses macroscopiques, dont il est désormais reconnu qu'elles sont faiblement discriminantes, mais aussi sur les réponses locales, qui le sont beaucoup plus.

Nous nous intéressons plus précisément dans ce qui suit à l'étude de matériaux métalliques polycristallins, et tout particulièrement à celle d'alliages de zirconium, pour lesquels nous cherchons à déterminer les paramètres (cissions critiques résolues, modules d'écrouissage intracristallins...) d'une loi de comportement élasto-viscoplastique intracristalline, permettant de rendre compte de l'anisotropie de comportement du matériau polycristallin ainsi que de l'hétérogénéité de la distribution des champs mécaniques (notamment de déformation) à l'échelle intragranulaire. Dans ce but, la forme générale de la loi de comportement

intracristallin sera fixée a priori, en fonction des connaissances générales disponibles, mais s'exprimera en fonction d'un certain nombre de paramètres matériels qui seront identifiés par optimisation de l'accord entre mesures et simulations. Nous évitons ainsi le recours, difficile et souvent hasardeux, qui était jusqu'ici la règle, à l'expérimentation directe sur monocristaux. Dans cette mesure, nous cherchons à élaborer une approche de nature « multi-échelle », basée sur l'utilisation combinée de la réponse mécanique à l'échelle du VER et de celle interne au VER, à l'échelle des éléments constitutifs identifiés (échelle intragranulaire), constituée d'un ensemble d'environ 10 000 à 50 000 points de mesure, soit une base beaucoup plus riche que la seule réponse macroscopique.

A l'échelle de la microstructure granulaire, de nombreux outils sont désormais disponibles, permettant d'avoir accès à des valeurs expérimentales, tant du point de vue de la caractérisation microstructurale que de celle des mécanismes de déformation et des grandeurs mécaniques associées. Ainsi, la microscopie électronique en transmission permet de visualiser le type de dislocations présentes au sein de tel ou tel grain à différents stades de déformation. La microscopie électronique à balayage, la microscopie optique ou bien la microscopie à force atomique permettent de visualiser le type de traces de glissement débouchant en surface du matériau, ce qui peut permettre d'évaluer l'activité plastique des systèmes de glissement. La diffraction de rayons X ou la diffraction de neutrons permettent, quant à elles, d'obtenir pour des matériaux polycristallins des informations microstructurales précieuses telles que la texture cristallographique, mais aussi la valeur des déformations élastiques par phase (définie au sens de la famille de grains de même orientation cristalline) puis de remonter aux contraintes par phase grâce à la connaissance des modules d'élasticité. Le microscope électronique à balayage, par sa simplicité d'utilisation et la possibilité d'obtenir des mesures allant de l'échelle millimétrique à celle micrométrique, est un outil essentiel de la méthode développée dans ce travail. Couplé à un dispositif de détermination des orientations cristallines par diffraction d'électrons retrodiffusés (EBSD), il permet de caractériser la microstructure granulaire (forme des grains et orientations cristallines associées) de surface. De surcroît, les techniques de microextensométrie permettent d'avoir accès aux champs de déplacements surfaciques avec une résolution micronique sur des zones millimétriques, ce qui rend dorénavant possible les comparaisons expériences / simulation numérique non seulement à l'échelle macroscopique mais aussi à l'échelle locale.

L'objet de ce chapitre est d'explicitier la méthodologie choisie. Après quelques rappels généraux concernant le zirconium et ses alliages, le principe de la combinaison entre mesures expérimentales et simulation numérique sera exposé. Une description des techniques expérimentales sera alors effectuée concernant les analyses microstructurales, l'analyse des champs mécaniques puis leur superposition. La simulation numérique sera ensuite décrite (maillage, loi de comportement) ainsi que les conditions aux limites utilisées et la façon dont le trajet de chargement est défini et appliqué. Enfin, la méthode d'identification utilisée sera exposée.

2.1 Rappel de quelques caractéristiques physiques du zirconium

Avant de décrire précisément la méthodologie utilisée, ce chapitre débute par un bref rappel concernant le zirconium grade 702, tant mono- que polycristallin. Ce rappel porte sur la structure cristalline, la composition chimique, la texture cristallographique, le comportement élastique et les systèmes de déformation plastique principalement observés dans ce matériau ; ce sont des éléments de base nécessaires à une bonne compréhension de la suite de ce chapitre.

2.1.1 Structure cristalline

Le zirconium est un métal de la deuxième série de transition. Il est principalement présent sous deux formes allotropiques α et β . La structure stable à basse température, α , est hexagonale compacte. Les paramètres de maille sont à température ambiante $a = 3,231 \text{ \AA}$ et $c = 5,148 \text{ \AA}$, ce qui donne un rapport $c/a = 1,593$, inférieur au rapport théorique de compacité parfaite de 1,633. La structure stable à haute température, β , est cubique centrée. Pour le zirconium pur, la transition α - β a lieu à 863°C et la température de fusion se situe à 1855°C .

La structure hexagonale compacte peut être représentée par une maille élémentaire à deux atomes A et B de coordonnées respectives $(0,0,0)$ et $(1/3, 2/3, 1/2)$. La séquence d'empilement est de type ABAB (cf. : figure 2.1).

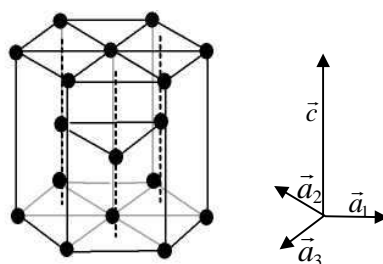


Figure 2. 1 : Maille cristalline hexagonale compacte

Afin de définir les plans et les directions cristallographiques, tout en conservant la symétrie hexagonale, il est d'usage d'utiliser la notation de Miller-Bravais à 4 indices. Les plans sont définis par les indices (h, k, i, l) , avec $h+k+i=0$ dans le repère $(\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3, \vec{c})$ où \vec{a}_1, \vec{a}_2 et \vec{a}_3 , contenus dans le plan de base, font entre eux un angle de 120° .

Les plans cristallins d'indices h, k, i et l et les directions de mêmes indices seront, dans la suite, indiqués de la façon suivante :

- plan cristallin : $\{hkil\}$
- directions cristallines : $\langle hkil \rangle$.

2.1.2 Composition chimique

Le zirconium grade 702 considéré dans la suite de cette étude est un matériau ayant subi un traitement de recristallisation. Les grains sont alors équiaxes et présentent une faible densité de dislocations résiduelles. Les principaux éléments d'addition présents sont donnés dans le tableau 2.1.

Eléments	C	H	O	N	Cr	Fe	Ni	Sn
Analyse (ppm)	58	4-7	1300	33	240	760	50	2280

Tableau 2. 1 : Composition chimique (en poids) du zirconium grade 702 (composition donnée par le fournisseur CEZUS)

Les éprouvettes de zirconium grade 702 utilisées dans cette étude ont été prélevées sur des tôles de 25mm d'épaisseur obtenues par laminage croisé. Le plan de prélèvement des éprouvettes est reporté en annexe 1.

On définit dans les plaques des directions spécifiques qui serviront de repères : la direction de laminage (DL) correspond à la direction des dernières passes de laminage ; la direction transversale (DT) est prise à 90° de DL dans le plan de la tôle ; enfin, la direction normale (DN) correspond à la normale au plan de la tôle défini par DL et DT (cf. : figure 2.2).

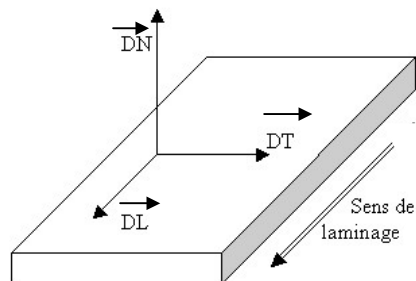


Figure 2. 2 : Repère (\vec{DL} , \vec{DT} , \vec{DN})

La distribution, tant statistique que spatiale, des orientations cristallographiques des grains dans le polycristal constituant les tôles laminées est dépendante de leur fabrication. Rappelons qu'une texture cristallographique est caractérisée par la distribution statistique des orientations cristallines des grains d'un volume représentatif de matière ; elle donne en particulier l'indication de la présence d'orientations cristallines préférentielles par différence avec une situation isotrope. Nous pouvons trouver dans la littérature de nombreuses études ayant porté sur le zirconium grade 702 [Béc95] [Vog96]. Béchade [Béc95] rapporte la texture classique (cf. : figure 2.3) pour ce type de matériau : les normales au plan {0002} sont majoritairement situées à environ 40° de DN avec un étalement dans le plan DN-DT.

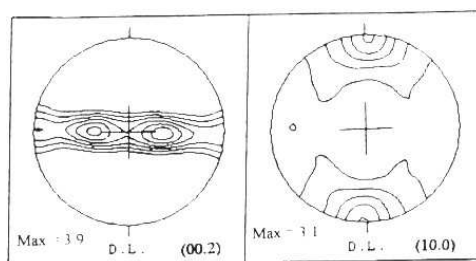


Figure 2.3 : Figures de pôles du zirconium grade 702 recristallisé [Béc95]

2.1.3 Comportement mécanique

2.1.3.1 Elasticité

Des mesures de constantes d'élasticité de monocristaux de zirconium ont été effectuées par Fisher et Renken [Fis64] entre 4K et 1155K. Ils ont montré que le zirconium présente un comportement élastique légèrement anisotrope, qui évolue avec la température. En effet, la variation du module d'élasticité, E, suivant la direction <c> et la direction <a> du cristal, avec la température (cf. : figure 2.4) indique que E diminue linéairement avec l'augmentation de la température.

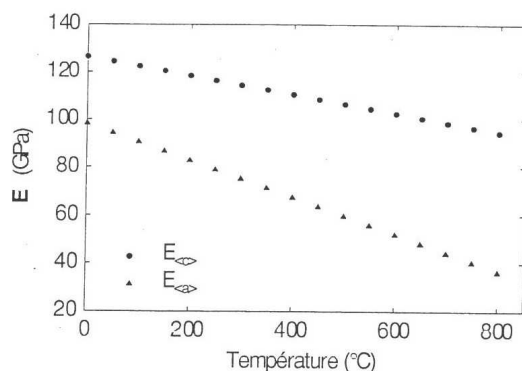


Figure 2.4 : Evolution du module d'élasticité E suivant les directions $\langle c \rangle$ et $\langle a \rangle$ en fonction de la température [Fis64]

Classiquement, l'écart à l'isotropie élastique d'un monocristal de structure hexagonale est quantifié par les rapports A_k et A_μ donnés par les relations suivantes :

$$A_k = \frac{C_{11} + C_{12} - 2C_{13}}{C_{33} - C_{13}} \quad \text{et} \quad A_\mu = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (2.1)$$

où les C_{ij} sont les constantes d'élasticité en notation de Voigt, l'isotropie impliquant $A_k = A_\mu = 1$. Si on considère les constantes d'élasticité à 280°C, données dans le tableau 2.2, on obtient pour A_k et A_μ , les valeurs de 0,81 et 1,09. Le comportement élastique du monocristal de zirconium est donc faiblement anisotrope.

C_{11}	C_{33}	C_{44}	C_{12}	C_{13}
130,1	155,9	28,2	78,6	65,7

Tableau 2. 2 : Constantes d'élasticité (GPa) du Zr à 280°C en notation de Voigt [Fis64]

2.1.3.2 Plasticité

Les différents mécanismes de déformation plastique observés dans le zirconium correspondent à du glissement cristallin mais aussi à du maillage.

Le glissement cristallin consiste au déplacement d'un ensemble de dislocations suivant une direction correspondant à leur vecteur de Burgers (pour une dislocation vis, celui-ci est parallèle à sa ligne et perpendiculaire pour une dislocation coin) dans un plan de glissement contenant le vecteur de Burgers et les lignes de dislocation. Le glissement est défini par le plan de glissement et la direction de glissement, colinéaire au vecteur de Burgers des dislocations en mouvement.

Quatre modes de glissement sont généralement observés dans les métaux à structure hexagonale (cf. : figure 2.5) :

- Glissement prismatique $\{10\bar{1}0\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$
- Glissement basal $\{0001\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$
- Glissement pyramidal de première espèce $\{10\bar{1}1\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ou $\{10\bar{1}1\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$
- Glissement pyramidal de deuxième espèce $\{11\bar{2}2\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$

Trois systèmes possèdent des directions de glissement dans le plan de base (direction de glissement $\langle a \rangle$: $\langle 11\bar{2}0 \rangle$). Seuls les systèmes pyramidaux permettent d'accommoder la

déformation purement plastique en dehors du plan de base (direction de glissement $\langle c+a \rangle : \langle 11\bar{2}3 \rangle$), ce qui permet une déformation dans les trois dimensions de la maille cristalline. Le glissement principalement observé en traction ou en compression se trouve être le glissement prismatique pour une large plage de températures [Puj94]. Quant aux glissements secondaires (basal et pyramidaux), leur domaine d'activation a été peu étudié.

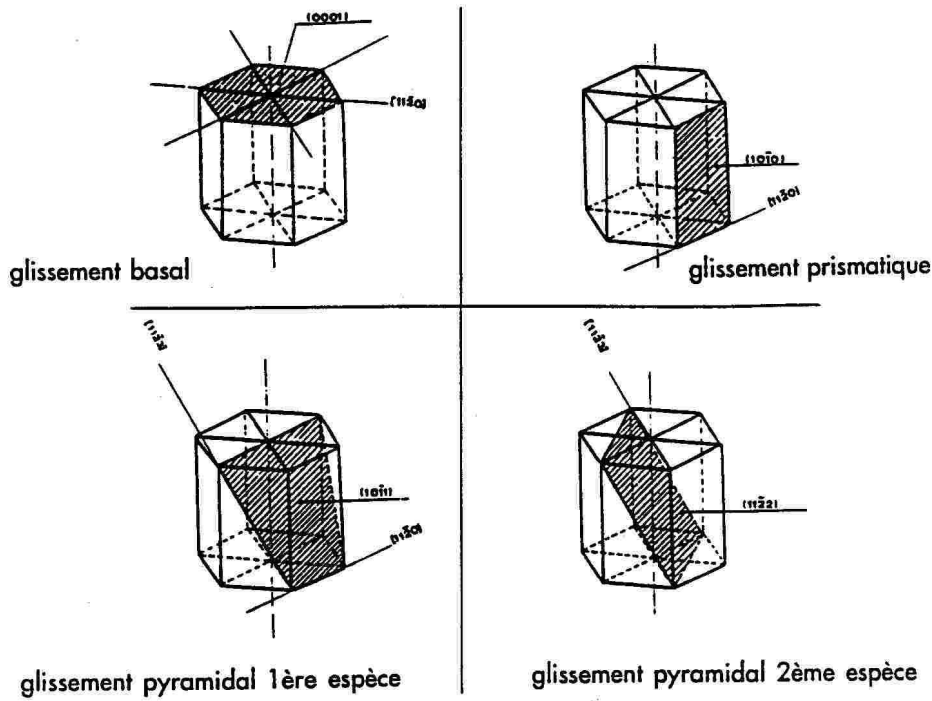


Figure 2.5 : Modes de glissement observés dans les métaux hexagonaux [Puj94]

Complémentairement aux systèmes de glissement, les déformations peuvent aussi être accommodées par du maillage. Les éléments de maillage peuvent être géométriquement décrits au moyen d'une sphère de référence.

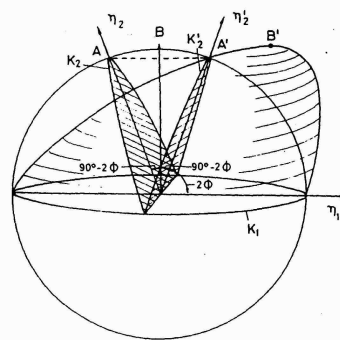


Figure 2.6 : Définition du maillage [Ten88]

Durant le maillage, la moitié nord de la sphère de référence (cf. : figure 2.6) est déformée en un ellipsoïde partiel de même volume. Cette déformation correspond à un cisaillement homogène de la maille cristalline dans un plan perpendiculaire au plan équatorial. Le système de maillage est entièrement déterminé par la connaissance d'un plan invariant et de l'intersection de ce plan et du plan de cisaillement. Il est à noter que le cisaillement a un sens

bien déterminé, ce qui signifie que l'activation des systèmes de maclage dépend du sens de la sollicitation.

De plus, Reed-Hill [Ree64] a montré que la fraction volumique maclée dépendait de la direction de sollicitation. La contribution du maclage, lorsque l'axe de traction est parallèle à la direction transversale de l'éprouvette, est nettement supérieure à celle observée pour une sollicitation longitudinale pour une texture classique de tôle laminée. D'après Reed-Hill [Ree65], si, à faible température (77K), la contribution du maclage à la déformation est très élevée, à température ambiante, elle présente une fraction beaucoup plus faible et, pour des températures élevées (810K), elle est inexistante.

L'activation des mécanismes de déformation (glissement et maclage) dépend fortement de l'orientation du cristal vis à vis de la sollicitation. La texture fortement marquée des alliages de zirconium induit alors une forte anisotropie de la surface de charge des polycristaux (cf. : figure 2.7).

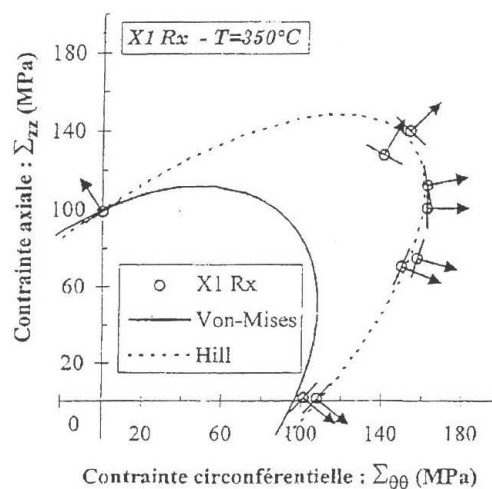


Figure 2.7 : Coupe (Σ_{zz} , $\Sigma_{\theta\theta}$) de la surface de charge expérimentale du Zircaloy-4 polycristallin à 350°C. Comparaison avec les critères de von Mises (isotrope) et de Hill (anisotrope) [Gey99]

Ainsi, suivant le sens de prélèvement des éprouvettes dans la tôle laminée, la réponse mécanique plastique à des essais de traction réalisés dans des conditions identiques (même vitesse de chargement et même température), va évoluer d'une éprouvette à l'autre.

En résumé :

- La structure cristalline du zirconium est hexagonale compacte.
- Le polycristal se caractérise par une texture marquée résultant des différentes opérations de laminage et de recristallisation.
- Le comportement élastique du monocristal est faiblement anisotrope.
- Les mécanismes permettant d'accommoder la déformation, hormis le maclage, sont les systèmes de glissement prismatique (P), pyramidal de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$ (Pyr $\langle a \rangle$), basal (B) et pyramidal de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$ (Pyr $\langle c+a \rangle$).
- Le maclage, fortement activé à température ambiante, contribue d'autant moins à la déformation que la température est élevée.
- Le comportement plastique du monocristal est quant à lui fortement anisotrope du fait du faible nombre de systèmes de déformation activables.

2.2 Principe de la combinaison mesure / simulation numérique

Conformément à la démarche décrite ci-dessous, nous aurons à combiner, dans une même zone polycristalline d'investigation, trois types d'éléments :

- des champs de mesures d'orientation de réseau cristallin ;
- des champs de mesures de déplacement sur échantillon déformé ;
- des champs de grandeurs mécaniques calculées par simulation numérique.

Le but de ce paragraphe est de définir la manière dont ces différents champs seront mis en correspondance en vue des comparaisons nécessaires à la mise en œuvre d'une méthodologie d'identification du comportement local intracristallin.

L'outil de caractérisation microstructurale utilisé pour parvenir à une représentation de la microstructure granulaire de la zone polycristalline étudiée sera un microscope électronique à balayage équipé d'un accessoire de détection d'électrons rétrodiffusés EBSD (Electron Back-Scattering Diffraction) qui permet de déterminer en un ensemble de points d'analyse l'orientation cristalline locale.

Dans la même zone d'investigation, après application d'une sollicitation mécanique, le même microscope électronique à balayage permet également de mesurer par microextensométrie, à l'échelle du grain (micromètre), des champs de déplacement de surface sur la zone d'étude préalablement recouverte d'un marquage adéquat.

Enfin, le développement et l'adaptation d'un outil de simulation numérique par éléments finis conçu lors d'études précédentes [Gél02], nous permettront de réaliser, sur cette même zone d'étude (le « motif »), un calcul de réponse mécanique à la sollicitation imposée expérimentalement pour un maillage adapté. Nous verrons au paragraphe 2.4 pourquoi il nous a semblé nécessaire d'effectuer ces calculs en imposant au contour du « motif » les déplacements mesurés par microextensométrie dans l'étape précédente, plutôt que des conditions aux limites correspondant à un état de déformations homogènes ($\underline{U}(M)=\underline{E}.M$).

Sur un plan pratique, à la suite d'un essai mécanique sur une éprouvette de zirconium grade 702, il est possible de déterminer à la fois le champ des déplacements locaux sur la surface de l'éprouvette équipée pour la microextensométrie et la réponse macroscopique du matériau polycristallin, tous deux nécessaires à l'identification de la loi de comportement intracristalline. Dans cette mesure, notre traitement sera multi-échelles, par combinaison et comparaison de données macroscopiques et de résultats locaux, tant mesurés que simulés.

Dans un premier temps, une zone surfacique de l'échantillon sur laquelle toutes les mesures seront effectuées est sélectionnée. Nous aurons à examiner la question de la taille adéquate de cette zone tant du point de vue de sa représentativité (doit-elle ou non avoir les propriétés d'un VER - « volume élémentaire représentatif » - ?) que de la pertinence des mesures réalisées et de la signification des grandeurs calculées. Une analyse par EBSD est ensuite réalisée afin d'obtenir une cartographie des orientations cristallines de la zone d'étude (figure 2.8a) dont il sera possible de déduire, si nécessaire, des informations statistiques la concernant telles que sa texture ou la distribution de taille des grains la composant. Elle est alors recouverte, à l'aide d'une technique d'électrolithographie, d'une microgrille dont le pas est inférieur (d'un ordre de grandeur environ) à la taille de grain (figure 2.8b). Une procédure de maillage automatique qui sera décrite au paragraphe 2.4. a été mise en place afin de générer un maillage adapté de la zone d'étude (figure 2.8c). L'essai mécanique est ensuite réalisé. Il permet d'avoir accès non seulement à la réponse macroscopique de l'éprouvette mais aussi, par une technique de corrélation d'images décrite au paragraphe 2.3., au champ bidimensionnel de déplacement sur la surface analysée (figure 2.8d). Une simulation numérique peut alors être effectuée sur le maillage obtenu précédemment. Des déplacements mesurés par microextensométrie sont alors extraites les informations nécessaires à la définition des conditions aux contours du maillage (figure 2.8e). Le calcul de la réponse

mécanique de la zone maillée peut alors être menée puis les résultats expérimentaux et ceux issus de la simulation numérique sont comparés non seulement à l'échelle macroscopique, mais aussi à l'échelle locale. En vue de l'identification des paramètres de la loi de comportement locale, il reste alors à optimiser l'accord entre grandeurs mesurées et simulées par rapport à ces paramètres : ceux-ci seront obtenus à partir de la définition d'une « fonction coût » prenant en compte les résultats obtenus aux deux échelles et sa minimisation.

Soulignons dès maintenant que nous aurons à résoudre un problème non trivial de mise en correspondance des cartographies obtenues des orientations cristallines (par EBSD), des déplacements et déformations mesurés (par microextensométrie) et des grandeurs mécaniques calculées (par simulation numérique), chaque technique ayant sa propre logique et ses propres longueurs caractéristiques mais l'identification n'étant possible que sur la base d'une bonne compatibilité entre elles et de correspondances précises établies entre ces trois séries d'informations.

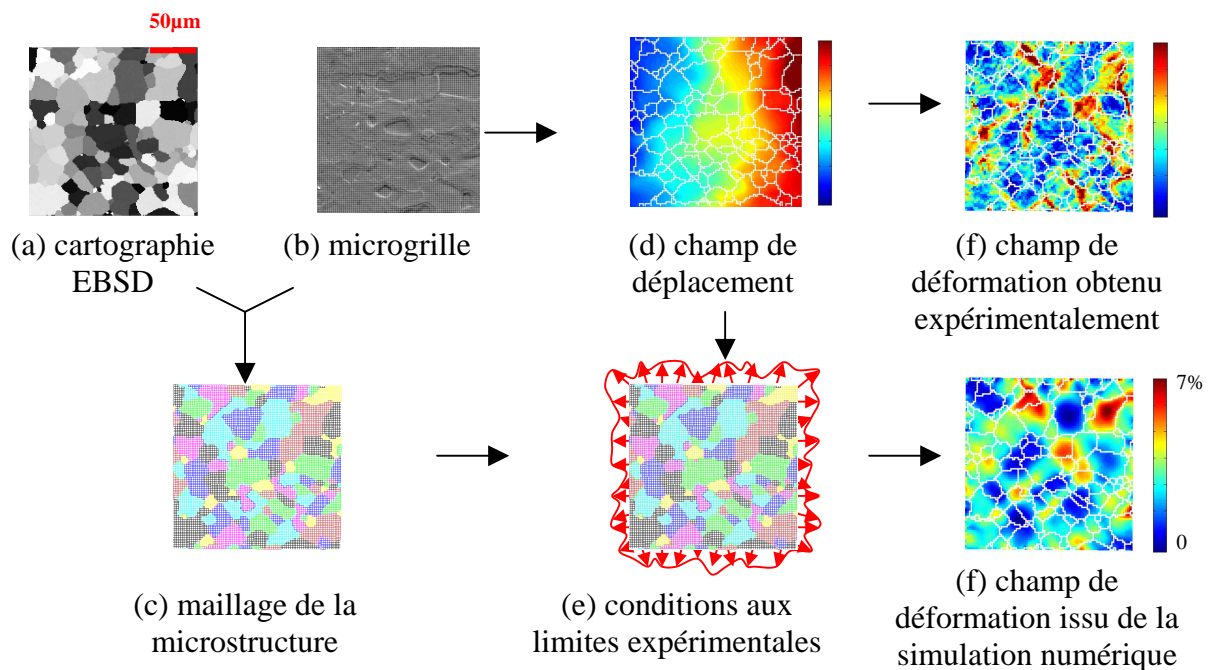


Figure 2. 8 : Couplage EBSD / microextensométrie / simulation numérique

2.3 Description des techniques expérimentales

2.3.1 Analyse microstructurale

La première étape de la méthodologie proposée consiste à analyser la microstructure granulaire du matériau polycristallin étudié (géométrie des joints de grains et orientation cristalline des grains) afin de la reproduire lors des simulations numériques. La taille des grains du matériau d'étude étant de l'ordre de la quinzaine de micromètres, l'analyse requiert l'utilisation d'une technique permettant d'atteindre une résolution de l'ordre du micromètre. Le MEB permet diverses analyses microstructurales et offre une telle résolution spatiale. Il peut être utilisé en mode imagerie ; un détecteur d'électrons secondaires permet d'obtenir un contraste de relief alors qu'un détecteur d'électrons rétro-diffusés permet d'obtenir un contraste d'origine chimique et cristallographique. Muni d'un détecteur RX, il permet de réaliser des analyses par EDS (Energy Dispersive Spectrometry) qui donnent accès, de façon quantitative, à la composition chimique de la zone analysée (cf. : chapitre 3).

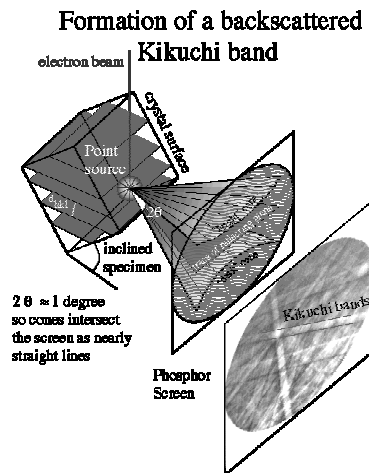


Figure 2. 9 : Principe de l'analyse EBSD [EBSD]

Enfin, muni d'un dispositif d'analyse par EBSD, il donne accès à l'orientation cristalline du volume diffractant.

C'est une analyse « de surface » car la profondeur d'analyse est de l'ordre du micromètre, le volume analysé est alors d'environ $1\mu\text{m}^3$. L'analyse est réalisée à l'aide d'un faisceau monochromatique (le faisceau du MEB) et est basée sur l'obtention et l'indexation de clichés de diffraction dits de Kikuchi (cf. : figure 2.9).

Les électrons rétrodiffusés qui satisfont aux conditions de Bragg sur les différents plans cristallographiques sont diffractés suivant des cônes (cônes de Kossel). L'intersection de ceux-ci avec un écran phosphorescent conduit à la formation de bandes de Kikuchi, dont la largeur est caractéristique du plan cristallographique. La comparaison entre le diagramme de Kikuchi obtenu et des diagrammes théoriques, obtenus à partir de la connaissance de la structure cristalline du matériau considéré, permet la détermination de l'orientation cristallographique de la zone analysée dans un repère lié au microscope. Cette opération est automatisée et a été réalisée à l'aide du logiciel *Flamenco* développé par HKL Technology. Comme il s'agit d'une analyse « ponctuelle », nous avons accès par un déplacement automatique du faisceau entre deux mesures à un champ d'orientations cristallographiques sur la plage étudiée, défini par la connaissance en tout point de la position du point de mesure (X, Y) et des trois angles d'Euler (ϕ_1 , ϕ , ϕ_2) définissant l'orientation cristalline du volume analysé.

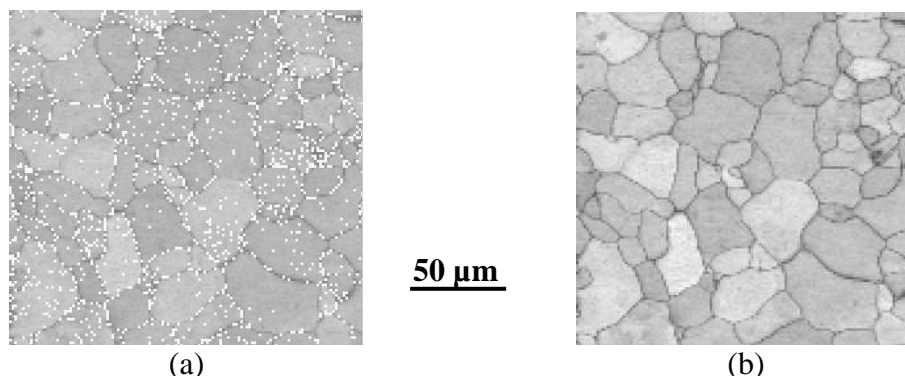


Figure 2. 10 : Images issues de l'analyse par EBSD en niveau d'identification des clichés de Kikuchi (a) non traitée (taux d'indexation $\approx 88\%$) et (b) après traitement des points non indexés

Il est à noter qu'afin d'obtenir des clichés de Kikuchi de bonne qualité, il est nécessaire que l'échantillon analysé ait subi une préparation de surface soignée qui permette d'assurer sa planéité mais aussi de limiter l'épaisseur de la couche écrouie due aux étapes d'usinage et de préparation de surface. Cette préparation est détaillée en annexe 3 et consiste en une série de polissages mécaniques suivie d'un polissage électrolytique.

A l'issue de cette analyse, une cartographie des orientations cristallines est obtenue. Du fait de la présence d'un certain relief à l'issue du polissage électrolytique et de la présence des joints de grains, certains clichés de mauvaise qualité ne peuvent pas être indexés (cf. figure 2.10a où les points non indexés sont présentés en blanc). Ces points non indexés sont, à l'issue de l'analyse, soumis à une procédure de réduction de bruit : quand un point non indexé est présent dans la zone centrale d'un grain, il lui sera associée l'orientation cristalline déterminée aux points voisins. De même, une opération d'association de l'orientation cristalline la plus observée dans le voisinage immédiat d'un point non indexé à celui-ci, permet d'éliminer les points non indexés au niveau des joints de grains. Néanmoins, après cette opération dite de « nettoyage » de la cartographie, il est important de souligner que l'orientation cristalline au niveau des joints de grains ne sera connue au mieux qu'à la taille du pas d'analyse près, c'est-à-dire, dans le cas présent, avec une résolution de $1\mu\text{m}$. Précisons de plus que les résultats de l'analyse par EBSD sont obtenus avec une précision angulaire de l'ordre du degré.

Notons enfin que, pour obtenir des clichés de Kikuchi de bonne qualité, l'échantillon doit être incliné à 70° , pour des raisons d'optimisation du rapport signal sur bruit, ce qui peut poser des problèmes lorsque l'on souhaite, comme nous le ferons au paragraphe 2.3.3, superposer microstructure granulaire et champs de déformation par exemple.

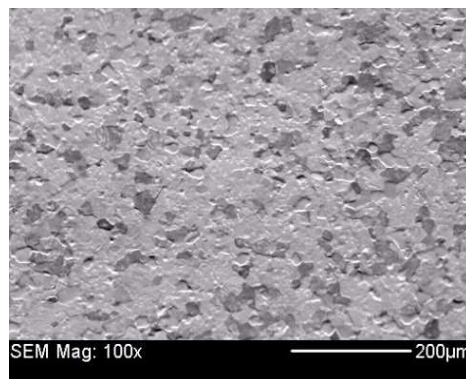


Figure 2. 11 : microstructure de Zr grade 702 révélée par polissage électrolytique, MEB en mode électrons secondaires (SE)

Les différents résultats issus des analyses par EBSD qui ont été réalisées au cours de cette étude seront présentés plus précisément au chapitre 3 ; néanmoins, pour une meilleure compréhension de la suite, il est à noter dès maintenant qu'à l'issue de l'analyse par EBSD sur le matériau utilisé (zirconium grade 702), une taille de grain de l'ordre de $15\mu\text{m}$ (cf. : figure 2.11) a été mesurée. Ceci est en accord avec les résultats publiés dans la thèse de Caré [Car95].

Cette donnée est importante car elle conditionne la taille caractéristique du marquage à employer pour la microextensométrie. En effet, le couplage réalisé dans cette étude étant, en partie, basé sur l'utilisation de champs expérimentaux de déformation intragranulaire, il est nécessaire de réaliser les mesures de champs à une échelle inférieure à la taille de grain. La méthode utilisée pour ces mesures est détaillée au paragraphe suivant.

2.3.2 Analyse des champs mécaniques

2.3.2.1 Corrélation d'images

Depuis quelques années, de nombreuses techniques de mesure de champs de déplacements se sont développées, telles que l'extensométrie laser [Cas03], la photoélasticimétrie [Obr98] ou la microextensométrie [All94]. Les techniques traditionnelles d'extensométrie, telles que celles fondées sur l'utilisation d'extensomètres ou de jauges de déformation, ne permettent des mesures moyennes que sur une zone relativement étendue de la structure (entre les piges d'un extensomètre ou sur la zone couverte par une jauge). Les nouvelles méthodes ont permis d'accéder à des bases de mesure beaucoup plus petites permettant d'accéder à de véritables champs de déformation sur des zones de pièces non accessibles par extensométrie classique ou sur des zones étendues. De plus, le fait que ces mesures soient réalisées sans contact avec l'échantillon a aussi contribué à leur essor car elles évitent les interactions mécaniques avec les appareils de mesure qui pourraient perturber la réponse de la pièce étudiée. L'amélioration des performances des simulations numériques et le raffinement des lois de comportement utilisées dans les codes numériques ont invité au développement de techniques spécifiques de mesure de champs. Ainsi peut-on citer la photoélasticimétrie, qui permet de mettre en évidence et de mesurer d'éventuelles hétérogénéités de comportement mécanique de matériaux photoélastiques (ou recouverts d'un film photoélastique) dans le domaine élastique. Cette méthode, principalement utilisée pour des applications industrielles concernant des pièces d'automobile ou d'aviation [OBr98], mesure des hétérogénéités de déformation sur des distances qui peuvent être millimétriques, concernant des zones qui s'échelonnent du centimètre à plusieurs dizaines de centimètres. Néanmoins, elle n'est pas adaptée aux besoins de la méthodologie utilisée au cours de cette étude non seulement parce qu'elle est restreinte au domaine élastique mais aussi parce que les hétérogénéités de déformations observées [Dou00] sur la surface du matériau d'étude sont beaucoup plus fines que la résolution obtenue par photoélasticimétrie. Au contraire, les méthodes d'analyse d'images permettent, quant à elles, de déterminer des champs de déplacement surfaciques à différentes échelles et notamment à des échelles très fines telles que celle du micromètre (échelle de notre microstructure granulaire).

La méthode utilisée pour cette étude est la microextensométrie. C'est une technique de mesure des déformations locales qui repose sur l'utilisation de marquages déposés sur la zone d'étude et d'analyse de l'image de ces marquages dans deux états différents. Elle permet d'accéder, notamment par des méthodes de corrélation d'images numériques, aux champs de déplacements surfaciques sur toute la zone étudiée. La méthode de corrélation d'images s'appuie sur la comparaison d'images numériques d'une zone surfacique étudiée dans deux configurations mécaniques. L'objectif est d'établir, entre l'image de référence et l'image « déformée », une correspondance biunivoque entre points homologues attachés à un même point matériel. La recherche est effectuée sur le contraste en niveaux de gris d'un petit domaine englobant le point considéré. Le degré de ressemblance entre l'état de référence et l'état déformé est défini par un coefficient de corrélation.

La transformation ϕ [Dou00] qui définit l'évolution du solide est décrite par :

$$\underline{x} = \phi(\underline{X}) \quad (2.2)$$

où \underline{X} et \underline{x} sont les positions d'un point matériel respectivement dans l'image de référence et dans l'image déformée.

Les images, de référence et déformée, sont caractérisées par les niveaux de gris de leur pixels. $f(\underline{X})$ est la fonction de répartition spatiale des niveaux de gris de l'image de référence et $g(\underline{x})$

celle de l'image déformée. Dans l'hypothèse d'une conservation stricte des niveaux de gris d'une image à l'autre, nous aurions :

$$f(\underline{X}) = g(\underline{x}) \quad (2.3)$$

La transformation ϕ n'étant pas connue, on en cherche une approximation ϕ_0 qui minimise le coefficient de corrélation, dont l'expression est donnée ci-dessous, défini sur le voisinage du point X . La transformation ϕ est approchée en supposant que ϕ_0 est soit une translation pure, soit une translation combinée avec une rotation et une déformation homogène donnée par le gradient de la transformation macroscopique. Le vecteur translation est alors obtenu par minimisation du coefficient de corrélation recherché. L'expression utilisée dans le logiciel de corrélation d'images numériques qui a été utilisé pour cette étude, Correlmanuv [Corr], pour calculer ce coefficient est insensible aux variations globales de brillance et de luminosité sur le domaine de corrélation entre les deux configurations, elle est basée sur l'utilisation du seul contraste local. Le coefficient de corrélation est donné par :

$$C = 1 - \frac{\sum_{i \in D} (f(\underline{x}_i) - \bar{f}_D) \cdot (g(\underline{X}_i) - \bar{g}_D)}{\sqrt{\sum_{i \in D} (f(\underline{x}_i) - \bar{f}_D)^2} \cdot \sqrt{\sum_{i \in D} (g(\underline{X}_i) - \bar{g}_D)^2}} \quad (2.4)$$

où \underline{x}_i et \underline{X}_i sont les coordonnées des pixels dans les images de référence et déformée respectivement, D le domaine de corrélation et \bar{f}_D et \bar{g}_D les moyennes des niveaux de gris sur D . Le problème de minimisation du coefficient de corrélation peut être résolu au pixel près ou pour une fraction de pixel, ce qui est nommé corrélation « subpixel » [Dou00]. Lorsque la minimisation est réalisée, les coordonnées des points de mesure sont alors connues à la fois dans l'image de référence et dans celle déformée et les composantes planes des champs de déplacements peuvent être calculées pour chaque point de mesure. Les points de mesure étant définis de manière discrète, on obtient un champ discret de déplacement.

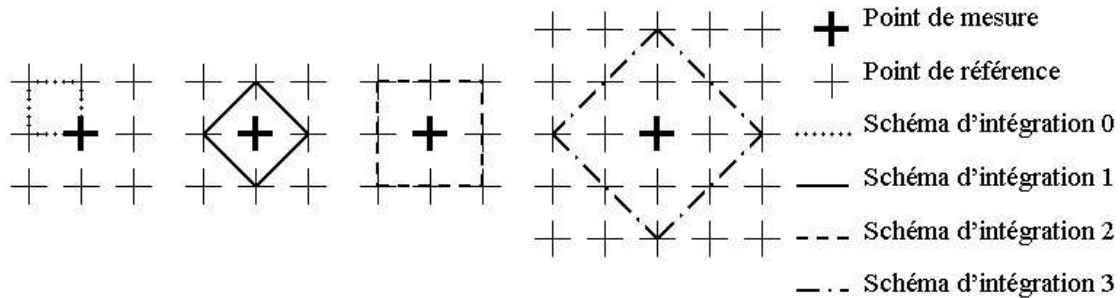


Figure 2. 12 :Schémas d'intégration

Deux solutions sont alors possibles afin de calculer les composantes planes des déformations associées au champ de déplacement obtenu. Dans le cas d'une grille de points de mesure espacés régulièrement, la déformation en un point est déterminée par la moyenne du gradient de la transformation sur un domaine d'intégration délimité par la position des points de mesure proches du point considéré. Cette moyenne est calculée par une intégrale de contour, sous l'hypothèse d'une interpolation linéaire du déplacement entre deux points de mesure.

Quatre schémas d'intégration sont disponibles en option dans le logiciel Correlmanuv et peuvent être utilisés pour ce calcul (cf. : figure 2.12). Le choix du schéma utilisé va conditionner la définition de la base de mesure de la déformation, sa précision et sa résolution spatiale. La précision sur la valeur de la déformation augmente avec l'augmentation du nombre de points de mesure considérés mais, en même temps, la valeur obtenue correspond à une intégrale sur un domaine plus grand conduisant à une résolution spatiale plus faible. Il est

nécessaire de trouver un bon compromis entre précision de la mesure et résolution spatiale. Ainsi, l'utilisation du schéma d'intégration 0 entraînera une résolution de la déformation plus élevée mais une précision du calcul plus faible que l'utilisation du schéma d'intégration 3. Dans le premier cas, la base de mesure correspond au nombre de pixels compris entre deux points de mesure (typiquement deux intersections de grille). Dans le second cas, cette base de mesure est quatre fois plus grande. Au cours de cette étude, la méthode de calcul des déformations proposée dans Correlmanuv ne sera utilisée que pour la visualisation de la superposition de la microstructure et du champ de déformation (cf. § 2.3.3). Le schéma d'intégration utilisé est alors le schéma 1 qui offre un bon compromis entre résolution spatiale et précision. Le pas de grille étant de $2\mu\text{m}$, la base de mesure de la déformation est donc de $4\mu\text{m}$. Les composantes hors plan du tenseur de déformation peuvent être estimées sous l'hypothèse d'incompressibilité, hypothèse réaliste dans le cas d'une déformation principalement plastique (élasticité négligeable et pas d'endommagement).

Une deuxième méthode de calcul des déformations consiste à utiliser un code de calcul par éléments finis. Il suffit alors de créer un maillage de la surface considérée en associant à chaque élément de grille un élément de maillage, carré en 2D ou cubique en 3D. Les déplacements mesurés sont alors associés à chaque nœud du maillage (dans le cas 3D, les déplacements sont identiques suivant la direction hors plan) et les déformations sont directement issues du code par éléments finis via la fonction de forme des éléments. Cette seconde méthode est utilisée durant cette étude afin de comparer les déformations issues de l'expérience et celles issues du calcul. En effet, il est important, lorsque l'on veut comparer des champs de déformations mesurés et calculés, que ceux-ci soient calculés suivant les mêmes hypothèses et sur les mêmes bases de mesure, ce qui est possible en adoptant cette seconde méthode.

2.3.2.2 *Marquage de la surface*

Afin que les points de mesure soient identifiables dans les images représentant l'état de référence et les états déformés, il faut que la surface offre un contraste suffisant. Si la microstructure ne présente pas de contraste naturel suffisant, il est nécessaire d'en créer un. Deux types de marquages sont couramment utilisés pour la corrélation d'images, le mouchetis et les grilles (cf. : figure 2.13). L'utilisation de l'un ou de l'autre va dépendre des échelles auxquelles les mesures seront effectuées, mais aussi du système d'acquisition employé pour l'acquisition des images numériques. Pour des applications macroscopiques, nécessitant une résolution spatiale de quelques centaines de micromètres et des champs de déplacements de plusieurs dizaines de millimètres, pour lesquelles l'acquisition d'images est généralement faite à l'aide d'une caméra CCD, le mouchetis sera préféré aux grilles car il est plus rapide et facile à réaliser. De plus, un mélange de peintures noire et blanche, mates, est suffisant pour créer un bon contraste. Pour des applications plus locales qui nécessitent une résolution spatiale inférieure à la centaine de micromètres et des champs millimétriques, ce sont les microgrilles qui s'imposent.

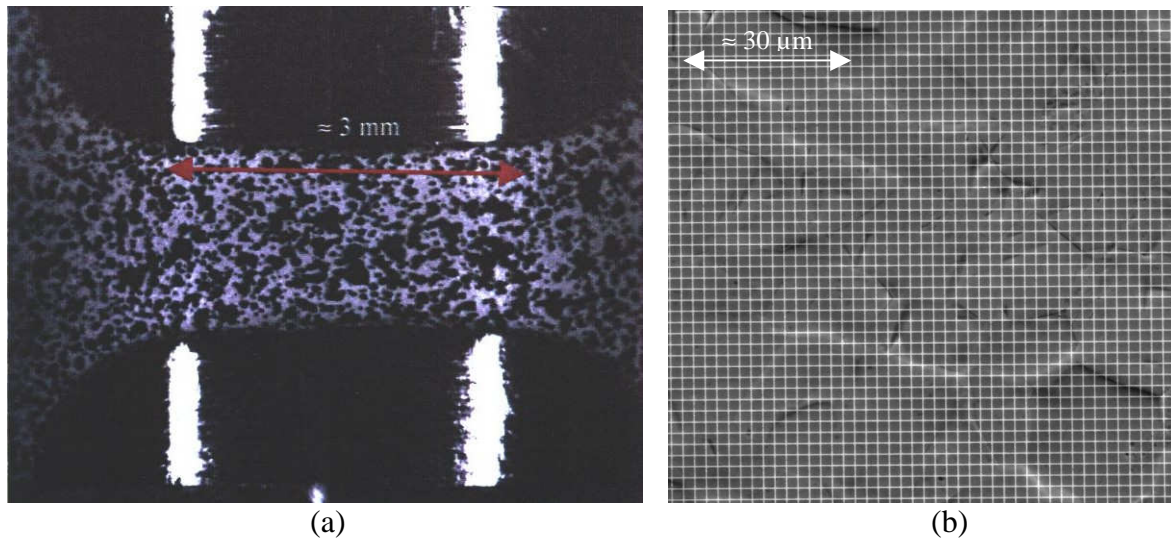


Figure 2.13 : Exemples de marquage d'une surface par (a) mouchetis et (b) microgrille

En effet, à ces échelles, un mouchetis est difficilement réalisable. Racine [Rac05] a montré qu'à l'aide d'un aérographe (pistolet de peinture à air comprimé), il est possible de réaliser un mouchetis présentant une résolution spatiale de $250\mu\text{m}$. Mais, à des échelles inférieures, malgré la plus grande difficulté de mise en œuvre, l'utilisation de microgrilles est recommandée car tant que le pas de la grille est adapté à la taille de grain, la mesure de déplacements intragranulaires par cette méthode est robuste et précise [Sch03]. De plus, pour le moment, à des échelles très fines, l'acquisition d'images doit se faire à l'aide d'un MEB si l'on veut conserver un rapport suffisant entre le nombre de pixels de l'image et la taille de la zone observée et donc une bonne précision de mesure.

Les acquisitions d'images MEB correspondent à un mode d'imagerie d'électrons secondaires ou bien d'électrons rétrodiffusés. Dans le second cas, l'amplitude du contraste obtenu est liée à la différence de numéros atomiques entre le matériau constitutif de la grille et celui du substrat. Pour des sollicitations thermo-mécaniques à faible température ($<500^\circ\text{C}$), il faut choisir un matériau ayant une température de fusion nettement supérieure à la température de sollicitation. Pour des applications à haute température, le gravage est préférable au dépôt de microgrilles sur la surface du substrat [Her00].

Au cours de cette étude, le matériau utilisé présente une microstructure dont la taille de grain est d'une quinzaine de micromètres. Il ne présente pas de contraste naturel à l'échelle intragranulaire, d'autant moins qu'il a subi pour l'analyse EBSD un polissage électrolytique qui, s'il permet de distinguer les grains les uns des autres, procure un niveau de gris relativement uniforme au sein d'un même grain. Compte tenu de la taille de grains, l'acquisition des images doit être faite au MEB. De plus, des microgrilles doivent être déposées sur la surface analysée afin de créer le contraste nécessaire à la corrélation d'images numériques. Le choix du matériau employé pour réaliser ces microgrilles s'est porté sur l'or. Celui-ci présente en effet un fort contraste chimique avec le zirconium et sa grande ductilité lui permet de suivre aisément les déformations du substrat sans altérer sa réponse mécanique. Les microgrilles sont déposées sur la surface par micro-électrolithographie. Les détails de cette technique sont explicités dans la référence [All94]. Rappelons brièvement ici qu'elle se déroule en 5 étapes illustrées sur la figure 2.14 :

- dépôt d'un film de résine sur la surface d'étude. La résine utilisée est un polymère transparent (PMMA) sensible aux électrons. Ceux-ci vont casser localement des liaisons de chaînes de polymère lors de l'irradiation par le faisceau électronique.
- irradiation de la résine à l'aide du faisceau d'électrons du MEB. Un balayage croisé à 90° permet de réaliser la géométrie de grille carrée attendue.

- dissolution de la résine irradiée à l'aide d'une solution révélatrice, composée de propanol et de méthyléthylcétone, qui n'interagit qu'avec la résine irradiée. Celle-ci est dissoute et seule la résine non-irradiée reste sur le substrat.
- le dépôt d'or se fait en deux étapes. Le premier dépôt est effectué par pulvérisation cathodique. Ce dépôt est de faible épaisseur (2nm) et sert de couche d'accrochage sur le substrat. Le deuxième dépôt, réalisé par évaporation sous vide, peut être plus épais et atteindre une quinzaine de nanomètres.
- dissolution de la résine restante (solvant : éthylacétate) et révélation de la microgrille.

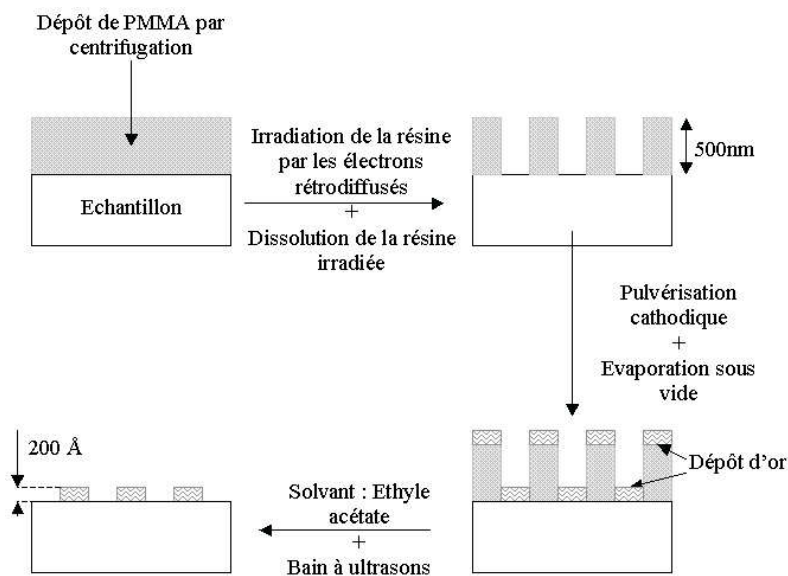


Figure 2.14 : Principe de la micro-électrolithographie d'après [Dou00]

De nombreux paramètres interviennent au cours de la réalisation de microgrilles qui nécessite un certain savoir-faire. En effet, le choix de l'épaisseur du barreau de grille est fonction de la taille de la grille que l'on veut réaliser. De plus, la résine doit être suffisamment irradiée pour que la grille soit faisable. Cette irradiation est fonction du temps d'irradiation (temps que met le faisceau du MEB pour parcourir la ligne) mais aussi du courant de sonde utilisé. Un courant de sonde (densité d'électrons) trop faible ne dégradera pas suffisamment la résine pour mettre la surface à nu et un courant trop fort dégradera la résine sur une surface trop importante pour obtenir des barreaux de grille suffisamment fins par rapport au pas de la grille (i.e. : épaisseur des barreaux de 300nm pour un pas de grille de 2 μ m). Si des logiciels de pilotage de faisceau sont aujourd'hui disponibles pour faciliter la création de microgrilles, un certain savoir-faire est nécessaire pour trouver le bon compromis entre courant de sonde et temps d'irradiation qui permettra d'obtenir des grilles reproductibles et de bonne qualité.

Le matériau étudié présentant une taille de grain de l'ordre de 15 μ m, les microgrilles déposées en surface ont été réalisées avec un pas de 2 μ m, l'épaisseur des barreaux étant de 0,3 μ m environ. Ce pas a été choisi de façon à avoir un nombre suffisant de points de mesures au sein d'un même grain. La surface couverte par une microgrille de ce type est d'environ 500x500 μ m²; or, pour du Zircaloy-4 ayant une taille de grain de 5 μ m, on a déterminé que le VER devait avoir en surface une dimension de l'ordre de 700x700 μ m² [Elb]. C'est pourquoi un quadrillage de 3x3 microgrilles est déposé sur la surface de l'éprouvette (cf. : figure 2.15) de façon à couvrir une surface de 800x800 μ m², espérée suffisamment grande (et contrôlée a posteriori) pour contenir un VER.

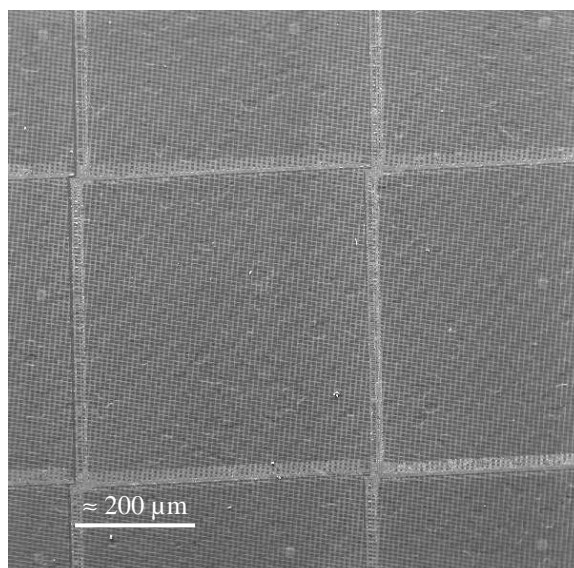


Figure 2.15 : Visualisation des microgrilles déposées sur une surface d'environ $0,8 \times 0,8 \text{ mm}^2$, pas de grille de $2 \mu\text{m}$

2.3.2.3 Acquisition des images

L'acquisition des images est faite à l'aide d'un MEB en mode « électrons secondaires » (SE). Elle peut aussi être réalisée en mode « électrons rétrodiffusés » (BSE), qui peut offrir un contraste chimique et cristallographique plus prononcé et qui est insensible au relief. Néanmoins, l'utilisation du mode SE permet des réglages plus aisés afin d'obtenir un bon contraste sans saturation. Rappelons que pour obtenir un bon appariement des points homologues dans les deux images servant à la corrélation, il est nécessaire, au moment de l'acquisition des images, de s'assurer que le contraste de niveaux de gris est optimal. Il doit être représenté sur la plage des 256 niveaux de gris disponibles pour le codage de l'image (en 8 bits). Les réglages nécessaires à l'obtention d'un bon contraste sont alors facilités par l'utilisation du mode SE. De plus, ce mode permet l'utilisation de vitesses de balayage plus élevées sans détérioration du rapport signal sur bruit.

Les images numériques sont acquises sur deux systèmes pour lesquels les réglages sont notés dans le tableau 2.3.

MEB	Philips XL40	Jeol JSM 845
Taille des images	4096x3072	4096x4096
Tension	20kV	20kV
Grandissement	220	250
Mode de détection	SE	SE
Distance de travail	10 mm	10 mm

Tableau 2. 3 : Réglages utilisés pour les acquisitions d'images numériques

Il est essentiel que ces réglages soient identiques lors des acquisitions des séries d'images (état de référence et états déformés). Néanmoins, différents paramètres expérimentaux, liés à l'acquisition des images numériques, limitent la résolution de la corrélation d'images. La qualité de l'acquisition numérique est d'autant meilleure que le rapport signal sur bruit est élevé. De nombreux paramètres jouent sur ce rapport signal sur bruit, notamment le courant de sonde utilisé et la vitesse d'acquisition des images. Pour cette étude, la vitesse de balayage choisie après optimisation correspond à une durée d'acquisition d'environ $50 \mu\text{s}$ par pixel soit 15 minutes par image environ.

Finalement, le fait que les grossissements utilisés pour les deux systèmes d'imagerie du tableau 2.3 soient différents est à relier à la taille des images dans chaque cas. Les zones qui doivent être imagées ont, avant déformation, une taille d'environ $400 \times 400 \mu\text{m}^2$. Pour chaque appareillage, le grossissement choisi offre un bon compromis entre la taille de la zone couverte et le nombre de pixels présents par barreau de grille. En effet, lors de l'acquisition numérique, il faut veiller à ce que le barreau de grille soit défini par environ 3-4 pixels afin de conserver une bonne précision lors de la corrélation [Dou00].

Ainsi, lors de la mesure des déplacements par corrélation d'images, la qualité de la corrélation dépend du contraste présent sur les images. D'après Racine [Rac05], pour des images de microgrilles prises au MEB, l'incertitude sur la mesure du déplacement est de l'ordre de 0,3 pixel pour des images de 4096×4096 pixels réalisées avec un grossissement de 300 et une distance de travail de 30mm. A partir de la mesure du champ de déplacement, on accède au gradient de la transformation, F , qui permet de déterminer les composantes de la déformation.

Selon Doumalin [Dou00], les incertitudes (σ_{Fi1} et σ_{Fi2}) sur le gradient de la transformation, si le schéma d'intégration utilisé est le schéma d'intégration 1, peuvent être évaluées par :

$$\sigma_{Fi1} = \frac{\sigma_i}{a\sqrt{2}} \text{ et } \sigma_{Fi2} = \frac{\sigma_i}{b\sqrt{2}} \quad (2.5)$$

où a et b correspondent respectivement au nombre de pixels entre deux barreaux suivant l'axe horizontal et l'axe vertical. σ_1 et σ_2 correspondent aux incertitudes de la mesure du déplacement dans le plan d'observation et σ_3 à l'incertitude sur la mesure du relief. Les réglages proposés au tableau 2.3 permettent d'obtenir une précision sur la mesure des déformations de l'ordre de 0,5% sur une base de mesure de $4 \mu\text{m}$.

2.3.3 Superposition

Afin de réaliser la superposition du champ d'orientations cristallines et du champ de déformations, il est nécessaire que toutes les analyses soient réalisées sur la même zone d'étude. Pour s'assurer de la bonne superposition des analyses, une procédure a été mise en place permettant de repérer précisément, tout au long des différentes étapes, la zone sur laquelle l'étude est menée.

A cette fin, lorsque la zone est sélectionnée, généralement au centre de l'éprouvette, elle est marquée à l'aide de plots d'or (figure 2.16) déposés sur la surface par électrolithographie [All94]. Ces plots ont une taille d'environ $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ et sont disposés de façon assez espacée pour ne pas gêner les différentes analyses mais aussi suffisamment dense pour qu'ils apparaissent sur toutes les images.

Ils permettent non seulement un repérage rapide des zones d'étude mais aussi la bonne superposition des différents résultats comme cela est détaillé ci-après.

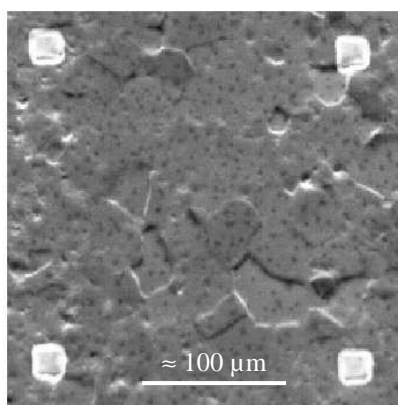


Figure 2.16 : Visualisation des plots d'or, contraste MEB SE

La principale difficulté rencontrée pour obtenir cette superposition vient de la position de l'échantillon lors des différentes prises d'« images ». En effet, pour les images de microgrilles prises au MEB en électrons secondaires, l'échantillon est disposé à plat dans la chambre du MEB. Pour les « images » obtenues en EBSD (cartographie des orientations cristallines), l'échantillon est incliné à 70° et, à cause des imperfections de positionnement de l'échantillon vis à vis de l'axe de tilt et de l'axe de tilt vis à vis de l'axe de balayage du faisceau, les images obtenues sur un échantillon tilté sont déformées par rapport à celles obtenues sur le même échantillon à plat. De plus, les deux opérations (EBSD / imagerie) ne sont pas faites en utilisant la même distance de travail, ni obligatoirement le même grandissement.

Afin de réaliser cette superposition, nous considèrerons l'image obtenue à plat à l'aide du MEB en électrons secondaires comme image de référence car cette image sert de base à l'élaboration du maillage utilisé pour la simulation numérique (cf. § 2.4). Nous déterminerons donc la position des points de l'image EBSD dans l'image obtenue à plat en imagerie d'électrons secondaires.

Suivant [Gél02], nous devons alors déterminer la transformation Φ_c , supposée homogène, qui permet de relier la position \underline{X} des points de la cartographie EBSD à la position \underline{x} dans l'image obtenue en électrons secondaires, soit $\underline{x} = \Phi_c(\underline{X})$. En supposant cette transformation linéaire, on la décompose en une translation \underline{T} et d'éventuelles rotations et distorsions représentées par le tenseur \underline{F}_c , soit : $\underline{x} = \Phi_c(\underline{X}) \approx \underline{F}_c \underline{X} + \underline{T}$.

Cette transformation comprend 6 paramètres qui sont identifiés grâce au repérage, dans les deux images, de trois points homologues. Les trois points A, B et C sont repérés dans l'image EBSD et les mêmes points, notés alors a, b et c, sont repérés dans l'image obtenue en électrons secondaires (cf. : figure 2.17). Ainsi le vecteur \underline{T} est égal au vecteur \underline{Aa} et le tenseur \underline{F}_c est évalué par résolution du système suivant : $\underline{ab} = \underline{F}_c \underline{AB}$ et $\underline{ac} = \underline{F}_c \underline{AC}$.

Cette transformation ne correspond pas à une transformation physique ; elle permet seulement de corriger les écarts pouvant exister entre les deux techniques d'imagerie.

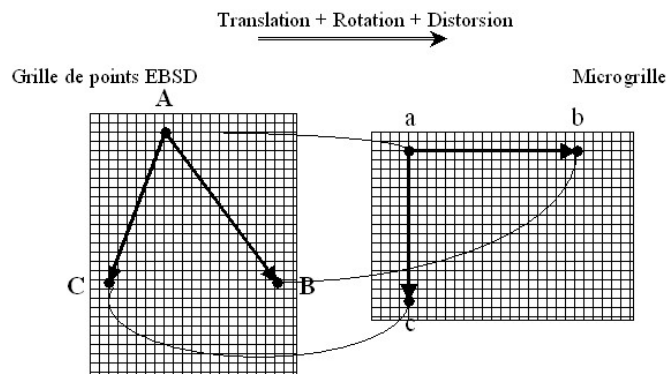


Figure 2.17 : transformation à effectuer sur la position des points EBSD d'après [Gél02]

Une procédure a été mise en place au LMS afin de réaliser cette superposition de façon automatique en utilisant les centres des plots sur les différentes images comme points de repère. Cette procédure est rapide et facile d'utilisation. A l'issue de l'analyse par EBSD, les plots ne sont toutefois pas délimités avec précision (cf. : figure 2.18a). En effet, comme nous l'avons vu précédemment, certains points au cours de cette analyse ne sont pas identifiés et apparaissent, de même que les plots, comme des « points faux » à la fin de la cartographie. Généralement, ces points apparaissent aux joints de grains, car il peut s'y produire une superposition de deux clichés venant des grains adjacents, ce qui conduit à une non-indexation du cliché obtenu. De plus, une non-indexation peut aussi apparaître lorsque l'échantillon présente un relief trop important, entraînant un bruitage du cliché de diffraction.

Ainsi, les plots de repérage ne sont pas les seuls points non indexés à l'issue de l'analyse, ce qui entraîne une mauvaise définition des contours des plots. C'est pourquoi, au cours de cette étude, les superpositions sont réalisées en utilisant comme points de repère non plus les centres des plots mais des points triples, identifiés sur chaque image (issue de l'analyse par EBSD et utilisée pour la microextensométrie). Ceci est possible car le polissage électrolytique réalisé pour l'analyse EBSD permet une visualisation de la microstructure granulaire sur les images prises au MEB en électrons secondaires (cf. : figure 2.18b). Ainsi, il est possible dans les deux images de repérer des points triples de façon précise (au pixel près) afin de réaliser la superposition de la microstructure et des champs mesurés par microextensométrie.

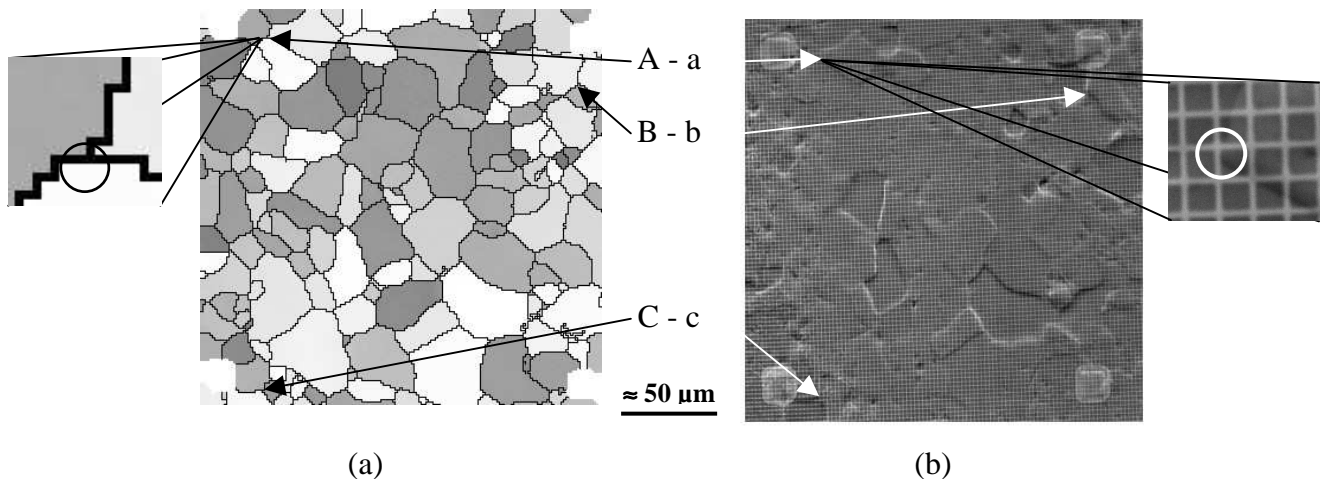


Figure 2.18 : Repérage de points triples dans les images (a) issue de l'analyse par EBSD et (b) utilisée pour la microextensométrie.

Si l'on considère une zone d'étude de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ environ, sur laquelle l'analyse EBSD est réalisée avec un pas de $1 \mu\text{m}$, l'image MEB SE utilisée pour la microextensométrie étant une image 4000×3000 pixels, l'erreur maximale de superposition de deux points est de l'ordre de 0,5% de la taille de la zone considérée (si l'on considère une sous-zone de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$, l'erreur de superposition sera au maximum de $0,5 \mu\text{m}$).

Cette superposition, si elle est particulièrement utile pour associer positions et orientations cristallines pour les simulations numériques par éléments finis, permet aussi, dans un premier temps, de faire le lien entre la microstructure granulaire et les champs de déformation observés en surface.

La figure 2.19 montre un exemple de superposition de microstructure granulaire et de champ de déformation. La microstructure considérée est représentée par les joints de grains (cf. : figure 2.19a). L'échantillon a été prélevé sur une tôle laminée suivant la direction DT. Il a subi un essai mécanique de traction uniaxiale jusqu'à une déformation macroscopique de 2,5%. L'axe de sollicitation est horizontal. La déformation locale est déterminée à l'aide du logiciel Correlmanuv en utilisant le schéma d'intégration 1, ce qui correspond à une base de mesure de $4 \mu\text{m}$, et varie de 0% à 10% (cf. : figure 2.19b). Les hétérogénéités de déformation observées sont importantes et se localisent sous la forme de bandes orientées à $\pm 45^\circ$ de la direction de sollicitation avec une portée supérieure à la taille de grains. Les déformations semblent être intragranulaires mais situées près des joints de grains (cf. : figure 2.19c) traduisant ainsi une forte hétérogénéité à l'intérieur de ces grains. De plus, nous pouvons remarquer que certains grains sont déformés alors que d'autres ne le sont apparemment pas du tout. On voit ici que la déformation se concentre à l'intérieur de certains grains et qu'elle s'y localise au niveau des joints de grains. Ainsi, le schéma de localisation semble être lié à la microstructure granulaire. Nous y reviendrons.

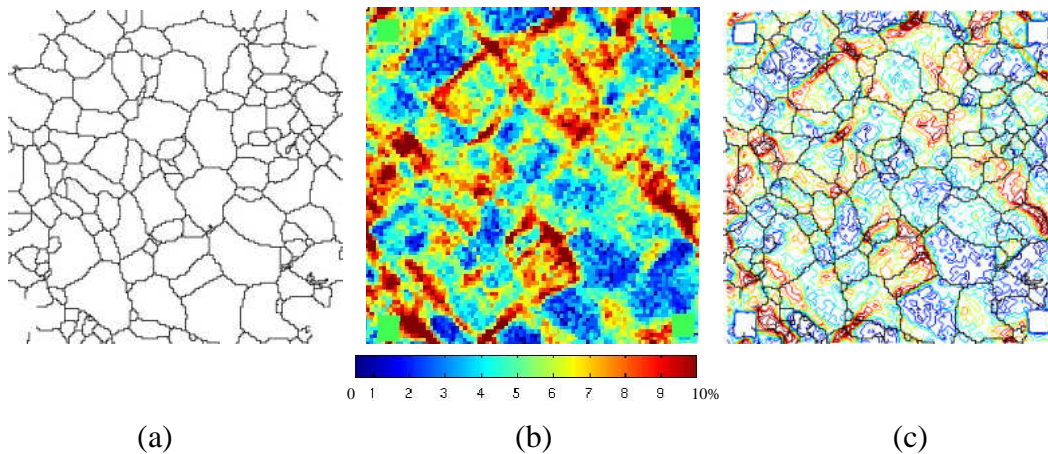


Figure 2.19 : (a) Microstructure déterminée par analyse EBSD-joints de grains, (b) champ de déformation axiale déterminé par microextensométrie pour un essai de traction uniaxiale et (c) superposition des deux résultats

On peut ajouter à ce qui précède un élément supplémentaire de superposition en complétant la visualisation des grains, issue de l'analyse par EBSD, par une indication, pour chacun, de leur prédisposition plus ou moins grande au glissement prismatique, apprécié comme le plus facile dans les conditions de notre étude, pour un chargement macroscopique donné. Ceci peut se faire par l'attribution à chaque grain d'un coefficient associé aux facteurs de Schmid de ses systèmes prismatiques. Dans le cas le plus simple, celui de la traction uniaxiale, le facteur de Schmid d'un système de glissement relie la cission appliquée résolue dans la direction de glissement à la contrainte de traction appliquée. Bien que, dans un polycristal, les contraintes locales diffèrent, en général, des contraintes appliquées et que, pour une sollicitation macroscopique de traction, l'état mécanique local soit généralement multiaxial, une cartographie des facteurs de Schmid des systèmes de glissement principaux peut donner simplement, comme nous l'illustrerons dans le chapitre 3, une visualisation commode de la relative « raideur » ou « souplesse » en régime plastique des différents grains pour une sollicitation macroscopique donnée, sous l'hypothèse de validité de la loi de Schmid. Rappelons que la loi de Schmid stipule que, pour activer un mécanisme de glissement plastique, il faut que la contrainte appliquée sur le plan de glissement dans la direction de glissement ($\tau^{(s)}$) soit supérieure ou égale à une valeur critique intrinsèque aux mécanismes ($\tau_c^{(s)}$).

$$\tau^{(s)} \geq \tau_c^{(s)} \quad (2.6)$$

Pour un état de contrainte local σ , la cission résolue $\tau^{(s)}$ est donnée par $\tau^{(s)} = R^{(s)} : \sigma$ où $R^{(s)}$ désigne le tenseur des facteurs de Schmid pour le système (s), facteurs déterminés par l'orientation d'un cristal considéré. Pour une sollicitation de traction uniaxiale, le facteur de Schmid (f_s) s'exprime (cf. : figure 2.20) par :

$$f_s = \cos\phi \cos\lambda \quad (2.7)$$

où ϕ = angle entre la normale au plan de glissement et la direction de la contrainte uniaxiale

λ = angle entre la direction de glissement et la direction de la contrainte uniaxiale.

La relation entre la cission résolue τ opérant sur ce plan de glissement et la contrainte σ appliquée est alors simplement :

$$\sigma = \tau / f_s \quad (2.8)$$

Pour la famille de glissements prismatiques $\{10\bar{1}0\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$, nous retiendrons alors la valeur absolue maximale des facteurs de Schmid des trois différents systèmes de cette famille.

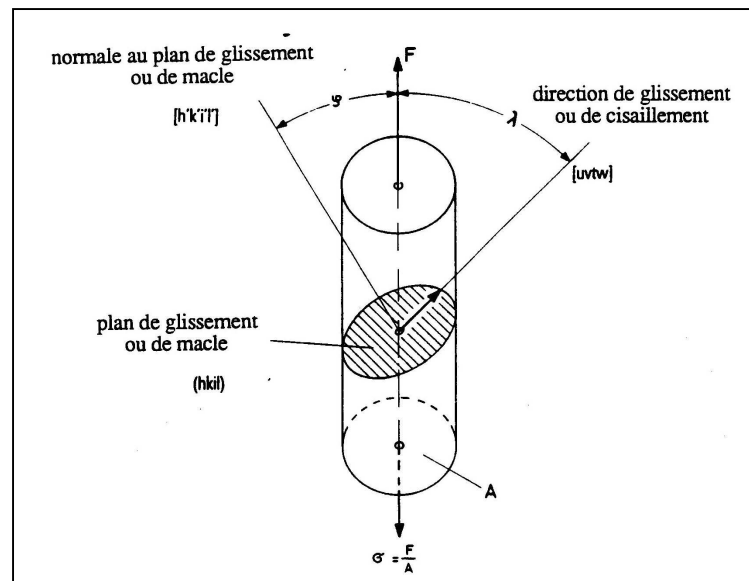


Figure 2.20 : Définition du facteur de Schmid pour une sollicitation de type traction uniaxiale [Puj94]

Reprenons à présent la figure 2.19 en y superposant la cartographie de ces facteurs de Schmid : nous visualisons ainsi de manière indicative la relative aptitude de chaque grain à l'écoulement plastique pour une sollicitation macroscopique de traction uniaxiale dans la direction indiquée. On peut ainsi observer sur la figure 2.21, que les grains « bien orientés » (au sens des facteurs de Schmid) semblent effectivement globalement plus déformés que les grains « mal orientés ». Toutefois, il apparaît que si les chemins de déformation élevée sont préférentiellement localisés dans les grains présentant un facteur de Schmid élevé, des hétérogénéités de déformation sont présentes au sein même des grains, comme observé précédemment figure 2.19, ainsi qu'au niveau des joints de grains présentant un fort gradient en terme de facteurs de Schmid.

Cette superposition confirme une relation forte entre microstructure granulaire et localisation de la déformation. Néanmoins, ces observations font aussi apparaître des zones pour lesquelles les déformations sont fortes pour un facteur de Schmid du glissement prismatique faible, et vice versa, qui ne peuvent pas être expliquées simplement par une interprétation basée sur l'utilisation d'un mécanisme de plasticité et de sa cission résolue calculée sous l'hypothèse de contrainte homogène. Des méthodes plus évoluées telles que les simulations par éléments finis [Hoc03] [Kaj04] ou des méthodes d'homogénéisation non-linéaire [Mas00] [Bor01] [Rek05] sont alors nécessaires pour estimer le champ local des contraintes et relier comportement mécanique et microstructure. Nous y reviendrons dans le chapitre 3.

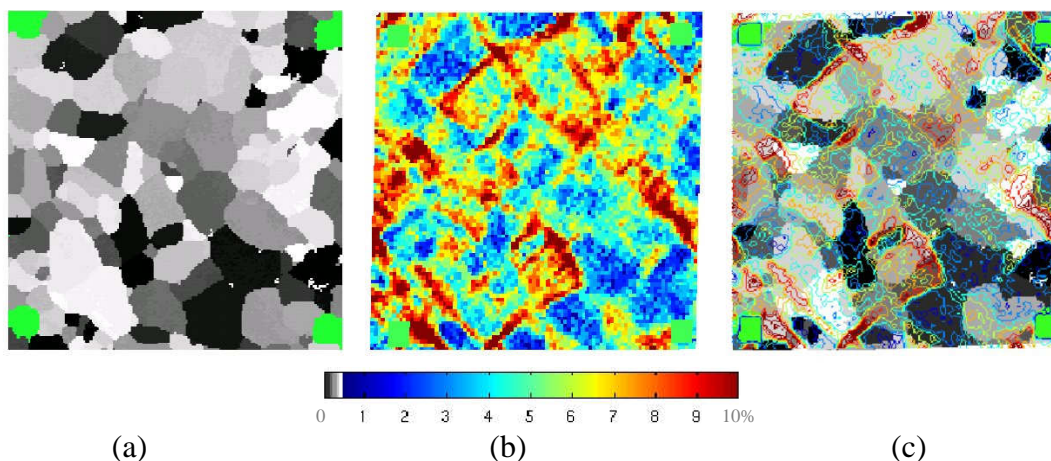


Figure 2.21 : (a) Microstructure déterminée par analyse EBSD-facteurs de Schmid (blanc = 0,5 ; noir = 0), (b) champ de déformation axiale déterminé par microextensométrie pour un essai de traction uniaxiale et (c) superposition des deux résultats

2.4 Simulation numérique

Nous précisons maintenant les outils dont nous avons disposé pour mener à bien la simulation numérique, élément constitutif de notre méthodologie d'identification du comportement plastique intracristallin dans le zirconium grade 702 étudié. De façon générale, l'utilisation d'un code de calcul par éléments finis nécessite trois étapes : la définition d'une géométrie et la création d'un maillage, l'utilisation d'une loi de comportement adaptée et celle de conditions aux limites décrivant le chargement voulu. Ce paragraphe se propose dans un premier temps de détailler ces trois points. Ensuite le choix des conditions aux limites sera discuté ainsi que la façon dont le trajet de chargement sera représenté.

Les simulations numériques de cette étude sont réalisées à l'aide du code de calcul par éléments finis Cast3M [Cast].

