



**HAL**  
open science

# Etude expérimentale et simulation numérique des mécanismes de plasticité dans les alliages de zirconium

Cyril Lebon

► **To cite this version:**

Cyril Lebon. Etude expérimentale et simulation numérique des mécanismes de plasticité dans les alliages de zirconium. Autre [cond-mat.other]. Université de La Rochelle, 2011. Français. NNT : 2011LAROS349 . tel-00808627

**HAL Id: tel-00808627**

**<https://theses.hal.science/tel-00808627>**

Submitted on 5 Apr 2013

**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.



UNIVERSITÉ DE LA ROCHELLE

ÉCOLE DOCTORALE

*École Doctorale Sciences pour l'Environnement Gay Lussac*

Laboratoire d'Étude des Matériaux en Milieux Agressifs (LEMMA)

THÈSE

présentée par :

Cyril LEBON

soutenue le 16 décembre 2011

pour l'obtention du grade de Docteur de l'Université de La Rochelle

Discipline : Sciences des matériaux

**Etude expérimentale et simulation numérique  
des mécanismes de plasticité  
dans les alliages de zirconium**

JURY :

Jérôme CREPIN  
Ghiath MONNET  
Brigitte BACROIX  
Olivier CASTELNAU  
Christophe DEPRES  
Xavier FEAUGAS  
Fabien ONIMUS  
Laurent DUPUY  
Pierre BARBERIS

Maître de Recherche Mines ParisTech, ENSMP, Rapporteur  
Ingénieur de Recherche EDF, Rapporteur  
Directeur de Recherche CNRS, Université Paris XIII, Présidente  
Directeur de Recherche CNRS, ENSAM, Examineur  
Maître de Conférences, Université de Savoie, Examineur  
Professeur, Université de La Rochelle, Directeur de thèse  
Ingénieur de Recherche CEA, Examineur  
Ingénieur de Recherche CEA, Examineur  
Ingénieur de Recherche AREVA, Invité



# Résumé

## ETUDE EXPERIMENTALE ET SIMULATION NUMERIQUE DES MECANISMES DE PLASTICITE DANS LES ALLIAGES DE ZIRCONIUM

Ce travail part du constat qu'il n'existe que très peu de données expérimentales dans la littérature concernant les monocristaux de zirconium et que, de plus, aucune loi de comportement monocristalline n'a été déterminée pour ce matériau. L'objectif de l'étude est donc de constituer une base de données expérimentale conséquente sur ce matériau comme les cisssions critiques pour le système prismatique, l'écroutissage, l'activation des systèmes de glissement et les volumes d'activation. Ces différents paramètres ont été obtenus en réalisant des essais mécaniques sur des multi-cristaux et en utilisant la méthode de corrélation d'images. Ensuite, une approche multi-échelle a été mise en œuvre en s'appuyant d'une part sur la dynamique des dislocations et d'autre part sur des calculs par éléments finis. Une première loi de comportement monocristalline pour le zirconium est ainsi proposée, loi qui est validée par les simulations par éléments finis.

Mots-clés : zirconium – mécanismes de déformation – plasticité cristalline - cisssions critiques – dynamique des dislocations – loi de comportement

# Abstract

## EXPERIMENTAL STUDY AND NUMERICAL SIMULATION OF THE PLASTIC DEFORMATION OF ZIRCONIUM SINGLE CRYSTALS

There is only few experimental data in the literature on the zirconium single crystals and no constitutive laws for this single crystal material are provided. The goal of this work is then to create an exhaustive experimental database like the Critical Resolved Shear Stress (CRSS) for the prismatic slip, the strain-hardening, the activation of the prismatic glide system and the activation volumes. We determine these parameters from image correlation method. Then, we develop a new multiscale approach using dislocations dynamics concept and finite element computations. Finally, a first single crystal constitutive law for the zirconium is proposed and a good agreement with the experimental data is obtained.

Keywords : zirconium – mechanisms of deformation – crystalline plasticity - CRSS – dislocation dynamic – constitutive law



# Remerciements

---

L'histoire d'une thèse ne commence pas un premier octobre pour se finir trois ans plus tard au trente septembre, c'est l'histoire de vingt ans d'apprentissage, de difficultés surmontées, de joie partagée et de rencontres. Ces remerciements s'adressent à tous ceux qui ont croisés ma vie et qui ont fait en sorte que ce manuscrit voit ce jour.

1991 : l'entrée dans la cours des petits et les bases sans lesquelles ce manuscrit n'aurait pu voir le jour : l'écriture. C'est à travers cette petite phrase, que je remercie celle qui m'a appris à lire.

1996 : les bases sont acquises, il est maintenant temps de découvrir un éventail de nouvelles matières et de nouvelles technologies. Merci à tous ces professeurs qui aiment leur métier.

1998 : le renouveau. Un grand remerciement à tous les professeurs d'allemand rencontrés dès lors. Sans eux, mon avenir n'aurait pu se concrétiser en Allemagne.

2001 : découverte de la mécanique. Début d'une nouvelle ère, en indépendant. Merci à tous ces différents mécaniciens qui m'ont donné l'envie de continuer à étudier cette magnifique matière et notamment Stéphanie qui m'a offert deux stages passionnants.

2011 : Classic or modern ... Chose between these two coins.

Pendant toutes ces années, quelques personnes m'ont accompagné sans jamais douter de moi. Merci Papa, Maman, Aurore, Florian, Sylvie pour la famille et Frank pour le côté musical.

Ces trois années de thèse n'auraient pas été possible sans un encadrement de qualité à commencer par Fabien. Je tiens également à remercier Xavier et Laurent pour tous les conseils prodigués. Sans eux, ce manuscrit n'aurait pas vu le jour en ces termes. Jean-Luc en tant que responsable du laboratoire (LA2M) a été également très présent. Je l'en remercie.

Je tiens en tout premier lieu à remercier le jury au complet pour le temps passé à évaluer mon travail.

Plusieurs collaborateurs ont aussi apporté leur pierre à cet édifice. Je remercie Daniel et Eva pour leur accueil au LMS, leur disponibilité et leur bonne humeur permanente. Ludovic, Françoise, Stéphane, Aurélien et Jérôme (SRMA), ainsi que Jean-Pierre et Brice (SEMI) font aussi partis de ceux sans qui ce travail n'aurait pas vu le jour.

Le LSPM a apporté la matière et les premiers résultats. Merci Danièle, Rémi.

De nombreux collègues de bureaux m'ont aussi accompagné durant ces trois ans, parmi lesquels, Daniel, Marian, Julie, Elisabetta et Yann. Merci pour le soutien apporté sans faille.

Je souhaite remercier dans sa globalité le SRMA, et plus particulièrement, Joffrey, Théo et Benoit, Pierre-François, Jérémy, Anne-Laure, Charlotte, Thierry ...

A tous les lecteurs, ils devront pour la majorité en écrire un quelques années plus tard. L'humilité sera la clé de la réussite, car n'oubliez pas que le destin joue un gros rôle dans notre parcours et permet l'écriture d'une centaine pages scientifiques innovantes.

A tous ceux qui comprennent pourquoi 2011 est aussi important que 1991...



<b>Remerciements</b> .....	<b>1</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>7</b>
<b>Chapitre 1 Synthèse bibliographique</b> .....	<b>9</b>
<b>1.1 Le zirconium et ses alliages</b> .....	<b>9</b>
1.1.1 Cristallographie du zirconium .....	9
1.1.2 Composition chimique des alliages les plus courants.....	9
1.1.3 Microstructure et texture cristallographique.....	10
<b>1.2 Comportement macroscopique du zirconium</b> .....	<b>11</b>
<b>1.3 Modèles polycristallins basés sur des mécanismes physiques de déformation</b> .....	<b>11</b>
<b>1.4 La plasticité cristalline dans le zirconium</b> .....	<b>12</b>
1.4.1 Les systèmes de glissement .....	12
1.4.2 Cission critique.....	13
1.4.3 Facteurs de Schmid .....	15
1.4.4 Courbes contrainte-déformation de monocristaux de zirconium.....	15
1.4.5 Mobilité des dislocations dans les métaux à forte friction de réseau.....	17
1.4.6 Déformation thermiquement activée et influence de la température .....	20
1.4.7 Influence de l'oxygène.....	21
<b>1.5 Loi de comportement à l'échelle du système de glissement</b> .....	<b>22</b>
1.5.1 <b>Modèle développé pour les métaux à structure cubique centré [Rauch, 1994; Libert, 2007]</b> .....	<b>23</b>
1.5.1.1 Présentation du modèle .....	23
1.5.1.2 Loi d'écoulement intragranulaire .....	23
1.5.1.3 Loi d'écrouissage .....	24
1.5.1.4 Loi d'évolution des densités de dislocations .....	25
1.5.2 <b>Modèle simplifié [Geyer, 1999; Frénois, 2001; Onimus, 2004]</b> .....	<b>25</b>
1.5.2.1 Loi d'écoulement intragranulaire .....	25
1.5.2.2 Loi d'écrouissage intragranulaire .....	26
1.5.2.3 Loi d'évolution des densités de dislocations .....	26
1.5.3 <b>Synthèse de différents types de loi de comportement</b> .....	<b>27</b>
1.5.3.1 Présentation des modèles.....	27
1.5.3.2 Définition des variables utilisées.....	28
<b>1.6 Synthèse et objectifs</b> .....	<b>29</b>
<b>Chapitre 2 Matériau et méthodologie</b> .....	<b>31</b>
<b>2.1 Description du matériau de l'étude</b> .....	<b>31</b>
2.1.1 Composition chimique.....	31
2.1.2 Obtention des éprouvettes multicristallines.....	31
<b>2.2 Préparation de surface</b> .....	<b>33</b>
<b>2.3 Types d'essais mécaniques réalisés et instrumentation</b> .....	<b>33</b>
2.3.1 <b>Description des différents dispositifs utilisés</b> .....	<b>33</b>
2.3.1.1 Micromachine de traction dans un MEB (Machine LSPM).....	33
2.3.1.2 Machine de traction hydraulique (Machine SRMA) .....	34
2.3.1.3 Micromachine de traction sous binoculaire (Machine LMS).....	36



2.3.2	Présentation des essais réalisés .....	37
<b>2.4</b>	<b>Protocole d'analyse .....</b>	<b>37</b>
2.4.1	Analyse avant déformation et orientation du grain d'intérêt .....	38
2.4.1.1	Observation en microscopie optique à lumière polarisée et à l'EBSD .....	38
2.4.1.2	Calcul des facteurs de Schmid .....	39
2.4.2	Protocole d'analyse après déformation des éprouvettes recouvertes d'une microgrille.....	42
2.4.2.1	Comportement de l'éprouvette à l'échelle macroscopique.....	42
2.4.2.2	Etude des traces de glissement .....	43
2.4.2.3	Principe et méthode de la corrélation d'image .....	45
2.4.2.4	Comportement de l'éprouvette à l'échelle microscopique.....	47
2.4.2.5	Calcul des contributions des systèmes de glissement.....	48
2.4.2.6	Calcul de l'erreur .....	48
2.4.2.7	Cisaillement du grain d'intérêt .....	48
2.4.2.8	Méthode pour obtenir une courbe monocristalline .....	50
2.4.3	Protocole d'analyse après déformation des éprouvettes recouvertes d'un mouchetis.....	52
2.4.3.1	Présentation de l'éprouvette B1 .....	52
2.4.3.2	Comportement macroscopique de l'éprouvette.....	53
2.4.3.3	Etude des traces de glissement .....	54
2.4.3.4	Méthode pour obtenir une courbe monocristalline .....	55
2.4.3.5	Cisaillement du grain d'intérêt .....	57
2.4.4	Synthèse .....	58
<b>Chapitre 3</b>	<b>Comportement à l'échelle du système de glissement.....</b>	<b>59</b>
<b>3.1</b>	<b>Introduction .....</b>	<b>59</b>
<b>3.2</b>	<b>Analyse du glissement géométrique.....</b>	<b>59</b>
3.2.1	Introduction.....	59
3.2.2	Eprouvette B2 .....	60
3.2.3	Eprouvette A1 .....	62
3.2.4	Eprouvette D3.....	64
3.2.5	Eprouvette C3 .....	66
3.2.6	Eprouvette A3 .....	68
3.2.7	Eprouvette B1 .....	70
3.2.8	Eprouvette C1 .....	72
<b>3.3</b>	<b>Activation des systèmes de glissements .....</b>	<b>74</b>
<b>3.4</b>	<b>Comportement mécanique en traction .....</b>	<b>76</b>
3.4.1	Contraintes de cisaillement critique.....	76
3.4.2	Evolution de l'écrouissage .....	79
3.4.2.1	Eprouvettes ayant une faible cission critique .....	79
3.4.2.2	Eprouvettes ayant une forte cission critique .....	79
3.4.2.3	Discussion sur l'évolution des activités des systèmes.....	80
3.4.2.4	Discussion sur la valeur de l'écrouissage initial et en stade II .....	80
3.4.3	Influence de la vitesse de déformation .....	81
3.4.3.1	Essai de sauts de vitesse.....	81
3.4.3.2	Essai de relaxation.....	82
3.4.3.3	Discussion des résultats.....	84
<b>3.5</b>	<b>Synthèse de l'étude expérimentale.....</b>	<b>85</b>

<b>Chapitre 4</b>	<b><i>Loi de comportement à l'échelle du monocristal.....</i></b>	<b>87</b>
<b>4.1</b>	<b><i>Introduction .....</i></b>	<b>87</b>
<b>4.2</b>	<b><i>Identification des paramètres .....</i></b>	<b>87</b>
4.2.1	Paramètres issus de la littérature .....	87
4.2.2	Paramètres mesurés .....	87
4.2.3	Modèle développé pour les métaux à structure cubique centré [Rauch, 1994; Libert, 2007] .....	88
4.2.3.1	Détermination de l'énergie libre à partir des volumes d'activation obtenus expérimentalement.....	88
4.2.3.2	Paramètres ajustés .....	89
4.2.4	Modèle simplifié [Geyer, 1999; Frénois, 2001; Onimus, 2004].....	90
4.2.4.1	Rappel des équations .....	90
4.2.4.2	Volume d'activation .....	90
4.2.4.3	Paramètres ajustés .....	90
<b>4.3</b>	<b><i>Comparaison entre les deux modèles .....</i></b>	<b>91</b>
<b>4.4</b>	<b><i>Comparaison du modèle choisi avec les données expérimentales des autres éprouvettes de traction .....</i></b>	<b>93</b>
4.4.1.1	Eprouvettes ayant une faible cission critique .....	93
4.4.1.2	Eprouvettes ayant une forte cission critique .....	94
<b>4.5</b>	<b><i>Synthèse du chapitre .....</i></b>	<b>94</b>
<b>Chapitre 5</b>	<b><i>Vers une réflexion à l'échelle de la dislocation : Dynamique des dislocations .....</i></b>	<b>97</b>
<b>5.1</b>	<b><i>Introduction .....</i></b>	<b>97</b>
<b>5.2</b>	<b><i>Genèse des codes de dynamique des dislocations.....</i></b>	<b>97</b>
<b>5.3</b>	<b><i>Présentation du code Numodis .....</i></b>	<b>98</b>
5.3.1	Présentation d'un code nodal .....	98
5.3.2	Introduction de la structure hexagonale dans Numodis.....	98
5.3.3	Algorithme principal.....	99
5.3.3.1	Force appliquée sur une partie de la dislocation dl .....	99
5.3.3.2	Cas du glissement visqueux linéaire .....	100
5.3.3.3	Interpolation des vitesses.....	100
5.3.3.4	Calcul de la matrice de viscosité.....	100
5.3.3.5	Prise en compte des obstacles et schéma d'intégration temporel .....	101
5.3.4	Loi de mobilité et obstacles .....	102
5.3.4.1	Loi de mobilité visqueuse linéaire .....	102
5.3.4.2	Loi de mobilité de Cai et Bulatov [2003] .....	102
<b>5.4</b>	<b><i>Etude de la loi de Cai et Bulatov [2003] dans le cas d'une source de Frank et Read.....</i></b>	<b>102</b>
5.4.1	Configuration étudiée .....	102
5.4.2	Détermination de la contrainte d'activation d'une source de Frank et Read.....	103
5.4.3	Détermination du chargement dynamique.....	105
5.4.3.1	Détermination d'une contrainte critique en fonction du rapport de mobilité .....	106
<b>5.5</b>	<b><i>Proposition d'un nouveau modèle pour les métaux à structures hexagonale compacte (HCP)</i></b>	<b>107</b>
5.5.1	Détection du caractère vis ou non-vis de la dislocation.....	108
5.5.2	Calcul de la vitesse des parties vis de chaque dislocation.....	109
5.5.3	Blocage des nœuds non-vis voisins d'un nœud vis.....	109

5.5.4	Condition de Dirichlet .....	110
<b>5.6</b>	<b>Etude de la probabilité de l'apparition d'un double décrochement .....</b>	<b>111</b>
5.6.1	Influence de la contrainte et de la température .....	111
5.6.2	Hétérogénéité de contrainte le long d'une dislocation vis : influence du voisinage.....	112
5.6.2.1	Introduction.....	112
5.6.2.2	Configuration initiale.....	113
5.6.2.3	Evolution de la contrainte le long des dislocations .....	113
5.6.2.4	Evolution de la probabilité de double décrochement long des dislocations .....	114
5.6.2.5	Profil des vitesses .....	115
<b>5.7</b>	<b>Synthèse du chapitre .....</b>	<b>116</b>
<b>Chapitre 6</b>	<b>Calculs par éléments finis.....</b>	<b>119</b>
<b>6.1</b>	<b>Démarche et méthode .....</b>	<b>119</b>
6.1.1	Présentation du maillage.....	119
6.1.2	Présentation du principe du calcul par éléments finis en plasticité cristalline.....	120
6.1.3	Conditions aux limites .....	120
6.1.4	Résultats des simulations en plasticité cristalline de l'éprouvette A1.....	121
<b>6.2</b>	<b>Maillage des autres éprouvettes de traction .....</b>	<b>122</b>
6.2.1	Eprouvette A3.....	123
6.2.2	Eprouvette D3.....	124
6.2.3	Eprouvette B1.....	125
6.2.4	Eprouvette B2 .....	126
<b>6.3</b>	<b>Discussion des résultats .....</b>	<b>127</b>
6.3.1	Eprouvettes avec une faible cission critique du grain d'intérêt.....	127
6.3.2	Eprouvette avec une forte cission critique du grain d'intérêt.....	128
<b>6.4</b>	<b>Synthèse du chapitre .....</b>	<b>129</b>
	<b>Conclusion générale.....</b>	<b>131</b>
	<b>Perspectives.....</b>	<b>133</b>
	<b>Annexe - A Assemblage des cartographies de déformation plastique.....</b>	<b>135</b>
	<b>Annexe - B Courbes force-déplacement .....</b>	<b>136</b>
	<b>Bibliographie .....</b>	<b>139</b>

# Introduction

Les alliages de zirconium sont utilisés industriellement pour la production d'énergie nucléaire. En effet, leur transparence aux neutrons thermiques et leur bonne résistance à la corrosion en font des matériaux de choix en tant que tube de gainage du combustible des Réacteurs à Eau Pressurisée (figure 1). Le combustible nucléaire se présente sous la forme de petites pastilles cylindriques d'oxyde d'uranium ( $UO_2$ ) ou d'oxyde mixte (U-Pu) (figure 2). Celles-ci sont empilées dans les tubes en alliages de zirconium constituant ainsi des crayons combustibles (figure 2). Ces crayons sont regroupés dans des assemblages combustibles constitués par groupe de 264, auxquels sont ajoutés 24 tubes guides garantissant la rigidité de l'ensemble et guidant les barres de contrôle, ainsi qu'un tube d'instrumentation, formant un assemblage de combustible (figure 2). Un cœur de réacteur REP (900 MWe) contient 157 assemblages combustibles (figure 2).

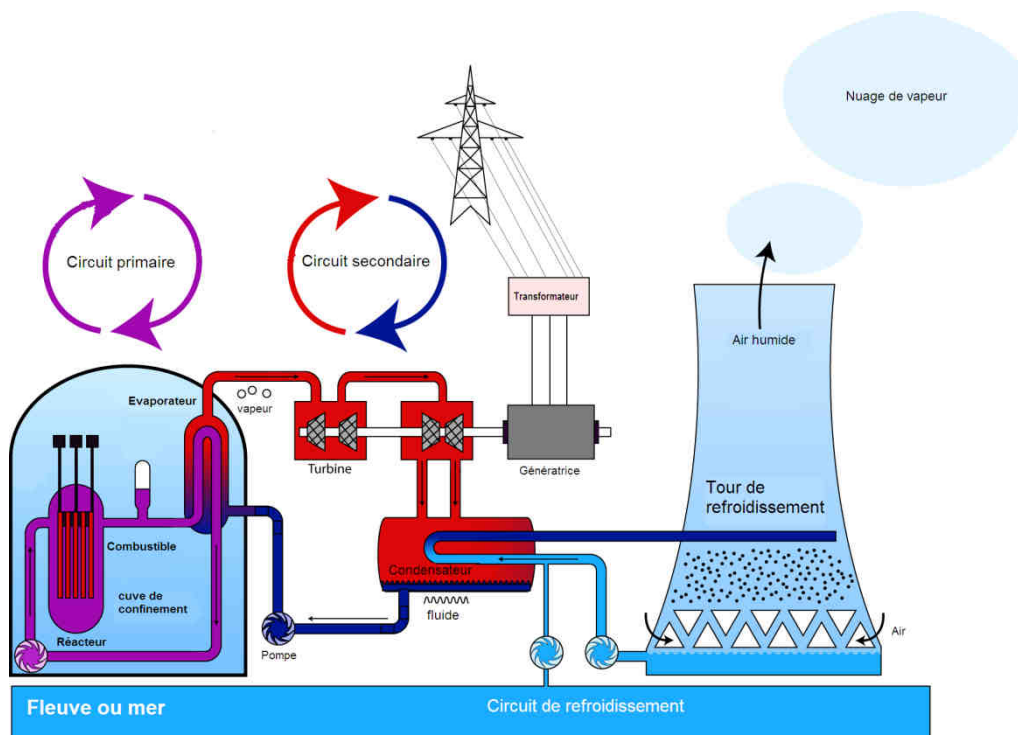


Figure 1 – Le Réacteur nucléaire à Eau Pressurisée.

En fonctionnement nominal, la gaine, plongée dans l'eau du circuit primaire à  $320^{\circ}C$  et 155 bar (figure 2), subit des sollicitations particulièrement agressives de type thermomécanique (fluage, interaction pastille-gaine), chimique (oxydation, hydratation, corrosion sous contrainte par les produits de fission) et neutronique (création de défauts d'irradiation). De plus, lors de transitoires de puissance, la gaine peut être amenée à subir des contraintes importantes générées par le gonflement rapide des pastilles combustibles. Enfin, après utilisation, les crayons combustibles sont transportés et entreposés, étapes durant lesquelles ils subissent de nouvelles sollicitations thermomécaniques complexes. Or, dans le système de sûreté nucléaire, la gaine constitue la première barrière de confinement des matières radioactives. L'intégrité de celle-ci doit donc être garantie tout au long de sa durée de vie.

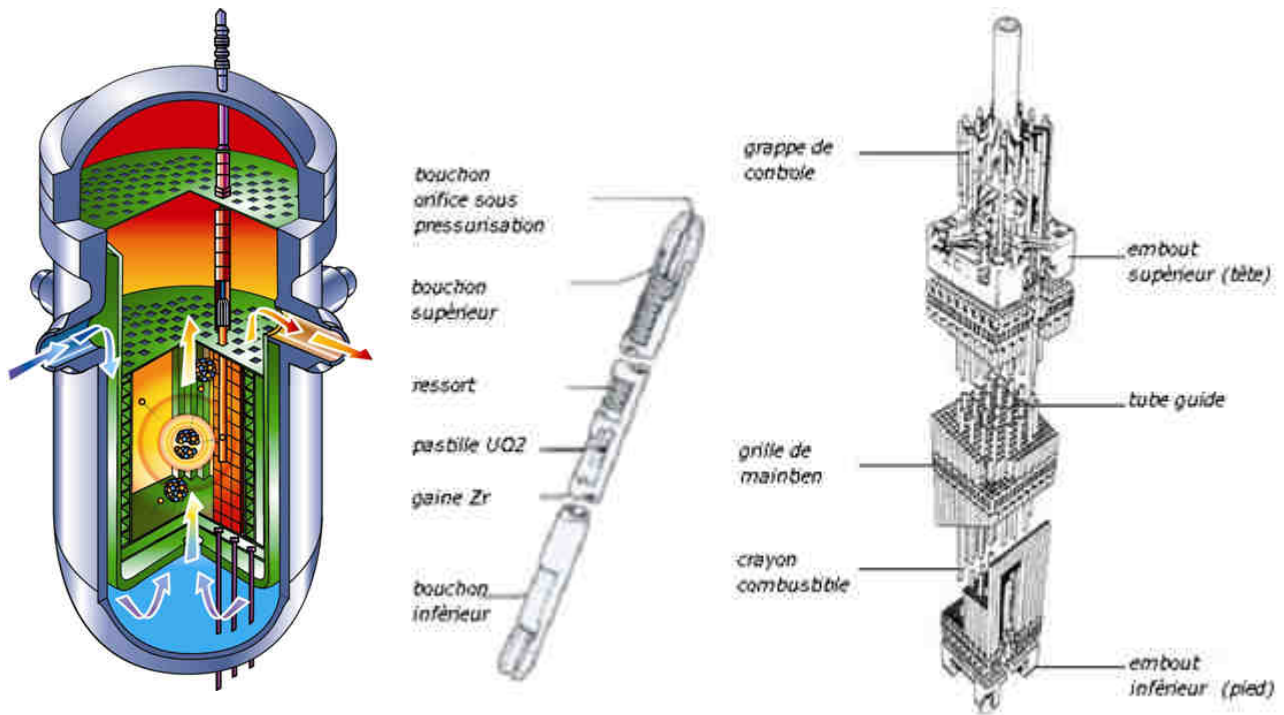


Figure 2 - Cœur du réacteur REP (à gauche), crayons et assemblage combustible (à droite)

De façon à qualifier la gaine en zirconium avant irradiation, en réacteur ou bien en conditions incidentelles, de nombreux essais mécaniques sont réalisés. Ces essais permettent de garantir la tenue mécanique de la gaine tout au long de sa durée de vie. Sur la base de l'ensemble de ces essais, des lois de comportement empiriques sont identifiées mais celles-ci ne permettent pas l'extrapolation hors du domaine d'identification. Afin de permettre l'extrapolation, il est nécessaire que les modèles mécaniques soient basés sur les mécanismes physiques de déformation. Or les alliages de zirconium, utilisés sous la forme de tube, sont des matériaux polycristallins. Il est ainsi nécessaire de prendre en compte toute la complexité des interactions entre grains d'orientations cristallographiques différentes. C'est dans ce but qu'ont été développés différents types de modélisation, basés sur des méthodes d'homogénéisation ou bien sur des calculs par éléments finis. Néanmoins, ces approches nécessitent de connaître, dans un premier temps, le comportement mécanique individuel des grains. Or le comportement monocristallin, ou intragranulaire, des alliages de zirconium reste encore peu connu et il n'existe pas pour l'heure de loi de comportement monocristalline du zirconium basée sur des données expérimentales à l'échelle du monocristal. C'est donc justement dans le but d'obtenir ces informations essentielles que cette étude a été entreprise.

Dans une première partie (chapitre 1), une étude bibliographique, synthétique, présente à la fois les résultats expérimentaux sur les monocristaux de zirconium disponibles dans la littérature ainsi que les modélisations du comportement monocristallin existantes.

Dans une seconde partie (chapitre 2 et 3), l'étude expérimentale réalisée au cours de ce travail est décrite.

Enfin dans une dernière partie (chapitre 4, 5 et 6), une modélisation multiéchelle du comportement monocristallin du zirconium est présentée.

# Chapitre 1 Synthèse bibliographique

## 1.1 Le zirconium et ses alliages

### 1.1.1 Cristallographie du zirconium

Le zirconium ( $Z=40$ ) est un élément de transition situé dans la colonne 4 du tableau périodique, tout comme le titane et le hafnium. A pression atmosphérique et à température ambiante, sa structure cristalline est de type hexagonale compacte (figure 3) avec les paramètres de maille suivants :  $a = b = 3.233\text{\AA}$ ,  $c = 5.147\text{\AA}$ . A partir de  $865^\circ\text{C}$ , il subit une transformation allotropique et sa structure cristallographique devient cubique centrée.

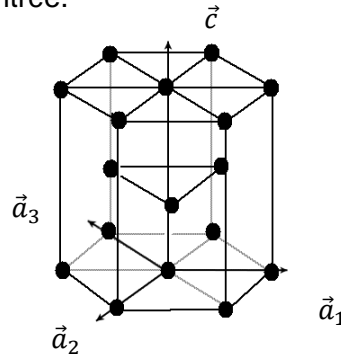


Figure 3 - Structure cristallographique hexagonale compacte.

Habituellement, la notation de Miller à quatre indices est adoptée pour la description des plans et directions de glissement. Cette notation permet en effet d'associer plus facilement les familles de plans et directions pour la structure hexagonale et surtout de respecter la symétrie d'ordre six.

Les plans sont donc 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 un angle de  $120^\circ$  entre eux. 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 :

- plans cristallins :  $\{hkil\}$
- directions cristallines :  $\langle hkil \rangle$

### 1.1.2 Composition chimique des alliages les plus courants

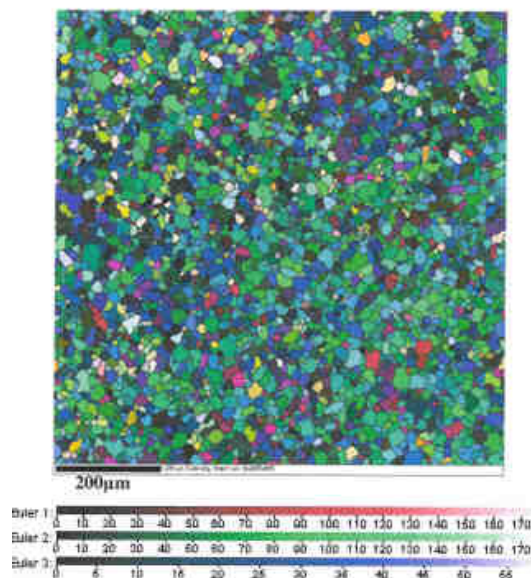
A l'état natif, le zirconium se présente sous forme de silicate ou d'oxyde dans la croûte terrestre (zircon  $\text{ZrSiO}_4$  et zircone  $\text{ZrO}_2$ ). Différents alliages de zirconium sont utilisés dans l'industrie nucléaire. Pour six d'entre eux, la composition chimique est donnée dans le tableau 1. Contrairement aux cinq autres, le zirconium Van Arkel (ZrVA) est relativement pur avec une teneur en oxygène équivalent de  $0.057\% \text{at}$  et un peu de fer ( $0.0812\% \text{at}$ ). Dans le cadre du chapitre 2, nous détaillerons plus précisément le zirconium Van Arkel : notre matériau d'étude.

**Tableau 1 - Composition chimique d'alliages de zirconium (ppm massique ou % massique).**

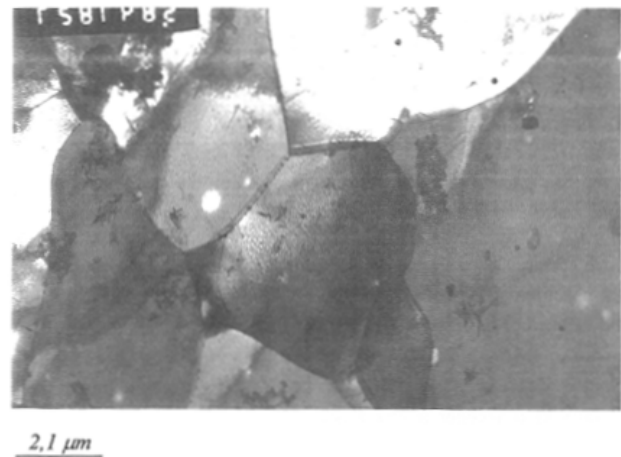
Nom	Zircaloy-2	Zircaloy-4	Zr-2.5Nb	M5™	Zr702	Zr VA
Composition (wt)						
Sn	1.2-1.7 %	1.2-1.7 %	0	0	0.228 %	0
Fe	0.07-0.20 %	0.18-0.24 %	0	200 ppm	760 ppm	500 ppm
Cr	0.05-0.15 %	700-1300 ppm	0	0	240 ppm	0
O	1100-1400 ppm	1100-1400 ppm	900-930 ppm	900-1490 ppm	1300 ppm	100 ppm
Nb	0	0	2.4-2.8 %	0.81 à 1.2 %	0	0
Hf	100 ppm	<100 ppm	50 ppm	<100	0	2.2 %
C	270 ppm	270 ppm	270 ppm	0	58 ppm	80 ppm
H	25 ppm	25 ppm	10 ppm	0	0	33 ppm
N	80 ppm	80 ppm	65 ppm	0	33 ppm	7 ppm

### 1.1.3 Microstructure et texture cristallographique

L'analyse par la technique d'*Electron BackScatter Diffraction* (EBSD) permet d'observer, entre autre, la forme des grains et l'orientation de ceux-ci (figure 4). Dans le cas du Zr702 recristallisé ou du Zircaloy-4 recristallisé, les grains sont équiaxes et présentent une faible densité initiale de dislocations comme nous pouvons l'observer par Microscopie Electronique à Transmission (MET) (figure 5).



**Figure 4 - Cartographie des orientations cristallines obtenue par EBSD du Zr702 recristallisé [Dexet, 2006].**



**Figure 5 - Vue de plusieurs grains au MET du Zircaloy-4 recristallisé [Geyer, 1999].**

La texture cristallographique d'un matériau polycristallin correspond à la distribution statistique des orientations cristallines des grains d'un volume représentatif de matière. Dans le cas du zirconium polycristallin, plusieurs études ont été menées pour déterminer sa texture en fonction du procédé de fabrication. Nous citerons par exemple la thèse de Béchade [1993] qui rapporte la texture classique pour un alliage recristallisé de zirconium dans le cas du zirconium grade 702 ou encore les travaux de Onimus [2004] qui donnent la figure de pôle (0002) et (1100) d'une tôle de Zy-4 recristallisé de 1 mm d'épaisseur (figure 6).

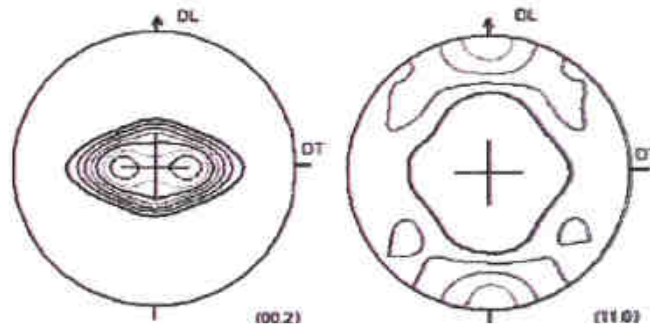


Figure 6 - Figures de pôles d'une tôle de 1 mm en Zy-4 recristallisé [Onimus, 2004] (DL : direction de laminage, DT : direction de traction, DN : direction normale).

## 1.2 Comportement macroscopique du zirconium

Afin de caractériser le comportement mécanique macroscopique du zirconium, différents types d'essais sont généralement réalisés. Geyer [1999] a notamment étudié l'influence de la température et de la vitesse de sollicitation sur le comportement du Zircaloy-4. Ces essais ont permis de mettre en évidence une forte anisotropie de plasticité (figure 7) ainsi qu'une forte sensibilité à la vitesse de sollicitation du matériau dans certaines conditions de sollicitations (figure 8). Une telle base expérimentale a conduit au développement de modèles phénoménologiques comme celui de Robinet [1995], qui met en jeu des variables internes de type cinématique et isotrope, sans pour autant comprendre les mécanismes physiques de déformation actifs. Devant le caractère empirique et le grand nombre de coefficients de ce type de modèle, des modèles polycristallins basés sur l'identification de la loi de comportement intragranulaire puis sur l'homogénéisation de ce comportement sur un Volume Élémentaire Représentatif (VER) ont été développés.

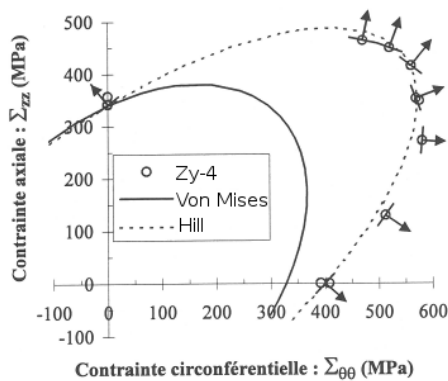


Figure 7 - Surface de charge à 20°C (Von Mises : isotrope, Hill : anisotrope) [Geyer, 1999].

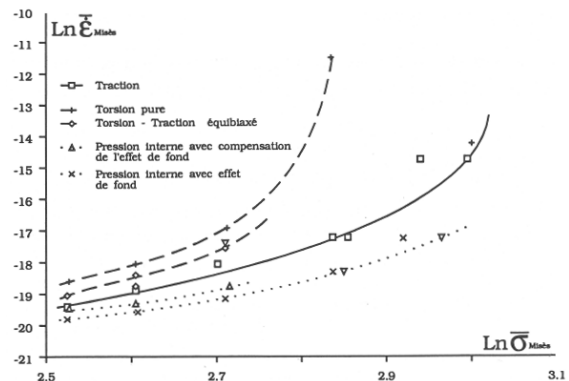


Figure 8 – Essais de fluage sous sollicitation multiaxiale [Robinet, 1995].

## 1.3 Modèles polycristallins basés sur des mécanismes physiques de déformation

Dans le cas des alliages de zirconium recristallisés, la microstructure d'un élément de volume élémentaire représentatif (VER) est généralement constituée d'un grand nombre de grains équiaxes de structure cristallographique hexagonale compacte et d'orientations variées données par la texture du matériau. L'objectif des méthodes d'homogénéisation appliquées aux polycristaux est de déterminer, en connaissant le comportement individuel des grains, le comportement d'un Milieu Homogène Equivalent (MHE) au comportement du polycristal (figure 8). Les grains contenus dans le VER ne sont pas considérés individuellement, mais sont remplacés par la notion de « phase cristalline ». Chaque phase est représentée par son orientation cristallographique, caractérisée par les trois angles d'Euler ( $\psi_1, \phi, \psi_2$ ), et sa fraction volumique qui décrit la distribution statistique des phases au sein du matériau.



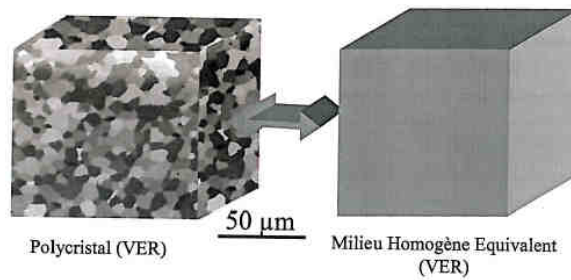


Figure 9 - Principe de l'homogénéisation des polycristaux [Onimus, 2004].

Dans les modèles d'homogénéisation, en champ moyen, nous considérons que compte tenu du grand nombre de grains dans le VER, les effets de voisinage sur un grain unique peuvent être vus en moyenne comme équivalant aux interactions mécaniques que subirait la phase cristalline correspondante en inclusion dans un milieu homogène dont le comportement est celui du milieu homogène équivalent (figure 10). Notons que certaines approches tentent de prendre en compte l'hétérogénéité intraphase (contrainte et déformation différente dans des grains de même orientation) liée aux effets de voisinage [Brenner et al., 2002; Lebensohn et al., 2004].