2.4.1 Présentation de la simulation numérique

Il est nécessaire de s'assurer que chacun des trois éléments du calcul soit représentatif : le maillage devra simuler correctement la microstructure considérée, la forme de la loi de comportement devra être adaptée au matériau d'étude, les conditions aux limites devront être réalistes et le trajet de chargement correctement décrit.

2.4.1.1 Le maillage

Différentes possibilités sont envisageables : trois options sont explicitées ci-après.

Une première possibilité consiste, pour le calcul par éléments finis, à calquer le maillage sur l'analyse par EBSD : ainsi, à chaque pointé EBSD est associé un élément de maillage. Une seconde possibilité consiste à le faire sur la microgrille d'or utilisée pour la microextensométrie : à chaque élément de microgrille est associé un élément du maillage. Enfin une autre possibilité est de décrire plus précisément la microstructure granulaire en adaptant la géométrie du maillage aux joints de grains. Les deux premiers maillages sont faciles à mettre en œuvre car il s'agit dans les deux cas d'associer un élément hexaédrique de maillage à un élément carré d'analyse (élément de microgrille ou pointé de l'analyse par EBSD). La troisième possibilité nécessite une procédure plus poussée de maillage (détection des points triples, des joints de grains...) mais elle permet une description améliorée de la microstructure. Dans chaque cas, néanmoins, des précautions sont à prendre afin de ne pas perdre trop d'informations expérimentales.

L'utilisation de l'analyse par EBSD comme base du maillage de la microstructure permet de mailler celle-ci de façon assez fine (pas de l'analyse = $1\mu\text{m}$). Le maillage est hexaédrique et la description des joints de grains est crénelée. Ceci peut entraîner, à cause d'un effet de géométrie, une mauvaise estimation des contraintes et des déformations qui prennent place au niveau des joints de grains. Néanmoins, comme on peut le voir dans [Gél05], lorsque le maillage est suffisamment fin, la comparaison entre l'utilisation d'un maillage carré et d'un maillage basé sur les joints de grains montre une conservation dans les deux cas du schéma de localisation. [Bar01] a aussi montré que la taille du maillage, si elle est suffisamment faible, n'a pas d'influence sur la localisation de la contrainte ou de la déformation ni sur la réponse globale.

Néanmoins, le problème principal posé par l'utilisation d'un maillage basé sur l'analyse par EBSD réside dans la superposition de la microstructure granulaire et du champ de déplacement mesuré. En effet, comme nous l'avons vu précédemment, les deux images n'étant pas réalisées dans les mêmes conditions, il est nécessaire de les repositionner l'une par rapport à l'autre. Si le maillage est basé sur les pointés de l'analyse par EBSD, alors les résultats issus de la corrélation d'image doivent être repositionnés dans le repère de l'analyse par EBSD. La corrélation d'image est réalisée sur une base de mesure de $2\mu\text{m}$, et l'analyse par EBSD tous les micromètres. Les points de la microgrille où la corrélation d'image est effectuée ne correspondent pas forcément aux pointés EBSD. Il est alors nécessaire, pour connaître les déplacements aux nœuds du maillage, soit d'appliquer des conditions aux limites expérimentales, soit de calculer les déformations expérimentales à l'aide du code de calcul et d'interpoler les déplacements aux nœuds du maillage. Afin de perdre le moins de précision possible lors de cette interpolation linéaire, il est possible de réaliser un maillage non pas basé sur chaque pointé EBSD mais basé sur un pointé sur deux. Ainsi, les points sur lesquels les déplacements seront interpolés sont plus proches des points de mesure, ce qui limite l'erreur engendrée par l'interpolation linéaire. Une schématisation de ce maillage est donnée sur la figure 2.22a. Ainsi, l'orientation cristalline associée à chaque élément de maillage correspond à l'orientation déterminée par l'analyse par EBSD du pointé correspondant au centre du maillage. Comme nous l'avons vu précédemment, les deux images (EBSD et microgrilles) n'étant pas réalisées dans des conditions identiques, l'utilisation des axes de l'EBSD comme base du maillage implique alors une déformation de celui-ci (cf. : figure 2.22a). Enfin, si l'orientation de l'élément est bien déterminée, les déplacements expérimentaux sont eux moins précis du fait de l'interpolation linéaire nécessaire pour les connaître aux nœuds du maillage.

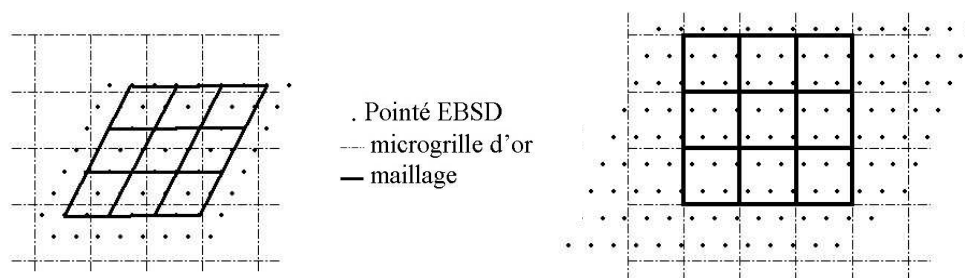


Figure 2.22 : Schématisation de la création du maillage (a) basé sur l'analyse par EBSD (pas d'analyse = $1\mu\text{m}$) et (b) basé sur la microgrille (pas de grille = $2\mu\text{m}$)

Afin de palier cette perte de précision expérimentale due à l'interpolation linéaire, une autre possibilité consiste, nous l'avons dit, à calquer le maillage non plus sur l'analyse par EBSD mais sur la microgrille (cf. : figure 2.22b). Ainsi les déplacements mesurés le sont directement aux nœuds du maillage. Reste alors à définir l'orientation cristalline à associer à l'élément de

maillage. L'analyse par EBSD étant réalisée tous les micromètres, plusieurs pointés sont réalisés dans chaque élément de maillage. Une procédure a été mise en place afin de déterminer l'orientation majoritairement observée à l'intérieur de chaque élément. Cette orientation est alors associée à l'élément considéré. De plus, un label est mis en place, permettant de repérer les éléments dans lesquels plusieurs orientations ont été observées (cf. : figure 2.23). On peut remarquer sur la figure 2.23, que les éléments possédant un label (i.e. à l'intérieur desquels plusieurs orientations ont été observées) sont les éléments correspondant aux joints de grains. Plus le niveau de gris est élevé, plus l'imprécision concernant l'orientation cristalline associée à l'élément est élevée.

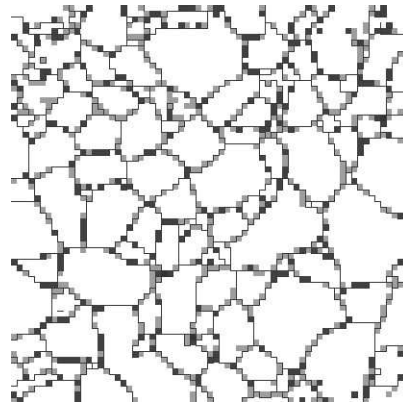


Figure 2.23 : Visualisation des joints de grains et des éléments à label

Nous avons vu au paragraphe 2.3.1. que l'analyse par EBSD présentait une précision de l'ordre du pas de mesure, c'est-à-dire du micromètre, et que les points les moins précis se situaient aux joints de grains (problème de relief et de superposition de clichés EBSD).

Pour ce maillage, les déplacements mesurés le sont directement aux nœuds du maillage : ainsi nous ne perdons plus de précision au niveau de la mesure des déplacements expérimentaux. D'un autre côté, un défaut de précision sur l'orientation cristalline peut apparaître au niveau des joints de grains, ce qui implique qu'une orientation cristallographique inexacte peut alors être associée au champ de déplacement mesuré localement. De plus, l'utilisation d'un tel maillage ne semble pas adaptée à cette méthodologie si elle est appliquée à l'étude de phénomènes qui prennent place préférentiellement aux joints de grains, où l'amorçage des fissures est parfois observé. Néanmoins, pour le matériau de cette étude et compte tenu du niveau de déformation assez faible auquel il est soumis (2,5% de déformation totale en traction), un tel maillage semble suffisant. En effet, toute la précision de la mesure des déplacements est conservée et les éléments sur lesquels un doute quant à l'orientation cristalline peut subsister sont labellisés. Une non-prise en compte de ces éléments dans le processus d'identification est alors toujours possible. Enfin, une amélioration pourrait être apportée à ce maillage via l'utilisation d'éléments multi-matériaux [Lip97] [Aik00]. Cette évolution sera à envisager pour de futurs développements.

L'utilisation d'un maillage basé sur les joints de grains présente l'avantage certain de bien décrire la microstructure granulaire. Néanmoins, il présente aussi quelques inconvénients. En effet, pour un tel maillage, afin de pouvoir comparer les résultats expérimentaux et ceux issus de la simulation numérique, il est nécessaire de réaliser la corrélation d'images directement aux nœuds du maillage. Les nœuds du maillage, pour un maillage basé sur les joints de grains, ne correspondent pas aux croisements de la microgrille. Or Doumalin [Dou00] a montré que lorsque des microgrilles sont utilisées pour la corrélation d'images, la précision de mesure des déplacements est la plus importante lorsque les croisements de grilles sont utilisés comme points de mesure. En effet, la corrélation d'image est basée sur une reconnaissance de niveaux

de gris. Plus le contraste est grand autour du point de corrélation, plus la précision sera importante. Or, hors des croisements de microgrille, le contraste est assez faible, d'où la moindre précision de la corrélation sur ces points.

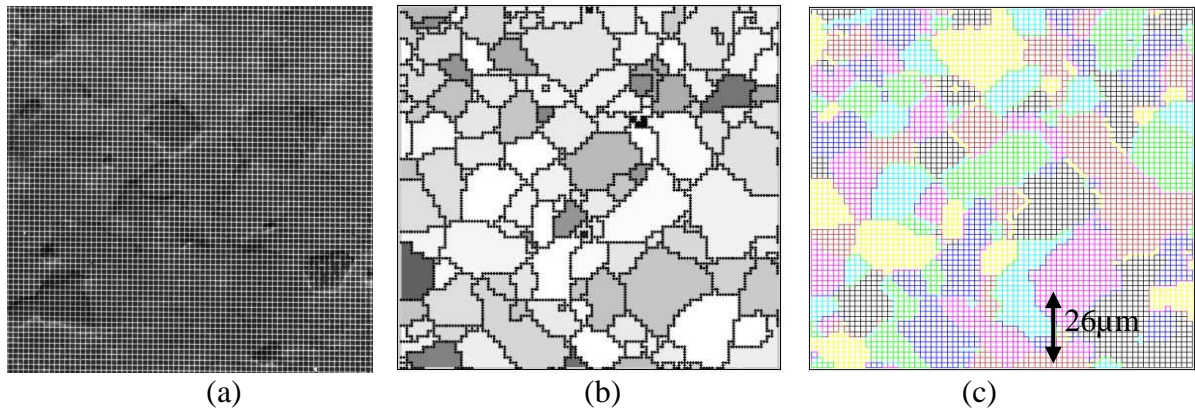


Figure 2.24 : Création du maillage, (a) image - MEB SE - de la microgrille sur la zone à mailler, (b) association pour chaque élément de la microgrille des angles d'Euler déterminés par analyse EBSD – fausses couleurs, et (c) création du maillage sous Cast3M

Pour cette étude a donc été choisi un maillage de la microstructure basé sur la microgrille d'extensométrie (cf. : figure 2.24) : à chaque élément de la microgrille est associé un élément de maillage tridimensionnel massif hexaédrique à 8 nœuds (éléments CUB8 dans Cast3M) et 8 points d'intégration, présentant 3 degrés de liberté par nœud et à l'intérieur duquel la fonction de forme consiste en une interpolation linéaire. Les déplacements mesurés par microextensométrie sont directement transposables sur le maillage de la microstructure.

2.4.1.2 La loi de comportement

La forme de loi de comportement utilisée a été développée par Stéphane Héraud au cours de sa thèse sur le « mésoscope numérique » [Her00]. Elle a ensuite été introduite dans le code *castem2000* puis modifiée (travaux de M. Sauzay [Sau06]) de façon à ce que les lois d'écoulement et d'écrouissage soient communes à celles utilisées par Renald Brenner [Bre01].

Cette loi de comportement est une loi de comportement de monocristal, qui prend en compte l'orientation du réseau cristallin. Elle relie des quantités de glissement aux cissions résolues sur un ensemble de systèmes de glissement. Elle fait, en outre, intervenir des cissions de référence comme variables internes. Elle se décompose en une loi d'écoulement qui définit la vitesse du glissement sur les systèmes et une loi d'écrouissage qui définit l'évolution des variables internes.

Cette loi est de type élasto-viscoplastique, définie et utilisée sous l'hypothèse des petites perturbations. Elle intègre à ce titre une loi d'élasticité donnée par :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \mathbf{K}(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{vp}) \quad (2.9)$$

où \mathbf{K} tient compte de la symétrie hexagonale du zirconium et comporte alors 5 composantes indépendantes (isotropie transverse).

Pour l'écoulement viscoplastique, taux de déformations et taux de glissement sont reliés, selon la loi de normalité associée à la loi de Schmid, par les équations :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{vp} = \sum_s \dot{\gamma}_s \underline{\underline{\mathcal{R}}}_s \quad \text{où} \quad \underline{\underline{\mathcal{R}}}_s = \frac{1}{2}(\underline{m}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{m}_s) \quad (2.10)$$

avec $\dot{\gamma}_s$ la vitesse de glissement d'un système (s) donné et $\underline{\mathfrak{R}}_s$ la matrice d'orientation de ce système (m_s et n_s sont respectivement la direction de glissement et la normale au plan de glissement du système s concerné). Quatre familles de systèmes de glissement sont considérées pour ce matériau ; ceux-ci ont été explicités au §2.1.3.2. Il s'agit des systèmes de glissement prismatique (P): $\{10\bar{1}0\}\langle 1\bar{2}10\rangle$, pyramidal de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$ (Pyr $\langle a \rangle$): $\{10\bar{1}1\}\langle 1\bar{2}10\rangle$, pyramidal de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$ (Pyr $\langle c+a \rangle$): $\{10\bar{1}1\}\langle 2\bar{1}13\rangle$ et basal (B): $\{0002\}\langle 1\bar{2}10\rangle$. Notons que, pour ce matériau, un autre mode de déformation est fréquemment observé, le maclage. De nombreux auteurs se sont attachés à formuler des lois de comportement prenant en compte le maclage pour des matériaux de structure hexagonale [Sta03] [Tom01] [Kas01]. Francillette [Fra03] a décrit une loi de comportement adaptée à la description du comportement mécanique du Zr 702 α . Néanmoins les résultats obtenus ne sont comparés qu'aux résultats expérimentaux macroscopiques. Les études s'intéressent généralement à l'amélioration de la description de la réponse macroscopique ou de l'évolution de la texture au cours de la déformation. Peu d'études, à notre connaissance, se sont intéressées à l'apport de la définition du maclage à la description des champs locaux. Au cours de cette étude, le maclage n'est pas intégré dans la loi de comportement utilisée : il est négligé et supposé inactif. Nous verrons plus tard pourquoi cette hypothèse peut, au premier ordre, être considérée comme réaliste.

Une loi en puissance classique, loi de Norton, est généralement utilisée pour décrire la loi d'écoulement :

$$\dot{\gamma}_s = \dot{\gamma}_0^s \left(\frac{\tau_s}{\tau_0^s} \right)^n \text{sgn}(\tau_s) \quad (2.11)$$

Mais à la suite des travaux de Robinet [Rob95] et Masson [Mas98], Brenner [Bre01] a préféré utiliser une loi présentant une dépendance en sinus hyperbolique. Il a été montré qu'une telle loi est mieux adaptée qu'une loi en puissance classique à la description du comportement des alliages de zirconium. La vitesse de glissement au sein d'une phase est donnée par :

$$\dot{\gamma} = \sum_{s=1}^{N_s} \dot{\gamma}_0^s \left| \sinh \left(\frac{\tau_s}{\tau_0^s} \right) \right|^{n_s} \text{sgn}(\tau_s) \quad (2.12)$$

avec τ^s la cission résolue sur le système (s) et N_s le nombre de familles de systèmes de glissement de la phase. A chaque famille de glissement (s) sont associés une vitesse de glissement de référence $\dot{\gamma}_0^s$, une cission de référence τ_0^s et un coefficient de sensibilité à la contrainte n^s .

Concernant l'écrouissage, Kocks [Koc76] le considère comme isotrope, au sens où la cission de référence varie de la même façon pour tous les systèmes. D'autres auteurs, tels Becker [Bec95], Peirce et Asaro [Pie83] ou Kalidindi [Kal92], prennent en compte un écrouissage anisotrope. L'évolution de celui-ci est alors propre à chaque système. Ils différencient l'autoécrouissage qui tient compte de l'activation du système considéré, et l'écrouissage latent qui dépend de l'activation des autres systèmes de glissement. Cailletaud [Cai88], sur la base d'observations macroscopiques, intègre de plus un écrouissage cinématique. Dans le cadre d'un écrouissage anisotrope, Teodosiu [Teo76, Teo93] a élaboré un modèle utilisant comme variables internes non plus des cissions de référence, mais des densités de dislocation de chaque système. Néanmoins, en vue d'une identification de paramètres, un compromis est à trouver entre la complexité de la loi utilisée (nombre de paramètres) et son réalisme physique. Plus le nombre de paramètres est important, plus il sera difficile de les identifier à l'échelle pertinente et nous ne nous sommes pas engagé dans cette direction.

La loi préconisée par Héraud et Brenner correspond à la loi d'écrouissage développée par Kocks [Koc76] mais en l'appliquant à chaque système de glissement. De plus, l'interaction entre les systèmes de glissement suivra les lois adoptées par Pierce et Asaro [Pie83]. Nous obtenons alors l'évolution de la cission de référence d'un système s donnée par :

$$\dot{\tau}_0^s = \sum_k h_{sk} \left(\frac{\tau_{sat}^k - \tau_0^k}{\tau_{sat}^k - \tau_{ini}^k} \right)^{a_{sk}} |\dot{\gamma}_s| \quad (2.13)$$

avec

$$h_{sk} = H_0 \cdot Q_{sk} \text{ et } Q_{sk} = Q_0^{sk} + (1 - Q_0^{sk}) \delta_{sk}$$

Les coefficients H_0 et a_{sk} décrivent la cinétique d'écrouissage. τ_{ini}^k et τ_{sat}^k sont respectivement les cissions de référence initiale et saturante du système de glissement k . Q_0^{sk} correspond au coefficient d'écrouissage latent entre le système s et le système k .

La matrice d'écrouissage h_{sk} contenant, dans le cas des matériaux hexagonaux, de nombreux coefficients ($24^2 = 576$ si tous les coefficients sont supposés différents), il a été décidé de la simplifier en choisissant, dans la suite de cette étude, un seul coefficient Q_0 pour décrire l'écrouissage latent. En effet, les réponses quantitatives à la question de l'écrouissage latent dans le zirconium sont encore mal assurées et notre effort étant avant tout d'ordre méthodologique nous avons préféré, malgré ses limites, en rester là aussi à une expression simplifiée : la formulation retenue suppose que les interactions d'un système avec lui-même (auto-écrouissage) et que les interactions entre deux systèmes différents (écrouissage latent) sont indépendantes de la nature des systèmes considérés (prismatique, pyramidal $\langle a \rangle$ et $\langle c+a \rangle$, basal). Pour des raisons identiques, le coefficient de non linéarité a^{sk} est considéré unique au sein du matériau. Il faudra donc garder à l'esprit ces hypothèses lors de la confrontation des simulations numériques aux résultats expérimentaux. De plus, en l'absence de données sur la cinétique des systèmes de glissement, une valeur identique, pour $\dot{\gamma}_0^s$, sur toutes les familles de glissement, a été adoptée par Brenner.

Nous obtenons donc une famille de lois de comportement dépendant des 14 paramètres suivants : τ_{ini}^s , τ_{sat}^s et n^s pour chaque système de glissement (prismatique, basal et pyramidaux), H_0 et Q_0 .

De plus, le coefficient d'écrouissage latent Q_0 et les coefficients de sensibilité à la contrainte sont tirés des résultats obtenus par Brenner [Bre01] et donnés dans le tableau 2.4.

coefficient	Q_0	n^p	$n^{pyr\langle a \rangle}$	$n^{pyr\langle c+a \rangle}$	n^b
valeur	1,9	3	7,5	7,7	7,1

Tableau 2.4 : Valeurs des paramètres issus de [Bre01]

Les 9 paramètres restant à optimiser sont donc les cissions initiales et saturantes pour les différents systèmes de glissement ainsi que le paramètre d'écrouissage H_0 .

2.4.2 Conditions aux limites utilisées

Le maillage et la forme de loi de comportement utilisés étant déterminés, il faut à présent définir les conditions aux limites qui seront appliquées et la façon dont le trajet de chargement sera discrétisé.

Généralement, ce sont des conditions aux limites homogènes ou périodiques [Bar01] [Dia02] qui sont utilisées lors de simulations par éléments finis sur des agrégats polycristallins.

Dans le cadre de cette étude, il s'agit de comparer des résultats expérimentaux à ceux issus de simulations numériques. L'influence des grains voisins de la zone d'étude doit alors être prise en compte. En effet, les grains se trouvant au voisinage de la zone d'étude peuvent affecter la

réponse mécanique jusqu'à une distance allant de 5 à 10 fois la taille de grain, comme montré par Doumalin *et al.* [Dou03] [Sch03].

Cet effet de voisinage n'est pas seulement un effet de surface mais doit s'entendre comme concerné aussi par la troisième dimension. Toutefois, n'ayant accès expérimentalement qu'aux mesures dans le plan et à la microstructure granulaire de surface, nous avons pris le parti d'un traitement plan, les joints de grains étant ainsi supposés s'étendre indéfiniment dans la direction normale à la surface, en adoptant comme conditions aux limites du maillage 3D extrudé les déplacements (U_x , U_y) mesurés en surface par microextensométrie, considérant qu'ils reflétaient au moins partiellement la réalité tridimensionnelle et la présence de la microstructure granulaire sous-jacente à la zone superficielle étudiée. L'effet de cette approximation sera étudié plus en détail au chapitre 4. On se référera dorénavant pour ce type de conditions aux limites aux « conditions aux limites expérimentales ». A titre d'illustration, on peut voir sur la figure 2.25 une comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux issus de deux simulations numériques réalisées avec des conditions aux limites différentes. L'essai considéré ici est un essai de traction à 280°C sur une éprouvette prélevée dans la direction DL. La déformation macroscopique résiduelle est de 2,26%.

La première simulation (cf : figure 2.25b) a été réalisée en utilisant les déplacements mesurés par microextensométrie aux nœuds du contour du maillage comme conditions aux limites. Pour la seconde simulation (cf. : figure 2.25c), des conditions aux limites correspondant à un état de déformation homogène (explicités dans [Cai03]) ont été appliquées. Dans ce cas, la composante de cisaillement du tenseur des déformations est prise égale à zéro comme confirmé par les résultats expérimentaux. La déformation moyenne appliquée est mesurée lors de l'essai mécanique dans les deux directions du plan. Elle correspond à la moyenne des déformations locales, mesurées dans le plan par microextensométrie, sur la zone considérée.

On peut remarquer une insuffisance de localisation du champ de déformation dans le plan pour la simulation réalisée avec des conditions homogènes. Au niveau des zones proches du contour du maillage, les localisations obtenues avec une simulation utilisant des conditions aux limites expérimentales sont plus proches des localisations obtenues expérimentalement que celles obtenues par la seconde simulation numérique.

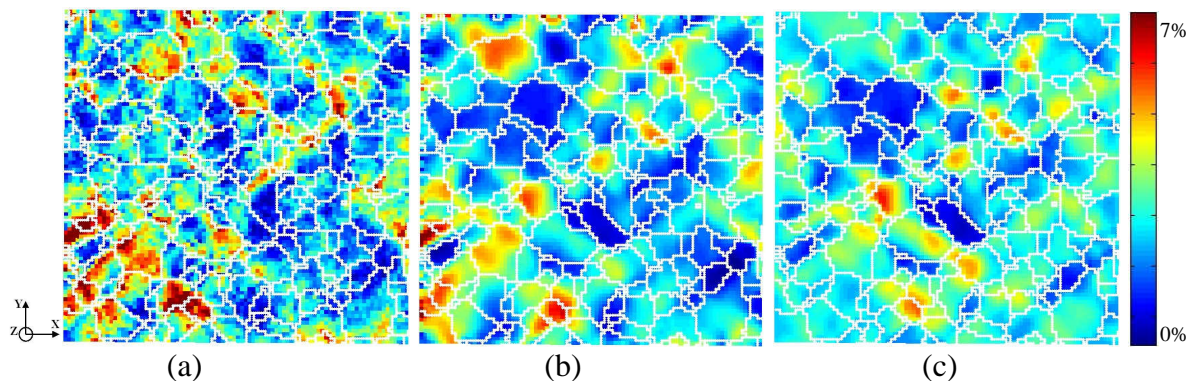


Figure 2.25 : Comparaison des champs de déformation (ϵ_{cis}) dans le plan (a) mesuré par microextensométrie et issus de la simulation numérique avec (b) des conditions aux limites expérimentales et (c) des conditions aux limites « homogènes »

Remarque : afin de représenter les cartographies de déformation, sera utilisée, soit la déformation axiale (ϵ_{xx}), soit une norme de la déformation dans le plan (ϵ_{cis}). Celle-ci est déterminée de la façon suivante :

$$\epsilon_{cis} = \frac{2}{3} \sqrt{(\epsilon_{xx} - \epsilon_{yy})^2 + 4\epsilon_{xy}^2} \quad (2.14)$$

Les conditions aux limites expérimentales sont, de plus, plus réalistes : si un grain débouchant au contour n'est pas déformé expérimentalement, ce type de conditions aux limites ne lui impose pas de se déformer contrairement à des conditions homogènes. Cette procédure permet de simuler une réponse mécanique d'autant plus réaliste que nous avons à faire à de petits agrégats.

D'autre part, il n'est ici pas nécessaire de travailler sur une zone contenant un volume élémentaire représentatif pour réaliser une simulation réaliste si l'on confronte les cartes de déformation issues de cette simulation à celles issues des mesures expérimentales locales. En effet, les conditions aux limites étant expérimentales, le souci de représentativité de conditions aux limites homogènes ne s'impose pas. D'un autre côté, il est important de garder à l'esprit que le comportement global mécanique obtenu par simulation sur cet agrégat n'est donc pas forcément représentatif du comportement homogénéisé du matériau qui est obtenu macroscopiquement par les mesures de force et de déplacement. Il faudra alors tenir compte de cette limite dans la définition de la fonction coût utilisée pour l'optimisation des paramètres.

2.4.3 Trajet de chargement

Nous avons examiné précédemment les problèmes de maillage, de loi de comportement et de conditions aux limites utilisés. Il nous faut maintenant préciser la façon dont ces conditions aux limites vont évoluer au cours du chargement.

Cette nécessité provient du fait que les conditions aux limites utilisées dans la simulation numérique ne proviennent pas directement de la donnée du chargement macroscopique qui, lui, est bien connu à partir de l'expérience. En revanche, les « conditions aux limites expérimentales » que nous utilisons sont issues de la mesure des déplacements locaux qui n'est effectuée que dans un petit nombre d'états déformés. Or, pour des comportements héréditaires comme celui de l'élasto(visco)plasticité, les calculs doivent être faits pas à pas, en suivant le trajet de chargement, y compris entre les quelques états examinés expérimentalement. Ceci est particulièrement important dans le régime d'entrée en plasticité où une hypothèse simple d'interpolation linéaire des déplacements au contour entre ceux mesurés entre deux états successifs ayant permis les mesures a toute les chances d'être mise en défaut.

Ce problème ne semble pas avoir été clairement identifié dans la littérature concernée qui reste très discrète sur les hypothèses nécessairement faites pour le traiter. Quand on fait appel à des conditions homogènes au contour de zones supposées représentatives, on reproduit simplement sur elles la variation connue du chargement macroscopique ; ce ne peut plus être le cas dans notre traitement qui recourt à des déplacements mesurés au contour de zones polycristallines qui n'ont pas nécessairement le statut de VER.

Pour résoudre cette difficulté, une possibilité aurait pu être de multiplier les étapes intermédiaires en recourant à un grand nombre d'investigations microextensométriques donnant accès aux champs de déplacements expérimentaux. Cependant, le choix de ne pas tenir compte du maillage nous a poussé à tenter d'éviter l'activation de ce mécanisme. Or ce mécanisme est d'autant plus présent que la température est basse ou la vitesse de sollicitation élevée. Reed-Hill [Ree64] [Ree72] a quantifié la contribution à la déformation totale du maillage pour du zirconium pur à différentes températures et montré que la fraction volumique maclée dépend fortement de la température. Pour choisir la température d'essai, il nous a fallu tenir compte de deux impératifs contradictoires : une température élevée permet de limiter au mieux l'apparition du maillage mais augmente les risques d'endommagement des microgrilles comme de décollement de jauges de déformation (la température d'utilisation maximale garantie par le fournisseur est de 260°C). C'est pourquoi, les essais mécaniques utilisés en vue de l'identification ont été réalisés à 280°C. Par ailleurs, à cause de ces conditions opératoires,

il nous a été impossible de réaliser des essais in-situ sous MEB car la mise en température s'effectue par conduction et non par convection, empêchant ainsi la pose de jauges, dont l'emploi, bien que non indispensable en principe, est en réalité indispensable pour garantir la qualité d'essais mécaniques réalisés in situ dans le MEB et le calibrage des grandeurs mesurées.

Les états de déformation analysés correspondent donc à des mesures discrètes effectuées après décharge de l'éprouvette, comme illustré par la figure 2.26. Les essais mécaniques étant réalisés au CEA/SRMA et les images MEB SE utilisées pour la corrélation d'images étant réalisées au LMS, l'image « déformée » est donc prise lorsque l'éprouvette est déchargée. Ainsi, par corrélation d'images, les déplacements analysés sont les déplacements résiduels ! Ceci correspond à l'état *c* sur la figure 2.26.

Il nous faut donc inférer l'évolution des champs de déplacement entre l'état *o* et l'état *c*, tout en sachant qu'appliquer un trajet de chargement, défini comme l'évolution des incréments de déplacements aux contours, évalué de manière erronée pourrait conduire à une mauvaise estimation du champ de contraintes et des cissions réduites critiques des systèmes de glissement considérés.

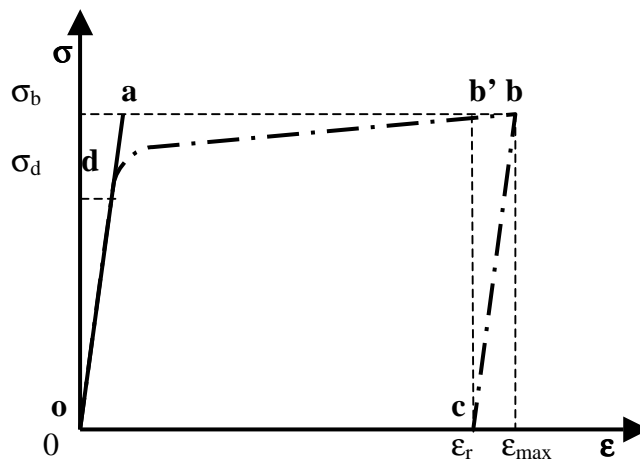


Figure 2.26 : Schématisation de la réponse mécanique à un essai de traction d'une éprouvette ayant un comportement élastoplastique avec écrouissage linéaire

Afin de comparer les résultats expérimentaux et ceux issus de la simulation numérique, il est donc nécessaire que ces derniers correspondent à un état déchargé. L'application des conditions aux limites (en déplacements) expérimentales (U_{Rmax}) sans tenir compte de la décharge conduirait à simuler un essai de traction sous charge correspondant sur la figure 2.26 au trajet $o \rightarrow b'$. Il est alors nécessaire de connaître l'état *b* (correspondant au maximum de la valeur de la contrainte atteinte pour la déformation ϵ_{max}) si l'on veut pouvoir simuler une charge-décharge selon le trajet $o \rightarrow b \rightarrow c$. L'hypothèse suivante est utilisée : la décharge s'effectue de manière purement élastique. Ne connaissant les déplacements que dans l'état *c* (cf. : figure 2.26), nous devons donc superposer des déplacements complémentaires $U_{E_{max}}$ au contour permettant de représenter la partie élastique du chargement afin d'atteindre l'état *c* après décharge à partir de l'état *b*. Les conditions aux limites appliquées au point *b* correspondront alors à la somme des déplacements résiduels mesurés par microextensométrie (U_{Rmax}) et de déplacements complémentaires ($U_{E_{max}}$). Le passage du point *b* au point *c* sera réalisé par soustraction des déplacements $U_{E_{max}}$ afin de n'avoir, à l'étape *c*, au contour, que les déplacements résiduels mesurés expérimentalement à cet étape (U_{Rmax}).

Un calcul élastique (cf. : figure 2.26, trajet $o \rightarrow a$) est réalisé sur la microstructure en utilisant des conditions aux limites en contrainte homogène avec une variable de chargement en force (la force maximale à atteindre correspond à la force nécessaire à l'obtention de la contrainte

maximale en fin d'essai de traction, soit $F = \sigma_b * S$), afin de déterminer un champ élastique hétérogène tenant compte de l'anisotropie élastique du matériau. La loi cristalline élasto-viscoplastique détaillée (2.9–2.13) précédemment est utilisée dans le régime élastique ; dans ce but, les cissions critiques de tous les systèmes de glissement sont alors fixées à une valeur fictive très élevée (7.10^6 MPa) de façon à neutraliser le glissement plastique. A l'issue de ce calcul, les déplacements obtenus au bord du maillage, notés $U_{E_{max}}$, sont conservés.

Comme nous l'avons vu, la façon dont les conditions aux limites d'un calcul par éléments finis sont appliquées durant le trajet de chargement est rarement détaillée dans la littérature. Nous pouvons alors supposer qu'elles sont couramment appliquées de façon linéaire et proportionnelle au cours du calcul, c'est-à-dire, pour des données en déplacement U_x et U_y appliquées à l'instant $t=T$ à partir d'un état non chargé à $t=0$, sous la forme $[(t/T).U_x, (t/T)U_y]$, ou encore, si n' est le nombre de pas de calcul entre 0 et T, par incréments $\frac{U_x}{n'}$ et $\frac{U_y}{n'}$ à chaque

pas de calcul. Ceci entraîne notamment une constance du rapport des moyennes des déformations sur le maillage ($\frac{\langle \epsilon_{yy} \rangle}{\langle \epsilon_{xx} \rangle}$) durant tout le chargement. L'utilisation de conditions aux

limites expérimentales soulève alors un problème de description de l'évolution du rapport des déformations transversale sur longitudinale, représentée sur la figure 2.27.

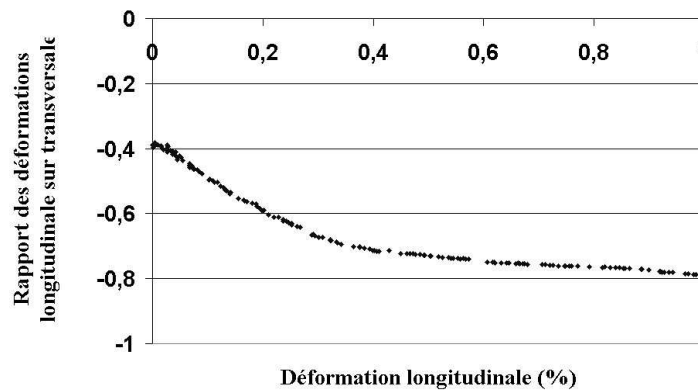


Figure 2.27 : Evolution du rapport des déformations transversale sur longitudinale, au cours d'un essai de traction réalisé sur un échantillon prélevé à 45° de DL

En effet, nous verrons au chapitre suivant que le rapport $\frac{\langle \epsilon_{yy} \rangle}{\langle \epsilon_{xx} \rangle}$ évolue fortement durant le

chargement, particulièrement lors de l'entrée dans le régime plastique. Si, dans le domaine élastique, ce rapport est d'environ -0,37, dans le domaine plastique, il avoisine, pour certaines directions de traction, la valeur de -0,8 (cf. : figure 2.27). Adopter depuis l'état initial naturel des conditions aux limites linéaires et proportionnelles calées sur la valeur de -0,8 mesurée en fin d'essai dénaturerait en particulier fortement le chargement dans le régime élastique, lui donnant un caractère nettement biaxial contradictoire avec la réalité expérimentale.

A titre d'illustration, la première simulation numérique détaillée ci-dessous est réalisée en utilisant un trajet de chargement linéaire et proportionnel (nommé LP sur les figures). L'essai considéré est un essai de traction uniaxiale, réalisé sur un échantillon prélevé suivant DT suivi d'une décharge. L'essai a été réalisé à 280°C et la déformation axiale macroscopique résiduelle est de 2,26%. Soient $U_{E_{max}}$ les déplacements aux contours obtenus par la simulation numérique correspondant au trajet $o \rightarrow a$ sur la figure 2.26, et $U_{R_{max}}$ les déplacements aux

contours issus de la mesure par microextensométrie après le chargement de traction. Les déplacements au contour (U), pour un trajet de chargement linéaire et proportionnel, sont appliqués de la façon décrite par la figure 2.28 :

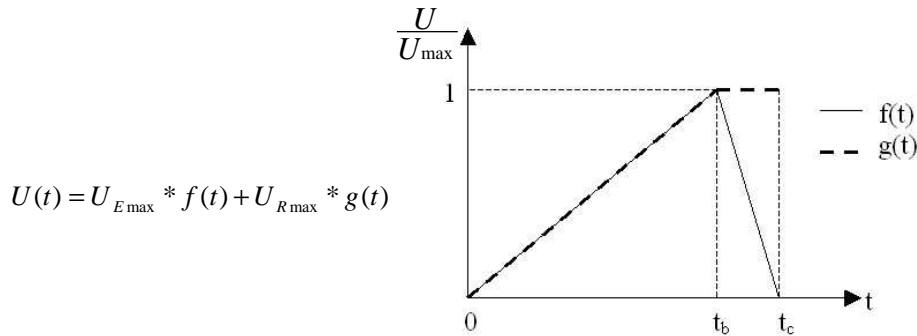


Figure 2.28 : Application d'un trajet de chargement linéaire et proportionnel

On peut remarquer sur une comparaison simulation numérique/résultats expérimentaux (cf. : figure 2.29), que, pour cette simulation, la description du domaine élastique n'est pas réaliste. Notamment, la pente élastique issue de la simulation numérique ($E \approx 40\text{GPa}$) est plus faible que celle obtenue expérimentalement ($E \approx 70\text{GPa}$).

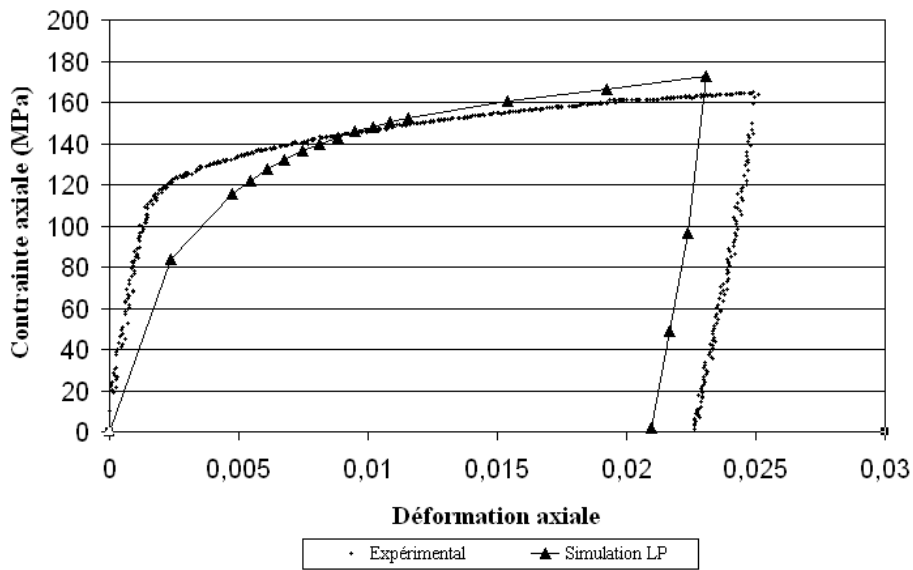


Figure 2.29 : Courbes de comportements issues de l'expérience et de la simulation numérique utilisant un trajet de chargement linéaire et proportionnel

Ceci provient de l'état de biaxialité (cf. : figure 2.30) qui est imposé sur la zone d'étude par l'application de conditions aux limites expérimentales suivant un trajet de chargement linéaire et proportionnel. En effet, il apparaît, dans le domaine élastique, une composante Σ_{yy} non nulle, qui correspond à la moyenne, sur la zone d'étude, des contraintes transversales dans le plan (l'axe de traction correspond à l'axe x). Or, lors d'un essai de traction uniaxial, cette composante de contrainte doit être nulle. Le trajet de chargement n'est donc pas correctement décrit.

Concernant le niveau de déformation résiduelle atteint au cours de la simulation numérique, il diffère de celui mesuré expérimentalement macroscopiquement. Les simulations numériques

sont réalisées sur des zones d'étude mesurant $180 \times 180 \mu\text{m}^2$. Les déplacements mesurés et appliqués aux contours du maillage comme conditions aux limites correspondent donc aux déplacements mesurés sur une zone de taille inférieure à la taille présumée du VER pour ce matériau. L'écart entre les niveaux de déformation résiduelle moyenne atteints provient alors du fait que la zone étudiée n'est pas suffisamment représentative du matériau à l'échelle des mesures macroscopiques expérimentales. Nous chercherons tout de même à obtenir sur cet agrégat, une évolution du comportement moyen correspondant à celle observée expérimentalement à l'échelle macroscopique. Ne pouvant accéder, par des mesures en laboratoire, aux champs de contraintes locales, les seules données à notre disposition concernant l'état de chargement au cours de l'essai sont les données macroscopiques. Nous nous appuyons sur elles afin de vérifier l'état de chargement moyen obtenu sur l'agrégat sollicité.

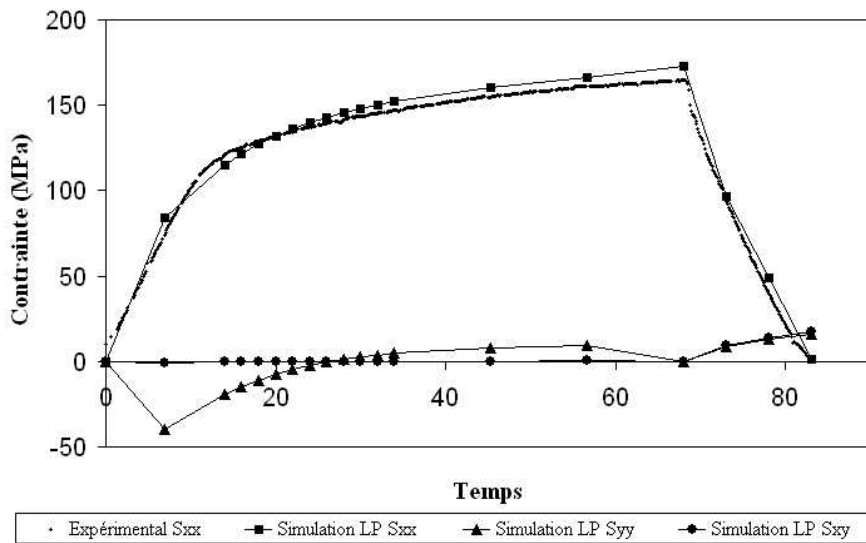


Figure 2.30 : Evolution des contraintes, issues de la simulation numérique utilisant un trajet de chargement linéaire et proportionnel, et expérimentale, en fonction du temps

Afin d'améliorer la description du trajet de chargement, Gélébart [Gél04] propose une description prenant en compte la décomposition du chargement en deux domaines, le domaine élastique et le domaine élasto-plastique. Il s'agit alors, dans chaque domaine, de décrire au mieux le chargement expérimental. Les déplacements aux contours sont appliqués de la façon décrite par la figure 2.31 :

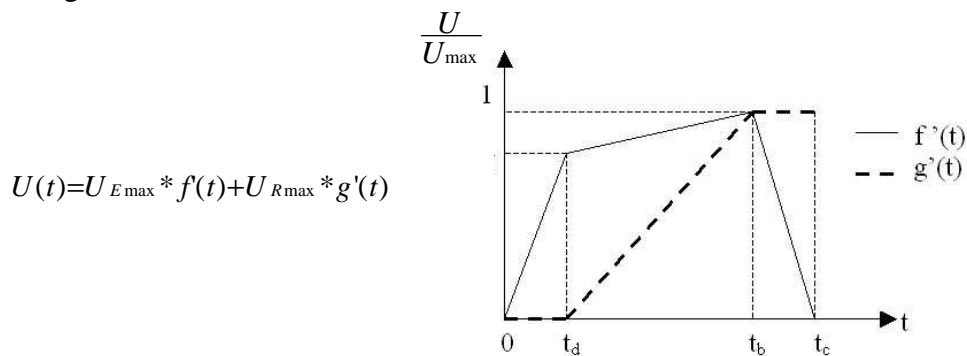


Figure 2.31 : Application d'un trajet de chargement non linéaire et non proportionnel

Après la détermination des déplacements complémentaires ($U_{E_{max}}$) à appliquer au contour de l'agrégat, le calcul se décompose en trois chargements proportionnels successifs. Le premier chargement décrit le domaine élastique (cf. : figure 2.26, trajet $o \rightarrow d$), pour lequel jusqu'au temps t_d , déterminé sur la courbe expérimentale (moment de l'entrée en plasticité à l'échelle macroscopique, cf. : point d sur la figure 2.26), les déplacements complémentaires sont imposés jusqu'à une valeur de $U_e = U_{E_{max}} * \frac{\sigma_{exp}^d}{\sigma_{exp}^b}$, où σ_{exp}^d correspond à la valeur de la contrainte axiale expérimentale atteinte au temps t_d , et σ_{exp}^b correspond à la valeur de la contrainte axiale expérimentale maximale atteinte au point b (cf. : figure 2.26).

Le second chargement est ensuite réalisé (cf. : figure 2.26, trajet $d \rightarrow b$) pour lequel les conditions aux limites correspondent à la somme des déplacements additionnels restants et des déplacements résiduels (mesurés par microextensométrie). Enfin, le troisième chargement, correspondant à la décharge, consiste à appliquer comme conditions aux limites la différence des déplacements additionnels afin de n'obtenir au final que les déplacements mesurés au contour par microextensométrie.

Cette solution nous permet de réaliser un chargement non proportionnel (nommé NP sur les figures), offrant une description plus réaliste de l'évolution du rapport des déformations au cours de l'essai (cf. : figure 2.32). Ainsi, le domaine d'élasticité est décrit de façon plus réaliste. Rappelons tout de même que le rapport des déplacements imposé au contour du maillage à la fin de la simulation correspond au rapport mesuré expérimentalement par microextensométrie. Il est différent du rapport mesuré macroscopiquement au moyen de jauges car la zone d'étude est plus petite qu'un VER.

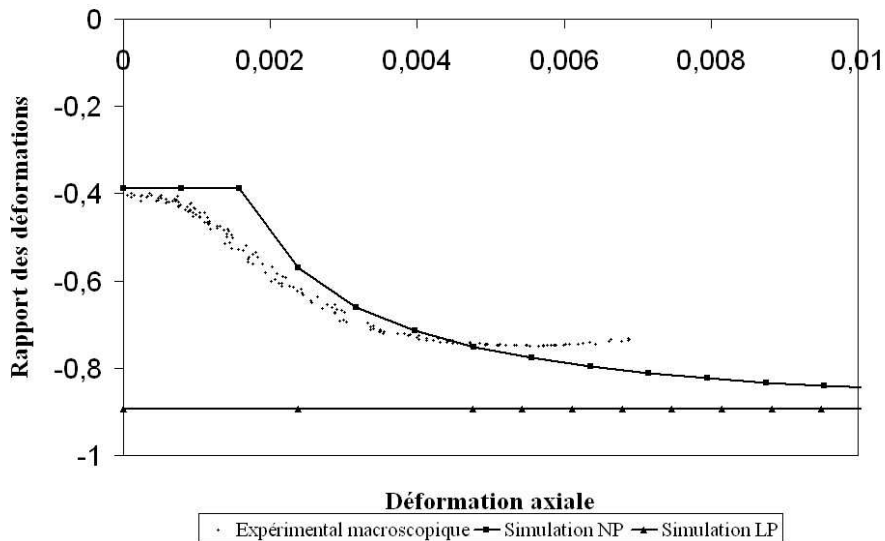


Figure 2.32 : Evolution du rapport des déformations transversale sur longitudinale, au cours d'un essai de traction, expérimental et simulé en appliquant différents trajets de chargement

On peut remarquer, sur la figure 2.33, une pente élastique identique à celle obtenue expérimentalement. L'observation de la figure 2.34 permet de valider l'utilisation de ce trajet de chargement non linéaire et non proportionnel. Les contraintes hors axe (Σ_{yy}), précédemment observées (cf. : figure 2.30), sont quasi nulles. L'essai, à présent simulé, correspond bien à un essai de traction uniaxiale.

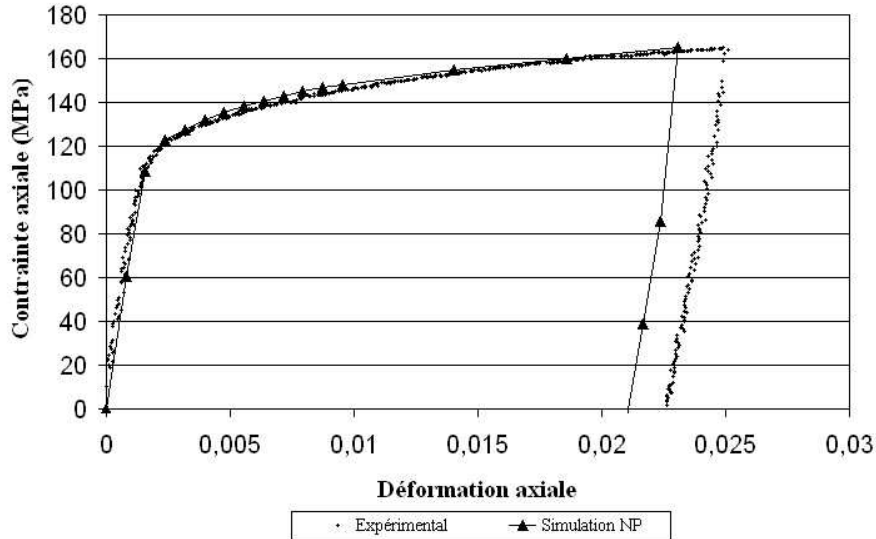


Figure 2.33 : Courbes de comportement issues, de l'expérience, et de la simulation numérique utilisant un trajet de chargement non linéaire et non proportionnel

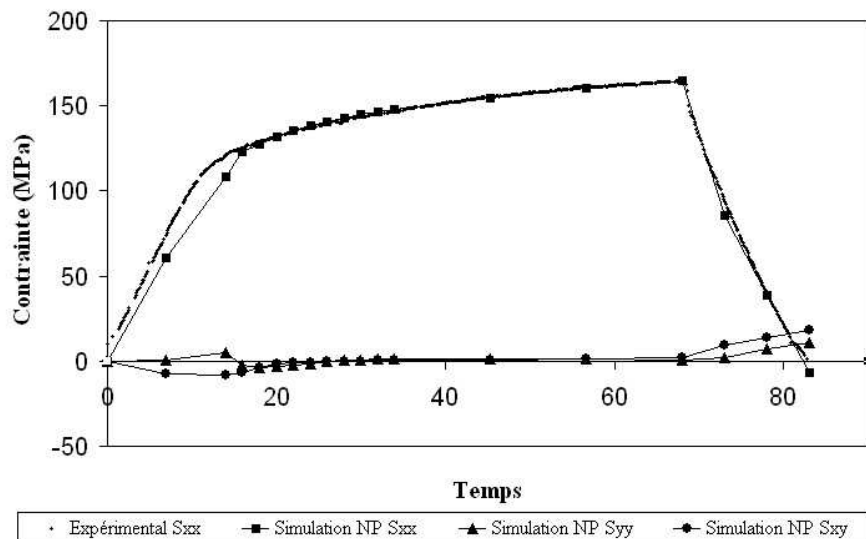


Figure 2.34 : Evolution des contraintes, en fonction du temps, issues de l'expérience et de la simulation numérique, pour un trajet de chargement non linéaire et non proportionnel

2.5 Identification

L'obtention d'un grand nombre de données provenant à la fois des mesures de champs expérimentaux et des simulations numériques permet de concevoir une identification des paramètres de la loi de comportement par approche inverse. L'objet de ce chapitre est la description de la méthode d'identification employée au cours de cette étude. Soulignons cependant dès maintenant qu'il ne s'agit que d'une proposition très préliminaire, notre effort principal ayant porté beaucoup plus sur les problèmes méthodologiques dont une partie vient d'être exposée et sur l'analyse des phénomènes de localisation de la déformation qui seront rapportés plus loin que sur l'approfondissement de la démarche d'identification proprement dite. Nous n'avons recherché dans ce domaine que la mise au point d'une méthode simple et facile de mise en œuvre permettant de mener jusqu'au bout l'ensemble de la démarche proposée, sans véritable préoccupation d'optimisation.

2.5.1 Construction d'une fonction coût

La méthode d'identification qui sera détaillée au paragraphe suivant est fondée sur la minimisation de l'écart entre les réponses expérimentales et celles prévues par la simulation numérique. La comparaison est réalisable à deux échelles, non seulement à l'échelle macroscopique, échelle qui est le plus couramment utilisée pour l'identification de paramètres de loi de comportement, mais aussi à l'échelle locale associée aux mesures de champs de déformations. La fonction coût proposée combine de façon élémentaire les écarts déterminés aux deux échelles, « l'erreur locale » (e^L) et « l'erreur macroscopique » (S^M), pondérés d'une certaine manière, en une fonction globale qui devra ensuite être minimisée par rapport aux paramètres matériels, relatifs au comportement intracristallin, retenus comme inconnues de la démarche d'identification.

Nous avons défini simplement l'erreur locale (e^L) comme la moyenne sur tous les points du champ d'une norme au sens de Mises de la différence entre le tenseur des déformations expérimental et celui des déformations calculées :

$$e^L = \left\langle \frac{2}{3} \sqrt{(\Delta \varepsilon_{xx} - \Delta \varepsilon_{yy})^2 + 4 \Delta \varepsilon_{xy}^2} \right\rangle \quad (2.15)$$

où

$$\Delta \varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}^{\text{exp}} - \varepsilon_{ij}^{\text{sim}} \quad (2.16)$$

Ainsi en tout point sont comparées les réponses obtenues expérimentalement par microextensométrie (les déformations dans le plan) et les réponses issues de la simulation numérique. Il est à noter que, pour que ces réponses soient comparables, elles doivent non seulement être obtenues au même point mais aussi être calculées de façon identique (avec la même base de mesure).

Le calcul des déformations expérimentales peut être réalisé à l'aide du logiciel Correlmanuv utilisé pour la corrélation d'images numériques. Néanmoins, afin de calculer les déformations dans les deux cas de façon identique, elles seront, pour l'identification, déterminées à partir du code de calcul par éléments finis utilisé pour la simulation numérique. Ainsi, sur le maillage de la microstructure, les déplacements mesurés expérimentalement aux nœuds de la microgrille sont appliqués aux nœuds correspondants du maillage. Notons que les déplacements sont identiques suivant la dimension hors plan du maillage. Les déformations expérimentales sont alors calculées à l'aide du code de calcul par éléments finis et interpolées aux nœuds du maillage de la même façon que les déformations issues de la simulation numérique.

L'erreur macroscopique (S^M) a été définie comme la moyenne sur les pas de calcul de la norme de la différence entre le tenseur des contraintes mesurées et celui des contraintes (moyennes sur le domaine simulé) issues de la simulation au pas considéré.

$$S^M = \frac{\sum_{t=0}^T N(\Delta \Sigma(t))}{T} \quad (2.17)$$

où

$$N(\Delta \Sigma(t)) = \sqrt{\Delta \Sigma_{xx}^2 + \Delta \Sigma_{yy}^2 + \Delta \Sigma_{xy}^2} \quad (2.18)$$

et

$$\Delta \Sigma_i(t) = \Sigma_i^{\text{exp}}(t) - \Sigma_i^{\text{sim}}(t) \quad (2.19)$$

L'essai mécanique réalisé étant un essai de traction uniaxiale, la seule contrainte macroscopique appliquée sur l'éprouvette est une contrainte axiale. Ainsi, les valeurs des contraintes Σ_{yy}^{exp} et Σ_{xy}^{exp} sont prises égales à zéro. Il est toutefois à noter que ces valeurs sont obtenues à l'échelle macroscopique. Or la microstructure simulée ne contient pas un VER.

Il est donc nécessaire d'être circonspect en ce qui concerne l'utilisation du calcul de l'erreur à l'échelle macroscopique. Ce point devra être gardé à l'esprit lors de la création de la fonction coût et du choix du facteur de pondération de l'erreur macroscopique.

Afin de définir une fonction coût (E) unique prenant en compte à la fois l'erreur locale et l'erreur macroscopique, il est d'abord souhaitable de les adimensionner. Différents choix permettant de le faire sont alors possibles [Gél04]. Le choix retenu dans cette étude consiste à l'effectuer en utilisant des résultats expérimentaux et à les pondérer par les facteurs de pondération a et b, comme il sera présenté dans le chapitre 4 :

$$E = \left(a \times \frac{e^L}{e} + b \times \frac{S^M}{S} \right) \quad (2.20)$$

e et S correspondent alors aux moyennes, respectivement, des déformations et contraintes expérimentales calculées de la façon suivante :

$$e = \left\langle \frac{2}{3} \sqrt{(\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy})^2 + 4\varepsilon_{xy}^2} \right\rangle \quad (2.21)$$

et

$$S = \frac{\sum_{t=0}^T \Sigma_{i,ix}^{\text{exp}}(t)}{T} \quad (2.22)$$

La fonction coût étant ainsi définie, il faut alors choisir la manière de la minimiser.

2.5.2 Méthode de minimisation proposée

Afin d'identifier les paramètres d'une loi de comportement cristalline, il est possible d'utiliser des algorithmes automatiques qui permettent de minimiser une fonction coût décrivant l'écart entre les résultats expérimentaux et les résultats issus des simulations numériques aux échelles désirées, écart dépendant des paramètres à identifier [Sid]. Une telle procédure est couramment utilisée tant pour les méthodes d'homogénéisation [Bre02], que pour les méthodes basées sur des calculs par éléments finis [Hoc03].

Une méthodologie d'identification « manuelle » sera utilisée dans le chapitre 4. Son fonctionnement est décrit ci-dessous. L'identification proposée ici porte sur les paramètres τ_0^p et $\alpha_{\text{pyr}\langle a \rangle}$, où :

$$\alpha_{\text{pyr}\langle a \rangle} = \frac{\tau_0^{\text{pyr}\langle a \rangle}}{\tau_0^p} \quad (2.23)$$

$\tau_0^{\text{pyr}\langle a \rangle}$ est la cission critique du système de glissement pyramidal de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$ et τ_0^p la cission critique du système de glissement prismatique. Nous verrons au chapitre 4 que des règles seront définies pour fixer l'évolution du paramètre d'écrouissage H_0 ainsi que des valeurs des τ_{sat}^i .

Dans un souci d'optimisation du temps de calcul, nous restreignons le domaine de variation des couples $(\alpha_{\text{pyr}\langle a \rangle}; \tau_0^p)$ à 16 valeurs. Ces couples sont obtenus en minimisant, pour 16 valeurs de $\alpha_{\text{pyr}\langle a \rangle}$ donné, l'écart entre la contrainte maximale de l'essai considéré et la contrainte moyenne maximale calculée sur l'agrégat.

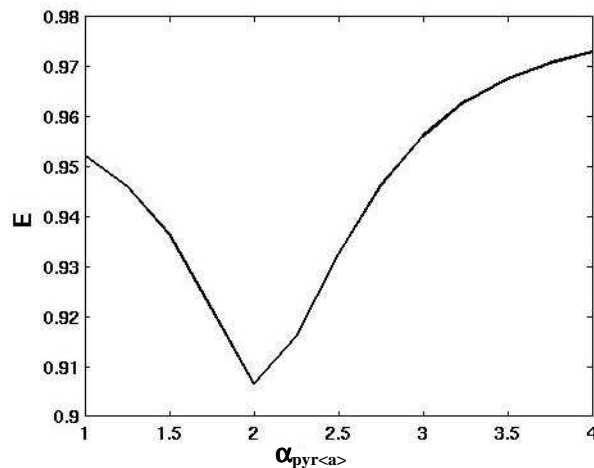


Figure 2.35 : Exemple d'évolution de la fonction coût (E) en fonction du paramètre $\alpha_{\text{pyr}<a>}$

Pour chaque valeur du couple $(\alpha_{\text{pyr}<a>, \tau_0^p)$ ainsi obtenu, il suffit alors de calculer la valeur de la fonction coût (cf. : figure 2.35). L'obtention d'un minimum pour cette fonction coût permet alors de déterminer le couple $(\alpha_{\text{pyr}<a>, \tau_0^p)$ identifié et d'en déduire les paramètres optimisés de la loi de comportement.

2.6 Synthèse

Une procédure basée sur un couplage entre des données obtenues expérimentalement et des simulations numériques a été mise en place et détaillée au cours de ce chapitre. Elle commence par l'acquisition, grâce à un microscope électronique à balayage muni d'un système d'analyse par EBSD, de données microstructurales du polycristal de zirconium étudié (orientations cristallographiques) utilisées lors de la construction du maillage servant au calcul par éléments finis. Des acquisitions expérimentales à l'échelle de la microstructure granulaire (champs de déplacements obtenus par microextensométrie) sont utilisées comme conditions aux limites expérimentales aux simulations numériques. Il a été montré la nécessité de définir correctement le trajet de chargement, de façon non linéaire et non proportionnelle, afin de décrire correctement les essais mécaniques macroscopiques. Une procédure d'identification de paramètres de loi de comportement intracristalline a été décrite. Elle établit la création et la minimisation d'une fonction coût comparant des données expérimentales et des données issues de simulations numériques par éléments finis, à différentes échelles. Les comparaisons entre expérience et simulation numérique sont effectuées non seulement sur les tenseurs de contraintes obtenus à l'échelle macroscopique mais aussi sur les champs de déformation obtenus à l'échelle de la microstructure par microextensométrie.

Au cours du chapitre suivant, le matériau d'étude sera caractérisé, puis les essais mécaniques réalisés seront détaillés et leurs réponses seront analysées et confrontées aux résultats de la littérature.

CHAPITRE 3
CARACTERISATION DU MATERIAU

3 Caractérisation du matériau

Dans ce chapitre, portant sur la caractérisation expérimentale du matériau de notre étude, nous allons dans un premier temps rappeler quelques généralités concernant le zirconium et ses alliages en termes de structure cristalline et de composition chimique. Puis nous nous centrerons sur le zirconium grade 702, objet de notre étude, pour décrire la présence de précipités, sa texture, la répartition et la taille de ses grains. Nous nous intéresserons ensuite au comportement mécanique du zirconium dans le domaine élastique et dans le domaine plastique. Enfin, nous rapporterons les résultats de notre analyse expérimentale des réponses mécaniques macroscopiques et à l'échelle de la microstructure granulaire du zirconium grade 702 pour des essais de traction uniaxiale à température ambiante et à 280°C ainsi que pour des essais biaxés.

3.1 Généralités sur le zirconium et ses alliages

Certaines propriétés de base de cette famille de matériaux ont déjà été rappelées au § 2.1 du chapitre précédent. Nous compléterons ici cette revue succincte en préalable à nos propres caractérisations.

3.1.1 Propriétés physiques

Le zirconium est, rappelons-le, un métal de la deuxième série de transition, de numéro atomique 40. Ses principales propriétés, à température ambiante, sont données dans le tableau 3.1.

Propriétés physiques	<i>Masse volumique</i>	6,5 g.cm ⁻³
Propriétés thermiques	<i>Coefficient de dilatation (direction <a>)</i>	5,6.10 ⁻⁶ /°C
	<i>Coefficient de dilatation (direction <c>)</i>	6,8.10 ⁻⁶ /°C
Propriétés élastiques	<i>Module de Young (direction a)</i>	99 GPa
	<i>Module de Young (direction c)</i>	125 GPa

Tableau 3. 1 : Principales propriétés du zirconium à 20°C [Lev96]

3.1.2 Composition chimique

Pour retraiter les combustibles nucléaires usagés, on utilise un bain d'acide nitrique bouillant de forte normalité. Le zirconium s'avère être l'un des matériaux les plus résistants à la corrosion par l'acide nitrique concentré chaud. La recherche d'une optimisation des propriétés a conduit à utiliser le zirconium sous forme d'alliages dans les cuves et autres composants des usines de retraitement. Les principaux éléments d'addition présents dans le zirconium utilisé, dit « grade 702 », sont donnés dans le tableau 3.2.

Au cours de cette étude, deux types d'alliages seront utilisés, principalement du zirconium grade 702 mais aussi, pour des essais particuliers, du Zircaloy-4, dont la composition chimique est, elle aussi, donnée dans le tableau 3.2.

Eléments Alliages	<i>C</i>	<i>O</i>	<i>Cr</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>N</i>	<i>Sn</i>
<i>Zirconium grade 702</i>	58	1300	240	760	50	33	2280
<i>Zircaloy-4</i>	140	1300	1050	2200	-	65	1300

Tableau 3. 2 : Composition chimique des alliages de zirconium utilisés (ppm en poids)

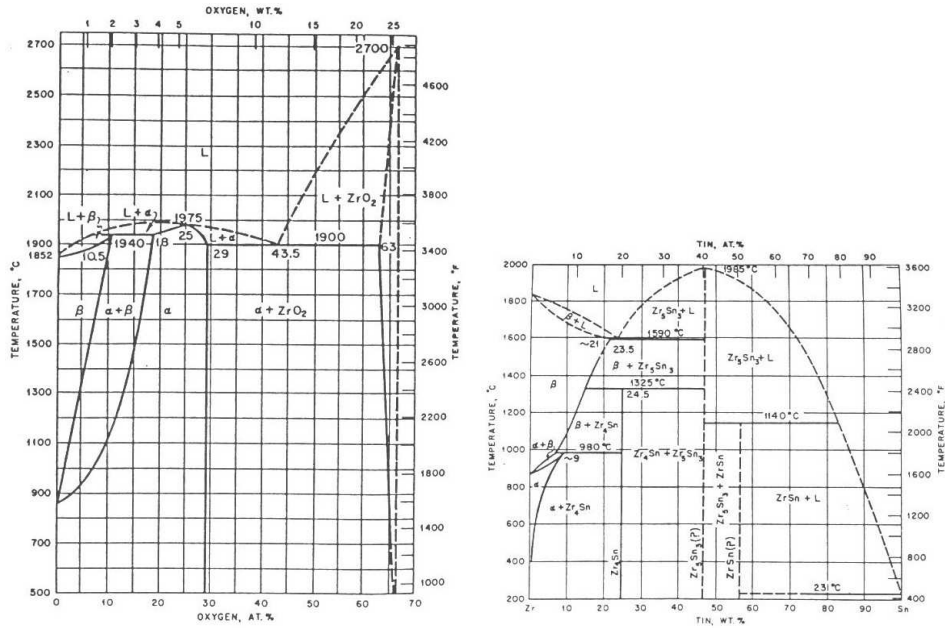


Figure 3. 1 : Diagrammes de phase Zr-O et Zr-Sn [Lut55]

L'oxygène et l'étain sont des éléments alphas (cf. : figure 3.1) à température ambiante. Ils se trouvent en solution solide sur les sites interstitiels pour l'oxygène et sur les sites substitutionnels pour l'étain. L'oxygène a rapidement été identifié comme élément permettant d'augmenter la limite d'élasticité du matériau. Il est ajouté volontairement lors de l'élaboration sous forme de poudre d'oxyde et est à ce titre un élément d'alliage à part entière. L'étain est à l'origine d'une grande classe d'alliages, les Zircaloy. Il a été principalement ajouté pour améliorer la résistance à la corrosion, contribuant ainsi à contrebalancer les effets nocifs de l'azote.

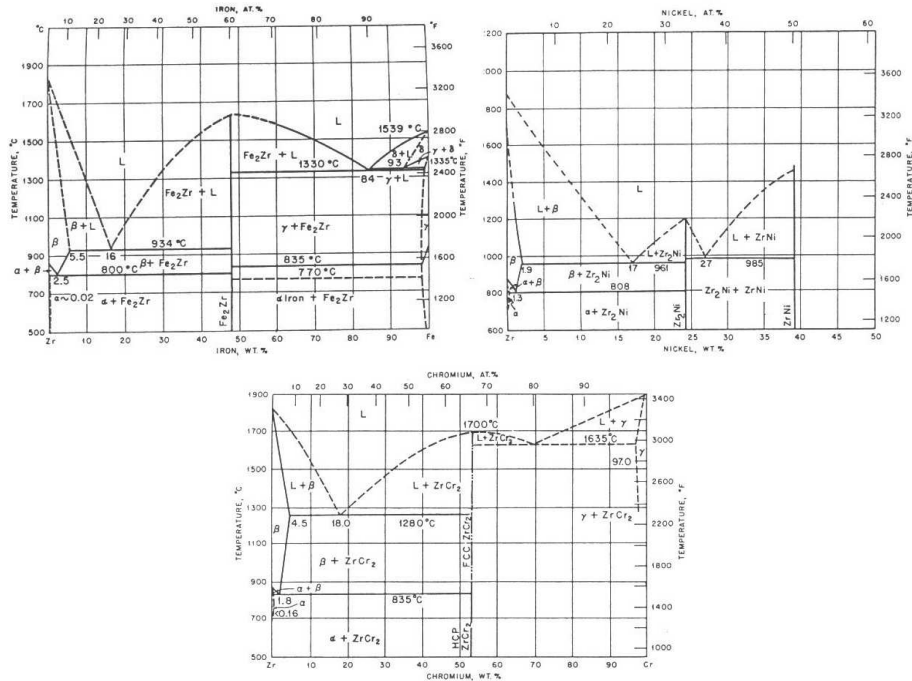


Figure 3. 2 : Diagrammes de phase Zr-Fe, Zr-Ni, et Zr-Cr [Lut55]

Le fer, le nickel et le chrome sont des éléments bétagènes (cf. : figure 3.2) entrés dans le processus de fabrication des Zircaloy par accident et se révélant d'un caractère bénéfique en corrosion. Ils sont quasiment insolubles en phase α (solubilité inférieure à 200 ppm à 800°C) et se trouvent principalement sous la forme de précipités, intergranulaires et intragranulaires, de taille inférieure au micromètre et qui sont, selon la littérature, de type $Zr_2(Fe,Ni)$ et $Zr(Fe,Cr)_2$ [Lev96].

3.2 Caractérisation microstructurale

3.2.1 Présence de précipités

Les éprouvettes de zirconium grade 702 utilisées lors de cette étude ont été prélevées sur des tôles laminées de 8mm d'épaisseur dont disposait le CEA/DEN/SRMA. Durant les années 90, de nombreux travaux concernant ce matériau ont été réalisés sur des échantillons issus de ces mêmes tôles (thèses de Pujol [Puj94], Caré [Car95], Crépin [Cré95] et Vogel [Vog96]), travaux sur lesquels nous nous appuyerons au cours de cette étude.

Le zirconium grade 702 considéré est un matériau ayant subi un traitement de recristallisation. Les grains sont alors équiaxes et présentent une faible densité initiale de dislocations. La microstructure granulaire a été observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) (cf. : figure 3.3).

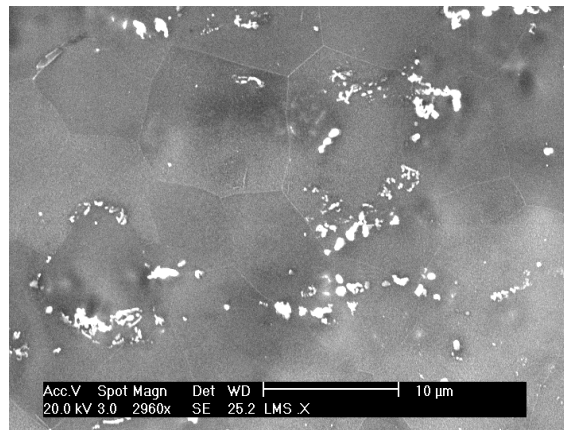


Figure 3. 3 : Microstructure du zirconium grade 702(mode BSE)

Nous pouvons observer sur la figure 3.3 des précipités (en blanc sur l'image). Ceux-ci sont intergranulaires ou intragranulaires et ont une taille de l'ordre du micromètre. Une analyse qualitative de ces précipités est réalisée en microanalyse de photons X par sonde EDS (Energy Dispersive Spectrometry). Le principe de cette mesure ainsi que les conditions opératoires sont reportées en annexe 2.

Nous pouvons remarquer sur le spectre EDS de la figure 3.4 la présence de fer, de chrome et nickel qui sont les éléments attendus dans les précipités. Le spectre a été amplifié afin de bien distinguer les divers pics ; c'est pourquoi le pic de zirconium est tronqué (ce pic correspond à la fois au zirconium contenu dans les précipités et au zirconium contenu dans la matrice et ne peut être supprimé car la taille de la poire d'interaction du faisceau avec le matériau, pour un MEB à filament de tungstène, est supérieure à la taille des précipités). Ce spectre présente aussi un faible pic de carbone qui correspond à la présence d'impuretés dans la chambre du MEB.

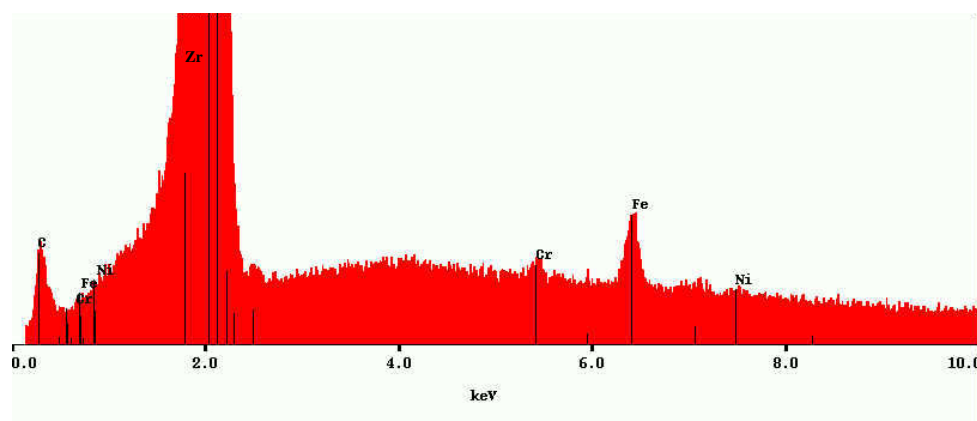


Figure 3. 4 : Spectre issu de l'analyse EDS d'une zone de l'échantillon contenant des précipités

3.2.2 Texture cristallographique

Les éprouvettes utilisées ici sont prélevées à cœur sur une tôle de 8mm d'épaisseur. Ainsi, nous nous affranchissons des effets de peau mis en évidence par Pujol [Puj94].

La texture cristallographique est alors mesurée sur les éprouvettes à partir des analyses par EBSD. Celle-ci sont réalisées sur des zones de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ en utilisant un pas de mesure de $1 \mu\text{m}$. A chaque pointé de mesure est associé, par analyse EBSD, un triplet d'angles d'Euler (Φ_1, Φ, Φ_2) correspondant à l'orientation du cristal analysé dans le repère de l'analyse. L'utilisation de figures de pôles permet la visualisation de la texture.

La figure 3.5 a été obtenue à la suite de l'analyse par EBSD réalisée sur une éprouvette prélevée dans la direction DL de la tôle.

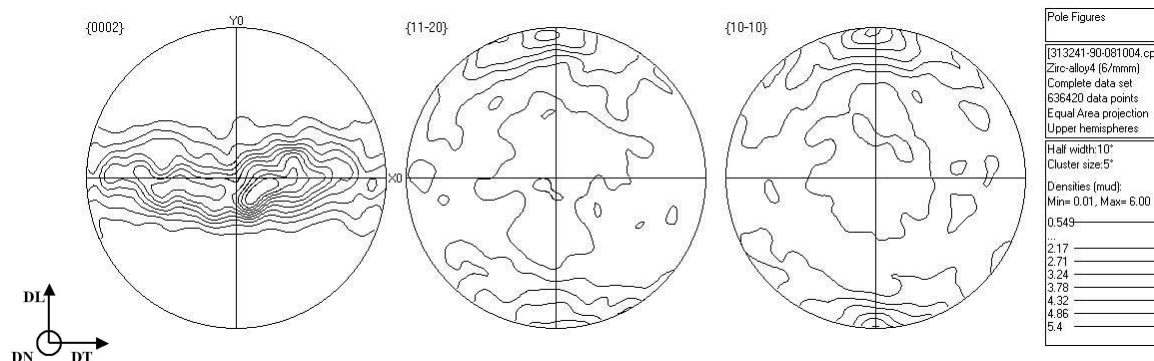


Figure 3. 5 : Texture issue de l'analyse par EBSD d'une zone de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ (pas d'analyse : $1 \mu\text{m}$) sur une éprouvette prélevée dans la direction DL

Nous pouvons observer sur ces figures de pôles, une texture cristallographique fortement marquée (intensité maximale des lignes d'iso-densité égale à 5,49). Cette texture est principalement liée aux conditions de transformation durant les dernières passes du laminage. En effet, lors du laminage, les pôles $\langle 0002 \rangle$ se localisent préférentiellement le long de la direction transversale et dans deux zones de forte densité situées à environ $\pm 40^\circ$ de la direction DN, centre de la projection.

Nous pouvons ainsi schématiser la texture de ce matériau par 2 orientations préférentielles représentées sur la figure 3.6, pour laquelle les axes $\langle c \rangle$ ($\langle 0002 \rangle$) sont préférentiellement orientés à environ $\pm 40^\circ$ de DN dans le plan DN-DT. De plus, la distribution des axes $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ est quasi équiprobable suivant la direction de laminage DL, l'intensité des lignes d'iso-densité observée sur la figure 3.5 pour ces orientations étant la même.

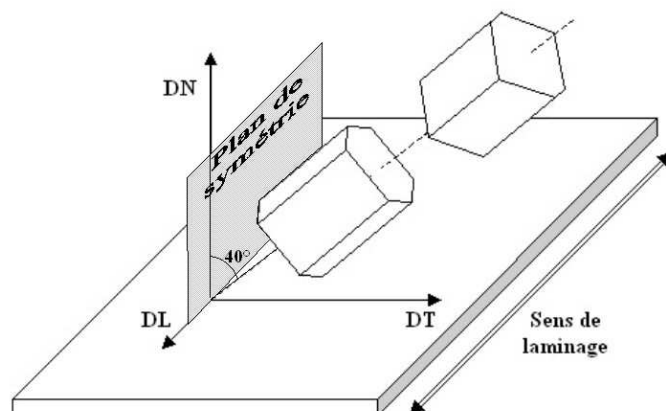


Figure 3. 6 : Schématisation de la texture du matériau

En comparant la texture obtenue par analyse EBSD sur une zone de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ à celle obtenue par diffraction de RX sur une zone de 1 cm^2 et réalisée au CEA/DEN/SRMA par Béchade sur le même matériau (cf. : figure 3.7), nous pouvons constater la similarité des deux résultats. Ainsi, l'utilisation d'une surface de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ pour l'analyse par EBSD permet d'obtenir, en terme de texture, un résultat similaire à celui obtenu par diffraction de RX. L'utilisation de l'EBS pour obtenir le champ d'orientations cristallines permet donc également, sous réserve d'analyser une surface suffisamment grande, ce qui est le cas ici pour une surface de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$, de réaliser une analyse de texture représentative.