Il existe une autre approche, basée sur des calculs par éléments finis, pour déterminer le comportement du matériau polycristallin à partir de la connaissance du comportement des grains. Le principe de cette méthode consiste à réaliser des calculs par éléments finis sur des agrégats de grains représentatifs du polycristal (figure 11) (par exemple [Barbe et al., 2001; Diard et al., 2005; Priser, 2011]).

Ces deux approches permettent de déduire le comportement du matériau à partir de la connaissance du comportement des grains. Néanmoins, dans le cas des alliages de zirconium, le comportement intragranulaire n'est pas forcément connu. Les lois monocristallines sont généralement postulées et les coefficients de ces lois sont ajustés pour reproduire le comportement macroscopique du matériau.

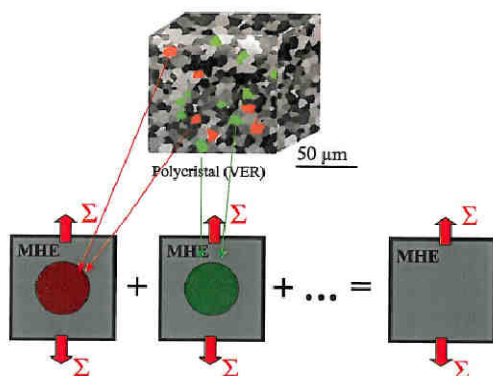


Figure 10 - Principe du schéma auto-cohérent [Onimus, 2004].

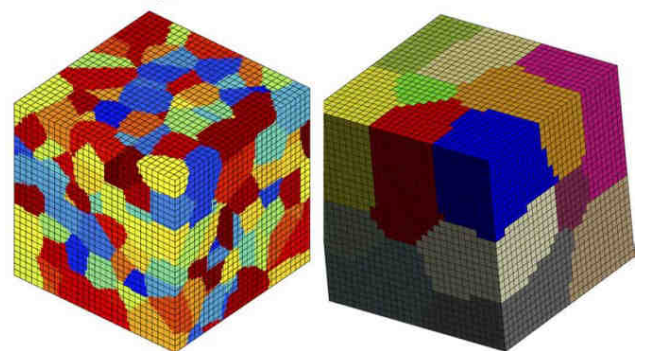


Figure 11 - Agrégat de 447 grains avec 18 sous domaines [Diard et al., 2005].

## 1.4 La plasticité cristalline dans le zirconium

Le comportement monocristallin du zirconium est le résultat du glissement qui se produit suivant les différents systèmes de la structure hexagonale compacte.

### 1.4.1 Les systèmes de glissement

Les métaux de structure hexagonale se déforment suivant quatre familles de plans dont chacune possède un nombre variable de directions de glissement (figure 12, tableau 2). La déformation de chaque métal hexagonal met en jeu un glissement principal (basal ou prismatique) et quelques glissements secondaires dans les plans pyramidaux de première et seconde espèce. En général, les métaux hexagonaux dont le rapport  $c/a$  est supérieur à  $\sqrt{8/3}$  se déforment par glissement basal et ceux dont le rapport  $c/a$  est inférieur à  $\sqrt{8/3}$  se déforment par glissement

prismatique. Cependant, certains métaux hexagonaux ne vérifient pas cette règle. Il a en revanche été montré que tous les métaux de structure hexagonale dont le rapport  $R = (\gamma_B C_{66}) / (\gamma_P C_{44})$  est supérieur ou égal à 1 ( $\gamma_B$  et  $\gamma_P$  sont respectivement les énergies de faute d'empilement des glissements basal et prismatique,  $C_{44}$  et  $C_{66}$  sont des coefficients d'élasticité anisotrope définis dans un certain référentiel) ont pour glissement principal le glissement prismatique  $a/2 \langle 1\bar{2}10 \rangle \{10\bar{1}0\}$  (car l'étalement du cœur des dislocations vis de type  $\langle a \rangle$  est plus important dans le plan prismatique que dans le plan basal (par exemples [Legrand, 1985; Feaugas et Conforto, 2009])). Le zirconium présente un rapport  $c/a$  de 1.59 et se déforme donc principalement par glissement prismatique.

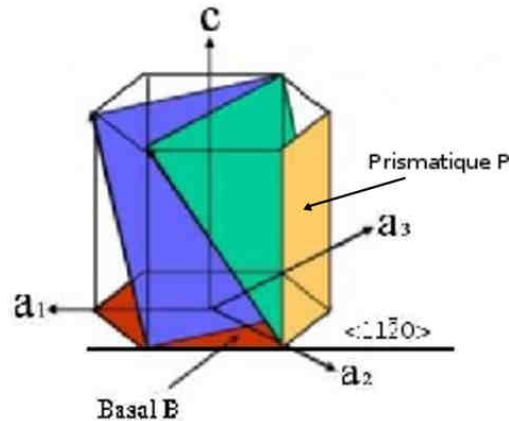


Figure 12 – Familles de plans de la structure hexagonale compacte.

#### 1.4.2 Cission critique

Pour un monocristal, le glissement se produit à partir d'un niveau suffisant de contrainte, appelé cission critique. Il est important de préciser que sa valeur est fonction des systèmes de glissement activés, de la composition chimique du matériau, de la température et également de la vitesse de déformation.

En notant  $CRSS^s$  (Critical Resolved Shear Stress), la cission résolue du système  $s$ , deux cas se distinguent. Lorsque  $\tau^s < CRSS^s$ , il n'y a pas de glissement sur ce système. Le glissement s'active pour  $\tau^s = CRSS^s$ .

Dans le cas du zirconium recristallisé, du fait de la difficulté à élaborer des monocristaux, les études réalisées n'offrent que peu de valeurs de cissions critiques des divers systèmes de glissement. Quelques courbes contrainte-déformation ont néanmoins été obtenues sur des monocristaux (figure 15-16). De plus, la facilité relative d'activation des différents systèmes est donnée de façon qualitative dans la littérature (par exemples [Geyer, 1999; Xu et al., 2007]).

$$CRSS (P_{\langle 11-20 \rangle}) < CRSS (\pi_1_{\langle 11-20 \rangle}) < CRSS (B_{\langle 11-20 \rangle}) < CRSS (\pi_1_{\langle 11-23 \rangle}) (< CRSS (\pi_2_{\langle 11-23 \rangle}))$$

Cet ordre est donné pour un « état particulier » du matériau, c'est-à-dire qu'il n'est valable que pour une microstructure, une composition chimique, une température et une vitesse de déformation données. Ceci est donc à prendre avec une grande précaution.

Nous pouvons noter qu'une augmentation de la température conduit à une diminution des cissions critiques des systèmes mais la hiérarchie reste globalement inchangée [Geyer, 1999]. Néanmoins, l'activation relative des systèmes secondaires ( $\pi_1 \langle a \rangle$ ,  $\pi_1 \langle c+a \rangle$ ,  $B$ ) augmente quand la température augmente.

Tableau 2 - Systèmes de glissement de la structure hexagonale compacte

Famille de plan	Direction de glissements	Nombre de systèmes	Représentation du système
Basal B{0001}	$\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	
Prismatique P{10-10}	$\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	
Pyramidal π1{10-11}	$\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	6	
Pyramidal π1{10-11}	$\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	12	
Pyramidal π2{10-11}	$\frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	6	

### 1.4.3 Facteurs de Schmid

Les contraintes nécessaires à l'activation des systèmes de glissement dans les métaux sont fortement dépendantes de l'orientation des systèmes de glissement. En effet, c'est la cission résolue sur le système de glissement qui conduit à son activation. Pour un système de déformation donné lors d'une sollicitation uniaxiale, la relation entre la cission résolue  $\tau^s$  opérant sur le plan du système  $s$  dans la direction de glissement et la contrainte macroscopique appliquée  $\sigma_0$  est la suivante :

$$\tau^s = \sigma_0 \cos\theta^s \cos\lambda^s \quad (1)$$

avec  $\theta^s$  l'angle entre la normale au plan du système  $s$  et la direction de traction et  $\lambda^s$  l'angle entre la direction de glissement du système  $s$  et la direction de traction (figure 13).

Le facteur de Schmid est défini dans l'équation (2).

$$f_s = \cos\lambda^s \cos\theta^s \quad (2)$$

Notons que cette approche dédiée à la traction simple se généralise dans un cadre tensoriel (équation (3)).

$$\tau^s = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\Delta}}_s \quad \text{avec } \underline{\underline{\Delta}}_s = \left(\frac{1}{2}\right) [\underline{n}_s \otimes \underline{m}_s + \underline{m}_s \otimes \underline{n}_s] \quad (3)$$

En termes d'activation des différents systèmes de glissement, nous pouvons tracer l'évolution des facteurs de Schmid en fonction de l'angle  $\psi$  (angle entre la direction de traction et l'axe  $\langle c \rangle$  de la maille) (figure 14). Cette figure rend rapidement accessible l'évolution des facteurs de Schmid des différents systèmes. Ainsi, selon le système de glissement que l'on souhaite activer il est possible de choisir l'angle  $\psi$  optimal permettant de favoriser, d'un point de vue géométrique, ce glissement.

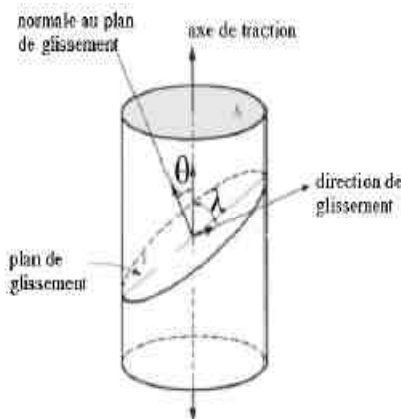


Figure 13 - Monocristal sollicité en traction uniaxiale.

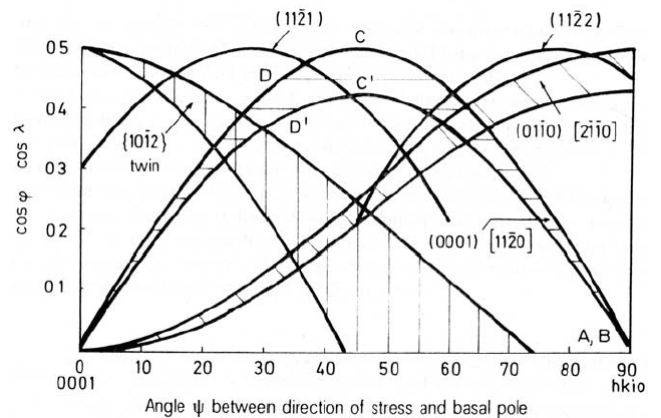
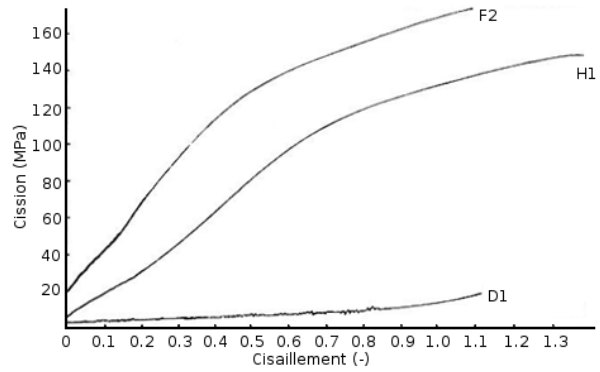
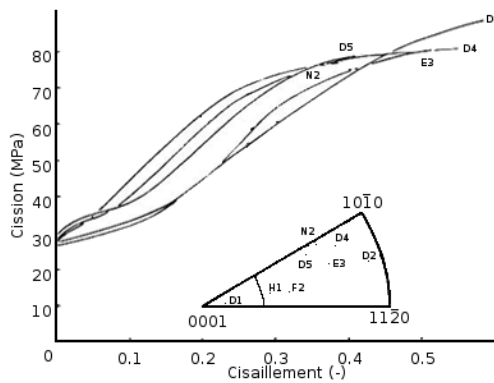


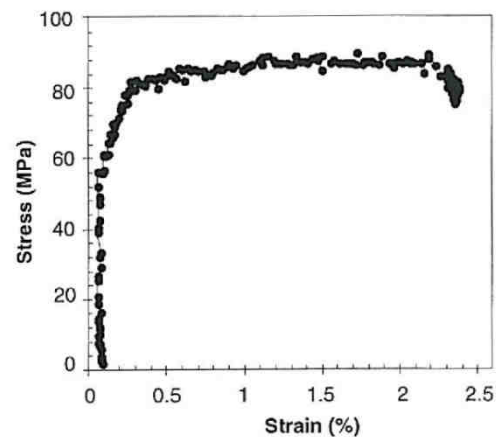
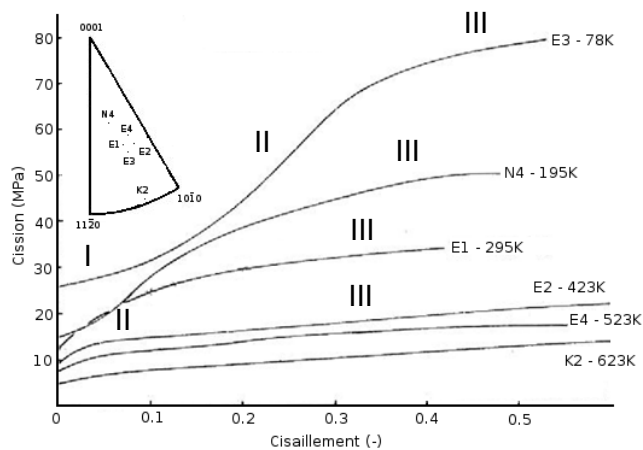
Figure 14 - Evolution des facteurs de Schmid des systèmes de glissement de type B et  $\pi$ , en fonction de  $\psi$  [Tenckhoff, 1988].

### 1.4.4 Courbes contrainte-déformation de monocristaux de zirconium

Pour déterminer le comportement monocristallin du zirconium et comprendre précisément ses mécanismes de déformation, il est nécessaire de disposer de monocristaux et de réaliser des essais mécaniques sur ceux-ci. Quelques courbes contrainte de cisaillement-déformation de cisaillement ( $\tau$  vs.  $\gamma$ ) sont disponibles dans la littérature (figure 15 à 17).



**Figure 15 - Courbes contrainte-déformation du zirconium obtenues à 78K par Akhtar et Teghtsoonian [1971] ( $\dot{\epsilon} = 1,66.10^{-4} s^{-1}$ ,  $O_{eq} = 200$  ppm wt).**



**Figure 16 – Courbe contrainte-déformation de monocristaux de zirconium entre 78 et 623K [Akhtar et Teghtsoonian, 1971] ( $\dot{\epsilon} = 1.66 \times 10^{-4} s^{-1}$ ,  $O_{eq} = 200$  ppm wt).**

**Figure 17 - Courbe contrainte-déformation d'un monocristal de zirconium à T=300 K dans Monnet [2004] d'après Crépin ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ ,  $O_{eq} = 400$  ppm wt).**

La figure 15 montre plusieurs courbes de cission/cisaillement de monocristaux de zirconium à 78K. Les orientations initiales des grains sont tracées dans le triangle standard. Akhtar et Teghtsoonian [1971] définissent par  $\chi_B$  l'angle entre l'axe de traction et le plan basal. L'examen des surfaces a montré que lorsque  $\chi_B$  est inférieur à  $35^\circ$ , le glissement prismatique est à l'origine de la déformation plastique alors que pour  $\chi_B > 35^\circ$ , le maclage est d'abord observé avant le glissement prismatique. Pour  $\chi_B < 35^\circ$ , la loi de Schmid semble être respectée à 78K.

La figure 16 représente les courbes de cission/cisaillement d'un monocristal de zirconium contenant 200 ppm d'oxygène testé à différentes températures. Akhtar et Teghtsoonian [1971] trouvent que le stade I se produit jusqu'à des déformations plus élevées lorsque la température diminue. A noter que ce stade, appelé glissement simple ou glissement facile, est observé en début de déformation dès lors que la contrainte appliquée permet d'activer principalement un système de glissement ( $\tau^s = CRSS^s$ ). De plus, il a été remarqué une augmentation de l'écroissage présent au stade I lorsque la température augmente. Ce stade n'a pas été observé pour des températures supérieures à la température ambiante.

Le stade II correspond au stade de durcissement élevé apparaissant aux fortes déformations. Il n'est observé que pour des températures égales ou inférieures à la température ambiante.

Pour des températures supérieures à 423K, seul le stade III est présent sur les courbes cission/cisaillement. Ce stade, appelé durcissement parabolique, est souvent associé aux mécanismes de glissement dévié des dislocations. L'alliage à 100 ppm semble donc présenter un comportement similaire à celui d'un métal à structure cubique à faces centrées.

### 1.4.5 Mobilité des dislocations dans les métaux à forte friction de réseau

Afin de connaître les mécanismes contrôlant la déformation, il est nécessaire de s'intéresser au mouvement des dislocations dans les plans de glissement. En effet, la plasticité provient du glissement de ces défauts linéaires. Cependant, le cœur des dislocations est complexe et la différence de mobilité entre les dislocations vis et non-vis doit être étudiée dans les alliages de zirconium et de titane.

Dans le Ti- $\alpha$  (métal très proche du zirconium), de même que pour le Zr- $\alpha$  [Legrand, 1985], les structures de cœur des dislocations vis et coins sont différentes [Naka, 1983]. Concernant les dislocations coins qui se trouvent dans le plan prismatique, leur structure de cœur paraît relativement simple : elle est probablement étalée dans le plan prismatique et donc planaire. Les dislocations non-vis ayant ce type de structure de cœur se déplacent sans "difficulté" dans les plans prismatiques [Bacon et Martin, 1981].

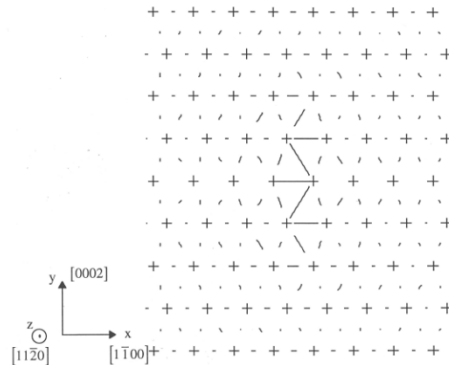


Figure 18 - Composante vis d'une dislocation non relaxée étalée dans le plan prismatique [Ferrer, 2000].

Dans le cas des dislocations vis (figure 18), la situation serait plus complexe. Leur structure de cœur n'est probablement pas planaire contrairement à celle des dislocations coins et celles-ci pourraient être étalées dans les plans pyramidaux. En effet, Naka [1983] constate que pour le Ti- $\alpha$  (pour différents teneurs en oxygène), à haute température, lorsque le glissement prismatique est le plus facile, la déviation se produit assez facilement sur le plan pyramidal de 1<sup>ère</sup> espèce (figure 19). De plus, la loi de Schmid n'est pas respectée et la force de friction du réseau ou de Peierls est importante.

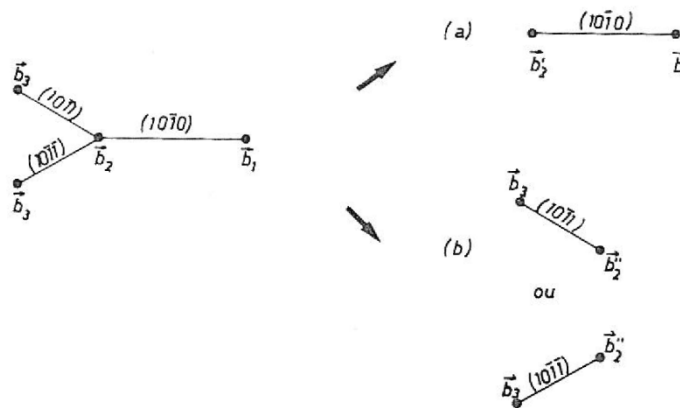


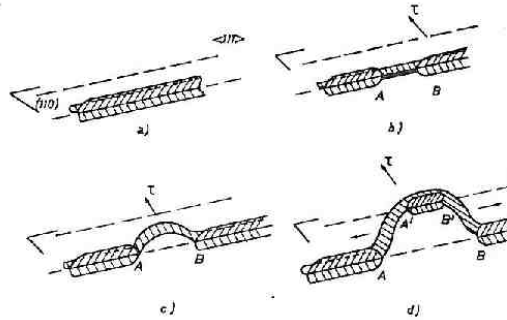
Figure 19 - Transition sessile glissile

(a) état glissile dans le plan prismatique

(b) état glissile dans le plan pyramidal de 1<sup>ère</sup> espèce [Naka, 1983].

La différence de structure de cœur entre les parties vis et coin d'une dislocation influence leur mobilité. En effet, de façon similaire aux métaux de structure cubique centrée, celle des dislocations coins est beaucoup plus importante que celle des vis à basse température. Pour l'expliquer, nous faisons appel à la structure du cœur des dislocations vis  $a/2\langle 111 \rangle$  dans les métaux cubiques centrés. Pour faire avancer une dislocation vis d'une rangée cristallographique, il faut recombinaison son cœur non planaire sur une longueur critique et courber le segment ainsi recombinaison jusqu'à sa position d'instabilité. Le double-décrochement se propage alors irréversiblement. Ayant avancé d'une rangée, le cœur de la dislocation reprend sa forme initiale du cœur (figure 20). Ce processus

correspond au franchissement des vallées de Peierls par nucléation et propagation du double décrochement. Notons que des mécanismes plus élaborés ont été proposés par Caillard et Martin [2003].



**Figure 20 - Franchissement d'une rangée cristallographique  $\langle 111 \rangle$  par une dislocation vis dans les métaux cubiques centrés [Naka, 1983].**

La formulation générale pour calculer la vitesse de déformation totale est :

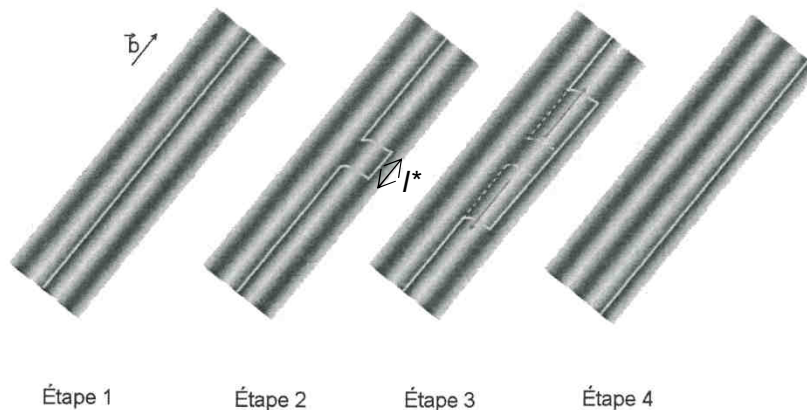
$$\begin{aligned} \dot{\gamma} &= \dot{\gamma}_s + \dot{\gamma}_m \\ &= \dot{\gamma}_s \left( 1 + \frac{\dot{\gamma}_m}{\dot{\gamma}_s} \right) \\ &= \rho_s b v_s \left( 1 + \frac{\dot{\gamma}_m}{\dot{\gamma}_s} \right) \end{aligned} \quad (4)$$

avec  $\dot{\gamma}_s$  la vitesse des dislocations vis et  $\dot{\gamma}_m$  la vitesse des dislocations mixtes.

L'aire parcourue par une dislocation non vis ( $bv_{ns}$  par unité de temps) est nettement plus faible que celle correspondant aux segments vis [Farenc et al., 1995; Caillard et Martin, 2003]. Le deuxième terme de l'équation précédente peut donc être négligé et les dislocations vis sont alors les seules à contrôler la déformation plastique :

$$\dot{\gamma} = \rho_s b v_s \quad (5)$$

L'objectif est maintenant de calculer la vitesse de mobilité des dislocations vis qui est régie par le mécanisme de double décrochement. Ce mécanisme est détaillé sur la figure 21. La nucléation d'un double décrochement permet le passage de l'étape 1 à l'étape 2. Au cours de l'étape 3, celui-ci s'étend grâce à ses deux parties coins très mobiles glissant dans la direction vis. Enfin, lorsque les parties coins ont balayé toute la longueur de la dislocation vis, celle-ci a globalement avancé d'une vallée de Peierls (étape 4).



**Figure 21 - Mécanisme de double décrochement et déplacement d'une dislocation vis [Libert, 2007].**

Le modèle le plus communément utilisé pour décrire la fréquence de double décrochement est un modèle thermiquement activé (équation (6), [Guyot et Dorn, 1967]).

$$P_{kp} = \nu \exp \left[ -\frac{\Delta G(\sigma)}{k_B T} \right] \quad (6)$$

avec  $\Delta G(\sigma)$  l'énergie d'activation,  $k_B$  la constante de Boltzmann,  $T$  la température et  $\nu$  la fréquence d'attaque, c'est-à-dire la fréquence à laquelle le double décrochement est possible. Cette expression montre que la fréquence de nucléation des doubles décrochements est décrite sur un modèle de loi d'Arrhénus où la probabilité de réussite d'un saut est évaluée par le terme  $\exp \left[ -\frac{\Delta G(\sigma)}{k_B T} \right]$ , dans lequel le rapport  $-\frac{\Delta G(\sigma)}{k_B T}$  exprime la proportion d'énergie apportée par la contrainte locale par rapport à l'énergie thermique.

Le terme  $\nu$  peut être exprimé en tenant compte de l'influence de la longueur  $l^*$  qui correspond à la taille minimale d'un double décrochement stable. Cette longueur augmente rapidement lorsque la contrainte diminue. En effet, l'équilibre des décrochements résulte à la fois d'une contrainte résolue locale qui tend à les écarter et d'une force d'attraction mutuelle. Inversement, un abaissement de la température diminue cette longueur critique de double décrochement. Par analogie avec une corde élastique de longueur  $l^*$ , la fréquence de vibration d'un segment de dislocation de longueur  $l^*$  est de l'ordre de  $\nu_D \frac{b}{l^*}$ , avec  $\nu_D$  la fréquence de Debye de l'ordre de  $10^{13} s^{-1}$  et  $b$  la norme du vecteur de Burgers de la dislocation considérée. Par ailleurs, sur une dislocation vis de longueur  $L$ , il existe  $\frac{L}{l^*}$  sites de nucléation possibles pour un double décrochement de longueur  $l^*$ .  $\nu$  peut donc s'écrire comme le produit  $\nu_D \frac{b}{l^*} \frac{L}{l^*}$ , nous obtenons donc :

$$P_{kp} = \nu_D \frac{b}{l^*} \frac{L}{l^*} \exp \left[ -\frac{\Delta G(\sigma)}{k_B T} \right] \quad (7)$$

La vitesse de la dislocation vis est donc le produit de cette fréquence avec la longueur d'un décrochement, c'est-à-dire la distance entre deux vallées de Peierls. En considérant  $h$  cette distance, la vitesse d'une dislocation vis peut alors d'exprimer de la manière suivante :

$$v = h \nu_D L \frac{b}{l^{*2}} \exp \left[ -\frac{\Delta G(\sigma)}{k_B T} \right] \quad (8)$$

Si nous supposons que la plus grande partie de la variation entropique de l'énergie vient de la variation des constantes d'élasticité en fonction de la température et que celle-ci est négligeable,  $\Delta G$  peut être évaluée en utilisant la relation suivante :

$$\Delta G = \Delta H = \Delta H_0 - V \cdot \tau_v \quad (9)$$

où  $\Delta H_0$  représente la hauteur d'énergie intrinsèque de l'obstacle (obtenue à 0 K),  $V$  le volume d'activation ( $V/b$  correspond à l'aire balayée par la dislocation pour passer d'une position stable à la position critique) et  $\tau_v$  la contrainte thermiquement activée (ou visqueuse). Cette contrainte est en fait la contrainte appliquée moins les contraintes internes associées aux différents niveaux d'incompatibilité de déformation plastique présentes dans le matériau (à courte distance due par exemple aux autres dislocations ou à longue distance liée par exemple aux contraintes intergranulaires). L'équation (10) propose ainsi une simplification du calcul de la vitesse de mobilité des dislocations vis.

$$v = h \nu_D L \frac{b}{l^{*2}} \exp \left( -\frac{\Delta H_0}{k_B T} \right) \exp \left[ \frac{V \tau}{k_B T} \right] \quad (10)$$

D'autre part, l'énergie d'activation et le volume d'activation peuvent s'exprimer en fonction de la vitesse de déformation plastique :



$$\Delta H = k_B T^2 \left[ \frac{\partial \ln(\dot{\gamma}_p)}{\partial T} \right]_{T, \mu_s} \quad \text{et} \quad V = k_B T \left( \frac{\partial \ln(\dot{\gamma}_p)}{\partial \tau_v} \right)_{T, \mu_s} \quad (11)$$

Ces expressions ne sont valables qu'à microstructure ( $\mu_s$ ) figée,  $\dot{\gamma}_0$  étant notamment fonction de la densité de dislocations mobiles ( $\rho_m$ ).

A noter également que, Caillard et Martin [2003] montre que dans le cas d'un mécanisme de double décrochement, l'aire d'activation est proportionnelle à l'inverse de la racine carré de la contrainte (équation (12)) :

$$A = h \left( \frac{hb \mu}{8\pi \tau} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (12)$$

#### 1.4.6 Déformation thermiquement activée et influence de la température

Derep et al. [1980] ont calculé les volumes d'activation en fonction de la température pour des matériaux polycristallins (figure 22). Pour le Zircaloy-4 recristallisé, ces volumes se situent entre 10 et  $400b^3$  et sont en bon accord avec ceux proposés pour les  $\alpha$ -Zr par Sastry *et al* [1971 ; 1976] pour des teneurs en oxygène jusqu'à 1500 ppm.

Nous pouvons remarquer une légère bosse aux alentours de 200 K. Celle-ci a été interprétée comme une interaction élastique entre les dislocations coins et les impuretés [Mills et Craig, 1968; Soo et Higgins, 1968; Derep et al., 1980]. Un changement de mécanisme est parfois proposé : interaction avec un amas d'interstitiels [Derep et al., 1980] ou montée de crans des dislocations vis [Soo et Higgins, 1968].

Entre 250 et 600 K, différents mécanismes peuvent contrôler la déformation : l'activation thermique de la diffusion des atomes d'oxygène, le franchissement thermiquement activé des vallées de Peierls, l'écroissage latent, le mouvement des crans formés par double glissement dévié des dislocations vis, le glissement dévié thermiquement activé, les interactions entre le cœur de la dislocation et les atomes interstitiels.

La transition d'un mécanisme thermiquement activé à un mécanisme athermique apparaît entre 600 et 700 K. En étudiant le frottement interne dans les alliages de zirconium, Derep et al. [1980] ont montré l'existence de plusieurs pics d'amortissements dans la même gamme de température. Ces pics sont considérés comme provenant d'un arrangement substitutionnel-interstitiel d'atomes. Les atomes interstitiels peuvent être de l'azote ou de l'oxygène [Mishra et Asundi, 1972; Prioul, 1995].

Les enthalpies et énergie d'activation sont tracées en fonction de la température (figure 23 et figure 24). Les valeurs de  $\Delta G_{app}$  suivent la règle généralement valable pour les matériaux métalliques, c'est-à-dire  $\Delta G \approx 25k_B T$ .

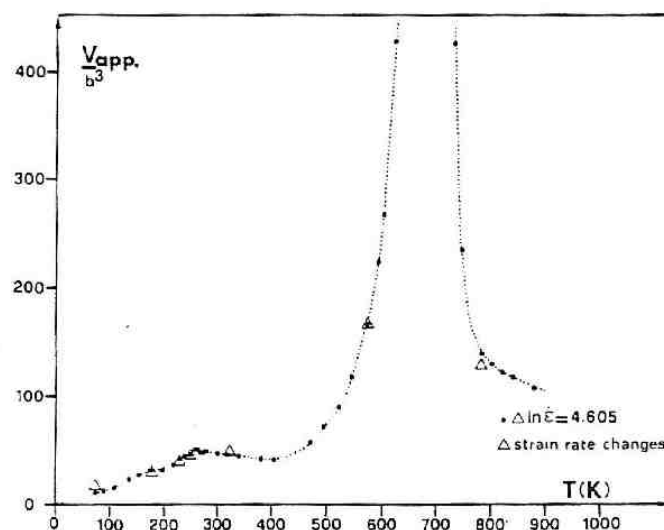


Figure 22 - Volume d'activation apparent en fonction de la température (Zircaloy-4,  $\dot{\epsilon} = 3.3 \times 10^{-3} s^{-1}$ ).

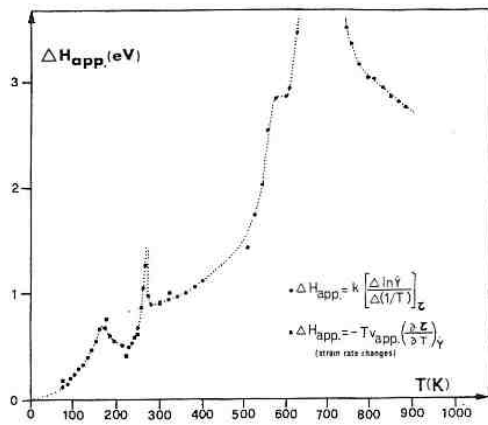


Figure 23 - Enthalpie d'activation en fonction de la température [Derep et al., 1980].

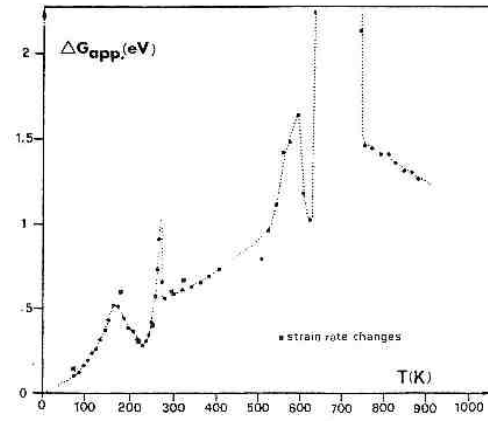


Figure 24 - Energie libre d'activation en fonction de la température [Derep et al., 1980].

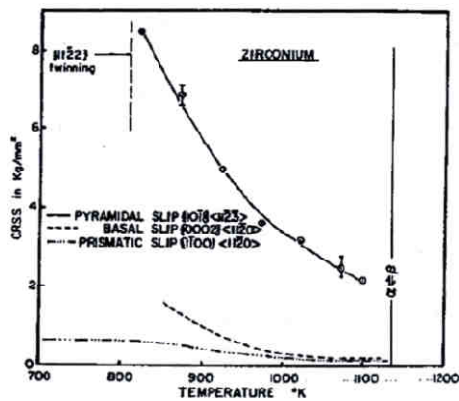


Figure 25 - Valeurs des cissions critiques du système  $\pi 1 <11-23>$ , prismatique, et basal.  $700 < T < 1130 \text{ K}$  [Akhtar, 1973].

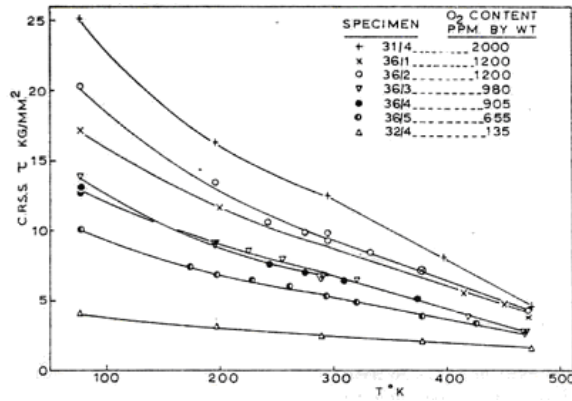


Figure 26 - Influence de la teneur en oxygène sur les cissions critiques [Soo et Higgins, 1968] ( $\dot{\epsilon} = 1.11 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).

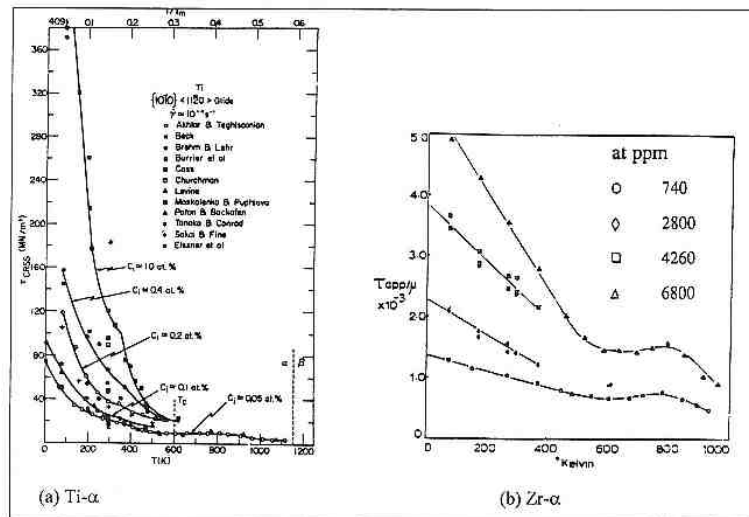


Figure 27 - Cission critique du glissement prismatique en fonction de la température pour différentes teneurs en oxygène à  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ((a) [Conrad, 1981] et (b) [Mills et Craig, 1968]).

### 1.4.7 Influence de l'oxygène

Un paramètre qui influence de manière cruciale les valeurs de cission critique des systèmes de déformation du zirconium ainsi que la sensibilité à la vitesse et à la température est sa teneur en oxygène.

L'influence de la teneur en oxygène est très nette sur la cission critique associée ici au glissement prismatique (figure 27 et figure 28). Nous retrouvons également la forte dépendance en température, qui s'accroît lorsque la teneur en oxygène du matériau augmente. En effet sur la gamme de température présentée (50 K-500 K), l'échantillon contenant de l'oxygène à 2000 ppm voit sa cission critique divisée par 5 quand la température passe de 50 K à 500 K alors que l'échantillon contenant 135 ppm voit sa cission critique divisée par deux pour la même variation de température.

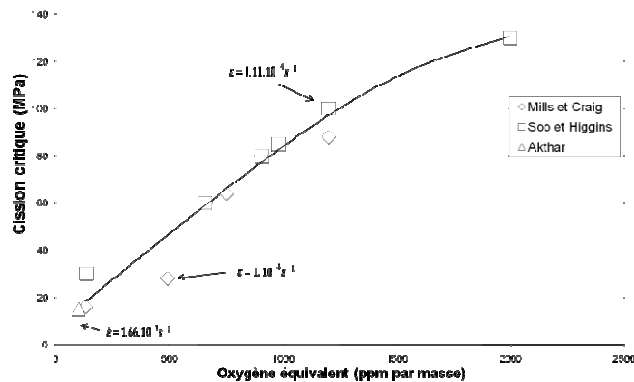


Figure 28 - Cission critique en fonction de la teneur en oxygène dans le Zr- $\alpha$  à 300 K.

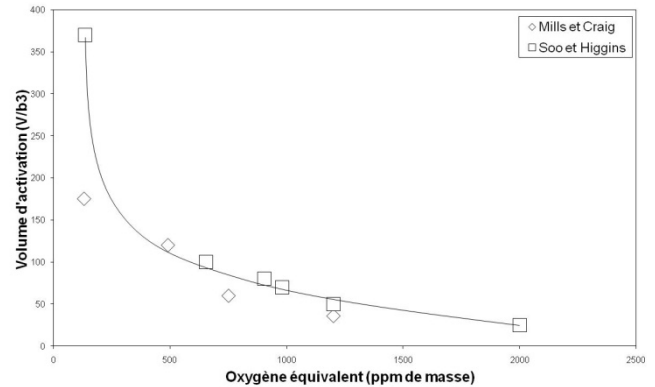


Figure 29 - Volume d'activation en fonction de l'oxygène équivalent dans le Zr- $\alpha$  à 300 K.