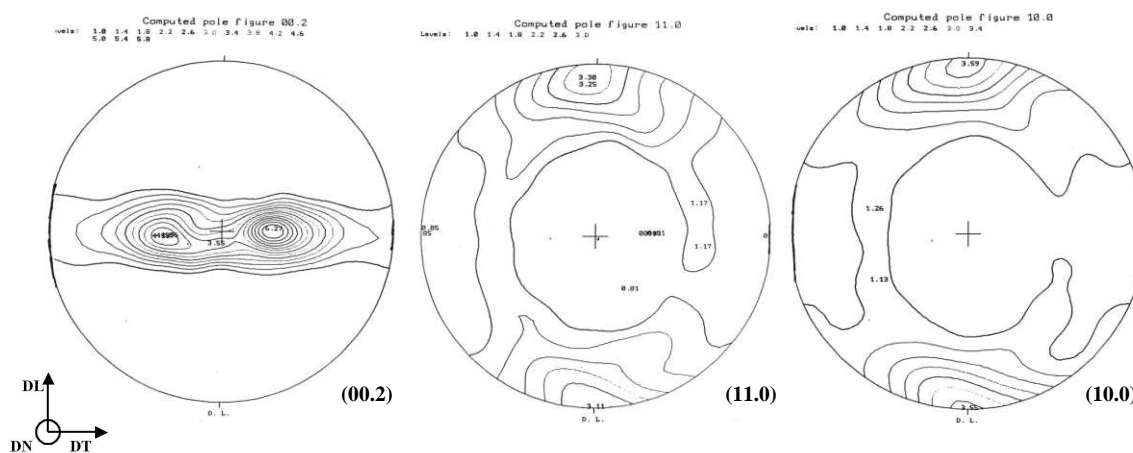


Figure 3. 7 : Texture obtenue par diffraction de RX [Béc95]

3.2.3 Répartition et taille des grains

L'analyse par EBSD réalisée point par point permet non seulement d'accéder au champ local d'orientations cristallographiques sur la plage étudiée, défini par la connaissance, en chaque point de mesure (X, Y), des trois angles d'Euler (Φ_1 , Φ , Φ_2) et à la texture cristallographique (§ 3.2.2.), mais aussi d'obtenir des caractéristiques morphologiques de la microstructure granulaire telles que la distribution de taille des grains ou leur répartition en surface. Ces caractéristiques peuvent être considérées comme intrinsèques au matériau étudié lorsque l'analyse est réalisée sur une surface représentative.

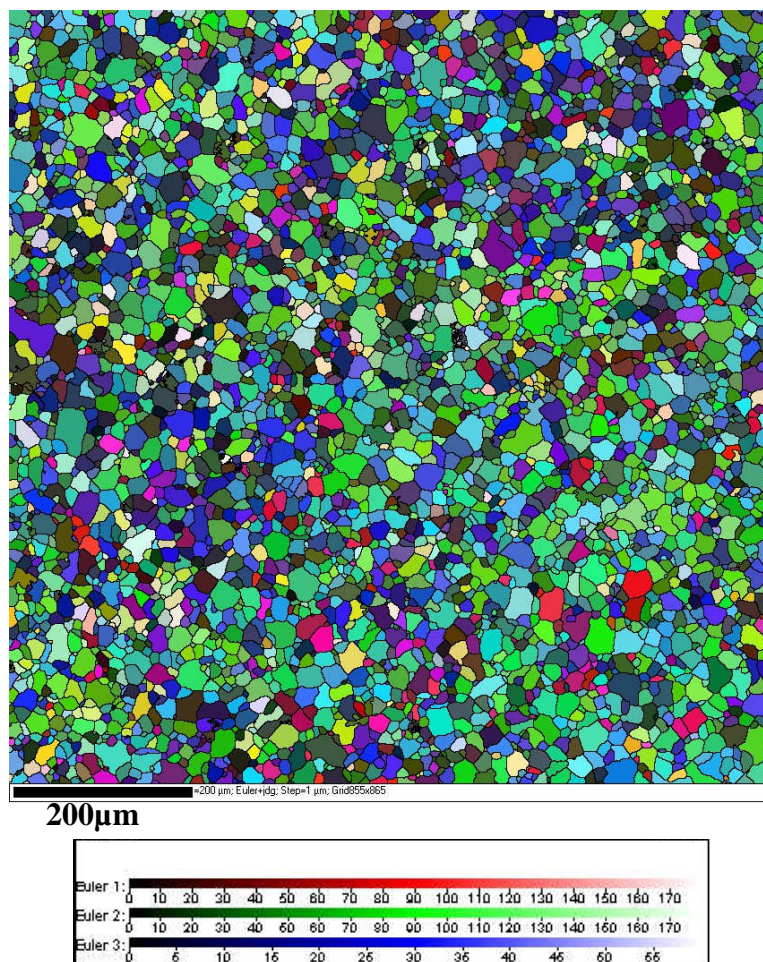


Figure 3. 8 : Cartographie des orientations cristallines (angles d'Euler) obtenue par analyse par EBSD sur une éprouvette prélevée à 45° de la direction DL

Nous pouvons voir sur la figure 3.8 une cartographie du champ d'orientations cristallographiques obtenue à l'issue de l'analyse par EBSD d'une zone d'environ $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ sur une éprouvette prélevée à 45° de la direction DL. Sur cette figure, à chaque triplet d'angles d'Euler est associée, après discrétisation, une couleur. Nous pouvons remarquer la présence de grains de petite taille. Une analyse réalisée à l'aide d'un logiciel de traitement de données (*Tango* développé par HKL Technology) nous fournit les caractéristiques de taille des grains.

Nous pouvons constater (cf. : figure 3.9) une répartition de taille de grains s'étalant sur une plage allant de $2 \mu\text{m}$ à $35 \mu\text{m}$. L'absence de grains de taille inférieure à $2 \mu\text{m}$ est due à la procédure de réduction de bruit utilisée pour « nettoyer » la cartographie (cf. : paragraphe 2.3.1). La compilation des résultats obtenus sur les différentes éprouvettes analysées (les résultats sont reportés en annexe 4) permet de déterminer une taille moyenne des grains d'environ $15 \mu\text{m}$ avec un écart-type d'environ $14 \mu\text{m}$.

De plus, l'analyse par EBSD nous permet d'accéder à certaines caractéristiques de la répartition spatiale des orientations cristallines. En effet, si la distribution de taille des grains semble homogène suite au processus de fabrication, la répartition spatiale des orientations cristallines est au contraire marquée par cette dernière.

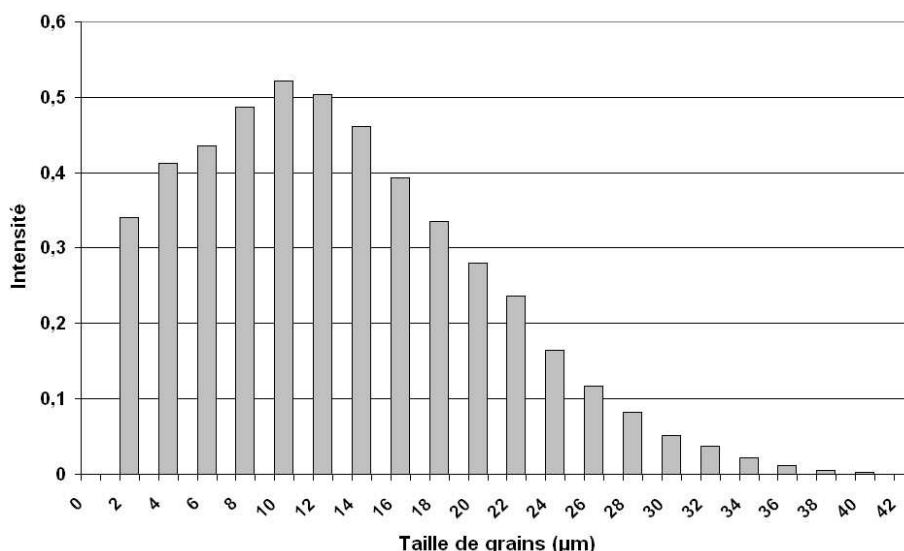


Figure 3. 9 : Répartition de la taille de grains pour le zirconium grade 702

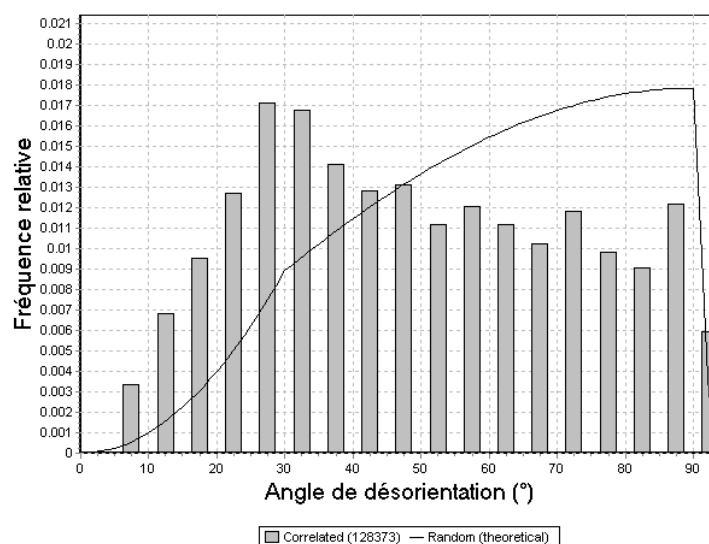


Figure 3. 10 : Distribution des désorientations entre grains voisins pour le zirconium grade 702 analysé (moyenne sur toutes les cartographies réalisées). La courbe continue correspond à la distribution théorique obtenue pour une distribution uniforme de désorientations.

Nous pouvons vérifier cette affirmation à l'aide de la distribution des angles de désorientation entre grains voisins présentée sur la figure 3.10. La courbe continue correspond à celle attendue pour une distribution uniforme des désorientations (courbe de MacKenzie [HKL]). L'histogramme montre alors que le matériau présente une distribution d'orientations cristallines corrélée pour laquelle l'angle principal de désorientation des grains voisins se situe à 30° , désorientation entre les deux orientations de monocristaux quasi équiprobables $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ par rapport à $\langle c \rangle$ repérées précédemment lors de l'analyse de la texture du zirconium grade 702 étudié. Ainsi le procédé de fabrication entraîne non seulement l'apparition d'une texture cristallographique, mais implique aussi une distribution d'orientations cristallines non uniforme.

Ainsi, le zirconium grade 702 utilisé au cours de cette étude présente une texture fortement marquée qui augure un comportement mécanique fortement anisotrope. La réponse

mécanique macroscopique des différents échantillons devrait présenter des différences notables suivant leur direction de prélèvement dans la tôle laminée.

3.3 Comportement mécanique du zirconium

3.3.1 Élasticité

Comme nous l'avons vu au chapitre 2, des mesures de constantes d'élasticité de monocristaux de zirconium ont été effectuées par Fisher et Renken [Fis64] entre 4 et 1155K. Ils ont montré que le zirconium présente un comportement élastique légèrement anisotrope, qui évolue avec la température (cf. : tableau 3.3).

Températures	C ₁₁	C ₃₃	C ₄₄	C ₁₂	C ₁₃
25°C	143,4	164,8	32	72,8	65,3
280°C	130,1	155,9	28,2	78,6	65,7

Tableau 3. 3 : Constantes d' élasticité (GPa) du Zr en notation de Voigt [Fis64]

3.3.2 Plasticité

Les matériaux hexagonaux peuvent se déformer plastiquement par glissement des dislocations, par maclage ou par « pliage en genou » (« kink bands ») [Ten88]. Les modes de déformation activés dépendent notamment du rapport de compacité du cristal, de la composition du matériau et de la nature de la sollicitation.

Dans le zirconium grade 702, les mécanismes de déformation plastique observés sont le glissement des dislocations et le maclage.

Les quatre modes de glissement généralement observés dans les métaux à structure hexagonale sont le glissement prismatique, le glissement basal, le glissement pyramidal de première espèce et le glissement pyramidal de deuxième espèce.

Le système de glissement prismatique est le système de déformation principal pour le zirconium. Ferrer [Fer00] a réalisé une étude bibliographique poussée concernant les différents critères qui ont été utilisés afin d'explicitier la facilité relative des différents modes de glissement pour les matériaux hexagonaux. Dans un premier temps, la valeur du rapport c/a a été considérée comme critère distinguant les matériaux pour lesquels le système facile est le système basal ($c/a > \sqrt{\frac{8}{3}}$) et ceux pour lesquels le système prismatique est le système de glissement facile ($c/a < \sqrt{\frac{8}{3}}$). Néanmoins cette règle souffrant de trop d'exceptions, d'autres

critères ont vu le jour en référence à l'anisotropie élastique [Yoo67], à la dissociation des dislocations [Tys67] ou à la transformation allotropique phase hexagonale → phase cubique centrée [Rég70]. Ces critères ayant aussi échoué à prédire le système de glissement principal des hexagonaux, Legrand [Leg84] a réalisé des calculs atomiques de la structure de cœur de dislocations. Il a développé pour les métaux hexagonaux de transition pour lesquels le remplissage de la bande de valence d est compris entre 1 et 3, un potentiel dit de liaisons fortes qui prend en compte le remplissage et la structure électronique de la bande d. L'utilisation d'un tel potentiel lui permet alors de prédire correctement le plan de glissement facile à travers la valeur du rapport R de l'énergie de la faute basale sur l'énergie de la faute prismatique. Lorsque ce rapport est supérieur à 1 alors le glissement facile est prismatique et dans le cas contraire le glissement facile est le glissement basal. Ce critère semble bien fonctionner quel que soit le métal hexagonal considéré.

Ainsi, la facilité relative des systèmes de glissement dans les matériaux hexagonaux est liée au remplissage et à la structure électronique de la bande d et pour le zirconium, le système de glissement facile est le système prismatique.

Le système de glissement pyramidal $\langle a \rangle$ est le systèmes de glissement secondaire le plus actif et favorisé par la température. Le système basal est observé de façon importante à partir de 850 K lorsque les orientations sont défavorables au glissement prismatique [Akh73]. Quant au glissement pyramidal $\langle c+a \rangle$, il est actif dès qu'il faut accommoder la déformation plastique selon $\langle c \rangle$; néanmoins à basse température, il est en concurrence avec le maillage.

Pour le zirconium, les principaux types de maillage observés sont donnés dans le tableau 3.4. Le maillage peut jouer, aux basses températures, un rôle important car il conduit à une réorientation du réseau cristallin qui peut être favorable au glissement.

K_1	η_1	K_2	η_2	Plan de cisaillement normal à K_1 et K_2	Amplitude du cisaillement S	Rotation du réseau
$\{10\bar{1}2\}$	$\langle\bar{1}011\rangle$	$\{\bar{1}012\}$	$\langle10\bar{1}1\rangle$	$\{\bar{1}210\}$	0,1670	$85^\circ22'$
$\{11\bar{2}1\}$	$\langle\bar{1}126\rangle$	$\{0001\}$	$\langle11\bar{2}0\rangle$	$\{\bar{1}100\}$	0,6300	$34^\circ84'$
$\{11\bar{2}2\}$	$\langle\bar{1}123\rangle$	$\{\bar{1}124\}$	$\langle22\bar{4}3\rangle$	$\{\bar{1}100\}$	0,2250	$64^\circ22'$
$\{10\bar{1}1\}$	$\langle\bar{1}012\rangle$	$\{\bar{1}013\}$	$\langle30\bar{3}2\rangle$	$\{\bar{1}210\}$	0,1044	$57^\circ05'$

Tableau 3. 4 : Caractérisation des principaux types de maillage [Ten88]

Notons de plus que Tenckhoff [Ten88] a utilisé, afin de montrer la dépendance des différents systèmes de déformation principalement observés vis à vis de l'orientation de l'axe de sollicitation par rapport à l'axe $\langle c \rangle$ du prisme hexagonal, une représentation des facteurs de Schmid de chacun des systèmes en fonction de l'angle entre l'axe $\langle c \rangle$ et la direction de sollicitation (cf. : figure 3.11). Il apparaît alors clairement des domaines de prédominance pour chaque système considéré, pour des valeurs de cisssions critiques supposées équivalentes.

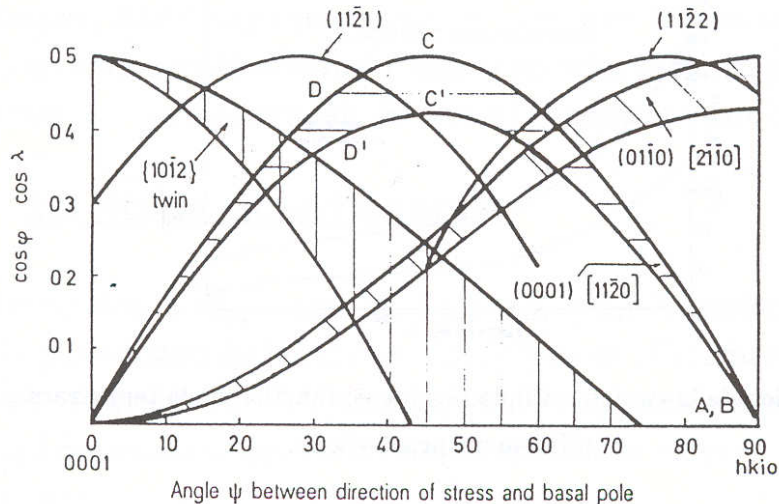


Figure 3. 11 : Dépendance du facteur de Schmid vis à vis de l'angle entre l'axe $\langle c \rangle$ et l'axe de traction pour différents systèmes de glissement et de maillage [Ten88]

Ainsi, les modes de déformation du polycristal de zirconium sont nombreux et leur activation dépend de plusieurs facteurs : le mode de sollicitation, l'orientation du cristal par rapport à l'axe de sollicitation, la température de l'essai, la texture cristallographique... Pour le zirconium grade 702, nous considérerons :

- le glissement prismatique comme famille principale de systèmes de glissement,
- le glissement pyramidal de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$ comme famille secondaire,
- les systèmes de glissement basal et pyramidal de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$ comme famille tertiaire;
- enfin, le maclage comme mécanisme actif à basse température (température ambiante).

3.4 Réponses mécaniques macroscopique et à l'échelle de la microstructure granulaire

Comme nous l'avons vu précédemment, de nombreuses études ont été réalisées sur le zirconium grade 702. Ainsi, son comportement à l'échelle macroscopique est relativement bien connu pour différents chargements. Néanmoins, faute des données nécessaires à ce travail (champs de déplacement à l'échelle granulaire), obtenues à l'aide de moyens de mesures postérieurs à ceux utilisés dans les études citées, nous avons dû les acquérir en réalisant des essais sur des éprouvettes prélevées suivant cinq orientations par rapport à la direction de laminage : 0° , 30° , 45° , 60° et 90° .

Le principe de cette étude expérimentale, conformément à la démarche et à la méthodologie exposées au chapitre précédent, est de réaliser une identification de loi de comportement intracristallin à partir d'essais simples instrumentés, puis d'en effectuer la validation sur d'autres essais (éprouvettes prélevées suivant différentes orientations ou essais plus complexes, tels que des essais biaxés). C'est pourquoi, les essais choisis pour l'identification sont des essais de traction uniaxiale. Dans un premier temps, ceux-ci seront réalisés à température ambiante afin de tester le protocole expérimental utilisé, puis des essais seront réalisés à 280°C , afin de limiter au mieux l'apparition de déformation par maclage.

Précisons dès maintenant que, alors que notre démarche d'identification s'était initialement placée dans le cadre d'une vision classique, selon laquelle le comportement plastique du polycristal peut être déduit de la connaissance du comportement de ses phases constitutives, définies comme les familles de grains de même orientation cristalline, notre étude expérimentale a mis en évidence une réalité plus complexe faisant apparaître, la formation précoce de bandes de localisation de la déformation plastique sur des ensembles de plusieurs grains voisins. L'étude de la formation et la caractérisation de ces modes d'hétérogénéité de la déformation plastique à l'échelle de plusieurs grains s'est donc progressivement imposée comme indispensable au cours de notre étude.

C'est pourquoi nous avons notamment réalisé des essais avec changement de trajet de chargement, sur éprouvettes équipées d'extensomètres ainsi que de microgrilles, ceci afin, d'une part, d'observer les champs de déformation et leur évolution au cours de tels essais, et d'autre part, d'élargir le champ de notre objectif de validation.

3.4.1 Essais de traction uniaxiale

A l'aide des essais instrumentés (extensométrie classique + microextensométrie), nous confronterons dans un premier temps les résultats obtenus à l'échelle macroscopique aux résultats présents dans la littérature. Puis, nous chercherons à caractériser la distribution des déformations résiduelles surfaciques obtenues à l'échelle locale par microextensométrie pour les différents essais de traction uniaxiale. Nous pourrons alors comparer suivant la température de l'essai et la direction de sollicitation les caractéristiques (notamment longueur et largeur des bandes de localisation de la déformation) des champs de déformation obtenus.

Nous avons vu précédemment l'utilité de connaître au cours du chargement l'évolution du rapport des déformations transversale sur axiale. Ceci nécessite alors d'équiper les éprouvettes sollicitées d'un extensomètre axial et d'un extensomètre transversal. Toutefois, à 280°C il ne sera pas possible de placer sur une même éprouvette les deux extensomètres

(problème d'encombrement dans le four) ; c'est pourquoi les premiers essais sont réalisés à température ambiante afin de vérifier la possibilité de croiser les essais : est-il possible de remonter à l'évolution du rapport de la déformation transversale à la déformation axiale au cours d'un essai en connaissant la déformation axiale issue d'un essai réalisé sur une éprouvette et la déformation transversale issue d'un essai réalisé de façon identique sur une seconde éprouvette prélevée dans le même sens que la première ?

3.4.1.1 Essais à température ambiante

Protocole expérimental

Trois éprouvettes sont sollicitées par orientation de prélèvement afin de valider la reproductibilité de l'essai. Pour chaque direction de prélèvement, une éprouvette est préparée pour les mesures de champs obtenues en microextensométrie (polissage, EBSD, microgrilles, imagerie de référence).

Les éprouvettes sont équipées de deux extensomètres, un extensomètre longitudinal et un extensomètre diamétral (cf. : figure 3.12).

L'extensomètre longitudinal est positionné sur la face sur laquelle les microgrilles ont été déposées (cf. : figure 3.12). Sa base de mesure est de 25mm. L'extensomètre diamétral est positionné au niveau des microgrilles et sa base de mesure correspond à la largeur de l'éprouvette, soit 6mm.

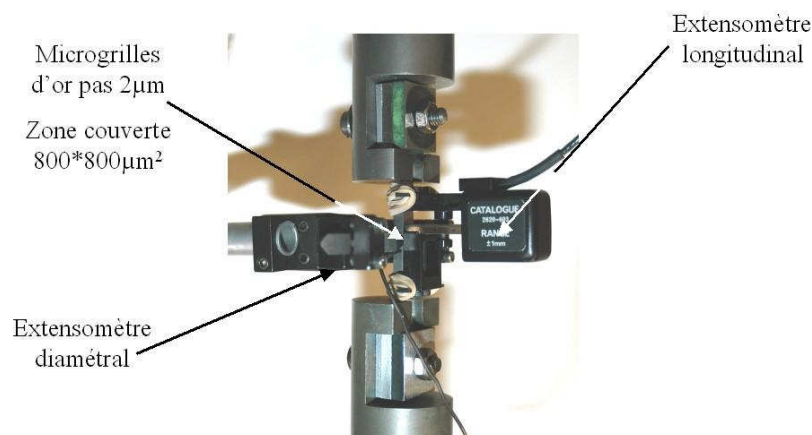


Figure 3. 12 : Montage utilisé pour les essais de traction à température ambiante

Les essais de traction sont effectués à vitesse de déplacement de traverse constante de $2 \cdot 10^{-2} \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ (ce qui correspond dans le domaine stabilisé à une vitesse de déformation constante de $4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) jusqu'à une déformation totale de 2,5%. A la fin de l'essai, l'éprouvette est déchargée et les images des microgrilles déformées sont acquises.

Réponse mécanique macroscopique

Sur la figure 3.13, nous pouvons observer les courbes de traction obtenues pour les essais réalisés suivant différents sens de prélèvement. Comme nous l'avons vu précédemment, le comportement élastique est quasiment isotrope. Le tableau 3.5 récapitule les valeurs des modules de Young mesurés au cours de ces essais. On peut remarquer que, quel que soit le sens de prélèvement, le module de Young est égal à $105 \pm 6 \text{ GPa}$.

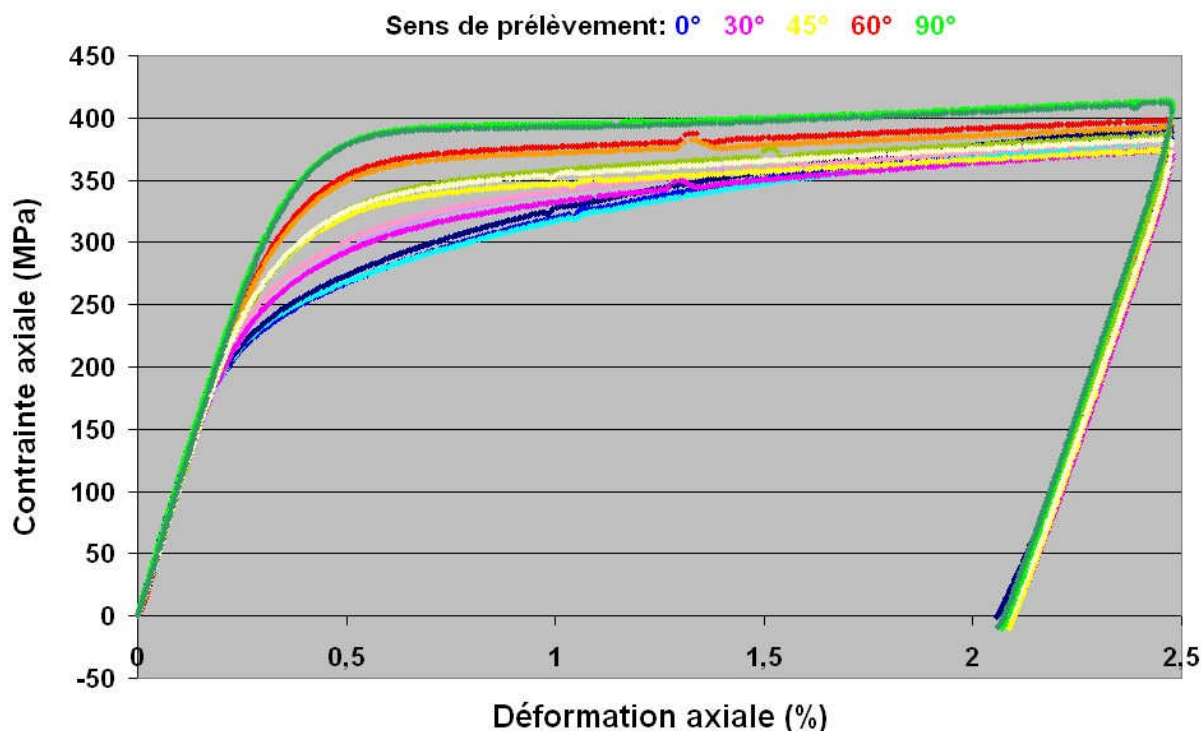


Figure 3. 13 : Réponses mécaniques obtenues pour les essais de traction à température ambiante

Sens de prélèvement	0°	30°	45°	60°	90°
Module de Young (GPa)	107	107	104	108	107
	111	104	105	108	111
	106	99	106	104	-

Tableau 3. 5 : Valeurs des modules de Young déterminées au cours des essais de traction

Nous vérifions, sur la figure 3.13, la présence d'une légère inflexion pour la direction de sollicitation DT [Puj94]. La figure 3.14 présente une comparaison entre les courbes de traction obtenues pour une sollicitation de traction à 45° de DL et celles obtenues pour une sollicitation suivant DT. Nous pouvons remarquer alors que si pour une sollicitation à 45° de DL, le durcissement est linéaire, pour une sollicitation suivant DT un léger changement de pente apparaît.

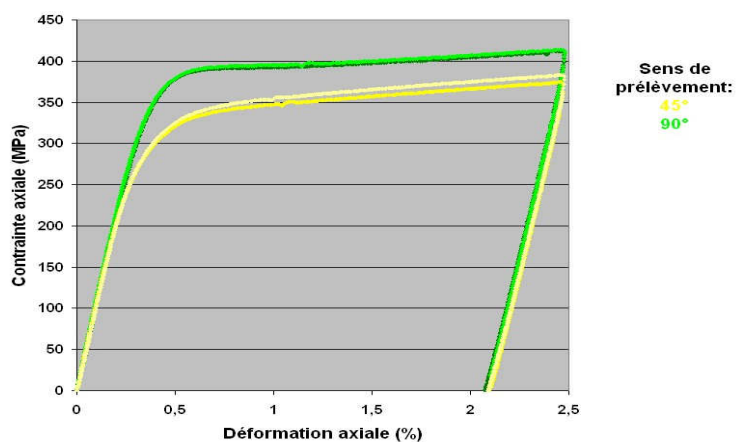


Figure 3. 14 : Réponses mécaniques obtenues pour des essais de traction à température ambiante, visualisation d'une zone d'inflexion

Pujol [Puj94] nomme cette inflexion « crochet de traction ». Selon elle, il est le résultat de l'interaction entre les atomes interstitiels, notamment l'oxygène, et les dislocations. Cet effet est aussi à relier à différents phénomènes présents sur le zirconium tels que l'existence de bandes de Lüders, l'effet Portevin-Le Chatelier et le phénomène de maclage.

Nous ne nous intéresserons pas au cours de ce travail à la cause de la présence d'un tel « crochet de traction », en retenant seulement le fait qu'il accentue encore l'aspect anisotrope du comportement mécanique du zirconium grade 702.

La figure 3.15 présente l'évolution du rapport des déformations transversale et axiale en fonction de la déformation axiale pour différentes directions de sollicitation. Dans le domaine d'élasticité, Northwood *et al.* [Nor75] ont montré qu'un polycristal texturé de Zircaloy-2 (texture et taille de grains identiques à celles de notre zirconium grade 702) présente un coefficient de Poisson de 0,36 à température ambiante. S'il présentait dans le domaine d'écoulement plastique un comportement isotrope incompressible, alors le rapport des déformations plastiques transversale et axiale dans ce domaine serait égal à -0,5. Or, pour le zirconium grade 702, ce rapport, quelle que soit la direction de prélèvement de l'éprouvette dans le plan de la tôle, est inférieur à cette valeur de -0,5. De plus, nous remarquons que la valeur atteinte par ce rapport à 2,5% de déformation évolue en fonction de la direction de sollicitation : plus celle-ci est proche de DL, plus le rapport des déformations est élevé sans toutefois atteindre la valeur de -0,5. Cet écart au rapport de référence de -0,5 tient au comportement hautement anisotrope du matériau et à sa texture fortement marquée.

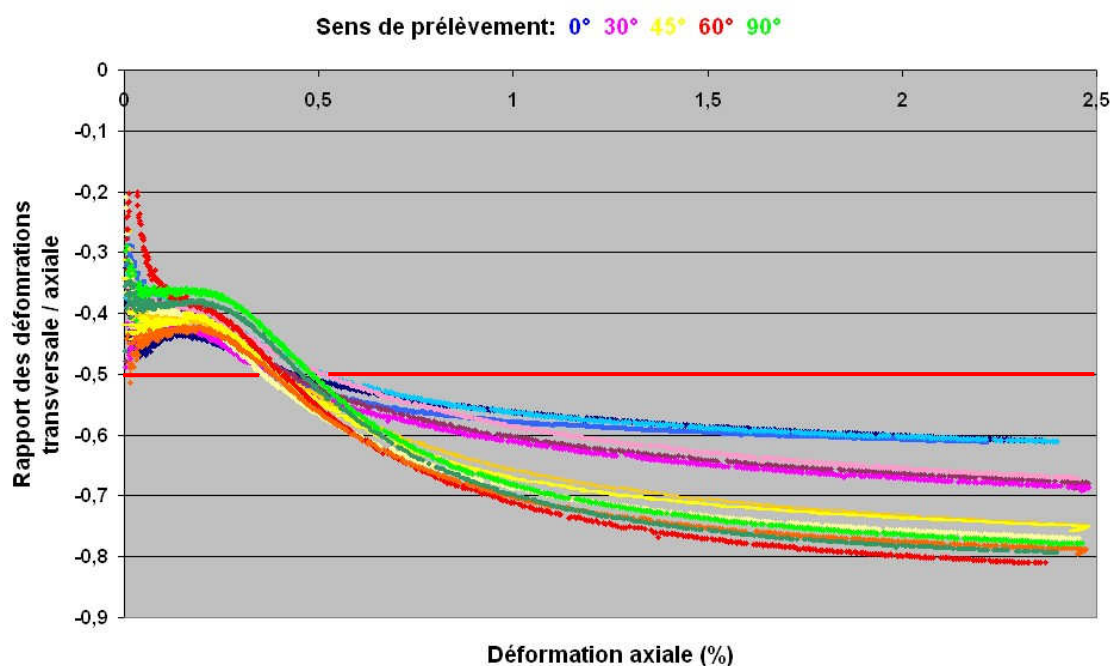


Figure 3. 15 : Evolution du rapport de la déformation transversale à la déformation axiale en fonction de la déformation axiale, pour des essais de traction à température ambiante, pour différentes directions de sollicitation par rapport à DL, éprouvettes prélevées dans le plan de la tôle

A 280°C, à cause d'un problème d'encombrement dans le four, l'utilisation simultanée de deux extensomètres n'est pas possible. Il est donc nécessaire de savoir s'il est ou non possible en pratique, comme ça l'est en théorie, de « croiser » les essais : nous entendons par là, nous l'avons dit, la possibilité d'analyser l'évolution du rapport de la déformation transversale à la

déformation longitudinale en mesurant successivement, pour deux éprouvettes « identiques » sollicitées de manière « identique », la première sur l'une et la seconde sur l'autre. Pour ce faire, il est nécessaire d'évaluer la précision des moyens de mesure pour assurer une bonne reproductibilité des résultats. Or nous pouvons observer sur la figure 3.16 que si, pour trois essais théoriquement identiques, équipés d'extensomètres longitudinal et diamétral, les résultats obtenus, en termes d'évolution du rapport des déformations transversale sur axiale en fonction de la déformation axiale, sont à peu près superposables lorsque la déformation dépasse 1,5%, les écarts sont trop importants en dessous de 1,5% (ils peuvent atteindre 33%) pour autoriser un « croisement » fiable. Ceci est principalement dû à l'utilisation d'extensomètres insuffisamment précis (précision de l'ordre de 10^{-4}) dans le domaine d'élasticité. La précision des extensomètres diminuant avec l'augmentation de la température, il sera donc nécessaire de trouver une autre solution que le « croisement » pour exploiter pleinement les essais à 280°C.

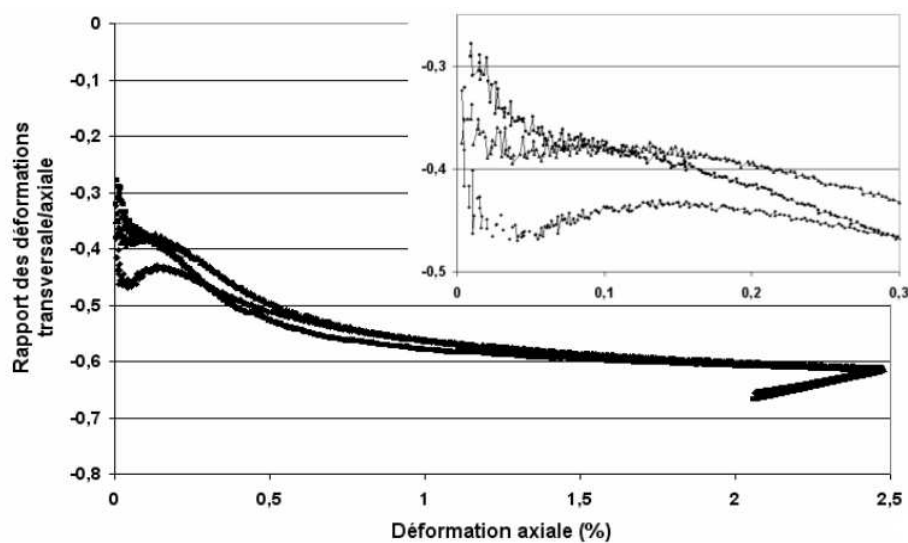


Figure 3. 16 : Evolution du rapport des déformation transversale sur axiale en fonction de la déformation axiale pour les trois essais de traction à température ambiante réalisés suivant la direction DL

Concernant l'anisotropie du comportement plastique du zirconium grade 702, nous avons pu déjà constater, sur la figure 3.13, que la réponse en traction évolue fortement avec le sens de prélèvement de l'éprouvette.

Nous pouvons également y remarquer que la capacité de consolidation est faible et ceci est d'autant plus marqué que la direction de sollicitation est proche de DT. La figure 3.17 montre cette évolution en fonction de la direction de sollicitation au travers de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% ($R_p 0,2\%$). Conformément aux résultats de la littérature [Puj94], la limite d'élasticité varie d'environ 270MPa pour une sollicitation suivant DL à environ 390MPa pour une sollicitation suivant DT.

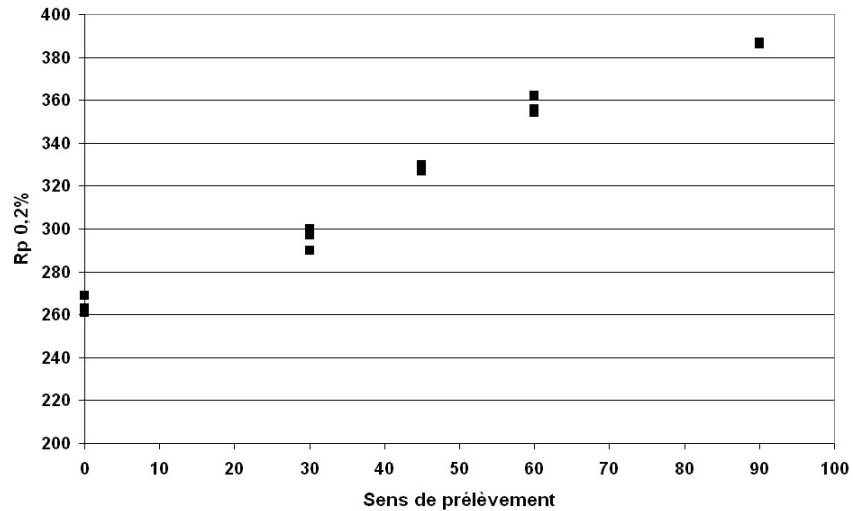


Figure 3. 17 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la direction de prélèvement des éprouvettes par rapport à DL à température ambiante

On peut remarquer que les valeurs de Rp0,2% rapportées sur la figure 3.17 en fonction de l'angle de la direction de prélèvement et de la direction de laminage sont sensiblement inversement proportionnelles aux facteurs de Schmid moyens, FS_p^{moy} , des glissements prismatiques correspondants. Ceux-ci, déterminés à partir de l'analyse EBSD, sont donnés dans le tableau 3.6 et les produits $FS_p^{moy} * Rp0,2\%$ sont reportés sur la figure 3.18 en fonction de la direction de prélèvement : ils sont remarquablement constants autour d'une valeur de 120 MPa. Dans une hypothèse de contrainte uniforme, assez réaliste compte tenu de la faible anisotropie élastique du zirconium, et de validité de la loi de Schmid pour les seuls systèmes prismatiques, cette valeur représenterait la cisssion réduite critique à 0,2%, $\tau_{c0,2\%}$, sur ces systèmes, selon la relation classique :

$$\tau_{c0,2\%} = FS_p^{moy} * \Sigma_{axial}^{0,2\%} \quad (3.1)$$

Sens de prélèvement	0°	30°	45°	60°	90°
FSp moyen	0,45	0,40	0,37	0,31	0,29

Tableau 3. 6 : Facteurs de Schmid moyens pour les glissements prismatiques pour différentes directions de sollicitation par rapport à DL

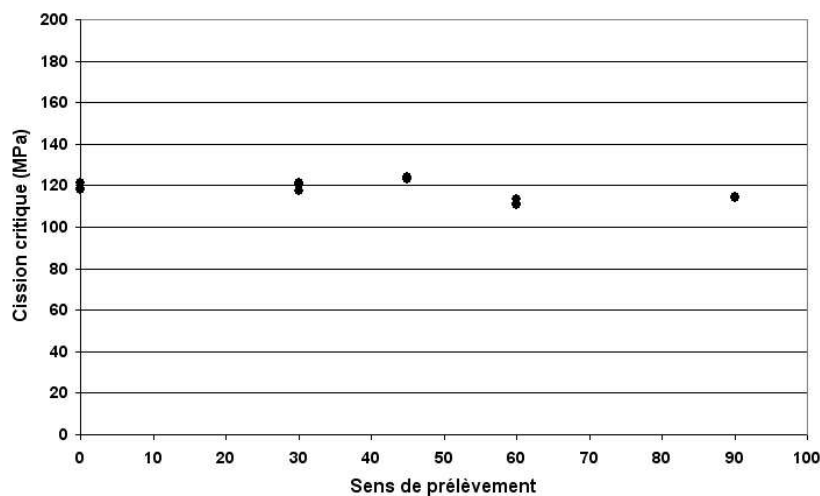


Figure 3. 18 : Evolution de la cisssion critique en fonction de la direction de sollicitation par rapport à DL

Au premier ordre, nous pouvons donc considérer que seul le système de glissement prismatique est nécessaire à la déformation plastique dans ses premiers stades et qu'une hypothèse de contrainte uniforme, couplée à la loi de Schmid, rend bien compte des valeurs mesurées. Bien sûr, cette vision schématique serait en défaut dans un régime de plasticité déclarée.

Nous avons vu que la distribution des orientations cristallines au sein du matériau n'est pas uniforme. Ceci ne devrait pas être sans conséquence sur les réponses mécaniques locales et l'anisotropie du comportement mécanique. On peut s'en rendre compte en analysant la distribution des facteurs de Schmid des systèmes de glissement prismatiques (notés FSp), systèmes principaux de déformation plastique à température ambiante, pour une sollicitation suivant l'axe de l'éprouvette. La figure 3.19 montre que la distribution des FSp varie suivant le sens de prélèvement de l'éprouvette dans la tôle laminée, à 0°, 30°, 45°, 60° et 90° par rapport à DL. Nous pouvons en effet remarquer que plus la direction de prélèvement est proche de DL, plus la fraction surfacique de grains possédant un FSp élevé est grande, de sorte que l'activité du glissement prismatique y est plus importante. Ceci est en bon accord avec l'analyse de texture précédemment réalisée schématisée par deux orientations cristallines dont l'axe $\langle c \rangle$ est orienté à $\pm 40^\circ$ de DN et les axes $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ et $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ suivant DL.

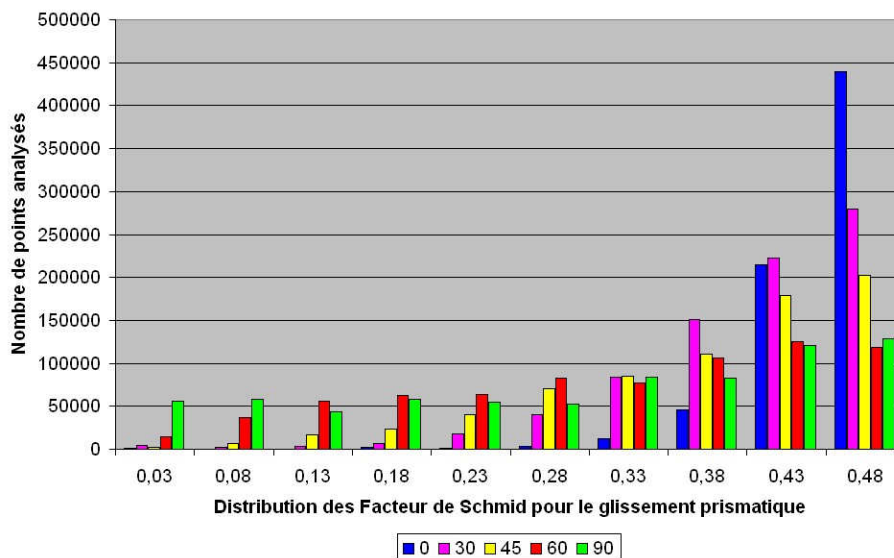


Figure 3. 19 : Distribution des FSp sur des zones d'étude de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ pour des éprouvettes prélevées à différents angles de la direction DL

En vue de compléter notre perception de la microstructure granulaire en lui affectant des caractéristiques mécaniques intuitives, nous avons recherché sa schématisation en y distinguant des grains plus « raides » et des grains plus « souples ». Le tableau 3.6 indiquant une variation du facteur de Schmid moyen des glissements prismatiques en fonction de la direction de prélèvement de 0,45 pour DL à 0,29 pour DT, nous avons choisi cette dernière valeur comme seuil en considérant comme « raides » les grains (verts sur la figure 3.20) ayant un facteur de Schmid moyen pour les systèmes prismatiques inférieurs à ce seuil et comme « souples » les autres (grains gris sur la figure 3.20).

Comme nous le constatons sur la figure 3.19, pour une éprouvette prélevée suivant DL, la majorité des grains sont « souples » et pour une éprouvette prélevée dans la direction DT, les grains « raides » semblent regroupés en amas de quelques grains (cf. : figure 3.20). Pourraient alors être introduites pour ce matériau des modélisations différentes selon la direction de

sollicitation, proposant une approche de type « inclusion raide dans matrice souple » avec une faible proportion d’inclusions pour le sens DL et une proportion plus importante d’inclusions pour le sens DT. Rappelons cependant qu’un tel traitement obéit à l’hypothèse réductrice d’activation du seul glissement prismatique.

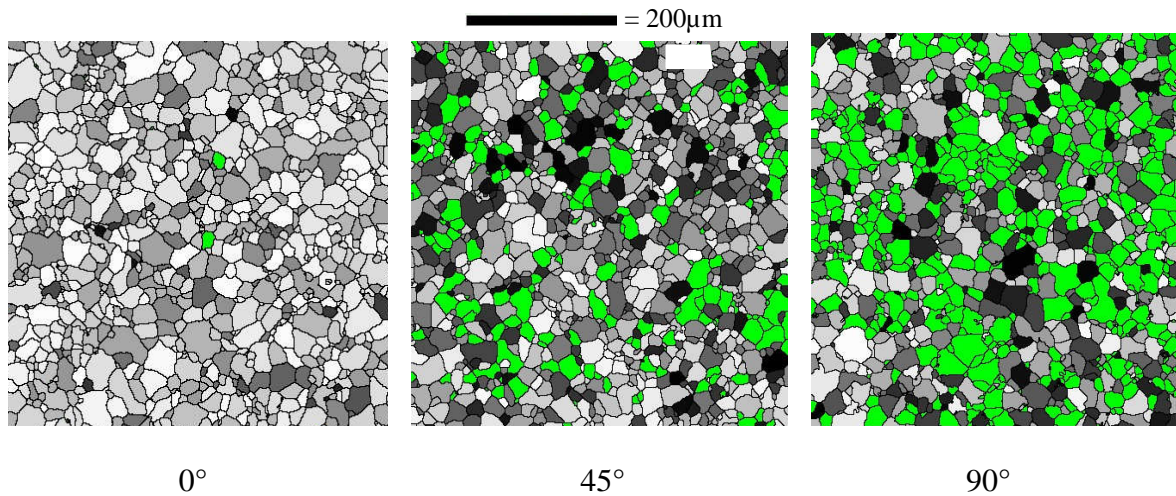


Figure 3. 20 : Cartographie des FSp compris entre 0,29 et 0,5 (vert<0,29 ; noir=0,29 ; blanc=0,5) pour des éprouvettes prélevées à 0°, 45° et 90° de DL

Une autre possibilité d’analyse de la distribution des facteurs de Schmid pour les systèmes prismatiques consiste à représenter la répartition des FSp par rapport au FSp moyen pour chaque direction de prélèvement. Ainsi, la figure 3.21 présente, pour trois directions de prélèvement, la distribution des grains présentant un FSp supérieur au FSp moyen (zones « souples » en vert). Les FSp moyens pour chacune des directions de prélèvement sont rappelés dans le tableau 3.7.

Cette représentation montre que, quelle que soit la direction de prélèvement, la même proportion de grains présente un FSp supérieur au FSp moyen. De plus, nous pouvons remarquer des différences de répartition spatiale des zones « souples ». Pour l’éprouvette prélevée suivant DT, les zones « souples » et « raides » paraissent interconnectées alors que la dispersion est plus grande pour l’éprouvette prélevée suivant DL. Nous en attendons de probables différences dans les caractéristiques des champs de déformation suivant la direction de prélèvement s’il se confirme que la répartition de la déformation est liée à la distribution des grains présentant un FSp supérieur au FSp moyen.

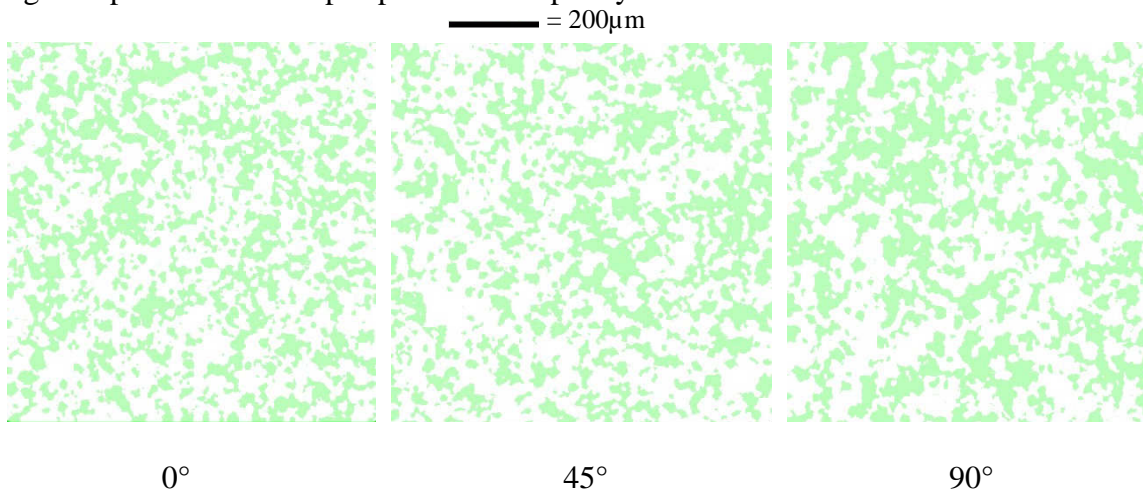


Figure 3. 21 : Cartographie des FSp supérieurs (blanc) au FSp moyen pour des éprouvettes prélevées à 0°, 45° et 90° de DL

Néanmoins, le FSp moyen suivant chaque direction de prélèvement est différent. Nous pouvons donc présumer, en gardant à l'esprit les différentes hypothèses induites par l'utilisation des facteurs de Schmid et en supposant que toute la déformation plastique est accommodée par les grains présentant un FSp supérieur au FSp moyen, que la contrainte nécessaire à l'obtention d'une même déformation moyenne dépendra de la direction de prélèvement, mais que localement, la distribution statistique des hétérogénéités de déformation sera équivalente quelle qu'elle soit.

Direction de prélèvement par rapport à DL	0°	45°	90°
FSp moyen	0,45	0,37	0,29
Proportion présentant un FSp > FSp moyen (%)	60	60	60

Tableau 3. 7 : Facteurs de Schmid des systèmes de glissement prismatiques (FSp) moyens pour 3 directions de prélèvement par rapport à DL

Il sera alors intéressant de comparer ces cartographies de FSp aux champs de déformation obtenus par microextensométrie afin de mettre à l'épreuve ces conjectures.

Principe de l'analyse statistique des cartes de déformation

Nous allons maintenant compléter l'étude des réponses mécaniques acquises au cours de ces essais à température ambiante en y intégrant les résultats issus de la microextensométrie. Cette technique permet non seulement une analyse visuelle des champs de déformation obtenus au cours d'un essai mécanique mais aussi une exploitation quantitative des données spatiales pour une caractérisation fine des hétérogénéités observées. La méthode utilisée est celle de la covariance à deux points détaillée par Doumalin dans [Dou03]. Elle est basée sur la caractérisation morphologique des champs de déformation à partir de l'analyse d'une section plane. Son principe repose sur la quantification, via une fonction de corrélation $C(\underline{h})$, de l'écart entre les valeurs de déformation pour deux points distants de \underline{h} .

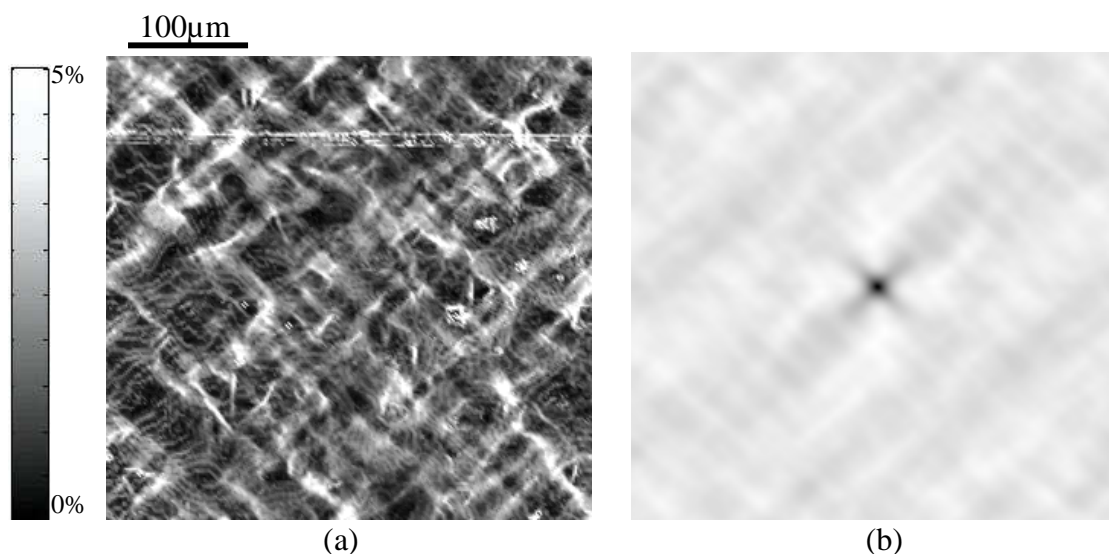


Figure 3. 22 : (a) Carte de déformation équivalente, au sens de von Mises, à 2,5% obtenue par microextensométrie pour un essai de traction à 280°C sur une éprouvette prélevée suivant DT, (b) covariogramme correspondant

A partir d'une image en niveaux de gris de la carte de déformations équivalentes acquise par microextensométrie, un covariogramme est obtenu via une procédure de calcul de la fonction de corrélation basée sur l'utilisation de la transformée de Fourier à deux dimensions.

La figure 3.22b fournit la représentation plane du covariogramme correspondant à la carte de déformation de la figure 3.22a. Cette image fournit les variations $N(\underline{h})$ (évolution du niveau de gris en fonction de h) de la fonction de corrélation $C(\underline{h})$ codée sur 256 niveaux de gris. Notons que, pour rendre comparables des résultats issus de deux covariogrammes correspondant à deux chargements différents, il est nécessaire de normaliser $C(\underline{h})$ entre 0 et 1. Pour cela, une correspondance linéaire est mise en place entre les valeurs des niveaux de gris et les valeurs de $C(\underline{h})$. Ainsi la valeur maximale des niveaux de gris (255) correspond à la valeur maximale de $C(\underline{h})$ (1), la valeur du niveau de gris moyen (N_∞) pour les grandes distances de \underline{h} correspond à la valeur limite $C(\infty)$. Nous obtenons ainsi la fonction de corrélation normalisée $C(\underline{h})$ suivante :

$$C(\underline{h}) = \frac{1 - C(\infty)}{255 - N_\infty} (N(\underline{h}) - 255) + 1 \quad (3.2)$$

N_∞ est estimé à partir de la moyenne de $N(\underline{h})$ sur les dernières oscillations de $C(\underline{h})$. $C(\infty)$ est déterminé à partir d'une discrétisation des déformations $\varepsilon(i)$ fournies par la technique de microextensométrie : on suppose que chaque valeur de déformation est déterminée sur la même base de mesure, ce qui est bien le cas excepté sur les quelques points du contour de la zone étudiée [All94].

Nous pouvons voir au centre de l'image du covariogramme un motif caractéristique à partir des niveaux de gris les plus sombres qui correspondent aux valeurs de $C(\underline{h})$ les plus élevées. Il caractérise statistiquement la manière dont la déformation se répartit dans le matériau. Dans le cas de la figure 3.22b, ce motif est une croix. Ainsi, la déformation se répartit selon un double réseau de bandes de localisation de la déformation, ce que nous pouvons retrouver sur la carte de déformation (cf. : figure 3.22a). La géométrie du motif permet alors de déterminer les caractéristiques géométriques de ces bandes de localisation de la déformation, leur longueur l_b , leur épaisseur e_b et leur direction α_b par rapport à l'axe horizontal (cf. : figure 3.23).

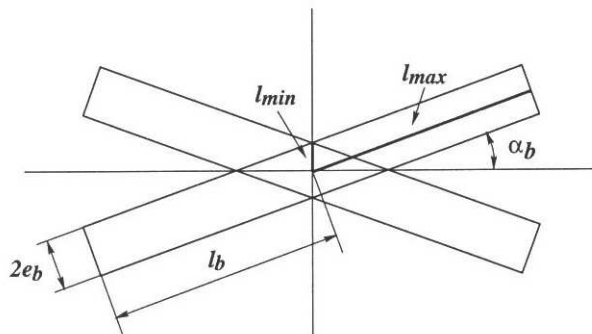


Figure 3. 23 : Définition des caractéristiques géométriques, $\alpha_b < 45^\circ$ [Dou03]

Ces caractéristiques permettent de relier les dimensions de ces bandes, qui caractérisent la portée du phénomène de localisation, aux dimensions caractéristiques de la microstructure granulaire. De plus, l'angle α_b donne, quand il est nettement défini, la direction d'apparition privilégiée des bandes pour le chargement imposé.

Les caractéristiques géométriques des bandes sont alors obtenues en déterminant les longueurs maximales et minimales du motif présent sur l'image du covariogramme, notées l_{max} et l_{min} et leurs directions correspondantes α_{max} et α_{min} (cf. : figure 3.24). Le critère de détermination des longueurs l_{max} et l_{min} est le suivant :

- l_{min} correspond à la longueur minimale de h_α pour laquelle la courbe du covariogramme coupe la droite C_{infini} .

- Doumalin [Dou03] propose pour déterminer la longueur l_{\max} (cf. : figure 3.24) d'utiliser $l_{\max} = \max_{\alpha}(l_{\alpha})$ où l_{α} est la valeur pour laquelle $C(h_{\alpha}) = C(\infty)$
- Nous utiliserons pour cette étude un critère différent, qui nous a semblé plus opératoire : l_{\max} correspond à la longueur maximale pour laquelle la courbe du covariogramme amorce un changement de pente significatif.

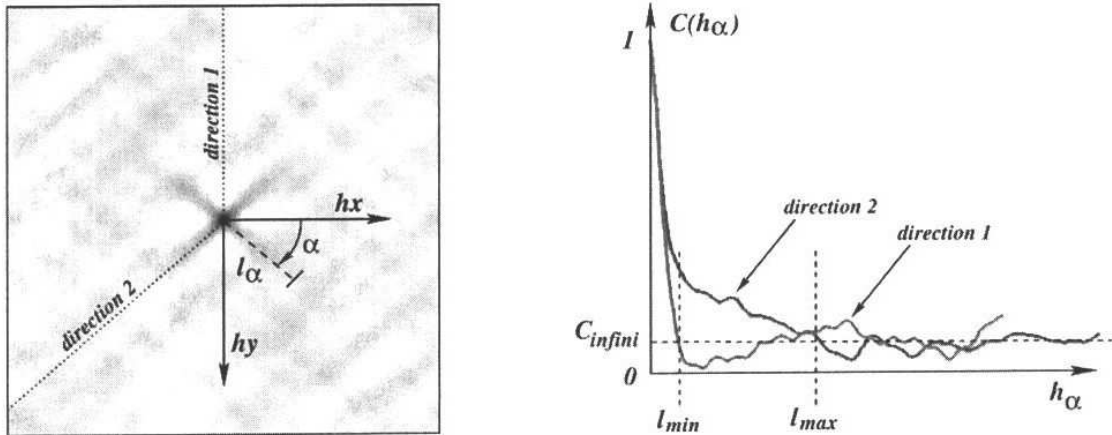


Figure 3. 24 : Analyse du covariogramme [Dou03]

Nous obtenons alors les relations suivantes :

$$L_b = l_{\max} \quad (3.3)$$

$$\text{si } \alpha_b < 45^\circ \text{ alors } e_b = l_{\min} \cos(\alpha_b) \quad (3.4)$$

$$\text{si } \alpha_b \geq 45^\circ \text{ alors } e_b = l_{\min} \sin(\alpha_b) \quad (3.5)$$

Afin de comparer les résultats de microextensométrie des différents essais nous utiliserons principalement les déformations équivalentes au sens de von Mises déterminées à l'aide du logiciel Correlmanuv.

Réponse mécanique à l'échelle de la microstructure granulaire

Pour chaque direction de sollicitation, nous disposons de champs de déplacement mesurés par microextensométrie après décharge de l'éprouvette.

Tous les essais ont atteint une déformation macroscopique moyenne d'environ 2,1% et, afin de les comparer, nous nous intéressons au champ de déformation équivalente, ϵ_{eq} , déterminé à l'aide du logiciel Correlmanuv. Nous pouvons voir sur la figure 3.25 des champs de déformation équivalente réalisés sur des éprouvettes prélevées suivant différentes directions.

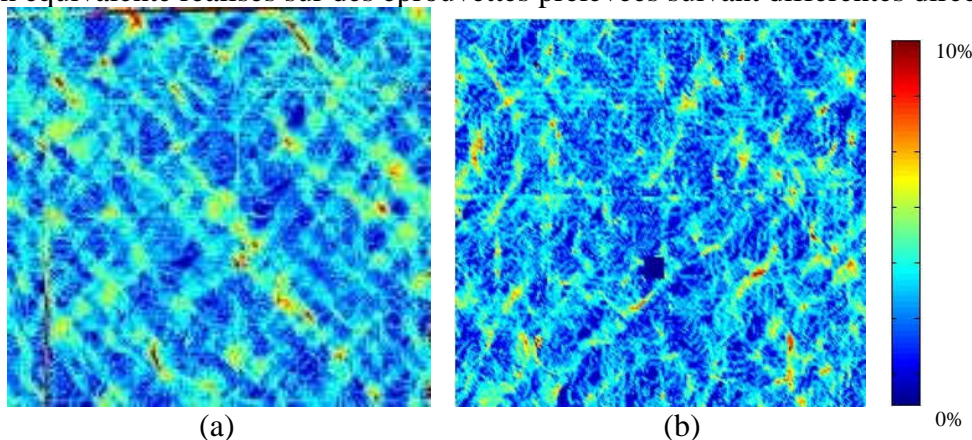


Figure 3. 25 : Cartes de déformation résiduelle obtenues pour les essais de traction à température ambiante réalisés sur des éprouvettes prélevées à (a) 45° et (b) 0° de DL pour des zones de $180 \times 180 \mu\text{m}^2$.

Les images sont prises sur des zones d'environ $400 \times 400 \mu\text{m}^2$. Afin d'avoir accès au champ de déformation sur une zone de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$, il est nécessaire de compiler les données obtenues sur des plages séparées. En effet, l'utilisation d'une image comprenant la zone complète (cf. : figure 3.27) ne permet pas l'obtention d'une résolution suffisante des barreaux des microgrilles ; il est donc nécessaire de réaliser les images à plus fort grossissement puis de compiler les résultats issus de l'analyse microextensométrique de chaque sous-zone. Pour cela, les points communs des différentes images sont repérés (cf. : cercles de couleur identique sur la figure 3.26) et les fichiers de points issus des corrélations d'images réalisées sur chaque zone sont mis bout à bout afin d'obtenir le champ de déformation correspondant à la zone complète (cf. : figure 3.28).

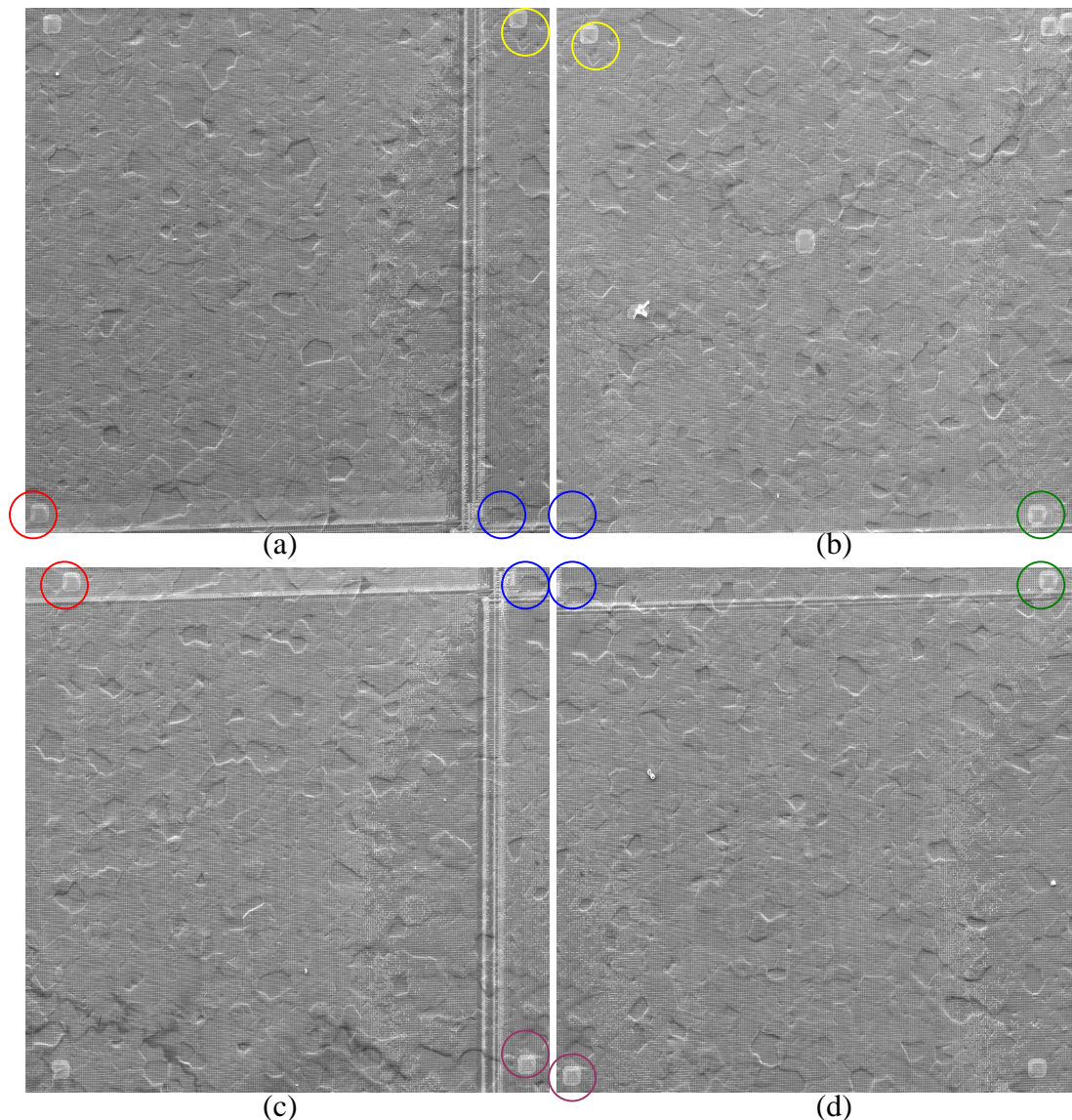


Figure 3. 26 : Images de référence prises au grossissement 250 de 4 zones d'environ $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ ((a) haut gauche, (b) haut droit, (c) bas gauche (d) bas droit) permettant de reconstituer une zone recouverte de microgrilles de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$

Cette méthode permet d'obtenir des champs de déformation sur des zones importantes ($800 \times 800 \mu\text{m}^2$) tout en conservant une résolution qui ne peut être acquise que pour l'étude de zone plus petites ($400 \times 400 \mu\text{m}^2$). Néanmoins, les problèmes de distorsion d'image liés à l'acquisition des images à l'aide d'un MEB entraînent au niveau du recouvrement des quatre

sous-zones des erreurs qui doivent être prises en compte lors de l'analyse des champs, en réalisant les analyses statistiques sur des zones non perturbées.

De plus, une microgrille ayant une taille de l'ordre de $500 \times 500 \mu\text{m}^2$, il est nécessaire d'en déposer plusieurs afin de couvrir une zone de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$. On peut voir sur la figure 3.27 les positions de chevauchement des microgrilles. Dans ces zones particulières, le contraste est généralement plus faible qu'à l'intérieur de la microgrille ; c'est pourquoi, nous voyons apparaître sur la figure 3.28 des zones bruitées qui correspondent à ces zones particulières.

Les cartes de déformation obtenues sur les différentes éprouvettes sollicitées en traction présentent des bandes de localisation de la déformation orientées à environ $\pm 45^\circ$ de la direction de sollicitation.

Nous pouvons de plus observer des niveaux de déformation équivalente pouvant atteindre 10% pour une déformation macroscopique moyenne de seulement 2,1%. Ainsi, si macroscopiquement le niveau de déformation est relativement faible, des niveaux de déformation élevés peuvent être atteints localement sur une base de mesure de $4 \mu\text{m}$.

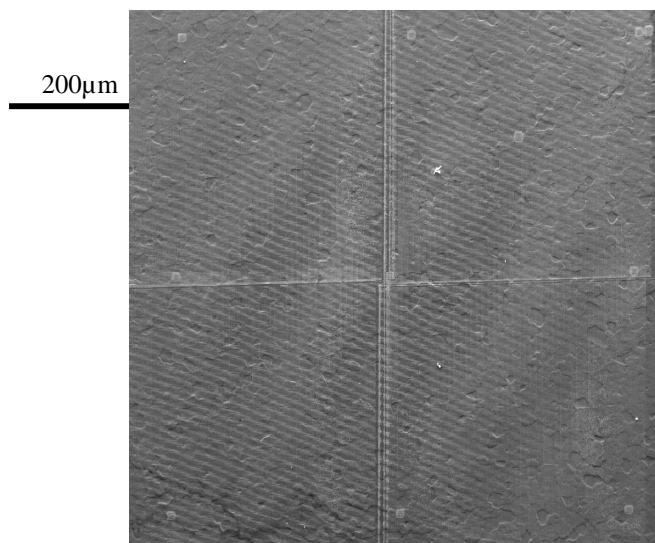


Figure 3. 27 : Image de la zone complète sur laquelle les images des quatre sous zones de la figure 3.28 sont réalisées

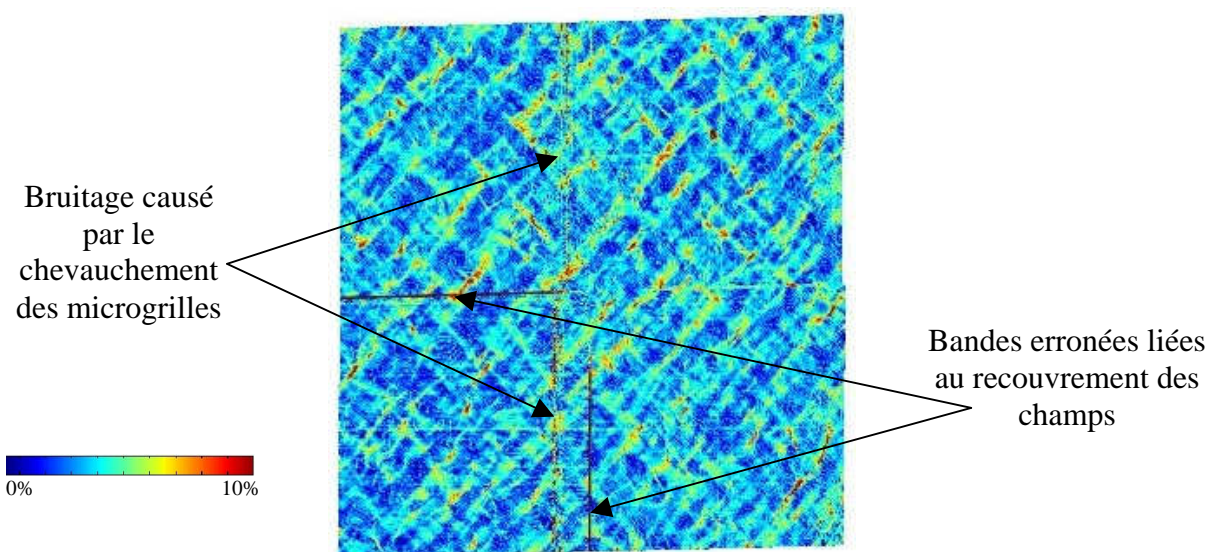


Figure 3. 28 : Reconstitution d'une carte de déformation résiduelle obtenue pour un essai de traction à température ambiante sur une éprouvette prélevée à 60° de DL pour une zone de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$

Orientation	Zone d'étude	E11(%)	E22(%)	E12(%)
90°	bd	2,43	-2,55	-0,38
	bg	1,48	-2,53	-0,16
	hd	2,34	-2,41	-0,35
	hg	2,41	-2,51	-0,39
60°	bd	2,07	-1,96	-0,02
	bg	1,09	-2,01	-0,20
	hd	2,1	-1,97	-0,07
	hg	2,05	-1,97	-0,03
45°	bd	1,96	-1,94	-0,31
	bg	1,94	-1,89	-0,25
	hd	2,96	-1,92	-0,52
	hg	0,95	-1,93	-0,07
30°	bd	1,48	-1,78	-0,20
	bg	1,92	-1,73	-0,26
	hd	0,95	-1,88	-0,09
	hg	1,88	-1,67	-0,23
0°	bd	0,69	-1,64	0,08
	bg	0,63	-1,63	0,16
	hd	1,62	-1,46	-0,04
	hg	1,15	-1,67	0,07

Tableau 3. 8 : Déformations moyennes obtenues sur les zones d'études ($400 \times 400 \mu\text{m}^2$) des différentes éprouvettes sollicitées (E_{11} correspond à la déformation axiale, E_{22} à la déformation transversale et E_{12} à la composante de cisaillement)

A l'aide du logiciel Correlmanuv, il est possible de déterminer le niveau de déformation moyen obtenu sur la zone analysée. Ceci permet par exemple de comparer les niveaux de déformations macroscopiques et locales afin de chercher la taille minimum à analyser pour obtenir l'égalité des grandeurs macroscopiques et locales moyennes permettant de définir un VER. Ces résultats sont reportés dans le tableau 3.8. Le fait d'observer des fluctuations sur les valeurs E_{11} et E_{22} entre les différentes zones peut signifier que les domaines d'analyse ne contiennent pas le VER.

Est-il alors nécessaire d'étudier un VER mécanique afin de caractériser les bandes de déformations obtenues par microextensométrie ?

Pour répondre à cette question, une expérience est entreprise : nous extrayons 4 images de sous-zones de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ de la zone totale de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ (cf. : figure 3.29) que nous étudions pour l'essai réalisé sur éprouvette prélevée à 45° de DL. Pour chacune de ces cinq images nous réalisons une analyse statistique en utilisant la méthode des covariogrammes.

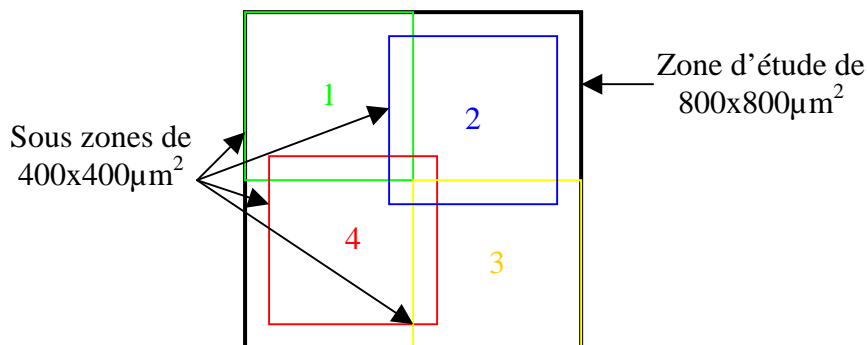


Figure 3. 29 : Schématisation de l'étude réalisée sur la caractérisation des bandes de déformation

Zone d'étude	Caractéristiques des bandes		
	épaisseur	longueur (μm)	longueur (nbre de grains)
total (800x800)	16	89	5,9
zone1 (400x400)	16	89	5,9
zone2 (400x400)	11	94	6,3
zone3 (400x400)	11	86	5,7
zone4 (400x400)	13	75	5,0

Tableau 3. 9 : Caractéristiques des bandes de déformation obtenue sur une zone d'étude et des sous zones la composant

Les résultats de ces analyses sont donnés dans le tableau 3.9. Nous pouvons alors constater des écarts importants (pouvant aller jusqu'à 15% pour la longueur et 30% pour l'épaisseur) entre les résultats obtenus sur une zone de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ et ceux obtenus sur les différentes sous zones de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$. Néanmoins, en rapportant les résultats à la taille des grains, nous pouvons constater que, quelle que soit la zone étudiée, l'épaisseur des bandes de l'ordre de la taille de grains, $15 \mu\text{m}$, et leur longueur est de cinq à six fois supérieure à cette taille. Ainsi, les caractéristiques des bandes peuvent être, en première approximation, déterminées sur des zones suffisamment grandes, de dimension supérieure à la taille de bandes. Nous avons constaté que les résultats obtenus sur des sous-zones de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ permettent d'obtenir ces caractéristiques : c'est pourquoi, lorsque les champs de déformation ne pourront pas être réalisés sur des zones de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$, nous nous contenterons d'utiliser les sous-zones de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$ comme zones d'étude.

Une simple analyse visuelle n'étant pas suffisante pour comparer les résultats obtenus en fonction de la direction de sollicitation, une analyse statistique utilisant la méthode des covariogrammes est effectuée. Pour cela, les covariogrammes correspondant aux cartes de déformation équivalente sont réalisés (cf. : figure 3.30).

Nous pouvons constater que, quelle que soit la direction de sollicitation, les covariogrammes présentent tous un « motif » en croix orienté à environ $\pm 45^\circ$ de l'axe de sollicitation. Cela correspond aux observations que nous avons faites sur les cartes de déformation où nous voyions apparaître des bandes de localisation orientées de la même façon. L'analyse statistique des covariogrammes va permettre, pour chaque direction de sollicitation, de déterminer, en première approximation, la taille et l'orientation des bandes de localisation et de caractériser le niveau d'hétérogénéité de déformation en moyenne pour chaque éprouvette. Il a été montré par Doumalin [Dou00] que, pour un essai monotone de traction, les bandes de localisation apparaissent très tôt (avant 1% de déformation macroscopique) et qu'une fois le phénomène installé, le schéma de localisation des hétérogénéités de déformation n'évolue plus en fonction du chargement. Les mesures étant réalisées au-delà de 2%, le schéma est installé et nous pouvons comparer les caractéristiques des bandes pour les différentes directions de sollicitation.

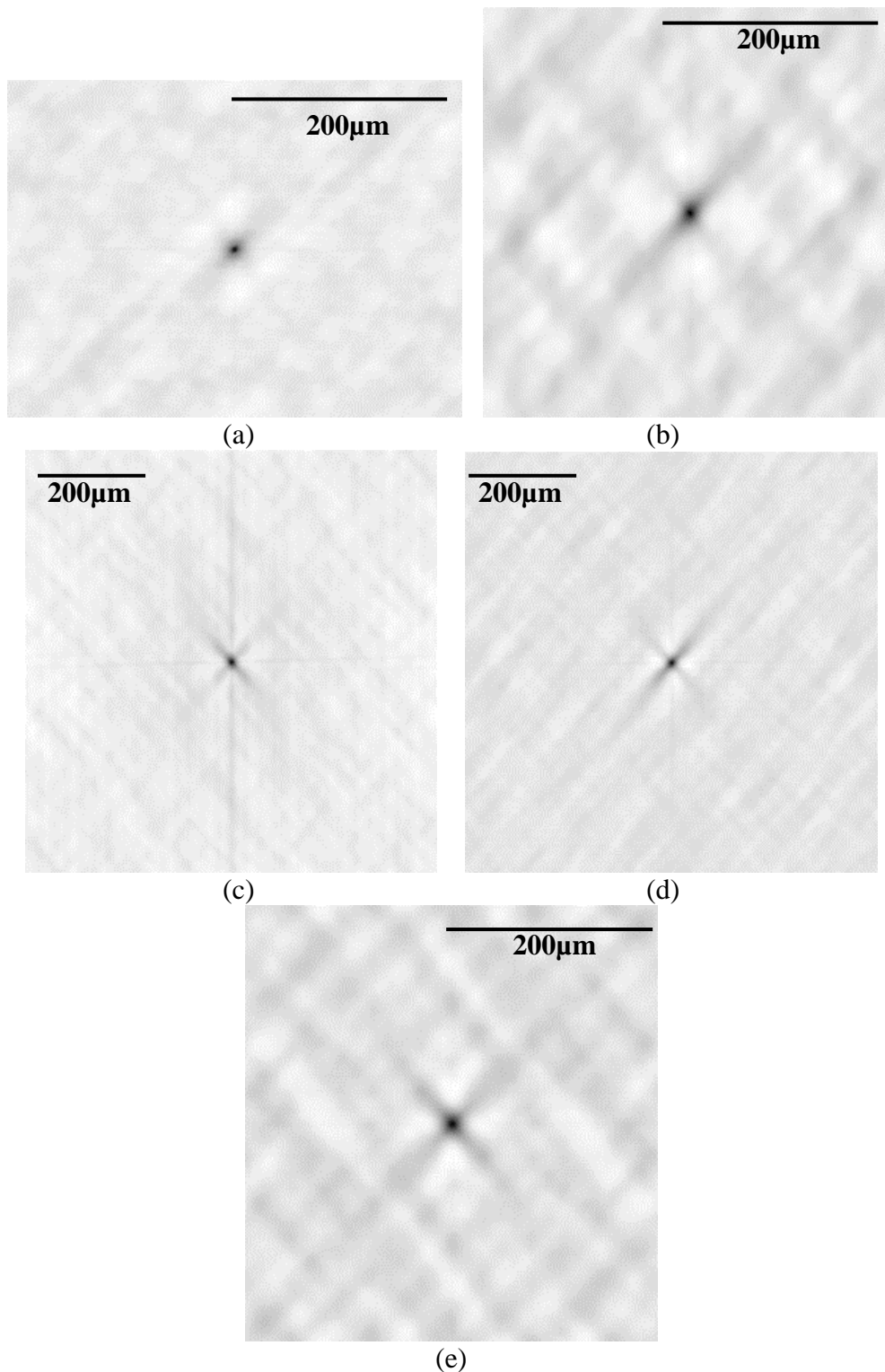


Figure 3. 30 : Covariogrammes obtenus pour différentes directions de prélèvement : (a) 0° (zone bg), (b) 30° (zone bg), (c) 45° (zone totale), (d) 60° (zone totale) et (e) 90° (zone hd)

La figure 3.31 présente les profils d'évolution de la fonction de corrélation suivant la direction α obtenus pour chaque covariogramme présenté sur la figure 3.30. Un récapitulatif des résultats obtenus est donné dans le tableau 3.10. Pour chaque direction de sollicitation, les covariogrammes de chaque zone d'étude (explicitée dans le tableau 3.8) ont été analysés et moyennés afin d'obtenir les caractéristiques moyennes par direction de prélèvement.

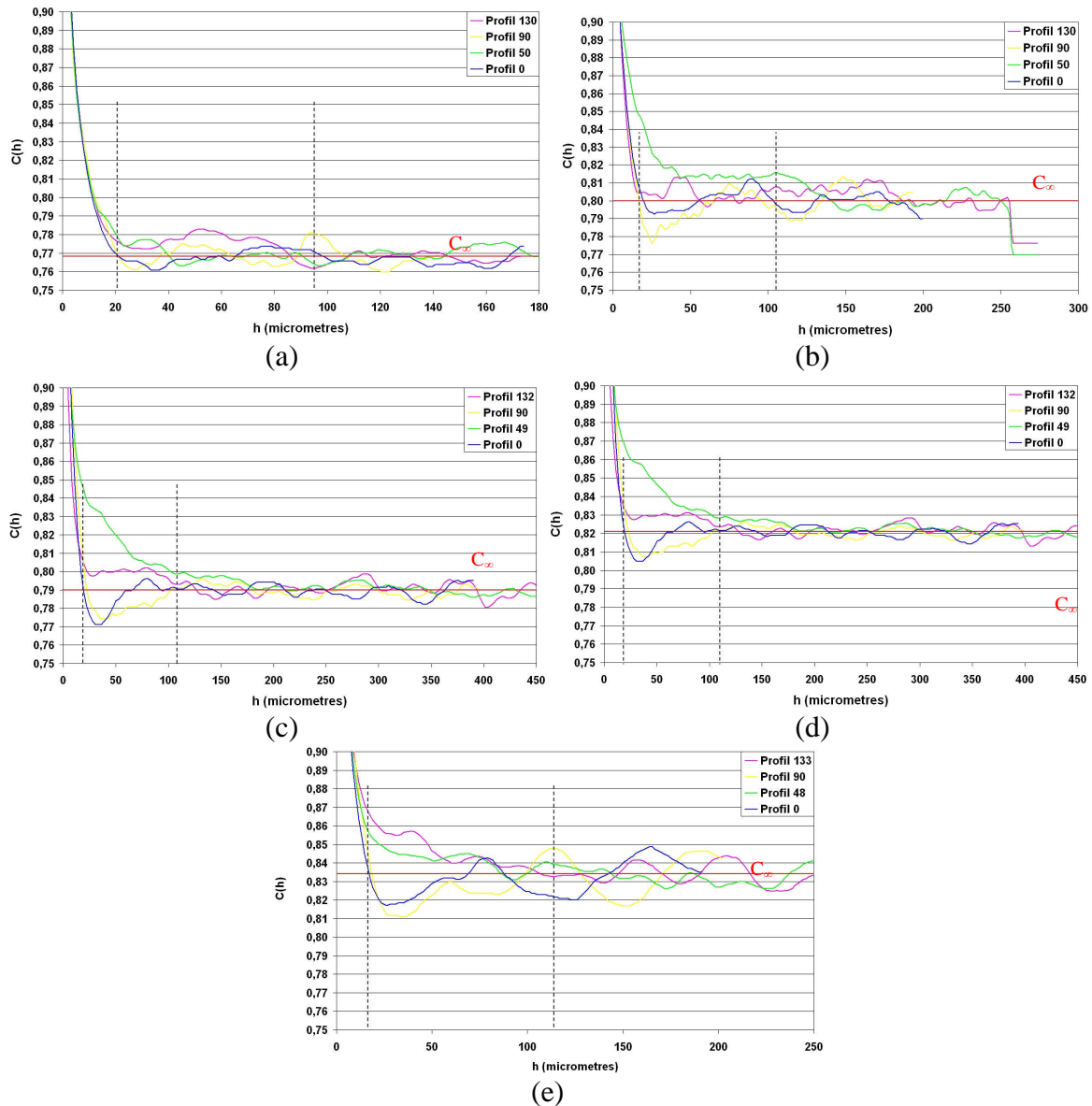


Figure 3.31 : Profils caractéristiques des covariogrammes pour différentes directions de prélèvement : (a) 0° (zone bg), (b) 30° (zone bg), (c) 45° (zone totale), (d) 60° (zone totale) et (e) 90° (zone hd)

Direction de prélèvement	Directions caractéristiques des bandes		Caractéristiques des bandes			C _{infini}
			épaisseur	longueur (µm)	longueur (nombre de grains)	
0°	50°	130°	17	95	6,3	0,825
30°	50°	130°	13	105	7,0	0,8
45°	49°	133°	14	105	7,0	0,79
60°	49°	132°	14	109	7,3	0,821
90°	48°	133°	12	112	7,5	0,814

Tableau 3.10 : Moyennes des analyses de covariogrammes pour les essais de traction à température ambiante

Nous pouvons alors constater dans un premier temps que les directions des bandes de déformation ne correspondent pas aux directions de cisaillement maximum, $\pm 45^\circ$, que l'on pourrait s'attendre à trouver pour des essais de traction uniaxiale dans un matériau supposé

homogène et isotrope. En effet, si l'on regarde les valeurs obtenues pour des directions de prélèvement allant de 0° à 90° , les directions privilégiées de déformation évoluent de $\pm 50^\circ$ à $\pm 48^\circ$.

L'épaisseur des bandes de déformation est de l'ordre de la taille de grains ; quant à leur longueur, quelle que soit la direction de prélèvement, elle est de l'ordre de six à huit fois la taille de grains. Nous constatons de plus que cette longueur semble augmenter légèrement avec l'angle de prélèvement. Concernant le niveau d'hétérogénéité, il est similaire quelle que soit la direction de prélèvement de l'éprouvette.

Relions à présent ce résultat à la microstructure. Nous avons constaté précédemment que quelle que soit la direction de prélèvement des éprouvettes, 60% de la fraction surfacique des grains présente un FSp supérieur au FSp moyen.

Nous avons dans un premier temps réalisé les covariogrammes des cartes seuillées de FSp dans le but de savoir si ces cartes présentaient ou non des directions particulières (bandes de grains « raides » ou « souples » orientées suivant des directions privilégiées). Ces covariogrammes sont présentés sur la figure 3.32 et nous pouvons constater qu'ils ne présentent pas de directions préférentielles mais que le motif central permet de déterminer un ordre de grandeur des dimensions des domaines de phases.

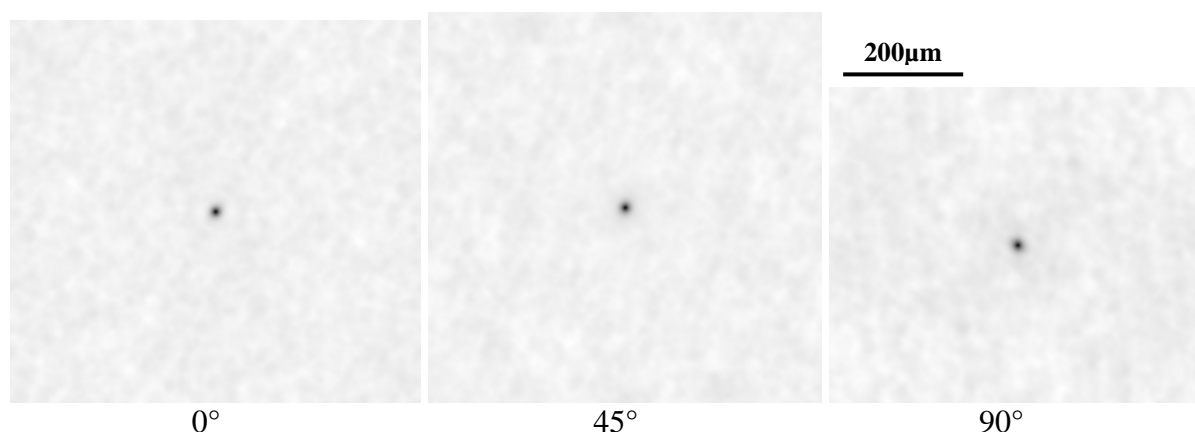


Figure 3. 32 : Covariogrammes des cartes de FSp seuillées pour différentes directions de prélèvement par rapport à DL

Nous pouvons ainsi constater que statistiquement, les phases sont espacées d'environ cinq fois la taille de grains, ce qui est du même ordre de grandeur que la portée des bandes de localisation.

Direction de prélèvement	Distances caractéristiques	
	longueur (μm)	longueur (nbre de grains)
0°	79	5,3
45°	82	5,5
90°	71	4,7

Tableau 3. 11 : Récapitulatif des analyses des covariogrammes des cartes de FSp seuillées

Ayant non seulement à disposition les champs de FSp mais aussi les champs de déformation sur des zones identiques, nous avons trouvé intéressant de les superposer afin de tester l'adéquation des zones de localisation de la déformation et des zones présentant un FSp supérieur à la valeur moyenne, définie comme valeur seuil.

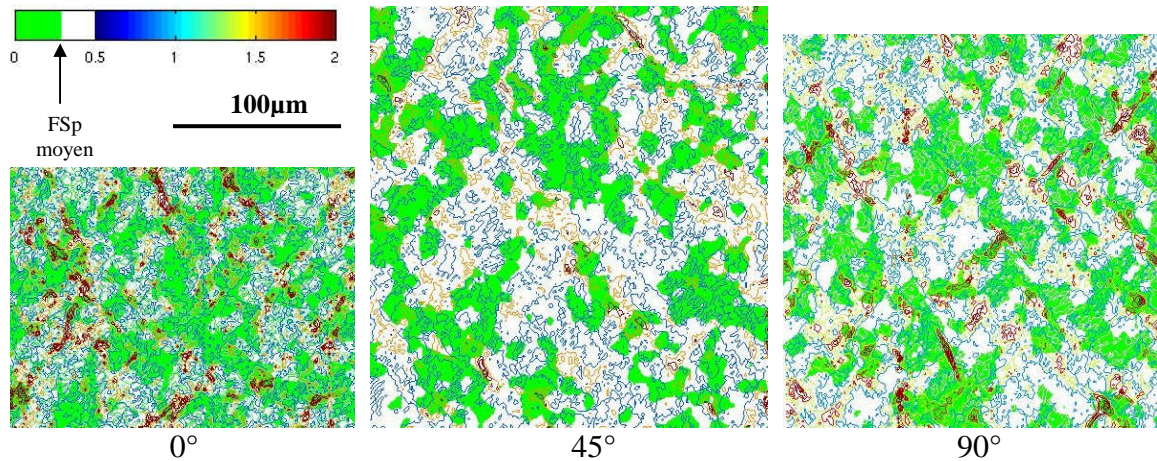


Figure 3.33 : Superposition des cartes de déformation équivalente normalisée et de la microstructure (vert : $F_{Sp} < F_{Sp \text{ moyen}}$; blanc : $F_{Sp} > F_{Sp \text{ moyen}}$) moyen pour des éprouvettes prélevées à 0° , 45° et 90° de DL

La figure 3.33 présente pour différentes directions de prélèvement la superposition des cartes seuillées de FSp et des cartes de déformation équivalente obtenues par microextensométrie. Nous pouvons constater que, si la plus grande partie des zones déformées se situe bien dans les grains présentant un FSp supérieur au FSp moyen, des zones déformées sont aussi présentes dans les grains présentant un FSp plus faible, ce qui correspond au fait que les distances caractéristiques de bandes de déformation déterminées à l'aide des covariogrammes sont plus longues que la distance entre grains « raides ». De plus, nous constatons que les zones bien orientées en termes de FSp ne sont pas forcément très déformées.

Nous confirmons ainsi que si, au premier ordre, l'utilisation des FSp (ce qui implique notamment uniformité des contraintes et prééminence du glissement prismatique) permet bien de déterminer le seuil de plasticité, à des échelles plus fines une telle hypothèse n'est pas suffisante pour déterminer les lieux d'apparition des bandes de localisation de la déformation.

Synthèse concernant les essais de traction uniaxiale à température ambiante

Ces essais de traction uniaxiale à température ambiante ont permis :

- De confirmer les résultats obtenus lors de travaux antérieurs menés sur ce matériau qui soulignaient un comportement élastique quasiment isotrope et un comportement plastique fortement anisotrope. Ceci est confirmé par l'obtention de courbes d'évolution du rapport des déformations transversale sur axiale en fonction de la déformation axiale qui soulignent le caractère hautement anisotrope du matériau dans le domaine plastique (rapport des déformations inférieur au rapport théorique de -0,5 pour un matériau isotrope incompressible).
- La bonne reproductibilité des résultats obtenus à l'aide d'extensomètres dans le domaine plastique mais leur faible pertinence dans le domaine élastique qui nous pousse à déterminer un nouveau protocole expérimental pour les essais en température.
- La présence, à l'échelle locale, de déformations résiduelles après essai présentant des bandes de localisation dont l'orientation varie légèrement suivant la direction de prélèvement de l'éprouvette par rapport à DL. Ces bandes, quelle que soit la direction de prélèvement, présentent une largeur de l'ordre de la taille de grain et une longueur six à sept fois supérieure à celle-ci. Ainsi, le comportement mécanique du polycristal n'est pas seulement déterminé par la réponse des familles de grains de même orientation cristalline et leurs interactions mais également par des effets de voisinage

qui se traduisent par l'organisation de la déformation en bandes de localisation corrélées sur des ensembles de plusieurs grains voisins.

3.4.1.2 Essais à 280°C

Protocole expérimental

Pour de faibles niveaux de déformation, il est recommandé, afin d'obtenir une bonne précision de mesure, d'utiliser des jauges de déformation (modèle WK06031EC350, précision de l'ordre de 10^{-5}), mais celles-ci n'étant pas prévues pour une déformation supérieure à 1,5%, les éprouvettes sont de plus équipées d'un extensomètre axial qui permet de piloter l'essai jusqu'à une déformation totale de 2,5% (cf. : figure 3.34). Il est à noter que la température d'essai (280°C), choisie pour éviter le maclage, est à la limite du domaine de validité d'utilisation des jauges de déformations [Vis] (problèmes de tenue de colle).

De façon à tester la reproductibilité des essais, trois éprouvettes sont sollicitées par direction de prélèvement, dont deux équipées de jauges de déformation axiale et transversale. Pour chaque direction de sollicitation une éprouvette est préparée pour la microextensométrie (polissage, EBSD, microgrilles, imagerie de référence).

Les essais sont réalisés avec une vitesse de déplacement de traverse constante de $0,019\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ (ce qui correspond à une vitesse de déformation constante dans le domaine plastique de $4\cdot 10^{-4}\text{s}^{-1}$) jusqu'à une déformation totale de 2,5%. A la fin de l'essai, l'éprouvette est déchargée et les images des microgrilles déformées sont réalisées.

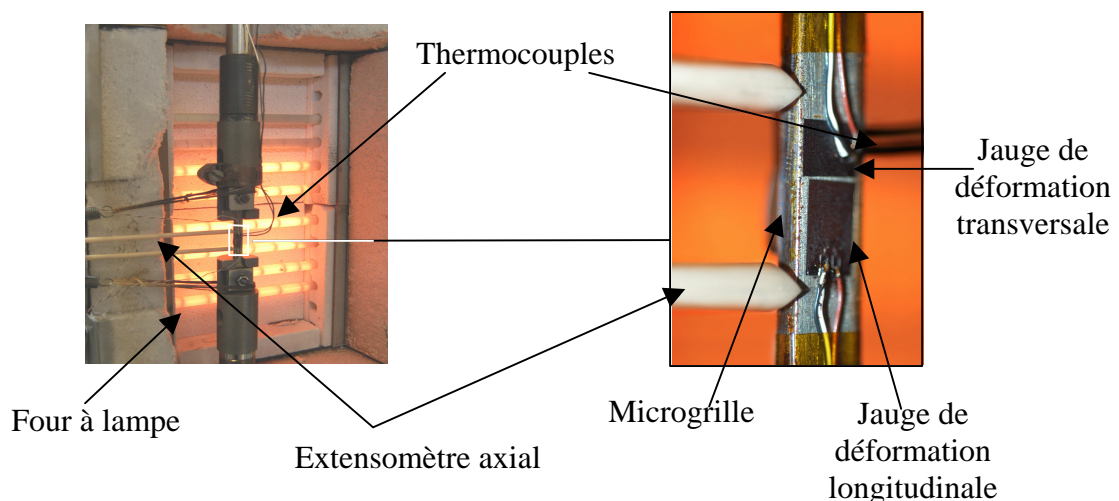


Figure 3. 34 : Montage utilisé pour les essais de traction à 280°C

Réponse mécanique macroscopique

La figure 3.35 présente les réponses mécaniques macroscopiques obtenues pour les différentes directions de sollicitation à 280°C. Nous pouvons observer, de même qu'à température ambiante, un comportement élastique quasiment isotrope, avec un module de Young de l'ordre de 70 ± 6 GPa. Comme nous l'avons vu au chapitre 2, la valeur du module d'élasticité diminue avec la température.

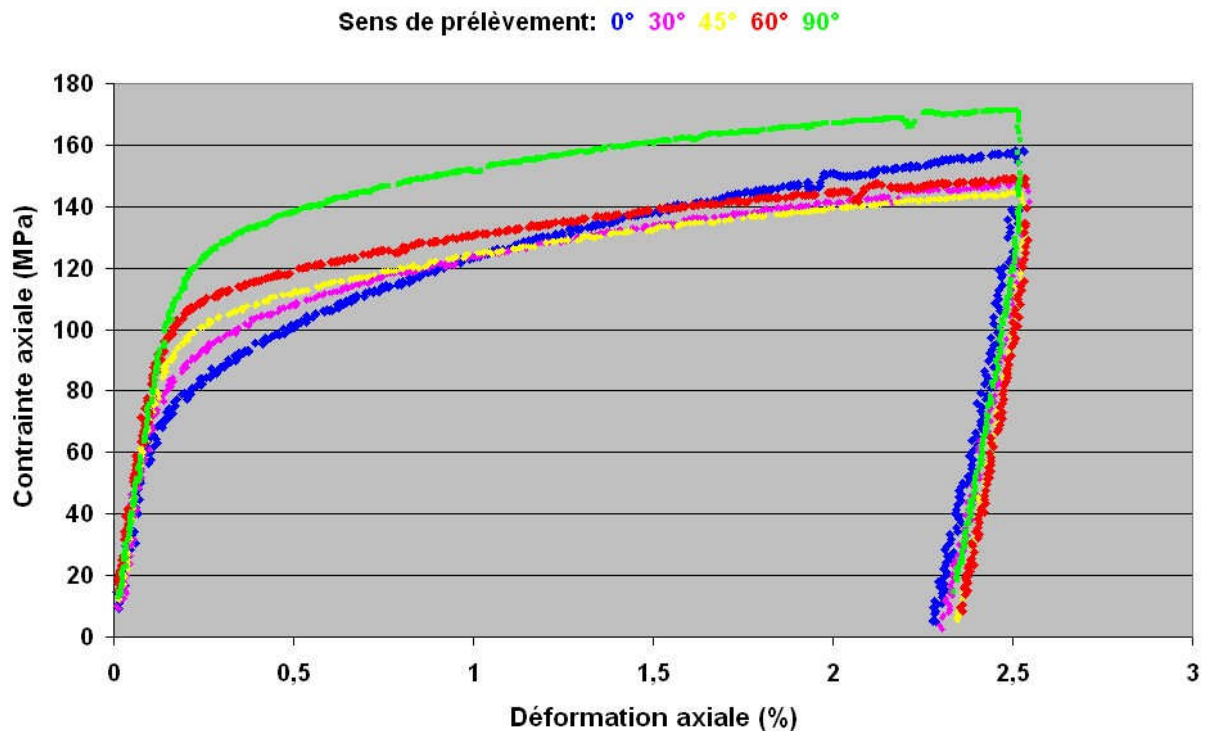


Figure 3. 35 : Réponses mécaniques obtenues pour des essais de traction à 280°C

Concernant le comportement plastique, l'anisotropie de comportement est aussi observée à 280°C et est conforme aux résultats de la littérature [Puj94] hormis en ce qui concerne la présence d'un crochet de traction que nous n'avons pas observé à cette température. La limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% évolue suivant la direction de prélèvement de l'éprouvette dans la tôle laminée. Nous pouvons observer, sur la figure 3.36, qu'elle varie d'environ 90MPa pour une éprouvette prélevée suivant DL à environ 130 MPa pour une éprouvette prélevée suivant DT. Le sens de variation reste inchangé : plus la direction de sollicitation s'éloigne de DL, plus la limite d'élasticité est élevée. Nous pourrions conclure que le caractère anisotrope du comportement diminue avec l'augmentation de la température. A température ambiante, l'écart entre la limite d'élasticité des échantillons prélevés suivant DL et celle des échantillons prélevés suivant DT est d'environ 120MPa alors qu'à 280°C, cet écart n'est plus que d'environ 40MPa. Néanmoins, en valeur relative, cet écart ramené à la valeur de la limite d'élasticité des échantillons prélevés suivant DT est identique (30%) quelle que soit la température de sollicitation.

Concernant l'évolution de la cission réduite critique, $\tau_{c0,2\%}$, en fonction de la direction de sollicitation (cf. : figure 3.37), nous pouvons à nouveau constater qu'une hypothèse de contrainte uniforme, couplée à la loi de Schmid, en considérant que seul le glissement prismatique est nécessaire à la déformation plastique dans ses premiers stades, permet de bien rendre compte des résultats expérimentaux.

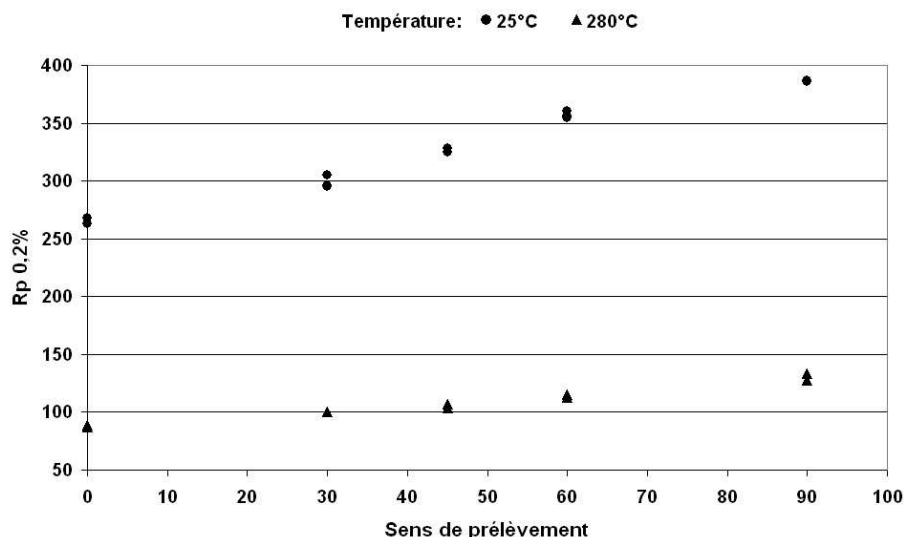


Figure 3. 36 : Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la direction de prélèvement des éprouvettes par rapport à DL pour différentes températures de sollicitation

La réalisation des essais à 280°C a soulevé des problèmes de reproductibilité. En effet, conformément au fait que les jauges de déformation et la colle étaient utilisées à la limite de recommandation du fabricant, il est apparu pour certains essais des problèmes de viscosité de colle qui ont rendu l'exploitation des résultats difficile. Cependant, ayant doublé les essais pour chaque direction de sollicitation, nous avons pu tracer l'évolution du rapport des déformations transversale sur axiale (cf. : figure 3.38). Comme pour la température ambiante, nous pouvons remarquer sur la figure 3.38 que l'évolution du rapport des déformations au cours de l'essai dépend de la direction de sollicitation. La valeur du coefficient de Poisson obtenue correspond à la valeur de 0,35 attendue à cette température [Nor75] et la valeur du rapport des déformations atteinte en fin d'essai est bien inférieure à celle théorique de $-0,5$ attendue pour un matériau de type isotrope incompressible. Toutefois, même si la figure 3.38 montre une bonne reproductibilité de l'évolution du rapport des déformations au cours de l'essai, il serait bon de réaliser des essais complémentaires afin de pouvoir conclure quant à la validité quantitative des nos résultats. Les résultats des différents essais réalisés sont reportés en annexe 5.

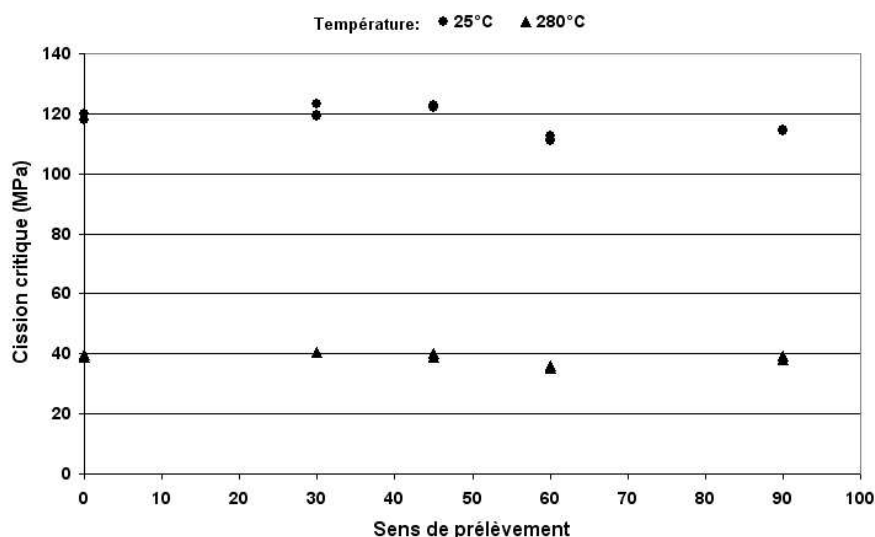


Figure 3. 37 : Evolution de la cission critique en fonction de la direction de sollicitation par rapport à DL

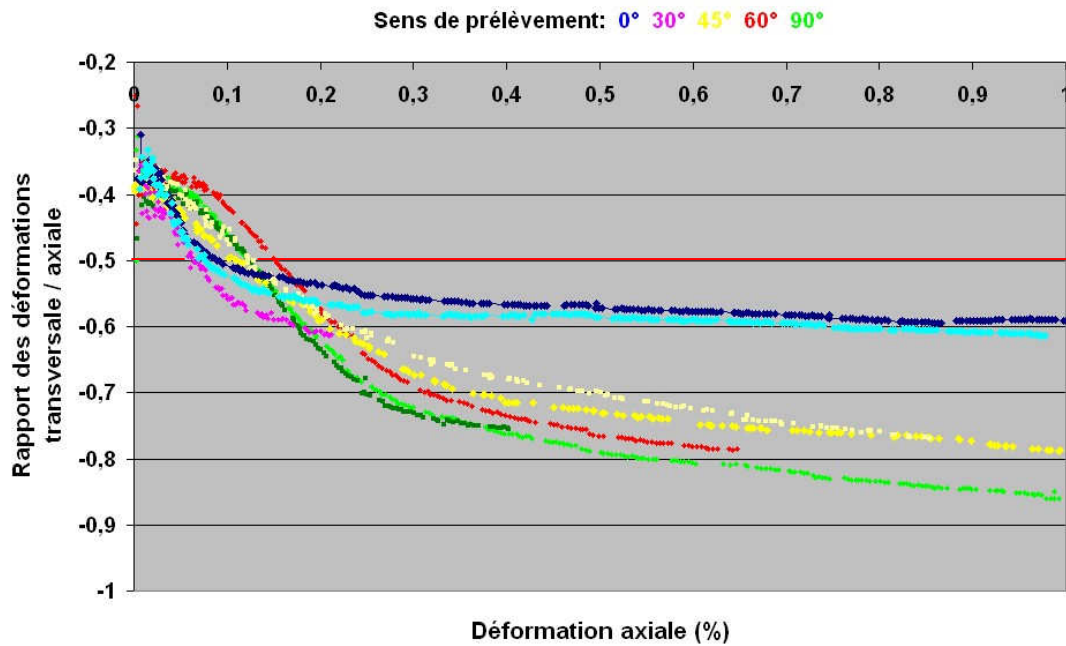


Figure 3. 38 : Evolution du rapport des déformations transversale sur axiale en fonction de la déformation axiale, pour des essais de traction à 280°C, pour différentes directions de sollicitation par rapport à DL

Nous avons ainsi pu enrichir au niveau des résultats macroscopiques les bases de données déjà conséquentes concernant le zirconium grade 702. Les résultats bibliographiques se sont alors vus confirmés [Puj94], [Vog96], tels que la quasi isotropie de comportement élastique ou la forte anisotropie de comportement plastique ainsi que la forte dépendance du comportement à la température de sollicitation. De plus, ces essais ont permis de déterminer, pour chaque direction de sollicitation considérée, à température ambiante et à 280°C, l'évolution du rapport des déformations transversale sur axiale au cours de l'écoulement, ce qui complète utilement la caractérisation classique de l'anisotropie plastique.

Réponse mécanique à l'échelle de la microstructure granulaire

Pour chaque direction de sollicitation, nous disposons de champs de déplacement mesurés par microextensométrie après décharge de l'éprouvette.

Tous les essais ont atteint une déformation macroscopique moyenne d'environ 2,3% ; afin de les comparer, nous nous intéressons au champ de déformation équivalente, ϵ_{eq} , déterminé à l'aide du logiciel Correlmanuv. Nous pouvons voir sur la figure 3.39 des champs de déformation équivalente réalisés sur des éprouvettes prélevées suivant différentes directions.

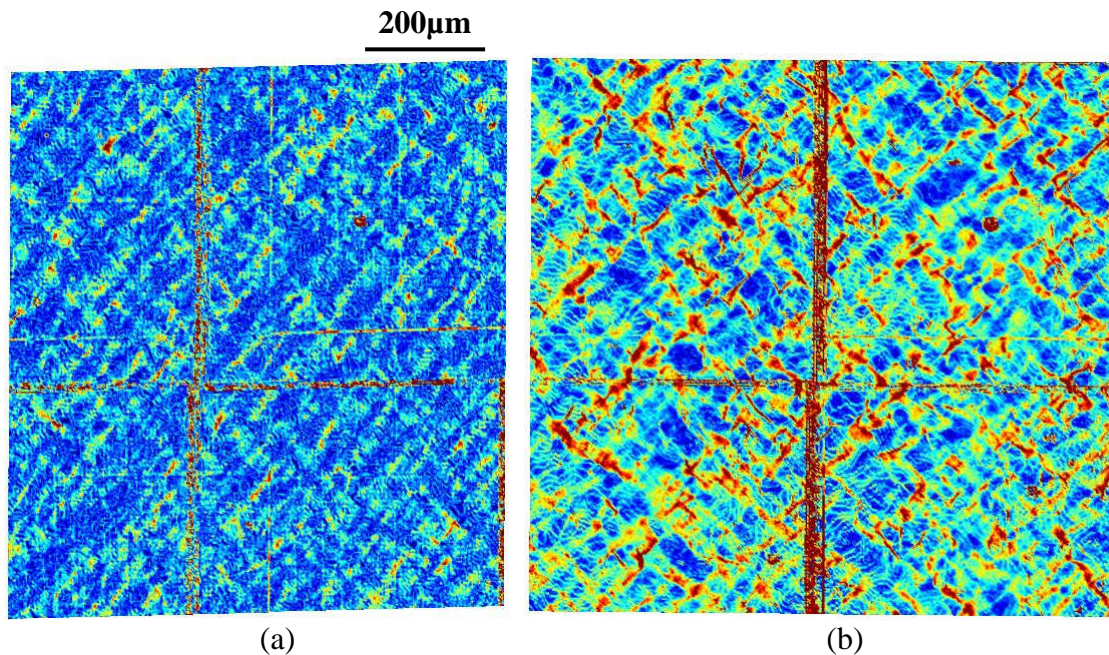


Figure 3. 39 : Cartes de déformation résiduelle obtenues pour les essais de traction à 280°C réalisés sur des éprouvettes prélevées à (a) 45° et (b) 90° de DL.

Les cartes de déformation obtenues sur les différentes éprouvettes sollicitées en traction présentent des bandes de localisation de la déformation orientés à environ $\pm 45^\circ$ de la direction de sollicitation.

Dans le tableau 3.12 sont reportés les niveaux de déformation moyenne observés sur les différentes zones d'étude microextensométrique. Quelle que soit la direction de prélèvement de l'éprouvette par rapport à DL, nous obtenons, tant pour la déformation axiale que pour la déformation transversale, des résultats issus de la microextensométrie différents de ceux obtenus par extensométrie classique. De même que pour les résultats obtenus à température ambiante, il semblerait que nos domaines d'analyse contiennent pas, en termes de déformation, un VER.

Afin de déterminer la taille du VER en termes de déformation, un protocole expérimental possible consiste à déposer sur une éprouvette des repères (microgrille, plots, mouchetis) couvrant une surface suffisamment grande (par exemple de $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$). Des images de cette surface sont alors prises avant et après essai ; celles-ci peuvent être réalisées au MEB ou à l'aide d'une caméra CCD. Il s'agit ensuite de déterminer la valeur moyenne de la déformation observée sur la zone totale de $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$. Si cette valeur est identique à la valeur obtenue macroscopiquement, plusieurs sous-zones de $2 \times 2 \text{ mm}^2$ sont alors délimitées à l'intérieur de la zone d'étude. Les valeurs moyennes de la déformation au sein de ces sous-zones sont déterminées. Si elles sont identiques entre elles et correspondent à la valeur macroscopique, la procédure est reconduite en diminuant la taille des sous-zones. Si ce n'est pas le cas alors le VER est compris entre $2 \times 2 \text{ mm}^2$ et $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$ et il faut recommencer la procédure en augmentant légèrement la taille des sous-zones étudiées jusqu'à l'obtention de la taille minimale permettant une concordance entre résultats macroscopiques et résultats issus de l'analyse locale.

Orientation	Zone d'étude	E11 (%)	E22 (%)	E12(%)
90°	bd	1,92	-2,03	-0,04
	bg	1,97	-2,07	0,03
	hd	1,88	-2,03	-0,06
	hg	2	-1,93	-0,03
60°	bd	2,09	-1,72	0,32
	bg	2,07	-1,78	0,36
	hd	2,07	-1,57	0,37
	hg	2,09	-1,70	0,33
45°	bd	1,27	-0,68	0,08
	bg	1,22	-0,68	0,06
	hd	1,29	-0,65	0,08
	hg	1,16	-0,7	0,08
30°	bd	3,32	-1,52	-0,19
	bg	3,33	-1,55	-0,17
	hd	3,31	-1,45	-0,20
	hg	1,92	-1,6	-0,12
0°	bd	1,79	-1,43	-0,06
	bg	1,78	-1,44	-0,06
	hd	1,88	-1,32	-0,11
	hg	1,83	-1,33	-0,07

Tableau 3. 12 : Déformations moyennes obtenues sur les zones d'études (400x400 μm^2) des différentes éprouvettes sollicitées à 280°C (E_{11} correspond à la déformation axiale, E_{22} à la déformation transversale et E_{12} à la composante de cisaillement)

Afin de caractériser les champs de déformation obtenus par microextensométrie, et de pouvoir comparer les résultats obtenus à température ambiante et ceux obtenus à 280°C, une analyse statistique des covariogrammes issus des cartes de déformation résiduelle a été réalisée. Les résultats de cette analyse sont donnés dans le tableau 3.13.

Direction de prélèvement	Directions caractéristiques des bandes		Caractéristiques des bandes			C_{infini}
			épaisseur	longueur (μm)	longueur (nbre de grains)	
0°(T=280°C)	57°	128°	15	80	5,3	0,625
0°(T ambiante)	50°	130°	17	95	6,3	0,825
30°(T=280°C)	57°	128°	14	73	4,9	0,717
30°(T ambiante)	50°	130°	13	105	7,0	0,800
45°(T=280°C)	50°	130°	14	70	4,7	0,709
45°(T ambiante)	49°	133°	14	105	7,0	0,790
60°(T=280°C)	45°	135°	14	71	4,7	0,680
60°(T ambiante)	49°	132°	14	109	7,3	0,821
90°(T=280°C)	45°	135°	15	105	7,0	0,756
90°(T ambiante)	48°	133°	12	112	7,5	0,814

Tableau 3. 13: Récapitulatif des analyses de covariogrammes pour les essais de traction

Nous pouvons alors constater que les directions privilégiées de déformation évoluent suivant la direction de prélèvement de l'éprouvette sollicitée. De même que pour les essais réalisés à température ambiante, plus la direction de prélèvement est proche de DL, plus l'angle observé entre la direction de sollicitation et les bandes de déformation est élevé. Cette évolution est d'autant plus marquée que la température d'essai est élevée. En effet, pour les essais réalisés à température ambiante, cet angle varie entre 48° et 50° et pour les essais réalisés à 280°C, il évolue entre 45° et 57°.

Cette évolution peut être reliée à l'évolution avec la température du contraste mécanique relatif des grains. En effet, plus la température augmente, plus la facilité des grains à se déformer augmente. Ainsi certains grains, relativement « raides » par rapport à leurs voisins à température ambiante, voient leur contraste de comportement diminuer avec l'augmentation de cette dernière et faciliter ainsi le glissement dans ces mêmes grains, permettant une localisation de la déformation suivant une direction légèrement déviée par rapport à celle obtenue à température ambiante.

L'épaisseur des bandes de localisation est toujours de l'ordre de la taille de grain ; quant à leur longueur, hormis pour l'éprouvette prélevée suivant DT, elle est de l'ordre, quelle que soit la direction de prélèvement, de cinq fois la taille de grains.

Ainsi, la longueur des bandes diminue avec l'augmentation de la température. Constatant cette diminution, nous nous sommes demandé si le nombre de bandes de déformation par unité de longueur était constant ou non avec l'évolution de la température. Nous avons alors comparé le nombre de bandes de déformation apparues sur des zones comparables ($800 \times 800 \mu\text{m}^2$) des éprouvettes prélevées à 45° de DL et sollicitées à température ambiante et à 280°C .

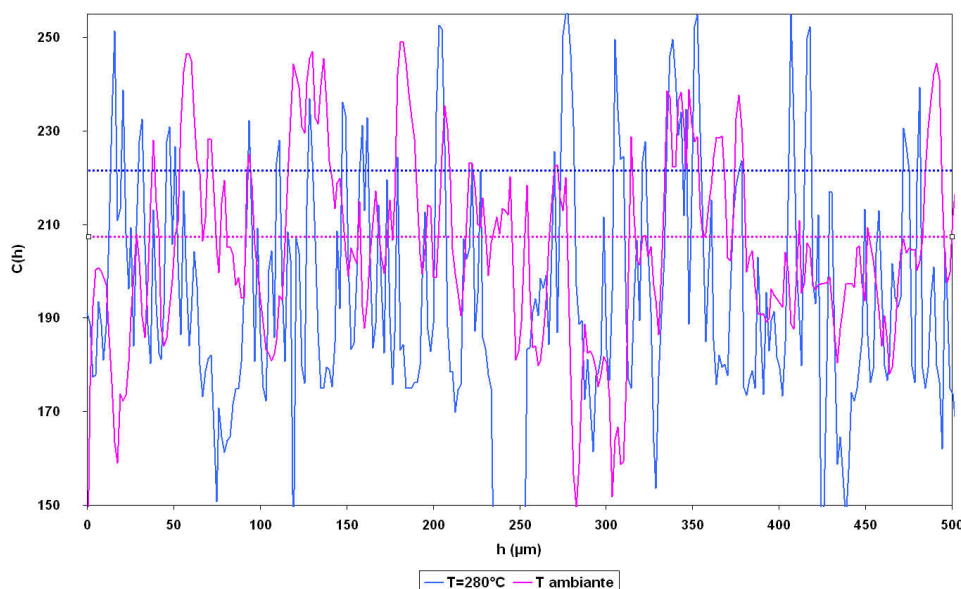


Figure 3. 40 : Profils, en niveaux de gris, des niveaux de déformation équivalente normalisée par la déformation équivalente moyenne atteints, sur une zone de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$, sur un axe orienté à 50° de la direction de sollicitation, pour deux éprouvettes prélevées à 45° de DL et sollicitées à des températures différentes

Pour cela, nous avons tracé les cartes de déformation équivalente normalisée (par la valeur de la déformation équivalente moyenne sur chaque zone) pour chaque éprouvette en veillant à ce que les niveaux de gris soient identiques sur les deux cartes. Suivant une droite passant par le centre de la zone d'étude et ayant une orientation par rapport à l'axe de sollicitation de 50° (orientation des bandes de localisation) nous avons alors tracé le profil (valeur en tout point du niveau de gris atteint) de la déformation, pour chaque éprouvette. Le niveau de gris 0 correspond à une valeur de déformation équivalente normalisée de 0 et le niveau 255 correspond à une valeur de déformation équivalente normalisée de 4. Sur la figure 3.40, les droites en pointillés correspondent aux niveaux de déformation équivalente moyenne atteints pour chaque température. Prenons alors comme critère d'apparition d'une bande le dépassement du niveau moyen de déformation équivalente. L'analyse de la figure 3.40 (cf. : tableau 3.14) montre alors que le nombre de bandes de localisation de la déformation

augmente avec la température. Il apparaît donc que lorsque la température augmente, il devient plus aisé au sein du matériau d’amorcer de nouvelles bandes de localisation que d’augmenter leur longueur.

Température de sollicitation	Nombre de bandes
Ambiante	20
280°C	26

Tableau 3. 14 : Nombre de bandes déterminé à partir des profils de la figure 3.40

Enfin, nous constatons aussi que le niveau d’hétérogénéité (C_{infini}) augmente avec la température. Une explication probable de ce phénomène réside dans la température de sollicitation utilisée. En effet, cette température se situe en bordure du plateau athermique [Gra] [Elb04] pour lequel la vitesse de sollicitation n’a pas d’influence sur la déformation. Ainsi, l’effet de vitesse diminuant, l’écrouissage diminue, ce qui facilite les localisations et se traduit par une diminution de la valeur de C_{infini} .

Synthèse concernant les essais de traction uniaxiale à 280°C

Ces essais de traction uniaxiale à 280°C nous ont permis de montrer :

- Concernant le comportement macroscopique :
 - o De même qu’à température ambiante, nous obtenons, conformément à la littérature, un comportement élastique quasi isotrope et un comportement plastique fortement anisotrope. De plus, les niveaux de contrainte (limite d’élasticité, $R_{p0,2\%}$, R_m) évoluent avec la température en conservant la même hiérarchie en fonction de la direction de sollicitation.
 - o L’évolution du rapport des déformations au cours de l’essai et en fonction de la direction de sollicitation suit le même schéma qu’à température ambiante, mettant en évidence la forte anisotropie de comportement.
 - o Nous montrons que l’utilisation du facteur de Schmid moyen pour le glissement prismatique permet de décrire l’entrée en plasticité quelle que soit la direction de sollicitation.
- Concernant le comportement à l’échelle de la microstructure granulaire :
 - o De même qu’à température ambiante, nous voyons apparaître un motif en croix quel que soit la direction de sollicitation.
 - o Les directions privilégiées de localisation de la déformation évoluent en fonction de la direction de sollicitation et ce d’autant plus que la température augmente.
 - o L’épaisseur des bandes de localisation est commensurable à la taille de grain.
 - o La longueur des bandes de localisation est de l’ordre de 5 fois la taille de grains et on remarque une diminution de cette longueur avec l’augmentation de la température.
 - o Le niveau d’hétérogénéité (C_{infini}) reste constant quelle que soit la direction de sollicitation. Nous constatons toutefois qu’une augmentation de la température entraîne une augmentation de ce niveau d’hétérogénéité de la déformation au sein du matériau, conformément à ce qui est attendu dans le plateau athermique.

3.4.2 Essais biaxés

L'un des objectifs des essais présentant un trajet de chargement plus complexe que celui d'un essai de traction, des essais biaxés, est de continuer à caractériser, dans des conditions plus générales, les modes de localisation de la déformation étudiés sous chargement uniaxial. Ils pourront ultérieurement permettre aussi la validation des résultats de l'identification des paramètres de la loi de comportement, sur des trajets complexes.

En outre, si des mesures de champs ont été réalisées sur des matériaux ayant subi des chargements monotones (sans changement de trajet de chargement) [Dou00] [Elb], cela n'a pas été le cas jusqu'ici sous chargement multiaxial. C'est pourquoi notre choix s'est porté sur un essai biaxé séquentiel, composé dans un premier temps d'une traction puis dans un second temps d'une sollicitation circonférentielle pure.

3.4.2.1 Traction puis sollicitation circonférentielle pure

Les états de contraintes considérés sont les suivants :

- pour un essai de traction : $\Sigma_t = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$

- pour un essai sous sollicitation circonférentielle pure : $\Sigma_{cp} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{\theta\theta} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$

Afin de réaliser un essai de traction suivi d'un essai sous sollicitation circonférentielle pure (tenseurs des contraintes pour les deux sollicitations donnés ci-dessus), il est nécessaire d'utiliser des éprouvettes tubulaires.

L'éprouvette utilisée est une éprouvette tubulaire de Zircaloy-4 recristallisé issue d'un tube découpé puis elle est équipée de bouchons permettant une sollicitation sous pression interne (cf. : plan de l'éprouvette en annexe 1).

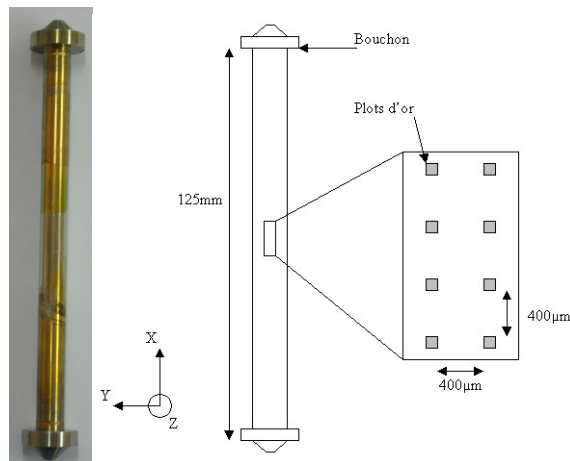


Figure 3. 41 : Visualisation de la zone analysée sur l'éprouvette de traction-sollicitation circonférentielle pure

A l'issue de l'analyse par EBSD d'une zone située au centre de l'éprouvette et délimitée par des plots d'or (cf. : figure 3.41), nous obtenons la texture présentée sur le figure 3.42. Nous pouvons voir sur cette figure une texture typique des gaines de combustible nucléaire, présentant des axes $\langle c \rangle$ préférentiellement orientés à $\pm 40^\circ$ de DN dans le plan DN-DT. De plus, les directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ sont majoritairement orientées suivant DL. Les axes $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ présentent quant à eux des maxima situés à 30° de l'axe du tube.

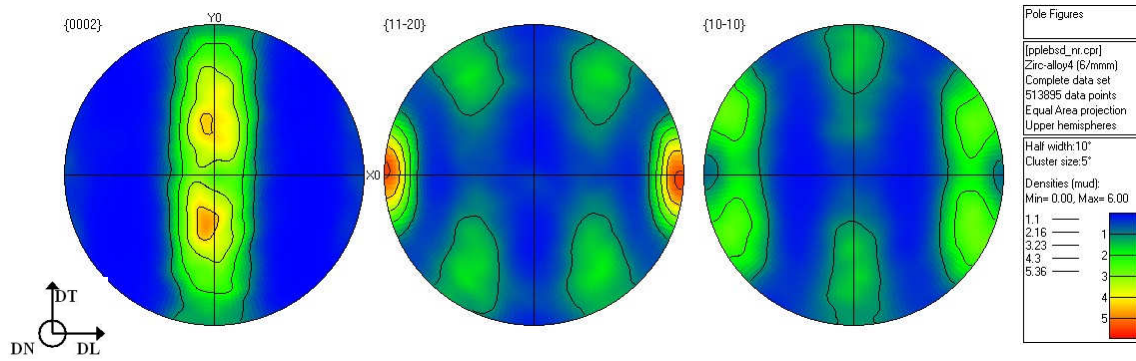


Figure 3. 42 : Texture issue de l'analyse par EBSD d'une zone de $400 \times 1200 \mu\text{m}^2$ (pas d'analyse : $1 \mu\text{m}$) sur l'éprouvette de traction-sollicitation circonférentielle pure

Les données issues de l'analyse par EBSD nous permettent, comme vu précédemment, d'accéder à la distribution de la taille de grains sur cette éprouvette. Nous constatons (cf. : figure 3.43) qu'elle présente une taille de grain bien inférieure à celle des éprouvettes de zirconium grade 702 sollicitées en traction (taille de grain moyenne de l'ordre de $5 \pm 4 \mu\text{m}$: cf. figure 3.44).

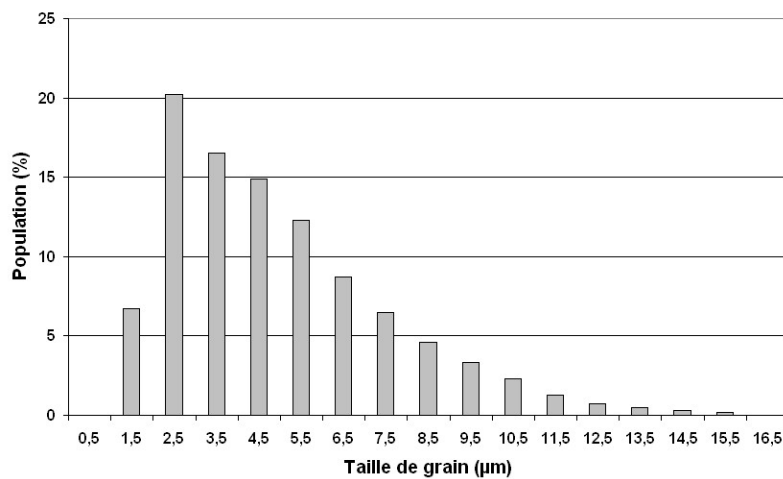


Figure 3. 43 : Répartition de la taille de grains pour l'éprouvette de traction-sollicitation circonférentielle pure

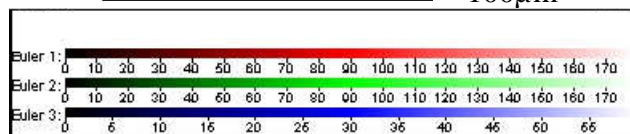
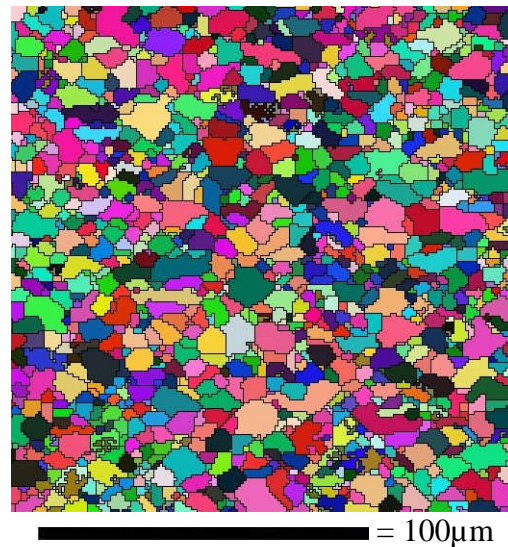


Figure 3. 44 : Cartographie des orientations cristallines (angles d'Euler) obtenue par analyse par EBSD sur l'éprouvette de traction-sollicitation circonférentielle pure

Protocole expérimental

Le protocole expérimental est défini comme suit. Dans un premier temps, la surface de l'éprouvette est préparée pour l'analyse microextensométrique (dépôt de microgrilles et imagerie de référence). Afin de repérer la zone sur laquelle les microgrilles sont déposées, des méplats sont préalablement réalisés sur les bouchons de l'éprouvette. Ils servent de plus à repositionner à l'identique l'éprouvette dans la chambre du MEB pour les différentes phases d'imagerie. L'éprouvette est ensuite montée sur une machine biaxée pour une première sollicitation. Elle est équipée d'un extensomètre longitudinal et d'un extensomètre diamétral (cf. : figure 3.45). L'essai est réalisé à température ambiante. Il est piloté en vitesse de déformation axiale, dont la valeur est fixée à $2.10^{-4} s^{-1}$ jusqu'à une déformation totale de 2,5%.

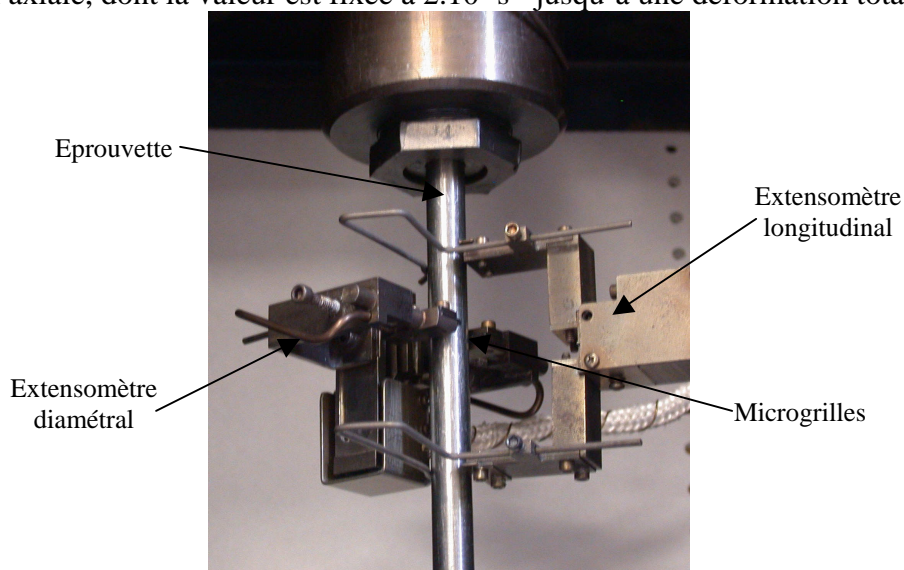


Figure 3. 45 : Montage utilisé pour l'essai de traction sur l'éprouvette de traction-sollicitation circonférentielle pure

A la suite de cette première sollicitation, l'éprouvette est démontée pour prise d'images. L'éprouvette est ensuite remontée sur la machine biaxée. Elle est alors soumise à une seconde sollicitation, une sollicitation circonférentielle pure (la contrainte axiale est maintenue égale à 0). L'essai est réalisé à température ambiante. Il est piloté en vitesse de déformation diamétrale, dont la valeur est fixée à $2.10^{-4} s^{-1}$ jusqu'à une déformation totale de 2,5%. L'éprouvette est une nouvelle fois démontée afin de prendre les images nécessaires à l'analyse microextensométrique correspondant au second chargement.

Réponse mécanique macroscopique

La figure 3.46 représente la réponse mécanique à l'essai de traction. Le module d'élasticité est d'environ 98GPa et la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% vaut 408MPa. Les valeurs de déformations résiduelles moyennes sont reportées dans le tableau 3.15.

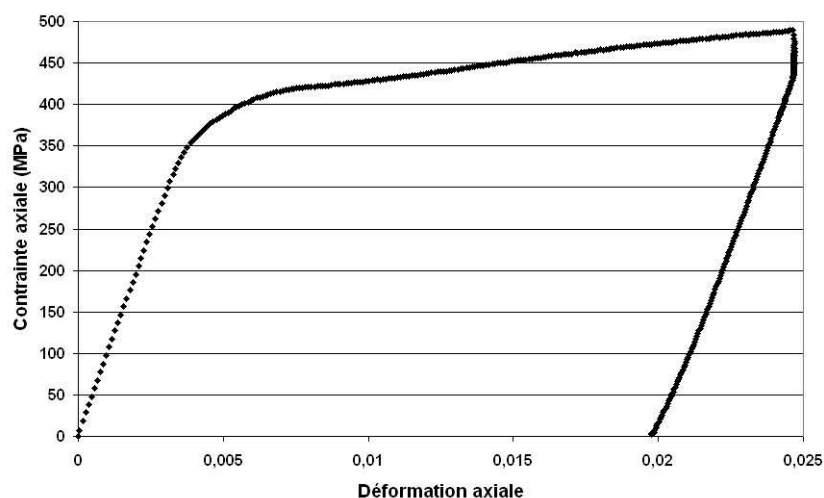


Figure 3. 46 : Réponse mécanique obtenue pour un essai de traction sur tube de Zircaloy-4

Au cours de cet essai, un problème lié à l'extensomètre diamétral a entraîné la perte des données concernant les déformations diamétrales. Néanmoins, des mesures de diamètre par extensométrie laser avant et après essai permettent de connaître la déformation résiduelle diamétrale obtenue (cf. : tableau 3.15). Nous obtenons alors pour le rapport des déformations résiduelles diamétrale sur axiale une valeur de -0,69. De même que pour les essais de traction sur éprouvette plate, cette valeur du rapport des déformations plastiques est inférieure à la valeur de -0,5 attendue pour un matériau isotrope incompressible.

Déformation résiduelle (%) après essai de traction	Axiale	Diamétrale
	1,98	-1,36

Tableau 3. 15 : Déformations résiduelles après essai de traction sur tube de Zircaloy-4

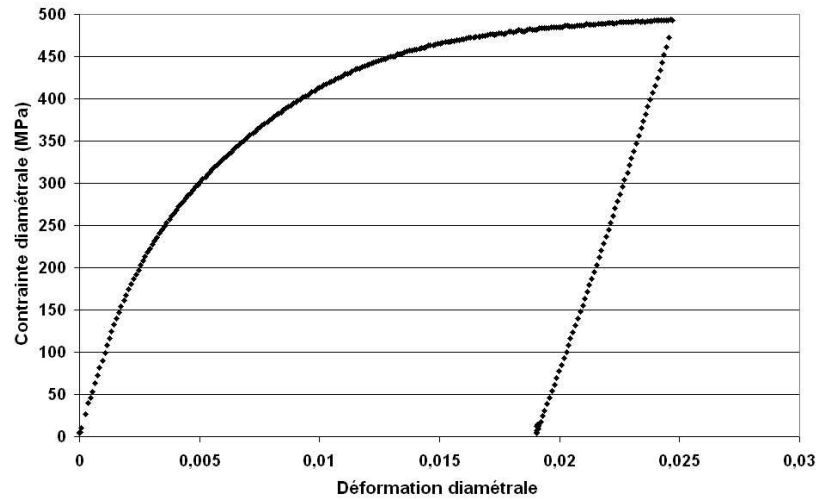


Figure 3.47 : Réponse mécanique obtenue pour un essai de sollicitation circonférentielle pure sur tube de Zircaloy-4 préalablement déformé par traction

Les figures 3.47 et 3.48 représentent la réponse mécanique de la seconde partie de l'essai. La perte de linéarité est très rapide et le niveau de contrainte atteint pour 2,5% de déformation diamétrale est quasiment identique à celui atteint lors de la première sollicitation. Les valeurs de déformations résiduelles moyennes sont reportées dans le tableau 3.16.

A la fin de l'essai de sollicitation circonférentielle pure, nous obtenons alors un rapport de déformations diamétrale sur axiale d'environ -0,91. Cette évolution du rapport des déformations correspond à ce que nous avons obtenu pour les essais de traction suivant différentes directions de sollicitation. En effet, dans le cas de cet essai, la première sollicitation correspond à une sollicitation de traction suivant DL, le rapport des déformations est d'environ -0,69. Pour la seconde sollicitation, nous pouvons faire le parallèle avec une sollicitation de traction suivant DT. Le rapport des déformations est alors égal à -0,91. Comme pour les essais de traction monotone, nous trouvons alors une augmentation en valeur absolue du rapport des déformations lorsque l'on passe d'une sollicitation suivant DL à une sollicitation suivant DT.

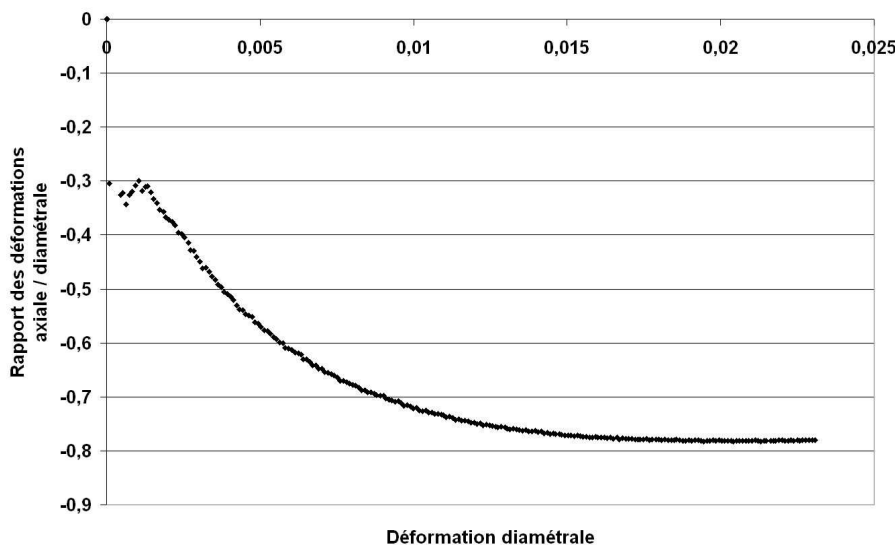


Figure 3.48 : Evolution du rapport des déformations axiale sur diamétrale en fonction de la déformation diamétrale pour l'essai de sollicitation circonférentielle pure sur tube de Zircaloy-4 préalablement déformé par traction

Déformation résiduelle (%)	Axiale	Diamétrale
<i>Traction</i>	1,98	-1,36
<i>Sollicitation circonférentielle pure</i>	-1,74	1,9
<i>Traction + sollicitation circonférentielle pure</i>	0,24	0,54

Tableau 3. 16: Déformations résiduelles après essais sur tube de Zircaloy-4

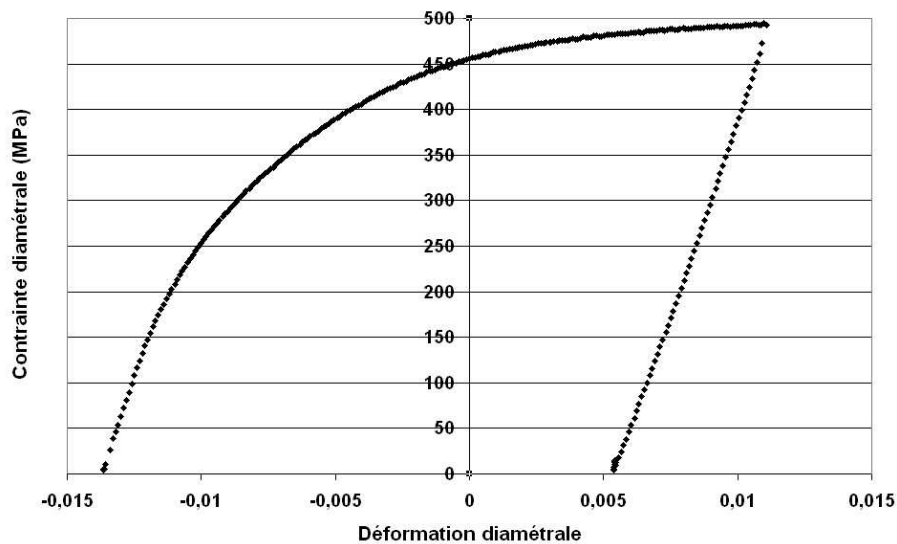


Figure 3. 49 : Réponse mécanique obtenue pour un essai de sollicitation circonférentielle pure sur tube de Zircaloy-4 préalablement déformé par traction, à partir de la déformation diamétrale résiduelle

Enfin, concernant les résultats macroscopiques de cet essai avec changement de trajet de chargement, il est intéressant de regarder l'influence de la texture au cours d'un tel trajet. Lors de l'essai de traction, du fait de la texture, la déformation diamétrale résiduelle est de l'ordre de $-1,4\%$. Il s'agit ensuite de réaliser un essai de sollicitation circonférentielle pure, ce qui correspond comme nous venons de le voir à une sollicitation de traction suivant la direction transverse. Ainsi, si l'on trace la réponse macroscopique, non plus à partir d'un état supposé naturel (cf. : figure 3.47) mais à partir de la déformation résiduelle (cf. : figure 3.49), les 2,5% de déformation subis par l'éprouvette entraînent alors, sur le cumul des deux essais, une déformation résiduelle diamétrale de 0,5%. Le même raisonnement dans la direction axiale amène une déformation axiale résiduelle d'environ 0,2%. Ainsi, l'éprouvette a subi deux chargements successifs dans des directions perpendiculaires l'une à l'autre et se retrouve à la fin de l'essai dans un état mécanique macroscopique quasiment identique à celui initial (à 0,5% de déformation près). Néanmoins, ayant subi deux chargements, si l'état mécanique est quasi identique du fait de la texture marquée et du comportement très anisotrope de ce matériau, l'état métallurgique (densité de dislocations) doit, lui, être fortement différent.

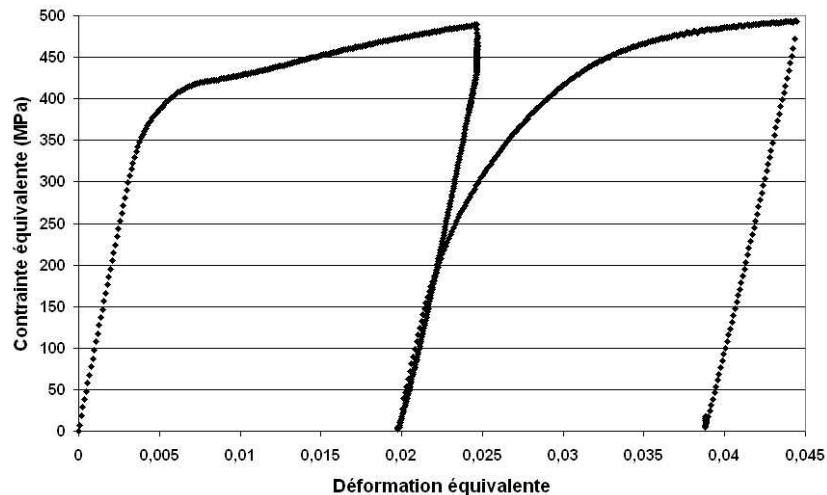


Figure 3. 50 : Réponse mécanique équivalente de von Mises pour un chargement de traction puis une sollicitation circonférentielle pure

Qu'en est-il de la déformation équivalente subie par l'éprouvette lors de ce chargement biaxé avec changement de trajet de chargement ? Supposons un matériau isotrope incompressible ; nous pouvons alors considérer le critère de Mises afin de décrire la déformation équivalente subie par l'éprouvette. Dans le cas de l'essai de traction, la contrainte équivalente est égale à la contrainte axiale, et dans le cas de l'essai sous sollicitation circonférentielle pure, elle est égale à la contrainte circonférentielle. Nous pouvons alors déterminer la réponse mécanique équivalente pour le trajet de chargement proposé (cf. : figure 3.50). Ainsi, la déformation équivalente subie par le matériau (au sens de von Mises) est de l'ordre de 3,9%. Mais cette valeur est-elle comparable à celle d'un essai atteignant un niveau de déformation cumulée équivalente identique mais provenant d'un trajet de chargement différent ?

Nous savons que ce matériau n'est pas isotrope et l'utilisation, pour déterminer la déformation ou la contrainte équivalente, d'une notation basée sur le critère de von Mises est certainement améliorable. Néanmoins, les différents critères simples existants, tel que le critère de Hill par exemple qui, lui, tient compte de l'anisotropie du matériau, sont des critères utilisés pour construire une contrainte équivalente que l'on va ensuite comparer à la contrainte d'écoulement plastique du matériau. Ainsi, les essais multiaxés sont généralement utilisés afin de construire des surfaces de charge [Gey99]. Leur utilisation afin de comparer à l'échelle de la microstructure granulaire la localisation de la déformation est récente et repose de manière nouvelle, à cette échelle, des questions rencontrées depuis longtemps à l'échelle macroscopique comme celle de comparer les résultats obtenus sur différents essais avec changement de trajet de chargement, tel que de traction puis sollicitation circonférentielle pure, sollicitation circonférentielle pure puis traction et enfin essai couplé traction sollicitation circonférentielle. Une étude à l'échelle locale ne peut donc pas se satisfaire de cette approche macroscopique pour caractériser la déformation.

Réponse mécanique à l'échelle de la microstructure granulaire

Au cours de cet essai, différentes étapes d'imagerie ont permis d'acquérir les données nécessaires à une analyse microextensométrique de celui-ci.

Les différentes images sont prises aux étapes suivantes :

- étape 0 : images de référence (cf. : figure 3.51), l'éprouvette est vierge de toute sollicitation
- étape 1 : l'éprouvette a subi un essai de traction
- étape 2 : l'éprouvette a subi, à la suite de l'essai de traction et décharge, un essai sous sollicitation circonférentielle pure.

Nous nous intéresserons, pour cet essai, au champ de déformation ϵ_{xx} , l'axe Ox correspondant à l'axe du tube de Zircaloy-4 (axe horizontal sur les différentes figures).

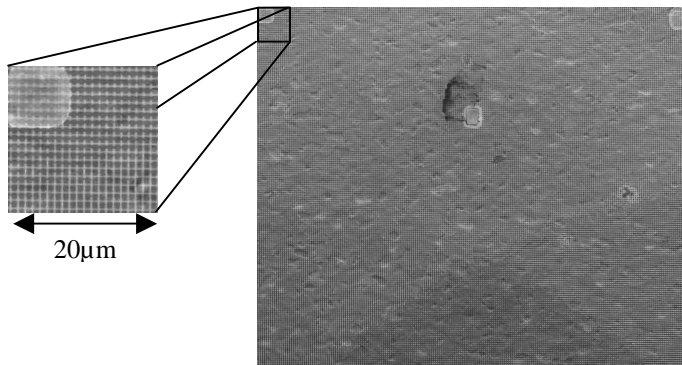


Figure 3. 51 : Zone d'étude de $400 \times 300 \mu\text{m}^2$ (MEB mode SE)

Le champ de déformation concernant l'essai de traction est obtenu en réalisant l'analyse microextensométrique entre les étapes 0 et 1 ; pour l'essai sous sollicitation circonférentielle pure, l'analyse est réalisée entre les étapes 1 et 2 et nous regarderons aussi ce que nous obtenons globalement au cours de cet essai avec changement de trajet de chargement en réalisant l'analyse entre les étapes 0 et 2.

Les champs de déformation axiale obtenus sont présentés sur la figure 3.52. Les champs de déformation pour les essais de traction et sous sollicitation circonférentielle pure présentent des bandes de localisation orientées à $\pm 45^\circ$ de la direction de sollicitation. Il est alors intéressant de savoir si ces bandes sont ou non localisées au même endroit pour les deux essais. D'autre part, nous pouvons aussi constater que pour l'essai global, le champ de déformation axial obtenu est très bruité, conséquence du faible taux de déformation totale observé.

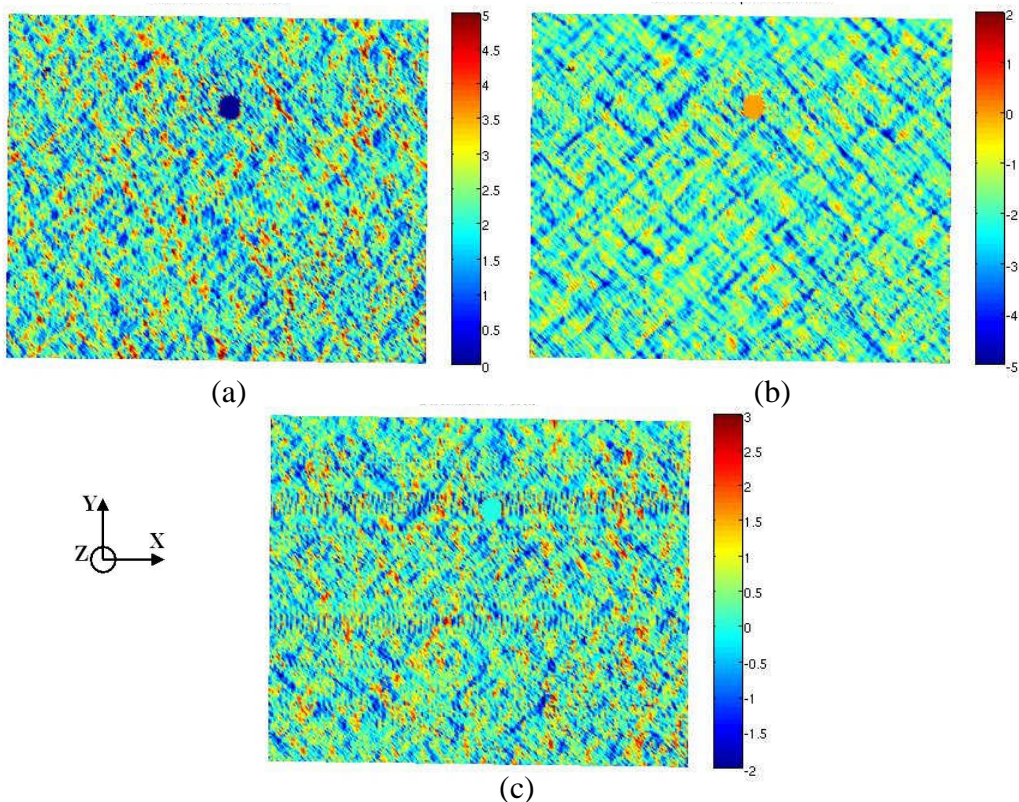


Figure 3. 52 : Champs de déformation axiale (ϵ_{xx}) obtenus pour les essais (a) de traction, (b) de sollicitation circonférentielle pure et (c) pour l'essai global, sur une zone de $400 \times 300 \mu\text{m}^2$

Afin de comparer les résultats obtenus sur une zone d'étude de $400 \times 300 \mu\text{m}^2$ aux résultats macroscopiques, les moyennes des déformations résiduelles mesurées par microextensométrie sont présentées dans le tableau 3.17. Si les résultats obtenus sur une telle zone d'étude ne sont pas identiques aux résultats obtenus macroscopiquement, nous remarquons des évolutions identiques. En effet, nous retrouvons un comportement fortement anisotrope avec des rapports des déformations résiduelles atteints allant de 0,72 pour l'essai de traction à 1,05 pour la sollicitation circonférentielle pure.