Des phénomènes d'interaction dynamique dislocations-éléments en solution (vieillessement dynamique) sont généralement observés pour des températures supérieures à 600 K et des teneurs en oxygène dépassant 1100 ppm en masse [Feaugas, 1994; Prioul, 1995]. Ces phénomènes se traduisent par la présence d'une anomalie sur la variation de la contrainte d'écoulement  $\tau_c$  avec la température. Nous parlons souvent par abus de langage de palier athermique. Un effet de sensibilité inverse à la vitesse se présente généralement dans ce domaine. Cela montre la nécessité de bien préciser la composition chimique, et notamment la teneur en oxygène, du matériau étudié, avant d'identifier d'éventuelles cissions critiques.

A noter que Geyer [1999] a effectué une synthèse de la dépendance de la cission critique (figure 28) et du volume d'activation (figure 29) en fonction de l'oxygène. Il apparaît que pour les faibles teneurs en oxygène, la cission critique est faible et le volume d'activation élevé alors que pour les fortes teneurs en oxygène, la cission critique augmente et les volumes d'activation diminuent.

**A travers cette étude bibliographique sur la plasticité du zirconium monocristallin, nous ne pouvons que constater le peu de résultats expérimentaux. Une partie du travail détaillé dans ce manuscrit consiste à obtenir un plus grand nombre de données provenant de monocristaux de zirconium.**

## 1.5 Loi de comportement à l'échelle du système de glissement

Afin de modéliser le comportement du zirconium à l'échelle des systèmes de glissement, il est nécessaire de définir d'une part une loi d'écoulement intragranulaire et d'autre part une loi d'écrouissage intragranulaire. Une étude bibliographique a permis d'identifier les différentes lois (d'écoulement et d'écrouissage) qui ont été proposées dans la littérature pour les alliages de zirconium. Nous pouvons notamment citer Geyer [1999] qui a proposé un modèle simplifié se basant sur des lois d'écrouissages pour les métaux à structure cubique faces centrées et une loi d'écoulement thermiquement activé. Cette approche a été ensuite reprise par Onimus [2004]. Plusieurs autres approches telles que celle de Brenner [2001], de Dexet [2006], de Tomé *et al.* [2001] et de Shigesato [2007] ont vu le jour. Une synthèse de ces différents modèles (loi d'écoulement, loi d'écrouissage, variables internes) est présentée dans le tableau 3. Enfin, comme les mécanismes de déformation plastique du zirconium semblent être proches de ceux d'autres métaux à forte friction de réseau, nous nous sommes également intéressés aux modèles développés pour les métaux à structures cubiques centrées comme le fer- $\alpha$ . Libert [2007], en s'appuyant sur les travaux de Louchet [1976] et de Rauch [1993], a proposé un modèle qui nous semble pertinent pour les alliages de zirconium.

Dans la suite de cette partie, deux modèles sont détaillés : le modèle développé pour les métaux à structure cubique centrée [Rauch, 1994; Libert, 2007] ainsi que celui dit simplifié [Geyer, 1999].

### 1.5.1 Modèle développé pour les métaux à structure cubique centré [Rauch, 1994; Libert, 2007]

#### 1.5.1.1 Présentation du modèle

Le modèle de comportement qu'utilise Libert [2007] pour le fer- $\alpha$  est dérivé de celui de Louchet [1976] pour la loi d'écoulement et de celui de Rauch [1993] en ce qui concerne la loi d'écrouissage.

D'une part, les développements effectués par Libert [2007] portent sur la prise en compte des mécanismes d'activation thermique dans les lois d'écoulement et d'écrouissage. D'autre part, une dépendance en température des différents termes de la loi d'évolution des densités de dislocations est introduite, les mécanismes de production et d'annihilation des dislocations étant également fortement dépendants de la température.

#### 1.5.1.2 Loi d'écoulement intragranulaire

La loi d'écoulement du modèle est basée sur le mouvement thermiquement activé des segments vis [Louchet, 1976]. L'équation (13) est déduite de la théorie de l'activation thermique présentée au paragraphe 1.4.5 . L'équation proposée par Louchet est discrétisée pour chacun des 24 systèmes de glissement (s) :

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0^s \exp \left[ -\frac{\Delta G(\tau_{eff}^s)}{k_B T} \right] \text{signe}(\tau^s) \text{ si } \tau_{eff}^s > 0 \text{ avec } \Delta G(\tau_{eff}^s) = \Delta G_0 \left( 1 - \left( \frac{\tau_{eff}^s}{\tau_R} \right)^p \right)^q \quad (13)$$

$$\dot{\gamma}^s = 0 \text{ sinon} \quad \text{et } \tau_s = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\Delta}}_s$$

Le terme pré-exponentiel  $\dot{\gamma}_0^s$  est supposé constant en première approximation par Libert [2007], même s'il dépend de la longueur  $L$  du segment vis.

Le passage à l'échelle macroscopique pour le calcul de la vitesse de déformation totale pour un système est défini de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p = \dot{\gamma}_s \underline{\underline{\Delta}}_s \quad (14)$$

La vitesse de déformation plastique du monocristal est obtenue en sommant les contributions des différents systèmes de glissement :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^p = \sum_s \dot{\gamma}_s \underline{\underline{\Delta}}_s \quad (15)$$

L'énergie d'activation  $\Delta G(\tau_{eff}^s)$  est directement reliée à la cission effective  $\tau_{eff}^s$  s'exerçant sur le système (s). Cette cission est égale à la cission appliquée  $\tau^s$  retranchée de la contribution "athermique"  $\tau_\mu^s$  due aux obstacles (dislocations de type forêt et précipités) :

$$\tau_{eff}^s = \tau^s - \tau_\mu^s \quad (16)$$

$\Delta G(\tau_{eff}^s)$  peut s'exprimer à l'aide du volume d'activation  $V$ , qui est défini comme étant la dérivée partielle de  $\Delta G$  par rapport à  $\tau_{eff}^s$ , avec  $\dot{\epsilon}$  et  $T$  fixées :

$$V = - \left. \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_{eff}^s} \right|_{\dot{\epsilon}, T} \quad (17)$$

L'énergie libre d'activation  $\Delta G_0$  correspond à l'énergie d'activation pour  $\tau_{eff}^s = 0$ , ou autrement dit à la valeur de  $\Delta G$  dans le régime athermique lorsque l'agitation thermique suffit à assurer le franchissement de la barrière d'énergie et que l'apport de la contrainte effective n'est plus nécessaire. Il faut toutefois noter que le terme  $V$  dépend lui-même de la contrainte effective. De plus, considérer  $V$  constant en fonction de la température et de la température serait en contradiction avec les essais expérimentaux de sauts de vitesse.

### 1.5.1.3 Loi d'érouissage

L'évolution de l'érouissage repose sur la compétition entre les interactions à courte et longue distance que subissent les dislocations. Les interactions à courte distance désignent essentiellement la friction de réseau qui génère une contrainte effective  $\tau_{eff}^s$ . Les interactions à longue distance résultent quant à elles de la présence de dislocations forêt et de précipités : il faut fournir respectivement une contrainte  $\tau_i^s$  pour vaincre les arbres de la forêt et une contrainte  $\tau_0$  pour franchir les précipités (en l'absence de précipité  $\tau_0 = 0$ ). La contrainte d'écoulement  $\tau^s$  requise pour activer le glissement plastique est alors égale à la somme de ces trois contributions :

$$\tau^s = \tau_0 + \tau_{eff}^s + \tau_i^s \quad \text{où} \quad \tau_\mu^s = \tau_0 + \tau_i^s \quad (18)$$

Le modèle proposé par Rauch [1994] établit une expression particulière de la contrainte interne  $\tau_i^s$ . En raisonnant sur un brin de dislocation épinglé sur deux obstacles et présentant une partie vis soumis à la friction de réseau, ainsi qu'une partie mixte,  $\tau_i^s$  s'écrit :

$$\tau_i^s = \frac{(\alpha\mu b)^2 \rho}{\tau^s} \quad (19)$$

Le terme  $\rho$  désigne la densité totale de dislocations perçant le plan (s). Afin de représenter individuellement l'interaction de chaque système (s) avec chacun des 23 systèmes (u) potentiellement latents, le terme  $\alpha^2 \rho$  est remplacé par  $\sum_u a^{su} \rho^u$ .

D'autre part, Rauch propose de prendre en compte l'effet des précipités dans son modèle en retranchant  $\tau_0$  à la contrainte de cisaillement appliquée ( $\tau^s$ ) au dénominateur dans l'expression précédente. L'expression de  $\tau_i^s$  devient :

$$\tau_i^s = \frac{(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u}{\tau^s - \tau_0} \quad (20)$$

La combinaison des équations (18) et (20), et la résolution de l'équation du second degré correspondante, permet d'en déduire une expression de la contrainte d'écoulement  $\tau^s$ ; cette équation définit ainsi la loi d'érouissage de Libert [2007] (équation (21)).

$$\tau_i^s = \tau_0 + \frac{\tau_{eff}^s}{2} + \frac{1}{2} \sqrt{\tau_{eff}^s{}^2 + 4(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u} \quad (21)$$

A partir de cette équation, il est possible de retrouver deux expressions caractéristiques des comportements 'haute' et 'basse' température dans le fer  $\alpha$ .

Dans le comportement 'haute température', le terme  $\tau_{eff}^s$  devient négligeable devant les autres termes et nous retrouvons alors une loi d'érouissage comparable à celle du modèle de Tabourot [1992] (équation (22)).

$$\tau_i^s = \tau_0 + \alpha\mu b \sqrt{\sum_u a^{su} \rho^u} \quad (22)$$

Dans le cas du comportement 'basse température', le mécanisme de double décrochements devient prépondérant et  $\tau_i^s$  devient négligeable par rapport à  $\tau_{eff}^s$ ; les expressions ((18) et (20)) permettent alors de déduire la relation suivante.

$$\tau^s = \tau_{eff}^s + \frac{(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u}{\tau_s} \quad (23)$$

Dans ce cas précis, la dépendance entre la contrainte d'écoulement et la densité de dislocations tend à devenir linéaire. Ce type de dépendance a été observé expérimentalement dans le fer  $\alpha$  déformé à basse température [Keh et Weismann, 1963]. La loi d'écrouissage (21) assure de façon continue cette transition de régime de comportement.

#### 1.5.1.4 Loi d'évolution des densités de dislocations

La loi d'évolution des densités de dislocations est celle du modèle de plasticité cristalline de Tabourot [1992]. Cette loi décrit l'écrouissage des métaux de structure cubique centrée au-dessus de la température de transition de comportement plastique, mais n'est a priori pas adaptée au domaine de transition. Libert [2007] a entrepris des modifications pour tenir compte, de la manière la plus simple possible, de l'évolution des mécanismes élémentaires de plasticité lorsque  $T < T_a$ .

La loi d'évolution  $\dot{\rho}^s$  fait intervenir une compétition entre un terme de multiplication des dislocations, (essentiellement par sources de Frank et Read lorsque  $T < T_a$ ) et un terme d'annihilation des dislocations de signes opposés (équation (24)).

$$\dot{\rho}^s = \frac{\gamma^s}{b} \left( \frac{1}{\Lambda^s(T)} - g_c(T) \rho^s \right) \quad (24)$$

$$\frac{1}{\Lambda^s(T)} = \frac{1}{D_{latte}} + \frac{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}}{K(T)} \quad (25)$$

Dans l'expression du libre parcours moyen  $\Lambda^s$  (équation (25)) les obstacles sont à la fois constitués par les interfaces entre les lattes (via le paramètre  $D_{latte}$ ) et les dislocations perçant le plan de glissement du système (s). Le paramètre  $K$  est relié à l'efficacité du mécanisme de multiplication des dislocations : plus la valeur  $K$  est grande et moins les sources de dislocations sont efficaces.

Dans l'équation (24), le processus d'annihilation est relié au mécanisme de glissement dévié qui permet à des dislocations de signes opposés de s'annihiler. Or, le mécanisme de glissement associé à ce mécanisme devrait dépendre de la cission effective sur le plan de glissement dévié. Dans un souci de simplicité, la distance critique d'annihilation  $g_c$  suit une loi de type Arrhenius à deux paramètres :

$$g_c(T) = g_{c0} \exp\left(-\frac{E_{gc}}{k_B T}\right) \quad (26)$$

L'énergie d'activation  $E_{gc}$  et le terme pré-exponentiel  $g_{c0}$  sont considérés constants. Cette loi phénoménologique permet de décrire continûment l'évolution du mécanisme d'annihilation en fonction de la température.

### 1.5.2 Modèle simplifié [Geyer, 1999; Frénois, 2001; Onimus, 2004]

#### 1.5.2.1 Loi d'écoulement intragranulaire

Geyer [1999] puis Frénois [2001] et Onimus [2004] ont adopté quant à eux une approche simplifiée pour la prise en compte de la sensibilité à la vitesse dans la loi d'écoulement. Ils ont en effet considéré un volume d'activation constant avec la contrainte. Ceci leur permet d'aboutir à la loi d'écoulement suivante :

$$\dot{\gamma}^s = 2\dot{\gamma}_0^s \sinh\left[\frac{\tau_v V}{k_B T}\right] \text{signe}(\tau^s) \quad \text{si } \tau_v = |\tau^s| - \tau_\mu > 0 \quad \text{avec } \dot{\gamma}_0^s = \rho_m \nu_D b \Lambda \exp\left(\frac{\Delta H_0}{k_B T}\right) \quad (27)$$

$\tau_v$  étant la contrainte visqueuse,  $V$  le volume d'activation,  $\rho_m$  la densité de dislocations mobiles,  $b$  la norme du vecteur de Burgers,  $\nu_D$  la fréquence de Debye (fréquence de vibration atomique).  $\Lambda$  la

distance de saut (qui dépend de la nature de l'obstacle),  $\Delta H_0$  la hauteur d'énergie intrinsèque de l'obstacle (à 0 K),  $k_B$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température en Kelvin.

Le paramètre  $\dot{\gamma}_0^s$  est supposé constant et identique pour les glissements  $\langle a \rangle_P$ ,  $\langle a \rangle_{\pi_1}$  et  $\langle a \rangle_B$ . Un des intérêts de cette formulation est de faire apparaître explicitement le volume d'activation, pour lequel nous disposons d'informations quantitatives. Dans cette approche, le volume d'activation est également considéré comme constant en fonction de la contrainte (développement au premier ordre de  $\Delta G(\tau)$ ), celui-ci pouvant néanmoins évoluer avec la température.

### 1.5.2.2 Loi d'écrouissage intragranulaire

La loi d'écoulement décrite précédemment fait apparaître une première contribution à l'écrouissage intragranulaire avec la cission critique  $\tau_\mu$  dont il faut préciser l'évolution avec la déformation. Geyer [1999] a choisi d'introduire explicitement les variables de densités de dislocations pour chaque système pour décrire l'écrouissage du matériau. Il retient ainsi pour exprimer l'évolution de la cission critique avec l'écrouissage, la loi d'écrouissage utilisée pour les matériaux à structure cubique face centrée [Tabourot, 1992] plus simple que la loi proposée par Rauch [1993].

$$\tau_\mu = \tau_0 + \alpha\mu b \sqrt{\sum_{r \in S} (A_{rs}\rho_r)} \quad (28)$$

où  $\tau_0$  est la cission critique initiale,  $\mu$  est le module de cisaillement,  $b$  la norme du vecteur de Burgers, ( $\alpha A_{rs}$ ) des coefficients qui quantifient l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent (interactions dislocations-dislocations) et  $\rho$  la densité de dislocations du système  $r$  (notons qu'aucune distinction n'est faite entre la nature des dislocations, vis ou coins).

N'ayant pas d'information pour les alliages de zirconium, seulement trois coefficients sont introduits dans cette matrice :  $A_{aa}$  (respectivement  $A_{cc}$ ) pour les interactions entre les systèmes  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$  (respectivement  $\langle c+a \rangle / \langle c+a \rangle$ ) et  $A_{ac}$  pour les interactions entre les systèmes  $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ .

### 1.5.2.3 Loi d'évolution des densités de dislocations

Les variables densités de dislocations pour chaque système ayant été retenues pour décrire l'écrouissage intragranulaire, il faut préciser leur loi d'évolution avec la déformation plastique. Geyer [1999] a choisi une expression classique :

$$\dot{\rho}_s = \frac{\dot{\gamma}_s}{b} \left\{ \frac{1}{\lambda_s} - 2\gamma_s \rho_s \right\} \quad (29)$$

Le terme de multiplication n'évolue pas ici avec la densité de dislocation, contrairement au modèle précédent. Le terme d'annihilation dynamique est gouverné par une distance caractéristique ( $\gamma_s$ ) associée au rayon de capture des dislocations de signes opposés.

A noter que d'autres modèles existent dans la littérature, le tableau 3 donne un aperçu de ces approches. **A l'heure actuelle, aucun de ces modèles n'a été établi de façon claire, sur la base d'essais sur monocristaux, pour le zirconium.**

### 1.5.3 Synthèse de différents types de loi de comportement

#### 1.5.3.1 Présentation des modèles

Nom du modèle	Loi d'écoulement	Loi d'écrouissage	Variable d'état	Coefficients
Dexet [2006], Brenner [2001]	$\dot{\gamma} = \sum_{s=1}^{N_s} \dot{\gamma}_0^s \left  \sinh \left( \frac{\tau^s}{\tau_0^s} \right) \right ^{n_s} \text{sgn}(\tau^s)$	$\tau^k = \sum_k h_{sk} \left( \frac{\tau_{sat}^k - \tau_0^k}{\tau_{sat}^k - \tau_{ini}^k} \right)^{a_k}  \gamma_k $	$\dot{\gamma}^k, \tau^k$	$\tau_{sat}, \tau_{ini}, h_{sk}, \dot{\gamma}_0^s$
Tomé et Lebensohn [2001]	$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \sum_s m_{ij}^s \left( \frac{m^s : \sigma^{ic}}{\tau^s} \right)^n$	$\bar{\tau}^s = \tau_0^s + (\tau_1^s + \theta_1^s \Gamma) \left( 1 - \exp \left( - \frac{\theta_0^s \Gamma}{\tau_1^s} \right) \right)$	$\dot{\gamma}^s, \bar{\tau}^s, \Gamma$	$\dot{\gamma}_0^s, \tau_0^s, \theta_0^s, \theta_1^s$
Geyer [1999], Frénois [2001], Onimus [2004]	$\dot{\gamma}^s = 2 \dot{\gamma}_0^* sh \left[ \frac{\tau_v V}{k_B T} \right] \text{sgn}(\tau^s)$ $\dot{\gamma}_0^* = \rho_m b v_0 \Lambda \exp \left( - \frac{\Delta H_0}{k_B T} \right)$	$\tau_\mu = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\sum_{r \in S} (A_{rs} \rho_r)}$ $\dot{\rho}_s = \frac{\dot{\gamma}_s}{b} \left\{ \frac{1}{\lambda_s} - 2 y_s \rho_s \right\}$	$\dot{\gamma}^s, \dot{\rho}_s, \tau_v$	$\dot{\gamma}_0^s, \tau_0, \alpha, \mu, b$ $A_{rs}, y_s, T, k_B$ $v$
Libert [2007]	$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0^s \exp \left[ - \frac{\Delta G(\tau_{eff}^s)}{k_B T} \right] \text{sgn}(\tau^s)$	$\tau^s = \tau_0 + \frac{\tau_{eff}^s}{2} + \frac{1}{2} \sqrt{\tau_{eff}^{s2} + 4(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u}$ $\dot{\rho}^s = \frac{\dot{\gamma}^s}{b} \left( \frac{1}{\Lambda^s(T)} - g_c(T) \rho^s \right)$	$\Delta G, \tau_{eff}^s, \rho^u$	$T, k_B, \dot{\gamma}_0^s, \tau_0$ $\Lambda^s, b, g_c$
Shigesato [2007]	$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0^s \exp \left( - \frac{\Delta H(\tau)}{k_B T} \right)$ $\dot{\gamma}_0^s = \rho_m b \frac{v_D b^2}{l_c^2} \frac{1}{n_s x_c} \exp \left( - \frac{2C\mu b}{\tau} n_s x_c \right)$	$\tau = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\frac{\rho}{bf\Lambda}}$ $\rho = 1 - \exp(-fM\gamma) \quad \text{avec } f = \frac{2\beta R}{b}$	$\rho, \tau, \beta, \Lambda, \gamma$	$T, k_B, \dot{\gamma}_0^s, \alpha$ $\mu, b, \tau_0, M, R$

Tableau 3 - Synthèse de différents types de loi de comportement.



### 1.5.3.2 Définition des variables utilisées

Nom du modèle	Nom de la variable	Signification de la variable
Dexet [2006], Brenner [2001]	$\dot{\gamma}^k$ $\tau^k$ $\tau_{sat}^k$ $\tau_{ini}^k$ $\dot{\gamma}_0^s$ $h_{sk}$	vitesse de cisaillement du système k cission du système k cission de référence saturante du système k cission de référence initiale du système k vitesse de glissement de référence du système s matrice d'écrouissage
Tomé et Lebensohn [2001]	$\dot{\gamma}^s$ $\Gamma$ $\tau_0^s$ $\dot{\gamma}_0^s$ $\theta_0^s$ $\theta_1^s$	vitesse de cisaillement du système s cisaillement accumulé dans le grain cission de référence initiale du système k vitesse de glissement de référence du système s taux d'écrouissage initial du système s taux d'écrouissage saturant du système s
Geyer [1999], Frénois [2001], Onimus [2004]	$\dot{\gamma}^s$ $\tau_v$ $\tau_0$ $\alpha$ $A_{rs}$ $\lambda_s$	vitesse de cisaillement du système s contrainte visqueuse cission de référence coefficient qualifiant l'auto-écrouissage coefficient qualifiant l'écrouissage latent distance caractérisant le libre parcours moyen
Libert [2007]	$\Lambda_s$	distance caractérisant le libre parcours moyen
Shigesato [2007]	$M$ $R$ $\beta$	facteur de Taylor distance critique de capture d'une dislocation de signe opposé fraction de dislocations de signe opposé

## 1.6 Synthèse et objectifs

Les diverses modélisations proposées dans la littérature du comportement du zirconium et de ses alliages à l'état polycristallins ont été confrontées au problème de la détermination de la loi de comportement à l'échelle du monocristal. D'un côté, les modèles phénoménologiques (par exemple [Robinet, 1995]) comportent un nombre très élevé de variables internes qu'il est nécessaire d'ajuster pour déterminer le comportement du zirconium à une température donnée. De l'autre, les modèles polycristallins postulent une loi de comportement intragranulaire sans l'avoir déterminée expérimentalement.

La détermination de la loi de comportement intragranulaire est néanmoins complexe. En effet, il est nécessaire d'acquérir suffisamment de données expérimentales. La difficulté à obtenir des monocristaux de zirconium est la cause du peu de données expérimentales sur le zirconium monocristallin. Certains auteurs ont tout de même réussi à obtenir quelques courbes cission-cisaillement pour différentes teneurs en oxygène et à différentes températures [Soo et Higgins, 1968; Akhtar et Teghtsoonian, 1971]. Cependant, l'information sur ces derniers restent trop peu fournie (géométrie, orientation, vitesse de déformation, microstructure initiale des dislocations, glissement simple, taille ...). Il est important de noter que ces deux paramètres influencent grandement le comportement du zirconium, ce qui en complexifie sa modélisation.

**Le présent travail a donc pour objectif de déterminer une loi de comportement à l'échelle du monocristal du zirconium pour le glissement prismatique.** Afin de déterminer une loi de comportement monocristalline adaptée au zirconium, nous avons mis en place une démarche qui s'appuie d'une part sur une étude expérimentale et d'autre part sur des simulations numériques multi-échelles.

Du point de vue expérimental, nous avons utilisé un matériau particulièrement bien adapté à l'étude et dont nous disposons : du zirconium contenant seulement 100 ppm d'oxygène et dont les grains étaient de taille millimétrique. Sur ce matériau, des éprouvettes contenant un seul grain dans la section utile ont été prélevées permettant de réaliser une étude expérimentale sur des monocristaux.

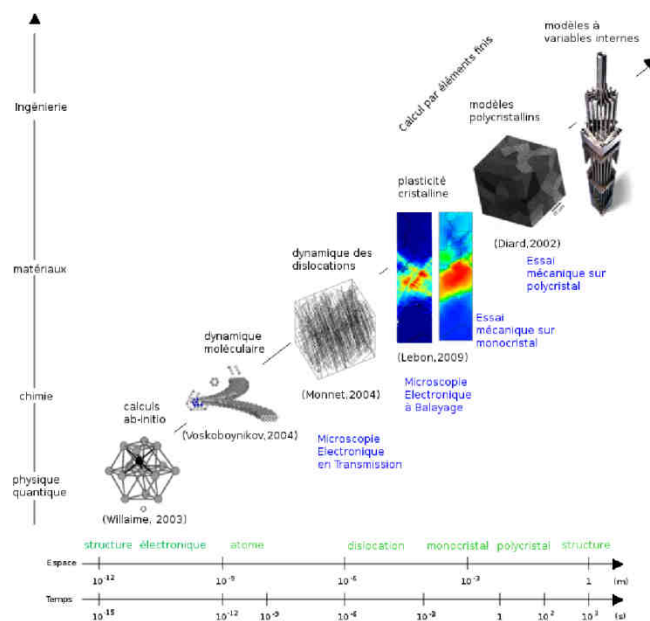


Figure 30 - Les échelles d'observation et les simulations numériques associées développées pour les alliages de zirconium. De la structure électronique jusqu'à l'assemblage combustible.

Différents essais à température ambiante ont été mis en œuvre à savoir des essais de traction monotone, de relaxation et de sauts de vitesses. Ces essais, couplés à la technique de corrélation d'images, ont pour but de quantifier la sensibilité à la vitesse du matériau ainsi que son écrouissage et sa cission critique dans le plan prismatique.

Le chapitre 2 détaille la méthode qui permet le dépouillement des essais mécaniques. Le chapitre 3 décrit les résultats obtenus et proposent une discussion sur l'hétérogénéité de la déformation, les cissions critiques, l'écrouissage et les volumes d'activation.

Du côté de la simulation, il a été choisi de travailler à deux échelles (figure 30). Le chapitre 4 présente tout d'abord une confrontation des deux lois de comportement présentées lors de l'étude bibliographique. Ensuite, la simulation par dynamique des dislocations a été utilisée dans le but final de déterminer la forme de la loi de comportement. Des premiers développements, simulations et discussions dans ce sens sont présentés dans le chapitre 5. Enfin, la loi de comportement cristalline a été implémentée dans un code par éléments finis afin de simuler les essais mécaniques réalisés sur les éprouvettes. Cette dernière étape permet de valider toute notre étude. La méthode ainsi que les résultats sont détaillés au chapitre 6.

# Chapitre 2 Matériau et méthodologie

## 2.1 Description du matériau de l'étude

### 2.1.1 Composition chimique

Le matériau choisi pour cette étude est du zirconium de grade « Van Arkel » hafnié. Sa particularité réside au niveau de sa pureté élevée en éléments interstitiels, notamment en oxygène. Cette caractéristique permet de favoriser la croissance des grains par traitement thermomécanique et également d'étudier un matériau à faible teneur en oxygène, élément qui, comme l'a montré l'étude bibliographique, joue un rôle important sur le comportement mécanique. Ce grade de zirconium contient 2.2% massique de hafnium, élément naturellement présent dans le minerai. Sa composition chimique est détaillée dans le tableau 4.

Tableau 4 - Composition chimique du zirconium Van Arkel.

Composition	Fe	O	Nb	Hf	C	H	N
Zr VA	500 ppm	100 ppm	0	2.2%	80 ppm	33 ppm	7 ppm

Ce matériau a déjà été grandement utilisé lors de précédentes études, notamment dans le cas du CPR SMIRN [Graff, 2006] mais également lors d'études plus récentes [Haquin et Onimus, 2008; Lescoat et Onimus, 2008; Lescoat et Onimus, 2010].

### 2.1.2 Obtention des éprouvettes multicristallines

Afin d'étudier les mécanismes de plasticité des monocristaux de zirconium, il a été choisi de faire croître les grains de zirconium de grade « Van Arkel », par des traitements thermomécaniques dans le but d'obtenir les grains les plus grands possible et d'y prélever des éprouvettes de traction.

L'approvisionnement de départ est une épingle de zirconium de grade « Van Arkel ». Différentes étapes sont réalisées dans le but d'obtenir une plaquette de 8 mm d'épaisseur présentant une taille de grain relativement fine et homogène (10 à 30 microns) tout en gardant la pureté d'origine, à savoir une faible teneur en oxygène. Les différentes étapes de la gamme d'élaboration sont les suivantes : une fusion à l'arc, un laminage à chaud de 25% de déformation à 760°C sous vide, suivi d'un laminage à froid de 30% puis d'un traitement de recristallisation final à 700°C d'une durée de deux heures. A l'issue de ce traitement, des caractérisations microstructurales ont permis de mettre en évidence une bonne homogénéité de la composition chimique dans l'épaisseur des plaquettes mais une certaine hétérogénéité en termes de taille de grains.

Dans un premier temps, un laminage à froid de 70% suivi d'une recristallisation à 820°C sous vide pendant une durée de 19 heures sont réalisés. La microstructure se compose à cet instant de grains équiaxes de 50  $\mu\text{m}$  en moyenne. Ensuite, une déformation de 2.2%, correspondant à l'écroutissage critique, est appliquée. Au final, un traitement final d'une durée de 48 heures à 820°C est réalisé.

L'échantillon initial recristallisé se présente alors sous la forme d'une plaquette contenant des grains de taille pouvant atteindre 3 mm (figure 32 et figure 33) [Chaubet et al., 2000; Bacroix et al., 2006]. Des clichés de microscopie électronique à transmission avec un grandissement de 45200 sont présentés sur la figure 31. La densité de dislocations initiale estimée grâce à ces clichés est de  $\rho_0 = 2.50 \times 10^6 \text{mm}^{-2}$  [Lescoat et Onimus, 2008].

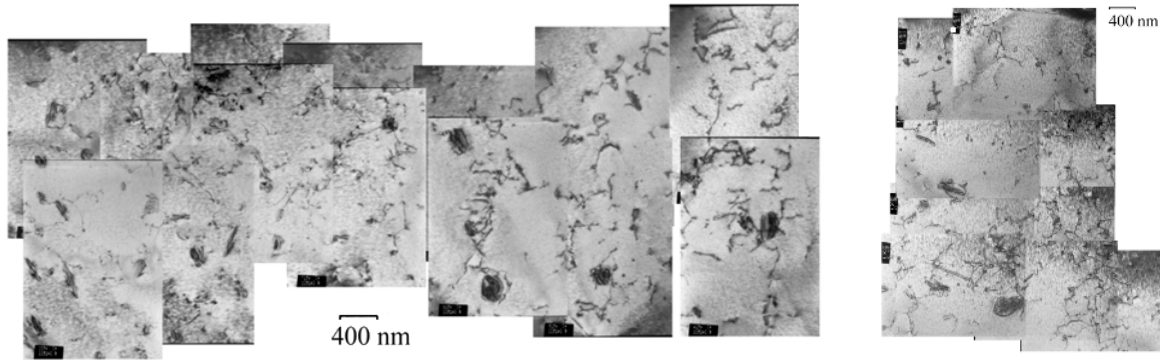


Figure 31 - Clichés de microscopie électronique en transmission obtenus par analyse de la lame mince représentative de l'état initial du matériau [Lescoat et Onimus, 2008].

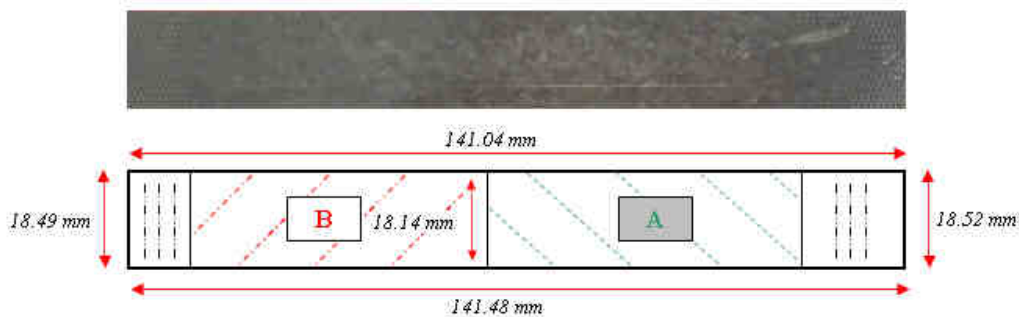


Figure 32 - Dimensions de la plaquette initiale de zirconium recristallisé et schéma de découpe.

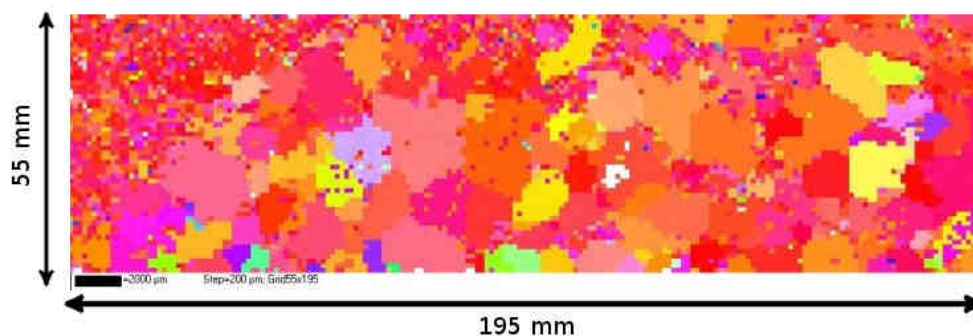


Figure 33 - Cliché EBSD d'une plaquette de zirconium Van Arkel.

La plaquette obtenue est divisée en deux parties A et B afin d'en faciliter la préparation (figure 32). Les deux zones non exploitables pincées par les mors sont découpées et serviront d'échantillons témoins pour les préparations de surfaces. Toutes les éprouvettes sont découpées selon un procédé d'électroérosion par fil.

Les éprouvettes de traction découpées dans chaque demi-plaquette doivent vérifier une condition : à un endroit de la longueur utile, un grain unique doit constituer la section de l'éprouvette. Ainsi, le plan de découpe des éprouvettes est fonction de la position des grains dans la plaquette.

Cependant, la quantité de matière première de zirconium Van Arkel à disposition étant limitée, nous avons choisi de prélever le maximum d'éprouvettes tout en respectant la condition précédente. Ceci a conduit à l'obtention d'éprouvettes ne contenant pas forcément de grain d'intérêt dans la longueur utile de celles-ci. Ces éprouvettes ne seront pas présentées et étudiées de façon approfondie dans la suite.

## 2.2 Préparation de surface

Afin de pouvoir observer et étudier nos éprouvettes, il a été nécessaire de préparer leur surface après leur découpe. Les conditions générales sont données ci-dessous.

Dans un premier temps, il s'agit de réaliser un polissage des deux faces et des tranches avec du papier abrasif (carbure de silicium). Les gammes de papiers abrasifs utilisées sont 1200 – 2400 – 4000.

Ensuite, les tranches sont attaquées chimiquement par le mélange HF, eau distillée et HNO<sub>3</sub>.

Pour finir, les deux faces sont polies électrolytiquement à l'aide d'une solution d'attaque « 7 – 2 – 1 » à 8°C dans un dispositif dénommé LectroPol (Struers). La composition de cet électrolyte est de 70 % d'éthanol, de 20% d'éther et de 10% d'acide perchlorique. La tension imposée entre l'anode et la cathode est de 15 V pour un temps d'attaque de 120 s.

Dans ces conditions, nous avons réussi à obtenir des éprouvettes présentant des surfaces de bonne qualité pour l'observation et la caractérisation des systèmes de glissement.

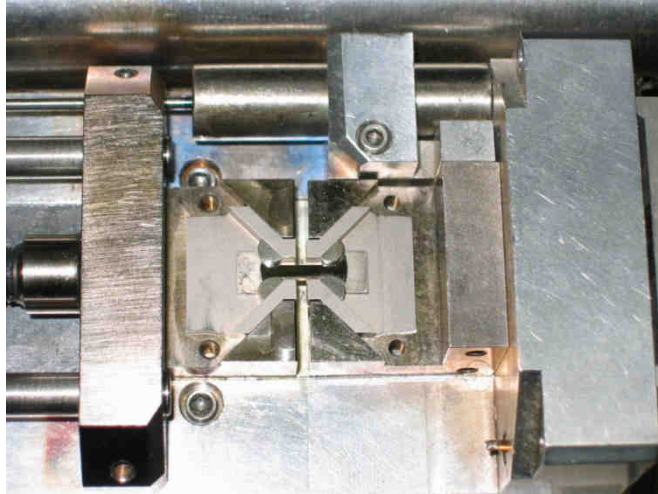
## 2.3 Types d'essais mécaniques réalisés et instrumentation

La faible quantité de matière présentant des grains millimétriques a conduit à prélever des éprouvettes de la taille la plus petite possible. Il a fallu trouver l'instrumentation adaptée. Nous avons alors choisi dans un premier temps de réaliser des essais sur une micromachine de traction dans un MEB (LSPM), les éprouvettes étant préalablement recouvertes de microgrilles. Ce dispositif permet de déterminer précisément les champs de déformations de notre matériau. Cependant, le temps d'acquisition des images limite leur nombre. Une autre méthode consiste à dégrader la résolution spatiale en recouvrant nos éprouvettes de mouchetis. Celles-ci sont ensuite déformées par une machine de traction couplée à un appareil photo numérique ou bien une caméra CCD. Nous obtenons ainsi le champ de déformation tout au long de l'essai. Ces différentes instrumentations sont décrites dans ce paragraphe.

### 2.3.1 Description des différents dispositifs utilisés

#### 2.3.1.1 *Micromachine de traction dans un MEB (Machine LSPM)*

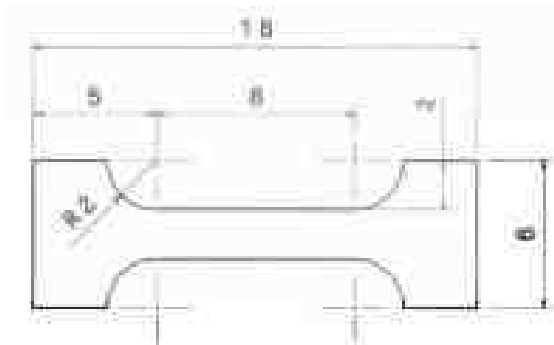
La micromachine de traction utilisée a été mise au point au laboratoire PSM à Villetaneuse (Paris XIII) (figure 34). Cette machine de traction présente l'avantage de pouvoir travailler dans une enceinte MEB, grâce à sa petite taille. Le MEB est donc aménagé de manière à pouvoir observer *in situ* la surface du matériau soumis à la traction. En effet, la machine de traction est fixée sur le plateau mobile du MEB, permettant ainsi d'observer différentes zones de l'éprouvette en cours d'essai. Compte tenu de la durée d'acquisition des images, ce dispositif implique d'interrompre l'essai pour observer l'éprouvette à différents stades de la déformation.



**Figure 34 - Photographie de la micromachine de traction dans l'enceinte MEB.**

La sollicitation est appliquée au niveau des congés de l'éprouvette. Durant l'essai, la force appliquée et le déplacement de la traverse sont mesurés. La cellule de force est de 1 kN.

Pour cette micromachine de traction, la longueur utile ainsi que les congés de l'éprouvette sont imposés par l'encombrement. La longueur des têtes est imposée par la largeur de la plaquette. En prenant tous ces paramètres en compte, la géométrie des éprouvettes déformées dans cette machine de traction est donnée figure 35.



**Figure 35 - Dimension des éprouvettes pour la micromachine de traction dans le MEB.**

Grâce à la microgrille préalablement déposée sur les éprouvettes, les champs de déformation en surface de l'éprouvette sont connus mais seulement pour un ou deux états macroscopiques de déformation de l'éprouvette.

### **2.3.1.2 Machine de traction hydraulique (Machine SRMA)**

Afin de déterminer les champs de déformation de l'éprouvette en continu durant l'essai mécanique, il a été choisi de déposer un mouchetis sur les éprouvettes et de suivre en continu, par caméra CCD la déformation de ce mouchetis.



Figure 36 - Machine de traction hydraulique de 10 tonnes.



Figure 37 - Amarrage pour la machine de traction de 10 tonnes.

La machine de traction hydraulique de 10 tonnes présente au SRMA (CEA) a été choisie pour ces essais (figure 36). Cette machine a été couplée à un amarrage spécifique et un capteur de force pour s'adapter à la géométrie et à la faible limite d'écoulement de nos éprouvettes (figure 37).

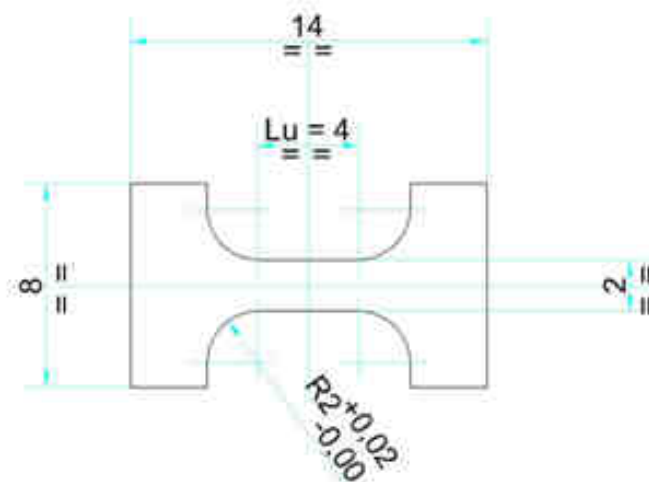


Figure 38 - Dimension des éprouvettes pour la machine de traction de 10 tonnes.

La longueur des têtes et le rayon de congé sont imposés par l'encombrement. La géométrie des éprouvettes est décrite figure 38.

La sollicitation des éprouvettes s'effectuent également au niveau des congés. La cellule de force est de 1 kN.



Afin de prendre des clichés de notre éprouvette tout au long de l'essai, nous utilisons une caméra CCD de 2MPx. Ce dispositif nous permet de prendre des images du mouchetis sur l'ensemble de toute l'éprouvette chaque seconde.

### 2.3.1.3 Micromachine de traction sous binoculaire (Machine LMS)

Enfin, une troisième machine de traction a été utilisée pour nos essais mécaniques : la micromachine de traction développée au LMS (Ecole Polytechnique). Cette machine est particulièrement adaptée, d'une part à la géométrie de nos éprouvettes, d'autre part à la possibilité de réaliser différents types d'essais (de relaxation, de saut de vitesse). Cette micromachine peut être utilisée à température ambiante, sous une loupe binoculaire équipée d'un appareil photo numérique. Ce dispositif permet également un suivi en continu de la déformation de l'éprouvette grâce au mouchetis préalablement déposé.

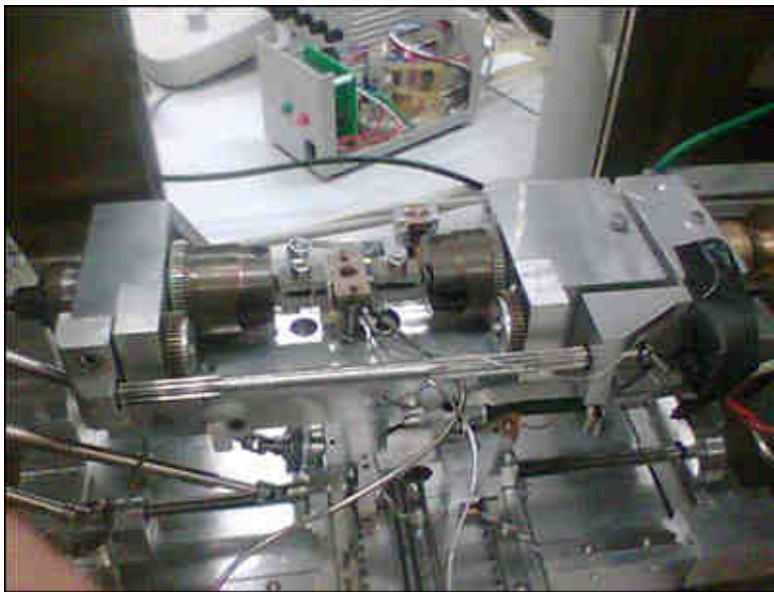


Figure 39 - Micromachine de traction sous binoculaire.

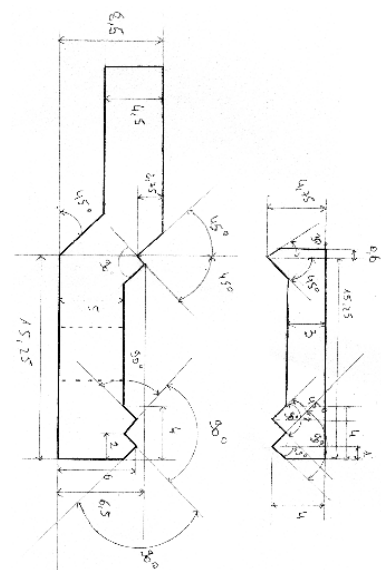


Figure 40 - Amarrage pour la micromachine de traction.

Des mors particuliers ont dû être usinés afin de s'adapter à la géométrie de nos éprouvettes. Ce dispositif pince les têtes des éprouvettes. Il s'avère ainsi primordial de serrer correctement l'amarrage afin de ne pas être dépendant d'un glissement de l'éprouvette pendant l'essai mécanique. D'autre part, l'alignement des mors est une étape importante pour ne pas induire de flexion de l'éprouvette lors de l'essai. La cellule de force est de 1kN.

Deux types de géométrie d'éprouvettes ont été utilisés sur cette machine. Des éprouvettes ont été usinées dans le sens long d'une demi-plaquette. Afin de s'assurer d'une tenue parfaite des éprouvettes pendant l'essai, de nouvelles éprouvettes, avec des têtes plus longues, ont été usinées (figure 41). Une partie des éprouvettes, prélevée dans le sens de travers de la plaquette, prévue sur la machine de traction hydraulique de 10 tonnes a aussi été utilisée pour ces essais.

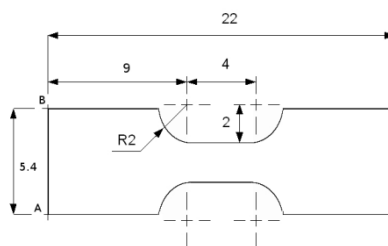


Figure 41 - Dimension des éprouvettes pour la micromachine de traction sous binoculaire.

### 2.3.2 Présentation des essais réalisés

Les premiers essais mécaniques ont été réalisés sur une machine de traction dans un MEB. Les éprouvettes sont dans ce cas recouvertes d'une microgrille. Cela permet d'obtenir une bonne résolution spatiale pour la corrélation d'images et donc la détermination précise des champs de déformation. Cependant, il est nécessaire de décharger la machine de traction pour l'acquisition des clichés de l'éprouvette déformée. En effet, la longueur des temps d'acquisition du cliché, combiné au fait qu'il soit nécessaire de prendre plusieurs clichés pour couvrir l'éprouvette, entraînerait une relaxation de l'éprouvette lors de l'acquisition. En effet, il n'est possible de déterminer, pendant une expérience d'une journée, seulement le champ de déformation pour deux niveaux distincts. Le champ de déformation de l'éprouvette ne peut donc être connu tout au long de l'essai. Uniquement des essais de traction sont réalisés sur ce dispositif.

L'objectif du développement d'un nouveau type d'essais est de pouvoir prendre des clichés de l'éprouvette déformée pendant la déformation, à savoir sous charge. Pour ce faire, toutes nos éprouvettes sont recouvertes d'un mouchetis. Les clichés de l'éprouvette déformée sont pris grâce à une caméra CCD ou un appareil photo numérique. Dans un premier temps, des essais de traction sont réalisés. Ces essais nous ont permis de déterminer la cission critique, l'écrouissage et l'activation des différents systèmes de glissement.

Cependant, ces paramètres ne sont pas les seuls qui gouvernent la déformation du monocristal. Un autre paramètre est également important : le volume d'activation. Pour le déterminer, plusieurs méthodes existent. Nous avons décidé de réaliser des essais de relaxation et de sauts de vitesse pour quantifier ce paramètre.

**Tableau 5 - Synthèse des essais réalisés.**

	Machine LSPM	Machine SRMA	Machine LMS
Traction monotone	A1, A2, A3	D3, D4	B1, B2, B3, C5
Traction / Saut de vitesse	-	D1	C1, C2
Traction / Relaxation	-	D2	C3, C4

Une synthèse des différents essais réalisés associés à chaque éprouvette est disponible dans le tableau 5. Il est important de noter que certaines éprouvettes présentes dans ce tableau sont décrites en annexe du fait de l'absence de grains d'intérêt dans la section utile de l'éprouvette.

## 2.4 Protocole d'analyse

Dans ce paragraphe est présentée la méthode d'analyse de nos éprouvettes avant et après déformation. L'objectif est d'expliquer la détermination des courbes  $\tau$  vs.  $\gamma$ , des taux d'écrouissage, de l'activation des différents systèmes de glissement et de la sensibilité à la vitesse du zirconium.

Une première partie détaille la façon dont nous procédons pour caractériser l'éprouvette avant déformation.

Ensuite, le dépouillement des essais mécaniques est expliqué d'une part pour les éprouvettes recouvertes d'une microgrille et de l'autre pour les éprouvettes recouvertes d'un mouchetis. Pour chaque partie, une éprouvette de traction monotone sert de guide pour illustrer la démarche.

## 2.4.1 Analyse avant déformation et orientation du grain d'intérêt

### 2.4.1.1 Observation en microscopie optique en lumière polarisée et en EBSD

Après préparation, les éprouvettes sont observées à l'aide de différentes techniques, en commençant par le Microscopie Optique en Lumière Polarisée (MOLP). L'objectif est de localiser le grain d'intérêt et de vérifier que celui-ci traverse bien l'éprouvette dans l'épaisseur. Le grain d'intérêt est dans notre étude celui qui constitue la section de l'éprouvette tout en concentrant la majorité de la déformation.

Sur l'éprouvette A1, deux grains d'intérêt occupent la section de l'éprouvette dans la longueur utile. Ces deux grains sont par ailleurs débouchant (figure 42).

Une fois l'analyse des observations au MOLP effectuée, il est important de réaliser des observations en EBSD afin de connaître avec précision la délimitation et l'orientation de nos grains.

L'ensemble de la face 1 de l'éprouvette est cartographié par EBSD permettant ainsi d'accéder aux facteurs de Schmid des différents systèmes de glissement de chaque grain (figure 43). Ceux-ci sont calculés à partir d'un programme Matlab développé dans le cadre de ce travail. Les angles d'Euler permettent également de représenter la maille hexagonale dans le plan de l'éprouvette et de tracer les projections stéréographiques pour les grains d'intérêt (figure 44). Les figures de pôles inverses de la direction de traction et de la normale à l'éprouvette sont également réalisées.

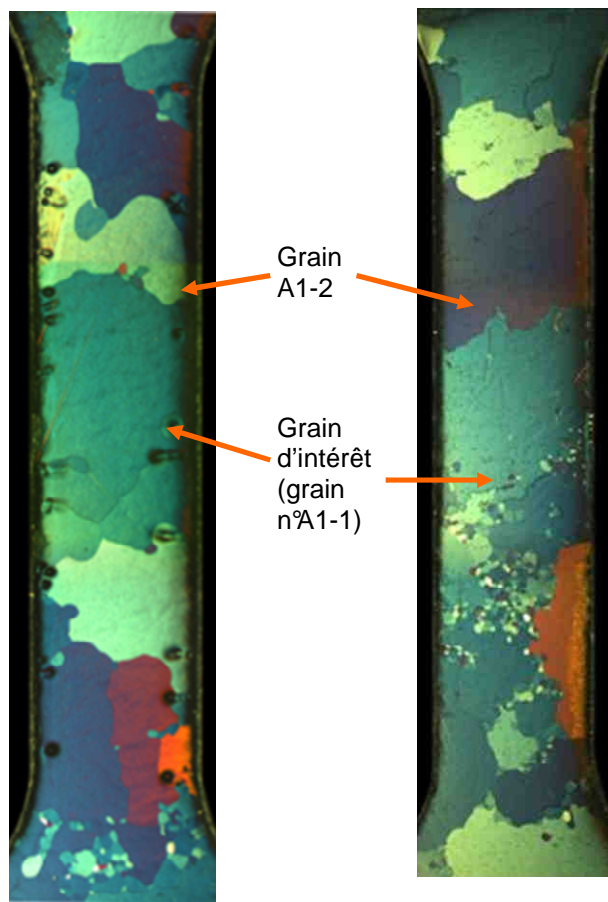


Figure 42 - Observations des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche) de l'éprouvette A1 au MOLP.

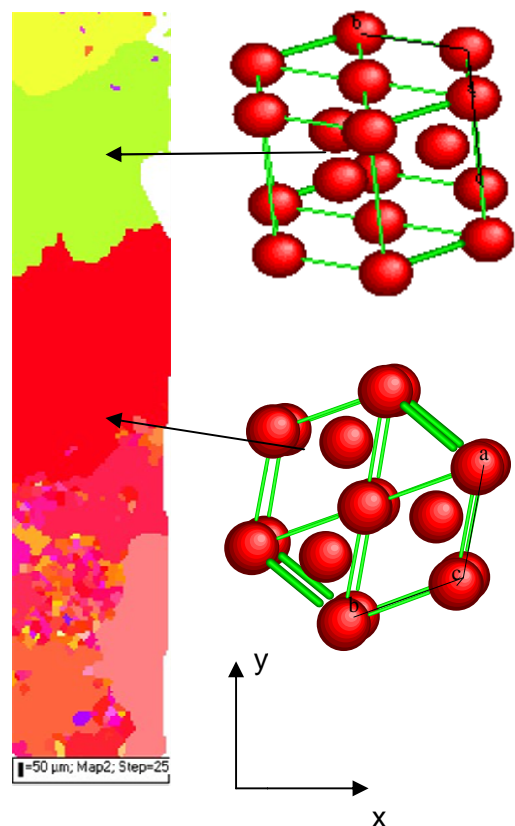


Figure 43 - Cartographie EBSD de la face 1 de l'éprouvette A1.

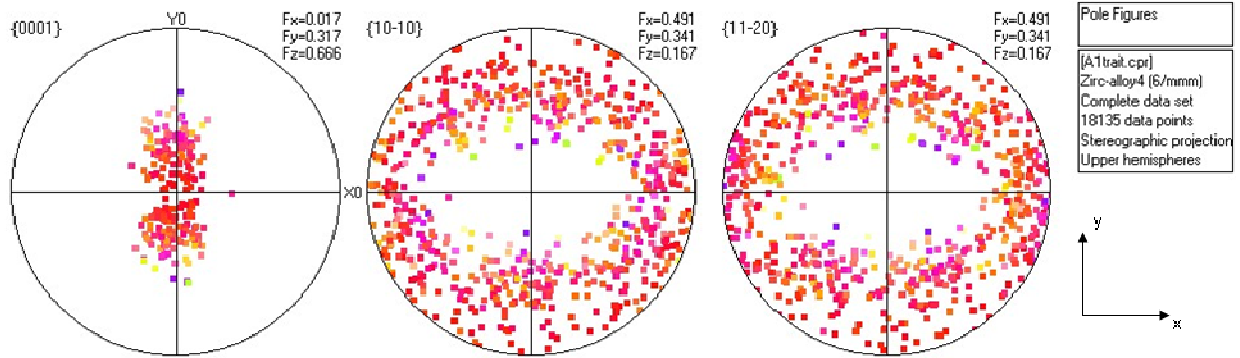


Figure 44 – Figures de pôle de l'éprouvette A1.

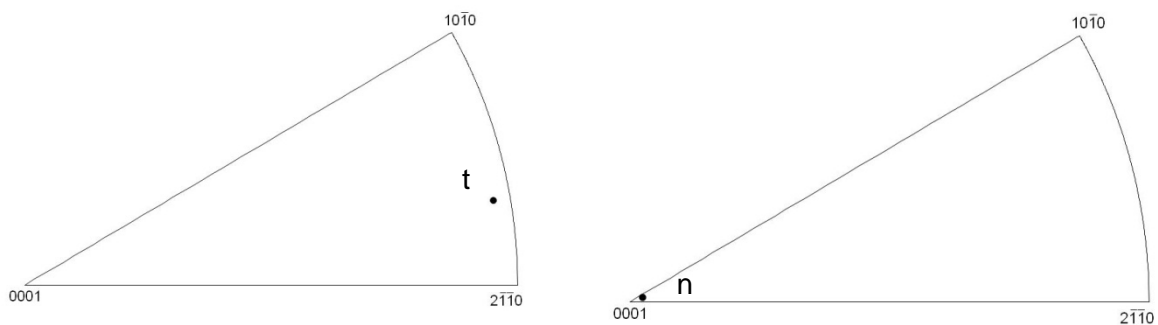


Figure 45 - Représentation dans le triangle standard du grain d'intérêt A1-1 de l'axe de traction (à gauche) et de la normale à l'éprouvette (à droite).

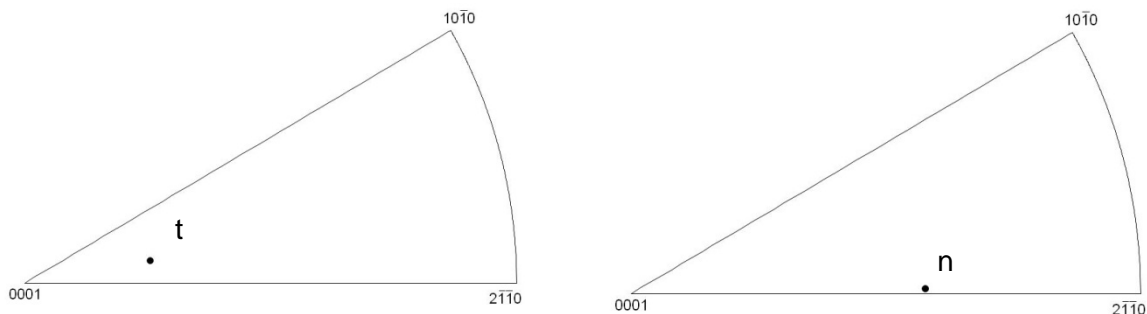


Figure 46 - Représentation dans le triangle standard du grain d'intérêt A1-2 de l'axe de traction (à gauche) et de la normale à l'éprouvette (à droite).

L'analyse EBSD confirme la présence de deux grains millimétriques le long de la section utile de cette éprouvette. L'orientation de ces deux grains est bien distincte. Le grain A1-1 présente un axe cristallographique  $\langle c \rangle$  très proche de la normale au plan de l'éprouvette ( $\theta = 177.3^\circ$ ), tandis que le grain A1-2 est orienté défavorablement pour le glissement prismatique, l'angle entre l'axe  $\langle c \rangle$  et la direction de traction est de l'ordre de  $30^\circ$  (figure 46). Cette analyse permet de conclure que seul le grain A1-1 est favorablement orienté pour le glissement prismatique.

#### 2.4.1.2 Calcul des facteurs de Schmid

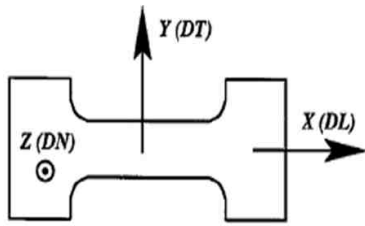
Grâce à l'EBSD, nous sommes capables de déterminer l'orientation du grain d'intérêt. Cependant, afin de calculer la cission critique des systèmes activés, il est nécessaire de calculer les facteurs de Schmid des différents systèmes de glissement. La méthode utilisée

par Doumalin [2009] est brièvement décrite. Cette méthode a été implémentée dans le logiciel Matlab dans le cadre de notre étude.

Soit  $f_s$  le facteur de Schmid géométrique du plan de normale unitaire  $N_s$  et de direction de glissement unitaire  $D_g$  sollicité dans la direction unitaire  $\underline{T}$ .

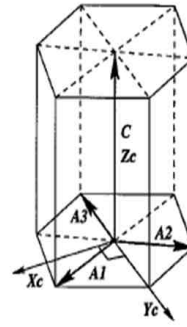
$$f_s = (\underline{T} \cdot \underline{D}_g) \cdot (\underline{T} \cdot \underline{N}_g) \quad (30)$$

Il est dans un premier temps nécessaire d'effectuer le passage entre le repère global (figure 47) et le repère du grain (figure 48). Pour ce faire, il est possible de calculer chaque matrice de passage liée à la rotation de chaque axe défini par les angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) en utilisant la convention de Bunge (tableau 6).



(X,Y,Z) Repère de l'échantillon

Figure 47 - Axes de l'échantillon.



(A1, A2, A3, C) Repère de la maille / (Xc, Yc, Zc) Repère du cristal

Figure 48 - Axes du cristal.

La matrice de passage globale sera la combinaison des trois matrices de passage précédemment calculées. Par conséquent, pour passer du repère macroscopique au repère du grain, il suffit d'utiliser :

$$\begin{pmatrix} x_c \\ y_c \\ z_c \end{pmatrix} = P \begin{pmatrix} x_1 \\ y_1 \\ z_1 \end{pmatrix} \quad \text{avec } P = (P_1 P_2 P_3)^T \quad (31)$$

Exprimons les vecteurs normaux et les directions de glissement des différents plans dans la base  $(x_c, y_c, z_c)$  et le vecteur unitaire colinéaire à la direction de traction dans la base de l'échantillon.

$$\underline{N}_g \begin{pmatrix} N_x \\ N_y \\ N_z \end{pmatrix} \quad \underline{D}_g \begin{pmatrix} D_x \\ D_y \\ D_z \end{pmatrix} \quad \underline{T} \begin{pmatrix} T_x \\ T_y \\ T_z \end{pmatrix} \quad (32)$$

Le facteur de Schmid peut donc maintenant être calculé.

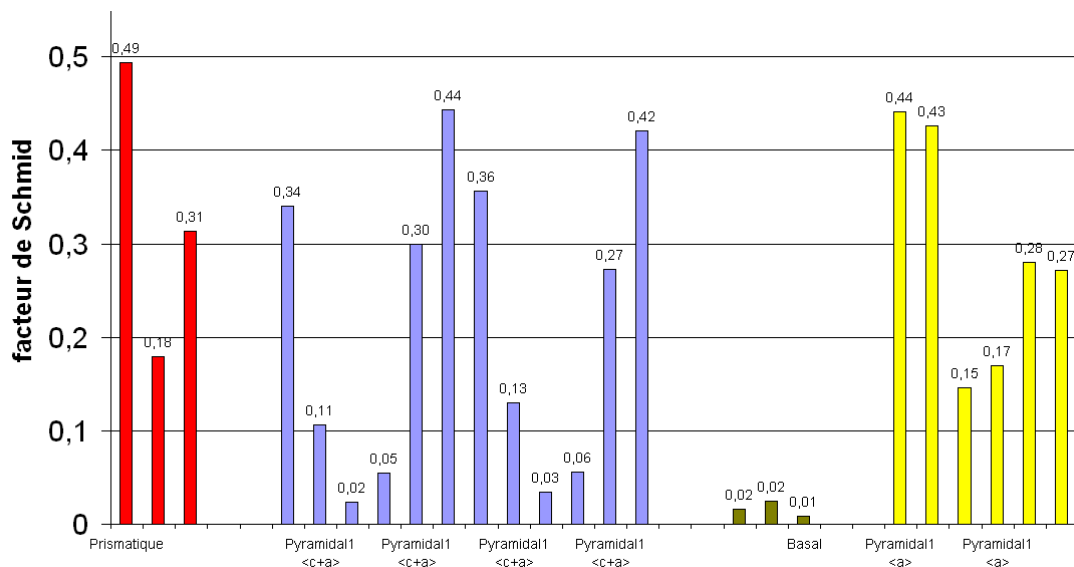
$$F_s = \left( P^T \begin{pmatrix} N_x \\ N_y \\ N_z \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} T_x \\ T_y \\ T_z \end{pmatrix} \right) \left( P^T \begin{pmatrix} D_x \\ D_y \\ D_z \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} T_x \\ T_y \\ T_z \end{pmatrix} \right) \quad (33)$$

**Tableau 6 - Définition des angles d'Euler.**

Angle d'Euler	Rotation	Matrice de passage
$\varphi_1$	Rotation d'axe X	$\begin{pmatrix} x_c \\ y_c \\ z_c \end{pmatrix} = P_1 \begin{pmatrix} x_1 \\ y_1 \\ z_1 \end{pmatrix} \text{ avec } P_1 = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_1) & -\sin(\varphi_1) & 0 \\ \sin(\varphi_1) & \cos(\varphi_1) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
$\phi$	Rotation d'axe Y	$\begin{pmatrix} x_c \\ y_c \\ z_c \end{pmatrix} = P_2 \begin{pmatrix} x_2 \\ y_2 \\ z_2 \end{pmatrix} \text{ avec } P_2 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\phi) & -\sin(\phi) \\ 0 & \sin(\phi) & \cos(\phi) \end{pmatrix}$
$\varphi_2$	Rotation d'axe Z	$\begin{pmatrix} x_c \\ y_c \\ z_c \end{pmatrix} = P_3 \begin{pmatrix} x_3 \\ y_3 \\ z_3 \end{pmatrix} \text{ avec } P_3 = \begin{pmatrix} \cos(\varphi_2) & -\sin(\varphi_2) & 0 \\ \sin(\varphi_2) & \cos(\varphi_2) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$

Nous avons représenté les facteurs de Schmid du grain d'intérêt A1-1 sous forme d'histogramme (figure 49). Cependant, d'après les données de la littérature [Tenchkoff, 1988], nous savons que le glissement prismatique est le glissement le plus facilement activé quelle que soit la température. D'autre part, étant donné l'importance des facteurs de Schmid des deux systèmes prismatiques calculés ici (0.49 et 0.31), nous pouvons nous attendre à activer ces deux systèmes de glissement lors de la déformation. Par la suite, nous allons vérifier, de façon expérimentale, que ce sont bien ces deux systèmes qui s'activent. A noter que pour ces deux systèmes, les angles entre la normale et leur vecteur de Bürgers sont très élevés :  $89^\circ$  pour le système principal  $(\bar{1}, 1, 0, 0)[11\bar{2}0]$  et  $87^\circ$  pour le système secondaire  $(1, 0, \bar{1}, 0)[1\bar{2}10]$ .

De façon systématique, nous appelons respectivement système principal, le système ayant le facteur de Schmid prismatique le plus élevé et système secondaire celui ayant un facteur de Schmid intermédiaire.



**Figure 49 - Facteurs de Schmid du grain d'intérêt A1-1.**

## 2.4.2 Protocole d'analyse après déformation des éprouvettes recouvertes d'une microgrille

### 2.4.2.1 Comportement de l'éprouvette à l'échelle macroscopique

Lors de la réalisation d'essais mécaniques, nous avons accès à deux valeurs physiques : le déplacement traverse et la force mesurée par un capteur de force. Il est donc possible de tracer avec les données brutes obtenues une courbe force/déplacement (figure 51). Pour le cas de l'éprouvette A1, nous avons réalisé un essai de traction monotone avec deux décharges. Toutes les contraintes et déformations calculées sont des valeurs rationnelles.

Pour déterminer la courbe contrainte/déformation, il est nécessaire d'une part de mesurer la section de l'éprouvette  $S$  et de l'autre de se fixer la longueur utile  $L_0$  de celle-ci (équation (34) et (35)). La longueur utile des éprouvettes est fixée à 8 mm qui correspond à la distance entre les congés.

$$\sigma_{\text{éprouvette}} = \frac{F}{S} \quad (34)$$

$$\varepsilon_{\text{éprouvette}} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (35)$$

$\sigma_{\text{sample}}$  est la contrainte macroscopique ressentie de l'éprouvette et  $\varepsilon_{\text{sample}}$  la déformation macroscopique de l'éprouvette.

Lors de l'essai de traction, l'éprouvette A1 est soumise à deux chargements : une première déformation totale, mesurée à l'aide du déplacement traverse, à 1.6 % (soit une déformation plastique traverse de 1.3%) suivie d'une décharge élastique avant de charger l'éprouvette à nouveau jusqu'à une déformation totale traverse de 2.6% (soit une déformation plastique traverse de 2.1 %). Entre ces deux étapes de chargement, nous avons pris soin de réaliser les clichés MEB de l'éprouvette afin d'accéder aux deux cartographies de déformation après les deux niveaux de plastification.

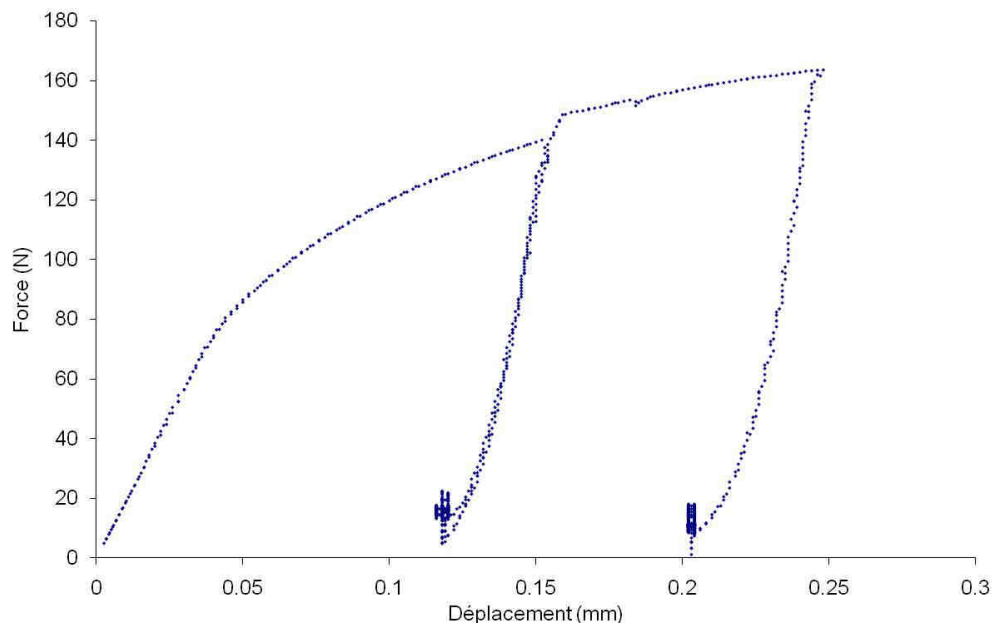


Figure 50 - Courbe force-déplacement de l'éprouvette A1.

La courbe contrainte-déformation de l'éprouvette A1 montre une particularité dans le domaine élastique (figure 51). Au début du chargement, la pente élastique apparente  $E_1$ , mise en évidence sur la courbe dans le domaine linéaire, est de 5.645 GPa. Lors du déchargement final la pente élastique apparente atteint 17.447 GPa (module comparable à celui de la première étape de déchargement). Puisqu'à deux reprises les pentes élastiques apparentes sont de l'ordre de 17 GPa, la valeur  $E_2$  de 17.447 GPa sera retenue. L'hypothèse formulée concernant la faiblesse relative de la pente  $E_1$  met en cause le positionnement de l'éprouvette en début d'essai. En effet, lors de cette manipulation, le contact entre les plots de la machine de traction et les congés ne rend peut être pas suffisamment solidaires la traverse et l'éprouvette en début d'essai, conduisant donc à un phénomène de rattrapage de jeu qui ne permet pas de mesurer correctement la pente élastique initiale.

Une mesure de distance entre les plots d'or de l'éprouvette avant et après déformation finale a été réalisée : celle-ci montre que les plots ont subi un déplacement (plastique) de 172  $\mu\text{m}$  (pour une distance initiale entre plots  $D_0 = 7.216 \text{ mm}$ ). Or, le déplacement de la traverse en fin d'essai était 211  $\mu\text{m}$ . Cela montre de plus que les congés contribuent à la déformation (plastique) de l'éprouvette dans son ensemble.

La limite d'élasticité de cette éprouvette est estimée à 30 MPa. Cette faible valeur s'explique par la microstructure du matériau. En effet, celui-ci présente de très gros grains millimétriques expliquant en partie la faible limite d'élasticité. D'autre part, du fait de son état recuit, le matériau contient une faible densité de dislocation expliquant aussi la faible limite d'élasticité. Enfin, le zirconium Van Arkel est également à faible teneur en éléments d'addition, notamment l'oxygène. Or, il a été montré par de nombreux auteurs que plus la teneur en oxygène est faible, plus la limite d'élasticité est faible [Mills et Craig, 1968; Soo et Higgins, 1968]. Nous remarquons également un écrouissage très faible et quasi linéaire.

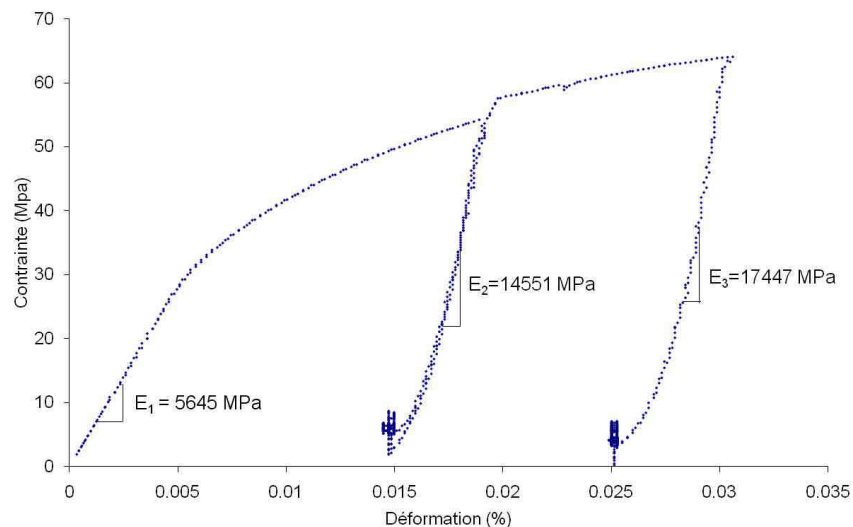


Figure 51 - Courbe contrainte-déformation de l'éprouvette A1.

#### 2.4.2.2 Etude des traces de glissement

La vue par MOLP de l'éprouvette A1 montre que cette éprouvette s'est considérablement déformée, puisque déjà, à cette échelle, la déformation de la microgrille est visible (figure 52). L'éprouvette semble s'être plastifiée uniquement au niveau du grain mou (grain A1-1). Le grain dur s'est également déformé, mais par maclage et uniquement à proximité du joint qui le sépare du grain mou (figure 52). A partir des observations de ce grain mou, nous tentons d'identifier les systèmes de glissement à l'origine de la déformation.



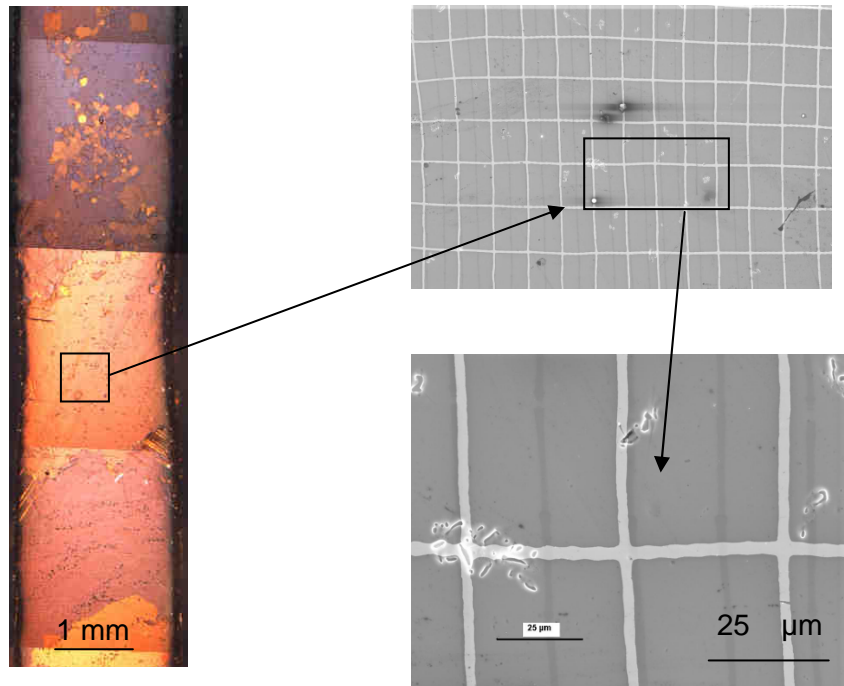


Figure 52 - Eproutette A1 après déformation (MOLP).

L'observation au MEB conventionnel (faible résolution spatiale) du grain dans une zone très déformée ne laisse paraître aucune ligne de glissement. Cependant, la hauteur des marches induites par le mouvement des dislocations,  $h$ , est reliée à l'angle entre la normale à la surface de l'éprouvette et la direction de glissement,  $\alpha$  par l'équation (36).

$$h = nb \cos \alpha \quad (36)$$

avec  $n$  le nombre de dislocations et  $b$  le vecteur de Burgers.

Le système prismatique vraisemblablement activé ( $f_s = 0.49$ ) présente sa direction de glissement quasiment dans le plan de l'éprouvette,  $\alpha_1 = 89^\circ$  (soit  $\cos \alpha_1 = 0.0175$ ) (figure 49), ce qui explique l'absence de trace de glissement visible.

Nous constatons qu'à un autre endroit du grain, des lignes de glissement sont visibles (figure 54 et figure 55). Pour identifier le système de glissement observé ici, nous étudions la projection stéréographique de ce grain (figure 53).

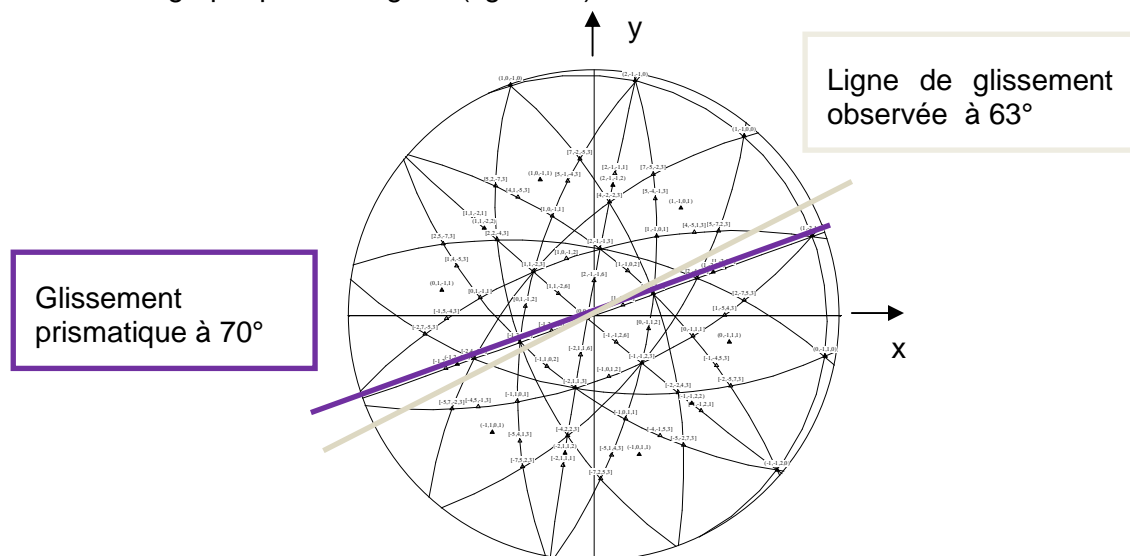


Figure 53 - Projection stéréographique du grain d'intérêt A1-1.