Déformations résiduelles	Axiale (%)	Diamétrale (%)
<i>Traction</i>	2,18	-1,58
<i>Sollicitation circonférentielle pure</i>	-1,99	1,89
<i>Essai complet</i>	0,18	0,32

Tableau 3. 17 : Déformations résiduelles mesurées par microextensométrie sur une zone de $400 \times 300 \mu\text{m}^2$

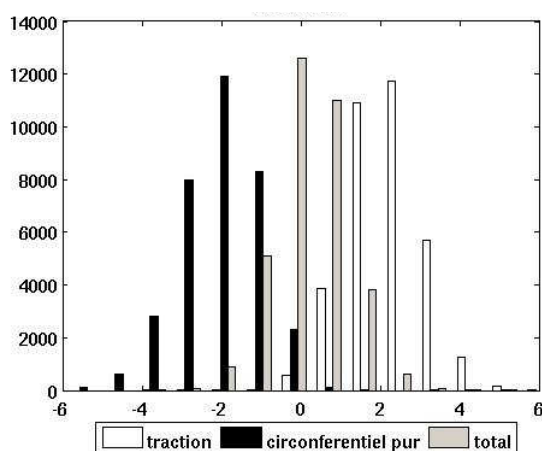


Figure 3. 53 : Distribution de la déformation axiale déterminée par microextensométrie au cours de l'essai de traction – sollicitation circonférentielle pure

De même, en considérant les distributions des déformations axiales (ϵ_{xx}) obtenues pour chaque sollicitation (cf. : figure 3.53), nous pouvons remarquer que si pour les sollicitations de traction et circonférentielle pure, nous avons bien des distributions des déformations axiales centrées sur les valeurs moyennes de 2,2% et -2% respectivement, pour l'essai complet, la distribution des déformation axiale est centrée sur 0. Nous pouvons tout de même constater, grâce à l'analyse microextensométrique, que si la déformation moyenne (tout comme la déformation macroscopique) est quasiment nulle, il apparaît des zones de localisation de la déformation où celle-ci peut atteindre -2% ou 3%. Ainsi, malgré un état macroscopique mécanique semblant ne présenter qu'une faible déformation, à l'échelle de la microstructure, les hétérogénéités de déformation ne sont pas négligeables.

Pour des essais de traction monotone, lorsque le schéma de localisation de la déformation est apparu, il reste stable au cours de l'essai [Dou00] [Elb]. Nous souhaitons déterminer si cette stabilité est aussi observée au cours d'un essai avec changement de trajet de chargement. Pour cela, nous avons, dans un premier temps, superposé les champs de déformation obtenus pour l'essai de traction et l'essai sous sollicitation circonférentielle pure (cf. : figure 3.54).

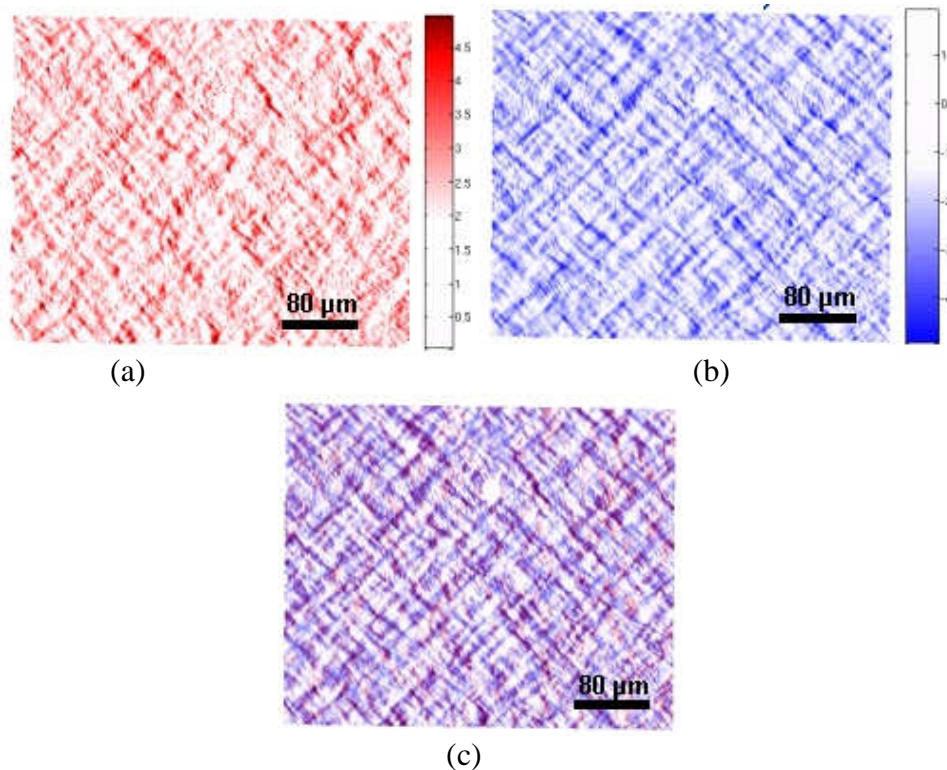


Figure 3. 54 : Champs de déformation axiale obtenus pour (a) l'essai de traction et (b) l'essai sous sollicitation circonférentielle pure sur une zone de $400 \times 300 \mu\text{m}^2$. (c) Superposition de ces deux champs

Cette superposition semble valider la stabilité des bandes de localisation de la déformation. En effet, s'il est difficile de statuer sur les zones déformées (en couleur sur les différentes images), les zones non déformées (en blanc) se superposent nettement.

Une simple analyse visuelle n'étant pas suffisante pour conclure sur la stabilité des bandes de déformation au cours de cet essai, une analyse statistique utilisant la méthode des covariogrammes est utilisée. Pour cela, les covariogrammes correspondant aux cartes de déformation axiale sont réalisés (cf. : figure 3.55).

Sur les trois covariogrammes, nous voyons apparaître un motif en croix témoignant de l'existence d'un double réseau de bandes orientées dans deux directions. Les bandes présentent des directions à $\pm 45^\circ$ par rapport à l'axe de l'éprouvette. Nous pouvons aussi constater, suivant l'axe horizontal, l'apparition d'un motif répétitif perturbant les résultats. Ceci est dû à un bruitage exceptionnel des images de microgrilles prises au MEB, l'éprouvette n'étant pas collée sur son support.

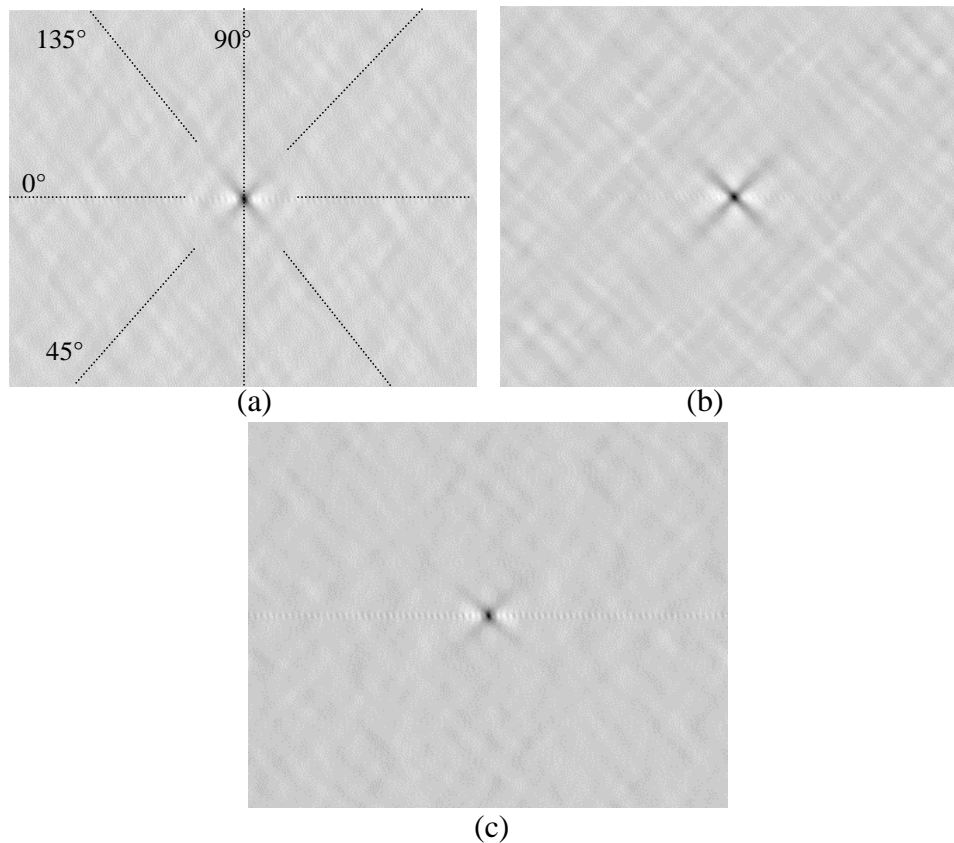


Figure 3. 55 : Covariogrammes correspondants aux champs de déformation axiale obtenus pour (a) l’essai de traction, (b) l’essai sous sollicitation circonférentielle pure et (c) l’essai global, sur la même zone de $400 \times 300 \mu\text{m}^2$

Les caractéristiques géométriques des bandes sont ensuite extraites à partir de l’analyse des profils des covariogrammes suivant les directions déterminées par l’essai et les motifs observés : l’axe de sollicitation (0°), l’axe transversal (90°) et les axes principaux de la croix (45° et 135°). Le tableau 3.17 présente les caractéristiques géométriques des bandes obtenues. L’épaisseur des bandes a été déterminée à l’aide des profils à 90° , ceux à 0° présentant un bruitage trop important (cf. : figure 3.56).

Sollicitation	Directions caractéristiques des bandes		Caractéristiques des bandes (μm)			C_{infini}
			épaisseur	longueur (μm)	longueur (nbre de grains)	
traction	45°	135°	8	50	10,0	0,847
sollicitation circonférentielle pure	45°	135°	7	53	10,6	0,805
global	45°	135°	8	59	11,8	0,417

Tableau 3. 18 : Récapitulatif des analyses de covariogrammes pour l’essai de traction-sollicitation circonférentielle pure

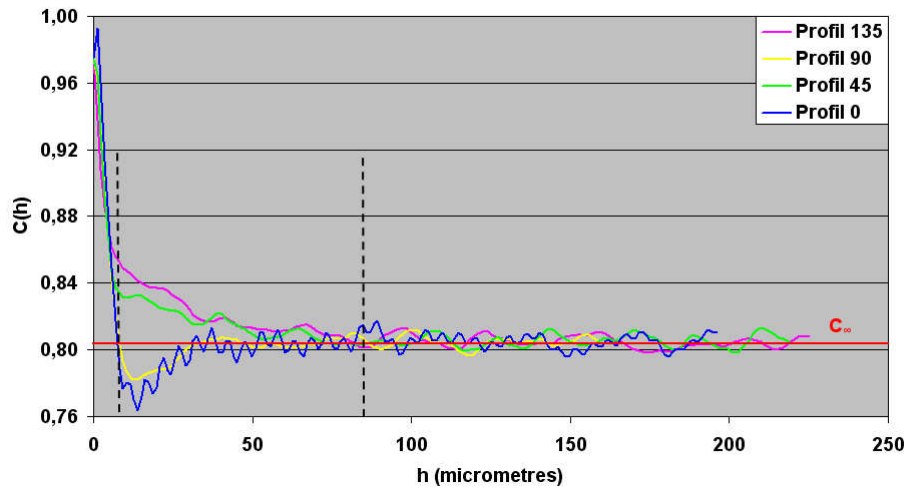


Figure 3. 56 : Profils caractéristiques des covariogrammes pour l'essai sous sollicitation circonférentielle pure

Nous pouvons constater que l'épaisseur des bandes, $8\mu\text{m}$, ne varie pas en fonction de la sollicitation considérée. Elle est du même ordre de grandeur que la taille de grain. Néanmoins, cette valeur étant très proche de la valeur de la base de mesure utilisée pour déterminer les déformations ($4\mu\text{m}$), elle doit tout de même être considérée avec précaution.

La longueur des bandes, environ $50\mu\text{m}$, est identique pour les deux essais (traction et sollicitation circonférentielle pure) et correspond à dix fois la taille de grain. Ainsi, pour cet essai de même que pour les essais de traction, nous voyons apparaître un mode de déformation à grande portée. D'autre part, les niveaux d'hétérogénéité mesurés au cours des deux essais sont comparables. Ces résultats semblent alors confirmer une localisation similaire de la déformation au cours des deux essais.

Comme vu précédemment, la présence de directions privilégiées à $\pm 45^\circ$ de la direction de sollicitation est attendue pour un essai de traction uniaxiale sur ce matériau. L'essai sous sollicitation circonférentielle pure peut être considéré comme un essai de traction uniaxiale dans une direction orientée à 90° de la première sollicitation (cf. : figure 3.57). Il est alors intéressant de constater que les bandes, orientées à $\pm 45^\circ$ de la direction de sollicitation accommodant la déformation au cours de l'essai de traction sont identiques statistiquement à celles accommodant la déformation au cours de l'essai sous sollicitation circonférentielle pure. Nous ne voyons pas apparaître de nouvelles bandes mais la déformation prend place et se localise à l'intérieur des bandes déjà sollicitées.

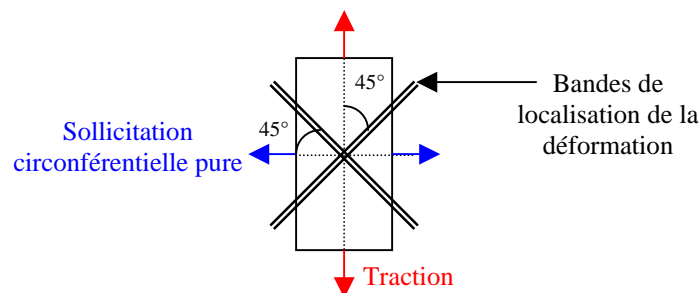


Figure 3. 57 : Schématisation de la localisation de la déformation à l'échelle locale pour les essais de traction et sollicitation circonférentielle pure

La chute de la valeur du C_{infini} obtenue pour l'essai global par rapport à celle obtenue pour les deux essais pris séparément correspond à une forte hausse du niveau relatif d'hétérogénéité de

la déformation. Ceci provient des très faibles niveaux de déformation mesurés entre l'étape 0 et l'étape 2 qui donnent des résultats très bruités proches de la précision de la mesure. Il n'est donc pas possible de conclure quant à la réalité physique d'un tel niveau d'hétérogénéité.

Synthèse concernant l'essai de traction puis sollicitation circonférentielle pure

Cet essai nous a donc permis de montrer les résultats suivants :

- La texture fortement marquée du matériau ainsi que son comportement fortement anisotrope entraînent pour deux sollicitations perpendiculaires successives réalisées jusqu'à des niveaux de déformation suivant l'axe de sollicitation quasi identiques, une déformation globale macroscopique quasi nulle ainsi que des déformations locales résiduelles moyennes mesurées par microextensométrie elles aussi proches de zéro. Néanmoins, à l'échelle de la microstructure granulaire, certaines déformations peuvent atteindre 2 à 3%. La question se pose alors de savoir comment quantifier la déformation subie par le matériau. Une approche en déformation équivalente est-elle acceptable ?
- Au cours d'un tel trajet de chargement (traction puis sollicitation circonférentielle pure) les bandes de localisation de la déformation n'évoluent pas en terme de schéma de localisation.
- L'épaisseur des bandes de localisation est proche de la taille de grain ; néanmoins, l'utilisation d'une base de mesure commensurable avec celle-ci nous pousse à rester circonspects vis-à-vis de ce résultat.
- La longueur des bandes de localisation privilégiée de la déformation est de 10 à 12 fois la taille de grains ; ainsi de même que pour les essais de traction, nous pouvons constater que cette localisation remet en question le statut du grain (ou de la famille de grains de même orientation cristalline) comme hétérogénéité élémentaire du polycristal en faisant apparaître l'importance de fortes corrélations d'assez grande portée dans des ensembles de grains voisins.

3.4.2.2 Torsion puis traction

Un second essai avec changement de trajet de chargement a été réalisé afin de visualiser sur les champs de déformation l'évolution de la localisation de la déformation. A l'issue de l'analyse par EBSD d'une zone située au centre d'une éprouvette de Zircaloy-4 recristallisé (zone analysée de $800 \times 1600 \mu\text{m}^2$), nous obtenons la texture présentée sur la figure 3.58. Cette texture est légèrement différente de celles obtenues précédemment. En effet, les axes $\langle c \rangle$ sont principalement orientés suivant un seul pôle situé à environ 45° de DN.

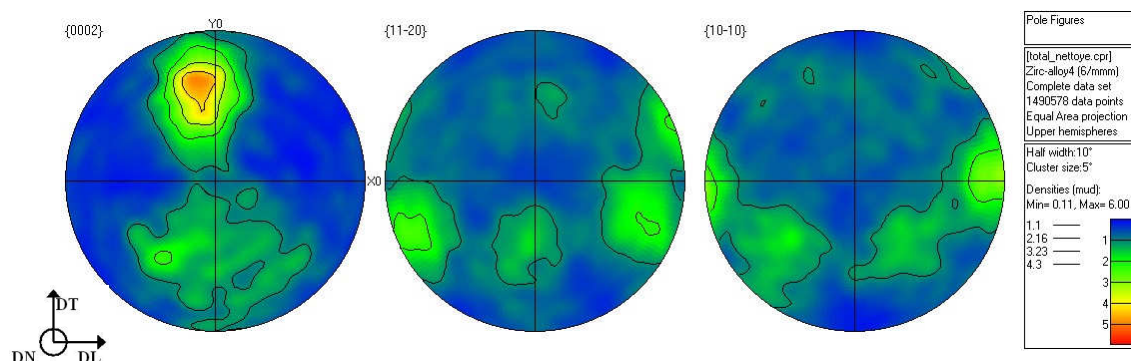


Figure 3. 58: Texture initiale issue de l'analyse par EBSD d'une zone de $800 \times 1600 \mu\text{m}^2$ (pas d'analyse : $1 \mu\text{m}$) sur l'éprouvette de torsion - traction

Nous pouvons aussi constater (cf. : figure 3.59) que cette éprouvette présente une taille de grain supérieure à celle de l'éprouvette de Zircaloy-4 utilisée pour l'essai de traction-sollicitation circonférentielle pure. La taille de grain moyenne est de l'ordre de $15\pm 4\mu\text{m}$ (cf. : figure 3.60).

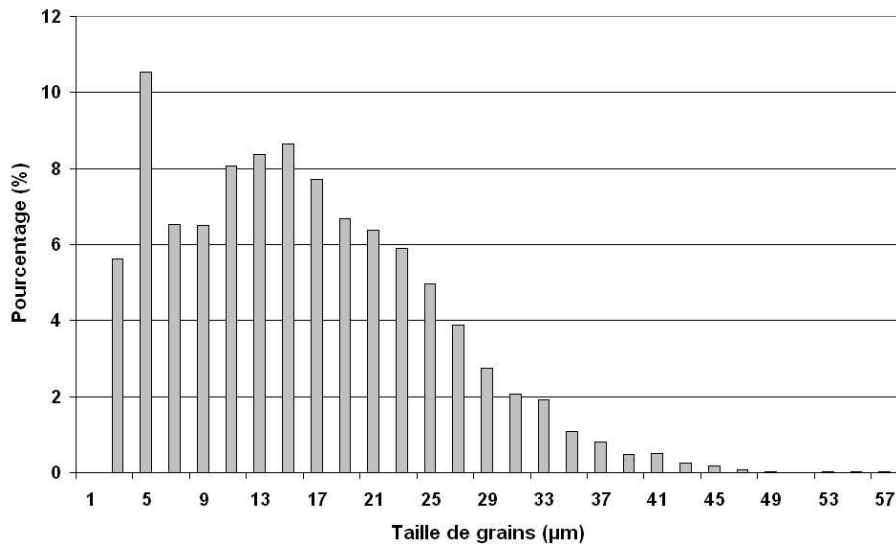


Figure 3. 59 : Répartition de la taille de grains pour l'éprouvette de torsion - traction

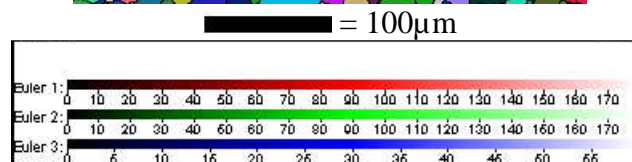
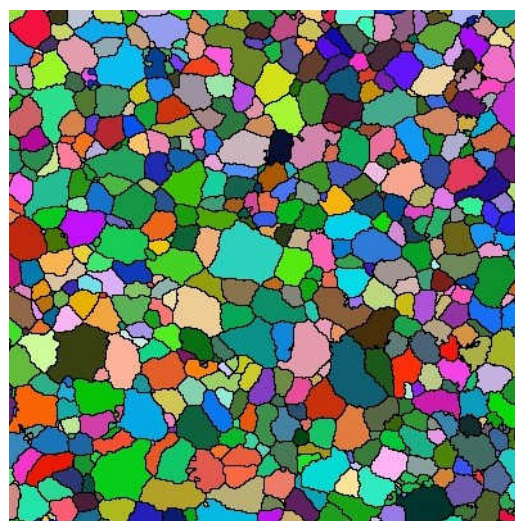


Figure 3. 60 : Cartographie des orientations cristallines (angles d'Euler) obtenue par analyse par EBSD sur l'éprouvette de traction-sollicitation circonférentielle pure

Protocole expérimental

L'essai est réalisé en plusieurs étapes. Dans un premier temps, l'éprouvette est préparée pour la microextensométrie (cf. : figure 3.61). L'éprouvette est ensuite montée sur une machine biaxée pour la première sollicitation.

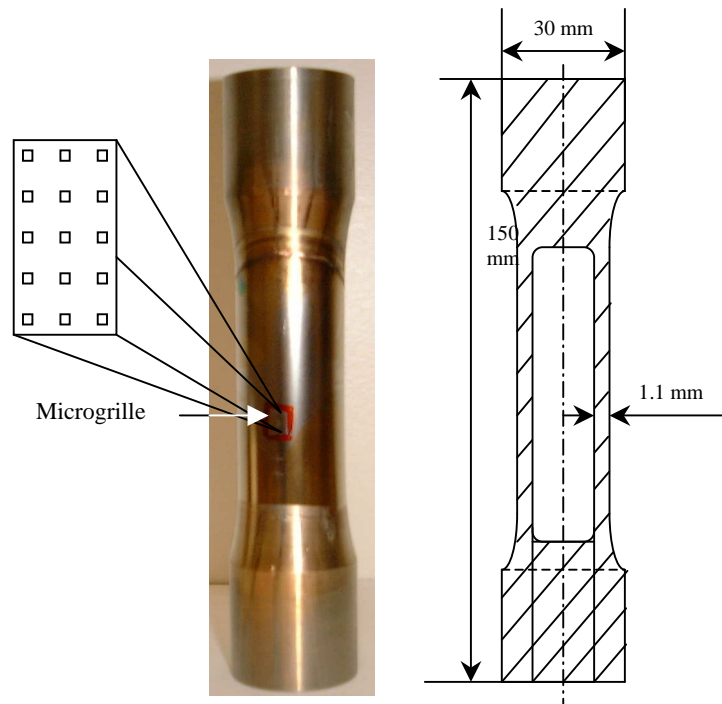


Figure 3.61 : Visualisation de la zone analysée sur l'éprouvette de torsion - traction

Elle est équipée d'un extensomètre biaxé. L'essai est réalisé à température ambiante. Il est piloté en vitesse de rotation constante égale à $0,2^{\circ} \cdot s^{-1}$ jusqu'à une déformation équivalente totale de 4%. La déformation équivalente est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon_{eq} = \frac{\varepsilon_{cis}}{\sqrt{3}} \quad \text{et} \quad \sigma_{eq} = \sigma_{cis} \sqrt{3} \quad (3.6)$$

où ε_{eq} et σ_{eq} correspondent respectivement aux déformations et contraintes équivalentes (au sens de von Mises), et ε_{cis} et σ_{cis} aux déformations et contraintes de cisaillement. La déformation de cisaillement est mesurée à l'aide d'un extensomètre, et la contrainte de cisaillement est donnée, par la relation suivante :

$$\sigma_{cis} = \frac{C}{S_0 \left(R_i + \frac{e}{2} \right)} \quad (3.7)$$

où C correspond au couple de torsion mesuré, S_0 à la section initiale de l'éprouvette, R_i au rayon interne du tube et e à son épaisseur.

Réponse mécanique macroscopique

Nous pouvons observer la réponse mécanique à cet essai sur la figure 3.62. L'essai a été réalisé en deux étapes. Nous obtenons un module élastique de cisaillement de 75 GPa.

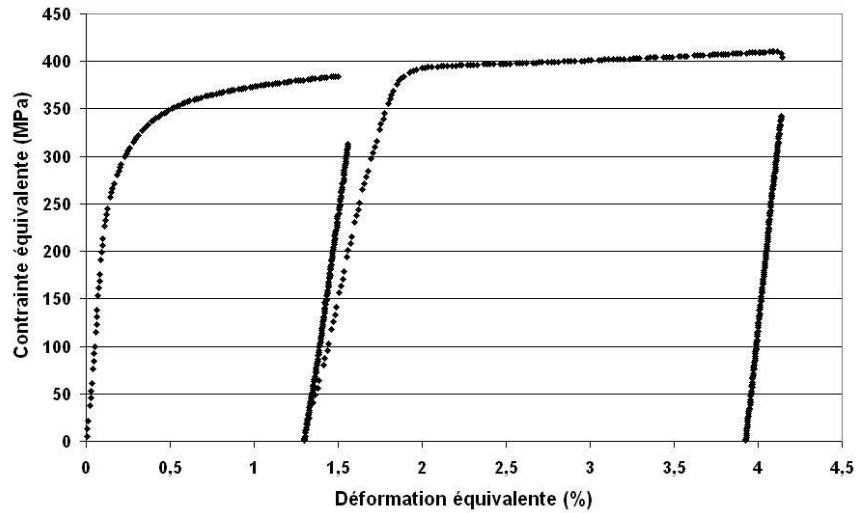


Figure 3. 62 : Réponse mécanique obtenue pour un essai de torsion sur tube de Zircaloy-4

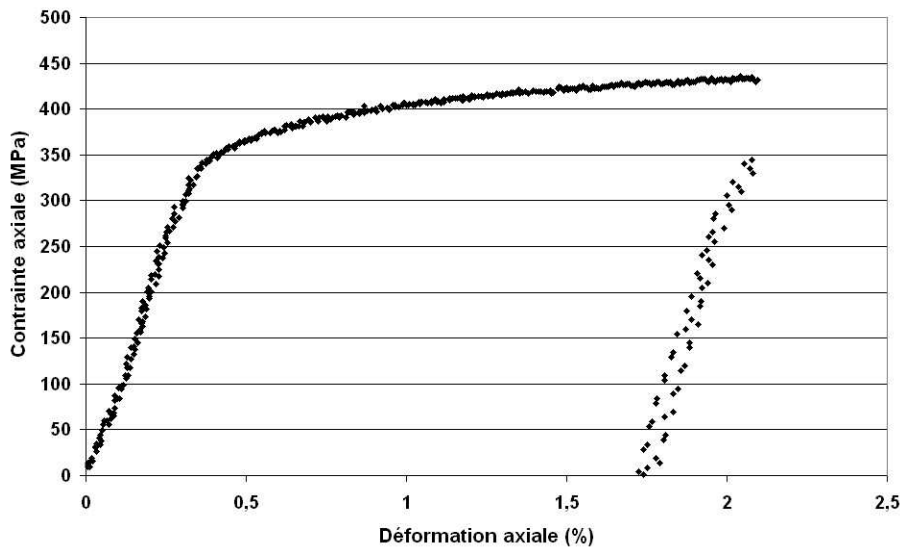


Figure 3. 63: Réponse mécanique obtenue pour un essai de traction sur tube de Zircaloy-4 préalablement déformé par torsion

A la suite de cette première sollicitation, l'éprouvette est démontée afin de prendre les images nécessaires à la microextensométrie pour cette étape de torsion. L'éprouvette est ensuite remontée sur la machine biaxée. Elle est alors soumise à une seconde sollicitation, une sollicitation de traction uniaxiale. L'essai est réalisé à température ambiante. Il est piloté en vitesse de déformation constante à une vitesse de $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ jusqu'à une déformation totale de 2%.

Nous pouvons observer la réponse mécanique à cet essai sur la figure 3.63. Le module de Young mesuré est de 100 GPa.

Qu'en est-il à présent de la déformation équivalente subie par l'éprouvette lors de ce chargement biaxé avec changement de trajet de chargement ? Supposons de nouveau un matériau isotrope incompressible ; pour un chargement en torsion, les contrainte et déformation équivalentes sont liées aux contraintes et déformations de cisaillement par les formules précédemment citées. Concernant la sollicitation de traction, les contraintes et déformations équivalentes correspondent alors aux contraintes et déformations axiales. Traçons alors la réponse mécanique au chargement complet subi par l'éprouvette (cf. : figure

3.64). Du point de vue macroscopique, l'éprouvette a donc subi une déformation équivalente de 5,67%.

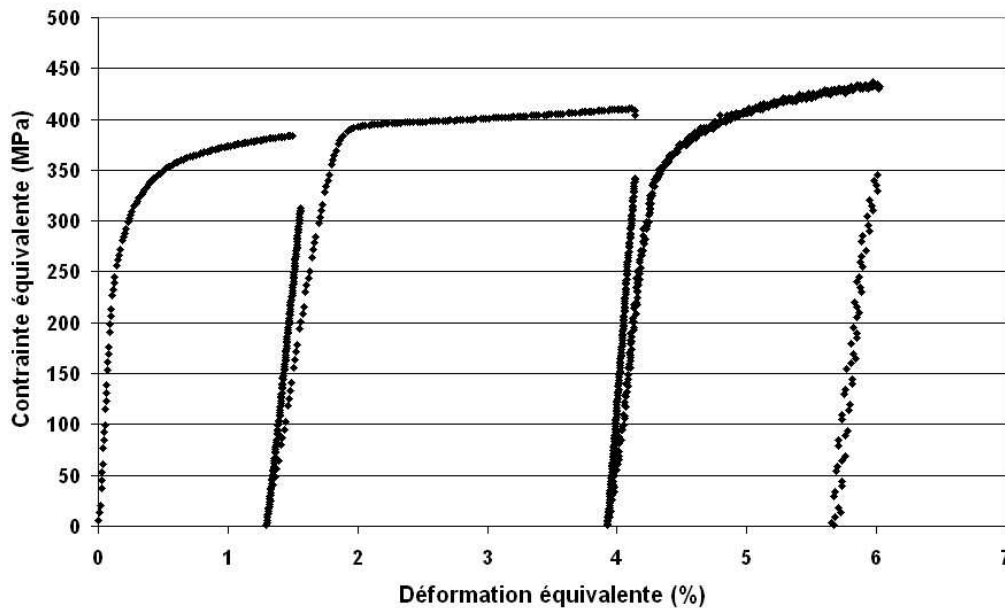


Figure 3. 64 : Réponse mécanique équivalente de von Mises pour un chargement de torsion puis de traction

Néanmoins, le matériau n'étant pas isotrope, quel est le chargement équivalent réellement vu par cette éprouvette et comment pouvons-nous comparer ces résultats aux résultats obtenus pour des chargements monotones, ou pour des chargements biaxés différents ?

Réponse mécanique à l'échelle de la microstructure granulaire

Au cours de cet essai, différentes étapes d'imagerie ont permis d'acquérir les données nécessaires à une analyse microextensométrique.

Les différentes images sont prises aux étapes suivantes :

- étape 0 : images de référence, l'éprouvette est vierge de toute sollicitation
- étape 1 : l'éprouvette a subi un essai de torsion
- étape 2 : l'éprouvette a subi, à la suite de l'essai de torsion et décharge, un essai de traction.

Nous nous intéresserons, pour cet essai, au champ de déformation équivalente, ϵ_{eq} , au sens de von Mises, déterminé à l'aide du logiciel Correlmanuv.

Le champ de déformation concernant l'essai de torsion est obtenu en réalisant l'analyse microextensométrique entre les étapes 0 et 1 ; pour l'essai de traction, l'analyse est réalisée entre les étapes 1 et 2 et nous regarderons aussi ce que nous obtenons globalement au cours de cet essai avec changement de trajet de chargement en réalisant l'analyse entre les étapes 0 et 2.

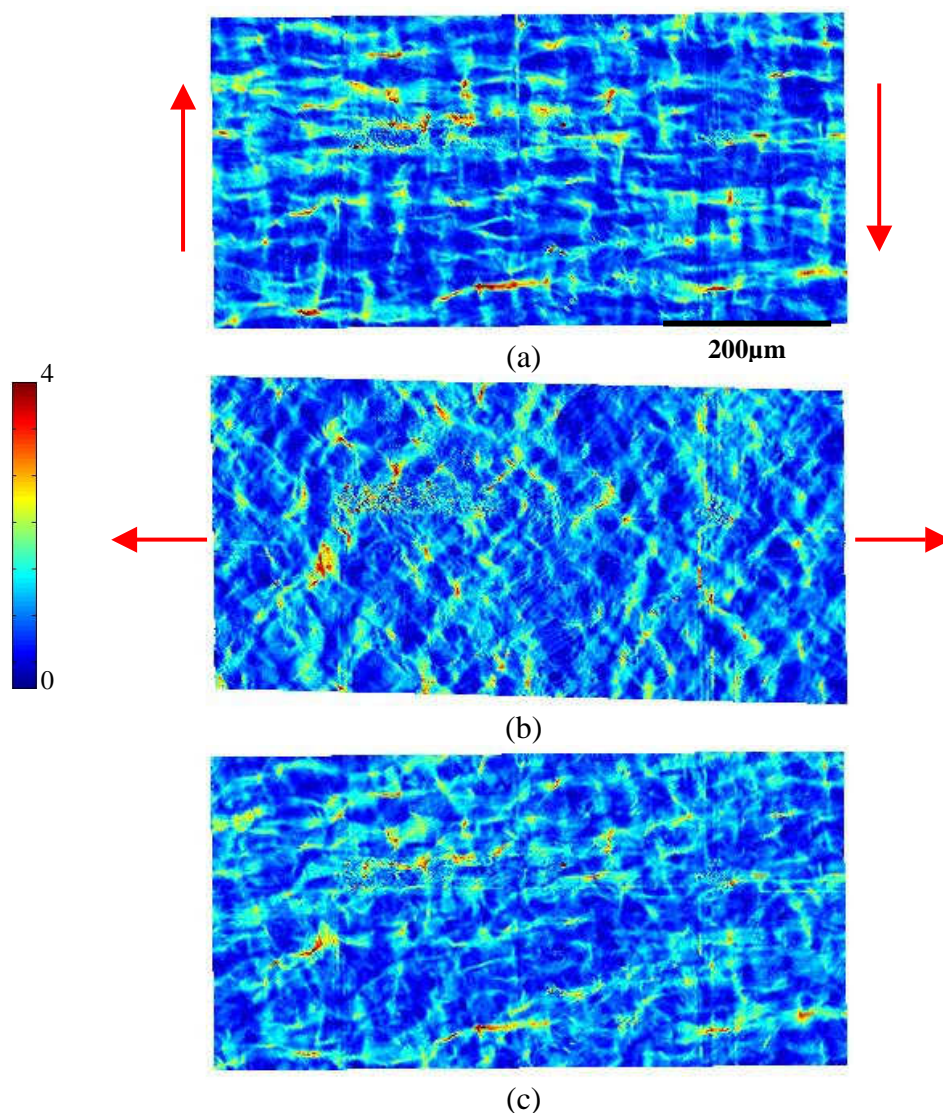


Figure 3. 65 : Champs de déformation équivalente normalisée obtenus pour les essais (a) de torsion, (b) de traction et (c) pour l'essai global, sur une zone de $420 \times 840 \mu\text{m}^2$

Les champs de déformation équivalente obtenus sont présentés sur la figure 3.65. Nous pouvons remarquer sur le champ de déformation obtenu pour l'essai de torsion des bandes de localisation orientées à 0° et 90° de l'axe du tube qui correspond à la direction horizontale sur les différentes figures. L'essai de traction fait quant à lui apparaître des bandes de localisation de la déformation à environ $\pm 45^\circ$ de la direction de sollicitation. Quant à l'essai considéré dans son ensemble, la carte de déformation obtenue montre des zones de localisation de la déformation, mais il est difficile, visuellement de déterminer un axe particulier de localisation. Nous pouvons alors en déduire que la localisation de la déformation a évolué au cours de cet essai avec changement de trajet de chargement, contrairement à ce que nous avons observé au cours de l'essai précédent.

Afin de comparer les résultats obtenus sur une zone d'étude de $420 \times 840 \mu\text{m}^2$ aux résultats macroscopiques, les moyennes des déformations résiduelles mesurées par microextensométrie sont présentées dans le tableau 3.18. Nous constatons qu'une telle zone d'étude n'est pas représentative du comportement macroscopique. En effet, les niveaux de déformation résiduelle atteints ne correspondent pas à ceux observés macroscopiquement.

Déformations résiduelles équivalentes	Macroscopique (%)	Locale (%)
<i>Torsion</i>	3,93	2,88
<i>Traction</i>	1,74	2,54
<i>Essai complet</i>	5,67	3,72

Tableau 3. 19 : Déformations équivalentes résiduelles obtenues macroscopiquement par extensométrie et à l'échelle locale par microextensométrie sur une zone de $420 \times 840 \mu\text{m}^2$

A l'aide des covariogrammes (cf. : figure 3.66) correspondant aux cartes de déformations équivalentes résiduelles, nous cherchons à déterminer les orientations préférentielles des bandes de localisation de la déformation et leurs caractéristiques.

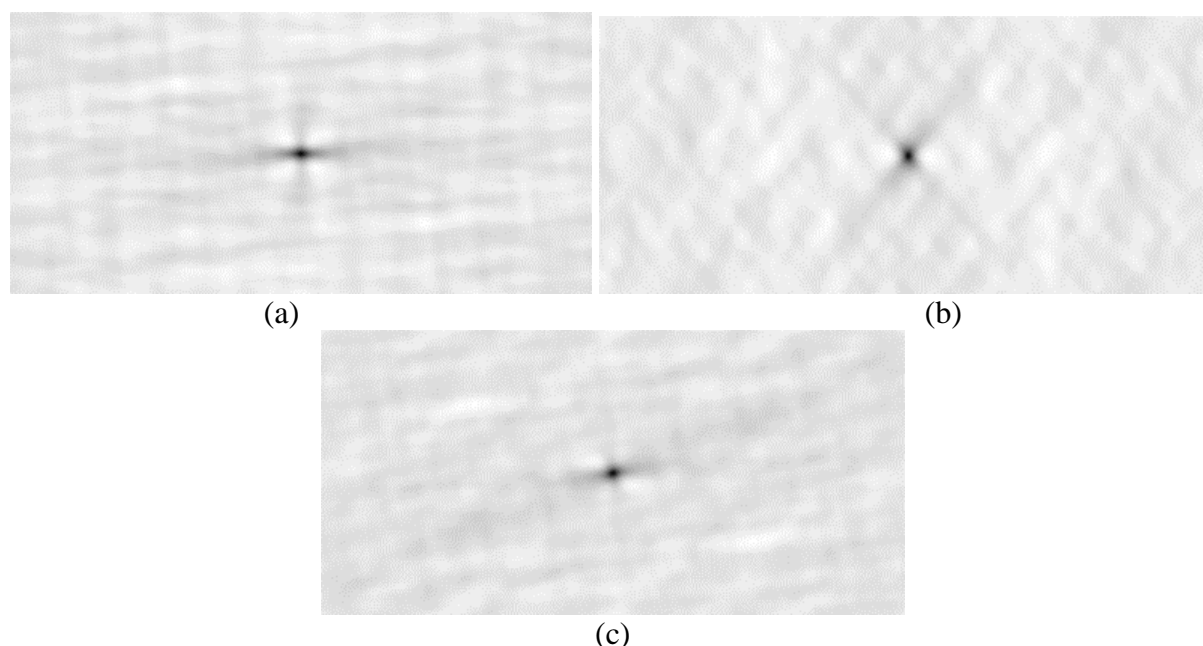


Figure 3. 66 : Covariogrammes correspondant aux cartes de déformation équivalente résiduelle obtenues pour les essais (a) de torsion, (b) de traction et (c) l'essai global

Nous constatons sur la figure 3.66, que les covariogrammes correspondant aux essais de torsion et de traction présentent des motifs en croix désorientés de 45° . Le covariogramme correspondant à l'essai global semble présenter un motif en croix proche de celui obtenu pour l'essai de torsion mais légèrement désorienté et moins clairement prononcé. Notons néanmoins qu'il existe un facteur deux entre les niveaux de déformation équivalente atteints au cours des deux sollicitations. L'histoire du chargement semble donc prédominante et l'effet du changement de trajet de chargement semble seulement s'amorcer.

Les profils caractéristiques issus de ces covariogrammes sont présentés sur la figure 3.67. Nous pouvons constater que quel que soit l'essai considéré, l'épaisseur des bandes de localisation est identique et de l'ordre de la taille de grain (cf. : tableau 3.19). Les orientations des directions préférentielles de localisation obtenues pour les essais de torsion et de traction correspondent à celles attendues pour de tels essais.

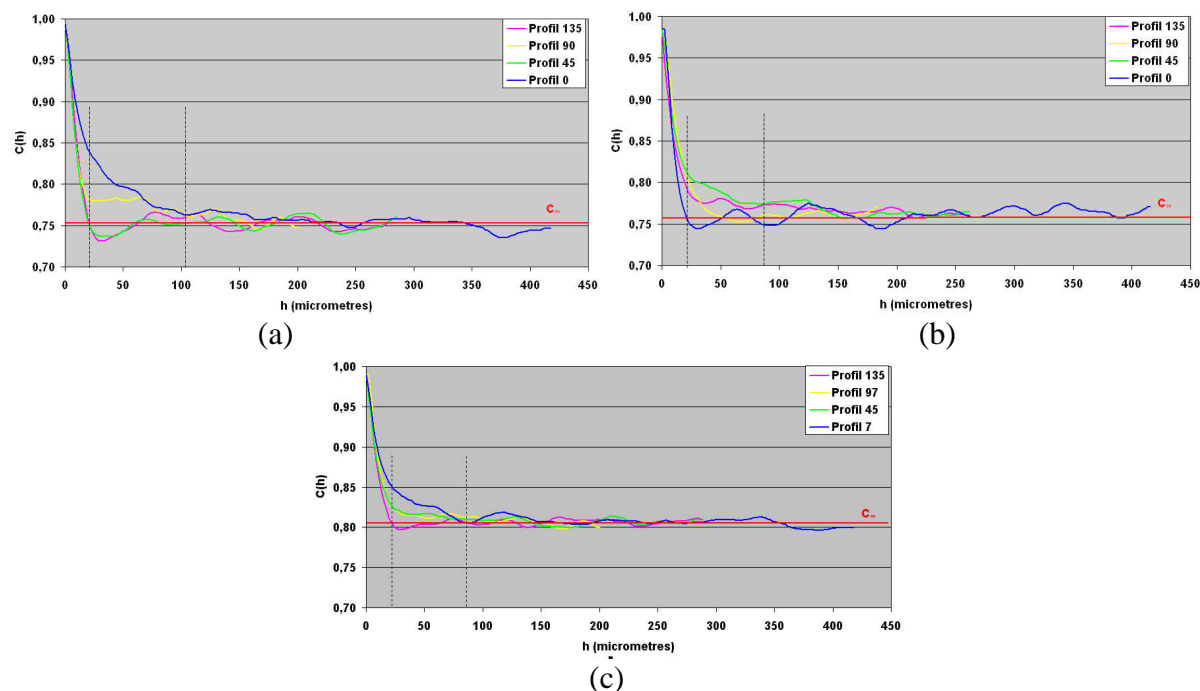


Figure 3. 67 : Profils caractéristiques des covariogrammes pour les essais (a) de torsion, (b) de traction et (c) l’essai global

Sollicitation	Directions caractéristiques des bandes		Caractéristiques des bandes (μm)			C_{infini}
			épaisseur	longueur (μm)	longueur (nbre de grains)	
torsion	0°	90°	16	101	6,7	0,752
traction	45°	135°	16	81	5,4	0,767
global	7°	97°	16	90	6,0	0,806

Tableau 3. 20 : Récapitulatif des analyses de covariogrammes pour l’essai de torsion-traction

Pour l’essai de torsion, la longueur des bandes de localisation, environ 100 μm , correspond à six à sept fois la taille de grain. De même que pour les essais de traction ou sous sollicitation circonférentielle pure, au cours d’un essai de torsion, nous voyons apparaître un phénomène de corrélation à grande portée. Au cours de l’essai de traction, les bandes de localisation de la déformation ont une longueur plus faible, de l’ordre de cinq à six fois la taille de grains.

Si l’on considère à présent les modifications observées pour ces bandes entre un essai de torsion simple, et un essai de torsion suivi d’un essai de traction, nous obtenons à la fois une diminution de la taille des bandes de localisation, et une réorientation de celles-ci. En effet, nous pouvons observer sur le covariogramme de l’essai global (cf. : figure 3.66) que le motif de croix s’est non seulement légèrement estompé, mais qu’il a de plus tourné dans la direction des axes de déformation privilégiée observés au cours de l’essai de traction. Ainsi, le phénomène de localisation de la déformation, tout en étant un phénomène local (longueur des bandes de l’ordre de cinq à sept fois la taille des grains) évolue en fonction de la sollicitation macroscopique.

Synthèse concernant l’essai de torsion puis traction

Cet essai nous a donc permis de montrer que :

- Au cours d’un tel trajet de chargement (torsion puis traction) les bandes de localisation de la déformation évoluent en terme de localisation avec l’évolution du chargement. En effet, nous avons pu constater une modification des directions privilégiées de

déformation, rotation de 7° , ainsi qu'une modification de leur longueur, diminution quasi égale à une fois la taille de grain.

- L'épaisseur des bandes de localisation est équivalente à la taille de grain.
- La longueur des bandes de localisation privilégiée de la déformation varie de 5,4 à 6,7 fois la taille de grains ; ainsi de même que pour les essais précédents nous pouvons constater l'importance d'effets de corrélation de longue portée entre grains.

3.5 Synthèse

La caractérisation que nous avons menée sur le zirconium grade 702 nous a permis de confirmer des données connues de la bibliographie mais aussi d'apporter de nouvelles données le concernant :

- Concernant le comportement macroscopique
 - o Le comportement élastique du zirconium grade 702 est quasiment isotrope tandis que le comportement plastique est lui fortement anisotrope.
 - o Le rapport des déformations transversale sur axiale évolue fortement au cours de la sollicitation, atteignant dans le domaine plastique des valeurs variant de $-0,6$ à $-0,8$ suivant la direction de prélèvement de l'éprouvette sollicitée.
- Concernant le comportement déterminé par microextensométrie à l'échelle de la microstructure :
 - o Une zone d'étude de $400 \times 400 \mu\text{m}^2$, pour un essai de traction uniaxiale et pour les deux températures investiguées, ne semble pas contenir un VER en terme de déformation.
 - o Nous constatons, à l'échelle de la microstructure granulaire, l'apparition de bandes de localisation de la déformation durant l'essai.
 - o Ces directions privilégiées de déformation dépendent de la direction de prélèvement de l'éprouvette sollicitée. Cet effet est d'autant plus marqué que la température de sollicitation est élevée. Cet effet est vraisemblablement lié aux désorientations relatives entre grains qui abaissent ou augmentent en fonction de la température le seuil de déclenchement du glissement d'un grain par rapport à celui du grain voisin. Néanmoins, de nouvelles investigations expérimentales ou issues de la simulation numérique sont nécessaires pour confirmer ou non cette assertion.
 - o Quels que soient le matériau, le type de sollicitation réalisé (traction, sollicitation circonférentielle pure, torsion) et la température de sollicitation (ambiante ou 280°C), l'épaisseur des bandes de localisation est commensurable avec la taille de grain.
 - o De même, pour tous les chargements testés, la longueur des bandes de localisation est supérieure à 5 fois la taille de grain, ce qui montre l'existence de corrélation à longue portée entre grains.

CHAPITRE 4
MISE EN ŒUVRE ET VALIDATION

4 Mise en œuvre et validation

Le chapitre 2 a permis de décrire la méthodologie employée pour identifier des paramètres de loi de comportement intracristalline. Au cours du chapitre 3, nous avons pu rapporter le type d'essais réalisés ainsi que les résultats expérimentaux obtenus tant à l'échelle macroscopique qu'à l'échelle de la microstructure granulaire. Il s'agit, au cours de ce dernier chapitre, d'appliquer cette méthodologie au zirconium polycristallin grade 702. Nous nous intéresserons dans ce qui suit à l'influence d'une perturbation, d'amplitude comparable à l'imprécision de la mesure expérimentale, des conditions aux limites sur les résultats d'une simulation numérique ainsi qu'à l'influence de la troisième dimension du maillage. La prise en compte des contraintes résiduelles sera ensuite étudiée. Enfin, les résultats d'une étude, menée en collaboration avec A. Salahouelhadj et H. Haddadi du LPMTM de l'Institut Galilée de l'université Paris XIII, concernant la prise en compte d'un formalisme de grandes transformations, seront exposés.

4.1 Identification sur trajet uniaxial

Afin de déterminer les paramètres de la loi de comportement cristalline utilisée, nous avons réalisé sur trois éprouvettes, prélevées à 0° , 45° et 90° de DL, une identification suivant la méthode proposée au chapitre 2. Les résultats issus de chaque identification seront par la suite nommés par la direction de prélèvement de l'éprouvette d'où l'agrégat simulé est extrait. Une zone d'étude de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ a été caractérisée expérimentalement sur chaque éprouvette (cf. : §3). De ces zones sont extraites des sous-zones de $180 \times 180 \mu\text{m}^2$ correspondant à la taille maximale de calcul autorisée. Afin d'optimiser la superposition des champs d'orientation cristalline et de déplacement, ces sous-zones sont extraites des zones d'étude où la superposition est la meilleure : ainsi l'imprécision de superposition sur ces sous-zones est au maximum de $0,9 \mu\text{m}$, ce qui est de l'ordre de grandeur de la précision de mesure de l'EBSD. Les sous-zones sont alors maillées (maillage de surface « extrudé » dans la direction hors plan d'une épaisseur égale au quinzième de la largeur des éléments utilisés) à l'aide d'éléments cubiques à 8 nœuds et 8 points d'intégration. Les maillages ainsi obtenus (cf. : figure 4.1) contiennent 46686 degrés de liberté. La simulation numérique d'un essai dure environ 3h30min sur une machine de type bi-pro Xeon 3GHz 4Go RAM. Le nombre de grains de surface contenus dans chaque agrégat est donné dans le tableau 4.1.

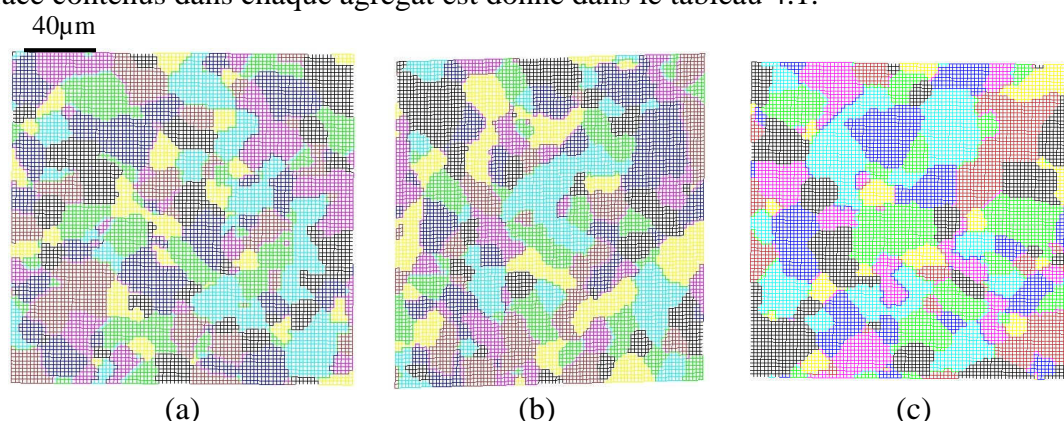


Figure 4. 1: Visualisation des agrégats pour les différentes sous zones sélectionnées ; directions de prélèvement par rapport à DL : (a) 0° , (b) 45° et (c) 90°

Agrégat	0°	45°	90°
Nombre de grains	242	194	161

Tableau 4. 1 : Nombre de grains contenus dans les sous zones de 180x180 μm^2 utilisées pour l'identification des paramètres

Rappelons que la loi de comportement utilisée dépend des 16 paramètres suivants : τ_{ini}^s , τ_{sat}^s et n^s pour chaque système de glissement (prismatique, basal et pyramidaux), H_0 , Q_0 , a et $\dot{\gamma}_0$. Le coefficient d'érouissage latent Q_0 , $\dot{\gamma}_0$ et a ainsi que les coefficients de sensibilité à la contrainte sont issus des résultats obtenus par Brenner [Bre01] identifiés sur des essais de fluage axial et de fluage en pression interne à 400°C et reportés dans le tableau 4.2.

coefficient	$\dot{\gamma}_0$	a	Q_0	n^p	$n^{pyr<a>}$	$n^{pyr<c+a>}$	n^b
valeur	5.10^{-7}	1	1,9	3	7,5	7,7	7,1

Tableau 4. 2 : Valeurs des paramètres issus de [Bre01]

Les 9 paramètres restant à identifier sont donc les cissions initiales et saturantes pour les différents systèmes de glissement ainsi que le paramètre d'érouissage H_0 . Brenner a montré que, pour du Zircaloy-4 ainsi que pour du Zr-Nb1%-O, la différence entre les cissions initiale et saturante est de l'ordre de 30MPa quel que soit le type de système considéré. C'est pourquoi, au cours de l'identification, nous imposons, quel que soit le système de glissement considéré i , la relation suivante :

$$\tau_{sat}^i - \tau_{ini}^i = 30MPa$$

Les systèmes de glissement basal et pyramidal de vecteurs de Burgers <c+a> sont des systèmes de glissement secondaires qui ne présentent apparemment qu'une faible contribution à l'accommodation de la déformation plastique à 400°C [Bre01]. R. Brenner souligne que les valeurs de cissions initiales qu'il a obtenues pour le système de glissement basal sont à considérer avec circonspection car sa contribution à la déformation est alors en contradiction avec les résultats expérimentaux. Il obtient comme cissions initiales du système de glissement pyramidal <c+a>, quel que soit le matériau étudié, des valeurs environ quatre fois plus grandes que celles obtenues pour le glissement prismatique. Nous imposerons donc au cours de l'identification la relation suivante :

$$\tau_{ini}^b = \tau_{ini}^{pyr<c+a>} = 4 \times \tau_{ini}^p$$

Enfin, le paramètre d'érouissage H_0 est quant à lui fixé à la valeur issue des travaux de R. Brenner sur le Zircaloy-4, soit 375MPa.

L'identification est alors effectuée suivant la méthodologie explicitée au chapitre 2. Pour chaque valeur de $\alpha_{pyr<a>}$, τ_0^p est identifié. Reste alors à calculer pour chaque valeur du couple ($\alpha_{pyr<a>}$, τ_0^p), la valeur de la fonction coût E. Rappelons que la fonction coût, E, est définie de la façon suivante :

$$E = \left(a \times \frac{e^L}{e} + b \times \frac{S^M}{S} \right)$$

où e^L et S^M correspondent aux erreurs locales et macroscopiques, e et S correspondent aux moyennes des déformations et contraintes expérimentales utilisées pour adimensionner les erreurs, et a et b correspondent à des facteurs de pondération. Au cours de cette identification, le choix est fait d'affecter à l'erreur locale, pour laquelle le nombre de données expérimentales est le plus important, un poids plus fort que celui affecté à l'erreur macroscopique, soit :

$$a=3 \text{ et } b=1$$

Ce choix a été fixé arbitrairement pour ces premières tentatives d'identification. Il est important de noter qu'une étude doit être effectuée sur le meilleur jeu de poids affectés aux différentes erreurs afin de réaliser une optimisation « complète » des paramètres recherchés. L'optimisation des paramètres $\alpha_{\text{pyr}\langle a \rangle}$ et τ_0^p est alors effectuée sur chaque agrégat décrit figure 4.1.

4.1.1 Première identification

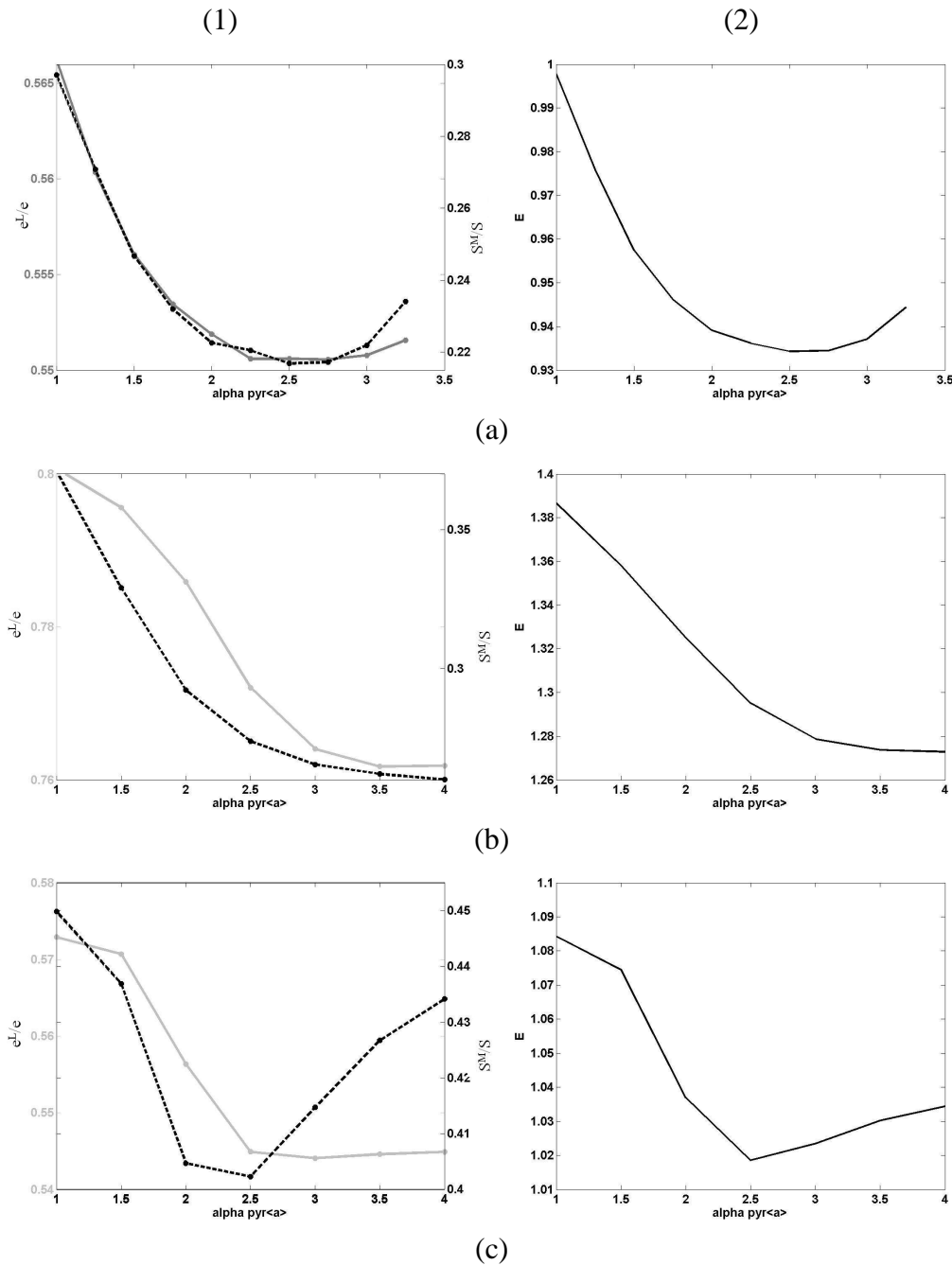


Figure 4. 2 : Evolution en fonction de $\alpha_{\text{pyr}\langle a \rangle}$ (1) des erreurs locales (e^L/e) et macroscopiques (S^M/S) et (2) de la fonction coût, pour les identifications sur : (a) 0° , (b) 45° et (c) 90°

L'optimisation des paramètres est réalisée sur chaque agrégat séparément. L'évolution des erreurs locales et macroscopiques ainsi que de la fonction coût est représentée sur la figure 4.2.

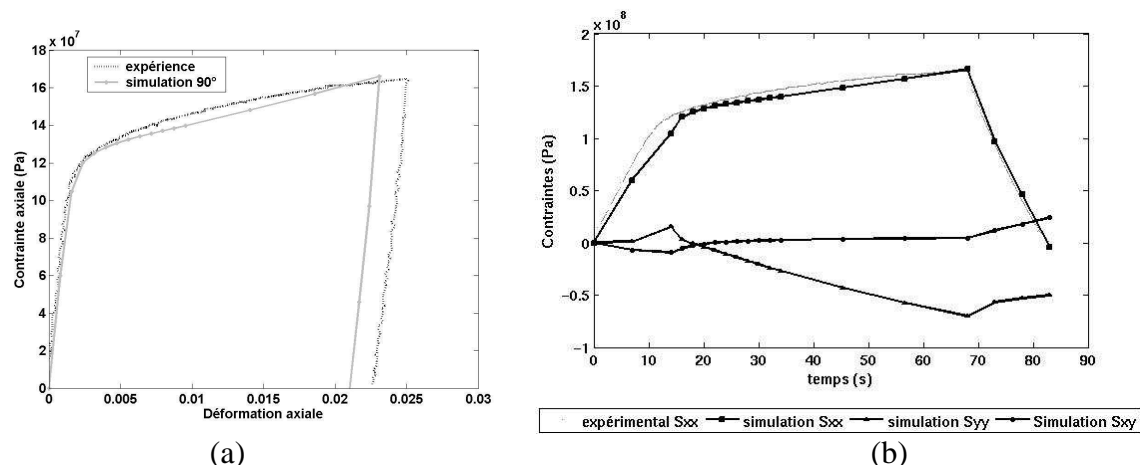


Figure 4. 3 : (a) Réponses mécaniques macroscopiques et (b) évolution des contraintes, en fonction du temps, issues de l'expérience et de la simulation numérique ; utilisation des paramètres identifiés (cf. : tableau 4.5)

Si l'on compare les résultats expérimentaux obtenus à l'échelle macroscopique et les résultats, moyennés sur l'agrégat considéré, obtenus par simulation numérique, nous pouvons remarquer, sur la réponse mécanique (cf. : figure 4.3) une bonne reproduction du domaine d'élasticité et du niveau d'entrée en plasticité (changement de pente) mais une mauvaise description du régime plastique. Cette mauvaise description de l'écrouissage peut être à relier à la forme de la loi d'écrouissage utilisée ainsi qu'aux hypothèses utilisées au cours de la simulation numérique. En effet, nous utilisons une loi d'écrouissage linéaire (relation linéaire entre cissons et taux de glissement) pour laquelle nous ne différencions pas les systèmes entre eux. L'écrouissage latent est identique quel que soit le système considéré, de même que l'auto-écrouissage. Rappelons de plus que l'agrégat simulé n'est pas suffisamment grand pour contenir un Volume Élémentaire Représentatif. C'est pourquoi, le niveau de déformation résiduelle atteint par la simulation numérique est différent de celui mesuré expérimentalement.

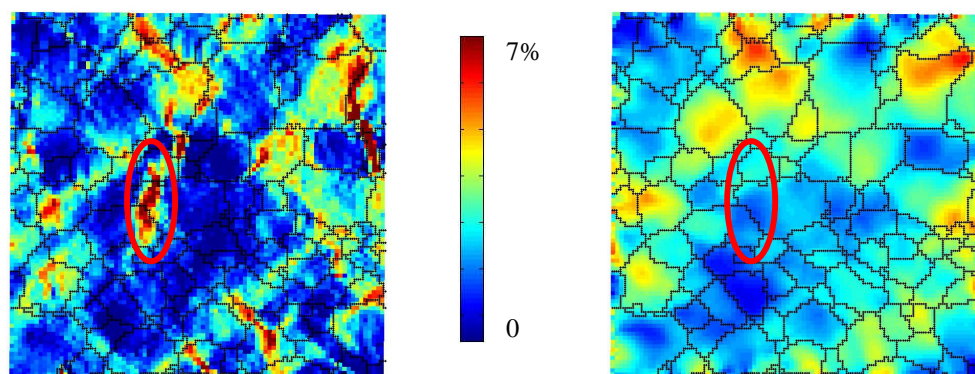


Figure 4. 4 : Cartographies des déformations axiales (a) mesurée par microextensométrie et (b) issue de la simulation numérique (utilisation des paramètres identifiés)

Nous constatons de plus l'apparition de contraintes transversales non négligeables nous invitant à penser que le jeu de paramètres ainsi identifié ne permet pas une bonne description des phénomènes en jeu au cours de l'essai.

Afin de vérifier cette conclusion provisoire, nous nous intéressons alors aux résultats obtenus à l'échelle locale. La comparaison des résultats expérimentaux et issus de la simulation

numérique (champs de déformation) montre un champ de déformation issu de la simulation trop homogène par rapport aux résultats expérimentaux (cf. : figure 4.4). Nous constatons de plus que certaines zones de localisation expérimentale ne sont pas reproduites par la simulation numérique (zone encerclée en rouge). Ceci entraîne l'apparition d'écart importants entre les deux cartographies, comme représenté sur la figure 4.5.

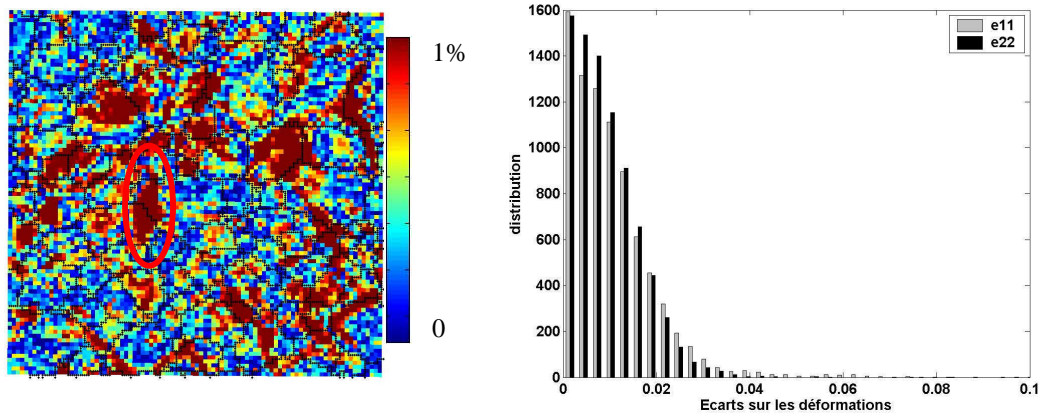


Figure 4. 5 : Cartographie des erreurs sur la déformation axiale (ϵ_{11}) et distribution des erreurs sur ϵ_{11} et ϵ_{22}

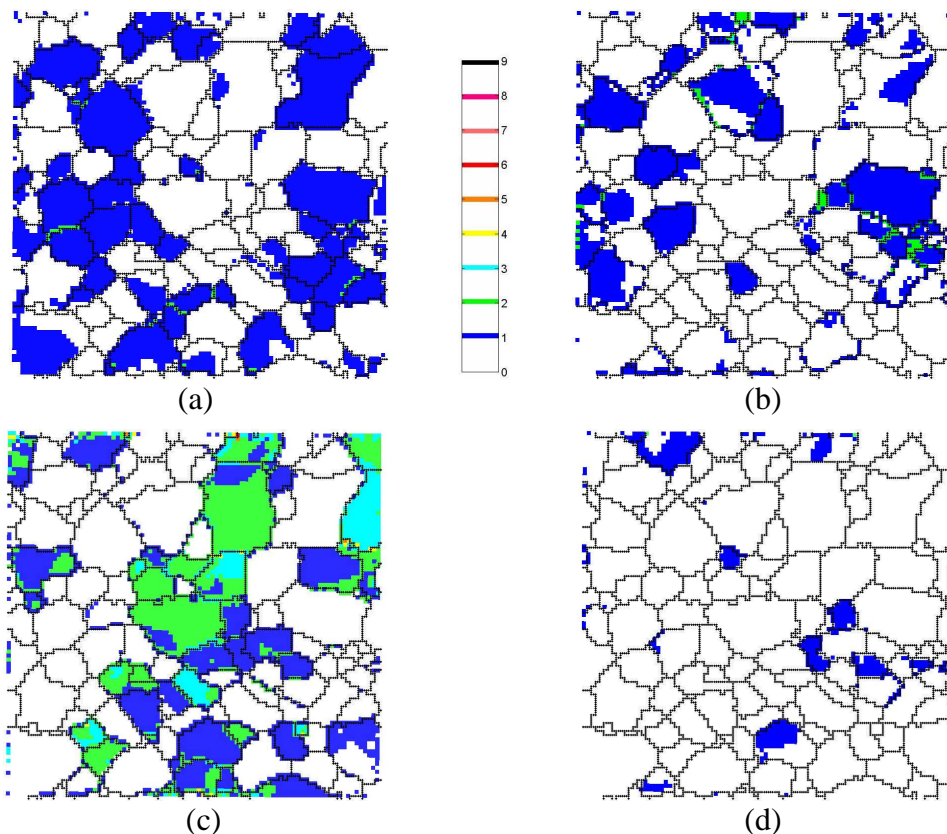


Figure 4. 6 : Cartographie du nombre de systèmes activés pour les glissements (a) prismatiques, (b) pyramidaux $\langle a \rangle$, (c) pyramidaux $\langle c+a \rangle$ et (d) basaux

La figure 4.6 présente la répartition du nombre de systèmes activés en tout point de la surface d'analyse. Nous considérons un système actif lorsque le glissement plastique y a dépassé la valeur de 0,5%. Nous remarquons qu'au cours de cette simulation nous obtenons majoritairement un seul type de système activé par grain, excepté pour les systèmes

pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$, ce qui n'est pas conforme aux observations recensées dans la littérature [Puj94] [Bre01].

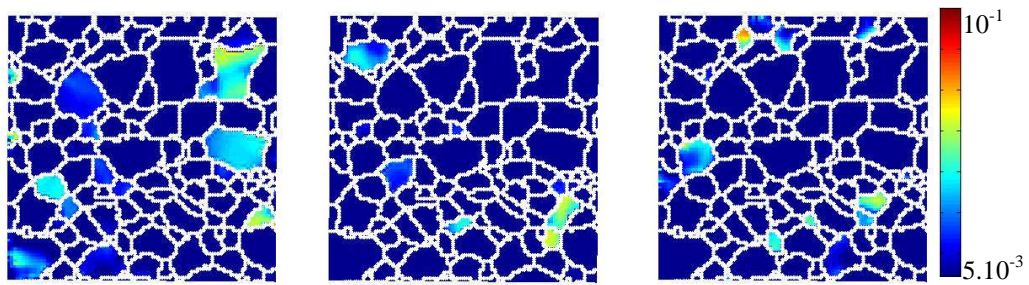


Figure 4.7a: Cartographie de l'activité des systèmes de glissement prismatiques

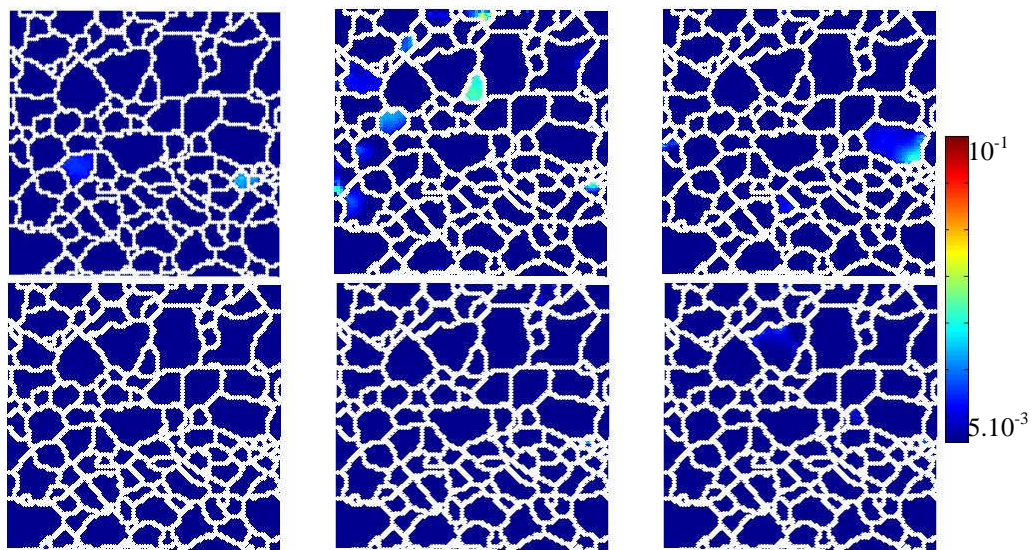


Figure 4.7b: Cartographie de l'activité des systèmes de glissement pyramidaux $\langle a \rangle$

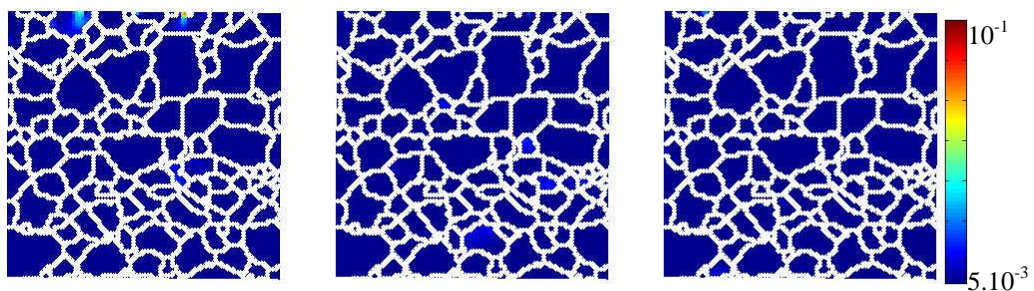


Figure 4.7c: Cartographie de l'activité des systèmes de glissement basaux

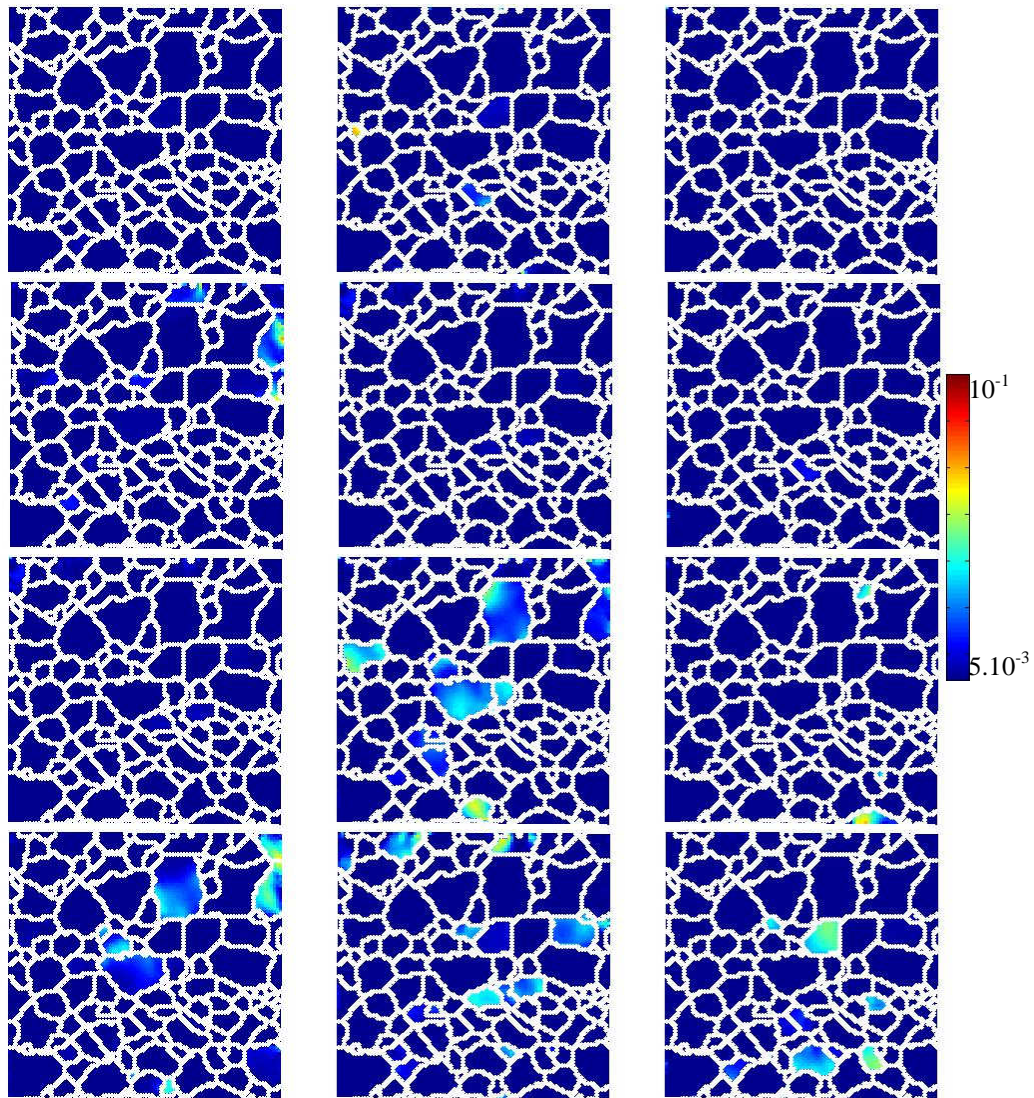


Figure 4. 7d : Cartographie de l'activité des systèmes de glissement pyramidaux $\langle c+a \rangle$

La figure 4.7 représente la quantité de glissement cumulée sur chacun des systèmes. Il apparaît une plus forte activité des systèmes de glissement prismatiques et pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$.

Pour confirmer ou infirmer ces résultats, des observations ont été réalisées au microscope électronique à transmission (MET, cf. : annexe 2) au CEA/SRMA, en collaboration avec F. Onimus, sur des lames minces prélevées sur une éprouvette ayant subi un essai de traction suivant DT à 280°C identique à celui réalisé sur l'éprouvette d'où est extrait l'agrégat 90°. L'objet de notre étude est de relier orientation cristalline et dislocations observables dans un grain afin de déterminer si plusieurs systèmes de glissement sont activés dans un même grain, mais aussi de vérifier si nos résultats de calcul montrant une forte activation des systèmes de glissement pyramidal de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$ sont réalistes.

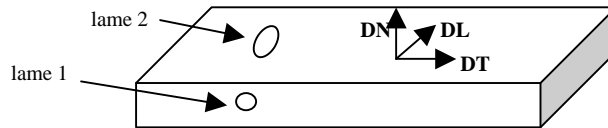


Figure 4. 8 : Plan de prélèvement des lames minces dans l'éprouvette prélevée suivant DT

Les lames minces sont prélevées suivant deux orientations sur l'éprouvette (cf. : figure 4.8) afin de faciliter l'indexation des dislocations en respectant la règle d'extinction $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ avec \vec{g} le vecteur d'onde utilisé et \vec{b} le vecteur de Burgers des dislocations.

Le matériau présentant une texture fortement marquée, pour laquelle les axes $\langle c \rangle$ sont majoritairement orientés à environ 40° de DN avec un étalement dans le plan DN-DT, l'observation des dislocations présentant un vecteur de Burgers ayant une composante $\langle c \rangle$ sera facilitée par l'utilisation d'une lame mince prélevée dans le plan DN-DL (cf. : lame 1 sur la figure 4.8). Pour l'observation des dislocations présentant un vecteur de Burgers de type $\langle a \rangle$, la lame mince utilisée est prélevée dans le plan DT-DL (cf. : lame 2 sur la figure 4.8).

Sur la première lame, sur 13 grains observés au MET, des dislocations présentant une composante $\langle c \rangle$ (cf. : figure 4.9) ont été observées pour seulement 4 grains.