Nous constatons une différence de  $7^\circ$  entre la ligne observée et la direction de glissement théorique du système prismatique correspondant. L'erreur s'explique sans doute par l'utilisation d'une projection stéréographique avant déformation, mais peut-être également à un cumul d'erreur du positionnement de l'échantillon.

L'observation de ces lignes montre donc qu'un système prismatique moyennement bien orienté ( $f_s = 0.31$ ) s'est activé dans la zone centrale du grain. La faible visibilité des traces de glissement de ce système s'explique également par son orientation,  $\alpha_2 = 87^\circ$ . La valeur de la hauteur des marches est néanmoins cinq fois supérieure pour ce système par rapport au système principal ( $\cos \alpha_1 = 0.0175$ ,  $\cos \alpha_2 = 0.0523$ ,  $\cos \alpha_3 = 0.1736$ ).

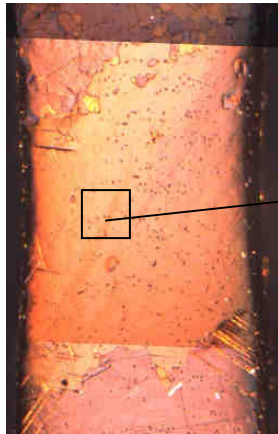


Figure 54 – Grain A1-1 après déformation (MOLP).

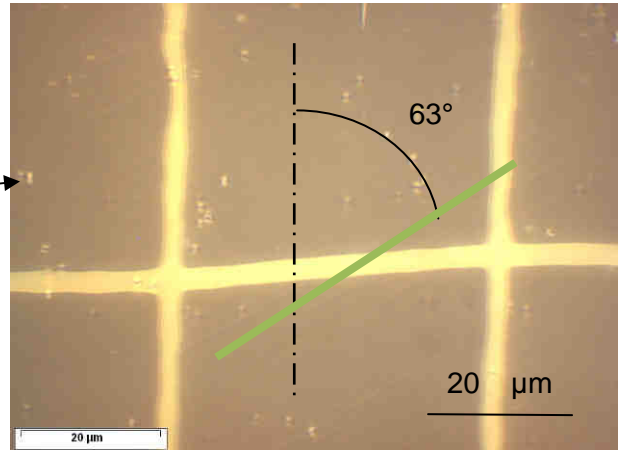


Figure 55 - Microscopie en lumière blanche du grain d'intérêt.

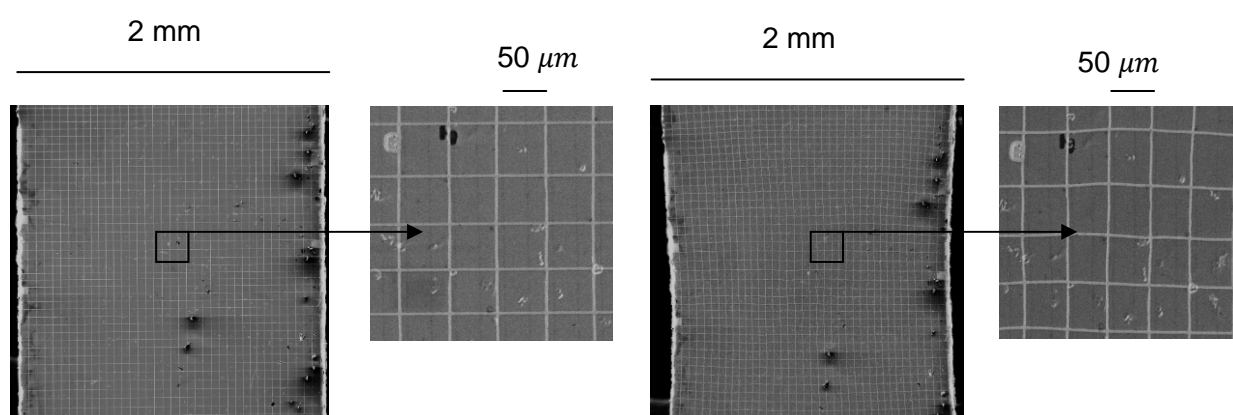
#### 2.4.2.3 Principe et méthode de la corrélation d'image

Notre objectif est d'obtenir le comportement du grain d'intérêt et ceci nécessite de déterminer précisément la déformation au sein du grain. Le moyen d'y parvenir est d'utiliser la corrélation d'images, à savoir la comparaison d'images numériques d'un même objet dans deux ou plusieurs configurations différentes. En effet, il est ainsi possible de déterminer le champ de déplacement conduisant de la première configuration, dite configuration de référence, aux suivantes, appelées configurations déformées.

L'objet du programme de corrélation d'images (Correlmanuv, développé au LMS de l'Ecole Polytechnique) est d'effectuer cette appariement entre points matériels homologues des diverses images enregistrées pour un grand nombre de points choisis dans l'image de référence. Le programme est notamment bien adapté à un contraste local fourni par une microgrille, permettant de réaliser l'opération d'appariement de manière automatique. C'est la raison pour laquelle un dépôt de microgrille d'or est réalisé sur les éprouvettes par lithographie avant déformation (figure 56). L'or, vis-à-vis du zirconium, offre en effet un contraste important sur les clichés pris au MEB, et ce matériau mou ne perturbe pas le comportement local du zirconium. Le pas de grille utilisé est de  $50 \mu\text{m}$ , l'épaisseur du barreau est d'environ  $3 \mu\text{m}$ . Lors du dépôt, chaque éprouvette subit quatre marquages de forme carrée afin de faciliter le repérage spatial de la surface lors des observations.

**Tableau 7 - Paramètres d'acquisition du MEB.**

Tension d'accélération	15 kV
Distance de travail	20 mm
Mode	Electrons secondaires
Résolution des images	4096x4096
Grandissement	X40
Temps/pixel	40 $\mu$ s/pixel
Temps de retour balayage	15 ms



**Figure 56 - Clichés MEB avant et après déformation d'une zone d'éprouvette A1.**

Pour assurer la qualité du résultat, un minimum de 4 pixels doit composer le barreau de 3  $\mu$ m, il y a donc des contraintes au niveau de la résolution des images à corrélérer. Le tableau 7 regroupe les paramètres d'acquisition utilisés.

Le grandissement est défini de manière à ce que la largeur de l'éprouvette soit contenue dans le cliché (figure 56). La largeur de l'éprouvette étant de 2 mm, un cliché de résolution de 4096x4096 pixels permet d'obtenir une définition de 2 pixels/ $\mu$ m, soit 6 pixels par barreau.

Afin de réaliser la corrélation d'images sur toute la longueur utile de l'éprouvette, cinq clichés sont donc nécessaires. Dans un premier temps, ces cinq clichés ont été traités indépendamment. Il s'agit de calculer la déformation plastique des cinq parties de l'éprouvette avec suffisamment de recouvrement. Ensuite un programme a été élaboré sous Matlab afin de rassembler les champs de déformations ainsi calculées sur les différentes zones et d'obtenir une cartographie complète des champs déformations de l'éprouvette (Annexe A).

Dans notre cas, il s'agit plus précisément des champs de déformations plastiques. Effectivement, les images sont réalisées lorsque plus aucune contrainte n'est appliquée sur l'éprouvette et ceci afin d'éviter une relaxation de l'éprouvette pendant la prise des images. Nous déterminons expérimentalement les trois composantes du tenseur de déformation dans le plan :  $\epsilon_{11}^{exp}$ ,  $\epsilon_{12}^{exp}$  et  $\epsilon_{22}^{exp}$ . La composante diagonale hors plan  $\epsilon_{33}^{exp}$  est déduite de l'équation (37) dite de conservation du volume pour la déformation plastique. Notons que ce point est parfois contesté dans les métaux hexagonaux.

$$\epsilon_{33}^{exp} = -(\epsilon_{11}^{exp} + \epsilon_{22}^{exp}) \quad (37)$$

La forme du tenseur des déformations plastiques expérimentales est donnée par l'équation (38).

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{\text{exp}} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11}^{\text{exp}} & \varepsilon_{12}^{\text{exp}} & ? \\ \varepsilon_{12}^{\text{exp}} & \varepsilon_{22}^{\text{exp}} & ? \\ ? & ? & \varepsilon_{33}^{\text{exp}} \end{pmatrix} \quad (38)$$

#### 2.4.2.4 Comportement de l'éprouvette à l'échelle microscopique

Afin d'obtenir la courbe cisson/cisaillement du grain d'intérêt, il est dans un premier temps nécessaire de calculer la déformation de l'éprouvette à l'échelle microscopique, c'est-à-dire dans notre cas, grâce à la technique de corrélation d'images.

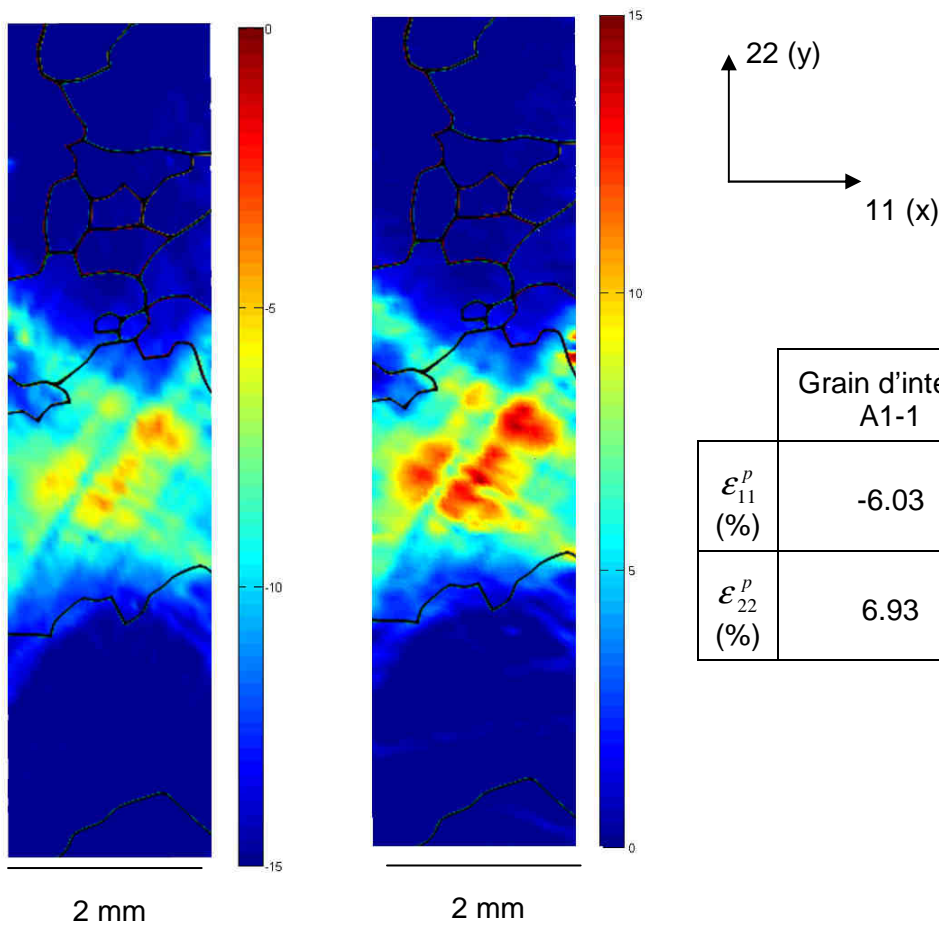


Figure 57 - Cartographie de  $\varepsilon_{11}^p$  de l'éprouvette A1.

Figure 58 - Cartographie de  $\varepsilon_{22}^p$  de l'éprouvette A1.

	Grain d'intérêt A1-1	Eprouvette
$\varepsilon_{11}^p$ (%)	-6.03	-2.08
$\varepsilon_{22}^p$ (%)	6.93	2.35

Tableau 8 - Déformation de l'éprouvette A1 et du grain A1-1 (en %) pour une déformation plastique mesurée par déplacement traverse de 2.18%.

Pour ce faire, les cartographies de déformation plastique de l'éprouvette A1 qui correspondent à une déformation plastique de 2.1% mesurée à l'aide du déplacement traverse sont présentées dans les directions transverses (figure 57) et de traction (figure 58). Cette éprouvette multicristalline présente la particularité de ne posséder qu'un seul grain déformé, appelé grain d'intérêt A1-1. Ceci nous permet de considérer notre éprouvette multicristalline comme un monocristal et donc d'étudier le comportement monocristallin du zirconium.

La réalisation de la cartographie de déformation nous permet de calculer la déformation plastique moyenne de l'éprouvette ainsi que la déformation moyenne du grain A1-1. Les différentes valeurs moyennes sont données dans le tableau 8 à titre d'exemple.

#### 2.4.2.5 Calcul des contributions des systèmes de glissement

Une fois que la déformation est déterminée à l'aide de la corrélation d'images, il est possible de calculer la contribution de chaque système de glissement par le calcul. Par simplification, nous considérons dans tous les cas que seuls les deux systèmes prismatiques principaux contribuent à la déformation. Néanmoins le code Matlab développé permet le traitement de quatre systèmes de glissement linéairement indépendants (c'est-à-dire au maximum deux systèmes prismatiques et deux autres systèmes), le nombre d'équations étant au nombre de quatre.

La contribution à la plasticité des cisaillements des deux systèmes de glissement s'écrit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{\text{exp}} = \gamma_1 \cdot \underline{\underline{\Delta}}_1 + \gamma_2 \cdot \underline{\underline{\Delta}}_2 \quad \text{avec } \underline{\underline{\Delta}} = \underline{\underline{n}} \otimes \underline{\underline{m}} \quad (39)$$

où  $\gamma_1$  et  $\gamma_2$  caractérisent le cisaillement des systèmes de glissement (inconnues à déterminer),  $\underline{\underline{\Delta}}_1$  et  $\underline{\underline{\Delta}}_2$  sont les tenseurs d'orientation des deux systèmes et  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{\text{exp}}$  est le tenseur des déformations expérimentales (équation (38)) dont les quatre composantes  $\varepsilon_{11}^{\text{exp}}$ ,  $\varepsilon_{12}^{\text{exp}}$ ,  $\varepsilon_{22}^{\text{exp}}$  et  $\varepsilon_{33}^{\text{exp}}$  sont connues.

En développant l'équation (39), nous obtenons quatre équations pour deux inconnues ( $\gamma_1$  et  $\gamma_2$ ). Une résolution par les moindres carrés (algorithme implémenté dans Matlab) est donc utilisée pour résoudre le système en chaque point. Nous cherchons donc à minimiser l'écart entre la valeur  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{\text{exp}}$  et celle calculée par  $\gamma_1 \cdot \underline{\underline{\Delta}}_1 + \gamma_2 \cdot \underline{\underline{\Delta}}_2$ . Cependant, même si l'écart est le plus infime possible, les deux valeurs  $\gamma_1$  et  $\gamma_2$  obtenues par cette méthode ne permettent pas d'obtenir l'égalité (39). Par conséquent, nous recalculons une valeur  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{\text{calc}}$  qui permet de satisfaire la relation  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{\text{calc}} = \gamma_1 \cdot \underline{\underline{\Delta}}_1 + \gamma_2 \cdot \underline{\underline{\Delta}}_2$  avec les  $\gamma_1$  et  $\gamma_2$  calculés précédemment.

#### 2.4.2.6 Calcul de l'erreur

Lors de la résolution des équations précédentes par la méthode des moindres carrés, une erreur,  $E_r$ , est produite pour chaque point. Nous avons décidé de la quantifier. Pour ce faire, une valeur comprise entre 0 et 1 est calculée de manière à prendre en compte les valeurs expérimentales ( $\varepsilon_{ij}^{\text{exp}}$ ) et calculées par cette méthode ( $\varepsilon_{ij}^{\text{calc}}$ ) de la déformation (équation (40)).

$$E_r = \frac{\sqrt{(\varepsilon_{11}^{\text{calc}} - \varepsilon_{11}^{\text{exp}})^2 + (\varepsilon_{22}^{\text{calc}} - \varepsilon_{22}^{\text{exp}})^2 + (\varepsilon_{12}^{\text{calc}} - \varepsilon_{12}^{\text{exp}})^2}}{\sqrt{\varepsilon_{11}^{\text{exp}^2} + \varepsilon_{22}^{\text{exp}^2} + \varepsilon_{12}^{\text{exp}^2}}} \quad (40)$$

#### 2.4.2.7 Cisaillement du grain d'intérêt

La méthode est maintenant appliquée à l'éprouvette A1 et plus particulièrement au grain d'intérêt A1-1.

Les taux de cisaillement moyens dans le grain sont calculés lors du premier déchargement à savoir lorsque le taux de déformation plastique macroscopique de l'éprouvette, calculé à l'aide du déplacement traverse, vaut 1.13%. Il est de 6,99 % pour le système principal ( $f_s = 0.49$ ) et 0,87 % pour le système secondaire ( $f_s = 0.31$ ).

La figure 60 représente le cisaillement suivant le système principal et le système secondaire pour une déformation plastique macroscopique de l'éprouvette, calculée à l'aide du déplacement traverse, de 2,18 %. L'orientation des deux systèmes est présentée sur la figure 59. La valeur moyenne de l'activation des systèmes est calculée. Le taux moyen de cisaillement du système principal est de 13,13 % tandis que celui du système secondaire est de 1,40 %. Par conséquent, nous en déduisons qu'un seul système s'active principalement. La déformation de l'éprouvette se produit donc essentiellement par glissement simple. Pour le système principal, nous remarquons que le taux de cisaillement a doublé lorsque la déformation macroscopique double.

L'erreur calculée montre que la méthode est d'une grande fiabilité (figure 61), sa valeur moyenne étant de seulement 7.39 %.

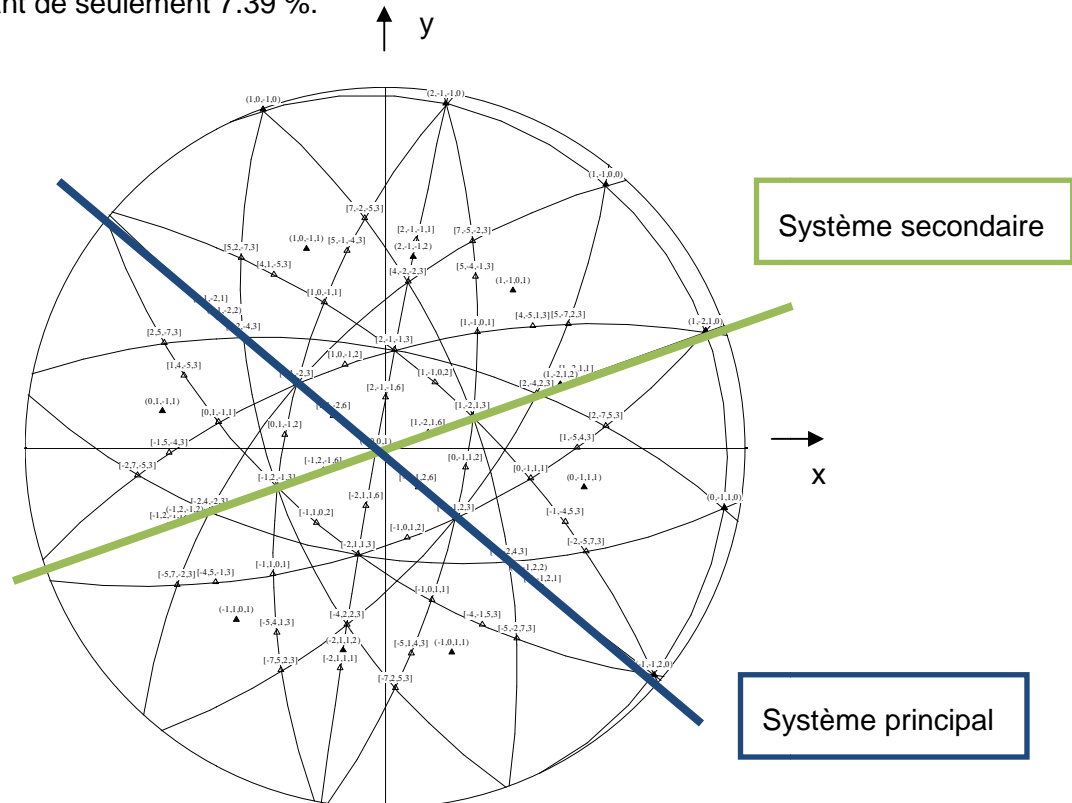


Figure 59 - Orientation des deux systèmes prismatiques principaux pour le grain A1-1.

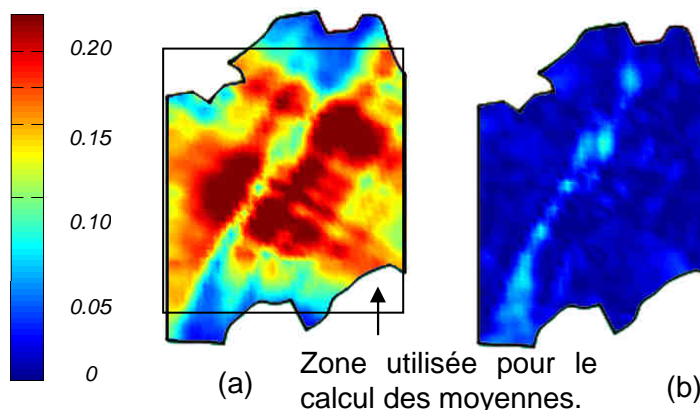


Figure 60 – Taux de cisaillement du système principal (a) et du système secondaire (b) de l'éprouvette A1.

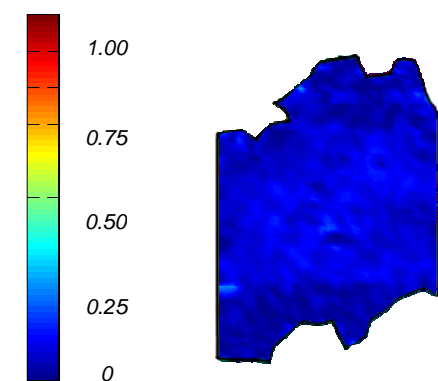


Figure 61 – Erreur de l'éprouvette A1.

### 2.4.2.8 Méthode pour obtenir une courbe monocristalline

D'après les corrélations d'images, nous avons pu constater que seul le grain bien orienté de l'éprouvette A1 (A1-1) s'est déformé par glissement lors de l'essai mécanique. Il est donc en principe possible d'assimiler le comportement mécanique de l'éprouvette A1 à celui d'un monocristal de zirconium. Afin de déduire la courbe cisssion/cisaillement du monocristal, plusieurs opérations sont nécessaires pour prendre en compte le comportement plastique.

Nous nous intéressons ici uniquement au comportement plastique du matériau. La courbe de la figure 51 est donc traitée de façon à déduire la déformation plastique de l'éprouvette. Afin de prendre en compte les jeux, la courbe est translatée d'une valeur  $\varepsilon_0$  de façon à ce que la limite d'élasticité (écart à la linéarité) soit bien obtenue pour une déformation plastique nulle, c'est-à-dire :  $\sigma(\varepsilon^p = 0) = \sigma_e = 28 \text{ MPa}$ .

$$\langle \varepsilon^p \rangle = \varepsilon^{trav} - \frac{F}{S.E_2} - \varepsilon_0 \quad (41)$$

avec  $\varepsilon^{trav}$  la déformation imposée par la traverse,  $F$  la force mesurée,  $S$  la section de l'éprouvette,  $E_2$  le module d'Young de la pente apparente ( $E_2 = 17,447 \text{ GPa}$ ) et  $\varepsilon_0$  une valeur permettant de prendre en compte les jeux. Le déchargement intermédiaire a également été supprimé sur la courbe contrainte-déformation plastique.

Afin de déterminer le comportement du grain A1-1, la déformation plastique doit être rapportée au niveau de ce grain. Pour cela, la déformation plastique moyenne de l'éprouvette déduite du déplacement traverse ainsi que la déformation plastique moyenne du grain mesurée par la corrélation d'images ont été calculées. Le rapport des deux déformations à 2.18% de déformation plastique traverse permet d'obtenir à l'aide du tableau 8 la relation suivante :

$$\varepsilon_{grain}^{pcorrel} = 3.17 \times \varepsilon_{eprouvette}^{ptrav} \quad (42)$$

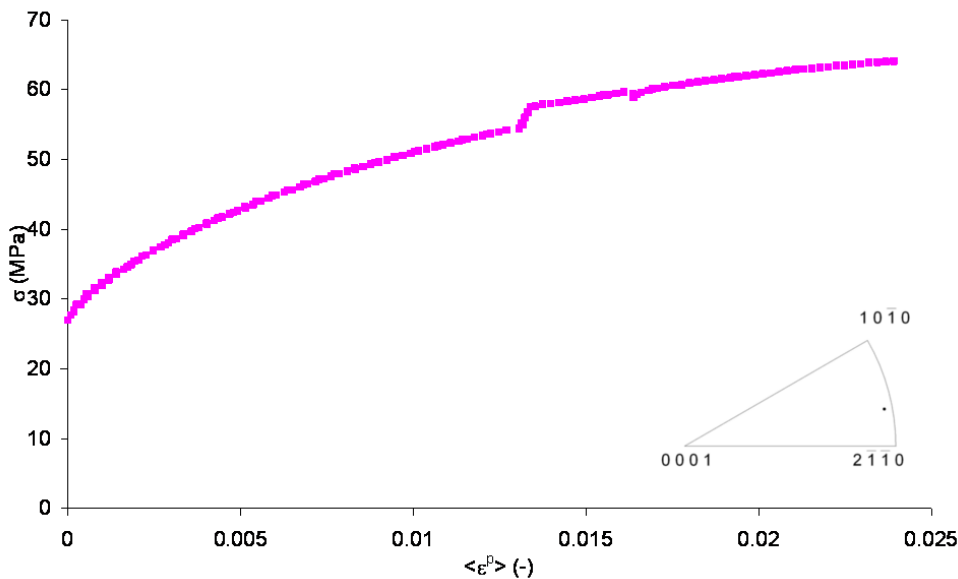


Figure 62 - Courbe contrainte/déformation plastique de l'éprouvette A1.

Afin de comparer le comportement en plasticité du grain au comportement du monocristal extrait de la littérature [Akhtar et Teghtsoonian, 1971], la représentation à

adopter est de la forme  $\tau = f(\gamma^p)$ . Nous considérons que seul le système ayant pour facteur de Schmid 0.49 s'active. Par conséquent, à l'aide de la corrélation d'images (paragraphe 2.4.2.7), il est possible de calculer le coefficient qui permet le passage de la déformation plastique du monocristal  $\varepsilon_{grain}^{p\text{correl}}$  vers le cisaillement plastique  $\gamma^p$ . Dans le cas où la déformation plastique de la traverse vaut 2.18%, la relation est :

$$\gamma^p = 1.89 \times \varepsilon_{grain}^{p\text{correl}} \quad (43)$$

Ce coefficient de proportionnalité est appliqué à l'ensemble de la courbe de traction permettant ainsi de tracer la courbe  $\tau$  vs.  $\gamma$  (figure 63).

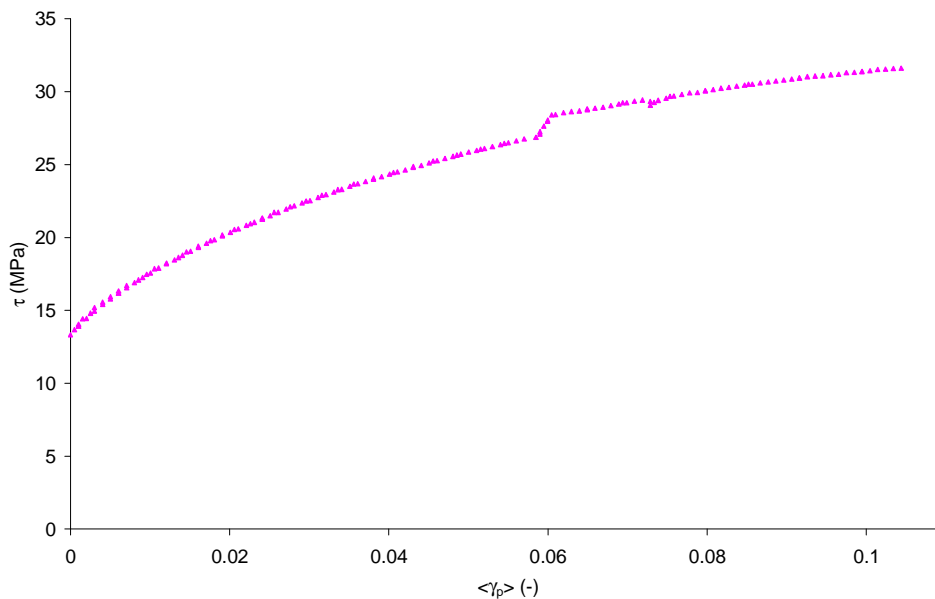
Nous avons également calculé les coefficients des équations (42) et (43) lorsque la déformation plastique traverse vaut 1.13%. Ces coefficients sont du même ordre de grandeur valant respectivement 3.04 et 1.99.

Dans notre cas pratique, le facteur de Schmid est de 0.49. En appliquant la formule de Schmid et Boas (équation (44)), la courbe cission/cisaillement plastique peut donc être tracée.

$$\tau = f_s \sigma \quad (44)$$

avec  $f_s$  le facteur de Schmid.

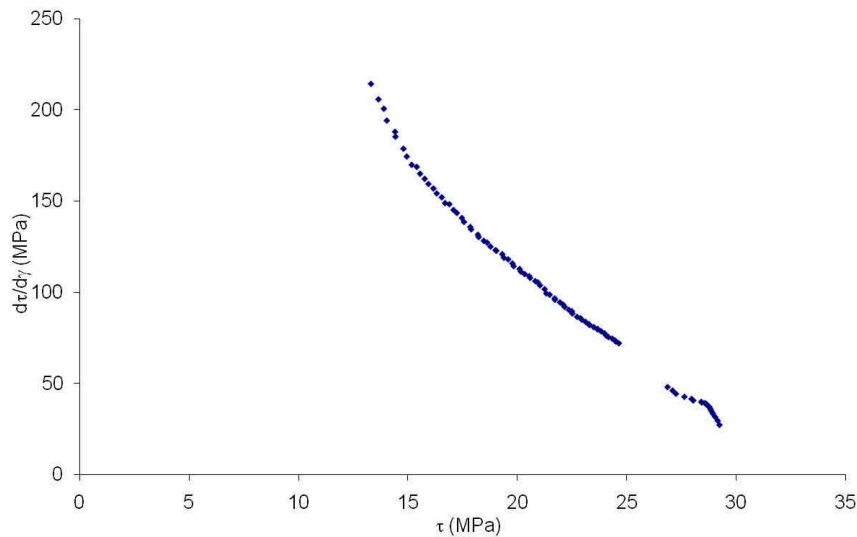
La valeur de la cission critique, calculée ici de 14 MPa, est proche de celle trouvée dans la littérature [Soo et Higgins, 1968] pour un zirconium de même teneur en oxygène.



**Figure 63 - Courbe cission/cisaillement plastique du grain A1-1 ( $\dot{\gamma} = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).**

L'écroutissage a également été calculé pour la grain d'intérêt A1-1. Nous remarquons un écroutissage faible et une diminution linéaire de celui-ci (figure 64). A noter que le calcul de l'écroutissage se base sur le taux d'activité de cisaillement obtenu à la fin de l'essai.





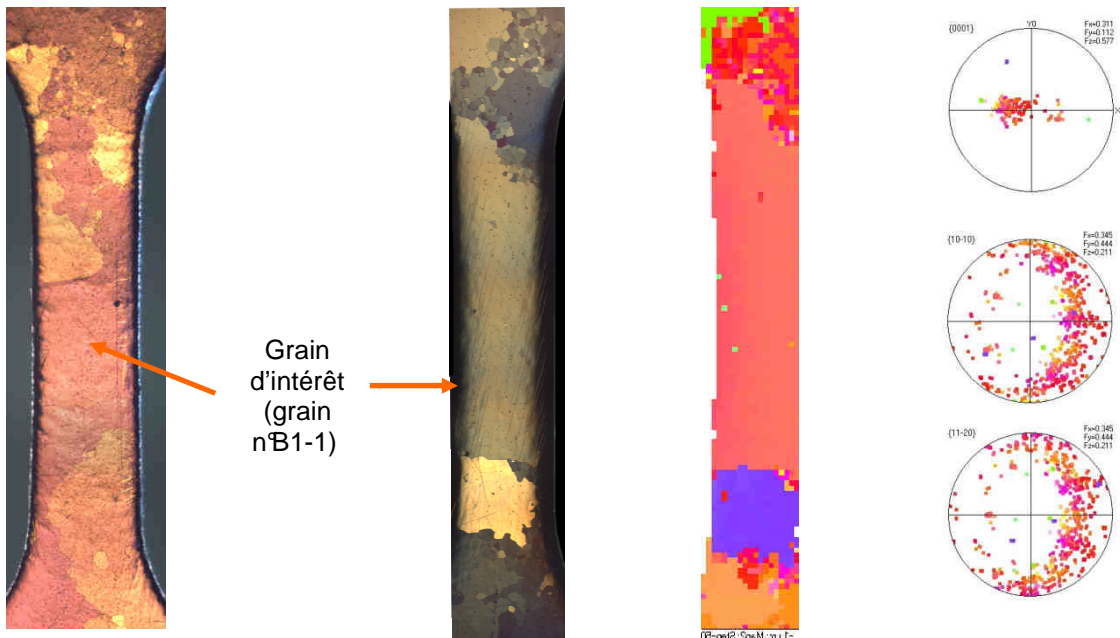
**Figure 64 - Ecouissage de l'éprouvette A1.**

### 2.4.3 Protocole d'analyse après déformation des éprouvettes recouvertes d'un mouchetis

Afin de déterminer les champs de déformation de l'éprouvette tout au long de la déformation sans utiliser l'information de la déformation traverse, d'autres essais ont été réalisés. Cette fois-ci les éprouvettes sont recouvertes d'un mouchetis et des images de l'éprouvette déformée sont acquises tout au long de l'essai mécanique. Dans ce paragraphe, une rapide présentation de l'éprouvette est effectuée. Nous insisterons sur les différences par rapport au dépouillement des éprouvettes recouvertes d'une microgrille.

#### 2.4.3.1 Présentation de l'éprouvette B1

L'éprouvette B1 est caractérisée figure 65 et figure 66.



**Figure 65.1 - Observation au MOLP des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche).**

**Figure 65.2 - Cartographie EBSD (à gauche) et figure de pôles (à droite).**

**Figure 65 - Caractérisation avant déformation de l'éprouvette B1.**

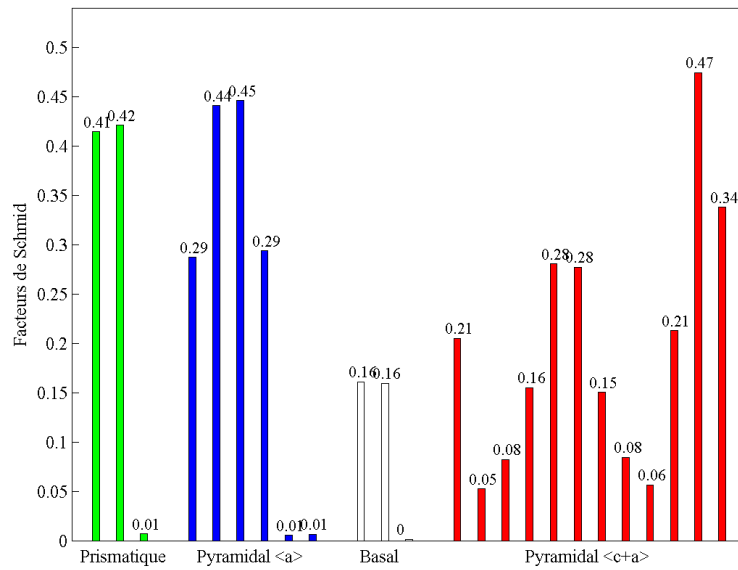


Figure 66.1 - Facteurs de Schmid.

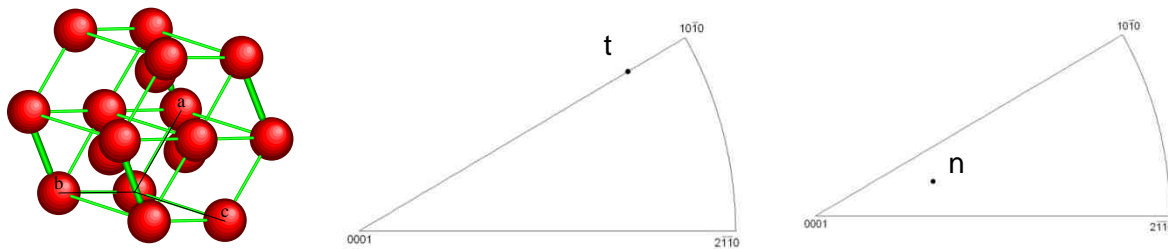


Figure 66.2 – Schématisation (à gauche) et projection dans le triangle standard (à droite) ( $\varphi_1 = 58.1$ ,  $\phi = 136.9$ ,  $\varphi_2 = 50.0$ ).

Figure 66 - Caractérisation du grain d'intérêt B2-1.

L'éprouvette est ensuite recouverte d'un mouchetis. C'est une étape importante pour obtenir une bonne résolution. En effet, la taille du plus petit élément de corrélation qu'il est possible de prendre ne peut être plus petit que la plus petite tache (noire ou blanche). Le dispositif développé au SEMI (Service d'Etude des Matériaux Irradiés du CEA) puis au SRMA permet de produire un mouchetis qui permet une résolution spatiale comprise entre 100 et 150  $\mu\text{m}$ . Pour rappel, la résolution spatiale obtenue par la microgrille est de 50  $\mu\text{m}$ .

#### 2.4.3.2 Comportement macroscopique de l'éprouvette

Tout comme l'éprouvette précédente, nous avons accès au déplacement traverse et à la force mesurée par un capteur de force. Nous traçons donc dans un premier temps la courbe force/déplacement (figure 67). Une seule décharge a été réalisée pour cette éprouvette. Ceci est le cas pour tous les essais où nos éprouvettes sont recouvertes d'un mouchetis. En effet, il n'est pas nécessaire de décharger l'éprouvette car les clichés de l'éprouvette déformée sont pris en continu, tout au long de l'essai. Le zoom de l'appareil photographique numérique ou de la caméra CCD est réglé de façon à visualiser toute la longueur utile de l'éprouvette au minimum.

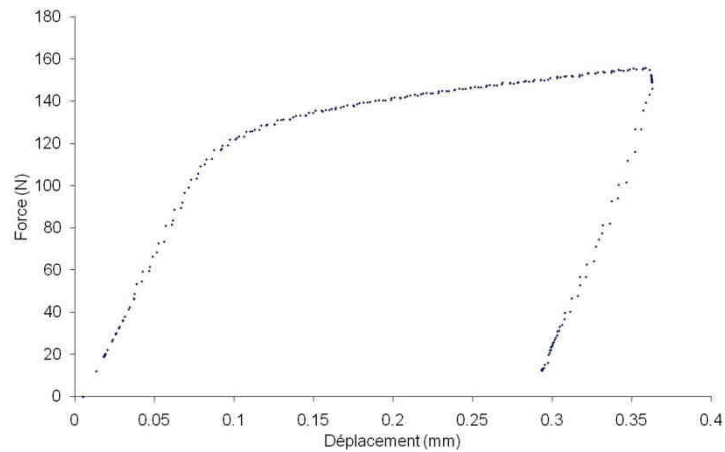


Figure 67 - Courbe force-déplacement de l'éprouvette B1.

### 2.4.3.3 Etude des traces de glissement

L'observation au MEB de l'éprouvette B1 montre l'activation de deux systèmes de glissement en son centre. Ce grain a une déformation hétérogène en fin d'essai (figure 68). En effet, là où la déformation est la plus importante, deux systèmes de glissements sont activés contrairement à l'endroit où la déformation est plus faible, où un seul système s'active (figure 69).

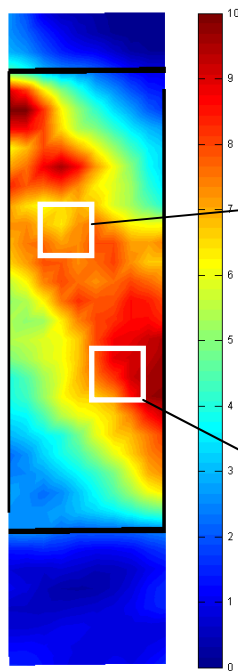


Figure 68 - Déformation 11 de l'éprouvette B1.

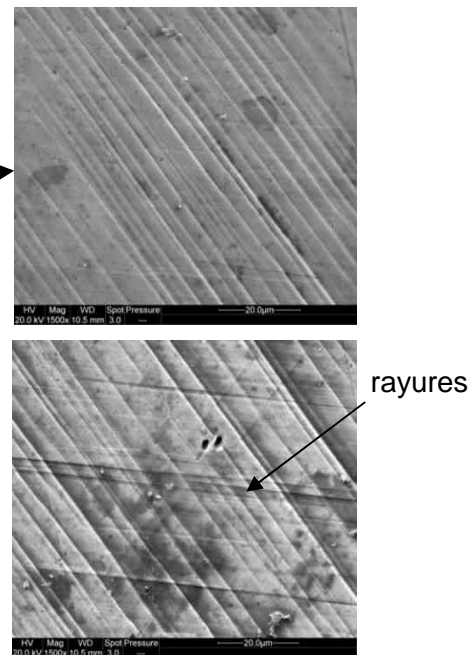


Figure 69 - Images MEB de l'éprouvette B1 après déformation.

Deux systèmes sont présents sur l'image MEB (figure 70). Pour le système principal, l'angle que fait la ligne de glissement avec la direction de traction est de  $36^\circ$ . Le système secondaire fait un angle de  $-36^\circ$  avec la direction de traction (figure 70).

Les deux systèmes déterminés sur la projection stéréographique sont les systèmes prismatiques  $(\bar{1}, 1, 0, 0)[11\bar{2}0]$  et  $(0, 1, \bar{1}, 0)[\bar{2}110]$ . Ces plans ont respectivement pour facteurs de Schmid 0.43 et 0.38. La visibilité moins importante des traces du système principal par rapport au système secondaire s'explique par l'angle  $\alpha_i$  dont le cosinus vaut respectivement 0.1564 et 0.4540. Pour une visibilité identique des traces de glissement, il faudrait que le système principal s'active trois fois plus que le système secondaire.

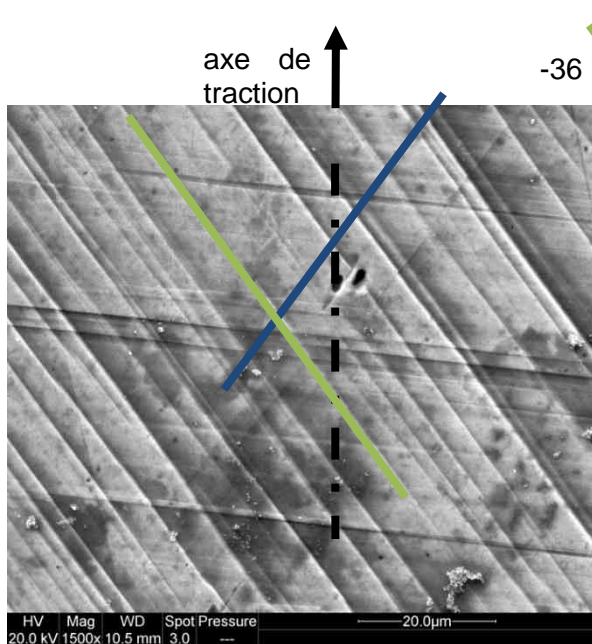


Figure 70 - Images MEB de l'éprouvette B1 après déformation.

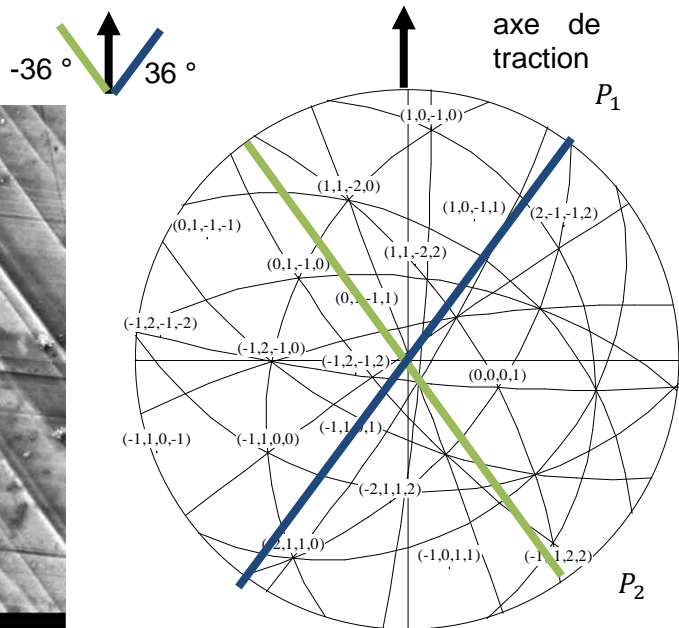


Figure 71 - Systèmes de glissement activés.

#### 2.4.3.4 Méthode pour obtenir une courbe monocristalline

Le fait d'avoir recouvert nos éprouvettes de mouchetis implique plusieurs modifications pour obtenir le comportement monocristallin de notre éprouvette. D'un côté, il est maintenant possible d'obtenir toutes les secondes la cartographie de déformation de l'éprouvette. De l'autre, le mouchetis, étant par définition opaque, il est nécessaire d'effectuer un traitement d'image pour déterminer le contour de notre grain.

Afin de définir le contour du grain, plusieurs étapes sont nécessaires. Tout d'abord, sur l'image non déformée recouverte d'un mouchetis, nous avons défini l'ensemble des points de corrélations qui serviront à obtenir la déformation moyenne de la longueur utile de l'éprouvette (figure 72). Sur cette image, nous superposons l'image en microscopie optique (figure 73). L'objectif est d'avoir un aperçu des joints de grains tout en ayant une position précise de l'éprouvette. La superposition se fait à grâce aux congés de l'éprouvette. Ensuite, afin d'avoir une grande précision sur la position et la délimitation du grain d'intérêt, nous superposons sur l'image optique, l'image EBSD de l'éprouvette (figure 74). Enfin, nous définissons un cadre qui représente le contour des grains. Par simplification, le contour de ce grain est un quadrilatère, qui peut néanmoins être irrégulier (figure 75).

Il est maintenant possible d'en déduire la déformation du grain de l'éprouvette à chaque pas de temps. A l'aide du développement d'un programme Matlab, il a été possible d'automatiser un tel traitement et donc d'obtenir la contrainte macroscopique, calculée grâce à la formule (34), en fonction de la déformation moyenne de la longueur utile de l'éprouvette déterminée par corrélation d'images. A noter également que toutes les déformations calculées sur des éprouvettes recouvertes d'un mouchetis sont des déformations totales.

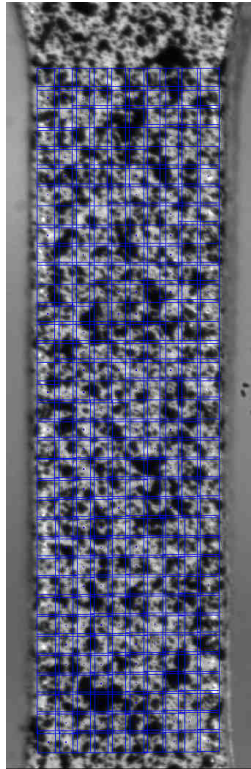


Figure 72 - Cadre dans Correlmanuv.

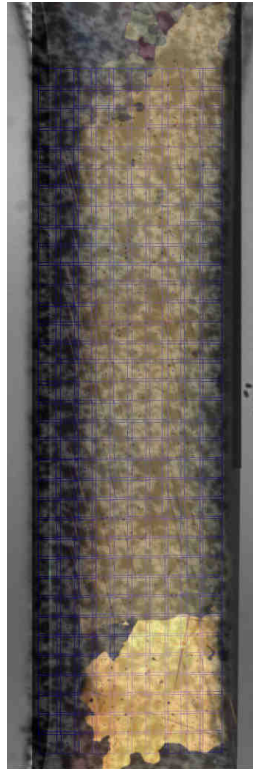


Figure 73 - Superposition avec l'image optique.

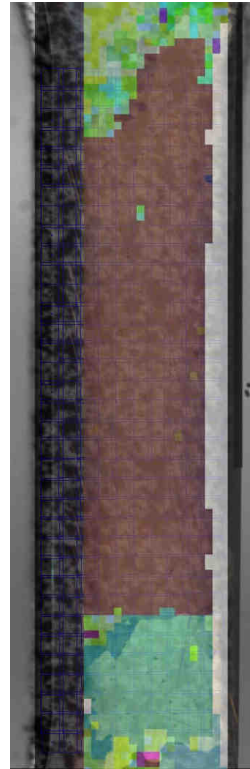


Figure 74 - Définition du contour.

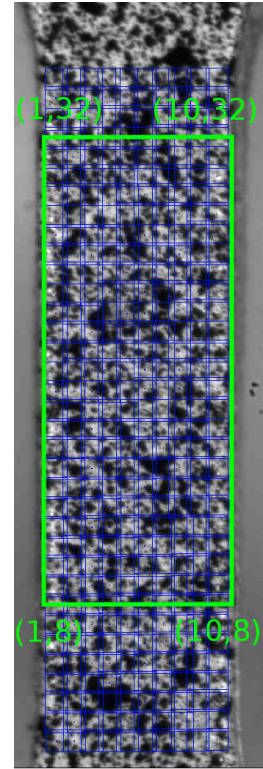


Figure 75 - Contour du grain.

En appliquant cette méthode, nous sommes donc capables d'obtenir chaque seconde la déformation au sein du grain d'intérêt et donc de calculer la courbe  $\tau$  vs.  $\gamma$  (figure 76). Comme cela a été présenté du paragraphe 2.4.2.4 au paragraphe 2.4.2.8, il est donc possible d'en déduire l'activation des différents systèmes de glissement, le cisaillement et la cission du grain d'intérêt en faisant l'hypothèse que la déformation élastique est négligeable. En effet, c'est bien la projection du tenseur des déformations plastiques qui est effectuée, et nous mesurons ici la déformation totale du grain. Cependant au vu des courbes monocristallines, nous pouvons en déduire que cette approximation est pertinente. En effet, compte tenu des faibles niveaux de contrainte compris entre 50 et 100 MPa, la déformation élastique vaut au maximum de  $\varepsilon^e = \frac{\sigma}{E} \sim 10^{-3}$  avec  $E$  valant 100 GPa.

Les taux de déformations totaux de l'éprouvette B1 et du grain d'intérêt B1-1 (tableau 9) sont donnés en fin d'essai.

Tableau 9 - Déformation de l'éprouvette B1 et du grain B1-1 (en %).

	Grain d'intérêt B1-1	Eprouvette
$\varepsilon_{11}^p$ (%)	-2.37	-3.45
$\varepsilon_{22}^p$ (%)	6.73	4.30

Par comparaison avec la première éprouvette déformée, nous remarquons une grande différence entre les deux cissions critiques des grains d'intérêt. Ceci peut être une conséquence d'un écart à la loi de Schmid. Ce point sera discuté plus en détail dans le chapitre suivant.

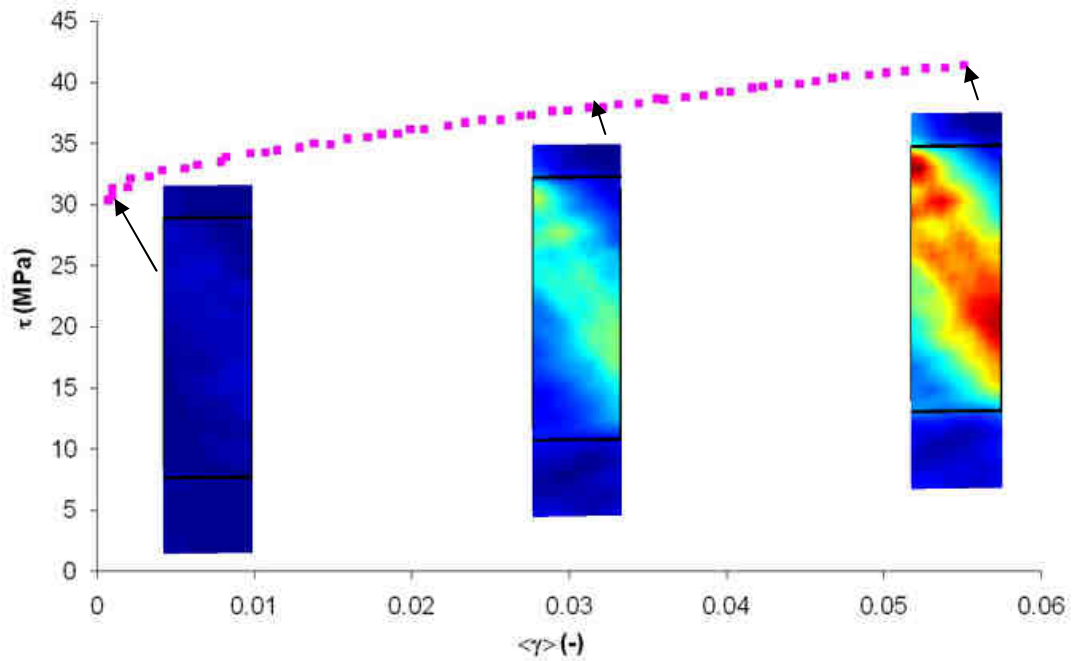


Figure 76 - Courbe  $\tau$  vs.  $\gamma$  de l'éprouvette B1 obtenue par corrélation d'image.

#### 2.4.3.5 Cisaillement du grain d'intérêt

L'activation des différents systèmes de glissement et l'erreur produite en réalisant la résolution des moindres carrés est présentée sur la figure 77. Nous remarquons l'activation de deux systèmes de glissement comme observé expérimentalement. Le système majoritairement activé est le système  $(\bar{1}, 1, 0)[11\bar{2}0]$  de facteur de Schmid 0.42, le second correspond au système  $(0, 1, \bar{1}, 0)[\bar{2}110]$  de facteur de Schmid 0.41. Ce sont bien ces deux systèmes que nous observons au MEB. Cependant, leur activité est très proche l'une par rapport à l'autre ( $\gamma_1/\gamma_2 = 1.2$ ). La faible visibilité du système principal sur les clichés MEB est bien la conséquence d'une orientation de son vecteur de Burgers proche de la surface de l'éprouvette, ce qui diminue la hauteur de marche. Cet échantillon se déforme en glissement double.

Nous pouvons remarquer une très forte erreur à l'intérieur de ce grain. Elle pourrait provenir du fait que la déformation se produit dans un plan pyramidal de première espèce bien qu'aucune trace n'ait été observée pour ce système et qu'elles devraient être visibles.

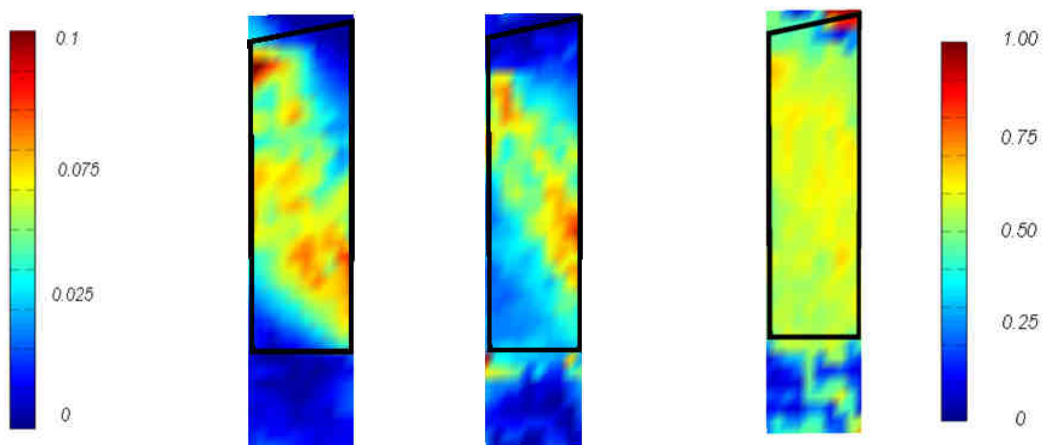


Figure 77 - Taux de glissement prismatique (1 à gauche, 2 au milieu) et erreur (à droite) de l'éprouvette B1

## 2.4.4 Synthèse

La méthode pour dépouiller les essais a été présentée au cours de ce chapitre. Les éprouvettes ont été recouvertes soit d'un mouchetis soit d'une microgrille et ce choix entraîne des différences dans le dépouillement des essais et également dans les résultats obtenus. Le tableau 10 propose une synthèse des deux méthodes.

**Tableau 10 - Synthèse des différentes méthodes pour le dépouillement de nos essais mécaniques.**

	Microgrille	Mouchetis
Polissage	Papier abrasif (1200, 2400, 4000), polissage HF sur les tranches, polissage électrolytique double face	
Préparation de l'échantillon	Dépose de la microgrille Résolution : 50 $\mu m$	Dépose du mouchetis Résolution : entre 100 et 150 $\mu m$
Courbe force déplacement	Obtenue en utilisant les valeurs du capteur de force et du déplacement mesuré par la traverse	
Courbe contrainte déformation de l'éprouvette	$\sigma = \frac{F}{S}$ $\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$	$\sigma = \frac{F}{S}$ $\varepsilon$ mesurée par la corrélation d'image
Activation des systèmes de glissement	Projection du tenseur de déformation plastique <u>déterminé à la fin de l'essai</u> par la corrélation d'image	Projection du tenseur de déformation plastique approximée par le tenseur de déformation totale déterminé <u>tout au long de l'essai</u> par la corrélation d'image
Courbe cission cisaillement	$\tau(t) = f_s \sigma(t)$ $\gamma(t) \approx A \varepsilon(t)$ avec $A = \gamma^{fin} / \varepsilon^{fin}$ Le coefficient A est obtenu <u>à la fin de l'essai</u> et est appliqué à l'ensemble de la courbe contrainte-déformation.	$\tau(t) = f_s \sigma(t)$ $\gamma(t)$ est obtenue par la projection <u>tout au long de l'essai</u> du tenseur de déformation → obtention de la dynamique de la plasticité

**Dans le chapitre suivant, les deux méthodes développées sont appliquées sur sept éprouvettes étudiées au cours de ce travail.**

# Chapitre 3 Comportement à l'échelle du système de glissement

---

## 3.1 Introduction

Nous avons étudié sept éprouvettes correspondant en « principe » à la sollicitation d'un monocristal orienté en glissement prismatique simple. Notons dès à présent que nos échantillons sont des structures « bambous » (succession de grains en série) qui peuvent affecter nos résultats en introduisant des conditions aux limites particulières. Dans cette partie, nous décrivons les spécificités de chacun des essais avant d'entamer dans la partie suivante une discussion de l'ensemble des résultats en insistant sur le comportement du glissement prismatique.

## 3.2 Analyse du glissement géométrique

### 3.2.1 Introduction

Dans ce paragraphe, nos sept éprouvettes sont présentées. Les figures 1 de chaque éprouvette correspondent à leur caractérisation avant déformation. Cela nous renseigne sur la présence ou non d'un grain d'intérêt et sur sa géométrie. Notons que dans chaque cas, le grain d'intérêt émerge sur chaque face de l'éprouvette. En revanche, pour l'éprouvette C3 et D3, il n'occupe pas la totalité de l'éprouvette sur une face. Dans ces cas-là, le caractère uniaxial de la sollicitation peut donc être remis en cause. Les cartographies EBSD nous permettent d'évaluer l'orientation du grain d'intérêt mais aussi de son environnement proche. Les projections stéréographiques déduites de ces analyses nous informent sur l'orientation des plans prismatiques d'une part et sur les directions des vecteurs de Burgers d'autre part. L'analyse géométrique des glissements en termes de facteurs de Schmid démontre pour l'ensemble des éprouvettes qu'il existe au moins un glissement prismatique bien orienté (figure 2 des éprouvettes). Ce système étant le glissement dit facile dans le zirconium, nous pouvons dès à présent présumer que ce dernier accommodera la déformation. Nous pouvons distinguer trois situations en ne considérant que les facteurs de Schmid associés aux trois glissements prismatiques :

- un facteur de Schmid élevé ( $f_s > 0.4$ ) et deux modérés ( $0.1 \leq f_s \leq 0.25$ )
- deux facteurs de Schmid élevés ( $f_s > 0.4$ ) et un modéré ( $0.1 \leq f_s \leq 0.25$ )
- deux facteurs de Schmid élevés ( $f_s > 0.4$ ) et un faible ( $f_s < 0.1$ )

La première situation (catégorie 1) correspond au glissement simple. Seul le grain B2-1 et peut-être le grain A1-1 sont dans cette situation. La situation 3 (catégorie 3) est favorable au glissement double. En effet, deux glissements prismatiques sont bien orientés. Notons que le troisième ne peut être activé d'un point de vue géométrique. Les trois systèmes prismatiques n'étant pas indépendants, la recombinaison des deux premiers donne naissance au troisième, ce qui devrait être un frein à la mobilité des dislocations. Cette remarque reste sûrement spéculative dans les alliages à forte friction de réseau. Trois éprouvettes sont dans des situations intermédiaires (catégorie 2). L'angle  $\alpha_i$  entre la normale à la surface de l'éprouvette et le vecteur de Burgers du système  $i$  nous renseigne sur la possibilité ou non d'observer à la surface les lignes de glissement associées à l'émergence des dislocations d'un système donné. Nous remarquons par ailleurs pour toutes les éprouvettes que le système principal est celui qui émerge le plus difficilement. Le tableau 11 répertorie les catégories d'éprouvettes, les facteurs de Schmid et les angles  $\alpha_i$ .

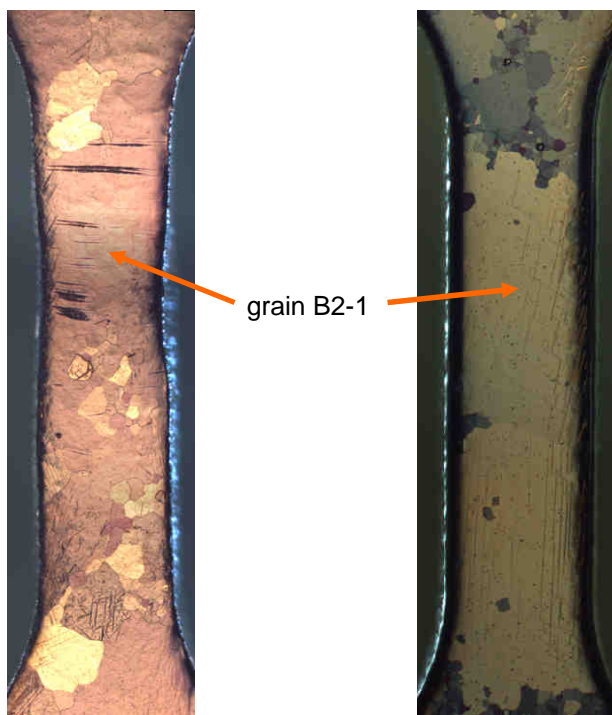


De nombreuses figures correspondant à chacune des éprouvettes sont d'abord données en fonction de leur catégorie puis les résultats sont comparés et discutés.

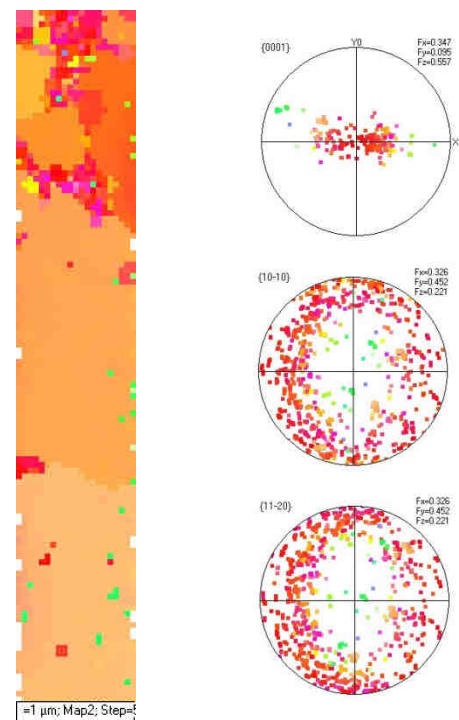
**Tableau 11 - Analyse géométrique des grains d'intérêt.**

Catégorie	Eprouvette	$f_{s1}$	$f_{s2}$	$f_{s3}$	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$\alpha_3$	$\cos(\alpha_1)$	$\cos(\alpha_2)$	$\cos(\alpha_3)$
1	B2	0.43	0.22	0.21	78°	48°	64°	0.2079	0.6691	0.4384
2	A1	0.49	0.31	0.18	89°	87°	80°	0.0175	0.0523	0.1736
	D3	0.47	0.38	0.10	80°	80°	77°	0.1736	0.1736	0.2250
	C3	0.45	0.35	0.11	63°	89°	62°	0.4540	0.0175	0.4695
3	A3	0.32	0.31	0.02	79°	70°	58°	0.1908	0.3420	0.5299
	B1	0.42	0.41	0.01	81°	63°	53°	0.1564	0.4540	0.6018
	C1	0.46	0.39	0.07	72°	78°	58°	0.3090	0.2079	0.5299

### 3.2.2 Eprouvette B2



**Figure 78.1 - Observation au MOLP des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche).**



**Figure 78.2 - Cartographie EBSD (à gauche) et figure de pôles (à droite).**

**Figure 78 - Caractérisation avant déformation de l'éprouvette B2.**

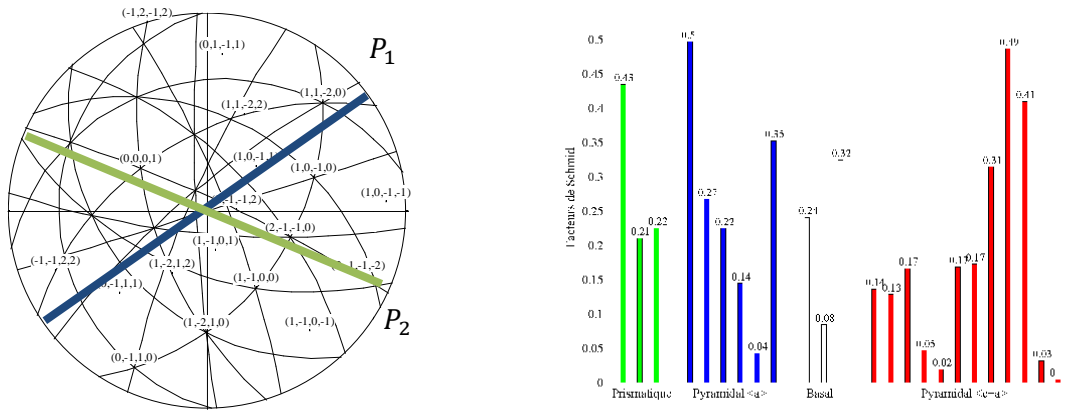


Figure 79.1 - Projection stéréographique (à gauche) et facteur de Schmid (à droite).

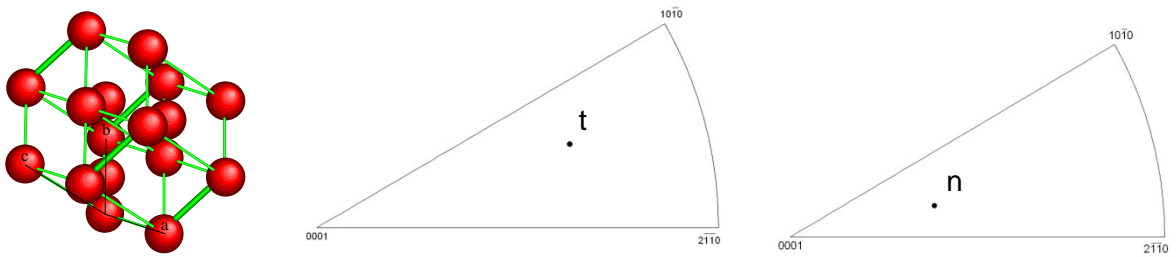


Figure 79.2 – Schématisation (à gauche) et projection dans le triangle standard (à droite) ( $\varphi_1 = 58.1$ ,  $\phi = 136.9$ ,  $\varphi_2 = 50.0$ ).

Figure 79 - Caractérisation du grain d'intérêt B2-1.

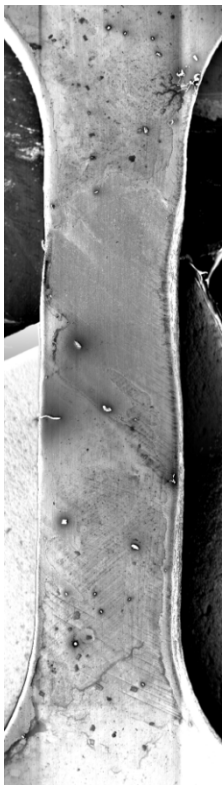


Figure 80.1 - Déformation de l'éprouvette (MEB).

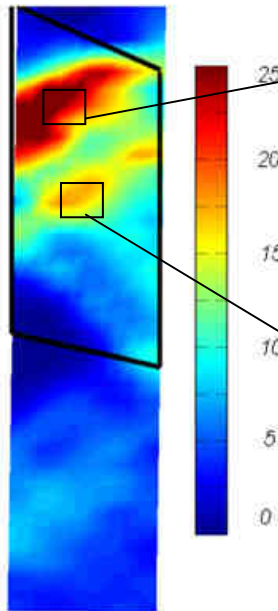


Figure 80.2 - Cartographie de  $\epsilon_{22}^p$  de l'éprouvette.

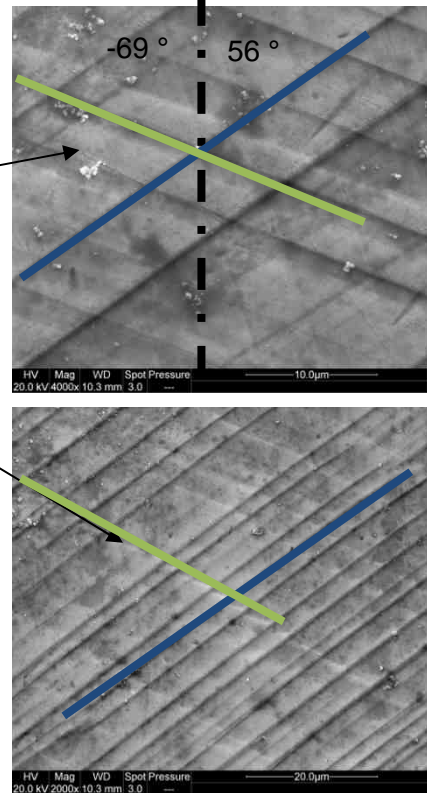


Figure 80.3 - Activation des systèmes de glissement du grain d'intérêt.

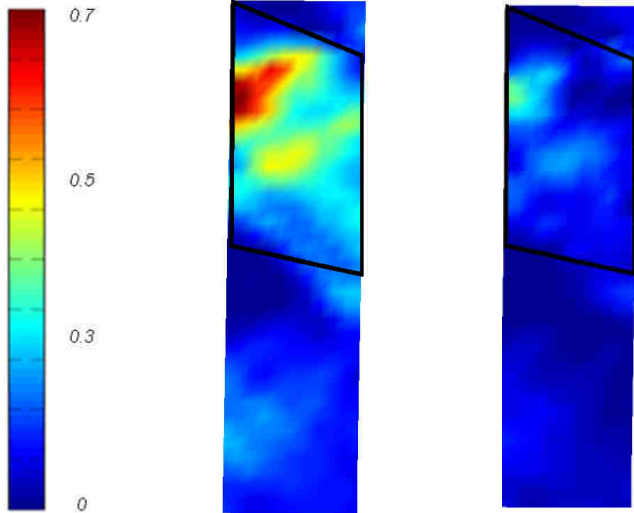


Figure 80.4 – Taux de cisaillement du système principal (a) et du système secondaire (b) du grain d'intérêt.

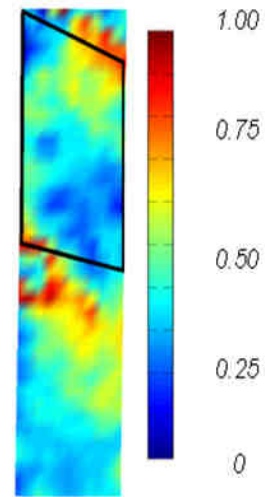


Figure 80.5 – Erreur sur l'analyse du cisaillement du grain d'intérêt.

Figure 80 - Caractérisation après déformation de l'éprouvette B2 et du grain d'intérêt B2-1.

### 3.2.3 Eprouvette A1

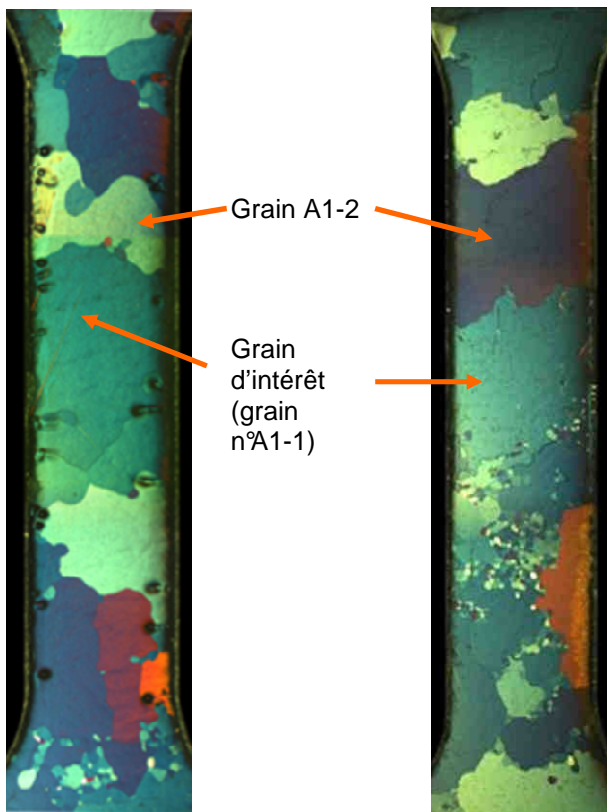


Figure 81.1 - Observation au MOLP des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche).

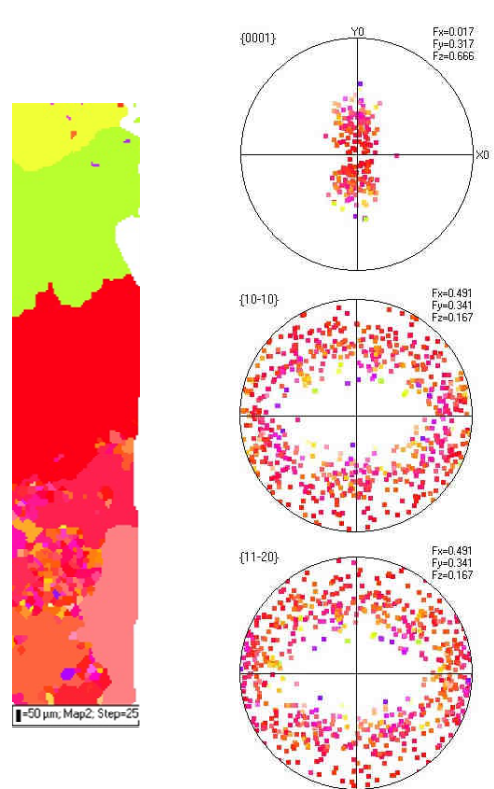


Figure 81.2 - Cartographie EBSD (à gauche) et figure de pôles (à droite).

Figure 81 - Caractérisation avant déformation de l'éprouvette A1.

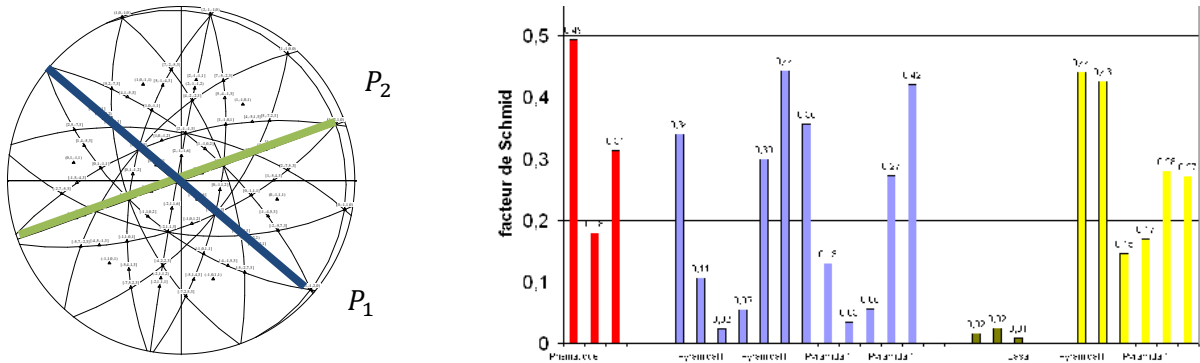


Figure 82.1 - Projection stéréographique (à gauche) et facteur de Schmid (à droite) ( $f_s = 0.49$  et  $f_s = 0.31$ ).

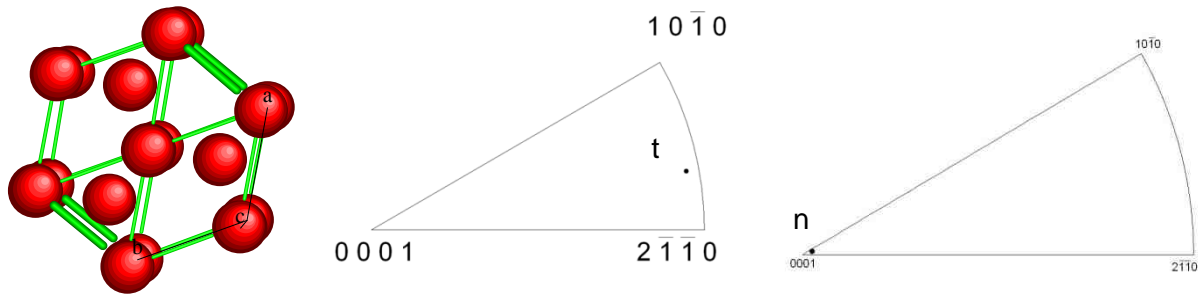


Figure 82.2 – Schématisation (à gauche) et projection dans le triangle standard (à droite) ( $\varphi_1=122.2$ ,  $\phi=177.7$ ,  $\varphi_2=12.7$ ).

Figure 82 - Caractérisation du grain d'intérêt A1-1.



Figure 83.1 - Déformation de l'éprouvette (MOLP).

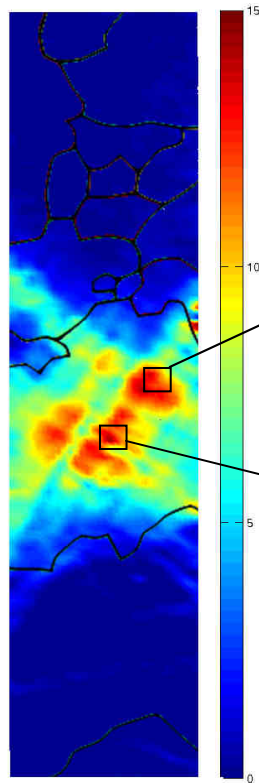


Figure 83.2 - Cartographie de  $\epsilon_{22}^p$  de l'éprouvette.