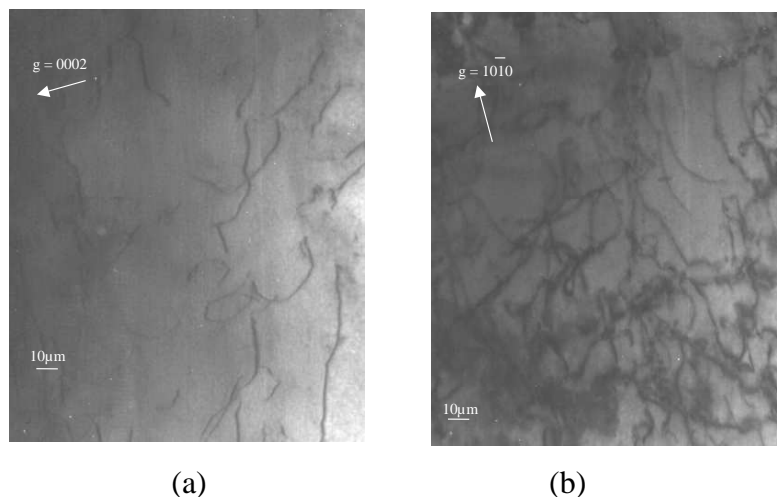


Figure 4. 9 : Observation de dislocations dont le vecteur de Burgers a une composante $\langle c \rangle$ (a) et de dislocations dont le vecteur de Burgers a une composante $\langle a \rangle$ (b) dans un même grain. Lame 2. Plan de lame proche de $\{11\bar{2}0\}$.

Nous avons pu constater au cours des observations que la densité de dislocations présentant une composante $\langle c \rangle$ est beaucoup plus faible que celle des dislocations présentant une composante $\langle a \rangle$.

Ces premières observations sont donc contradictoires avec les résultats issus de la simulation numérique pour laquelle nous constatons l'activation dans un grand nombre de grains des systèmes de glissement pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$.

Nous avons de plus cherché à déterminer pour quelques grains de la lame 1, le nombre de systèmes activés par grain. Néanmoins, si l'utilisation du MET permet de déterminer le vecteur de Burgers du système dont on observe les dislocations ($\langle a \rangle$ ou $\langle c+a \rangle$), elle ne nous permet pas de différencier aisément les plans (prismatique, basal ou pyramidal) dans lesquels ces dislocations sont mobiles. Nous avons donc pu observer la présence de dislocations

présentant des vecteurs de Burgers $\langle a \rangle$ différents dans un même grain, mais nous n'avons pu déterminer leurs plans de glissement, en l'occurrence trancher entre plans prismatiques ou plans pyramidaux.

Les observations réalisées sur un grain présentant les angles d'Euler (54° , 14° , 52°) sont reportées sur la figure 4.10.

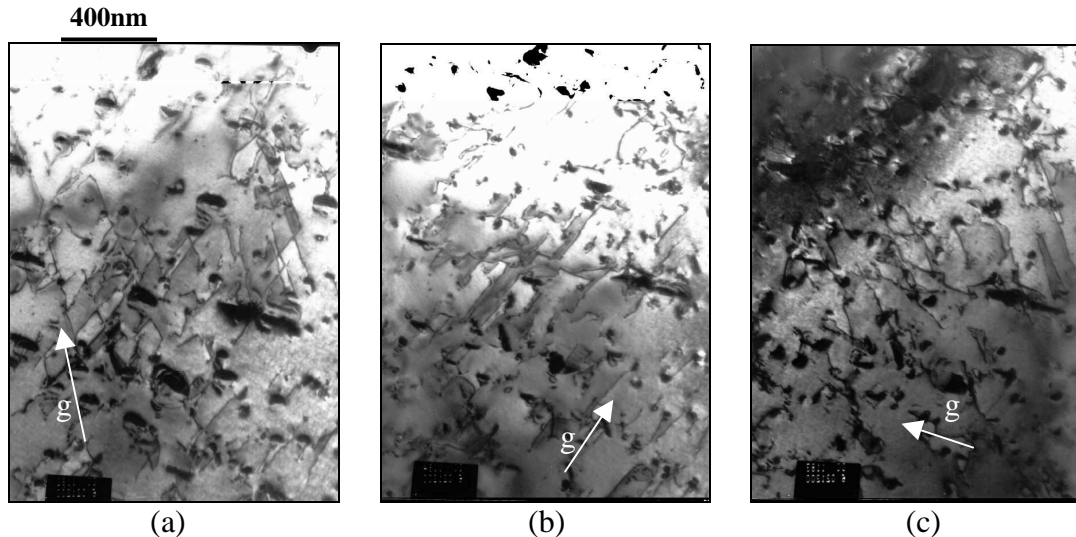


Figure 4. 10 : Photographies réalisées au MET d'une même zone en utilisant trois g différents : (a) $g = \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$, (b) $g = \langle \bar{1}\bar{1}20 \rangle$ et (c) $g = \langle 1\bar{2}10 \rangle$. Plan de lame proche de $\{0002\}$

Afin de quantifier l'activation relative des différents systèmes, on sélectionne pour chaque photographie un vecteur de diffraction g particulier et, via la règle d'extinction $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, on peut déterminer les dislocations éteintes suivant le vecteur g sélectionné et ainsi déterminer le vecteur de Burgers des dislocations.

Les trois images de la figure 4.10 représentent la même zone de travail mais observée avec des vecteurs de diffraction g différents (obtenus en inclinant la lame). En ayant orienté au préalable la lame par rapport à la direction de la sollicitation et à l'aide du logiciel CaRIne, nous déterminons l'orientation du grain puis les facteurs de Schmid sur les différents systèmes de glissement possibles. Sur les calques reproduits figure 4.11 sont représentées les dislocations présentes sur les images de la figure 4.10. Par différence, il est possible de déterminer les dislocations éteintes sur chacune des photographies, c'est à dire les dislocations dont le vecteur de Burgers est perpendiculaire au vecteur de diffraction correspondant à chacune des images.

Ce type d'observation et de post-traitement, mis en place au SRMA, a été réalisé sur dix grains. Nous avons pu constater la présence prédominante de 2 systèmes de glissement activés par grain.

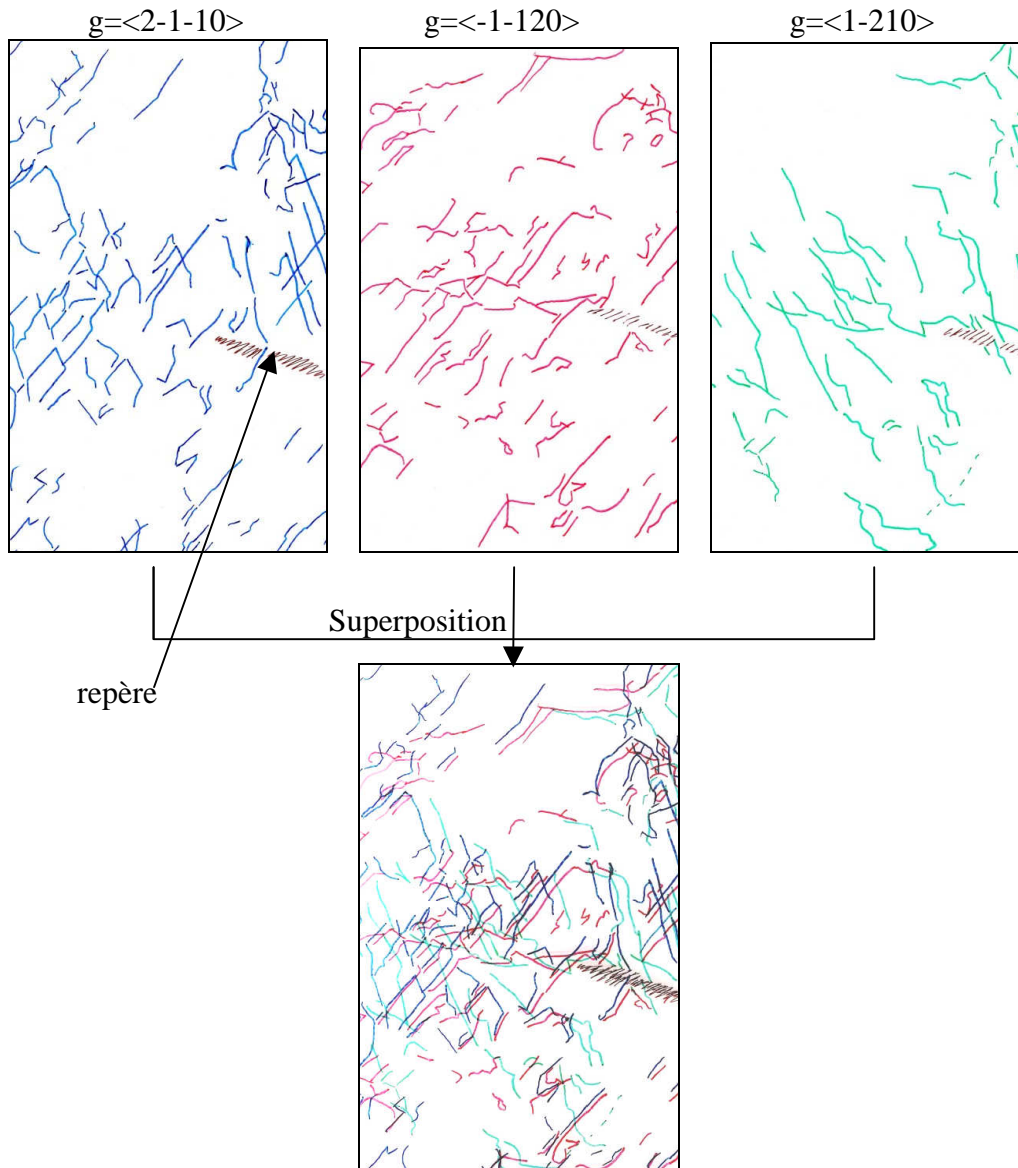


Figure 4.11 : Calques des dislocations présentes sur les images (a), (b) et (c) de la figure 4.10

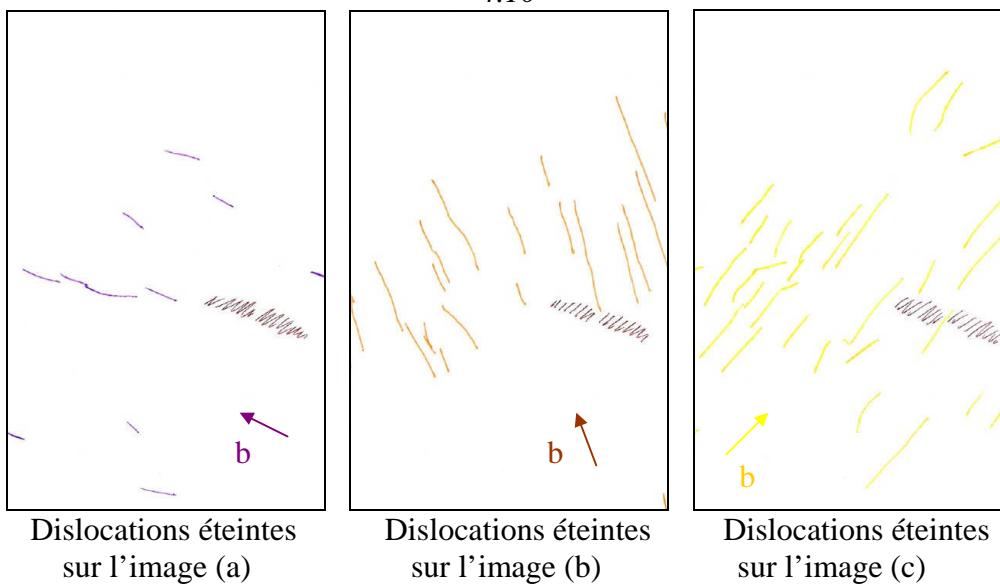


Figure 4.12 : Calques des dislocations éteintes sur les images (a), (b) et (c) de la figure 4.10

Photo	(a)	(b)	(c)
Facteur de Schmid	0,23	0,26	0,499

Tableau 4. 6 : Facteurs de Schmid sur les différents systèmes de glissement prismatiques dont les dislocations sont éteintes sur les images de la figure 4.10

Photo	(a)		(b)		(c)	
Facteur de Schmid	0,13	0,26	0,21	0,25	0,48	0,39

Tableau 4. 7 : Facteurs de Schmid sur les différents systèmes de glissement pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$ dont les dislocations sont éteintes sur les images de la figure 4.10

Nous pouvons constater que le système éteint sur la photographie (c) présentant des facteurs de Schmid élevés est le plus fortement activé. De plus, nous pouvons observer sur le calque correspondant à la figure (c) des dislocations courbées qui sont caractéristiques de systèmes de glissement pyramidaux car les photographies ont été prises de façon à ce que les systèmes prismatiques les contenant soient perpendiculaires au plan de l'image.

Cette rapide analyse en microscopie électronique en transmission nous a permis de constater :

- la présence de dislocations dont le vecteur de Burgers présente une composante $\langle c \rangle$ dans un petit nombre de grains (les dislocations majoritairement observées présentent un vecteur de Burgers $\langle a \rangle$),
- sur différents grains, la présence d'au moins deux familles de dislocations $\langle a \rangle$ activées par grains,
- la présence de glissement pyramidal $\langle a \rangle$, sans cependant de possibilité de distinguer la densité de dislocations à associer aux glissements prismatiques de celle à associer aux glissements pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$.

Ainsi, au cours de cette première tentative d'optimisation, nous avons obtenu un jeu de paramètres qui, s'il permet de décrire à peu près correctement la réponse mécanique macroscopique, ne permet pas d'en faire autant pour le comportement intracristallin de l'agrégat sollicité ni pour le champ de déformation surfacique, trop homogène par rapport à l'expérience. Le comportement global de l'agrégat étudié montre l'apparition au cours du chargement de contraintes transversales qui ne sont pas attendues lors de la simulation d'un essai de traction uniaxiale. Enfin, les systèmes de glissement activés afin d'accommoder la déformation plastique ne sont pas en accord suffisant avec ceux observés expérimentalement. Les valeurs de cissions initiales et saturantes obtenues pour chaque famille de systèmes de glissements sont de plus beaucoup plus faibles que les valeurs auxquelles nous pourrions nous attendre en considérant les paramètres τ_{ini}^i comme les cissions initiales que l'on obtiendrait pour un monocristal. Notons toutefois que la loi de comportement utilisée ne présente pas de seuil d'entrée en plasticité : il s'agit ici d'une loi de comportement intégrant de la microplasticité. Ainsi, dès les premiers stades de la déformation, les glissements plastiques sont activés, au sens où la valeur de γ^p sur les systèmes est supérieure à 10^{-30} . L'utilisation, en première approche, de paramètres identifiés sur du fluage, nous conduit alors à l'obtention de paramètres très différents suivant l'agrégat utilisé.

La dispersion des résultats obtenus au cours des identifications (0° , 45° et 90°) ainsi que la mauvaise description du comportement de l'agrégat polycristallin issu de la simulation numérique utilisant les paramètres optimisés peuvent alors être dus à une forte sensibilité des résultats aux paramètres maintenus fixes.

Cette forte sensibilité pourrait être attribuée aux paramètres $\dot{\gamma}_0$ ou n^s qui régissent la description de l'apparition de la plasticité. En effet, la combinaison ($\tau_{ini}^s, \dot{\gamma}_0$ et n^s) influe sur le caractère « seuillant » de la loi de comportement. Une mauvaise description de cette combinaison peut alors être très préjudiciable à la description du comportement de l'agrégat simulé. C'est pourquoi une nouvelle identification a été réalisée en modifiant la valeur du paramètre $\dot{\gamma}_0$.

4.1.2 Seconde identification

Au cours de cette nouvelle identification, la valeur de $\dot{\gamma}_0$ a été fixée à une valeur plus proche de la vitesse de sollicitation de l'essai soit 5.10^{-3} (au lieu de 5.10^{-7}). Ainsi, au cours de cette seconde optimisation, les paramètres fixés sont :

coefficient	$\dot{\gamma}_0$	a	Q_0	n^p	$n^{pyr<a>}$	$n^{pyr<c+a>}$	n^b
valeur	5.10^{-3}	1	1,9	3	7,5	7,7	7,1

Tableau 4. 8 : Valeurs des paramètres fixés au cours de la seconde optimisation

L'optimisation a été réalisée sur les agrégats 45° et 90° dont les valeurs de paramètres optimisés précédemment présentaient les écarts les plus importants.

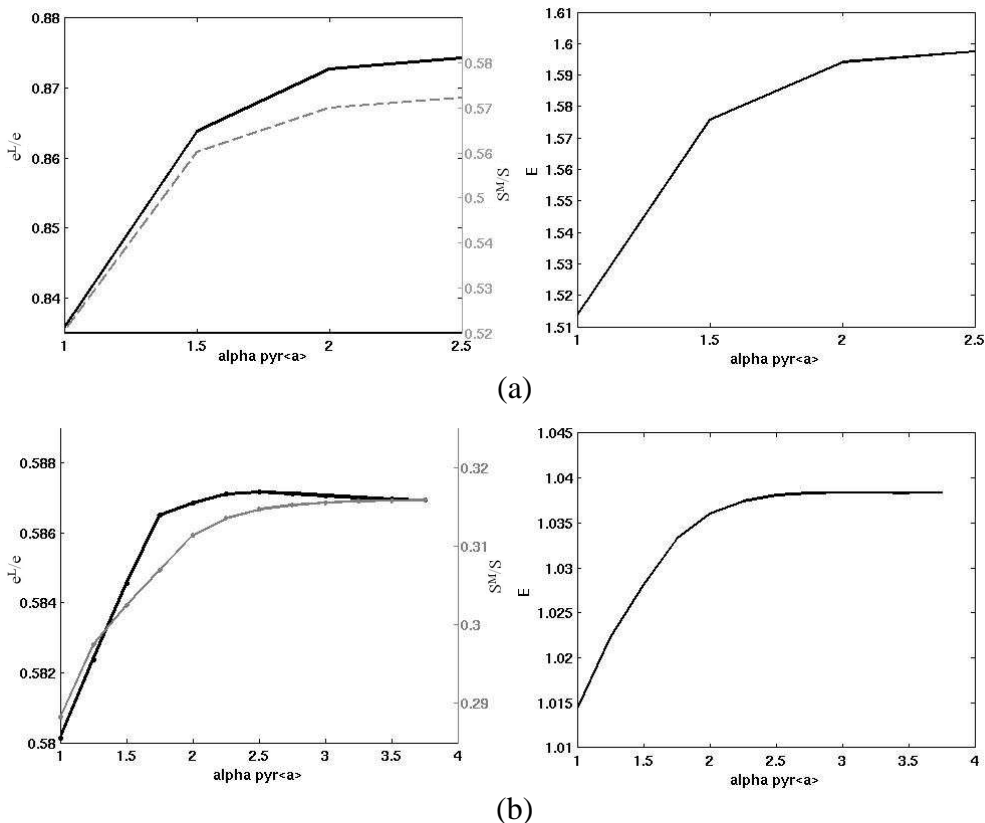


Figure 4. 13 : Evolution en fonction de $\alpha_{pyr<a>}$ des erreurs locales et macroscopiques et de la fonction coût pour les identifications sur (a) 45° et (b) 90°

Système de glissement	Cission initiale	Cission saturante
p	49,9	79,9
pyr<a>	49,9	79,9
b	196,6	226,6
pyr<c+a>	196,6	226,6

(a)

Système de glissement	Cission initiale	Cission saturante
p	38,4	68,4
pyr<a>	38,4	68,4
b	153,6	183,6
pyr<c+a>	153,6	183,6

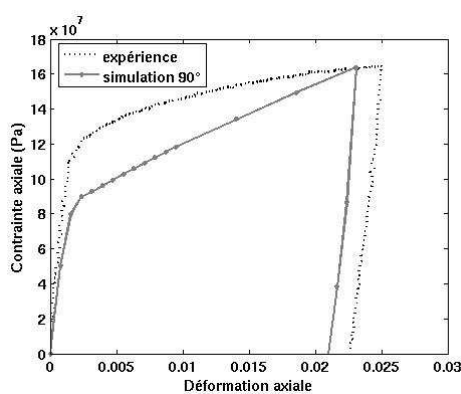
(b)

Tableau 4. 9 : Paramètres de la loi de comportement optimisés pour chaque agrégat (cissions en MPa) : (a) 45° et (b) 90°

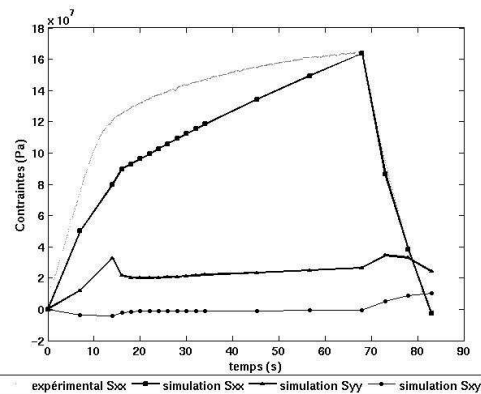
Nous pouvons alors constater une diminution de la dispersion des valeurs de paramètres optimisés suivant l'agrégat utilisé. De plus, l'augmentation de la valeur fixée du paramètre $\dot{\gamma}_0$ nous permet d'obtenir des valeurs de cissions initiales plus élevées que celles obtenues précédemment, ce qui est en meilleur accord avec la définition conventionnelle des cissions critiques, donnée dans la littérature.

	p		pyr<a>		b		pyr<c+a>	
	valeur	écart	valeur	écart	valeur	écart	valeur	écart
τ_{ini} (MPa)	44,1	13%	44,1	13%	175,1	13%	175,1	13%
τ_{sat} (MPa)	74,1	13%	74,1	13%	205,1	13%	205,1	13%
n	3		7,5		7,1		7,7	
$\dot{\gamma}_0$ (s ⁻¹)	5.10 ⁻³							
H ₀ (MPa)	375							
Q ₀	1,9							
a	1							

Tableau 4. 10 : Paramètres de la loi de comportement optimisés et pourcentage d'écart obtenu sur l'ensemble des identifications réalisées



(a)



(b)

Figure 4. 14 : (a) Réponses mécaniques macroscopiques et (b) évolution des contraintes, en fonction du temps, issues de l'expérience et de la simulation numérique ; utilisation des paramètres identifiés (cf. : tableau 4.8)

La comparaison des résultats obtenus expérimentalement et des résultats issus de la simulation numérique utilisant les paramètres optimisés (cf. : tableau 4.10) montre à l'échelle macroscopique (cf. : figure 4.14) une moins bonne description du niveau d'entrée en plasticité

mais en contrepartie, une diminution du niveau de contrainte transversale atteint au cours de la simulation, ce qui est de bon augure en ce qui concerne la description du chargement subi par l'agrégat.

Concernant l'échelle locale, nous pouvons également constater une meilleure description de l'hétérogénéité du champ de déformation (notamment au niveau des zones non déformées) même si les niveaux de déformation résiduelle atteints lors de la simulation numérique semblent toujours trop faibles par rapport à ceux obtenus expérimentalement (cf. : figure 4.15).

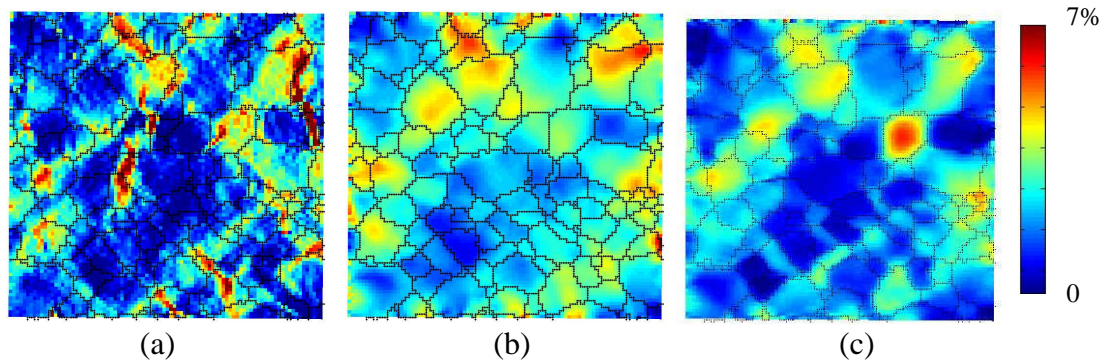


Figure 4. 15 : Cartographies des déformations axiales (a) mesurées par microextensométrie, (b) issues de la simulation numérique utilisation le premier jeu de paramètres identifiés(cf. : tableau 4.5) et (c) issues de la simulation numérique utilisation le second jeu de paramètres identifiés(cf. : tableau 4.10)

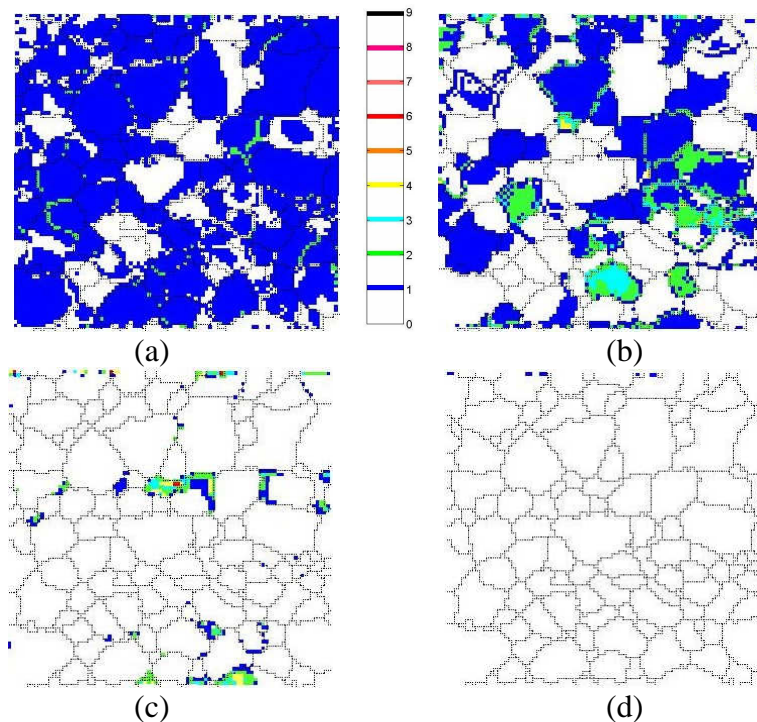


Figure 4. 16 : Cartographie du nombre de systèmes actifs pour les glissements (a) prismatiques, (b) pyramidaux $\langle a \rangle$, (c) pyramidaux $\langle c+a \rangle$ et (d) basaux

Enfin, les systèmes de déformation activés (cf. : figure 4.16 et 4.17) sont eux aussi mieux décrits à l'issue de cette seconde optimisation de paramètres où l'on constate l'activation majoritaire des systèmes de glissement prismatiques et pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$, la non activation du système de glissement basal et, enfin, une activation légère des

systèmes de glissement pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$. Ce résultat est plus conforme aux observations réalisées au MET.

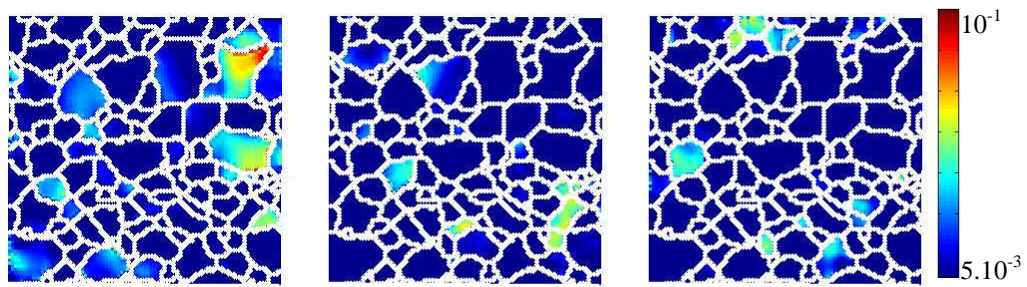


Figure 17a: Cartographie de l'activité des systèmes de glissement prismatiques

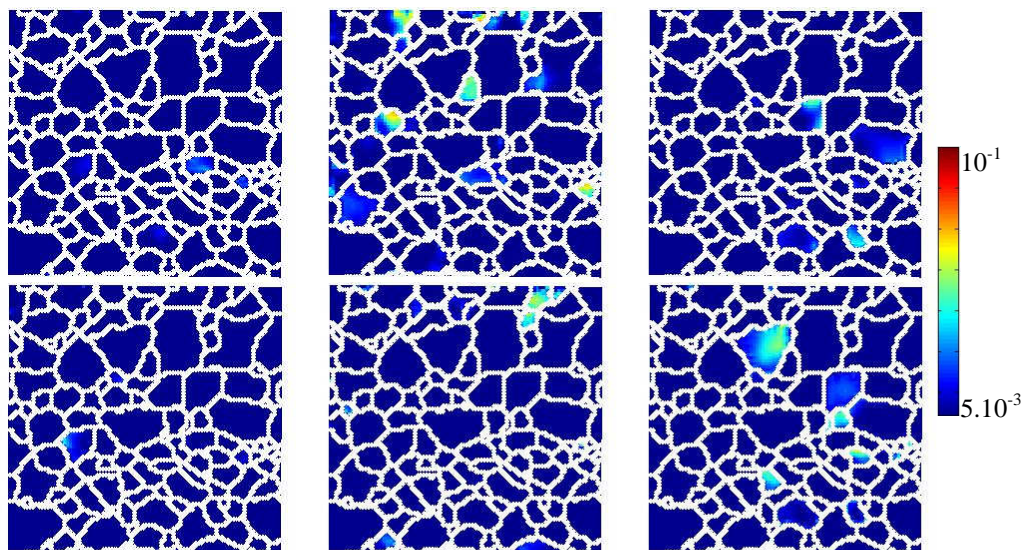


Figure 17b: Cartographie de l'activité des systèmes de glissement pyramidaux $\langle a \rangle$

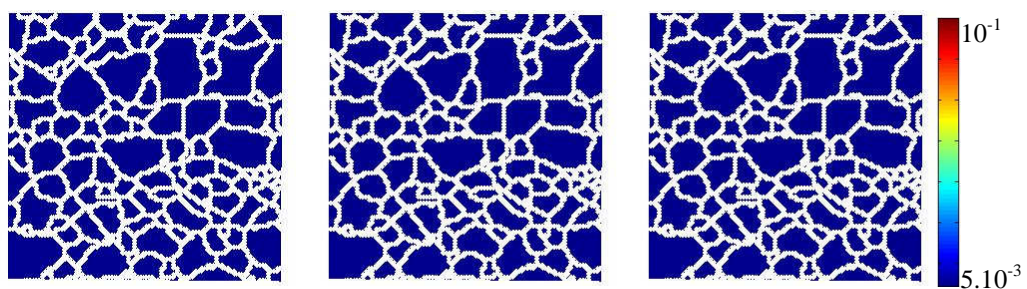


Figure 17c: Cartographie de l'activité des systèmes de glissement basaux

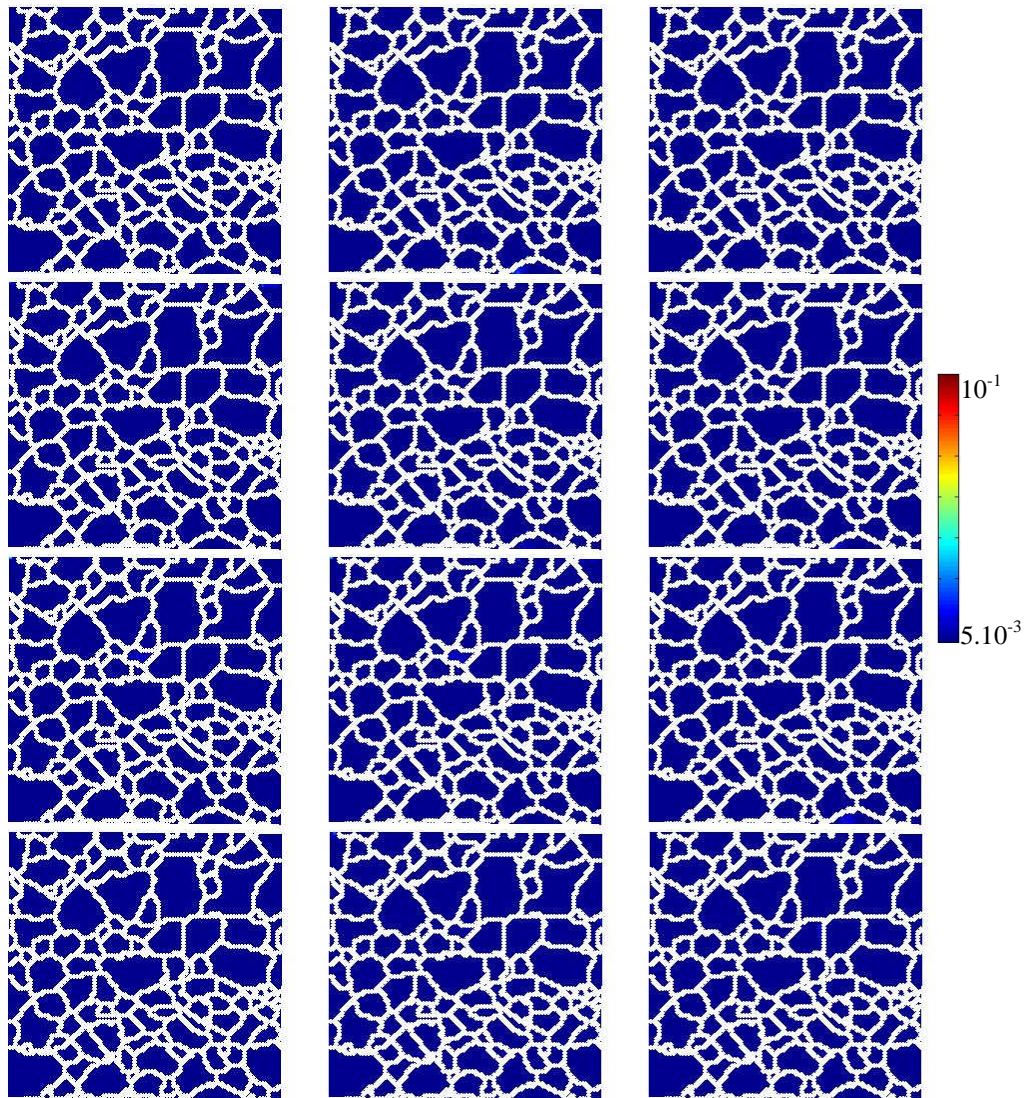


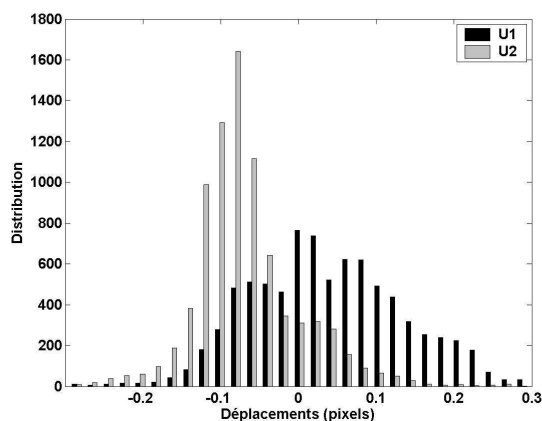
Figure 4.17d: Cartographie de l'activité des systèmes de glissement pyramidaux $\langle c+a \rangle$

Ainsi, la modification d'un paramètre fixé au cours de la procédure d'optimisation a permis d'améliorer non seulement la dispersion des résultats obtenus lors de la première optimisation, mais aussi la description locale de la déformation et l'activation des systèmes de glissement attendus.

Comme nous l'avons mentionné au chapitre 2, la méthode d'identification utilisée au cours de cette étude est sommaire et mérite de nombreuses améliorations. Néanmoins, ces premières identifications nous ont permis de mettre en place sur un exemple concret l'ensemble de notre démarche. De nombreuses améliorations, tant sur l'exploration de l'espace des jeux de paramètres, notamment du couple $(\tau_0^p ; \alpha_{\text{pyr}\langle a \rangle})$, que vis-à-vis de la dépendance des autres paramètres ($n^s, \dot{\gamma}_0 \dots$) seront à mettre en œuvre pour garantir l'obtention d'un minimum global et non d'un minimum local. Cependant, il nous a semblé important de nous intéresser au préalable à l'incidence de l'imprécision de mesure sur le résultat d'une simulation numérique, puis sur l'effet 3D du maillage et sur l'utilisation d'un formalisme de grandes transformations.

4.2 Perturbation des conditions aux limites

Nous cherchons ici à évaluer l'influence d'une perturbation de la mesure expérimentale sur une simulation numérique, afin d'en tester la stabilité vis-à-vis des erreurs de mesure expérimentales. Pour ce faire, les déplacements imposés comme conditions aux limites expérimentales ont été perturbés aléatoirement par un bruit d'amplitude maximale de 0,3 pixels (soit 0,04 μ m), valeur correspondant à l'imprécision de mesure évaluée au chapitre 2 (cf. : figure 4.18). Une simulation numérique, nommée Sim, utilisant ces conditions aux limites est réalisée.



Sim

Figure 4. 18 : Distribution des déplacements additionnels pour la simulation numérique Sim

Afin de comparer les résultats d'une simulation utilisant des conditions aux limites (CL) non bruitées et ceux d'une simulation utilisant des CL bruitées, nous réalisons ces comparaisons sur le maillage présenté sur la figure 4.1a. Les paramètres utilisés pour toutes les simulations sont les paramètres présentés dans les tableaux 4.2 et 4.11.

Système de glissement	P	Pyr<a>	Pyr<c+a>	B
τ_{ini} (MPa)	15,14	30,29	90,86	90,86
τ_{sat} (MPa)	800	800	800	800
H_0 (MPa)	50			

Tableau 4. 11 : Paramètres utilisés pour les simulations numériques concernant la perturbation des CL

La simulation numérique réalisée avec ces paramètres et des CL expérimentales non modifiées sera par la suite nommée simulation numérique de référence.

Afin d'analyser l'influence du bruitage des conditions aux limites sur les résultats de la simulation numérique, nous avons dans un premier temps comparé les résultats globaux relatifs à l'agrégat (courbes de traction, évolution du rapport des déformations) issues de la simulation « bruitée » et ceux issus de la simulation numérique de référence aux données macroscopiques issues de l'expérience (cf. : figure 4.19).

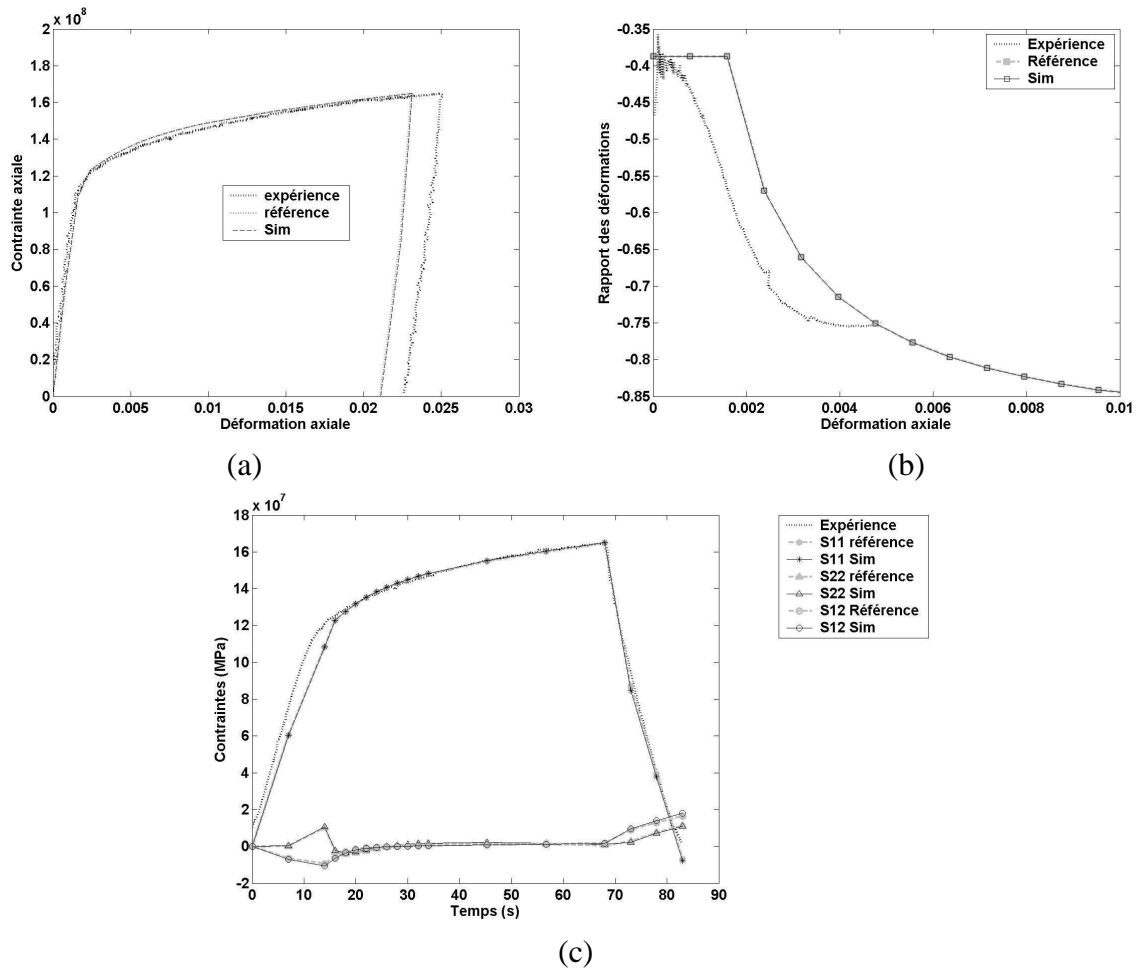


Figure 4. 19 : Courbes issues des différentes simulations numériques et de l'expérience : (a) réponse mécanique, (b) évolution du rapport des déformations transversale sur axiale en fonction de la déformation axiale et (c) évolution des contraintes en fonction du temps

Nous pouvons alors constater que les courbes numériques se superposent à peu près exactement, d'où la conclusion qu'une perturbation des CL, dans la limite des imprécisions expérimentales, ne semble pas entraîner de modification appréciable des résultats globaux. Afin de préciser ce résultat, nous avons dans un second temps comparé les erreurs macroscopiques et locales obtenues pour les diverses simulations (cf. : tableaux 4.12 et 4.13). Nous remarquons que les écarts entre les résultats obtenus avec la simulation de référence et ceux obtenus avec la simulation « bruitée » sont très faibles en terme de contraintes, de l'ordre de 6% sur S^M/S lorsque l'amplitude maximale de la variation au cours de l'identification est de 39,5%. Concernant les déformations locales, ceux-ci sont plus faibles, de l'ordre de 1,3% sur e^L/e , mais l'amplitude maximale de la variation au cours de l'identification étant de l'ordre de 2,7%, nous obtenons une variation relative plus importante.

Simulation numérique	Référence	Sim
S^M/S	0,0438	0,0465

Tableau 4. 12 : Influence du bruitage des CL sur la valeur de l'erreur macroscopique

Simulation numérique	Référence	Sim
ϵ^L/e	0,5903	0,5982

Tableau 4. 13 : Influence du bruitage des CL sur la valeur de l'erreur locale

Ainsi, si l'on examine l'influence de la perturbation des CL sur la valeur obtenue de la fonction coût (cf. : tableau 4.14), nous obtenons une variation de l'ordre de 1,4% entre la valeur issue de la simulation numérique de référence et celle issue de la simulation numérique réalisée avec des CL modifiées. Cette valeur est à mettre en regard de l'amplitude maximale de la variation de la fonction coût obtenue lors d'une identification qui est de l'ordre de 7%.

Simulation numérique	Référence	Sim
E	0,9074	0,9205

Tableau 4. 14 : Influence de la perturbation des CL sur la valeur de la fonction coût

Nous pouvons donc dire que la perturbation des CL a une légère influence sur la valeur de la fonction coût obtenue. De plus, cette influence est relativement plus importante sur l'erreur locale que sur l'erreur macroscopique. C'est pourquoi nous allons à présent nous intéresser, au niveau de la microstructure granulaire, aux localisations des écarts entre la simulation de référence et la simulation bruitée (cf. : figures 4.20 et 4.21).

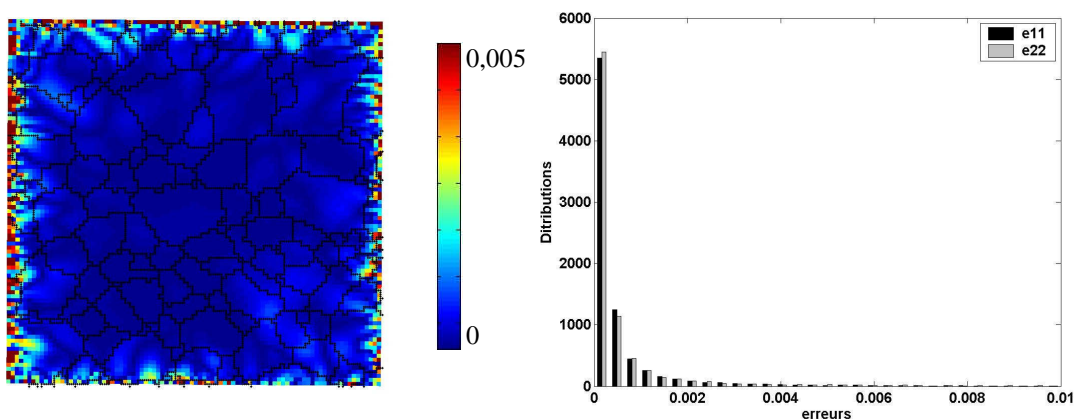


Figure 4. 20 : Cartographie des écarts entre les déformations issues des simulations numériques de référence et de Sim (ϵ_{11}) et distributions de ces écarts sur ϵ_{11} et ϵ_{22}

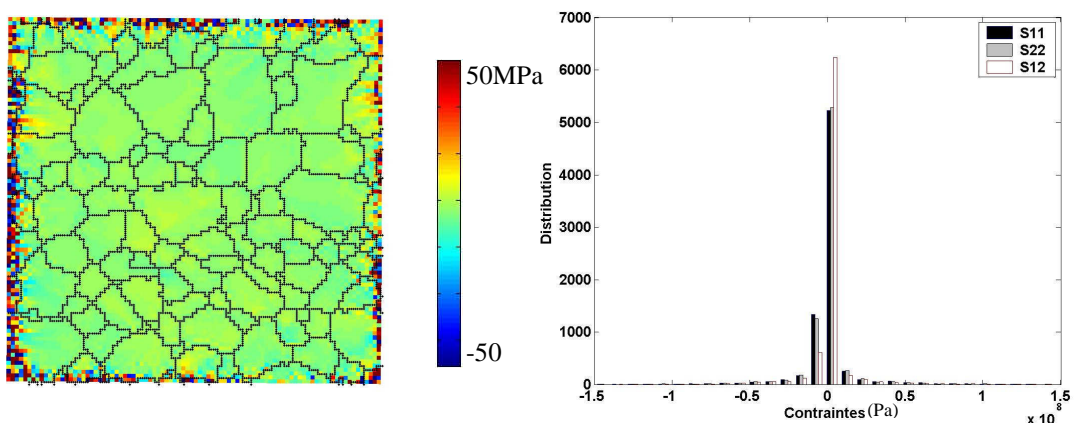


Figure 4. 21 : Cartographie des écarts entre les contraintes issues des simulations numériques de référence et de Sim (σ_{11}) et distributions de ces écarts sur σ_{11} , σ_{22} et σ_{12}

Nous remarquons, tant sur les déformations que sur les contraintes, que les écarts entre les résultats issus de la simulation de référence et ceux issus de la simulation réalisée avec des CL perturbées sont fortement localisés au niveau des bords du maillage et s'estompent en s'écartant des bords. Nous avons alors tracé des profils d'écart de déformation et de contrainte afin de déterminer la « portée » du phénomène lié à la perturbation (cf. : figures 4.22 et 4.23).

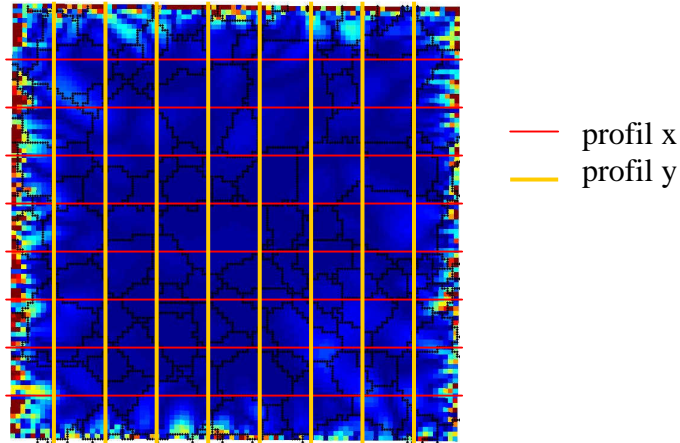


Figure 4. 22 : Détermination des profils d'écart de déformation à partir de la cartographie des écarts entre les déformations issues des simulations numériques de référence et de Sim (ϵ_{11}) suivant deux directions

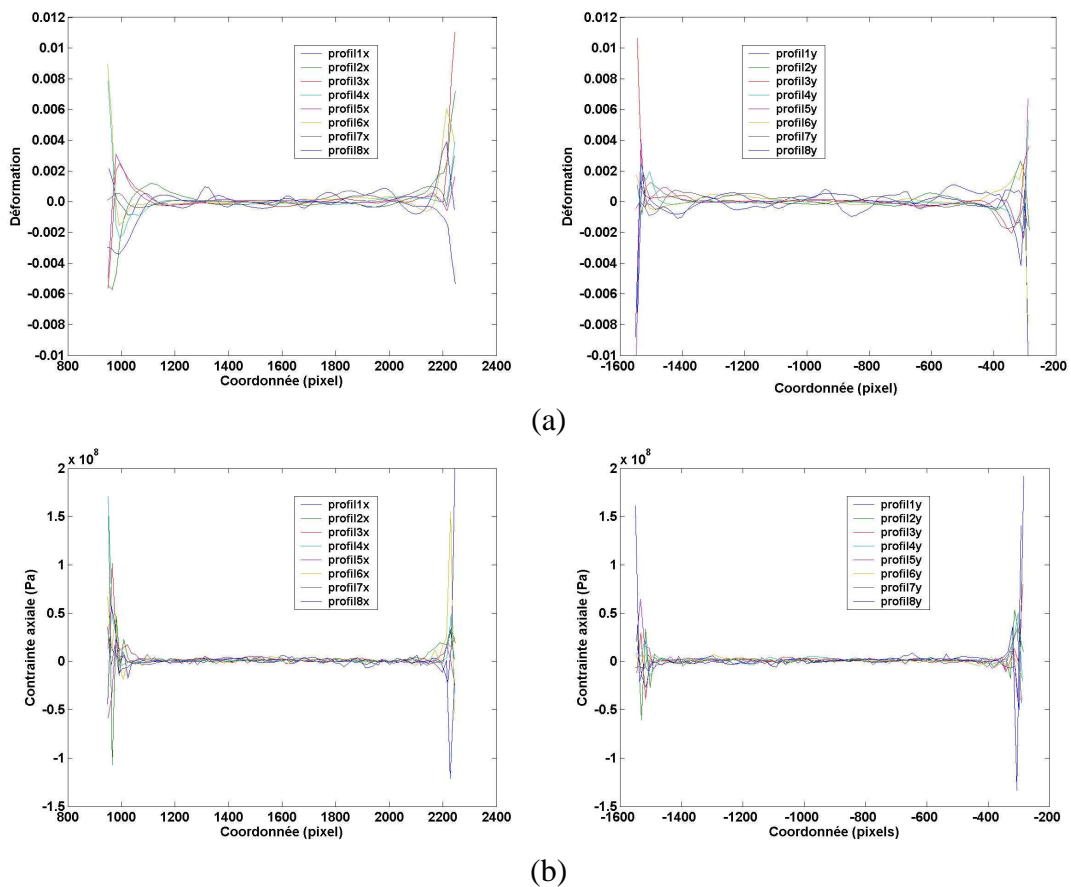


Figure 4. 23 : Profils obtenus sur les cartographies d'écart entre les résultats issus des simulations numériques de référence et de Sim sur (a) ϵ_{11} et (b) σ_{11}

L'analyse des profils nous montre qu'en effet, il existe une couche fortement marquée par le bruitage des CL dont l'épaisseur est en moyenne de 4 éléments de maillage, ce qui correspond à 8 μ m (soit 1/2 grain). Nous avons alors recalculé les erreurs locales en extrayant de la procédure de calcul les éléments correspondants aux zones affectées par le bruit de la mesure (couche de 4 éléments sur le pourtour du maillage).

Simulation numérique	Référence	Sim
e^L/e	0,5998	0,5990

Tableau 4. 15 : Influence du bruitage des CL sur la valeur de l'erreur locale calculée en supprimant une couche de 4 éléments aux contours du maillage

Nous obtenons (cf. : tableau 4.15) une variation de l'ordre de 1‰ entre la valeur issue de la simulation numérique de référence et celle issue de la simulation numérique réalisée avec des CL perturbées. Cette valeur est à mettre en regard d'une part de la variation de la fonction coût obtenue lors d'une identification qui est de l'ordre de 7%, et d'autre part, de la valeur obtenue en conservant pour le calcul de l'erreur locale l'ensemble des résultats, c'est-à-dire de 1,3%.

Nous pouvons donc conclure de cette étude numérique concernant l'influence de la perturbation des conditions aux limites sur la valeur de la fonction coût, en vue d'améliorer la procédure d'identification des paramètres de loi de comportement, qu'une couche d'une épaisseur de 4 éléments devrait être exclue de la procédure de calcul de cette dernière. Cette opération permet d'améliorer la stabilité de la solution d'un facteur 10 environ.

4.3 Effet de la troisième dimension

Nous avons pu constater au paragraphe précédent que le « bruitage » des conditions aux limites expérimentales appliquées aux simulations numériques, reproduisant l'imprécision expérimentale, influence peu la valeur de la fonction coût déterminée à l'issue du calcul sous réserve de déterminer cette dernière non plus sur le maillage complet mais sur une sous-partie explicitée précédemment. Un nouveau point auquel nous allons nous intéresser à présent porte sur l'influence de la troisième dimension sur la valeur de la fonction coût. En effet, les résultats expérimentaux sont des résultats issus d'analyses d'une surface qui servent ensuite de maillage 3D pour les simulations numériques. Au cours du processus d'identification, le maillage utilisé est un maillage très fin ; sa dimension dans la troisième direction correspond à la taille d'un pixel dans l'imagerie MEB soit environ 130nm. Deux nœuds du maillage correspondent à deux croisements d'une microgrille dans l'image MEB : ils sont donc espacés de 15 \pm 1 pixels.

Afin d'estimer l'influence de la troisième dimension du maillage sur les résultats issus des simulations numériques, les résultats de 3 simulations numériques utilisant des maillages différents ont été comparés aux résultats issus d'une simulation numérique nommée simulation numérique de référence. La surface maillée pour cette étude de l'influence de la troisième dimension est plus petite que celle utilisée au paragraphe précédent (cf. : figure 4.24) :

- Mail1 : le maillage est extrudé dans la direction normale à la surface d'une épaisseur e de 15 pixels (nous obtenons alors des éléments quasiment cubiques), 10176 ddl : $e=2\mu$ m.
- Mail2 : trois couches identiques à Mail1 sont ajoutées dans la direction normale à la surface ; nous obtenons alors un maillage d'une épaisseur de 60 pixels ayant un nombre de points d'intégrations quadruplé, 25215ddl : $e=8\mu$ m.

- Mail3 : trois couches identiques au maillage de référence sont ajoutées dans la direction normale à la surface ; nous obtenons alors un maillage d’une épaisseur de 4 pixels ayant un nombre de points d’intégrations quadruplé, $25215ddl : e=0,5\mu m$.

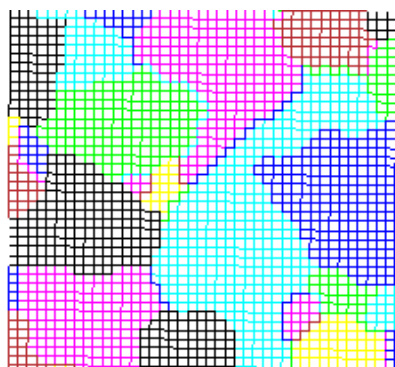


Figure 4. 24 : Surface utilisée pour l’étude de l’influence de l’épaisseur du maillage (40×40 éléments ce qui correspond à $80 \times 80 \mu m^2$)

Les paramètres utilisés au cours des différents calculs sont identiques et correspondent à ceux utilisés au paragraphe précédent (cf. : tableaux 4.2 et 4.11). Les CL utilisées sont les CL expérimentales qui ont été appliquées sur les nœuds du contour en conservant des CL identiques suivant la direction normale à la surface. Les surfaces supérieures (visualisées sur la figure 4.24) et inférieures sont des surfaces libres. Les comparaisons entre les résultats des différentes simulations sont réalisées de la façon suivante :

- à l’échelle macroscopique, les contraintes et déformations sont moyennées sur l’ensemble du maillage
- à l’échelle locale, les contraintes et déformations sont comparées aux nœuds du maillage de la surface ($z=0$).

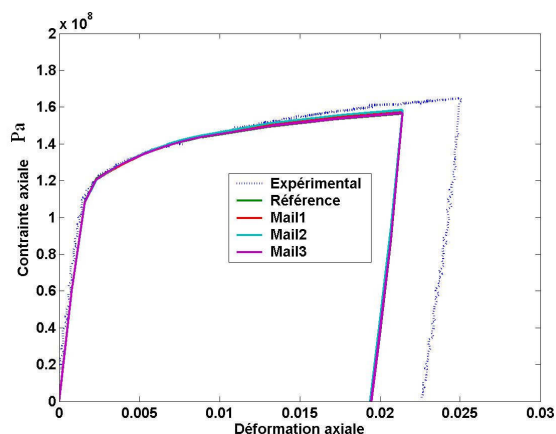


Figure 4. 25 : Courbes de traction issues des différentes simulations numériques et de l’expérience

Nous pouvons constater sur les courbes macroscopiques (cf. : figure 4.25) de faibles écarts entre les résultats issus des différentes simulations. Ces écarts se retrouvent dans le calcul de l’erreur macroscopique (cf. : tableau 4.16) et atteignent au maximum une valeur de 4% (valeur obtenue pour le maillage Mail2) ce qui est négligeable vis-à-vis de la variation obtenue au cours de l’identification. Nous remarquons que l’utilisation de couches de maillage supplémentaires d’épaisseur très fine (1 pixel) n’a pas d’influence sur l’erreur macroscopique. L’augmentation forte (plus d’un ordre de grandeur) de la profondeur du

maillage n’entraîne pas de variation significative de cette erreur. La plus forte variation est obtenue pour le maillage Mail2 qui combine augmentation du nombre d’éléments suivant la normale à la surface et augmentation de la taille de l’élément suivant la même direction.

Simulation numérique	Référence	Mail1	Mail2	Mail3
S^M/S	0,1042	0,1038	0,1001	0,1042

Tableau 4. 16 : Influence du maillage sur la valeur de l’erreur macroscopique

Nous avons tracé les histogrammes des écarts entre les contraintes axiales et transversales obtenues pour les maillages testés vis-à-vis du maillage de référence (cf. : figure 4.26). Nous constatons qu’ils sont centrés sur zéro et que l’écart le plus prononcé est obtenu pour le maillage Mail2.

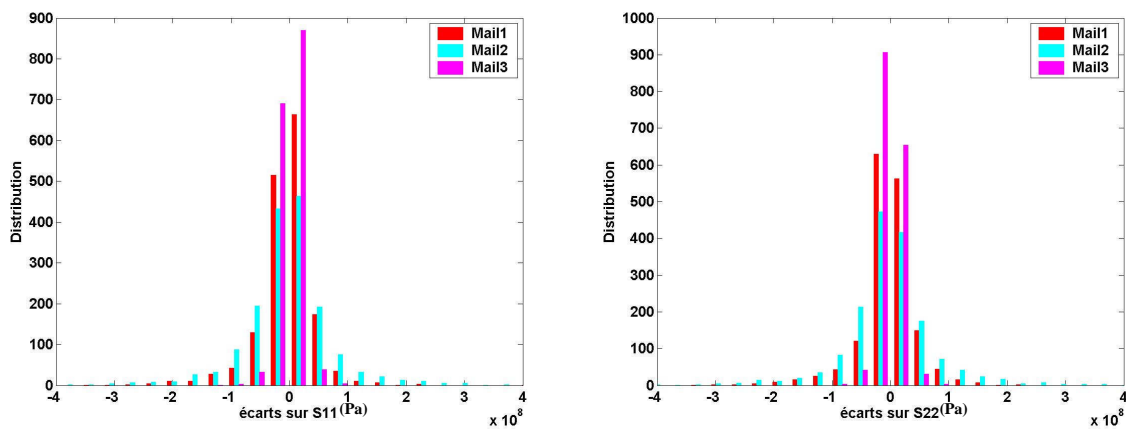


Figure 4. 26 : Distributions des écarts en surface entre les contraintes issues de la simulation numérique de référence et celles issues des simulations réalisées sur les maillages Mail1, Mail2 et Mail3

Les cartographies d’écarts présentées sur la figure 4.27 montrent qu’ils sont particulièrement prononcés aux bords du maillage et proches de zéro au centre. Ainsi, afin de s’affranchir des effets de maillage, même s’ils sont très faibles, une possibilité pourrait consister à supprimer, au cours de l’identification, les résultats issus des premières couches d’éléments de frontière, comme ce qui est déjà envisagé à la suite de l’étude précédente sur l’effet des conditions aux limites.

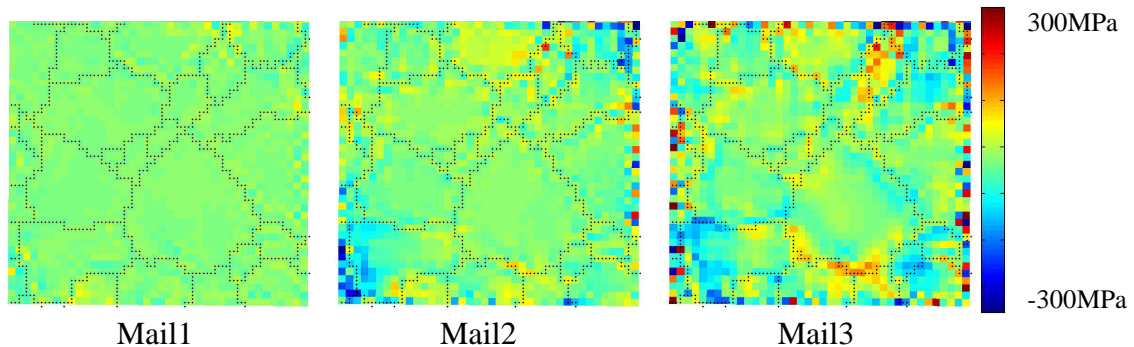


Figure 4. 27 : Cartographies des écarts entre les contraintes axiales issues de la simulation de référence et celles issues des différentes simulations testées

Les distributions des écarts sur les déformations vis-à-vis des résultats expérimentaux obtenus pour les différentes simulations ont la même allure générale quelle que soit la simulation considérée (cf. : figure 4.28). Néanmoins, les valeurs d'erreur locale obtenues pour les différents maillages testés sont toujours supérieures à celles obtenues sur le maillage de référence (cf. : tableau 4.17). De plus, nous constatons que, si le maillage Mail2 permet d'obtenir une erreur macroscopique S^M/S inférieure à celle obtenue sur le maillage de référence, l'erreur locale est quant à elle augmentée de 4%, ce qui est très important vis-à-vis de la variation obtenue au cours de l'identification et ce d'autant plus que le poids alloué à l'erreur locale est relativement plus grand.

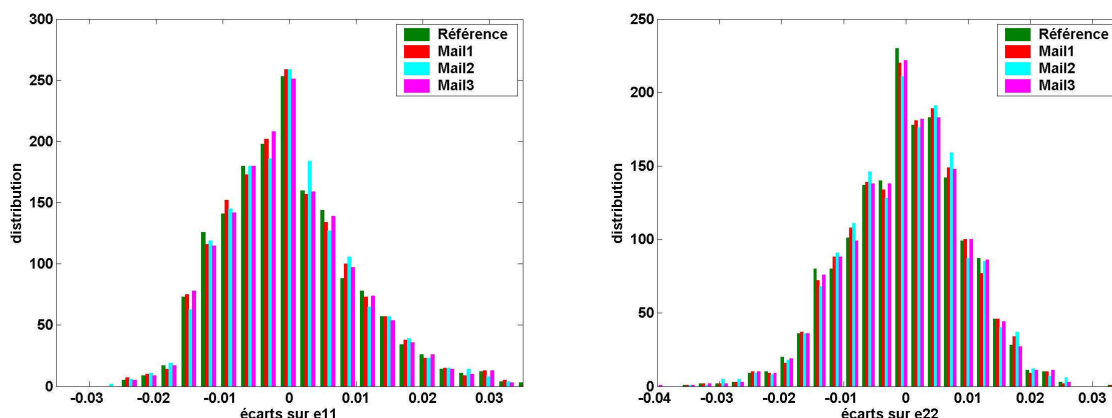


Figure 4. 28 : Distributions des écarts de déformations vis-à-vis de l'expérience pour les différentes simulations numériques

Simulation numérique	Référence	Mail1	Mail2	Mail3
e^L/e	0,4430	0,4467	0,4623	0,4432

Tableau 4. 17 : Influence du maillage sur la valeur de l'erreur locale

Enfin, ces résultats se retrouvent lorsque l'on examine l'influence du choix du maillage sur la valeur de la fonction coût (cf. : tableau 4.18). La valeur minimale est obtenue pour la simulation réalisée sur le maillage de référence.

Simulation numérique	Référence	Mail1	Mail2	Mail3
E	0,7166	0,7219	0,7435	0,7169

Tableau 4. 18 : Influence du maillage sur la valeur de la fonction coût

Nous pouvons donc conclure que l'utilisation d'un maillage très fin (épaisseur égale au quinzième de la largeur), dans les conditions pour lesquelles les simulations numériques sont réalisées dans cette étude (CL expérimentales, trajet de chargement non linéaire non proportionnel), permet une meilleure description du comportement du matériau que l'utilisation d'un maillage extrudé sur une épaisseur relativement importante de $8\mu\text{m}$.

Néanmoins, nous avons pu constater au cours de l'identification des paramètres de la loi de comportement que les simulations numériques qui ont été proposées ne permettent pas de retrouver toutes les zones déformées. Se pose alors la question suivante : les conditions aux limites expérimentales semblent permettre d'intégrer dans la simulation numérique des données concernant l'influence de la microstructure granulaire de surface voisine de la zone

d'étude sur celle-ci ; toutefois, quelle est l'influence de la microstructure située sous la surface sur les réponses mécaniques observées en surface et cette influence est-elle intégrée dans l'utilisation de conditions aux limites expérimentales ? De premiers éléments de réponses ont déjà été proposés et nous nous proposons de discuter plus complètement de cette question dans le paragraphe suivant.

4.4 Influence de la microstructure granulaire dans la troisième dimension

Nous avons vu au cours des chapitres précédents que les différentes analyses expérimentales utilisées au cours de cette étude (EBSD, microextensométrie) en vue d'identifier les paramètres d'une loi de comportement cristalline sont des analyses de surface. C'est évidemment, en principe, une limitation de notre approche dont il est cependant possible d'évaluer l'importance. Quelques études antérieures ont fait apparaître des différences significatives entre les résultats prédits par les simulations numériques et les résultats issus de l'expérience [Hoc03] [Del00]. Ces écarts peuvent être attribués à différentes causes telles qu'un trop faible raffinement du maillage utilisé, une description insuffisante des mécanismes se produisant au niveau des joints de grains, mais aussi une forte influence de la microstructure présente sous la surface sur laquelle les mesures expérimentales sont effectuées et qui n'est pas prise en compte au cours de la simulation numérique. De nouvelles études ont vu le jour avec l'amélioration des moyens de calculs, notamment la possibilité de réaliser des calculs parallèles, qui illustrent le souci d'étudier non plus des microstructures surfaciques mais des microstructures volumiques [Zeg05] ; la difficulté est alors de comparer les prédictions de calcul à des mesures tridimensionnelles qui restent aujourd'hui très peu accessibles. Une possibilité consiste alors à acquérir et traiter, dans les simulations numériques, des informations supplémentaires sur la microstructure granulaire en volume et d'apprécier dans quelle mesure elles modifient les prévisions de champs mécaniques de surface et le degré d'accord avec les mesures correspondantes. C'est cette direction que nous avons voulu explorer.

Dans cette optique, afin de décrire la microstructure granulaire réelle en volume, une première possibilité consiste à réaliser sur un même échantillon des phases successives de polissage et d'analyse EBSD en ôtant une faible épaisseur de matière au cours de chaque phase de façon à pouvoir a posteriori reconstruire à partir des analyses surfaciques la microstructure granulaire volumique [Lew06] [Row06]. Néanmoins, cette méthode a des limites : d'une part elle est destructive, ce qui pose de sérieux problèmes lorsque l'on souhaite connaître la réponse mécanique expérimentale de la microstructure étudiée et, d'autre part, elle est très fastidieuse. Une alternative à cette méthode destructive consiste à réaliser l'analyse microstructurale après essai, mais la microstructure obtenue est alors la microstructure déformée qui n'est pas forcément identique à la microstructure initiale (apparition de macles, rotations de réseau,...). Une seconde possibilité consiste à réaliser une analyse EBSD volumique ; cependant elle nécessite l'utilisation d'un rayonnement synchrotron ou de diffraction neutronique, ce qui représenterait une étude en soi et aurait dépassé le cadre de cette thèse. C'est pourquoi nous avons préféré réaliser une simulation numérique aussi réaliste que possible de la microstructure granulaire 3D en vue d'apprécier les modifications entraînées sur les réponses mécaniques de surface. Pour cela, nous commençons par réaliser sur la zone de surface étudiée une analyse microstructurale surfacique (EBSD) qui donne accès aux données nécessaires que devront satisfaire différentes microstructures sub-surfaciques simulées. La comparaison des champs obtenus en surface sur des calculs 3D réalisés en utilisant les différentes microstructures de sub-surface permettra alors de déterminer l'influence de la microstructure sub-surfacique sur les réponses surfaciques.

Habituellement, les modélisations de microstructures granulaires 3D sont basées sur l'utilisation de polyèdres de Voronoï [Wat98] [Bar01] [Cai03]. Cette modélisation permet d'obtenir assez facilement une microstructure en trois dimensions ; néanmoins, elle forme généralement des grains équiaxes, ce qui peut être gênant lorsque l'on souhaite travailler sur un matériau présentant une forte texture morphologique. Une autre méthode de création de microstructures 3D a été proposée dans la lignée des travaux de N. Bilger [Bil04], par L. St Pierre au cours d'un stage de fin d'études au LMS, co-encadré avec E. Héripé [Hér06]. Cette méthode, qui sera succinctement décrite ci-après, vise à créer des microstructures 3D statistiquement représentatives, en terme de morphologie et de texture en utilisant au mieux les données statistiques expérimentales acquises en surface.

Cette génération de microstructures granulaires 3D se déroule en deux étapes : la construction de la surface puis celle de la microstructure en volume. Au cours des deux étapes, les données expérimentales sont utilisées afin de ne construire que des microstructures 3D compatibles avec les caractérisations de surface.

Généralement, afin de simuler des microstructures 2D, le plan est divisé à l'aide de cellules polygonales de Voronoï [Leb05]. Il s'agit de disposer, dans le plan, des germes, de façon aléatoire ou non, et de les faire croître de façon homogène dans toutes les directions. Nous obtenons alors un plan pavé de cellules polygonales simulant des coupes de grains auxquels il faut ensuite associer une orientation cristallographique. Si l'on souhaite reconstruire à l'aide de ce type de cellules une microstructure granulaire expérimentale 2D, il est possible d'associer à chaque centre de grain un germe que l'on fera croître en respectant la taille de grain désirée. Cette méthode permet de maîtriser le positionnement des grains dans la microstructure et leur taille mais les grains obtenus seront équiaxes et posséderont des joints de grains rectilignes. Or expérimentalement de nombreuses microstructures présentent des caractéristiques morphologiques différentes. Ainsi, si l'on applique cette méthode à une microstructure de TiAl telle que présentée sur la figure 4.29, nous obtenons une microstructure reconstruite très différente de la microstructure réelle (cf. : figure 4.29).

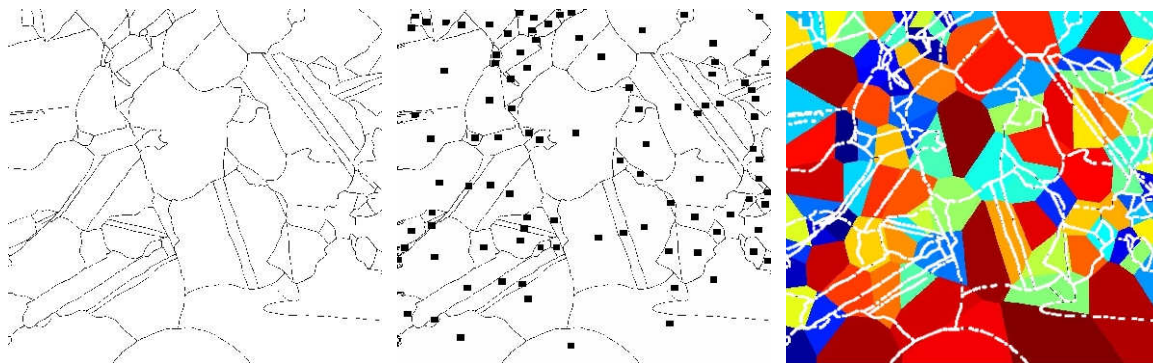


Figure 4. 29 : Reconstruction d'une microstructure à l'aide de cellules de Voronoï

Afin d'améliorer la description morphologique de la microstructure de surface, une méthode a été proposée par N. Bilger. Elle consiste à associer à chaque coupe de grain non plus un couple (germe, taille de grain) mais une ellipse. Cette modification nous permet d'obtenir la microstructure reconstruite présentée sur la figure 4.30 [Bil04]. Nous pouvons constater une meilleure description morphologique de cette dernière.

Cette méthodologie a de plus été comparée à l'utilisation de cellules de Voronoï sur une microstructure présentant des grains équiaxes (cf. : figure 4.31). La description des joints de grains est de même fortement améliorée.

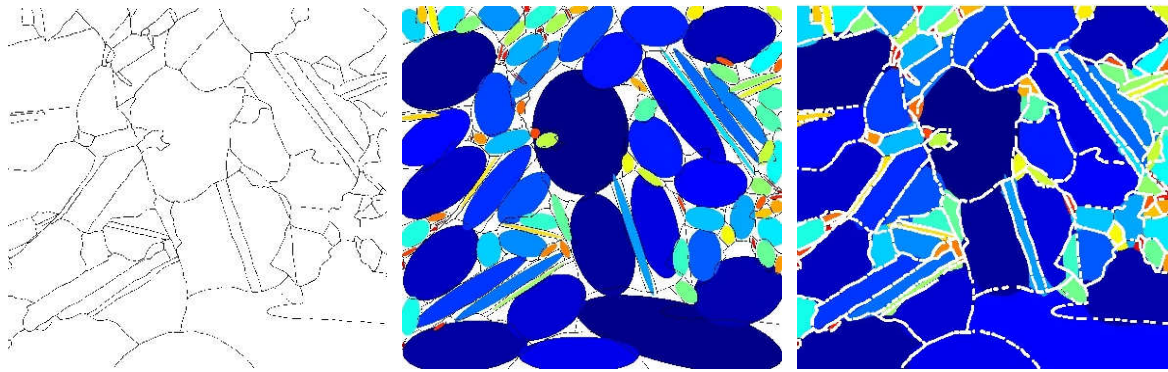


Figure 4. 30 : Reconstruction d'une microstructure à l'aide de la méthode proposée par N. Bilger [Bil04]

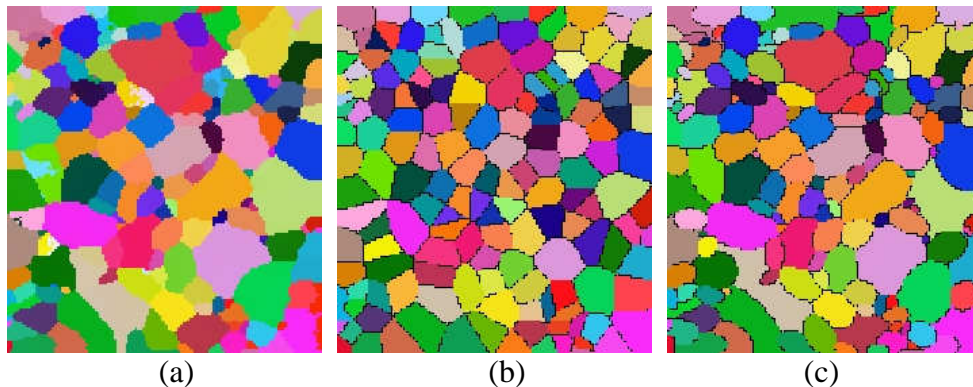


Figure 4. 31 : Comparaison de deux reconstructions de microstructure : (a) utilisation de cellules de Voronoï et (b) utilisation de la méthode proposée par N. Bilger

Compte tenu des bons résultats obtenus par cette méthode en deux dimensions, elle a été étendue à la création de microstructures en trois dimensions via l'utilisation d'ellipsoïdes [StP05].

Dans un premier temps les données issues de l'analyse EBSD sont utilisées afin de reconstruire la microstructure granulaire de surface expérimentale. Les données concernant les positions, dimensions et orientations des ellipses représentant le mieux en surface les coupes de grains analysés sont utilisées afin de générer des ellipsoïdes représentant la couche de surface de ces grains. Il existe évidemment une infinité de jeu d'ellipsoïdes compatibles avec les ellipses d'entrée ; c'est pourquoi deux hypothèses sont utilisées pour forcer une détermination : les centres des ellipsoïdes et des ellipses en surface sont imposés identiques et un des trois axes principaux de l'ellipsoïde correspond à l'un des deux axes principaux de l'ellipse. De plus, les distributions des rapports des longueurs des axes principaux des ellipsoïdes doivent correspondre à la distribution du rapport des longueurs des axes principaux des ellipses de surface. De cette façon, il est possible de déterminer un jeu d'ellipsoïdes dont les caractéristiques correspondent aux caractéristiques expérimentales de surface (cf. : figure 4.32a). La génération de la microstructure granulaire en profondeur est alors basée sur le jeu d'ellipsoïdes déterminé pour reconstruire la surface. Préjugant d'une homogénéité statistique selon la profondeur, nous imposons en effet que les statistiques de distribution de volume ainsi que de distributions des rapports de longueur entre les axes principaux des ellipsoïdes générés en profondeur soient identiques à celles des ellipsoïdes obtenus pour reproduire la microstructure surfacique. Différentes améliorations du programme de simulation de microstructures 3D (Micro3D) ont permis lors de la génération des ellipsoïdes en profondeur de contrôler leur taux de recouvrement (pourcentage de superposition d'un ellipsoïde nouvellement créé avec un ellipsoïde déjà présent dans le

volume), d'améliorer la procédure de positionnement des ellipsoïdes dans le volume ou encore de minimiser le pourcentage de vide restant après génération des ellipsoïdes (cf. : figure 4.32c). Lorsque les ellipsoïdes sont créés, il reste alors à combler le vide restant dans le volume en associant chaque voxel libre à l'ellipsoïde le plus proche puis à affecter à chaque grain ainsi créé une orientation cristalline respectant la distribution statistique d'orientations déterminée par l'analyse EBSD (cf. : figure 4.32d).