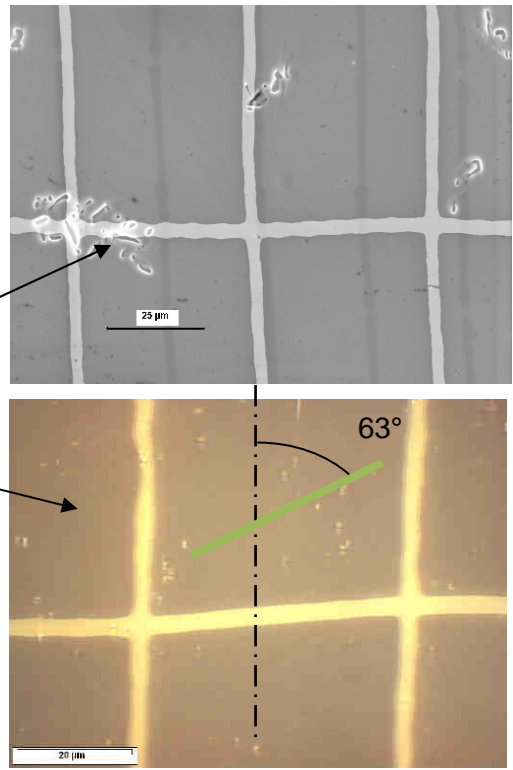


Figure 83.3 - Activation des systèmes de glissement du grain d'intérêt.

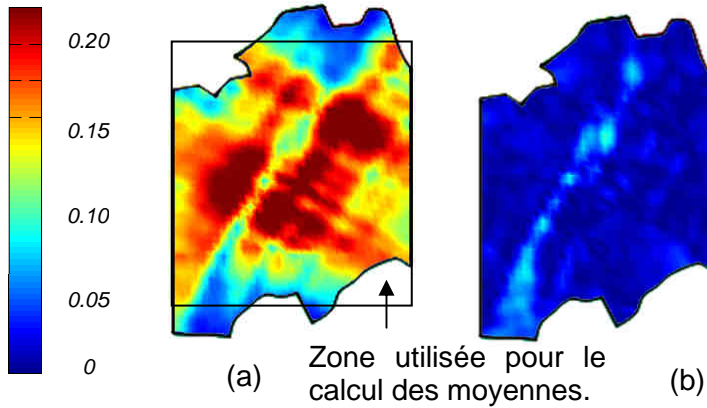


Figure 83.4 – Taux de cisaillement du système principal (a) et du système secondaire (b) du grain d'intérêt.

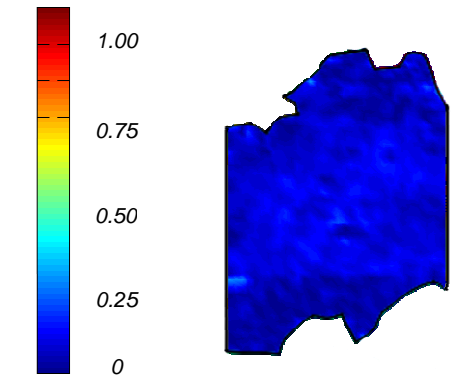


Figure 83.5 – Erreur sur l'analyse du cisaillement du grain d'intérêt.

Figure 83 - Caractérisation après déformation de l'éprouvette A1 et du grain d'intérêt A1-9.

### 3.2.4 Eprouvette D3

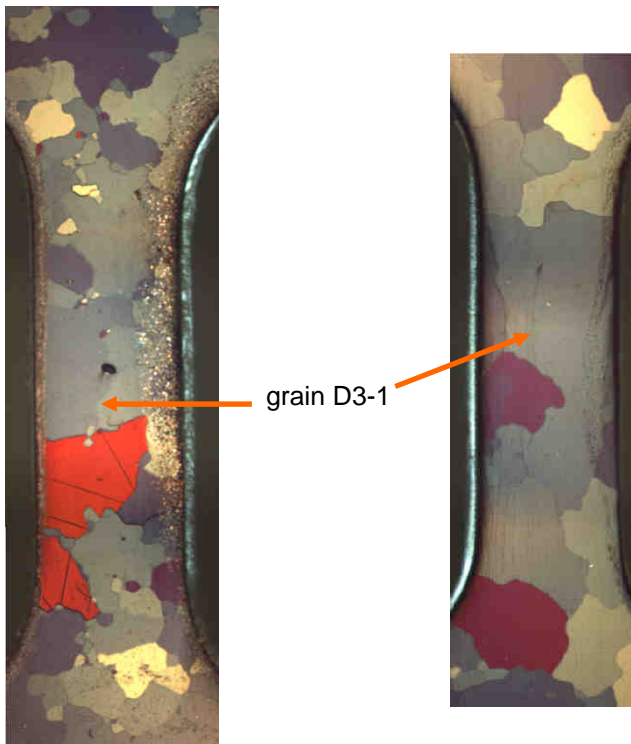


Figure 84.1 - Observation au MOLP des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche).

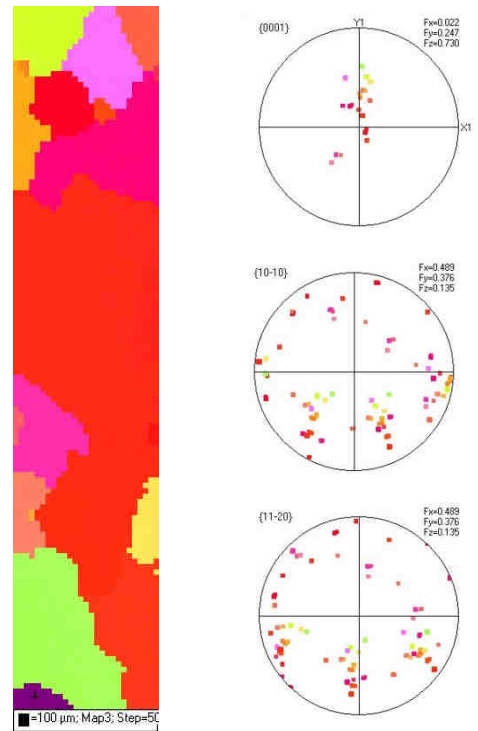


Figure 84.2 - Cartographie EBSD (à gauche) et figure de pôles (à droite).

Figure 84 - Caractérisation avant déformation de l'éprouvette D3.

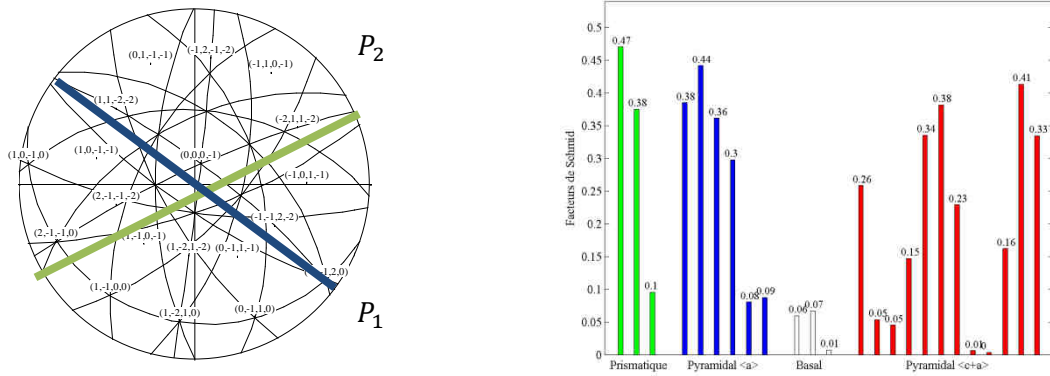


Figure 85.1 - Projection stéréographique (à gauche) et facteur de Schmid (à droite).

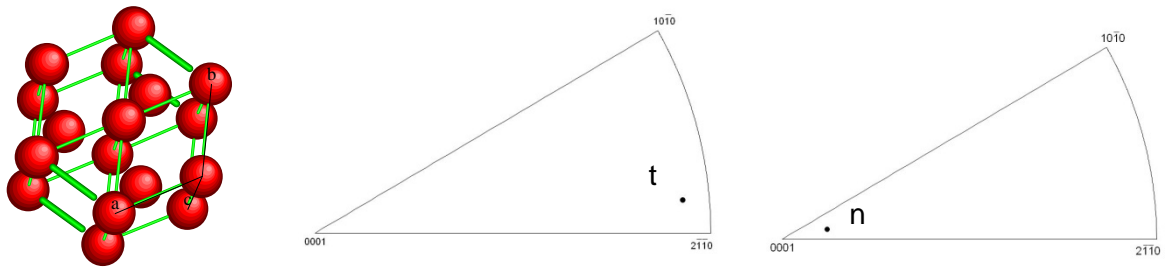


Figure 85.2 – Schématisation (à gauche) et projection dans le triangle standard (à droite) ( $\varphi_1 = 171.6$ ,  $\phi = 54.3$ ,  $\varphi_2 = 56.5$ ).

Figure 85 - Caractérisation du grain d'intérêt D3-1.



Figure 86.1 - Déformation de l'éprouvette (MEB).

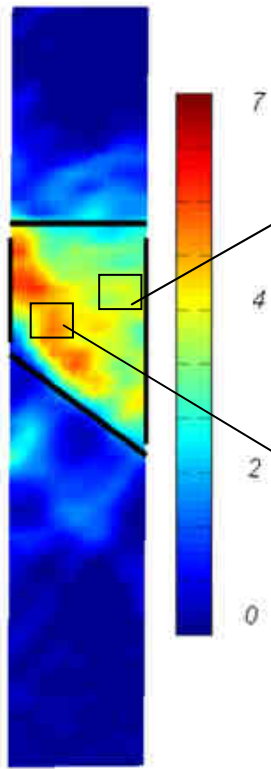


Figure 86.2 - Cartographie de  $\epsilon_{22}^p$  de l'éprouvette.

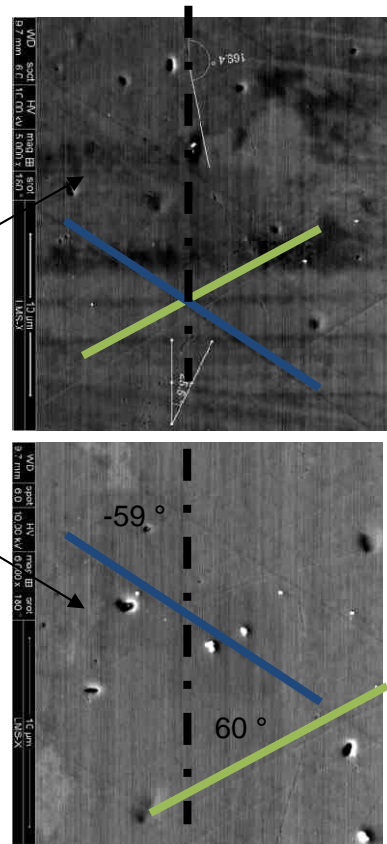


Figure 86.3 - Activation des systèmes de glissement du grain d'intérêt.

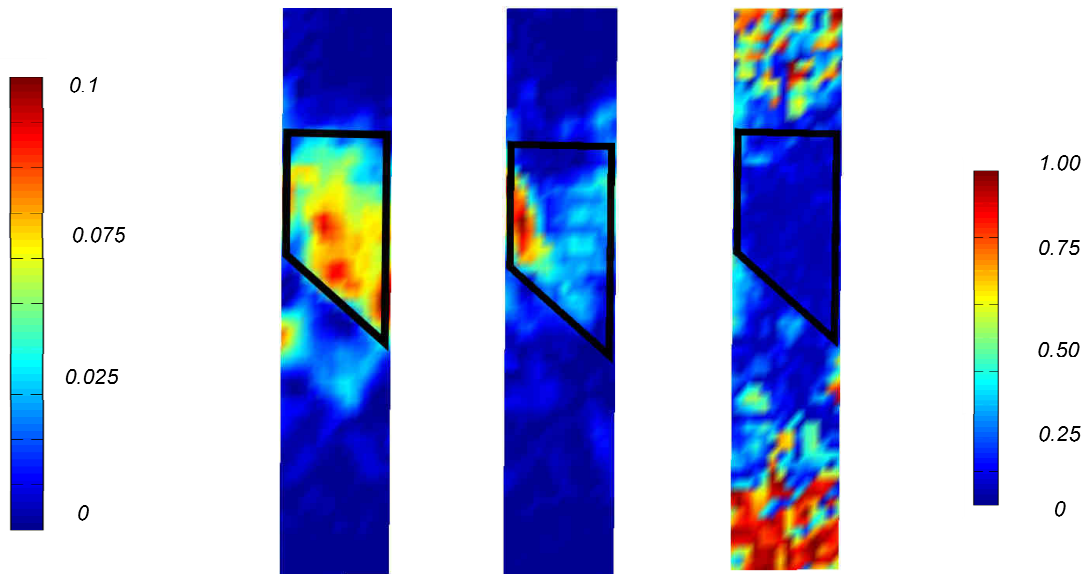


Figure 86.4 – Taux de cisaillement du système principal (a) et du système secondaire (b) du grain d'intérêt.

Figure 86.5 – Erreur sur l'analyse du cisaillement du grain d'intérêt.

Figure 86 - Caractérisation après déformation de l'éprouvette D3 et du grain d'intérêt D3-1.

### 3.2.5 Eprouvette C3

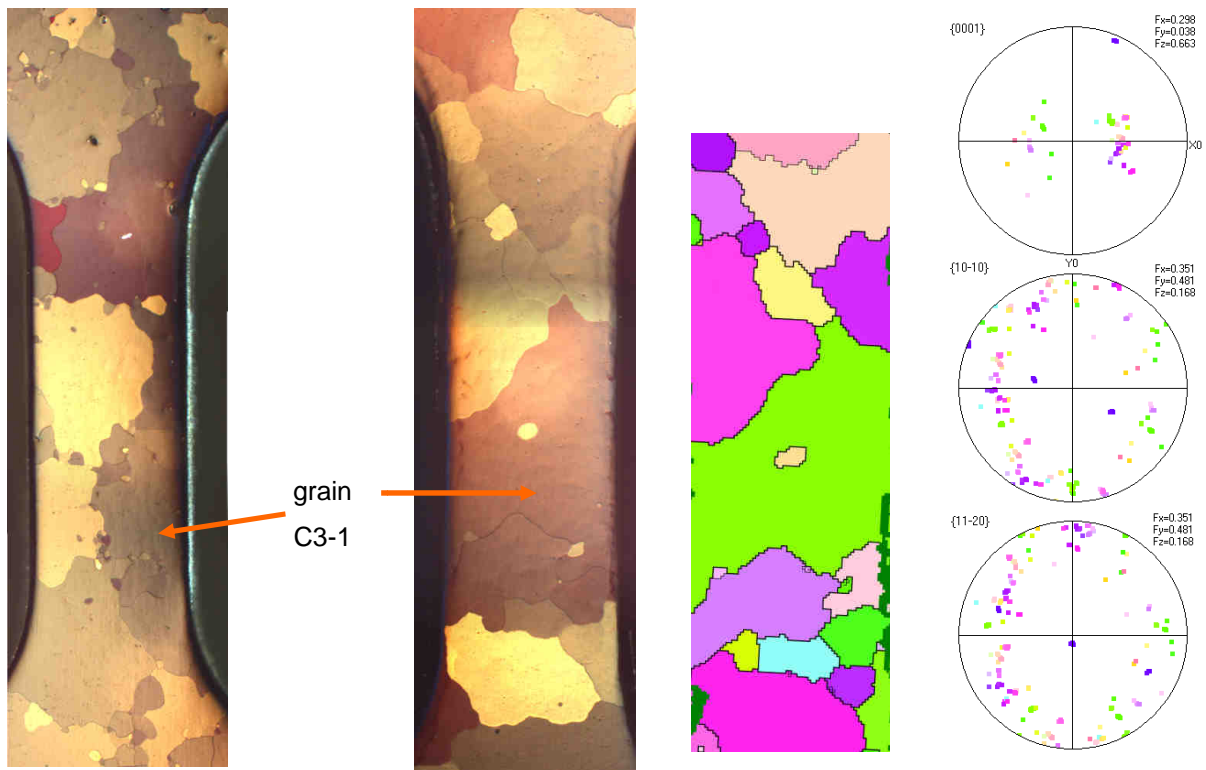


Figure 87.1 - Observation au MOLP des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche).

Figure 87.2 - Cartographie EBSD (à gauche) et figure de pôles (à droite).

Figure 87 - Caractérisation avant déformation de l'éprouvette C3.

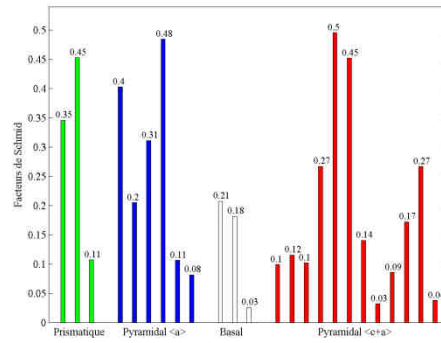
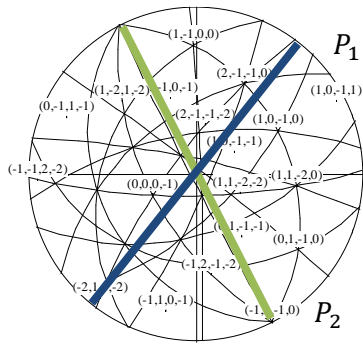


Figure 88.1 - Projection stéréographique (à gauche) et facteur de Schmid (à droite).

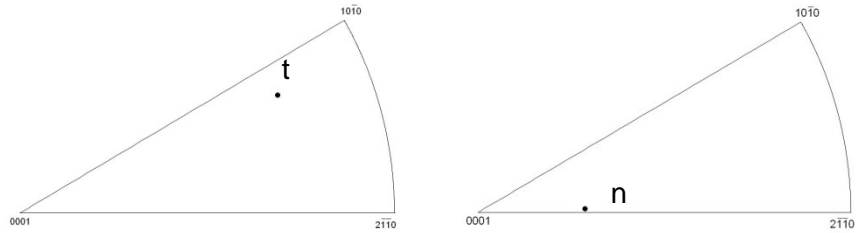
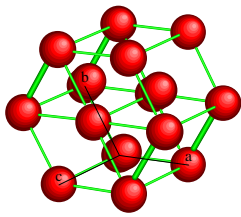


Figure 88.2 – Schématisation (à gauche) et projection dans le triangle standard (à droite) ( $\phi_1 = 64.3$ ,  $\phi = 148.3$ ,  $\phi_2 = 31.0$ ).

Figure 88 - Caractérisation du grain d'intérêt C3-1.

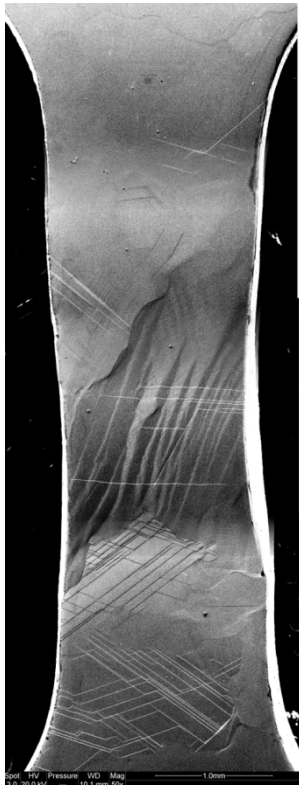


Figure 89.1 - Déformation de l'éprouvette (MEB).

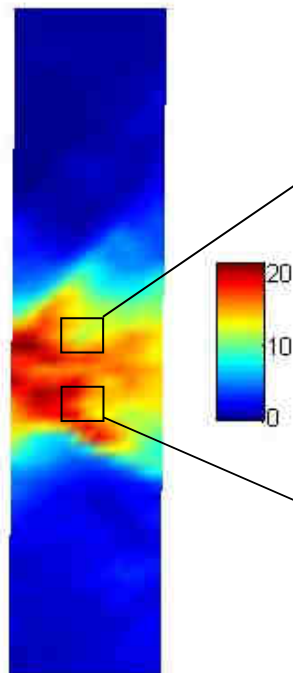


Figure 89.2 - Cartographie de  $\epsilon_{22}^p$  de l'éprouvette.

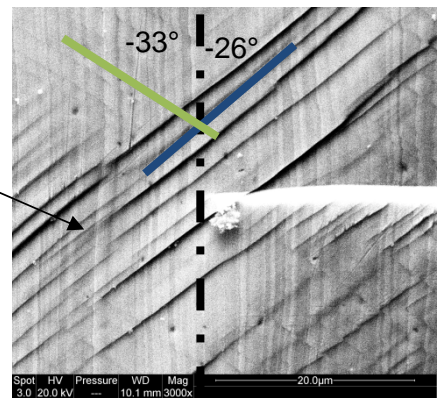
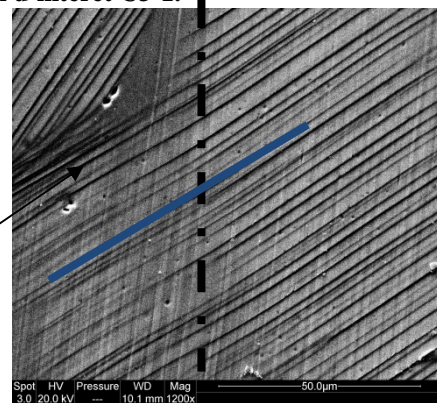


Figure 89.3 - Activation des systèmes de glissement du grain d'intérêt.



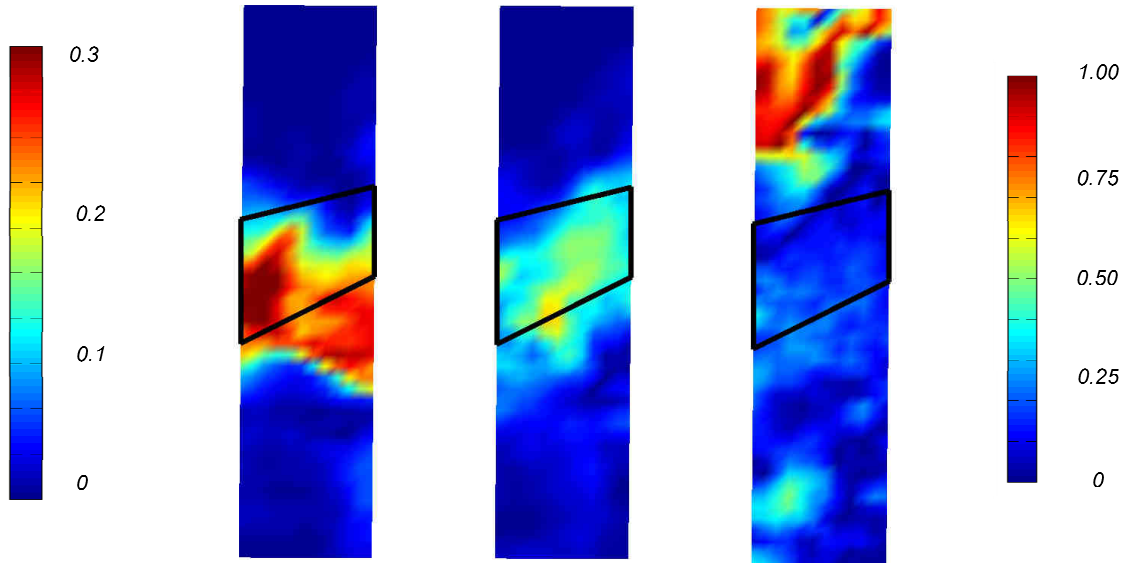


Figure 89.4 – Taux de cisaillement du système principal (a) et du système secondaire (b) du grain d'intérêt.

Figure 89.5 – Erreur sur l'analyse du cisaillement du grain d'intérêt.

Figure 89 - Caractérisation après déformation de l'éprouvette C3 et du grain d'intérêt C3-1.

### 3.2.6 Eprouvette A3

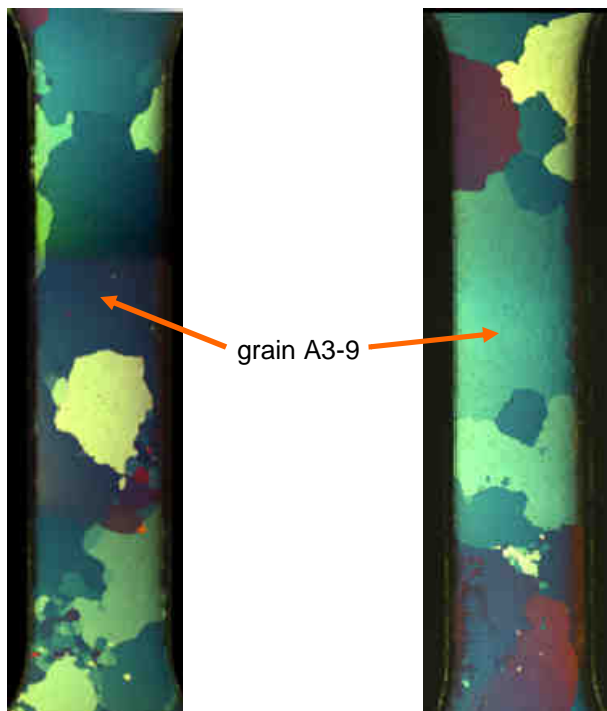


Figure 90.1 - Observation au MOLP des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche).

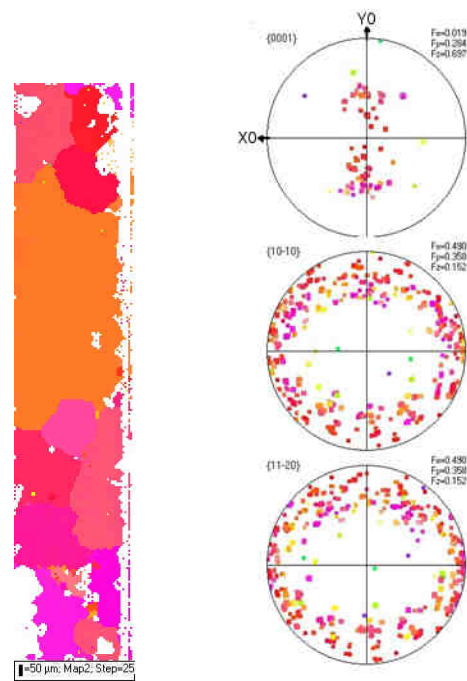


Figure 90.2 - Cartographie EBSD (à gauche) et figure de pôles (à droite).

Figure 90 - Caractérisation avant déformation de l'éprouvette A3.

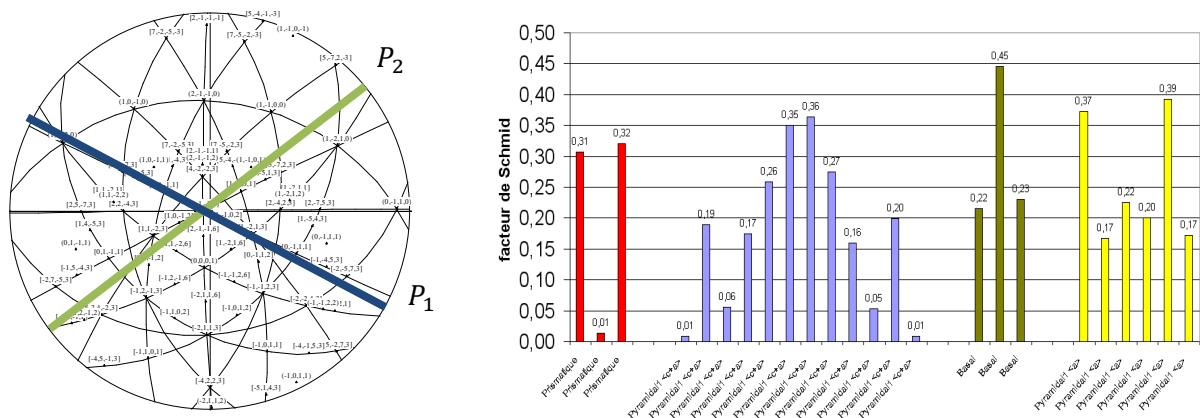


Figure 91.1 - Projection stéréographique (à gauche) et facteur de Schmid (à droite).

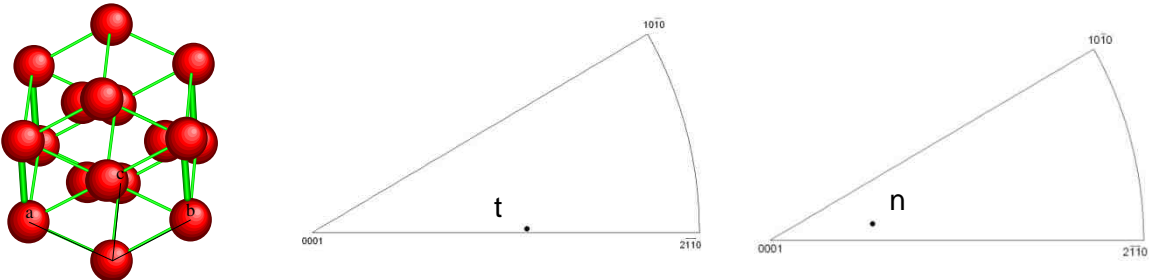


Figure 91.2 - Schématisation (à gauche) et projection dans le triangle standard (à droite) ( $\varphi_1=174.7$ ,  $\phi=148.3$ ,  $\varphi_2=52.7$ ).

Figure 91 - Caractérisation du grain d'intérêt A3-9.



Figure 92.1 - Déformation de l'éprouvette (MOLP).

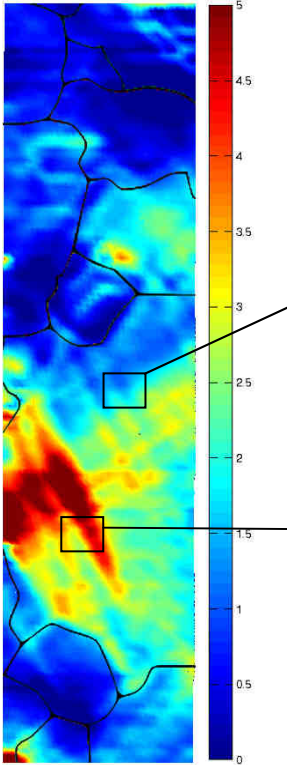


Figure 92.2 - Cartographie de  $\epsilon_{22}^p$  de l'éprouvette.

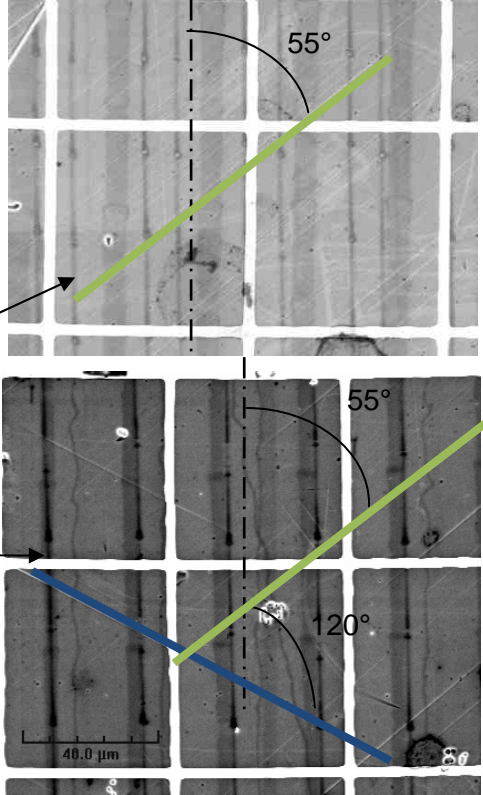


Figure 92.3 - Activation des systèmes de glissement du grain d'intérêt.

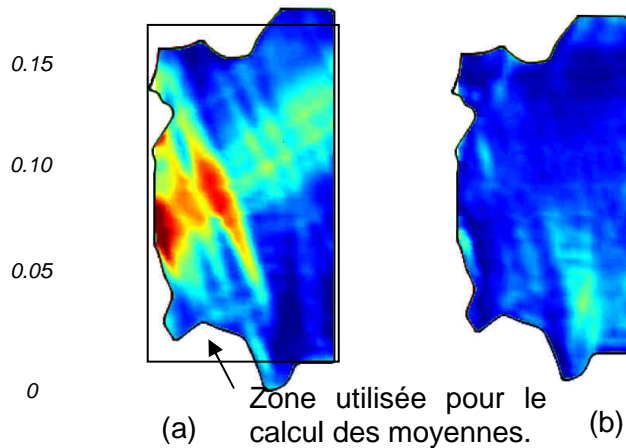


Figure 92.4 – Taux de cisaillement du système principal (a) et du système secondaire (b) du grain d'intérêt.

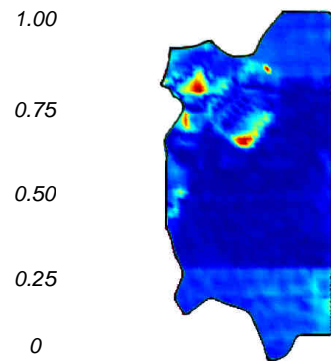


Figure 92.5 – Erreur sur l'analyse du cisaillement du grain d'intérêt.

Figure 92 - Caractérisation après déformation de l'éprouvette A3 et du grain d'intérêt A3-9.

### 3.2.7 Eprouvette B1

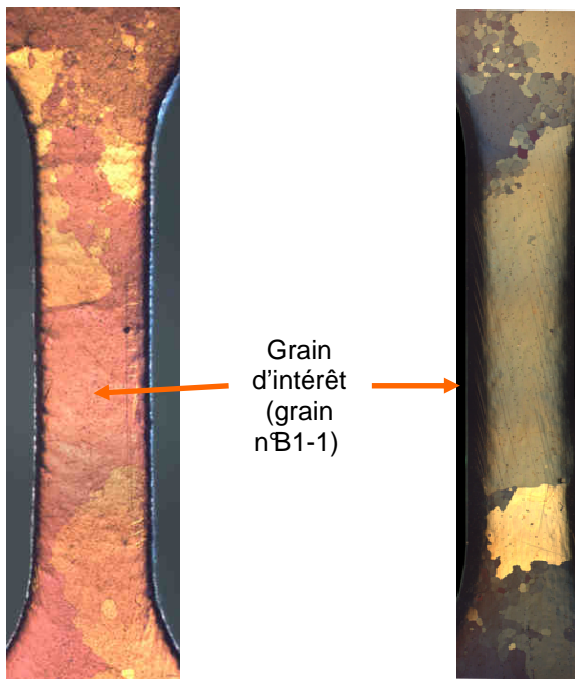


Figure 93.1 - Observation au MOLP des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche).

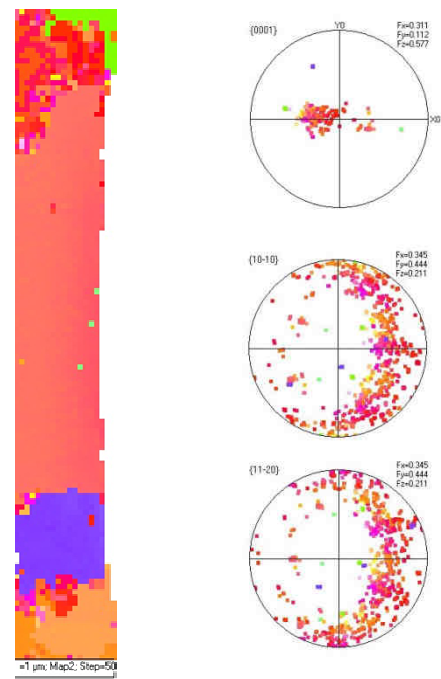


Figure 93.2 - Cartographie EBSD (à gauche) et figure de pôles (à droite).

Figure 93 - Caractérisation avant déformation de l'éprouvette B1.

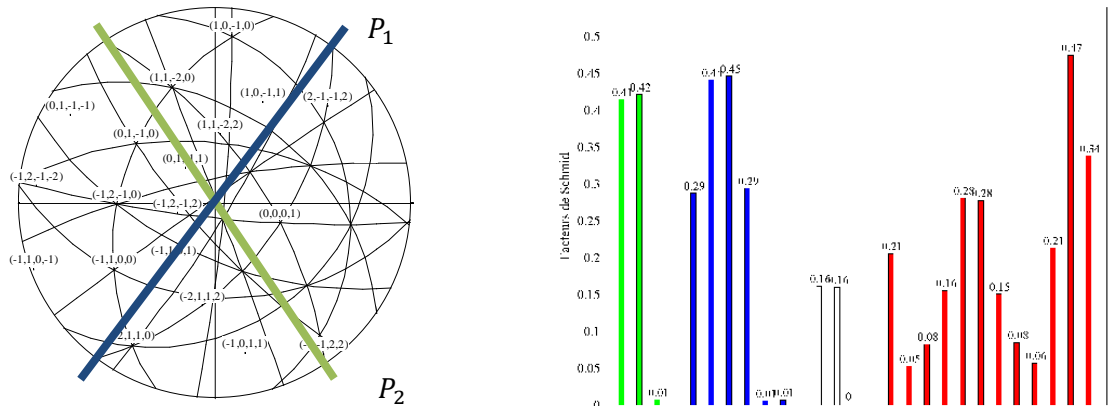


Figure 94.1 - Projection stéréographique (à gauche) et facteur de Schmid (à droite).

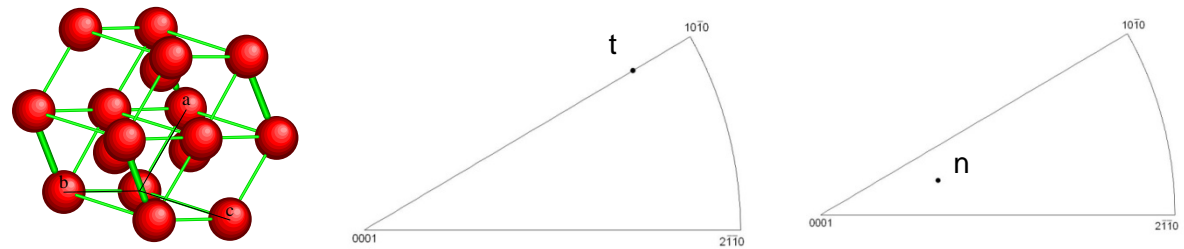


Figure 94.2 – Schématisation (à gauche) et projection dans le triangle standard (à droite) ( $\varphi_1 = 58.1$ ,  $\phi = 136.9$ ,  $\varphi_2 = 50.0$ ).

Figure 94 - Caractérisation du grain d'intérêt B1-1.



Figure 95.1 - Déformation de l'éprouvette (MEB).

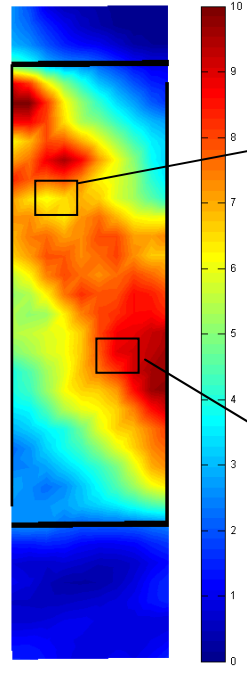


Figure 95.2 - Cartographie de  $\epsilon_{22}^p$  de l'éprouvette.