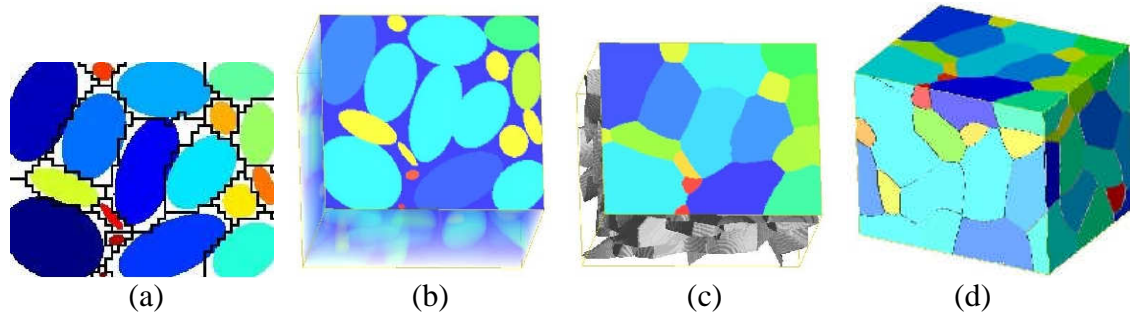


Figure 4. 32 : Différentes étapes de la génération d'une microstructure 3D à partir d'une analyse de surface. (a) Détermination des ellipses de surface, (b) génération des ellipsoïdes de surface, (c) génération des ellipsoïdes dans le volume et (d) création des grains du volume

Une microstructure simulée comprenant 2000 grains a été générée dans un volume de 145x145x145 voxels à partir d'une microstructure expérimentale dont la surface a été reconstruite afin de réaliser différentes coupes dans le volume pour les comparer aux analyses expérimentales ayant permis sa génération et vérifier leur bonne adéquation. Des analyses de texture, de distribution de tailles de grain et de distribution de facteurs de forme (cf. : figure 4.33) ont alors été effectuées et ont montré un bon accord entre microstructure réelle et microstructure simulée. Ainsi, Micro3D permet de générer des microstructures 3D réalistes qui pourront être utilisées afin de déterminer l'influence de la microstructure en volume sur les champs mécaniques obtenus en surface. Notons que de récentes améliorations du programme permettent d'une part d'ajouter une seconde phase à la microstructure simulée afin par exemple de tester l'influence de la présence de précipités sur le comportement d'un agrégat et d'autre part d'ajouter à cette microstructure des zones maclées permettant de même de tester leur influence sur le comportement de l'agrégat.

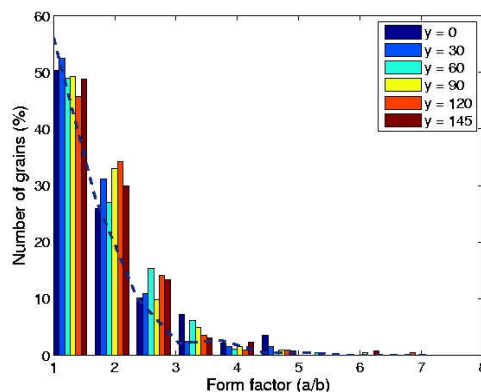


Figure 4. 33 : Distribution du rapport de forme des grains pour différentes coupes issues de la microstructure 3D générée ($z=0$ correspond à la surface expérimentale)

Cet outil de génération de microstructures granulaires 3D devrait permettre d'approfondir les études concernant l'effet de la microstructure en volume sur les résultats obtenus en surface. En effet, Zeghadi [Zeg05] a montré l'importance de tenir compte de la microstructure 3D

dans le cas de la comparaison de résultats surfaciques issus de simulations numériques par éléments finis d'agrégats polycristallins présentant la même surface et des microstructures en profondeur différentes et ayant des textures cristallographiques et morphologiques identiques et isotropes. Néanmoins, il serait très intéressant de réaliser une étude similaire sur des agrégats texturés ou présentant des morphologies différentes car les effets qui ont été montrés seraient alors certainement différents.

Enfin, concernant les simulations de microstructures 3D, il faut de plus s'interroger sur les CL utilisées et la façon dont elles sont appliquées. En effet, l'utilisation en 2D de CL expérimentales permet, comme nous l'avons vu précédemment, d'améliorer les résultats issus des simulations numériques : il serait alors intéressant de s'interroger sur une possible transposition de ces méthodes au 3D.

De plus les CL utilisées pour les simulations numériques de microstructures 3D sont souvent de type déformations homogènes ou de type périodique [Zeg05] ; ne serait-il pas plus réaliste dans certains cas d'utiliser des CL de type contraintes homogènes ? En effet, dans le cas des alliages de zirconium, nous avons pu constater que les distributions de contraintes au sein d'un agrégat sont plus homogènes que les distributions de déformation. Pour cela, nous avons analysé les résultats issus d'une simulation numérique réalisée sur l'agrégat 90° en utilisant le second jeu de paramètres optimisés (cf. : tableau 4.10) et des conditions aux limites expérimentales.

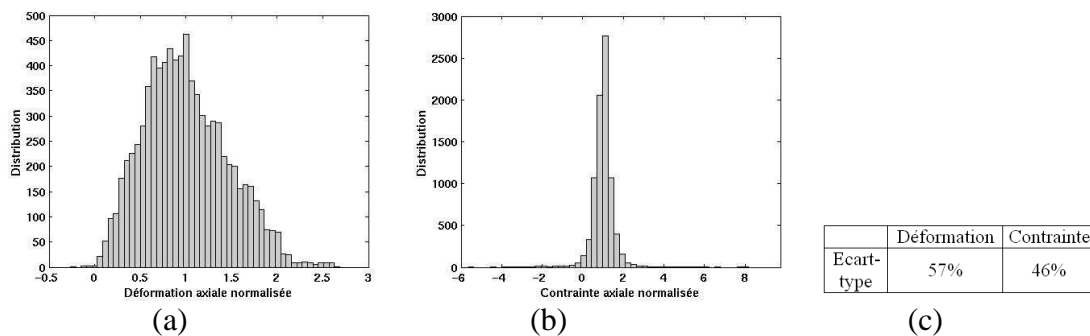


Figure 4. 34 : Distributions des (a) déformations et (b) contraintes axiales surfaciques normalisées à l'issue d'une simulation numérique avec CL expérimentales sur l'agrégat 90° (utilisation du second jeu de paramètres identifiés cf. : tableau 4.10). (c) statistiques de ces distributions.

La figure 4.34 montre la distribution des déformations et contraintes axiales surfaciques en utilisant 50 intervalles entre la valeur minimale et la valeur maximale observées dans les deux cas. La comparaison des écarts-types de distribution en déformation et en contrainte (cf. : figure 4.34c) nous montre que la distribution des déformations est moins homogène que celle des contraintes pour un tel matériau. C'est pourquoi, il nous semble qu'il serait plus réaliste, dans le cas d'une simulation d'un agrégat 3D où les conditions aux limites expérimentales ne sont pas connues, de la réaliser en utilisant des conditions aux limites de type contraintes homogènes.

4.5 Effet des contraintes résiduelles

Les simulations de microstructures réalisées jusqu'à présent portaient sur un matériau supposé à état initial naturel et donc en particulier vierge de toutes contraintes résiduelles. Pujol [Puj94] a montré, par observation au MET, que la tôle de base comporte assez peu de dislocations résiduelles. Néanmoins, le traitement de recristallisation subi par le matériau entraîne, aux joints de grains, l'apparition de contraintes résiduelles dues à l'anisotropie de dilatation thermique suivant les axes principaux de la maille hexagonale. En effet, Couterne *et*

al. [Cou69] ont mesuré les coefficients de dilatation thermique du zirconium α suivant les axes principaux de la maille hexagonale. Cette dilatation thermique s'avère être isotrope transverse et son anisotropie augmente avec la température (cf. : figure 4.35). Il est alors intéressant d'analyser l'influence de la prise en compte de telles contraintes résiduelles dans la procédure d'identification à travers la simulation des réponses mécaniques du matériau.

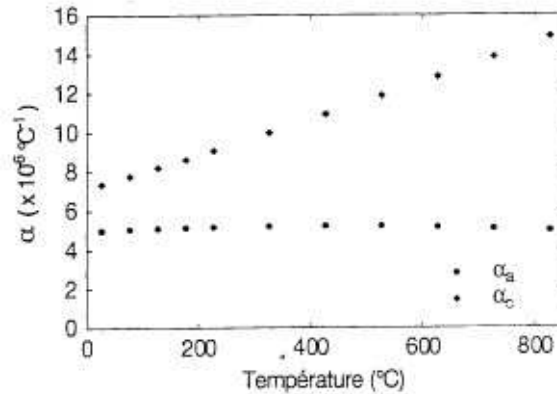


Figure 4. 35 : Variation des coefficients de dilatation thermique α en fonction de la température [Cou69]

Pour ce qui concerne les alliages de zirconium utilisés dans l'industrie du nucléaire, les traitements de recristallisation sont généralement réalisés à des températures avoisinant 550°C. Concernant le zirconium grade 702 utilisé au cours de cette étude, nous savons qu'il a subi un traitement de recristallisation ; néanmoins, nous n'avons pu accéder aux détails de celui-ci (température, durée, vitesse de refroidissement) ni donc apprécier à l'avance l'importance d'éventuelles contraintes résiduelles.

La simulation numérique a été réalisée en deux étapes. Dans un premier temps, un calcul de contraintes résiduelles dues uniquement à l'anisotropie des coefficients de dilatation thermique est effectué au cours d'un refroidissement ; à partir de l'état obtenu, nous réalisons dans une seconde étape la simulation d'un essai mécanique.

La simulation numérique est réalisée sur le maillage représenté sur la figure 4.1a (éprouvette prélevée suivant DT) et les paramètres utilisés pour la simulation de l'essai mécanique sont ceux utilisés pour les études précédentes (cf. : tableaux 4.2 et 4.11).

Au cours de la première étape, les valeurs des coefficients de dilatation thermique suivant les axes principaux de la maille hexagonale sont nécessaires. En l'absence de mesures sur monocristaux de zirconium grade 702, nous utilisons les caractéristiques du zirconium pur (cf. : tableau 4.19).

α_a	α_c
$5,2 \cdot 10^{-6}$	$9,5 \cdot 10^{-6}$

Tableau 4. 19 : Coefficients de dilatation thermique ($^\circ\text{C}^{-1}$) du Zr à 280°C [Cou69]

L'essai mécanique étant réalisé à 280°C et la recristallisation ayant eu lieu aux alentours de 550°C, la variation de température considérée est fixée à 300°C.

Les valeurs des modules d'élasticité sont maintenues égales à celles utilisées pour l'identification des paramètres. De plus, nous considérons, au cours de cette simulation de refroidissement, que nous restons dans le domaine d'élasticité. Cette hypothèse aura pour effet d'accentuer la valeur des contraintes résiduelles car la possibilité d'accommoder ces contraintes par plasticité sera ainsi neutralisée.

A l'issue de cette première étape, en traçant les distributions de contraintes résiduelles obtenues sur l'agrégat, nous constatons qu'elles sont centrées sur zéro (cf. : figure 4.36), ce qui est cohérent avec leur propriété de moyenne nulle. Les écarts types, e , sont déterminés de la façon suivante :

$$e = \left(\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right)^{\frac{1}{2}} \text{ où } \bar{x} = \sum_{i=1}^n x_i \text{ et } n \text{ correspond au nombre de valeurs}$$

Les écarts types obtenus sont inférieurs à 10MPa et les queues de distribution n'excèdent pas ± 35 MPa, hormis pour la contrainte axiale. Pour cette dernière, l'écart type atteint 11,8MPa et la distribution est comprise entre -47MPa et 71MPa. La figure 4.37 présente une cartographie de ces contraintes résiduelles.

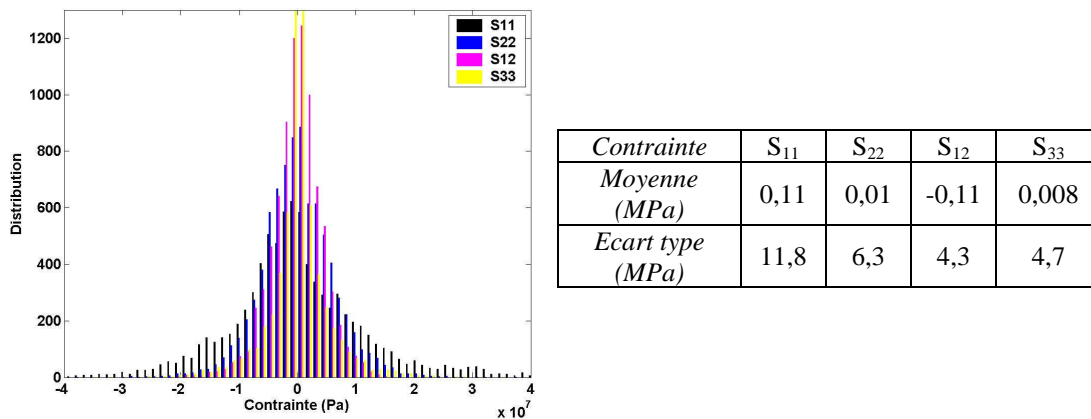


Figure 4. 36 : Distribution des contraintes résiduelles et tableau récapitulatif des résultats (S_{11} correspond à la contrainte axiale et S_{22} à la contrainte transversale)

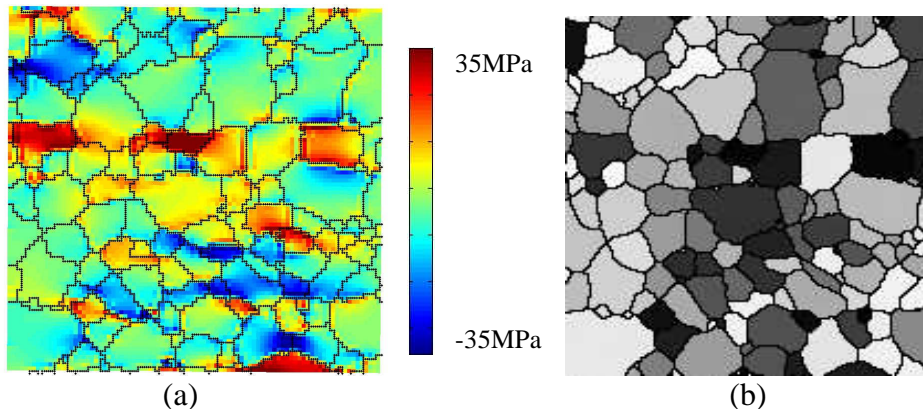


Figure 4. 37 : (a) Cartographie des contraintes résiduelles axiales et (b) cartographie des facteurs de Schmid prismatiques pour une sollicitation axiale (noir=0 ; blanc=0,5)

Nous pouvons alors remarquer comme nous l'attendions que les hautes valeurs de contraintes résiduelles sont atteintes au sein de grains dont le voisinage présente par rapport à ces derniers de fortes désorientations.

La question est à présent de savoir quelle est l'influence de la prise en compte de ces contraintes résiduelles sur la simulation mécanique. Pour cela, une simulation numérique est réalisée sur l'agrégat, pour laquelle l'état de référence correspond à l'état obtenu à la suite du calcul de contraintes résiduelles : elle sera nommée Res. Cette simulation est à comparer à la

simulation réalisée avec les mêmes paramètres à partir d'un état naturel, notée « simulation numérique de référence ».

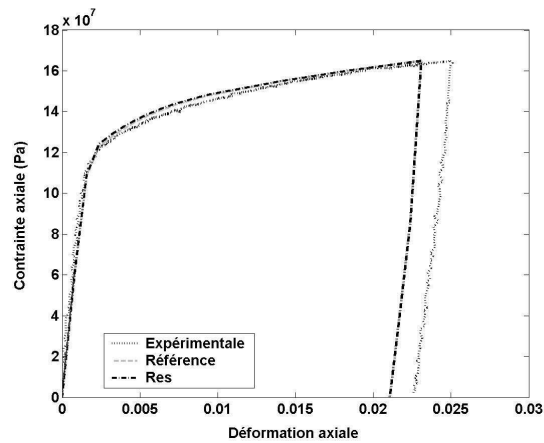


Figure 4. 38 : Courbes de traction issues des différentes simulations numériques et de l'expérience

Nous pouvons alors constater sur la courbe de réponse mécanique moyenne (cf. : figure 4.38) ainsi que sur la valeur de l'erreur macroscopique (cf. : tableau 4.20) que l'influence de la prise en compte des contraintes résiduelles dues à l'anisotropie de comportement thermique est très faible. En effet, celle-ci entraîne une variation de l'erreur macroscopique de l'ordre de 6% ce qui, comme nous l'avons vu précédemment est négligeable devant les variations obtenues au cours du processus d'identification.

Simulation numérique	Référence	Res
S^M/S	0,0438	0,0464

Tableau 4. 20 : Influence de la prise en compte des contraintes résiduelles sur la valeur de l'erreur macroscopique

Concernant la réponse locale, l'erreur locale présente une variation de 0,5‰ en tenant compte des contraintes résiduelles, par rapport au résultat obtenu lors de la simulation numérique de référence (cf. : tableau 4.21).

Simulation numérique	Référence	Res
e^L/e	0,5906	0,5903

Tableau 4. 21 : Influence de la prise en compte des contraintes résiduelles sur la valeur de l'erreur locale

La visualisation des cartographies et distributions des écarts entre les résultats (déformations-figure 4.39 et contraintes-figure 4.40) obtenus lors de la simulation numérique de référence et ceux obtenus lors de la simulation numérique réalisée à partir d'un état présentant des contraintes résiduelles confirme l'influence minimale de celles-ci sur les résultats du calcul.

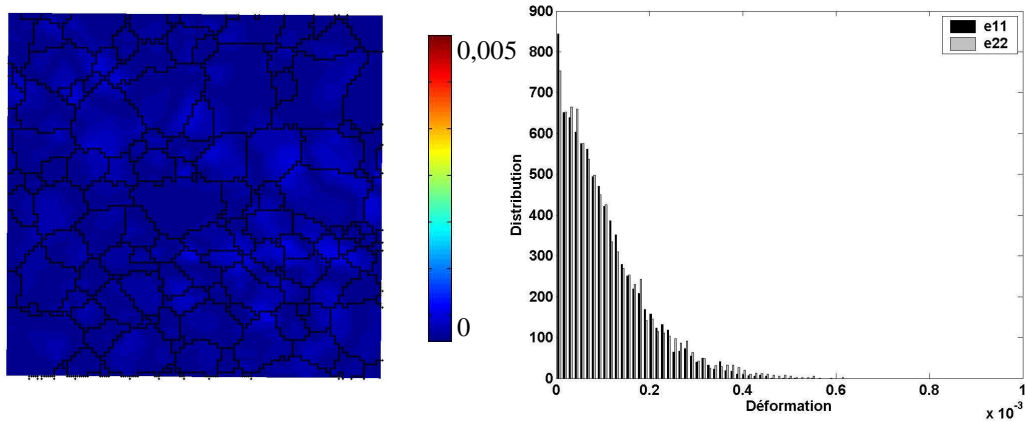


Figure 4. 39 : Cartographie des écarts entre les déformations issues des simulations numériques de référence et de Res (ϵ_{11}) et distributions de ces écarts sur ϵ_{11} et ϵ_{22}

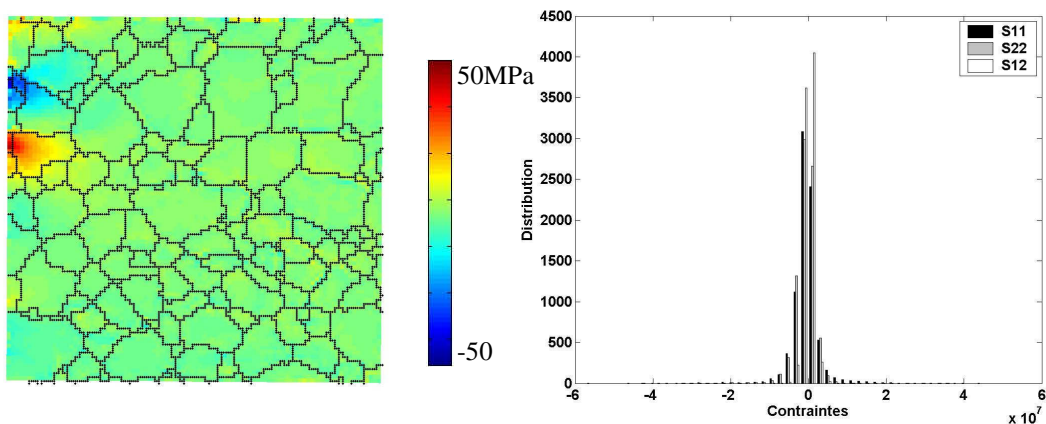


Figure 4. 40 : Cartographie des écarts entre les contraintes issues des simulations numériques de référence et de Res (σ_{11}) et distributions de ces écarts sur σ_{11} , σ_{22} et σ_{12}

Nous constatons donc que la prise en compte des contraintes résiduelles, qui étaient de surcroît surestimées par la simulation numérique (hypothèse de réponse purement élastique), a, dans le cas qui nous concerne, une influence négligeable sur le processus d'identification (cf. : tableau 4.22).

Simulation numérique	Référence	Res
E	0,9074	0,9091

Tableau 4. 22 : Influence de la prise en compte des contraintes résiduelles sur la valeur de la fonction coût

4.6 Effet du formalisme grandes transformations

Dans les chapitres précédents, nous avons vu qu'à l'échelle macroscopique la déformation résiduelle restait faible (2,5%) ; néanmoins, à l'échelle intragranulaire, la déformation résiduelle pouvait atteindre localement 10%. La question se pose alors de savoir si, malgré le faible taux de déformation macroscopique, nous devons utiliser dans la procédure d'identification le formalisme des grandes transformations qui tient compte notamment des rotations de réseau dans le calcul des champs mécaniques ou bien si celui des petites perturbations est suffisant : les niveaux de déformation considérés restant en effet modérés, on peut s'attendre à ce que, compte tenu de la forte anisotropie du comportement plastique local du matériau, le principal effet d'un traitement en « grandes transformations » soit attaché à sa

prise en compte des rotations de réseau cristallin, qui restaient bloquées dans notre traitement antérieur.

Afin d'apporter des premiers éléments de réponse à cette question, nous avons réalisé une étude numérique en collaboration avec A. Salahouelhadj et H. Haddadi du LPMTM de l'Institut Galilée de l'université Paris XIII. Quatre simulations numériques sont réalisées sur un même maillage avec la même loi de comportement : deux en utilisant un formalisme de grandes transformations et les deux autres en bloquant les rotations de réseau. La comparaison des résultats permet alors de constater l'effet des rotations de réseau sur la localisation de la déformation, l'état de contrainte au sein du matériau et l'activation des différents mécanismes de glissement. Dans chaque cas, pour l'une des deux simulations, l'axe de sollicitation correspond à DL et pour la seconde il correspond à DT. Il s'agira alors de comparer l'influence des rotations de réseau suivant l'axe de sollicitation, compte tenu de l'anisotropie de comportement plastique du zirconium polycristallin texturé.

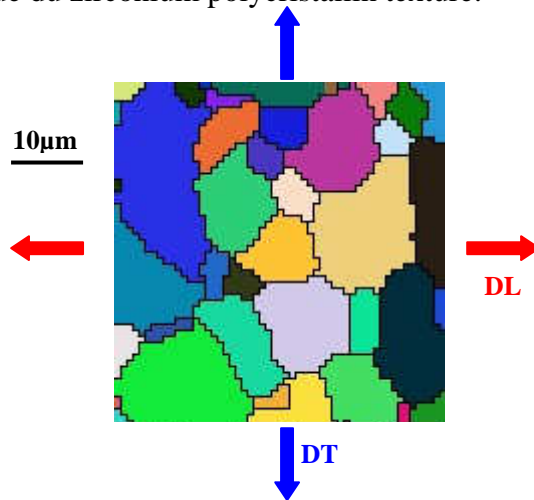


Figure 4. 41 : Cartographie des orientations cristallines (fausses couleurs) sur la sous zone d'étude de $60 \times 60 \mu\text{m}^2$ (éprouvette prélevée suivant DL) et directions de sollicitation virtuelle

Les simulations numériques sont menées à l'aide du code de calcul par éléments finis Meso3D qui a été développé au LPMTM en collaboration avec le LMS de l'Ecole Polytechnique et le CEA/SRMA [Hér00]. Si la comparaison est purement numérique, la microstructure maillée est issue de la zone d'étude de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ caractérisée expérimentalement sur une éprouvette prélevée suivant DL. Une sous-zone de $60 \times 60 \mu\text{m}^2$ est sélectionnée (cf. : figure 4.41). Elle contient 40 grains. Sa texture est reportée sur la figure 4.42. Nous pouvons constater qu'elle présente les caractéristiques principales de la texture du matériau massif (cf. : chapitre 3).

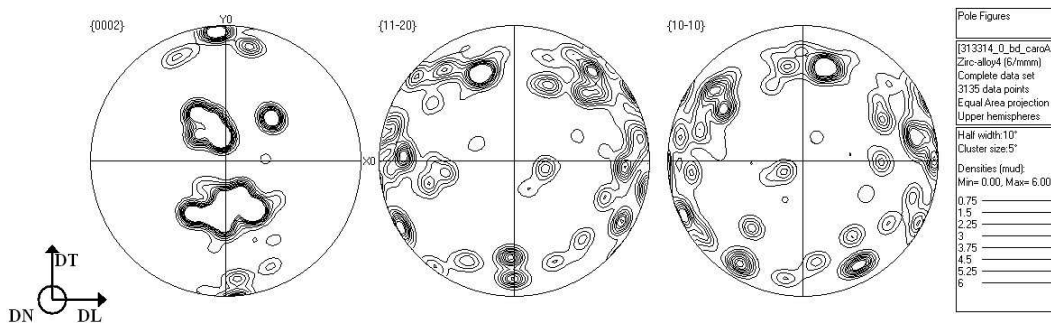


Figure 4. 42 : Texture issue de l'analyse par EBSD correspondant à la zone de $60 \times 60 \mu\text{m}^2$ (pas d'analyse : $1 \mu\text{m}$) extraite pour les simulations numériques

Le maillage est réalisé à l'aide d'éléments hexaédriques à huit nœuds et à huit points d'intégration. Dans la troisième direction (perpendiculaire au plan d'analyse EBSD) le maillage est « extrudé » d'une épaisseur égale à 5 fois le côté du carré en surface. Les conditions aux limites sont, ici, de type déplacements de blocs (conditions aux limites en déformations homogènes auxquelles est ajoutée une limitation concernant la forme des éléments qui restent parallélépipédiques) [Sal05]. L'application du trajet de chargement est linéaire et proportionnelle et la vitesse de déformation moyenne est de 10^{-3}s^{-1} . Les essais représentent des tests réalisés à 280°C .

La loi de comportement, rappelée ci-après et correspondant à celle explicitée au chapitre 2, a été implémentée dans ce code :

- loi d'écoulement :

$$\dot{\gamma} = \sum_s \left| \dot{\gamma}_0^s \sinh \left(\frac{\tau_s^s}{\tau_0^s} \right) \right|^{n_s} \text{sign}(\tau_s)$$

- loi d'érouissage :

$$\dot{\tau}_0^s = \sum_u H_0 \left(\frac{\tau_{sat}^u - \tau_0^u}{\tau_{sat}^u - \tau_0^{ini}} \right)^{\alpha^{su}} Q_{su} |\dot{\gamma}_u|$$

$$Q_{su} = Q_0^{su} + (1 - Q_0^{su}) \delta_{su}$$

Elle comporte 16 paramètres qui sont, pour les deux simulations, fixés aux valeurs explicitées dans le tableau 4.23. Ces valeurs ont été obtenues par une identification réalisée par A. Salahouelhadj, à l'aide de routines Matlab, sur le comportement macroscopique, à partir de simulations numériques par éléments finis sur une plaque de 625×625 grains, chaque grain étant représenté par un élément cubique et son orientation cristalline [Sal05].

Les cissions critiques des systèmes de glissement basal et pyramidal de vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$ sont prises très élevées de façon à ce que seuls les systèmes de glissement prismatiques et pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$ soient activables.

Les comparaisons entre les résultats obtenus par les simulations numériques avec et sans rotations de réseau autorisées sont réalisées à plusieurs échelles : celle de la microstructure granulaire, par des comparaisons réalisées point par point ou à l'aide d'histogrammes, et celle de l'agrégat, par l'étude de son comportement global.

$\dot{\gamma}_0$	a	n_b	n_p	$n_{pyr\langle a \rangle}$	$n_{pyr\langle c+a \rangle}$	H_0	Q_0
4.10^{-4}	1,8	7,3	2,3	6,2	6,8	95	1,3
τ_{ini}^b	τ_{ini}^p	$\tau_{ini}^{pyr\langle a \rangle}$	$\tau_{ini}^{pyr\langle c+a \rangle}$	τ_{sat}^b	τ_{sat}^p	$\tau_{sat}^{pyr\langle a \rangle}$	$\tau_{sat}^{pyr\langle c+a \rangle}$
888	25	40	888	972	651	618	487

Tableau 4. 23 : Paramètres utilisés au cours des simulations

La figure 4.43 présente cette dernière comparaison. Les déformations et contraintes axiales sont obtenues en moyennant sur l'ensemble de l'agrégat les champs de contrainte et de déformation obtenus en chaque point de Gauss au cours des simulations numériques avec et sans rotations de réseau. Nous remarquons que l'anisotropie de comportement plastique est correctement décrite (limite d'élasticité pour une sollicitation suivant DT supérieure à celle obtenue pour une sollicitation suivant DL). Nous pouvons constater sur cette figure un bon accord des résultats jusqu'à la limite d'élasticité puis une très légère divergence qui s'accroît au cours de l'essai. L'écart obtenu entre les niveaux de contrainte rencontrés en fin de simulation atteint 0,1% du niveau de contrainte issu de la simulation numérique en grandes déformations pour une sollicitation suivant DL et 1,3% pour une sollicitation suivant DT.

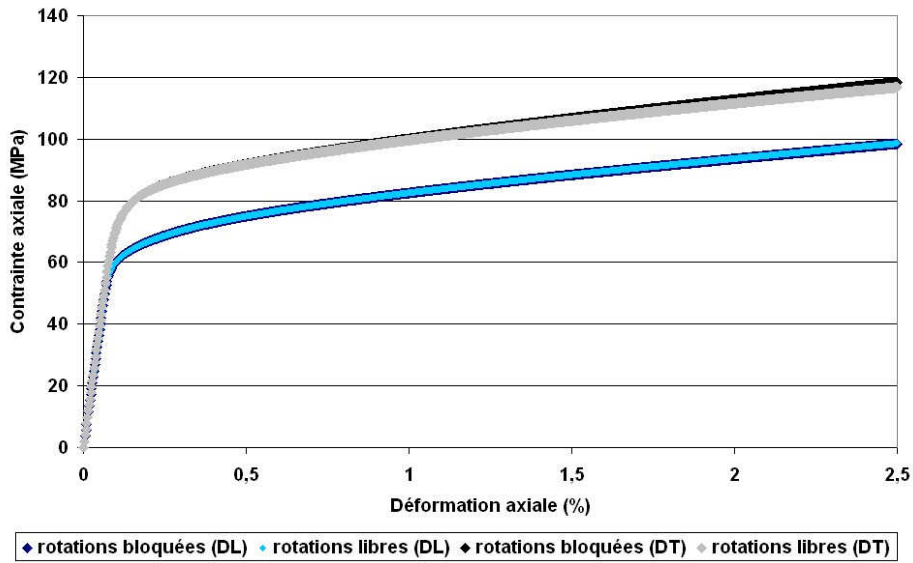


Figure 4.43 : Réponses mécaniques moyennes issues des simulations numériques avec et sans rotations de réseau autorisées

Examinons à présent à l'échelle de la microstructure granulaire comment se répartissent les contraintes et les déformations dans les deux situations. Les cartographies de déformation axiale à 2,5% de déformation moyenne, présentées sur la figure 4.44, montrent une faible influence des rotations de réseau sur l'état de déformation local pour la sollicitation suivant DL. Le schéma global est identique quel que soit le type de simulation numérique réalisée. Les distributions des déformations axiales pour les deux simulations sont très proches : elles sont centrées sur 2,5% et présentent un écart type identique quelle que soit la simulation concernée (cf. : tableau 4.24).

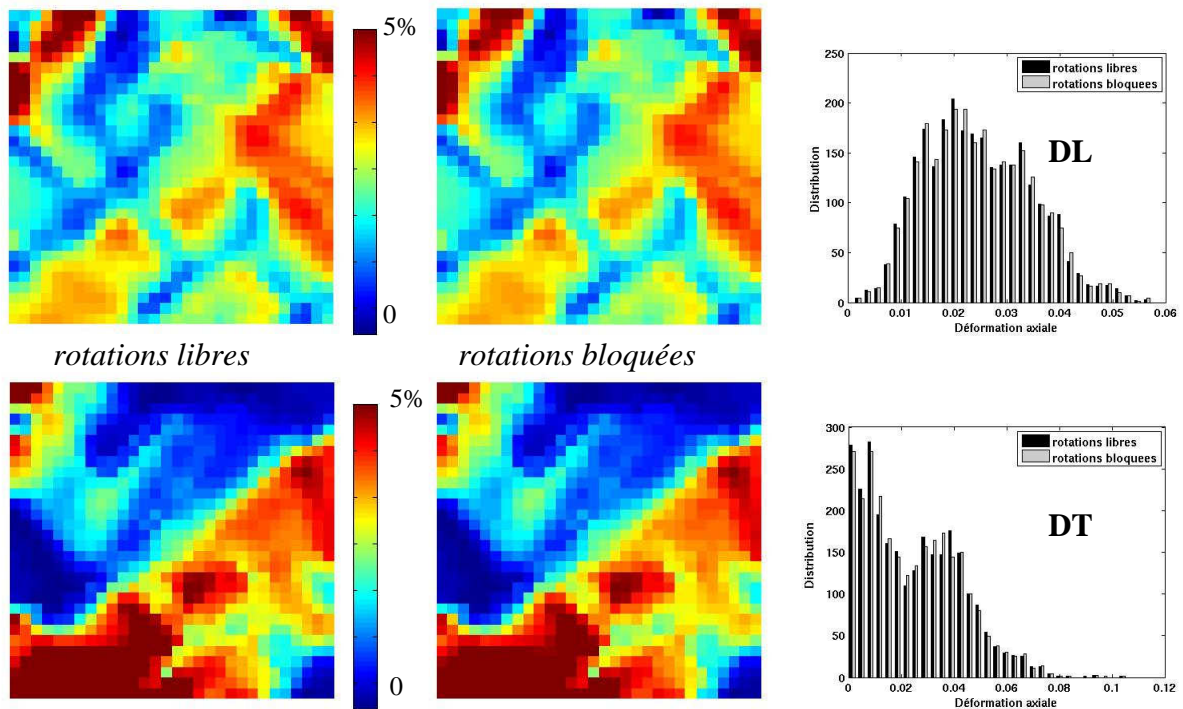


Figure 4.44 : Cartographies des déformations axiales issues des simulations numériques et leurs distributions

Dans le cas de sollicitations suivant DT, les écarts entre simulations numériques autorisant ou non l'utilisation de rotations de réseau sont légèrement plus marqués.

<i>Ecart type</i>	<i>Rotations bloquées</i>	<i>Rotations libres</i>
<i>DL</i>	0,0100	0,0101
<i>DT</i>	0,0178	0,0179

Tableau 4. 24 : *Ecarts types des distributions de déformation axiale présentées sur la figure 4.44*

De même, les cartographies et distributions des contraintes axiales présentées sur la figure 4.45 montrent, elles aussi, une influence, qui reste faible, des rotations de réseau sur l'état de contrainte local.

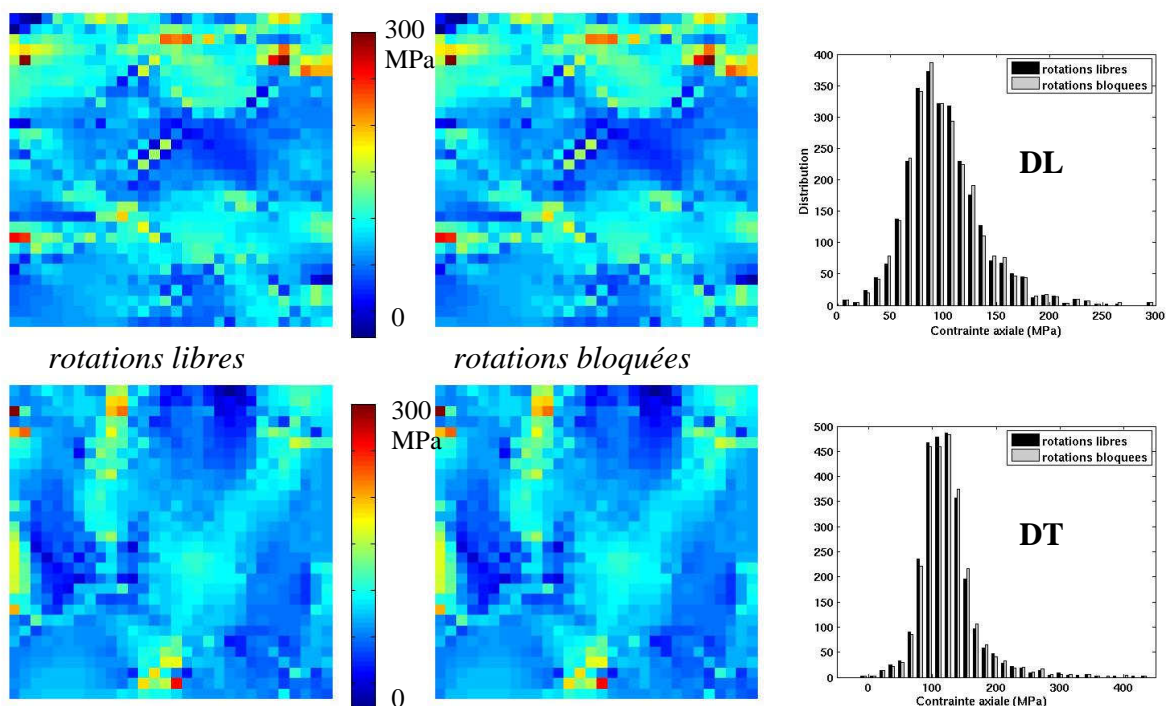


Figure 4. 45 : *Cartographies des contraintes axiales issues des deux simulations numériques et leurs distributions*

<i>Ecart type</i>	<i>Rotations bloquées</i>	<i>Rotations libres</i>
<i>DL</i>	36,36	36,2
<i>DT</i>	45,0	44,6

Tableau 4. 25 : *Ecarts types (MPa) des distributions de contrainte axiale présentées sur la figure 4.45*

L'objectif de cette étude est, rappelons-le, de mettre en place une méthodologie d'identification des paramètres de la loi de comportement cristalline utilisée. Ces paramètres sont liés à l'érouissage du matériau mais aussi à son entrée en plasticité et à l'activation des différents systèmes de glissement plastique. Dès lors, au-delà des réponses déjà apportées dans ce qui précède, il est important d'apprécier l'influence de la prise en compte des rotations de réseau sur l'activation de ces systèmes. Pour cela, nous avons réalisé des cartographies des systèmes activés à travers le nombre de systèmes présentant un taux de glissement plastique supérieur à 10^{-4} . La figure 4.46 montre des cartographies du nombre de

systèmes activés sur les neuf systèmes potentiellement activables (prismatiques et pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$) pour chaque simulation.

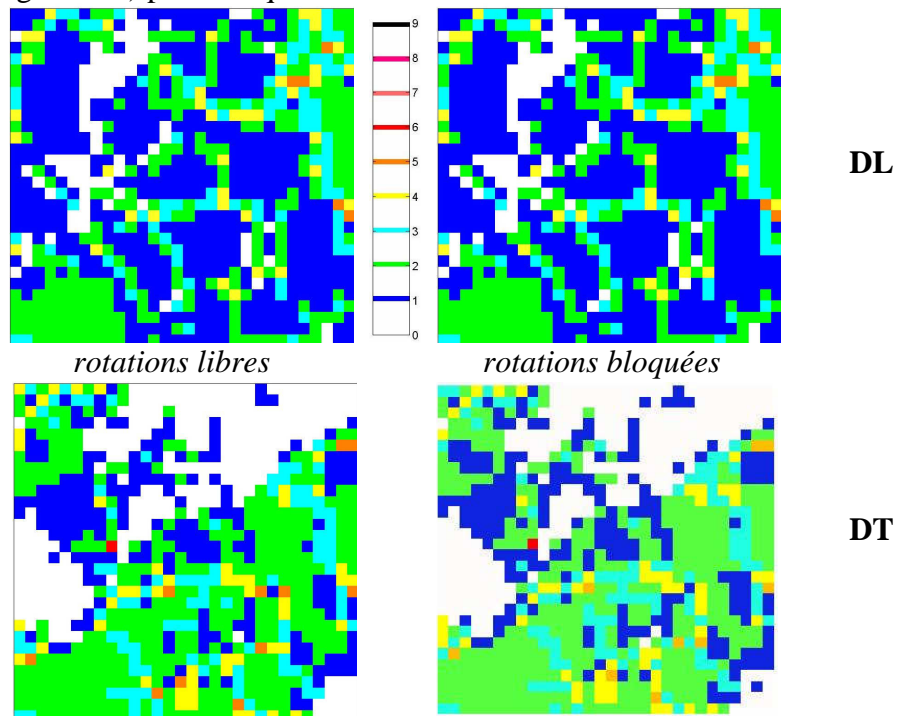


Figure 4. 46 : Cartographies du nombre de systèmes de glissement activés ($\text{taux} > 10^{-4}$)

Nous pouvons constater que le nombre de systèmes de déformation activés est quasiment identique dans les deux cas. Afin d'affiner cette comparaison, nous avons séparé le nombre de systèmes prismatiques activés du nombre de systèmes pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$ (cf. : figure 4.47).

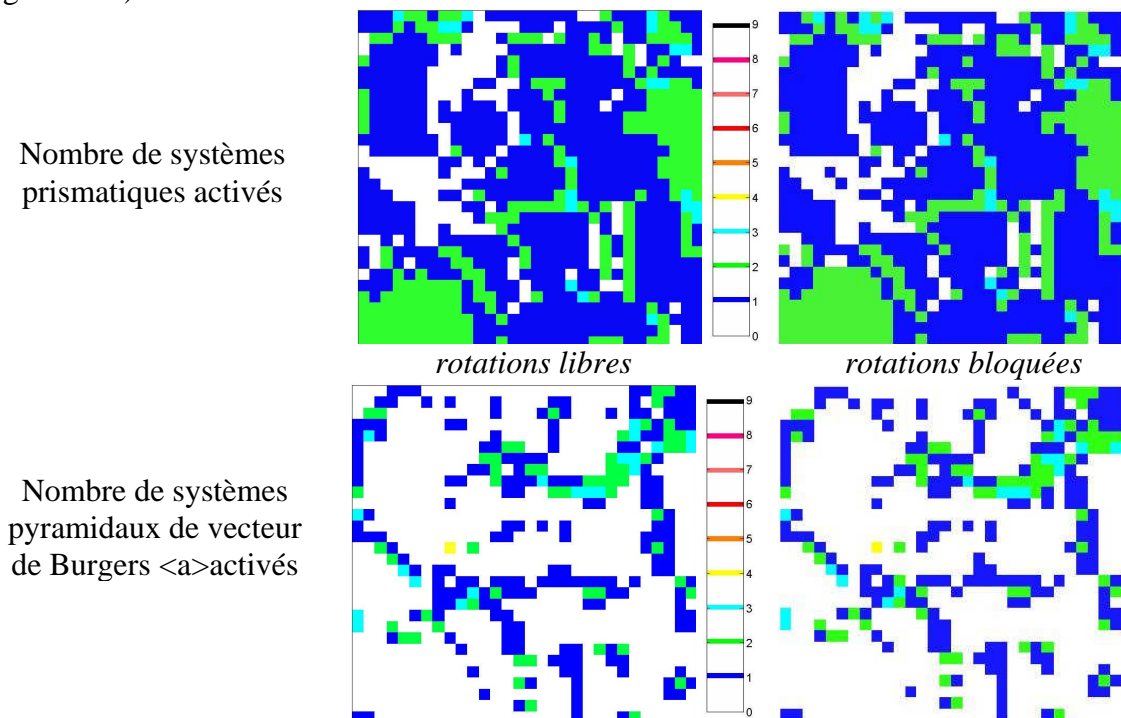


Figure 4. 47 : Cartographies du nombre de systèmes prismatiques et pyramidaux de vecteur de Burgers $\langle a \rangle$ activés pour une sollicitation suivant DL

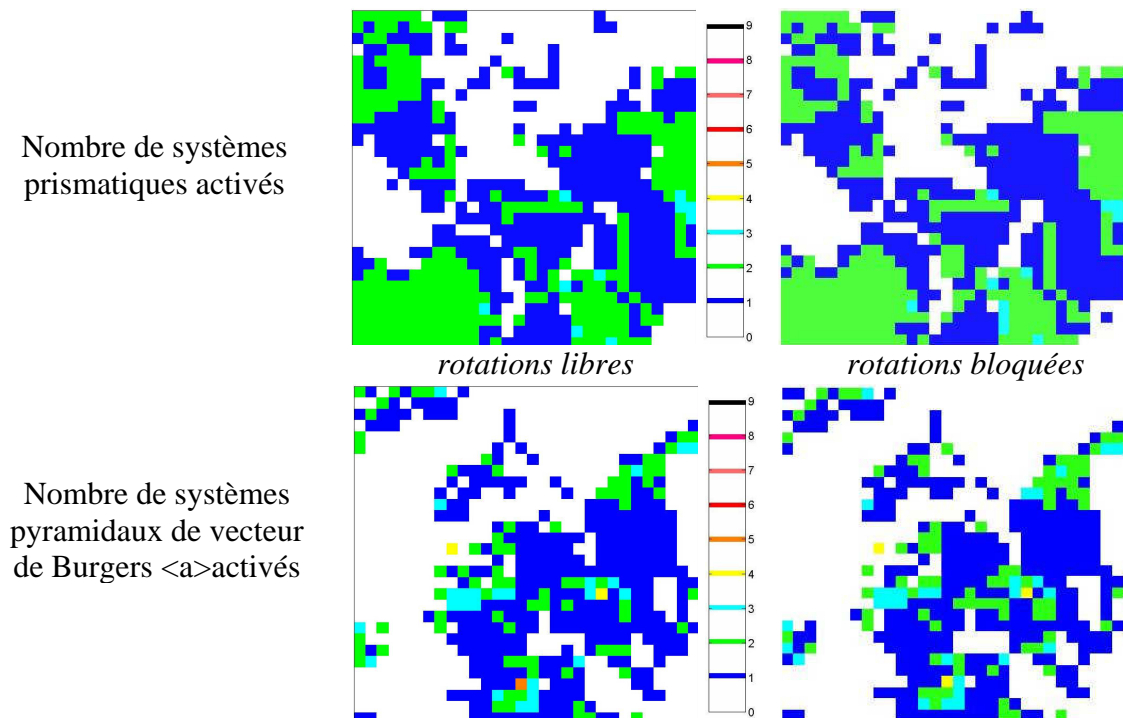


Figure 4. 48 : Cartographies du nombre de systèmes prismatiques et pyramidaux de vecteur de Burgers <a> activés pour une sollicitation suivantDT

Nous pouvons alors remarquer que de légères différences peuvent apparaître entre les résultats d’un calcul pour lequel les rotations sont libres et ceux d’un calcul pour lequel les rotations sont bloquées. Néanmoins, ces différences sont très localisées. En reliant ces résultats aux cartographies des rotations (cf. : figure 4.49) nous constatons que les écarts en termes de nombre de systèmes activés se situent principalement dans les éléments présentant des intensités de rotation les plus fortes.

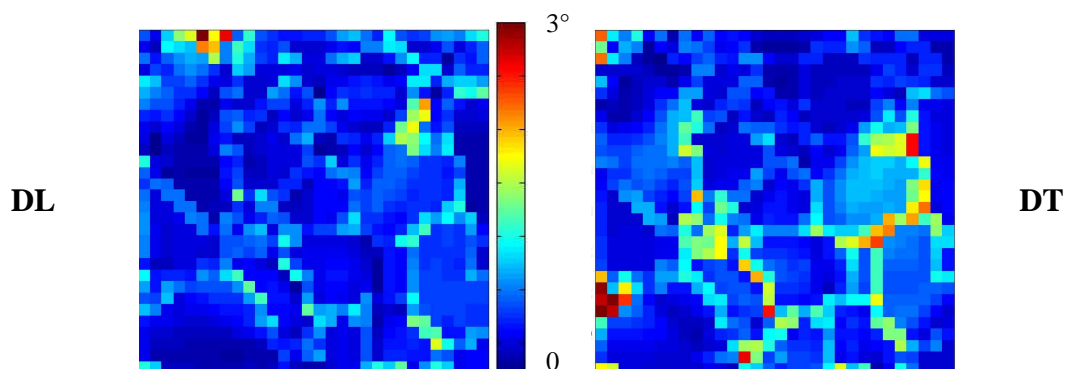


Figure 4. 49 : Cartographies des intensités de rotations

Nous pouvons donc conclure de cette étude numérique que, pour simuler, dans l’optique de l’identification du comportement intracristallin, le comportement mécanique du zirconium pour un faible taux de déformation moyen, il ne semble pas nécessaire d’utiliser un formalisme de grandes transformations.

4.7 Synthèse

Nous avons appliqué au zirconium polycristallin grade 702 la méthodologie décrite dans le chapitre 2. La méthode d'identification proprement dite est, rappelons-le, encore sommaire et nous avons pu nous rendre compte que des modifications devront être apportées afin de l'améliorer. Ces modifications devront porter notamment sur le nombre de paramètres que nous pouvons nous permettre de fixer et sur leur valeur ainsi que sur l'exploration de l'espace des paramètres à identifier.

Cependant, nous avons choisi, au cours de cette étude, de nous intéresser principalement à l'incidence sur la simulation numérique des différents paramètres que sont l'imprécision de la mesure expérimentale, l'influence du type de maillage choisi dans la troisième dimension, la prise en compte des contraintes résiduelles et enfin l'utilisation d'un formalisme grandes transformations. Pour cela, des études numériques ont été réalisées qui nous ont permis de conclure, concernant, dans un premier temps, l'influence de la perturbation des conditions aux limites sur la valeur de la fonction coût, qu'une couche d'une épaisseur de 4 éléments devrait être exclue de la procédure de calcul afin d'améliorer la stabilité de la solution d'un facteur 10 environ.

Dans un second temps, l'étude de l'influence du maillage choisi dans la troisième dimension permet de conclure que l'utilisation d'un maillage très fin (soient a, b et e les dimensions de la maille élémentaire du maillage où $a \approx b$ et e correspond à l'épaisseur, alors $\frac{e}{a} = \frac{1}{15}$), dans les conditions pour lesquelles les simulations numériques sont réalisées dans cette étude (CL expérimentales, trajet de chargement non linéaire non proportionnel), permet une bonne description de la réponse mécanique macroscopique ainsi que des champs de déformation surfaciques.

Nous avons constaté par la suite que la prise en compte des contraintes résiduelles, de surcroît surestimées par la simulation numérique (hypothèse de réponse purement élastique), a, dans le cas qui nous concerne, une influence négligeable sur le processus d'identification.

Enfin, l'étude numérique portant sur l'influence de l'utilisation d'un formalisme grandes transformations nous a permis de montrer que, pour simuler, dans l'optique de l'identification du comportement intracristallin, le comportement mécanique du zirconium pour un faible taux de déformation moyen, il ne semble pas indispensable de recourir à un tel formalisme.

CHAPITRE 5
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

5 Conclusions et perspectives

La maîtrise du comportement en service des gaines de combustible nucléaire en alliage de zirconium bute encore sur une connaissance insuffisante des mécanismes de déformation plastique de ces alliages. Leur identification sur les seules réponses macroscopiques à partir d'essais mécaniques classiques ou de modèles polycristallins ayant montré ses limites, nous nous sommes proposé de mettre en place une méthode d'identification prenant en compte non seulement les résultats expérimentaux à l'échelle macroscopique mais aussi ceux obtenus à l'échelle de la microstructure granulaire. C'est pourquoi une procédure de couplage entre les mesures de champs expérimentales (champ d'orientations cristallines et champs de déformations) et les simulations numériques d'agrégats polycristallins a été mise en place au cours de cette étude afin d'identifier les paramètres de la loi de comportement intracristalline utilisée par minimisation d'une fonction coût basée sur la comparaison des réponses mécaniques expérimentales et issues de simulations numériques, à l'échelle macroscopique mais aussi à l'échelle intragranulaire.

Dans le premier chapitre, la procédure de mise en correspondance des mesures expérimentales de champs d'orientations cristallines et de déformation avec des simulations numériques par éléments finis a été explicitée. L'utilisation d'un microscope électronique à balayage muni d'un système d'analyse par EBSD nous permet d'acquérir les données microstructurales surfaciques (forme des grains et orientations cristallographiques) du polycristal de zirconium étudié, qui servent à l'élaboration du maillage pour la simulation numérique par éléments finis. Ensuite, l'application comme conditions aux limites du calcul de mesures issues du champ mécanique expérimental obtenu par microextensométrie a été étudiée. Nous avons alors pu montrer la nécessité, lors de l'emploi de telles conditions aux limites, de définir correctement le trajet de chargement, de façon non linéaire et non proportionnelle, afin de décrire correctement les essais mécaniques. En effet, la non prise en compte de l'évolution du rapport des déformations transversale et axiale au cours de la simulation numérique, via l'application d'un trajet de chargement linéaire et proportionnel, induit un état de contrainte biaxial dans le domaine élastique non représentatif de l'essai que l'on souhaite simuler, alors que l'objectif est de pouvoir notamment identifier les paramètres d'entrée en plasticité tels que les cissons critiques des différents systèmes de glissement de la loi de comportement cristalline utilisée. Il est donc nécessaire de décrire correctement ce trajet de chargement. La mise en place d'une fonction coût permettant de comparer les données expérimentales et les données issues des simulations numériques, non seulement sur le tenseur de contraintes obtenu à l'échelle macroscopique, mais aussi sur les champs de déformation obtenus à l'échelle de la microstructure, est décrite ainsi que la méthode de minimisation proposée afin d'identifier les paramètres de la loi de comportement intracristalline.

Dans un second chapitre, nous nous sommes intéressés aux différents résultats expérimentaux issus des essais réalisés au cours de cette étude. Des essais de traction uniaxiale à température ambiante et à 280°C ont été réalisés sur des éprouvettes prélevées dans une tôle laminée de zirconium grade 702 suivant différentes directions par rapport à celle de laminage (0°, 30°, 45°, 60° et 90°) afin d'acquérir les champs de déplacement à l'échelle granulaire nécessaires à ce travail. De plus, afin d'approfondir la caractérisation des modes de localisation de la déformation dans des conditions plus générales, des essais biaxés ont été réalisés sur des éprouvettes de Zircaloy-4. En effet, si des mesures de champs avaient déjà été réalisées sur des matériaux ayant subi des chargements monotones, cela n'avait pas été le cas sous chargements complexes. C'est pourquoi nous avons réalisé des essais biaxés séquentiels, le

premier composé dans un premier temps d'une traction puis dans un second temps d'une sollicitation circonférentielle pure, et le second composé dans un premier temps d'une torsion puis dans un second temps d'une traction.

A l'échelle macroscopique, nous avons pu constater, conformément aux données connues de la bibliographie, que le comportement élastique du zirconium grade 702 est quasiment isotrope tandis que son comportement plastique est, lui, fortement anisotrope. De plus, l'utilisation de moyens de mesure des déformations transversales au cours de ces essais en complément des moyens de mesure des déformations axiales nous a permis d'obtenir l'évolution du rapport des déformations transversale et axiale au cours des essais. Nous avons ainsi pu montrer qu'il évolue fortement au cours de la sollicitation et atteint, dans le domaine plastique, des valeurs variant de -0,6 à -0,8 suivant la direction de prélèvement de l'éprouvette sollicitée.

A l'échelle de la microstructure granulaire, nous avons pu constater l'apparition de bandes de localisation de la déformation durant les essais. L'analyse statistique des champs de déformation obtenus par microextensométrie nous a permis de montrer que ces directions privilégiées de déformation dépendent de la direction de prélèvement de l'éprouvette sollicitée ainsi que de la température de sollicitation. Une hypothèse permettant d'expliquer cet effet et concernant les désorientations relatives entre grains permettant d'abaisser ou d'augmenter le seuil de déclenchement du glissement d'un grain par rapport à celui de son voisin a été avancée mais sa vérification nécessite de nouvelles investigations expérimentales ou/et des simulations numériques. Nous avons également pu montrer, quels que soient le matériau testé (zirconium grade 702 ou Zircaloy-4 présentant de petits -5 μ m- ou plus gros -15 μ m- grains), le type de sollicitation réalisée ou la température de sollicitation (température ambiante ou 280°C), que l'épaisseur des bandes de localisation de la déformation observées est du même ordre que la taille de grain. De plus, ces bandes présentent une longueur supérieure à au moins 5 fois la taille de grain. Le comportement mécanique du polycristal n'est donc pas seulement déterminé par la réponse des familles de grains de même orientation cristalline et leurs interactions, mais également par de forts effets de voisinage qui se traduisent par l'organisation de la déformation en bandes de localisation corrélées sur des ensembles de plusieurs grains voisins n'appartenant pas à une même famille cristalline. Nous pouvons alors voir dans ce résultat une limitation aux modèles d'homogénéisation. Ceux-ci représentent les matériaux hétérogènes au travers des échelles caractéristiques des hétérogénéités (grains), des phases associées à ces hétérogénéités (familles de grains de même orientation cristalline) et des paramètres mécaniques et physiques qui gouvernent le comportement de ces phases et ne sont actuellement pas en mesure d'intégrer des phénomènes de localisation orientée de la déformation corrélée sur plusieurs grains voisins. Nos résultats invitent ainsi à une redéfinition radicale de la notion classique de « phase » en homogénéisation.

Enfin, nous avons, dans un troisième et dernier chapitre, appliqué au zirconium grade 702 la méthodologie de couplage explicitée précédemment. La méthode d'identification proprement dite est, dans cette première approche, une méthode simple et facile de mise en œuvre qui a eu pour nous le principal intérêt de nous permettre de mener jusqu'au bout l'ensemble de la démarche proposée. Néanmoins, nous sommes conscients que des améliorations significatives doivent lui être apportées. En effet, le nombre de paramètres identifiés est restreint de même que l'espace des valeurs explorées au cours de l'identification. Nous avons, de plus, pu constater une forte dépendance des résultats obtenus au cours des premières identifications réalisées vis-à-vis des paramètres maintenus fixes. Toutefois, des interrogations sont apparues au cours de ce travail concernant l'influence de différents paramètres sur les résultats des

simulations numériques. Nous avons choisi de nous focaliser principalement sur quelques questions de méthode qui sont détaillées ci-après.

Nous avons rappelé que les mesures expérimentales peuvent présenter une imprécision allant jusqu'à 0,3 pixels et nous avons dû nous interroger sur l'influence d'une telle imprécision sur le résultat des simulations numériques. Nous avons ainsi pu montrer que l'exclusion d'une couche d'une épaisseur de 4 éléments sur le pourtour du maillage lors du calcul de la fonction coût permet d'améliorer la stabilité de celle-ci d'un facteur 10 environ. S'est également posée la question de l'influence de la troisième dimension du maillage sur ces mêmes résultats. En effet, les données expérimentales utilisées lors des simulations numériques étant des données surfaciques, nous avons cherché à savoir si l'utilisation d'un maillage extrudé, mais d'épaisseur très fine, était suffisante à une bonne description des réponses locales et macroscopiques du matériau. Pour cela nous avons testé différents maillages et montré que dans les conditions de calcul dans lesquelles nous nous sommes placés (CL expérimentales, trajet de chargement non linéaire et non proportionnel) le maillage utilisé permet une meilleure description de la réponse locale du matériau qu'un maillage extrudé d'une épaisseur plus importante. Concernant l'influence de la microstructure présente sous la surface analysée, un programme de simulation de microstructure tridimensionnelle basé sur l'utilisation de données expérimentales a été mis en place (travail collectif) ; néanmoins, les simulations numériques permettant de répondre complètement à cette interrogation n'ont pas pu être réalisées. Des travaux menés dans d'autres laboratoires (Zeghadi [Zeg05]) semblent montrer une forte influence de la microstructure en volume sur les champs de déformation surfaciques. Toutefois, ces études ont été menées sur des microstructures ne présentant pas de texture et en utilisant des conditions aux limites périodiques ou en déformation homogène. Il serait intéressant de réaliser de nouvelles études concernant cette influence, mais en intégrant une texture prononcée telle que celle présentée par le zirconium grade 702 étudié et en utilisant des conditions aux limites en contrainte homogène qui semblent plus réalistes que des conditions aux limites de type déformation homogène. Deux autres points ont été étudiés : le premier concerne l'influence de la prise en compte de contraintes résiduelles au cours de la simulation numérique sur celle-ci, et le second concerne l'utilisation d'un formalisme grandes transformations. Nous avons pu montrer dans les deux cas une influence négligeable sur les résultats de la simulation numérique.

Ainsi, la procédure de mise en correspondance des résultats expérimentaux et des simulations numériques à deux échelles semble prometteuse en vue d'une identification des paramètres de la loi de comportement cristalline utilisée au cours des simulations numériques. Néanmoins, des améliorations doivent y être apportées. Concernant le couplage même, une amélioration de la procédure de superposition des résultats expérimentaux (orientations cristallines et champs de déformation) devrait permettre d'assurer sur des zones d'étude plus importantes une précision de superposition inférieure au micromètre. Concernant la simulation numérique utilisée, différents points pourraient être améliorés, avant de s'intéresser à la procédure d'identification elle-même. En effet, le maillage utilisé, bien qu'adapté à cette étude qui ne porte pas sur l'endommagement, pourrait être raffiné afin d'augmenter la discrétisation de la localisation de la déformation. De plus, nous avons constaté que la loi de comportement utilisée présente une description de l'écrouissage qui pourrait être améliorée. Celui-ci est linéaire et identique quel que soit le système de glissement considéré. Cette hypothèse ne semble pas réaliste et est très limitative. Enfin, comme nous l'avons signalé précédemment, une amélioration décisive de la procédure d'identification est elle aussi nécessaire si l'on souhaite pouvoir valider réellement l'utilisation de la méthodologie proposée.

CHAPITRE 6
REFERENCES

6 Références

- [Aik00] Ai Kah Soh, Development of special multi-material elements, *Int. J. Sol. Struc.*, vol. 37, pp. 899-918, 2000.
- [Akh73] A. Akhtar, Basal slip in zirconium, *Acta Met.*, vol.21, pp.1-11, 1973.
- [All94] L. Allais, M. Bornert, T. Bretheau, D. Caldemaison, Experimental characterization of local strain field in a heterogeneous elastoplastic material, *Acta. Metall. Mater.*, vol. 42, n°11, pp. 3865-3880, 1994.
- [Bar01] F. Barbe, L. Decker, D. Jeulin, G. Cailletaud, Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 1: F. E. model, 2001, *Int. J. Plast.*, vol. 17, pp. 513-536.
- [Béc05].Réunion d'avancement du CPR SMIRN, le 12/12/2005 à Paris.
- [Bec95] R. Brecker, S. Panchanadeswran, Effects of grains interactions on deformation and local texture in polycrystals, *Acta Metall. Mater.*, vol. 43, n° 7, pp. 2701-2719, 1995.
- [Béc95] J. L. Béchade, B. Bacroix, H. Francillette, J. Pelé, C. Pujol, Textures et microstructures de tôles en Zr 702 après différents traitements thermiques et mécaniques, simulations de textures de traction, Le zirconium Journées d'études « propriétés-microstructures », Les éditions de Physique, pp.47-56, 1995.
- [Bil04] N. Bilger, G. Bertolino, J. Crépin, M. Dexet, E. Héripé, Simulations et effet de la microstructure sur la réponse globale et sur les champs locaux, Journée thématique MECAMAT, Marne la Vallée, 2004.
- [Bor01] M. Bornert, R. Masson, P. Ponte Castaneda, A. Zaoui, Second_order estimates for the effective behaviour of viscoplastic polycrystalline materials, *J. Mech. and Phys. of Solids*, vol. 49, n°11, pp. 2737-2764, 2001.
- [Bou] <http://www.gedeon.prd.fr/ATELIERS/Atelier%20novembre%202005/exposes/JLBOUTARD%20cpr%20smirn.pdf>
- [Bre01] 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 doctorat, Université Paris XIII, 2001.
- [Bre02] R. Brenner, R. Masson, O. Castelnau, A. Zaoui, A "quasi-elastic" affine formulation for the homogenised behaviour of nonlinear viscoelastic polycrystals and composites, 2002, *E. J. Mech. A/Solids*, vol. 21, pp. 943-960.
- [Cai03] G. Cailletaud, S. Forest, D. Jeulin, F. Feyel, I. Galliet, V. Mounoury, S. Quilici, Some elements of microstructural mechanics, *Comp. Mater. Sci.*, vol. 27, pp. 351-374, 2003.
- [Cai88] G. Cailletaud, Une approche micromécanique du comportement des polycristaux, *Revue de physique appliquée*, vol. 23, pp. 353-363, 1988.

- [Car95] S. Caré, Plasticité et endommagement du zirconium alpha polycristallin déformé en traction à la température ambiante, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 1995.
- [Cas03] L. Casarotto, R. Tutsch, R. Ritter, J. Weidenmüller, A. Ziegendein, F. Klose, H. Neuhäuser, Propagation of deformation bands investigated by laser scanning extensometry, *Comp. Mater. Sc.*, vol. 26, pp. 210-218, 2003.
- [Cast] Cast3M, 2005, <http://www.cast3m.cea.fr>.
- [Corr] CorrelManuV, 2005, http://www.lms.polytechnique.fr/users/bornert/CMV_14/doc.
- [Cou69] J. C. Couterne, G. Cizeron, Comportement dilatométrique de monocristaux de zirconium α et application à la mesure des coefficients moyens d'expansion thermique suivant les axes principaux, *J. Nucl. Mater.*, vol. 32, n° 2, pp. 310-321, 1969.
- [Cré95] J. Crépin, Etude des mécanismes de déformation et d'endommagement du zirconium grade 702 traité β . Application aux cordons de soudure, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 1995.
- [Del00] F. Delaire, J. Raphanel, C. Rey, Plastic heterogeneities of a copper multicrystal deformed in uniaxial tension : experimental study and finite element simulations, *Acta Mater.*, vol. 48, pp. 1075-1087, 2000.
- [Dia02] O. Diard, S. Leclercq, G. Rousselier, G. Cailletaud, Distribution of normal stress at grain boundaries in multicrystals : application to intragranular damage modelling, *Comp. Mater. Sci.*, vol. 25, pp. 73-84, 2002.
- [Die] H. Dierke, F. Krawehl, S. Graff, S. Forest, J. Sachl, H. Neuhäuser, Portevin-LeChatelier effect in Al-Mg alloys: influence of obstacles – experiments and modelling, *Comp. Mater. Sci.*, in press.
- [Dou00] P. Doumalin, Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques, application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2000.
- [Dou03] P. Doumalin, M. Bornert, J. Crépin, Characterisation of the strain distribution in heterogeneous materials, *Mécanique et Industries*, vol. 4, pp. 607-617, 2003.
- [EBSD] http://www.isteen.univ-montp2.fr/TECTONOPHY/EBSD/Kikuchi_band.html.
- [Elb] K. Elbachiri, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, à paraître.
- [Elb04] K. Elbachiri, J. Crépin, T. Bretheau, V. Rebeyrolle, Microstructure influence on damage initiation in zirconium alloys, 14th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM, Stockholm, Sweden, June 2004.
- [Fer00] F. Ferrer, Etude des mécanismes de déformation du zirconium entre 25°C et 400°C. Influence d'une faible teneur en soufre, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2000.

- [Fis64] E. S. Fisher, J. C. Renken, Single-crystal elastic moduli and hcp→bcc transformation in Ti, Zr, and Hf, *Phys. Rev.*, vol. 135, n° 2A, pp. 482-494, 1964.
- [Fra03] H. Francillette, A. Gravus, R. A. Lebensohn, A constitutive law for the mechanical behavior of ZR 702 α , *J. Mat. Proc. Tech.*, vol. 142, pp. 43-51, 2003.
- [Gél02] L. Gélébart, Approche multi-échelles du comportement mécanique de l'alliage Ti-Al₄₈Cr₂Nb₂, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2002.
- [Gél04] L. Gélébart, J. Crépin, M. Dexet, M. Sauzay, A. Roos, Identification of crystalline behaviour on macroscopic response and local strain field analysis, *J. of ASTM Inter.*, vol. 1, n° 9, pp. 585-601, 2004.
- [Gél05] L. Gélébart, AmiTeX: Analyse de microstructures théoriques et expérimentales, 17ème Congrès Français de Mécanique, Troyes, Sept. 2005.
- [Gey99] P. Geyer, Comportement élasto-viscoplastique de tubes en Zircaloy-4 : approche expérimentale et modélisation micromécanique, thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1999.
- [Gra] S. Graff, thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, à paraître.
- [Hér00] S. Héraud, Du polycristal au multicristal : élaboration d'un mésoscope numérique pour une analyse locale en élastoviscoplasticité, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2000.
- [Hér06] E. Hériprié, Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de loi de comportement et de fissuration des matériaux métalliques. Application à l'étude des alliages TiAl, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, à paraître.
- [HKL] <http://www.hkltechnology.com>
- [Hoc03] T. Hoc, J. Crépin, L. Gélébart, A. Zaoui, A procedure for identifying the plastic behavior of single crystals from the local response of polycrystals, *Acta. Mater.*, vol. 19, pp. 281-321, 2003.
- [Kaj04] J. Kajberg, G. Lindkvist, Characterization of material subjected to large strains by inverse modelling based on in-plane displacement fields, *Int. J. Sol. Struct.*, vol. 41, pp. 3439-3459, 2004.
- [Kal92] S. R. Kalidindi, C. A Bronkhorst, L. Anand, Crystallographic texture evolution in bulk deformation processing of FCC metals, *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 40, n° 3, pp. 537-569, 1992.
- [Kas01] G. C. Kaschner, J. F. Bingert, C. Liu, M. L. Lovato, P. J. Maudlin, M. G. Stout, C. N. Tomé, Mechanical response of zirconium –II. Experimental and finite element analysis of bent beams, *Acta Mater.*, vol. 49, pp. 3097-3108, 2001.
- [Koc76] U. F. Kocks, Laws for work-hardening and low temperature creep, *J. Eng. Mater. Technol.*, vol. 98, pp. 76-85, 1976.

- [Leb05] R. A. Lebensohn, O. Castelnau, R. Brenner, P. Gilormini, Study of the antiplane deformation of linear 2-d polycrystals with different microstructures, *Int. J. Plast.*, vol. 42, pp. 5441-5459, 2005.
- [Leg84] B. Legrand, Relations entre la structure électronique et la facilité de glissement dans les métaux hexagonaux compacts, *Phil. Mag. B*, vol. 49, n° 2, p. 171, 1984.
- [Let02] N. Letouzé, R. Brenner, O. Castelnau, J. L. Béchade, M. H. Mathon, Residual strain distribution in Zircaloy-4 measured by neutron diffraction and estimated by homogenization techniques, *Scripta Mater.*, vol. 47, n° 9, pp. 595-599, 2002.
- [Lev96] V. Levy, C. Lemaignan, Les matériaux de gainage et de structure, Le combustible nucléaire des réacteurs à eau sous pression et des réacteurs à neutrons rapides, conception et comportement, ed. Eyrolles, 1996.
- [Lew06] A. C. Lewis, A. B. Geltmacher, Image-based modeling of the response of experimental 3D microstructures to mechanical loading, *Script. Mater.*, vol. 55, pp. 81-85, 2006.
- [Lip97] N. Lippmann, Th. Steinkopff, S. Schmauder, P. Gumbsch, 3D-finite-element-modelling of microstructures with the method of multiphase elements, *Comp. Mater. Sci.*, vol. 9, pp. 28-35, 1997.
- [Lut55] Lutsman, Kerze, Metallurgy of zirconium, Mc Graw-Hill book company, 1955.
- [Mas98] R. Masson, Estimations non linéaires du comportement global de matériaux hétérogènes en formulation affine- Application aux alliages de zirconium, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 1998.
- [Mas00] R. Masson, M. Bornert, P. Suquet, A. Zaoui, An affine formulation for the prediction of the effective properties of nonlinear composites and polycrystals, *J. Mech. and Phys. of Solids*, vol. 48, n°6-7, pp. 1203-1227, 2000.
- [Nor75] D. O. Northwood, I. M. London, L. E. Bahen, Elastic constants of zirconium alloys, *J. Nucl. Mater.*, vol. 55, pp. 299-310, 1975.
- [Obr98] E. O'Brien, A review of current research in photoelasticity, Proceedings of photomechanics conference at Champs sur Marne (France), GAMAC, pp. 49-55, 1998.
- [Pie83] D. Pierce, R. J. Asaro, A. Needleman, Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids, *Acat. Met.*, vol. 31, pp. 1951-1976, 1983.
- [Puj94] C. Pujol, Etude des mécanismes de déformation en traction et fluage du Zr α entre 20 et 300°C, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1994.
- [Rac05] A. Racine, Influence de l'orientation des hydrures sur les modes de déformation, d'endommagement et de rupture du Zircaloy-4 hydruré, thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, 2005.

- [Ree64] R. E. Reed-Hill, Role of the deformation twinning in the plastic deformation of a polycrystalline anisotropic metal, Deformation twinning, édité par R. E. Reed-Hill, J. P. Rossi, H. C. Rogers, Ed. Gordon and Breach Science Publishers, New York and London, vol. 25, pp. 295-320, 1964.
- [Ree65] R. E. Reed-Hill, E. R. Buchanan, F. W. Caldwell, A quantitative measurement of the fraction of tensile strain due to twinning in polycrystalline Zr at 77°K, Trans. TMS-AIME, vol. 233, pp. 1716-1718, 1965.
- [Ree72] R. E. Reed-Hill, The tensile properties of alpha zirconium, Reviews on high temperature materials, vol. 1-2, pp. 99-143, 1972.
- [Rég70] P. Régnier, J. M. Dupouy, Prismatic slip in Be and the relative ease of glide in hcp metals, Phys. Stat. Sol., vol. 39, pp. 79-93, 1970.
- [Rek05] A. Rekik, M. Bornert, F. Auslender, A. Zaoui, A methodology for an accurate evaluation of the linearization procedures in nonlinear mean field homogenization, C. R. Mécanique, vol. 333, n° 11, pp. 789-795, 2005.
- [Rob95] P. Robinet, Etude expérimentale et modélisation du comportement viscoplastique anisotrope du Zircaloy-4 dans deux états métallurgiques, thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, 1995.
- [Row06] D. J. Rowenhorst, A. Gupta, C. R. Feng, G. Spanos, 3D crystallographic and morphological analysis of coarse martensite: combining EBSD and serial sectioning, Script. Mater., vol. 55, pp. 11-16, 2006.
- [Sal05] A. Salahouelhadj, H. Haddadi, M. Gaspérini, Mésoscope numérique: vers une amélioration de la prévision des champs mécaniques locaux dans les polycristaux, Congrès Français de Mécanique, Troyes, 2005.
- [Sau06] M. Sauzay, effet de l'anisotropie élastique cristalline sur la distribution des facteurs de Schmid à la surface des polycristaux, Compte Rendu de l'Académie des Sciences, Mécanique, sous presse, 2006.
- [Sch03] B. M. Schroeter, D. L. McDowell, Measurement of deformation fields in polycrystalline OFHC copper, Int. J. Plast., vol. 19, pp. 1355-1376, 2003.
- [Sid] SiDoLo, <http://www.mssmat.ecp.fr/ancien/resultants/sidolo/accueil.htm>.
- [Sta03] A. Staroselsky, L. Anand, A constitutive model for hcp materials deforming by slip and twinning: application to magnesium alloy AZ31B, Int. J. Plast., vol. 19, pp. 1843-1864, 2003.
- [StP05] L. St Pierre, Etude de l'influence de la troisième dimension sur les déformations surfaciques des matériaux métalliques, Prjet de fin d'études, Ecole Polytechnique Féminine, 2005.
- [Teo76] C. Tesodosiu, F. Sidoroff, A theory of finite elastoviscoplasticity of single crystals, Int. J. Engng. Sci., vol. 14, pp. 165-176, 1976.

[Teo93] C. Teodosiu, J. L. Raphanel, L. Tabourot, Finite element simulation of the large elastoplastic deformation of multicrystals, Mecamat'91, 1993.

[Ten88] E. Tenckhoff, Deformation mechanisms, texture and anisotropy in zirconium and zircaloy, ASTM, Special Technical Publication (STP 966), 1988.

[Tom01] C. N. Tomé, P. J. Maudlin, R. A. Lebensohn, G. C. Kaschner, Mechanical response of zirconium –I. Derivation of a polycrystal constitutive law and finite element analysis, Acta Mater., vol. 49, pp. 3085-3096, 2001.

[Tys67] W. R. Tyson, Basal and prismatic slip in h. c. p. crystals, Acta. Met., vol 15, pp. 574-577, 1967.

[Vis] <http://www.vishaymg.com>

[Vog96] C. Vogel, Modélisation du comportement et de l'endommagement en fatigue-fluage du zirconium α à 200°C, thèse de doctorat, Ecole Nationale des Mines de Paris, 1996.

[Wat98] O. Watanabe, H. M. Zbib, E. Takenouchi, Crystal Plasticity: Micro-shear banding in polycrystals using voronoï tessellation, Int. J. Plast., vol. 14, n° 8, pp. 771-788, 1998.

[Yoo67] M. H. Yoo, C. T. Wei, Slip modes of hexagonal close packed metals, J. Applied Phys., vol. 38, p. 4317, 1967.

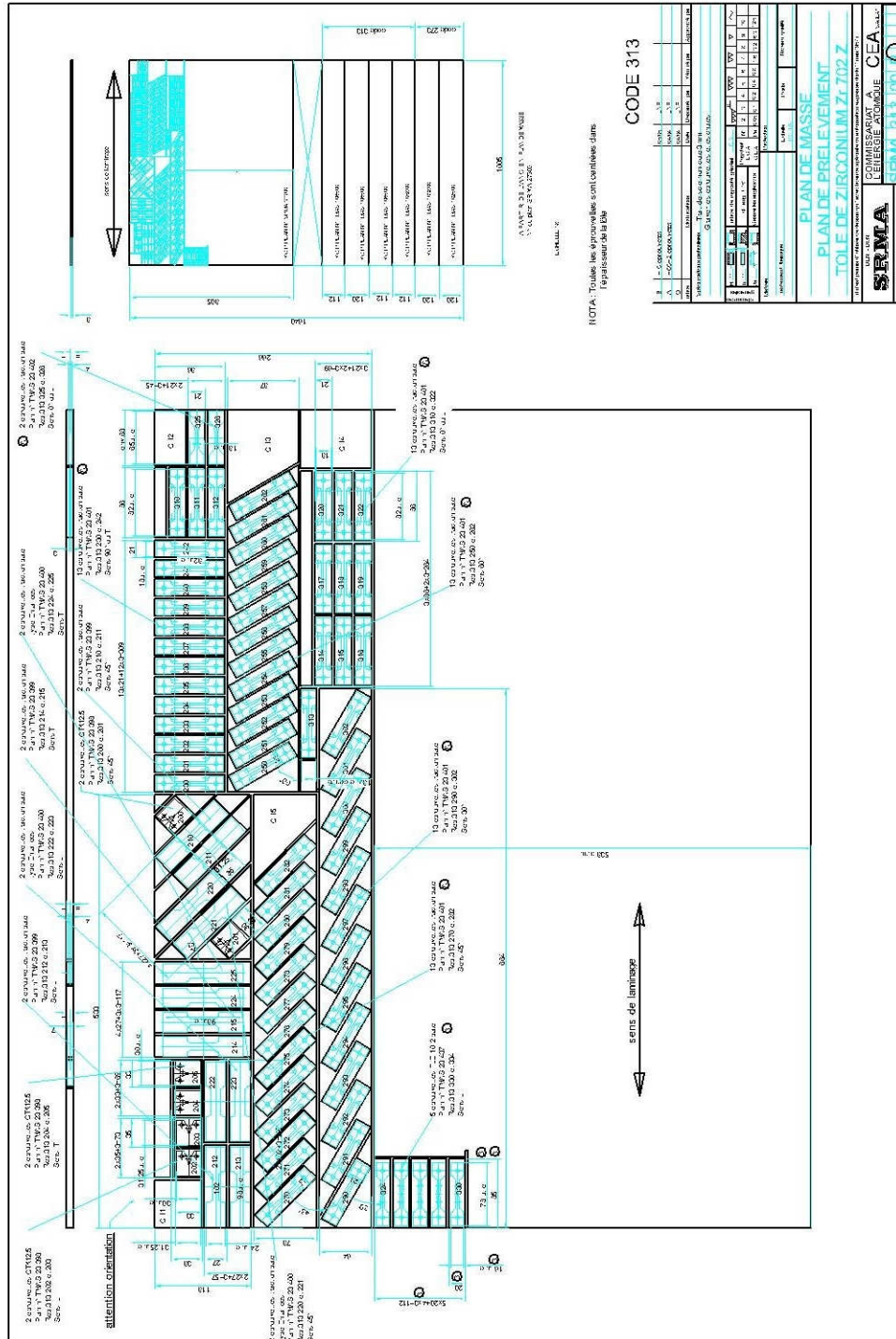
[Zeg05] A. Zeghadi, Effet de la morphologie tri-dimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins, thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2005.

CHAPITRE 7

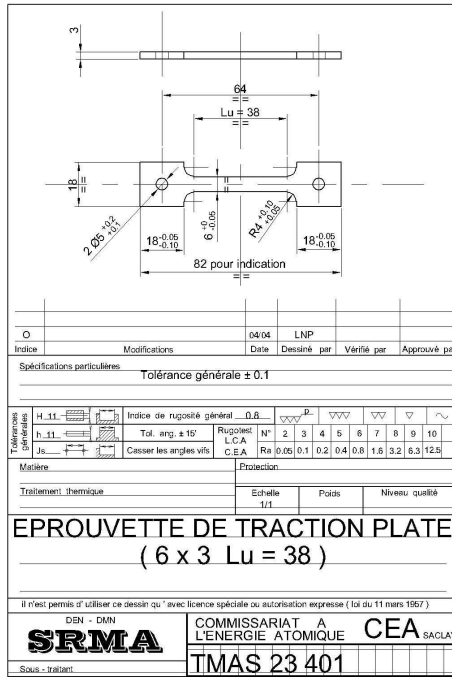
ANNEXES

7 Annexes

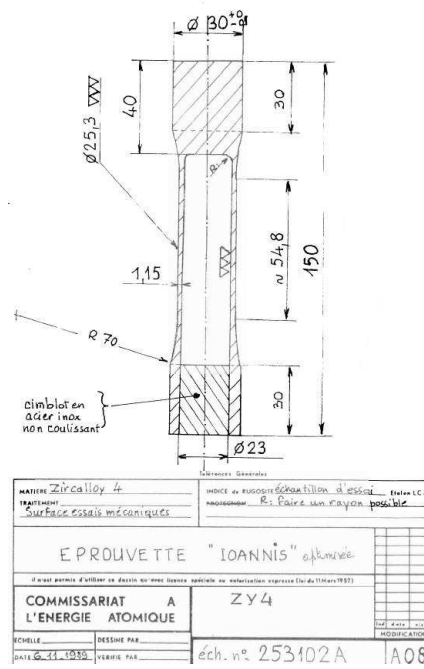
7.1 Annexe 1 : Plan de prélèvement des éprouvettes et plans des éprouvettes



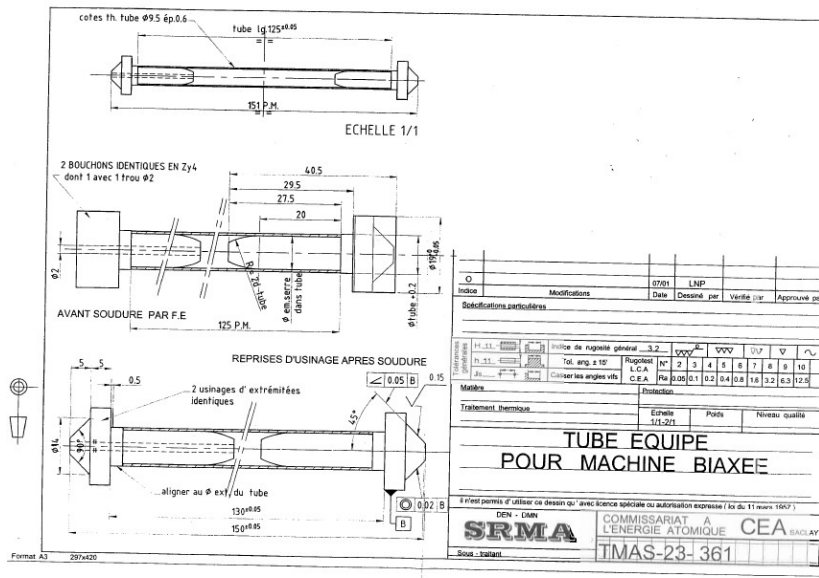
Plan de prélèvement des éprouvettes de traction dans une tôle laminée



(a)



(b)



(a)

(b)

Plan des éprouvettes utilisées pour (a) les essais de traction, et les essais biaxés (b) torsion puis traction et (c) traction puis pression interne

7.2 Annexe 2 : Le microscope électronique à balayage (MEB), l'analyse EBSD et l'analyse EDS, le microscope électronique en transmission (MET)

7.2.1 Le microscope électronique à balayage (MEB)

Un microscope électronique à balayage fonctionne sur le principe de l'interaction des électrons et de la matière. L'observation d'une surface conductrice s'effectue par bombardement de la surface avec un faisceau d'électrons formé dans un canon. Dans ce dernier, les électrons sont émis par un filament par effet thermoélectronique. Ils sont ensuite accélérés par une différence de potentiel créé entre une cathode W et une anode A placée quelques millimètres en avant (cf. : figure ci-dessous). La cathode, aussi nommée Wehnelt permet de focaliser le faisceau en « cross-over ». Puis, le faisceau va traverser la colonne optique constituée d'un limiteur, de lentilles électromagnétiques (L_1 et L_2), et de bobines de balayage B qui permettent de dévier le faisceau dans les deux directions X et Y du plan de l'objet. En couplant ce balayage à celui d'un écran cathodique, il est possible d'obtenir une image de la surface. Une dernière lentille électromagnétique L_3 permet de focaliser le faisceau à la surface de l'échantillon.

C'est sur ce principe que le MEB fonctionne pour permettre d'observer un phénomène à différents grossissements (de 10 jusqu'à 50000).

Sous l'effet du bombardement électronique, l'échantillon émet plusieurs signaux caractéristiques dont les principaux sont les suivants :

Les électrons rétrodiffusés proviennent d'interactions élastiques entre les électrons incidents et les électrons du cortège électronique. Ils sont engendrés à une profondeur de l'ordre de $1\mu\text{m}$ sous la surface. Ils permettent d'obtenir une image de contraste de numéro atomique.

Les électrons secondaires proviennent d'interactions inélastiques entre les électrons incidents et les électrons du cortège électronique. Ils proviennent d'une zone située à moins de $0,1\mu\text{m}$ de la surface. Leur intensité est principalement fonction de l'orientation de la surface. Ils permettent d'obtenir une image en contraste de topographie.

Les rayons X qui permettent l'analyse EDS. (cf. : ci-après)

Chaque signal peut être mesuré à l'aide d'un détecteur adapté et permet d'obtenir des informations concernant l'échantillon étudié.

Dans cette étude, les images sont réalisées en électrons secondaires ainsi que l'EBSD.

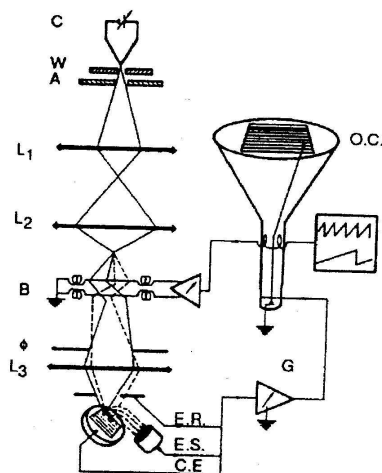


Schéma de principe du MEB

7.2.2 *L'Electron BackScattering Diffraction (EBSD)*

L'ESBD, ou Electron BackScattering Diffraction repose sur l'utilisation de la loi de Bragg et l'indexation de pseudo-lignes dites lignes de Kikushi.

Lorsque des électrons provenant d'un faisceau monochromatique interagissent avec une structure périodique (un plan réticulaire) sous l'incidence de Bragg, ils génèrent un cône de diffraction qui intercepte un écran phosphorescent en formant une paire de lignes associées à une famille de plans diffractants (hkil). Ces lignes sont reprises par une caméra. Le dépouillement du cliché réalisé s'effectue alors au moyen du logiciel *Flamenco* (*hkl technology*) qui permet d'obtenir l'orientation cristallographique de la zone analysée. Cette analyse doit être effectuée sur un matériau dont on connaît au préalable la structure cristalline et la maille élémentaire car le dépouillement s'effectue par corrélation entre le cliché obtenu expérimentalement et des diagrammes simulés théoriques.

Cette technique couplée à un logiciel de pilotage automatique du faisceau nous permet d'obtenir pour chaque pointé du faisceau l'orientation cristallographique de la zone étudiée. Ainsi il est possible d'obtenir sur une zone préalablement définie, une cartographie d'orientations cristallines, c'est à dire, en chaque point, les angles d'Euler et la matrice de passage entre le repère de la maille cristalline et le repère lié au microscope.

Les conditions opératoires utilisées afin de réaliser la cartographie EBSD de cette étude sont les suivantes :

tension : 20kV

taille de spot : 6

inclinaison de l'échantillon : 70°

distance de travail : 25mm

7.2.3 *L'analyse Energy Dispersive Spectrometry (EDS)*

7.2.3.1 *Principe de la mesure :*

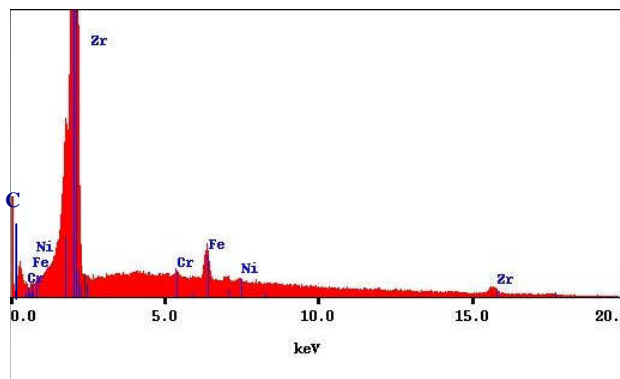
La microanalyse de photons X par EDS (Energy Dispersive Spectrometry) résulte de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec les atomes de la matière. L'interaction considérée en microanalyse X est une interaction inélastique. Le faisceau d'électrons incident vient heurter la cible provoquant un transfert d'énergie des électrons du faisceau vers l'atome cible. Cet apport d'énergie se traduit par le passage à l'état excité d'une partie du nuage électronique. La désexcitation s'effectue par émission de photon X dont le quantum d'énergie est la signature chimique de l'atome cible.

Lors de la détection, chaque photon X est traité individuellement. Le photon est détecté grâce à un cristal de Si dopé au Li. Chaque photon X interagit avec le détecteur et engendre un coup, ou impulsion, traité par la chaîne d'acquisition. L'amplitude de chaque impulsion correspond à l'énergie du photon incident. L'analyseur multi-canal affecte alors chaque impulsion à un canal, c'est à dire à une bande d'énergie, ce qui permet d'obtenir un spectre d'intensité (nombre d'impulsions par seconde) en fonction de l'énergie. L'analyseur multi-canal comprend 1024 canaux, chacun correspondant à 20eV. Ainsi, cette technique devrait permettre l'identification des photons X émis par toute la gamme des matériaux. Pourtant, elle n'est pas très fiable pour les éléments légers ($Z < 11$) car la probabilité d'émettre des photons X et non des électrons Auger est très faible et l'énergie de ces photons X émis sera trop faible pour permettre leur détection. De plus, il existe toujours un bruit de fond lié au Bremsstrahlung (rayonnement de freinage) des électrons incidents et secondaires qui diffusent inélastiquement sur le champ coulombien des atomes. Ce bruit de fond empêche aussi une analyse quantitative pour les éléments légers.

7.2.3.2 Conditions opératoires :

L'analyse est réalisée à l'aide d'un MEB Philips XL 40. La distance de travail doit être comprise entre 10 et 13mm, la tension utilisée est de 20 keV et la taille de spot est de 5,2. Les échantillons ont subi une attaque chimique afin de révéler la présence de précipités, à l'aide d'une solution composée de 67% (volumique) de glycérol, 11% d'acide nitrique et 22% d'acide fluorhydrique.

7.2.3.3 Spectre obtenu :



Analyse EDS d'une zone de la surface d'une éprouvette de Zr contenant des précipités

Nous pouvons donc observer sur ce spectre, la présence de fer, de chrome et nickel qui sont les éléments attendus dans les précipités. Le spectre a été amplifié afin de bien distinguer les divers pics, c'est pourquoi le pic de zirconium est tronqué (ce pic correspond à la fois au zirconium contenu dans les précipités et au zirconium contenu dans la matrice et ne peut être supprimé car la poire d'émission du faisceau, pour un MEB « classique » est supérieure à la taille des précipités). Ce spectre présente aussi un faible pic de carbone qui correspond à la présence d'impuretés dans la chambre du MEB.

7.2.4 Le microscope électronique en transmission (MET)

Fonctionnant sur le même principe que le MEB en ce qui concerne la production du faisceau d'électrons, le microscope électronique en transmission (MET) se différencie de ce dernier par une tension d'accélération beaucoup plus élevée (de l'ordre de 200keV) permettant aux électrons de traverser des épaisseurs fines d'échantillons, appelés lames minces, justifiant ainsi de dénomination « transmission ». Au cours de cette traversée de la matière, le faisceau d'électrons interagit avec cette dernière, aboutissant à l'obtention d'un faisceau transmis et de faisceaux diffractés. L'analyse de chacun de ces faisceaux permet d'obtenir des images de la microstructure, en champ clair en sélectionnant le faisceau transmis ou en champ sombre si l'on sélectionne certains vecteurs d'onde résultants de la diffraction du faisceau incident par la lame mince. En jouant avec ces différents faisceaux diffractés (vecteur d'onde) et la loi de Bragg, il est possible d'imager les dislocations. En effet, par rapport à un cristal sans défaut diffractant pour des conditions satisfaisant à la loi de Bragg, l'introduction de dislocation va perturber localement la périodicité du réseau cristallin modifiant ainsi les conditions d'imagerie (contraste local). L'utilisation de la règle $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$, avec \vec{g} le vecteur d'onde et \vec{b} le vecteur de Burgers de la dislocation, il est possible de déterminer la nature de \vec{b} .

Le mode diffraction peut être utilisé afin de déterminer les caractéristiques géométriques du matériau (notamment sa structure cristalline ou son orientation). La figure de diffraction est obtenue dans le plan focal de la lentille objectif.

Notons enfin que la préparation des échantillons pour l'observation au MET nécessite la réalisation de lames suffisamment minces pour pouvoir être traversée par le faisceau d'électrons (cf. : annexe 3).

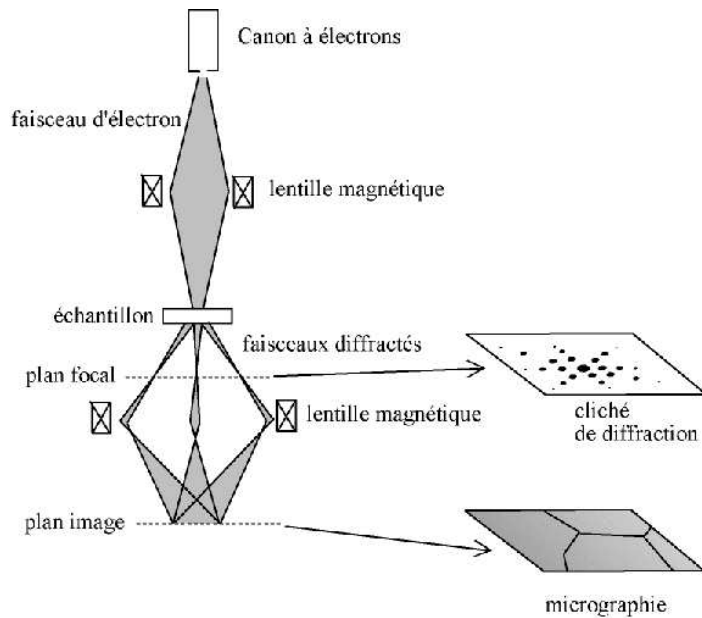


Schéma du fonctionnement d'un MET en mode image et en mode diffraction

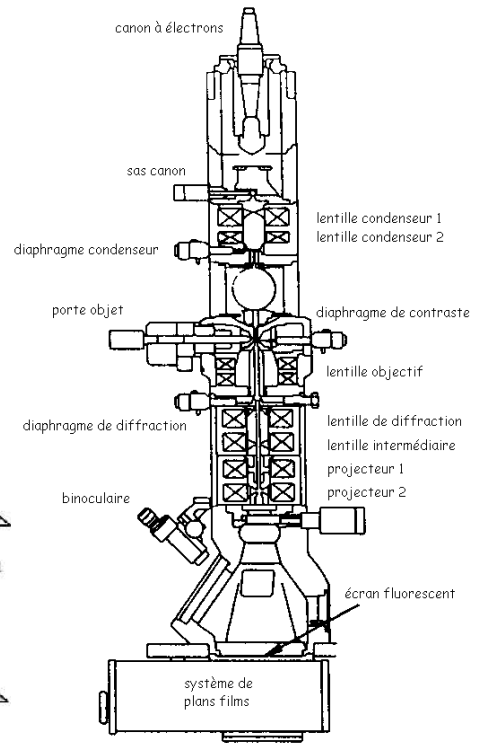
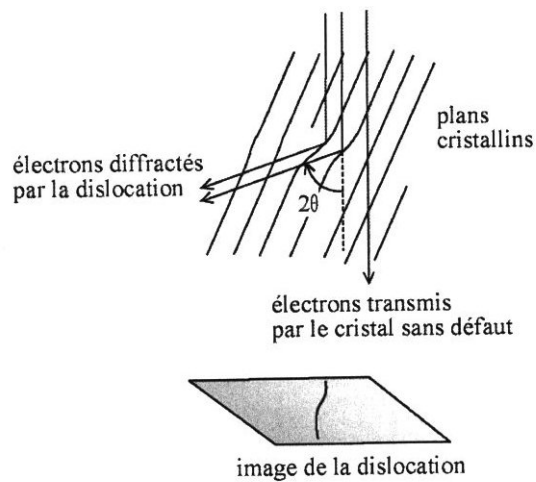


Schéma d'un MET



Contraste d'un dislocation en champ clair

7.3 Annexe 3 : Préparation des échantillons

7.3.1 Polissage

Le polissage mécanique est réalisé au moyen de draps de 80, 180, 320, 500, 800, 1200 et 2400 avec entre chaque polissage, rinçage à l'eau. Ensuite, un polissage à la pâte diamantée de 6 μ m puis 3 μ m est effectué avec après chaque pâte rinçage à l'eau puis l'éthanol et séchage.

Ultrasons pendant 5 min. dans de l'acétone puis rinçage à l'éthanol.

Rmq : Le rinçage se fait à l'éthanol car après un rinçage à l'acétone, nous observons des traces blanches au MEB.

Polissage électrolytique dans une solution contenant 20% d'acide perchlorique à 70% et 80% d'acide acétique à 99%, pendant 2mn30s, à froid (environ 10°C), sous une tension de 20V et 1 à 2A, avec rinçage à l'eau puis à l'éthanol.

Rmq : Pour faire une attaque chimique et révéler les grains et les précipités on utilise une solution composée de 67% de glycérol, 11% d'acide nitrique et 22% d'acide fluorhydrique (% volumiques). Cette attaque s'effectue à température ambiante pendant quelques secondes.

7.3.2 Dépôt des plots et des microgrilles d'or - Microélectrolithographie

Le marquage des surfaces par microélectrolithographie est réalisé en cinq étapes :

- Dépôt de résine

La résine utilisée est une résine de PMMA dissoute dans un solvant (25g dans 50cc). C'est un polymère transparent, sensible aux électrons. Ceux-ci vont casser les chaînes de polymère lors de l'irradiation de la résine par le faisceau incident du microscope.

Un dépôt de quelques gouttes de résine sur l'échantillon est effectué suivi d'une mise en rotation de l'échantillon pour étaler le PMMA. Le dépôt est d'environ 1 μ m d'épaisseur. On observe après le dépôt de résine une irisation de la surface de l'échantillon.

Mise à l'étuve pendant 30mn à 140°C pour finaliser la polymérisation de la résine et éliminer le solvant.

- Irradiation de la résine

Avant de déposer les microgrilles il est nécessaire de repérer la partie de l'échantillon que nous voulons étudier, c'est pourquoi nous disposons des plots d'or sur l'échantillon. L'irradiation de la résine se fait à l'aide du faisceau du MEB. Pour réaliser les plots nous allons nous positionner à l'endroit voulu et irradier la zone à une grossissement de x10000 ce qui correspond à une surface d'environ 100 μ m² (10 μ m x 13 μ m).

Les plots sont disposés à peu près au centre de l'éprouvette et sont espacés de 150 μ m, nous ajoutons aussi deux plots à 500 μ m de la zone pour le repérage.

Pour les microgrilles d'or, le pas utilisé est de 2 μ m sur une zone de 500 μ m de large au niveau des plots.

- Dissolution de la résine irradiée

La dissolution est réalisée à l'aide d'une solution révélatrice qui n'interagit qu'avec la résine irradiée, solution composée à 75% de propanol-2 et à 25% de méthyl-éthyl-cétone. L'éprouvette est plongée dans cette solution (avec légère agitation) pendant 1mn 45 puis rincée à l'éthanol.

Remarque : Surtout pas de rinçage à l'acétone car c'est un solvant de la résine.

- Dépôt d'or

Le dépôt se fait en deux étapes :

Un premier dépôt d'environ 2.5nm est obtenu par pulvérisation cathodique. Un plasma d'argon vient arracher les atomes de la cible recouverte d'un feuillet d'or. Ces atomes vont alors diffuser dans toutes les directions de l'enceinte et notamment se déposer sur l'éprouvette. L'épaisseur du dépôt est mesurée par un capteur piezoélectrique ce qui permet de contrôler le processus. La pulvérisation est faite sous vide grossier (6 Pa) et la différence de potentiel appliquée pour créer le plasma est de 2kV.

Un second dépôt de 10 à 12nm est obtenu par évaporation sous vide. Un serpentín de tungstène entourant un filament d'or est porté (par passage de courant) à une température supérieure à la température de sublimation de l'or (>1300°C). Celui-ci après avoir mouillé le serpentín est évaporé et va se condenser sur l'échantillon placé au dessus du serpentín. L'épaisseur de dépôt est contrôlée à l'aide d'un capteur piezoélectrique placé à côté de l'échantillon. Le dépôt se fait sous vide secondaire ($1,3 \cdot 10^{-5}$ mbar).

- Dissolution de la résine restante

L'échantillon est placé dans un bêcher contenant de l'éthylacétate dans la cuve à ultrasons ; puis il est rincé à l'éthanol. Il est ensuite important de vérifier à l'aide du MEB, la présence de la microgrille sur la zone désirée.

7.3.3 Préparation de lames minces

La première étape consiste à découper dans l'éprouvette que l'on souhaite observer une plaquette d'une épaisseur de 1,5mm. Pour cela l'éprouvette est découpée et du papier abrasif grossier est utilisé jusqu'à l'obtention de l'épaisseur voulue. Lors de cette étape, une couche superficielle écrouie est créée à la surface de la plaquette. Afin d'observer la microstructure, il est nécessaire de s'affranchir de cette couche. Ceci est réalisé par polissages successifs en utilisant des papiers abrasifs de plus en plus fins, jusqu'à atteindre une épaisseur de 100 micromètres (papiers SiC Struers de granulométrie 320, 600 et 1200).

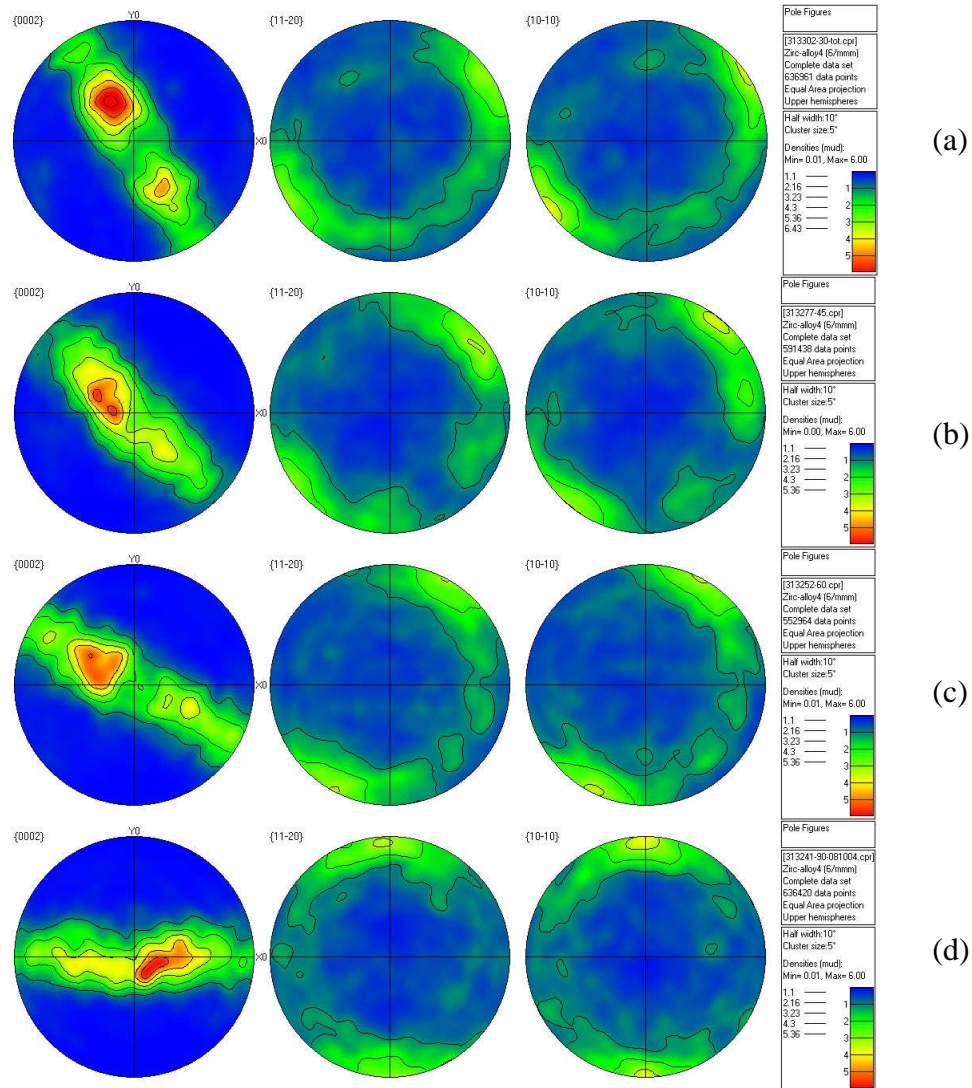
La plaquette ainsi obtenue est ensuite poinçonnée afin d'obtenir des disques de 3mm de diamètre et 100µm d'épaisseur. Les disques obtenus, appelés lames minces, sont ensuite polis par voie électrolytique par la méthode du double jet à l'aide d'un Ténupol-2.

Les conditions utilisées sont :

- électrolyte : 90% alcool éthylique, 10% acide perchlorique
- tension : 20V
- température : -10°C

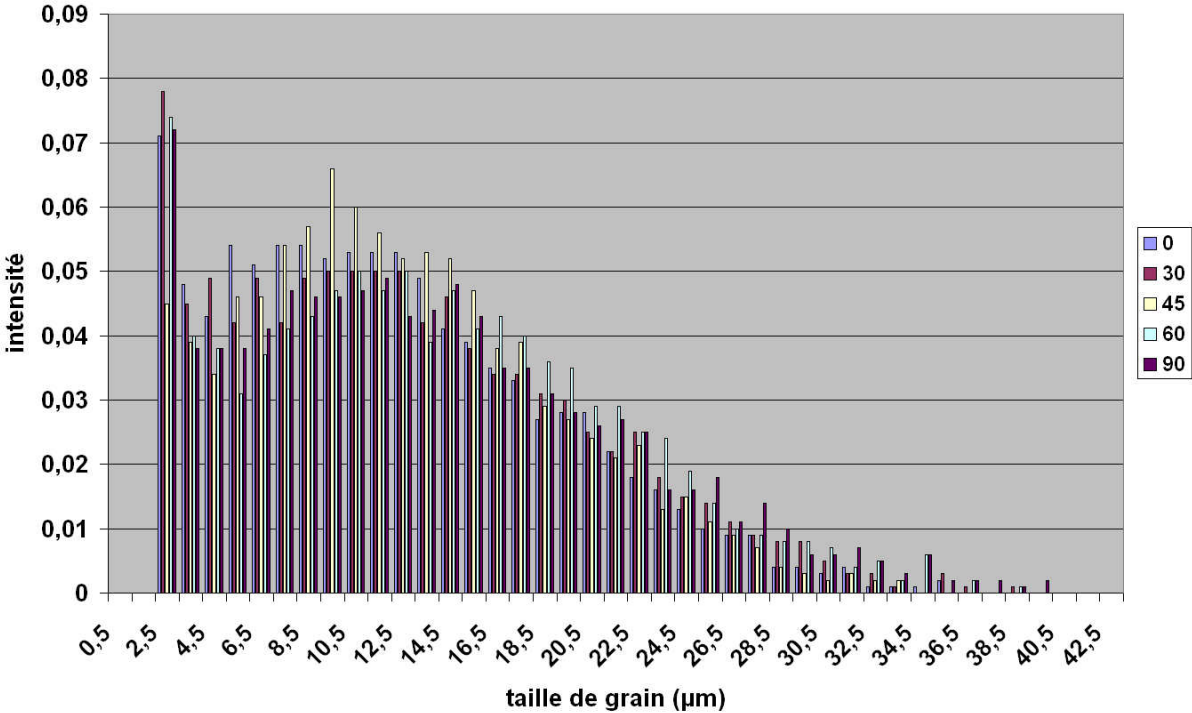
7.4 Annexe 4 : Résultats issus de l'analyse EBSD des éprouvettes de traction

A l'issue des analyses EBSD réalisées sur les différentes éprouvettes de traction à température ambiante sur des zones de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$, les textures présentées ci-dessous sont obtenues. Nous constatons qu'une zone d'analyse de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ permet, quelle que soit l'éprouvette analysée d'obtenir la texture de l'éprouvette.



Textures issues de l'analyse par EBSD sur des zones de $800 \times 800 \mu\text{m}^2$ (pas d'analyse : $1 \mu\text{m}$) sur des éprouvettes prélevées à (a) 30° , (b) 45° , (c) 60° et (d) 90° de DL

L'analyse EBSD permet d'obtenir l'orientation cristalline en tout point de la zone d'étude, il est alors possible d'en déduire la morphologie des grains (le paramètre retenu au cours de cette étude afin de différencier les grains est une désorientation de 5° entre pointés d'analyse voisins). Nous pouvons alors tracer, pour chaque zone étudiée, la distribution de taille de grains.

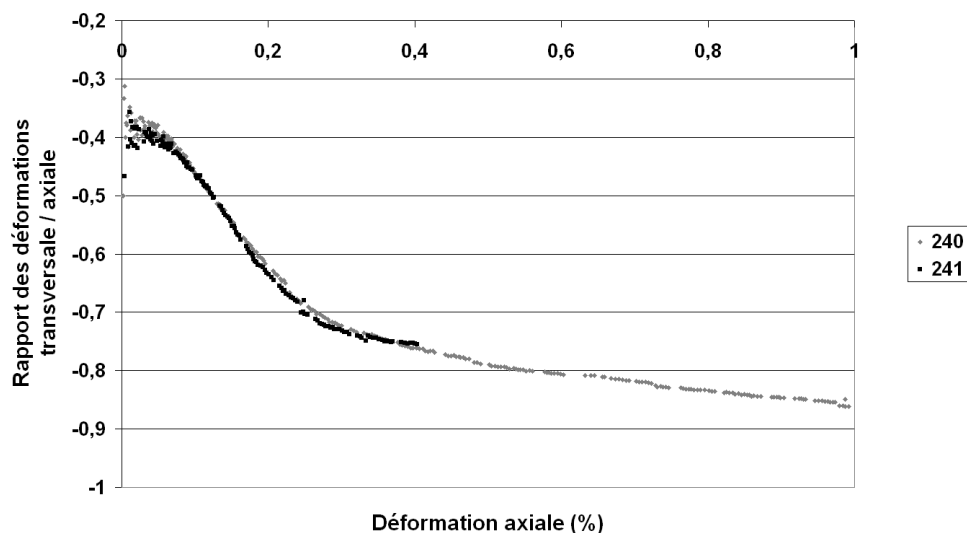
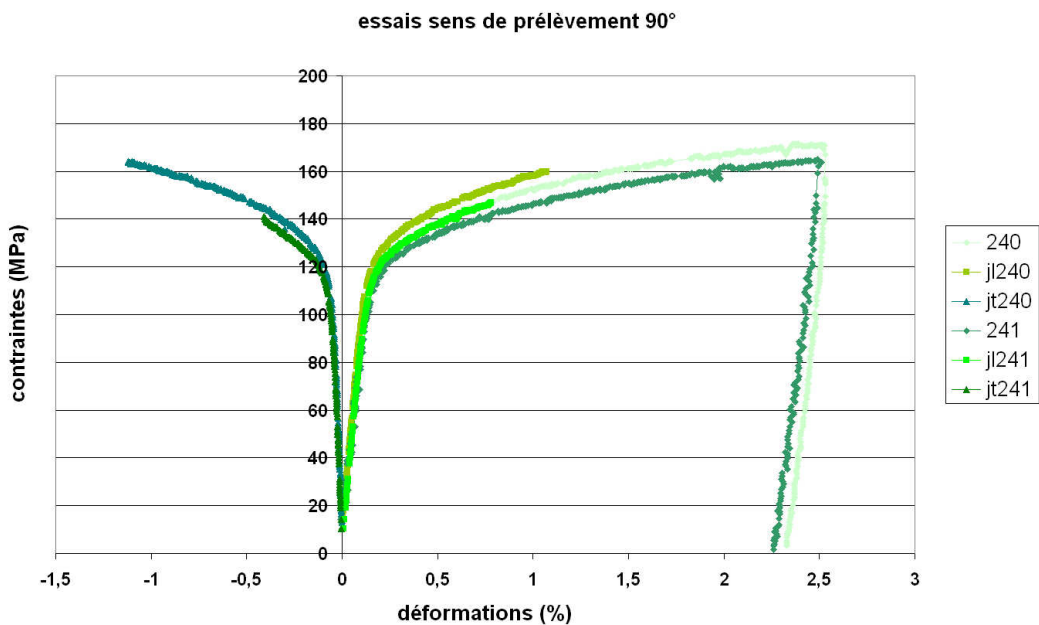


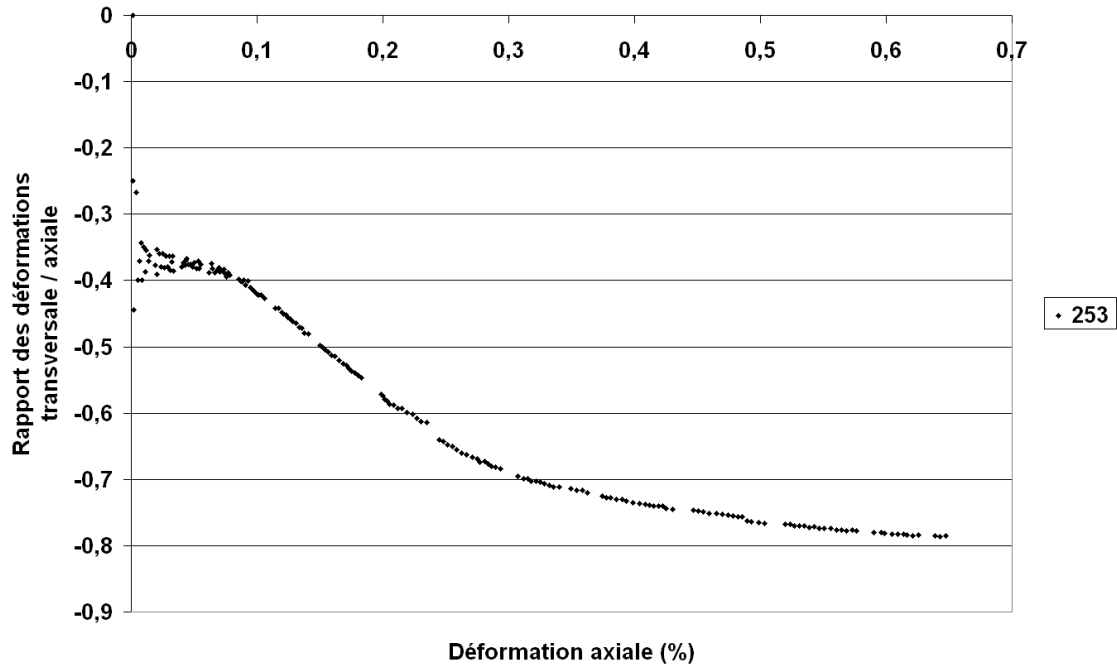
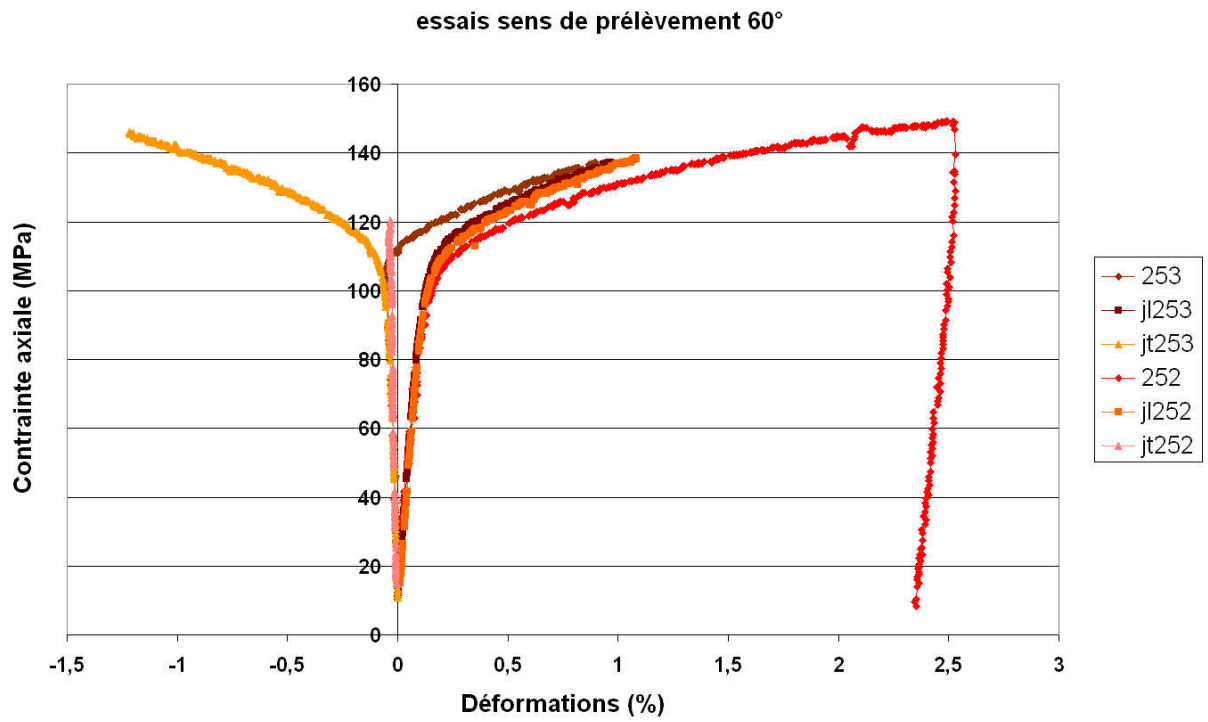
7.5 Annexe 5 : Résultats issus des essais de traction

7.5.1 Essais de traction à 280°C

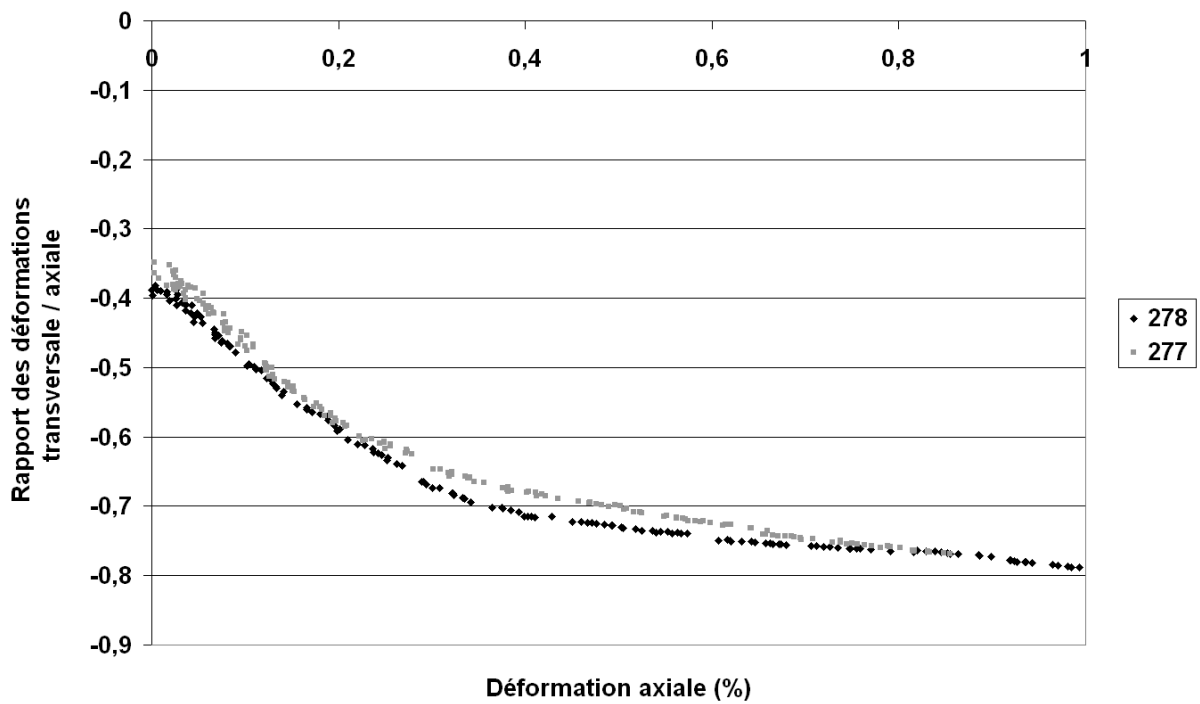
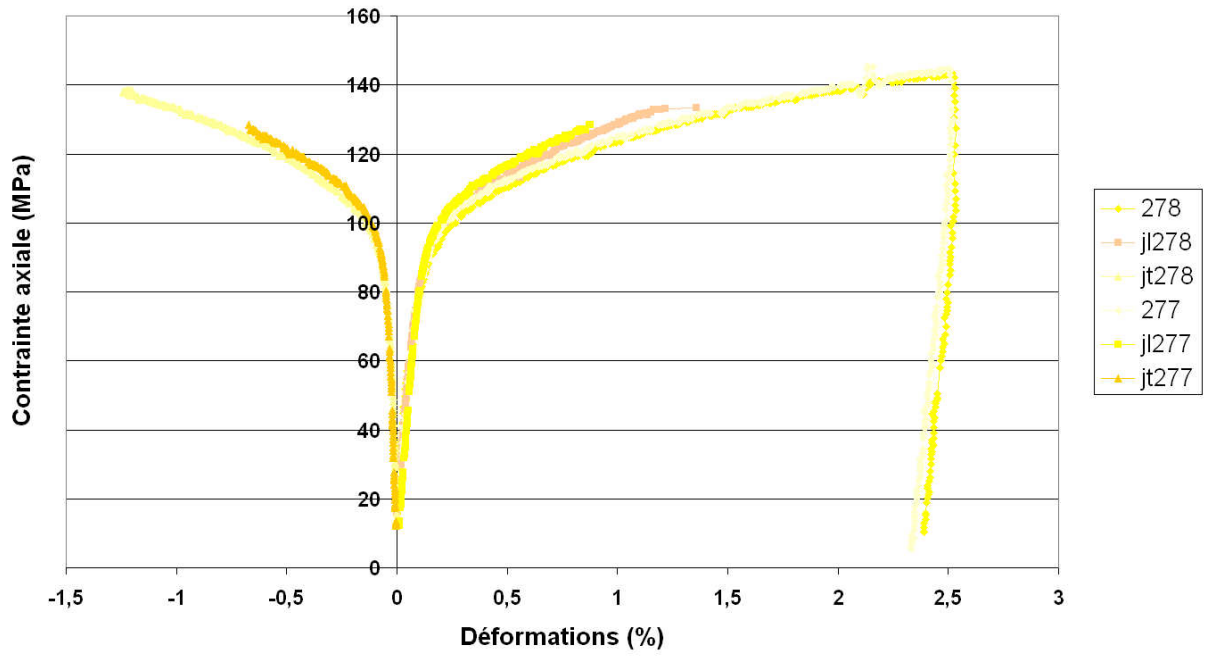
Lors des essais, les éprouvettes (indexées par leur numéro sur les courbes) sont équipées de jauges de déformation longitudinale (notée jl sur les courbes) et transversales (notées jt sur les courbes) et d'un extensomètre longitudinal (résultat référé uniquement par le numéro d'éprouvette sur les courbes). Deux essais équipés sont réalisés par direction de prélèvement de l'éprouvette, par rapport à la direction de laminage, dans la tôle. Les résultats obtenus au cours de ces essais sont reportés sur les figures ci-dessous :

Courbes contrainte axiale/déformation axiale (contrainte axiale/déformation transversale) obtenues lors des essais de traction à 280°C réalisés sur les éprouvettes prélevées à 90°, 60°, 45°, 30° et 0° de la direction de laminage et évolution du rapport des déformations transversale sur axiale au cours des essais :

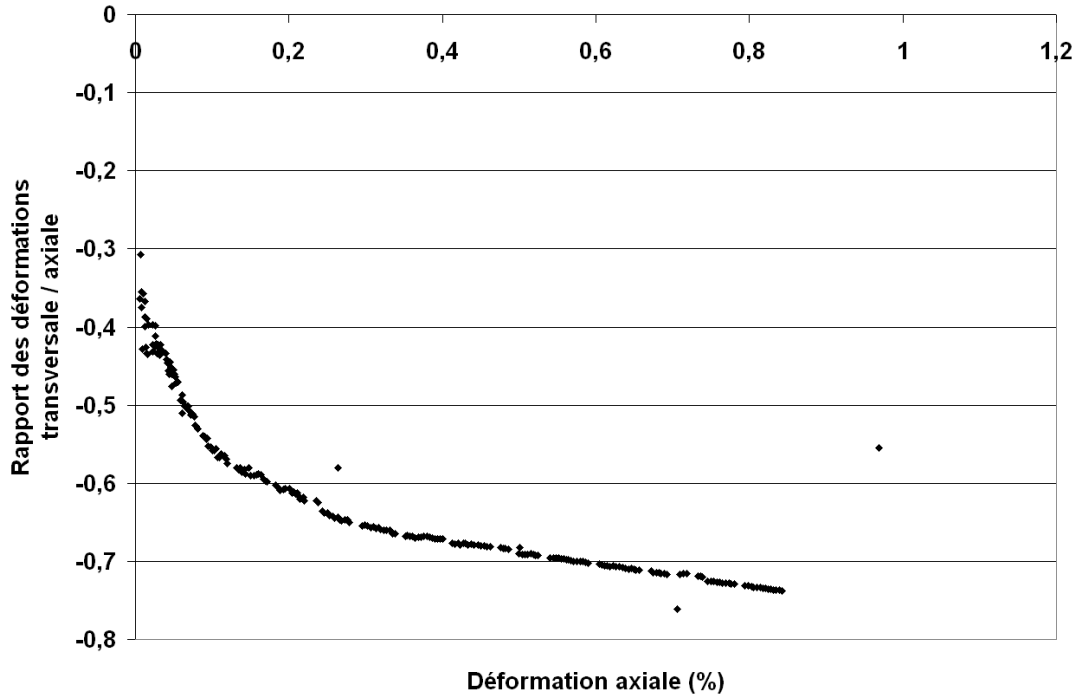
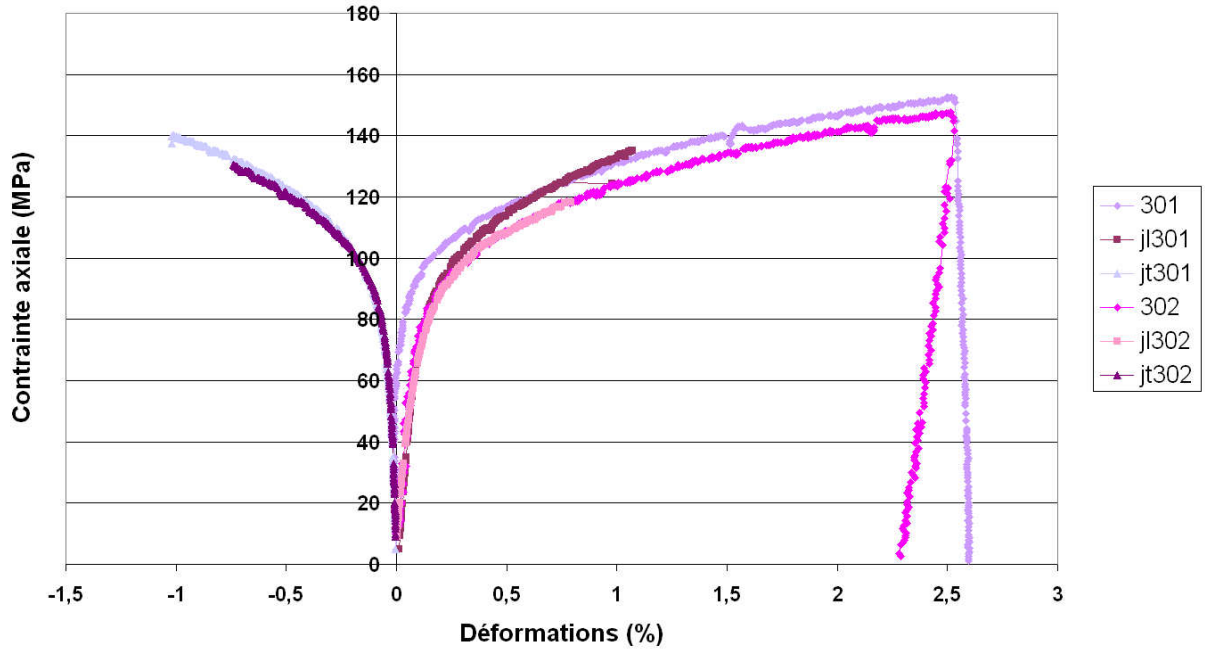


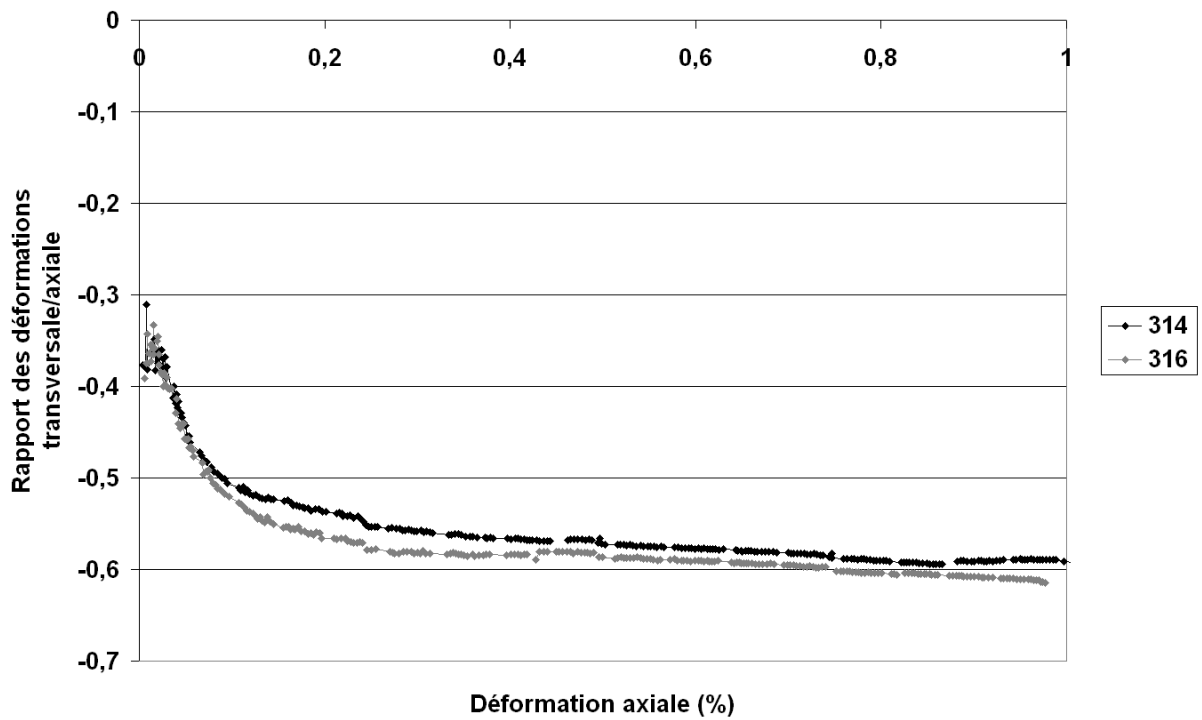
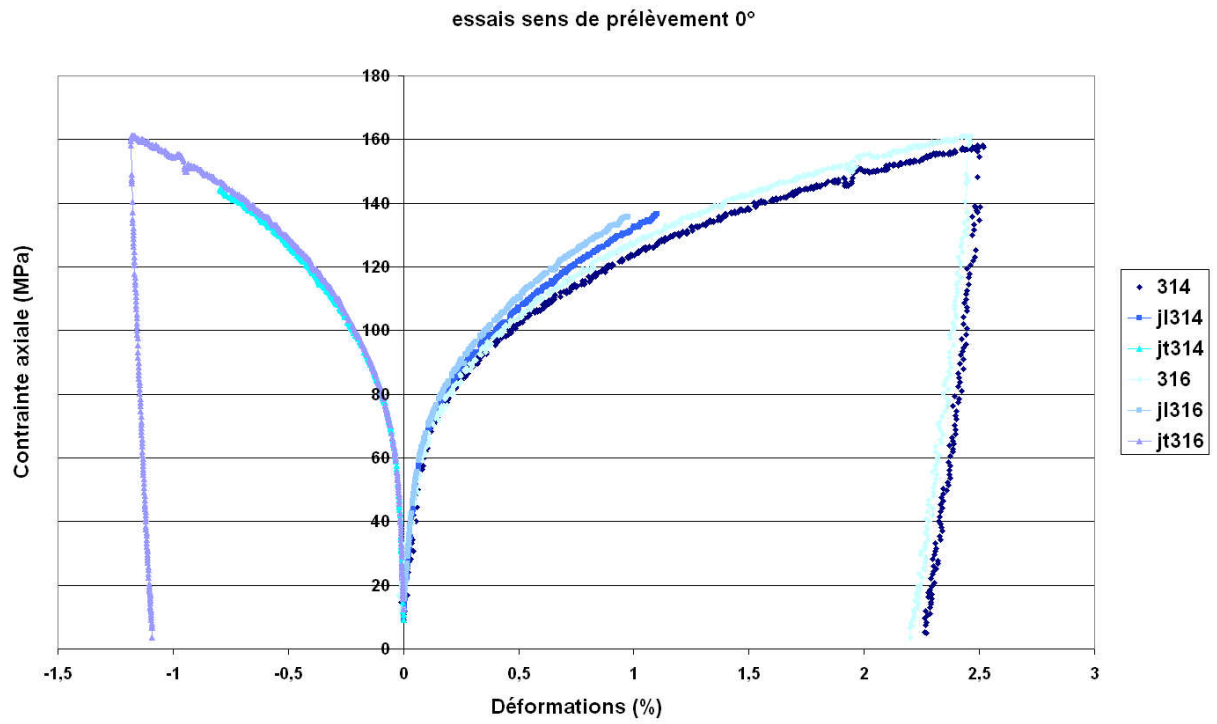


essais sens de prélèvement 45°



essais sens de prélèvement 30°

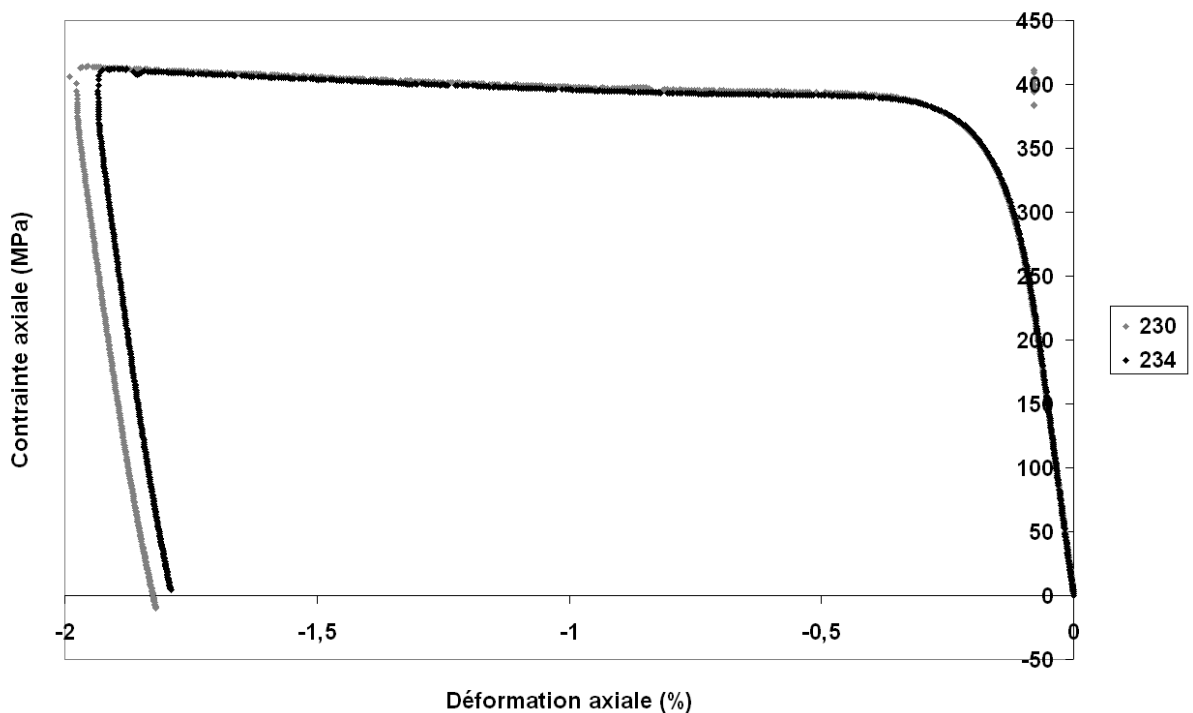
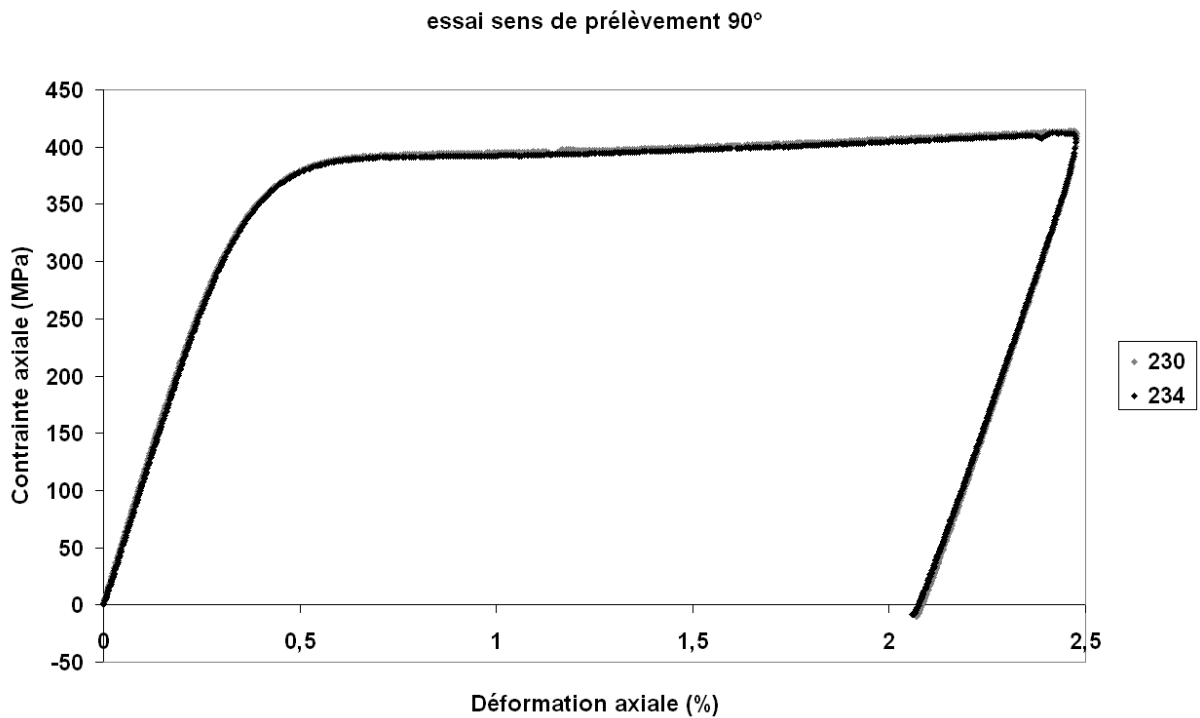




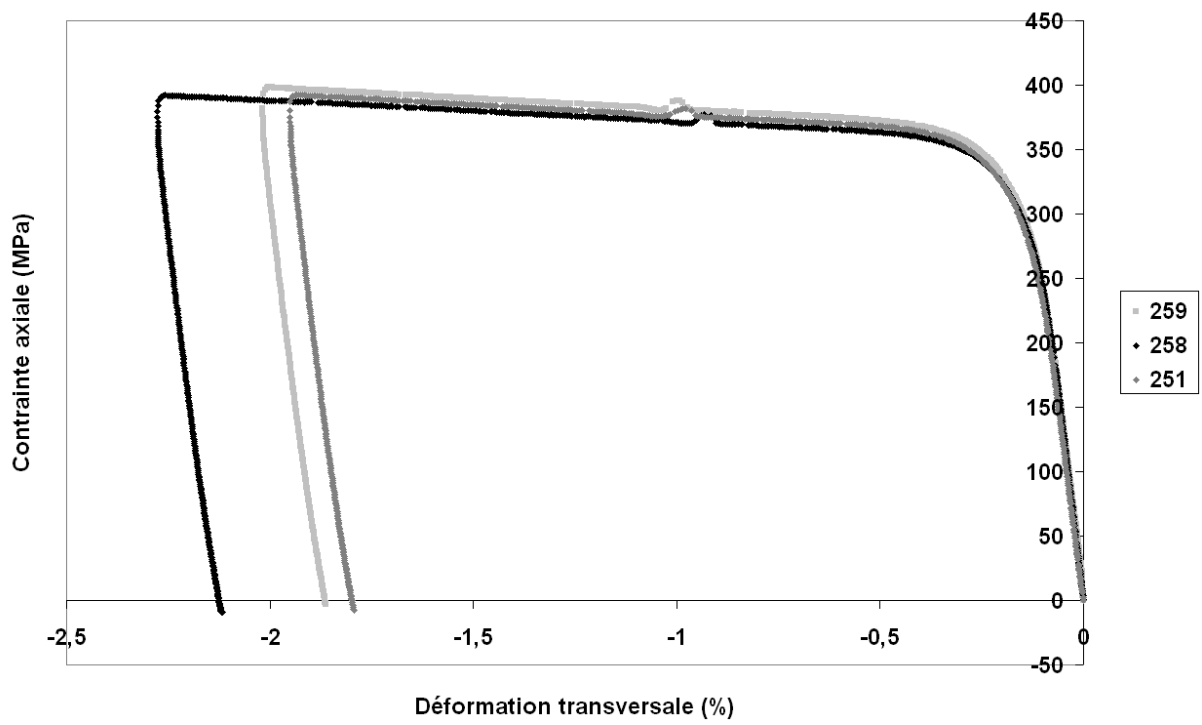
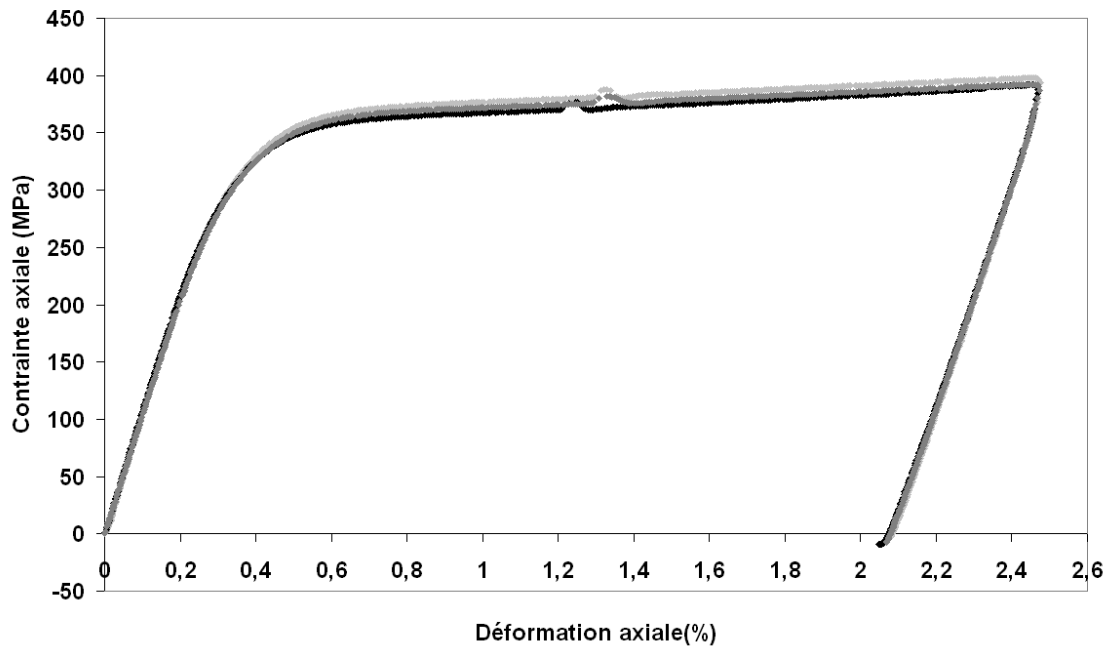
7.5.2 Essais de traction à température ambiante

Lors des essais, les éprouvettes (indexées par leur numéro sur les courbes) sont équipées d'un extensomètre axial et d'un extensomètre transversal. Trois essais équipés sont réalisés par direction de prélèvement de l'éprouvette, par rapport à la direction de laminage, dans la tôle. Les résultats obtenus au cours de ces essais sont reportés sur les figures ci-dessous :

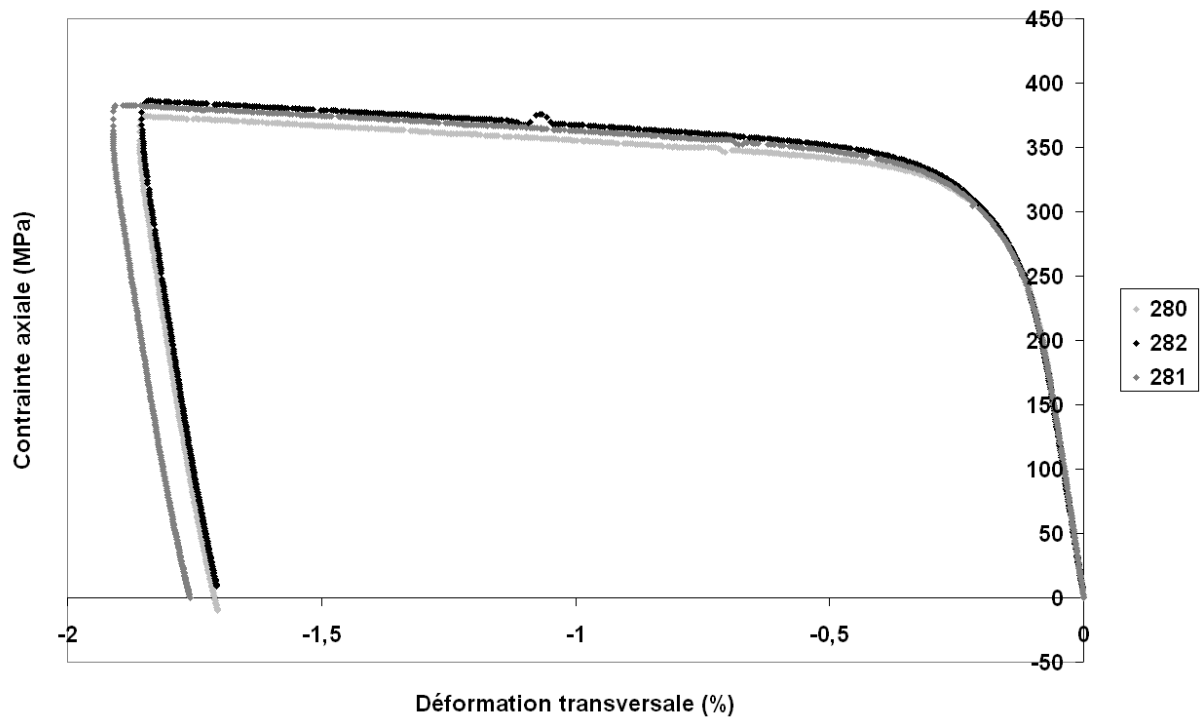
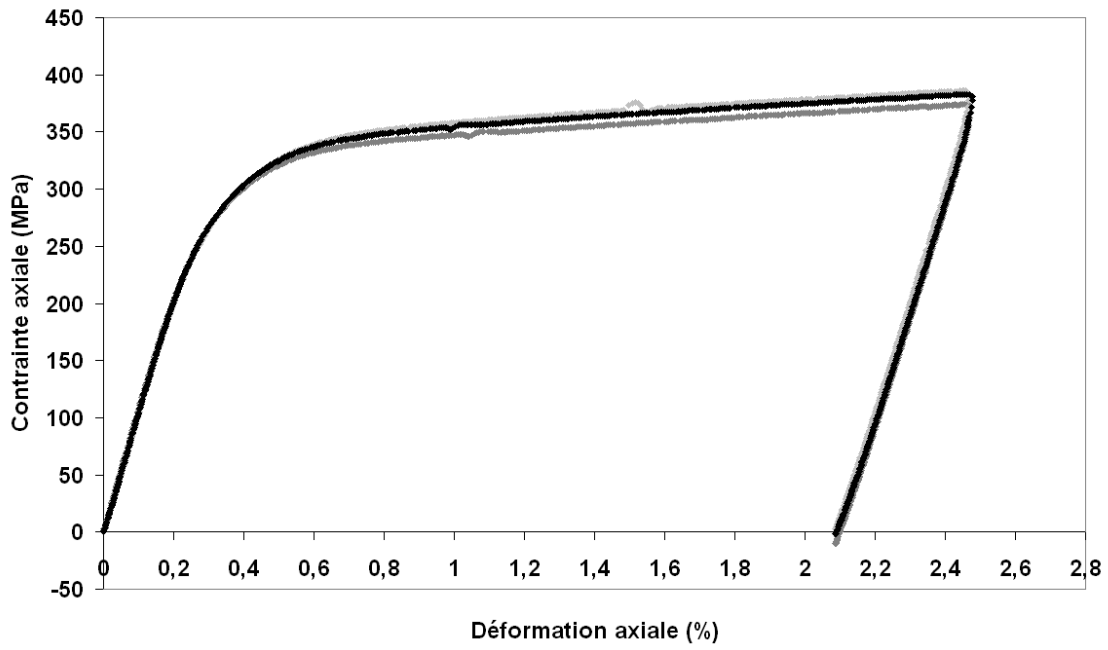
Courbes contrainte axiale/déformation axiale, et courbes contrainte axiale/déformation transversale obtenues lors des essais de traction à température ambiante réalisés sur les éprouvettes prélevées à 90°, 60°, 45°, 30° et 0° de la direction de laminage :



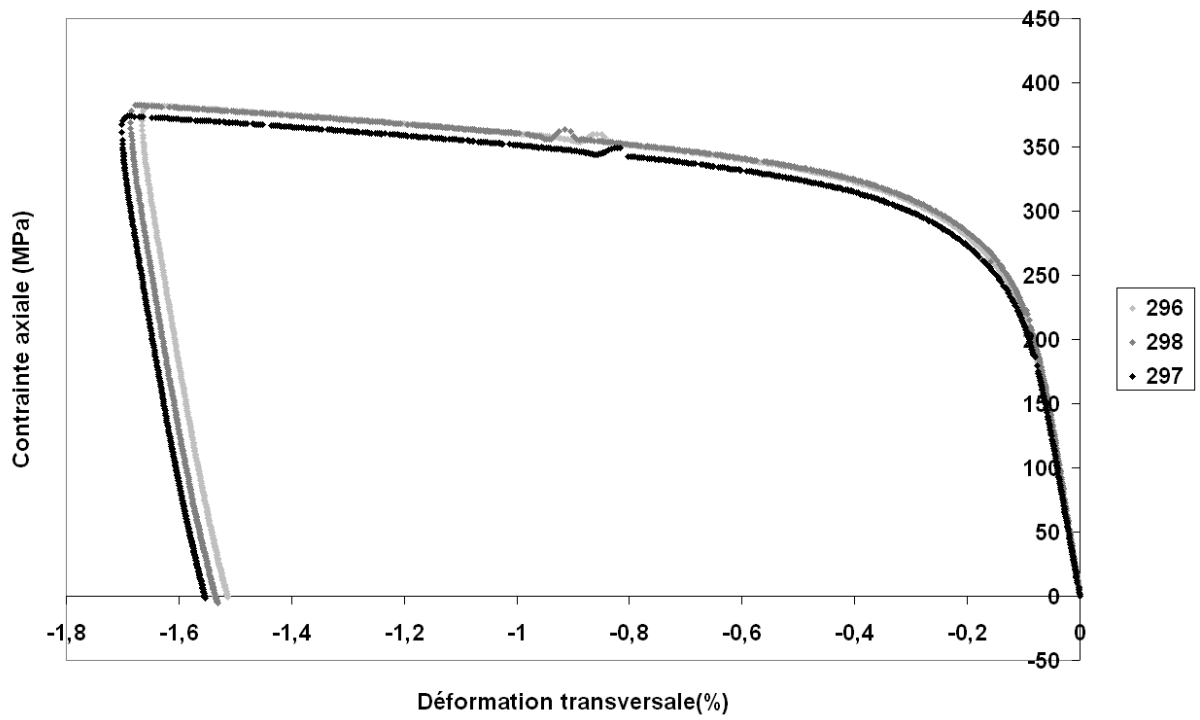
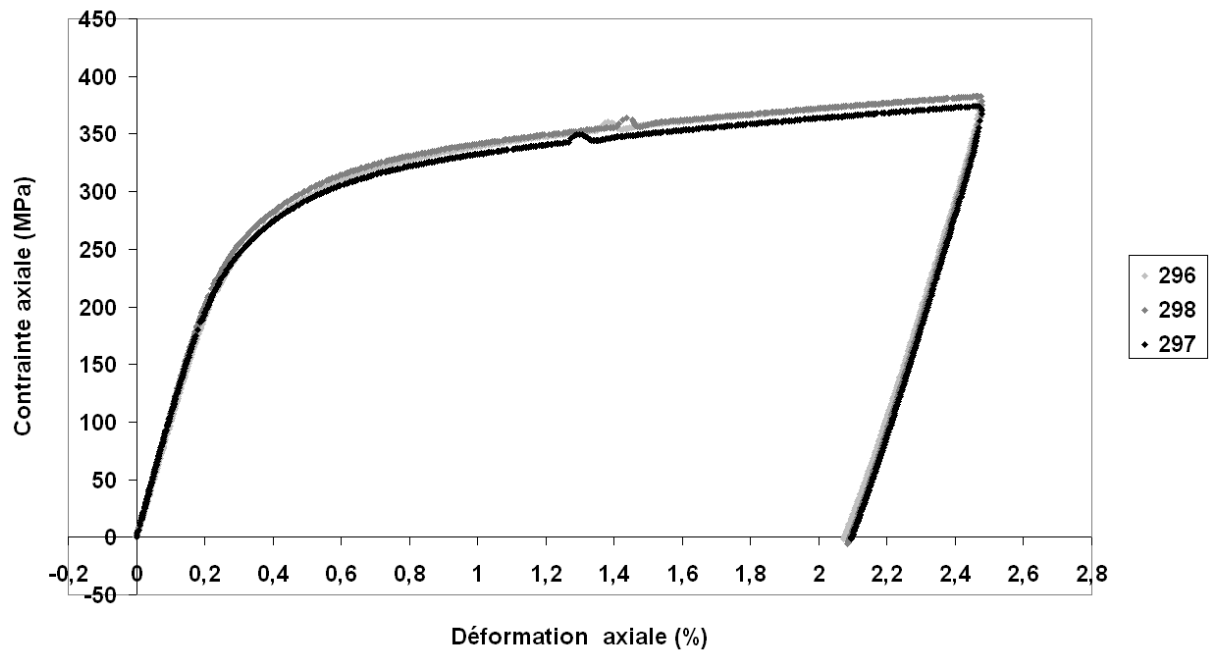
essai sens de prélèvement 60°



essai sens de prélèvement 45°



essai sens de prélèvement 30°



essai sens de prélèvement 0°