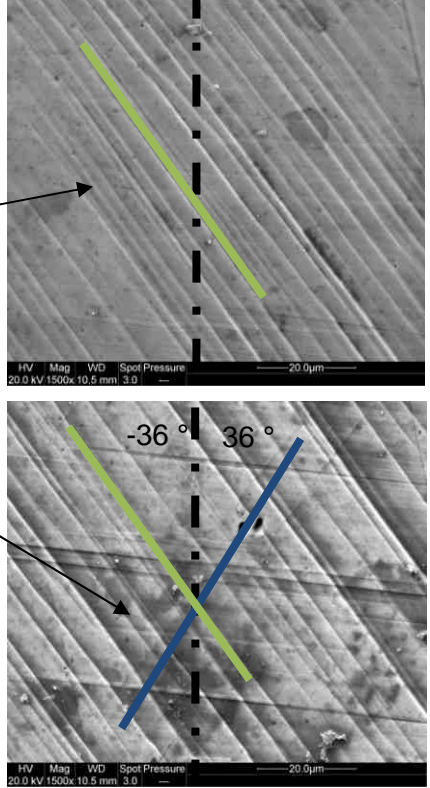


Figure 95.3 - Activation des systèmes de glissement du grain d'intérêt.

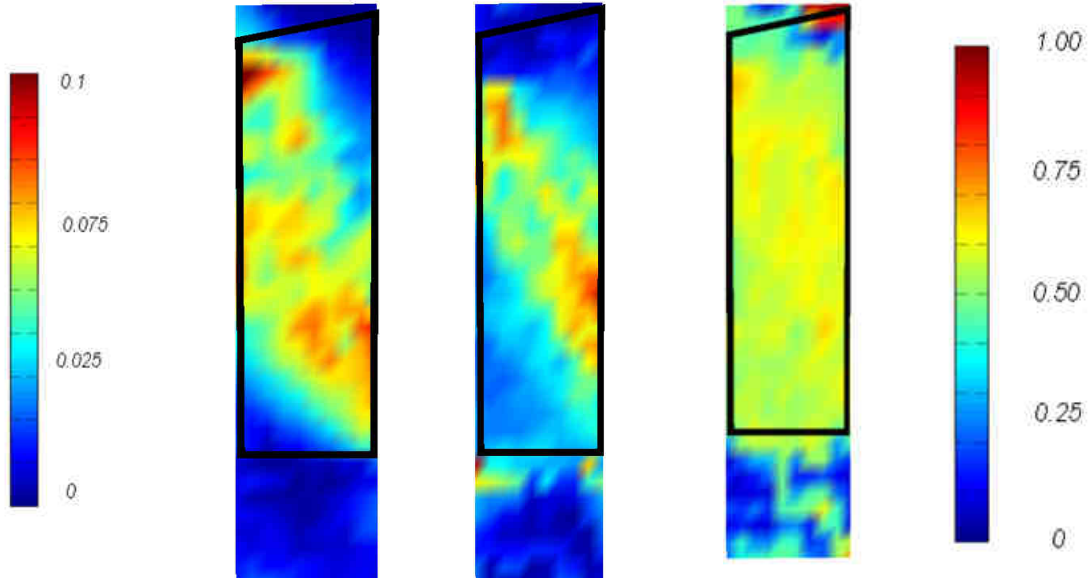


Figure 95.4 – Taux de cisaillement du système principal (a) et du système secondaire (b) du grain d'intérêt.

Figure 95.5 – Erreur sur l'analyse du cisaillement du grain d'intérêt.

Figure 95 - Caractérisation après déformation de l'éprouvette B1 et du grain d'intérêt B1-1.

### 3.2.8 Eprouvette C1

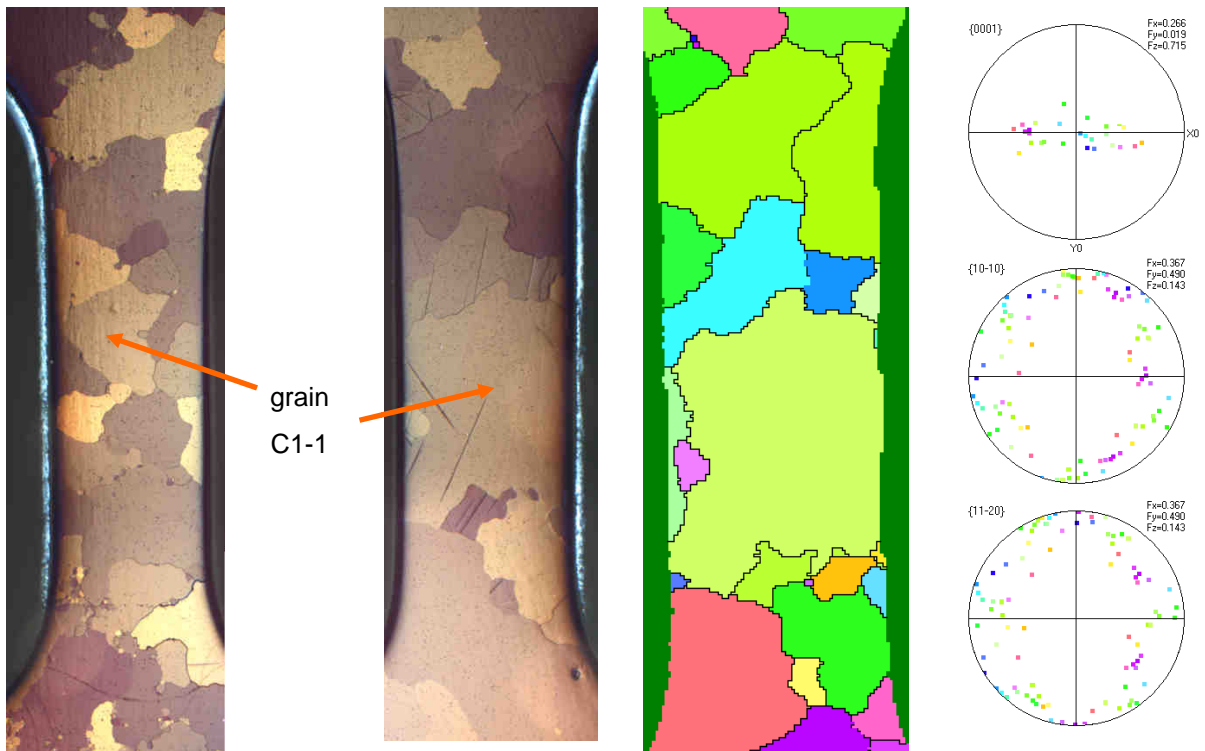


Figure 96.1 - Observation au MOLP des faces 1 (à droite) et 2 (à gauche).

Figure 96.2 - Cartographie EBSD (à gauche) et figure de pôles (à droite).

Figure 96 - Caractérisation avant déformation de l'éprouvette C1.

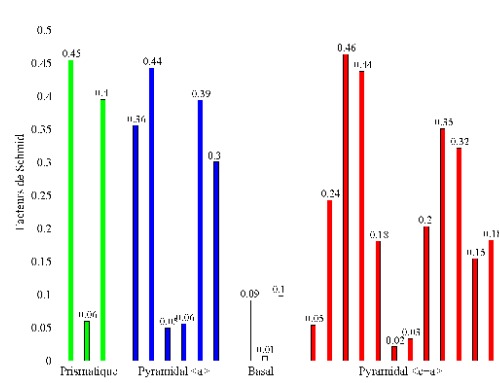
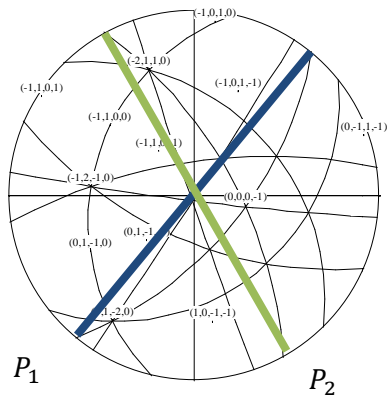


Figure 97.1 - Projection stéréographique (à gauche) et facteur de Schmid (à droite).

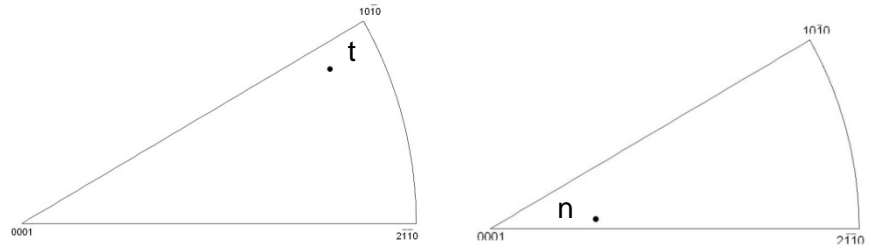
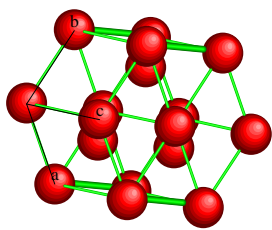


Figure 97.2 – Schématisation (à gauche) et projection dans le triangle standard (à droite) ( $\phi_1 = 77.9$ ,  $\phi = 31.9$ ,  $\phi_2 = 6.8$ ).

Figure 97 - Caractérisation du grain d'intérêt C1-1.

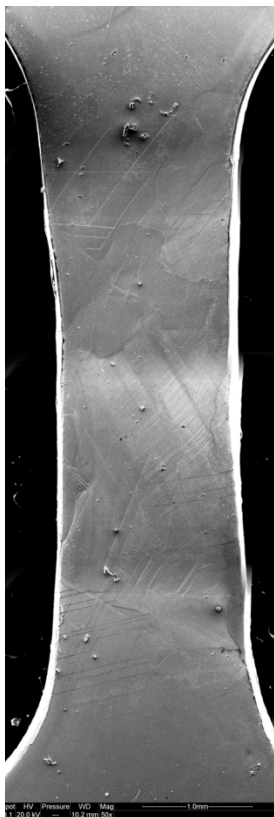


Figure 98.1 - Déformation de l'éprouvette (MEB).

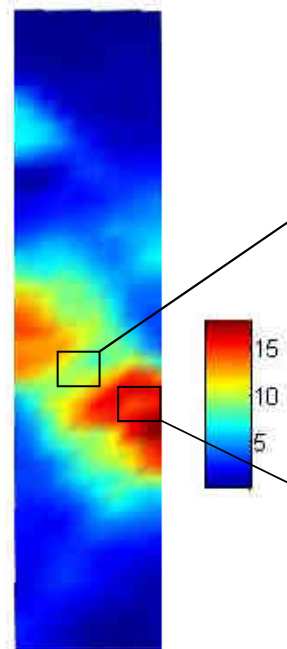


Figure 98.2 - Cartographie de  $\epsilon_{22}^p$  de l'éprouvette.

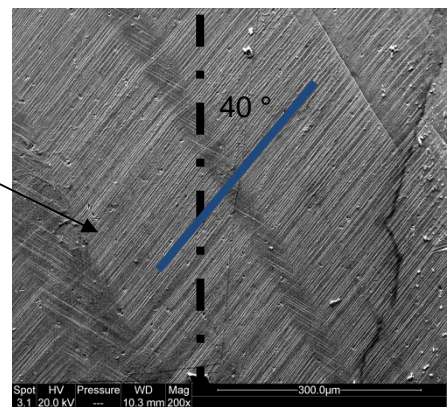
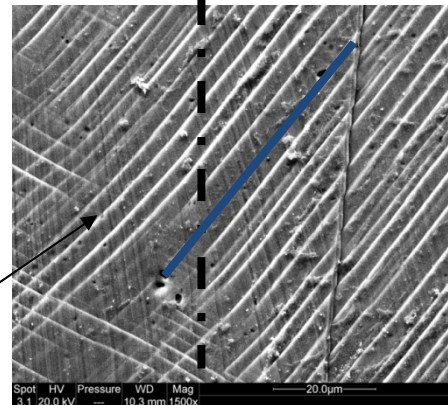


Figure 98.3 - Activation des systèmes de glissement du grain d'intérêt.

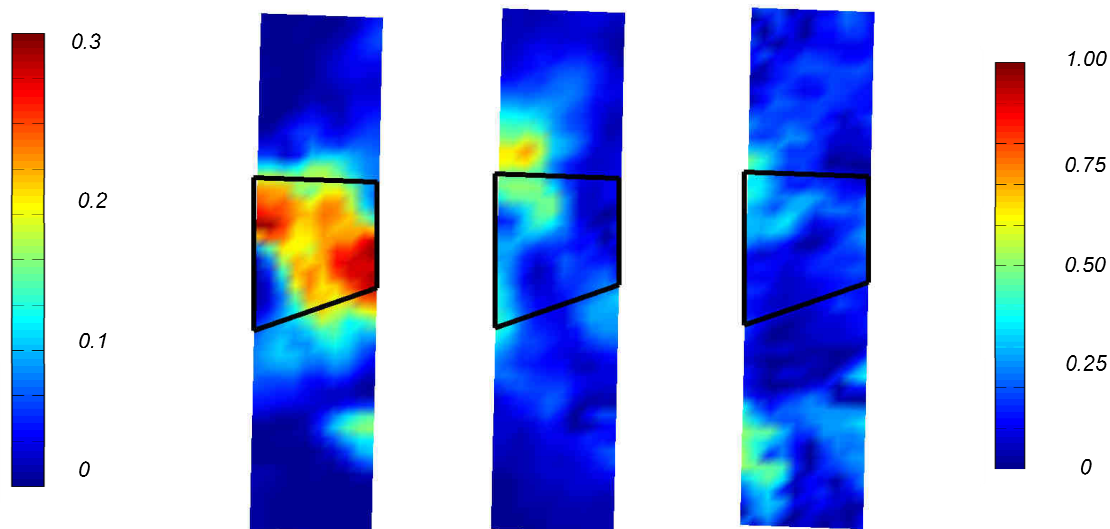


Figure 98.4 – Taux de cisaillement du système principal (a) et du système secondaire (b) du grain d'intérêt.

Figure 98.5 – Erreur sur l'analyse du cisaillement du grain d'intérêt.

Figure 98 - Caractérisation après déformation de l'éprouvette C1 et du grain d'intérêt C1-1.

### 3.3 Activation des systèmes de glissements

L'activation des glissements prismatiques a été étudiée par deux techniques : la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et la corrélation d'images. La première méthode permet d'observer les traces de glissement à la surface de l'éprouvette en fin d'essai seulement. La seconde méthode permet en revanche de déterminer l'activation des systèmes tout au long de l'essai dans le cas des éprouvettes recouvertes d'un mouchetis. La seule façon de voir l'évolution de l'activation des systèmes de glissement est d'utiliser la seconde méthode dans le cas des éprouvettes recouvertes avec mouchetis.

En MEB, nous avons pu observer à chaque fois les deux systèmes prismatiques principaux, sauf pour les éprouvettes A1 et C3. Dans les deux cas, c'est la conséquence d'un angle  $\alpha_i$  très élevé,  $89^\circ$ , pour le système prismatique qui n'est pas visible (système 1 (P1) pour l'éprouvette A1, système 2 (P2) pour l'éprouvette C3). Les observations en MEB ont montré que le système prismatique secondaire était souvent présent. Ceci tend à montrer que pour les systèmes prismatiques activés, l'angle  $\alpha_i$  est un élément fondamental qui permet ou non la visibilité des traces de glissement de ces systèmes. Le taux de déformation joue également un rôle puisque nous observons pour les éprouvettes B1 et A3 la visibilité du système principal uniquement à l'endroit des zones les plus déformées. Nous remarquons donc que toutes les éprouvettes sont en glissement double à la fin de l'essai.

L'évolution de l'activation des systèmes de glissement a été obtenue grâce à la méthode de corrélation d'images et à la décomposition du tenseur des déformations comme la somme de l'activation des deux systèmes prismatiques principaux projetées sur leur base (figure 99). Lors du début de la déformation, il y a une compétition entre les deux systèmes de glissement principaux pour toutes les éprouvettes. Puis, après 1% de déformation totale, nous obtenons une stabilisation du rapport sauf pour l'éprouvette B2. Cette dernière, bien qu'en glissement double lors de l'observation en MEB, dispose d'un facteur de Schmid du système prismatique principal prépondérant sur les autres (catégorie 1). Ceci pourrait donc expliquer que ce rapport ( $\gamma_1/\gamma_2$ ) continue d'évoluer après 10% de déformation.

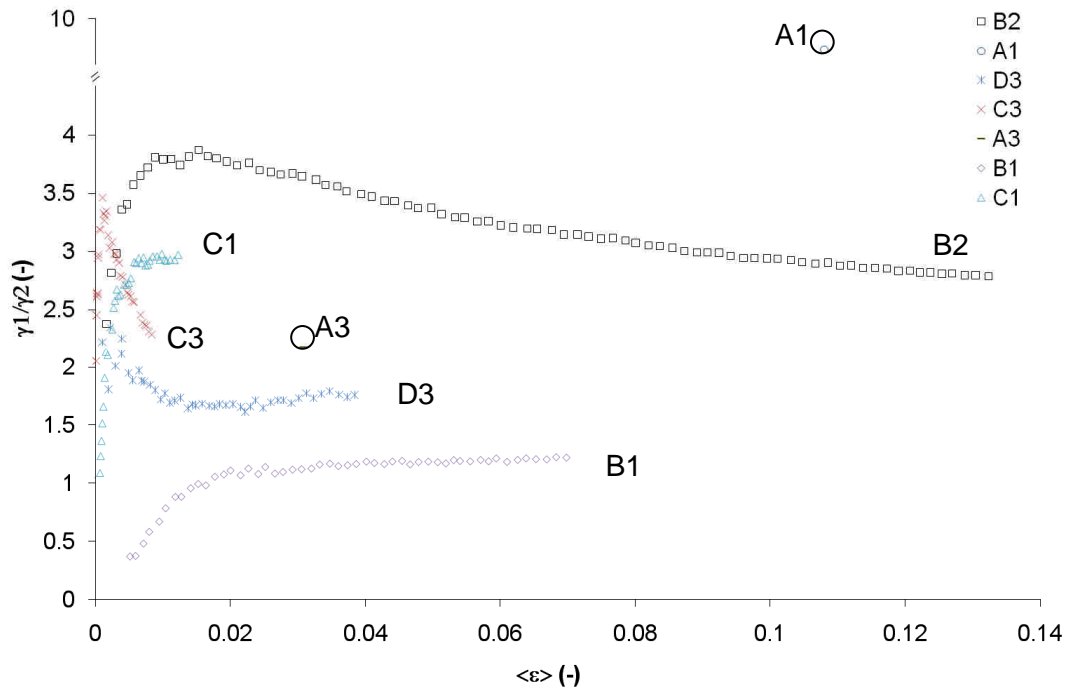


Figure 99 - Evolution du rapport  $\gamma_1/\gamma_2$  pendant la déformation plastique des éprouvettes.

L'hétérogénéité de la déformation au sein du grain a été étudiée grâce aux cartographies de déformation longitudinale en utilisant l'écart type appelé  $\sigma_{\epsilon_{22}}$  (équation (45)). Il est normé par rapport à la moyenne de la déformation et son évolution est déterminée tout au long de la déformation (équation (46) et figure 100). Au tout début de la déformation, ce paramètre augmente, puis il diminue jusqu'à se stabiliser à une valeur différente s'il s'agit d'une éprouvette de catégorie 1 ou de catégorie 2 et 3. En effet, la valeur de l'écart type normé pour l'éprouvette B2 (catégorie 1) est 0.5, soit environ 2 fois plus que pour les autres échantillons. Cette stabilisation de ce paramètre, qui est une mesure de l'hétérogénéité de la déformation du grain, montre qu'une fois les structures hétérogènes créées, la déformation ne tend pas à être homogène, au contraire, l'hétérogénéité relative persiste.

$$\sigma_{\epsilon_{22}} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\epsilon_{22} - \hat{\epsilon}_{22})^2} \quad \text{avec} \quad \hat{\epsilon}_{22} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \epsilon_{22} \quad (45)$$

$$\sigma_{\epsilon_{22}}^N = \frac{\sigma_{\epsilon_{22}}}{\hat{\epsilon}_{22}} \quad (46)$$

Tableau 12 - Evolution des cisaillements.

Catégorie	Eprouvette	$\gamma_1/\gamma_2$	$\sigma_{\epsilon_{22}}^N$
1	B2	2.79	0.516
	A1	9.47	0.259
2	D3	1.76	0.162
	C3	2.31	0.304
3	A3	2.18	0.373
	B1	1.23	0.235
	C1	2.93	0.469



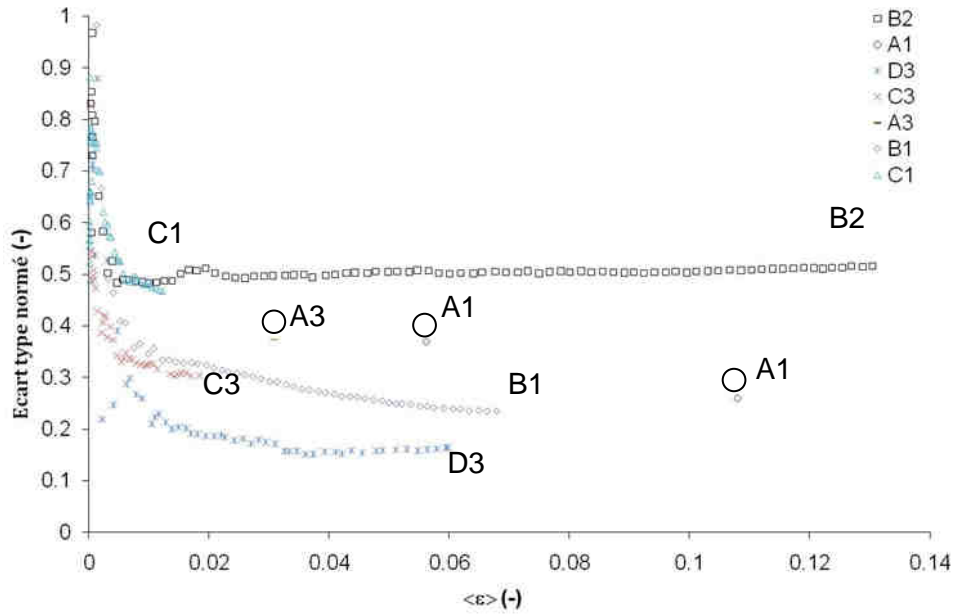


Figure 100 - Evolution de l'hétérogénéité au sein du grain d'intérêt.

### 3.4 Comportement mécanique en traction

#### 3.4.1 Contraintes de cisaillement critique

Une autre façon de regrouper les éprouvettes est de tracer la projection du grain d'intérêt dans le triangle standard. Deux groupes sont cette fois-ci bien distincts (figure 101). Après traction, la cission critique du groupe 1 est proche de 15 MPa (figure 102) tandis que celle du second groupe est aux alentours de 30 MPa (figure 103).

La première série d'éprouvettes (A1, A3 et D3) possède des valeurs qui sont en cohérence avec celles observées dans la littérature par Akhtar et Teghtsoonian [1971].

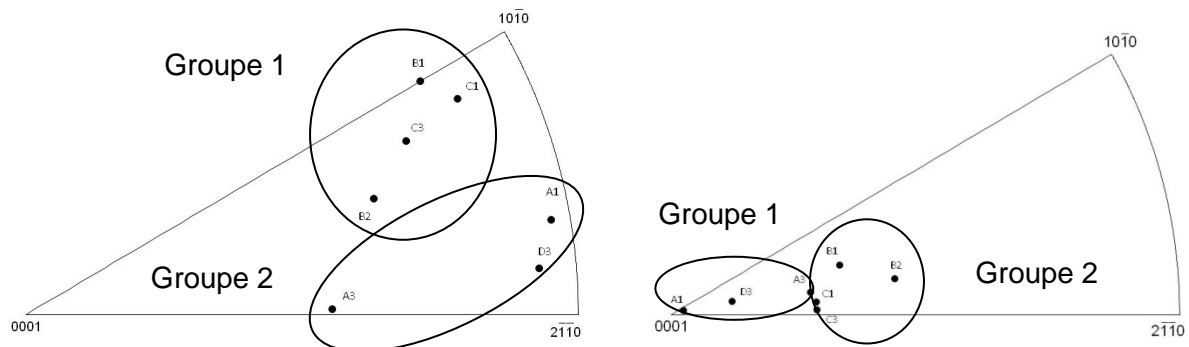
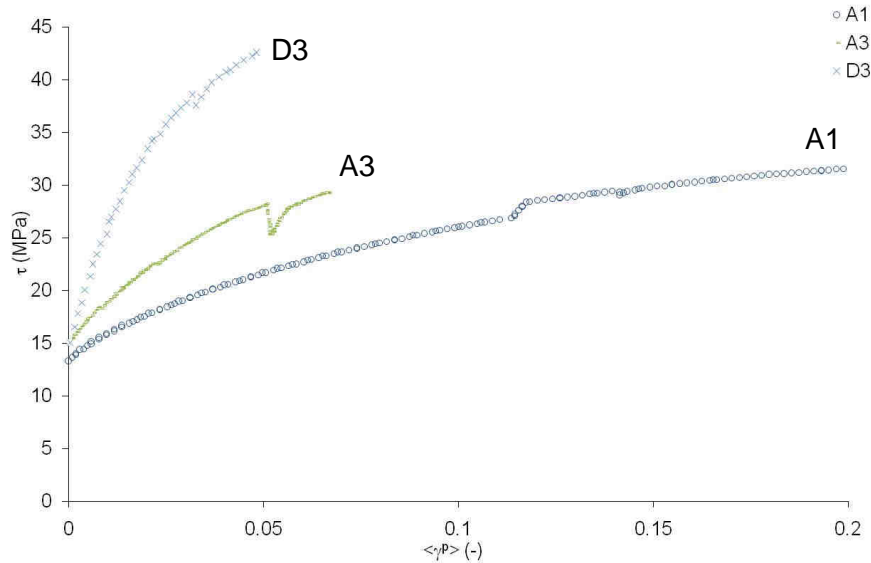


Figure 101 - Orientation des grains d'intérêt dans le triangle standard (direction de traction à gauche, direction normale à droite).

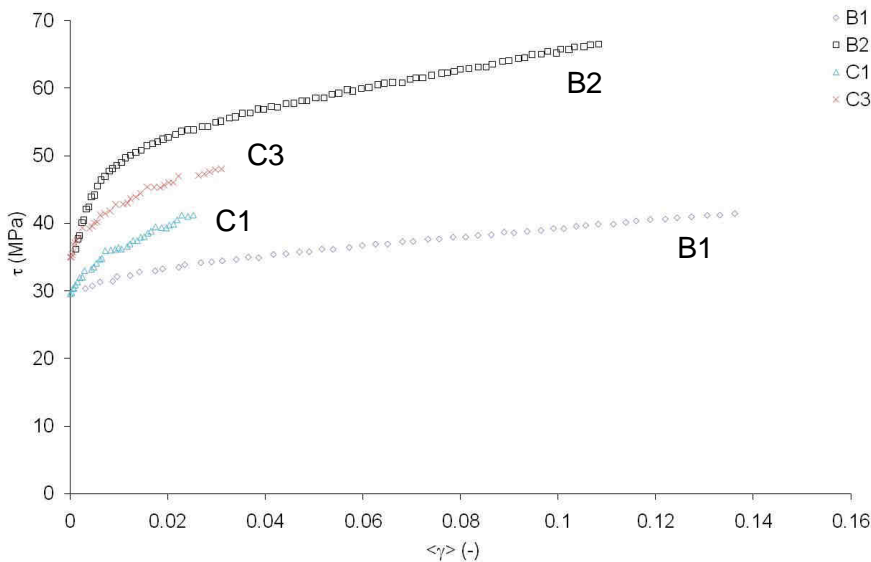
Pour l'éprouvette A3, nous remarquons un décrochement. Celui-ci est la conséquence soit d'un problème électrique au niveau du montage (chute brusque de la force appliquée) soit de la présence de maclage. En effet, dans la littérature, il a été constaté que la création et la propagation de macles mécaniques résultant de déformations de cisaillement se traduit sur la courbe de traction par des domaines à pentes négatives liés à la consolidation par blocage mutuel des macles qui se développent sur des plans sécants dans les grains [Karaman et al., 2000]. Néanmoins, aucune macle n'a été observée dans le grain central d'intérêt. Des macles ont cependant pu être observées dans d'autres grains de l'éprouvette.

**Tableau 13 - Cission critique et vitesse de déformation.**

Catégorie	Eprouvette	$\tau_c$ (MPa)	$\dot{\gamma}_0$ ( $10^{-4} s^{-1}$ )
1	A1	13.3	9.12
	A3	15.0	2.89
	D3	15.0	6.46
2	B1	30.0	4.29
	B2	36.2	15.1
	C1	30.0	6.02
	C3	35.0	10.8



**Figure 102 - Courbe  $\tau$  vs.  $\gamma$  des éprouvettes A1, A3 et D3.**



**Figure 103 - Courbes  $\tau$  vs.  $\gamma$  des éprouvettes B1, B2, C1 et C3.**

Pour les autres éprouvettes (B1, B2, C1 et C3), la cission critique est plus élevée et correspond davantage aux données de Soo et Higgins [1968] (figure 103).

En analysant l'orientation de ces éprouvettes dans le triangle standard, nous remarquons que les éprouvettes ayant une cission critique proche l'une par rapport à l'autre se situent dans la même région de ce triangle. Ceci montrerait que tout comme le titane

[Naka, 1983], métal dont les propriétés physiques sont très proches du zirconium, le zirconium serait sensible à un écart à la loi de Schmid. Nous appelons écart à la loi de Schmid, le fait que la relation (47) n'est plus valable.

$$\tau^s < \tau^c \Rightarrow \text{pas d'activation} \quad (47)$$

$$\tau^s = \tau^c \Rightarrow \text{activation quelle que soit l'orientation du grain}$$

avec  $\theta^s$  l'angle entre la normale au plan du système s et la direction de traction et  $\lambda^s$  l'angle entre la direction de glissement du système s et la direction de traction. En d'autres termes, le critère d'écoulement ne dépend pas uniquement de la « cission » résolue dans le plan.

Naka [1983] explique cet écart à la loi de Schmid par la non-planarité du cœur des dislocations vis. En effet, la limite d'élasticité mesurée correspond à la contrainte critique nécessaire pour le déplacement des dislocations vis, le mécanisme de Peierls étant encore actif à la température ambiante pour les dislocations vis. L'auteur propose qu'un faible facteur de Schmid pour l'un des systèmes pyramidaux provoque une recombinaison de cœur difficile et donc une cission critique résolue plus élevée. Le tableau 14 récapitule les facteurs de Schmid pour le système prismatique principal et les deux systèmes pyramidaux <a> associés. En considérant un facteur de Schmid faible comme étant inférieur à 0.37, nous pouvons effectivement confirmer l'hypothèse de Naka pour la majorité des éprouvettes. Seule l'éprouvette A3 fait exception (cission critique de 15 MPa, et pourtant un facteur de Schmid du système pyramidal valant 0.17) sans que nous puissions à l'heure actuelle apporter une explication.

**Tableau 14 - Valeur des facteurs de Schmid.**

Catégorie	Eprouvette	Systèmes	$f_s$ (-)
1	A1	$(01\bar{1}0)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.49
		$(01\bar{1}1)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.44
		$(01\bar{1}\bar{1})\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.43
	A3	$(01\bar{1}0)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.32
		$(01\bar{1}1)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.39
		$(01\bar{1}\bar{1})\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.17
	D3	$(01\bar{1}0)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.47
		$(01\bar{1}1)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.44
		$(01\bar{1}\bar{1})\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.38
2	B1	$(01\bar{1}0)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.42
		$(01\bar{1}1)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.47
		$(01\bar{1}\bar{1})\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.34
	B2	$(01\bar{1}0)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.46
		$(01\bar{1}1)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.45
		$(01\bar{1}\bar{1})\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.36
	C1	$(01\bar{1}0)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.45
		$(01\bar{1}1)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.44
		$(01\bar{1}\bar{1})\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.36
	C3	$(01\bar{1}0)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.45
		$(01\bar{1}1)\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.48
		$(01\bar{1}\bar{1})\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	0.31

## 3.4.2 Evolution de l'écroissage

### 3.4.2.1 Eprouvettes ayant une faible cission critique

Les courbes de  $\tau$  vs.  $\gamma$  montrent une forte différence entre l'écroissage suivant les essais. Cet écroissage peut être étudié en calculant la dérivée de la contrainte par rapport au cisaillement principal.

L'écroissage des éprouvettes A1, A3 et D3 est tracé figure 104. Son étude montre une différence visible entre les éprouvettes A1 et A3 et l'éprouvette D3. En effet, pour cette dernière, nous avons deux stades distincts. Une diminution constante de l'écroissage est présente entre 38 et 42 MPa. Ceci est représentatif du stade I de la déformation. Ensuite, nous observons un palier qui correspond davantage au stade II. L'écroissage des éprouvettes A1 et A3 diminue constamment jusqu'à 28 MPa.

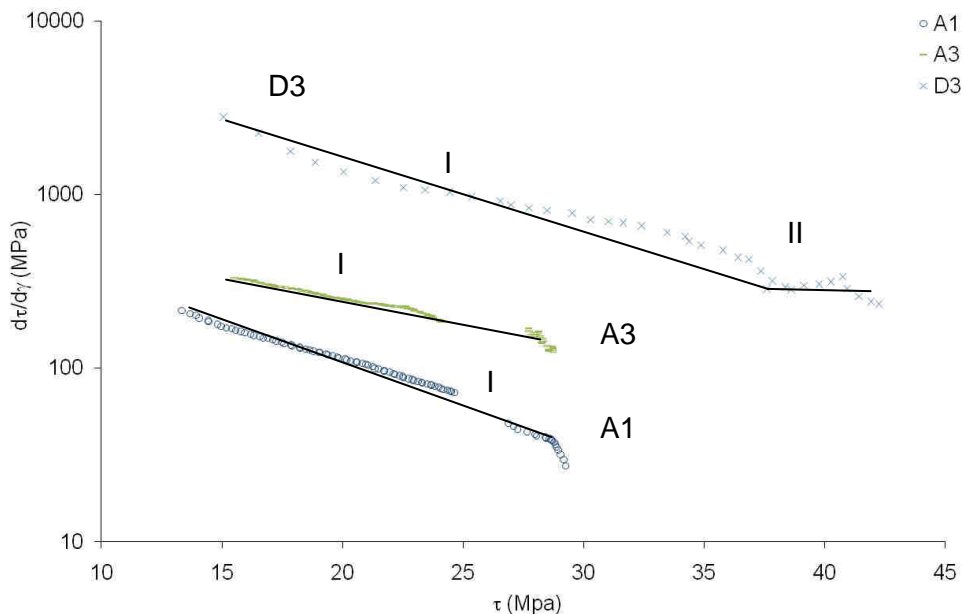


Figure 104 - Ecroissage des éprouvettes A1, A3 et D3.

Ces deux stades sont également visibles lors du tracé du rapport de l'activité des systèmes de glissement en fonction de la déformation (figure 99). Ceci nous incite donc à penser que le passage au stade II correspond au moment où il n'y a plus de compétition entre les systèmes de glissement (leur activité relative est constante). Nous allons confronter cette hypothèse aux autres éprouvettes.

### 3.4.2.2 Eprouvettes ayant une forte cission critique

L'écroissage des éprouvettes B1, B2, C1 et C3 est tracé figure 105. Nous remarquons de la même manière que pour les éprouvettes précédentes, que dans les premiers stades de la déformation, l'écroissage diminue, jusqu'à se stabiliser sauf pour l'éprouvette C3. L'hypothèse concernant l'apparition du stade II avec la stabilisation du rapport de l'activité des deux systèmes prismatiques principaux se confirment ici (figure 99). En effet, la seule éprouvette dont ce rapport n'est pas stabilisé est l'éprouvette C3, qui n'a toujours pas dépassé le stade II de la déformation au vu de son écroissage. L'activation relative des systèmes de glissement influence donc l'apparition du stade I de la déformation. Ce point tend donc à démontrer un effet d'écroissage lié à l'interaction entre systèmes de glissement (écroissage latent)

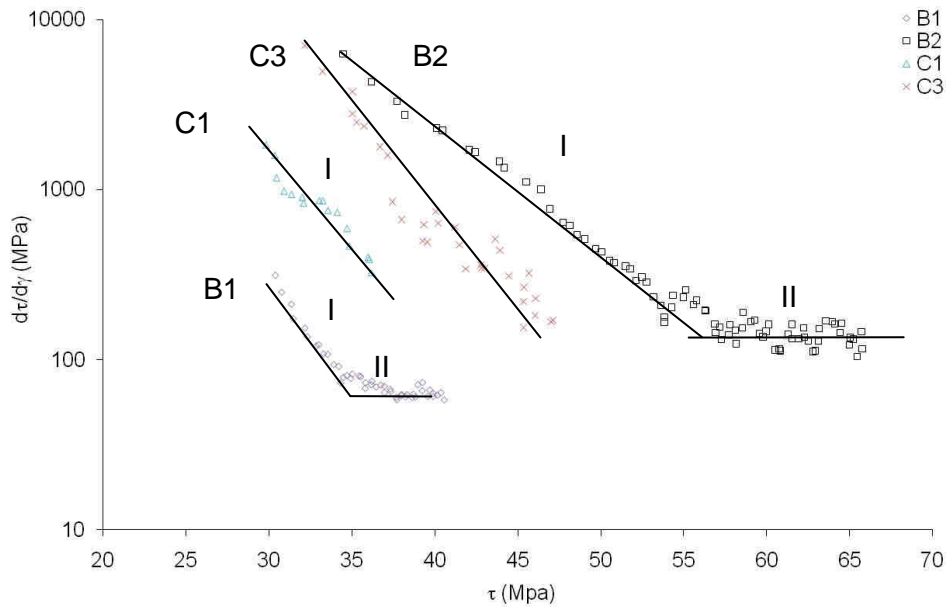


Figure 105 - Ecroissage des éprouvettes B1, B2, C1 et C3.

### 3.4.2.3 Discussion sur l'évolution des activités des systèmes

Nous remarquons pour toutes nos éprouvettes une évolution du rapport d'activité entre les systèmes prismatiques au début de la déformation (inférieure à 1%). Cependant, après 1% de déformation cette évolution se stabilise. Geyer [1999] observe sur un matériau polycristallin le même phénomène entre 1 et 4% de déformation. La différence du moment de la stabilisation provient du calcul de la déformation. Dans notre cas, nous considérons la déformation du grain alors que l'auteur considère une déformation macroscopique de son matériau polycristallin.

### 3.4.2.4 Discussion sur la valeur de l'écroissage initial et en stade II

Le tableau 15 récapitule les valeurs de l'écroissage du stade II. Pour les éprouvettes C1 et C3, il est donné à titre indicatif puisqu'il n'est pas stabilisé en fin d'essai. Une comparaison de cet écroissage avec le rapport de l'activation des systèmes de glissement montre que plus le second système s'active, plus l'écroissage est important (figure 106). En ce qui concerne le taux d'écroissage initial, celui varie fortement. Pour le fer- $\alpha$ , celui-ci se situe aux alentours de 2000 MPa [Jaoul et Friedel, 1965]. Dans le cas des matériaux à structure cubiques faces centrées, l'écroissage en stade II est de l'ordre de  $\mu/200$ . En prenant 25 GPa pour le module de cisaillement du zirconium, ce rapport vaut 125. Le taux d'écroissage calculé pour nos éprouvettes en glissement simple est inférieur à 125, ce qui tend à penser que l'écroissage du zirconium est plus faible que celui des métaux à structures cubiques faces centrées.

A noter que l'obtention de ce paramètre est très délicate. Ce dernier varie également de façon importante au début de la déformation plastique.

Tableau 15 - Valeur de l'écroissage initial et en stade II.

Catégorie	Eprouvette	$\theta_0$ (MPa)	$\theta_{II}$ (MPa)	$\gamma_1/\gamma_2$	Remarque
1	A1	214	30	9.47	
2	B1	313	58	1.23	Forte erreur sur $\gamma_1$ et $\gamma_2$
2	B2	6283	105	2.79	
1	A3	329	128	2.18	
2	C1	1827	145	2.93	Non stabilisé
2	C3	7066	168	2.31	Non stabilisé
1	D3	2800	235	1.76	

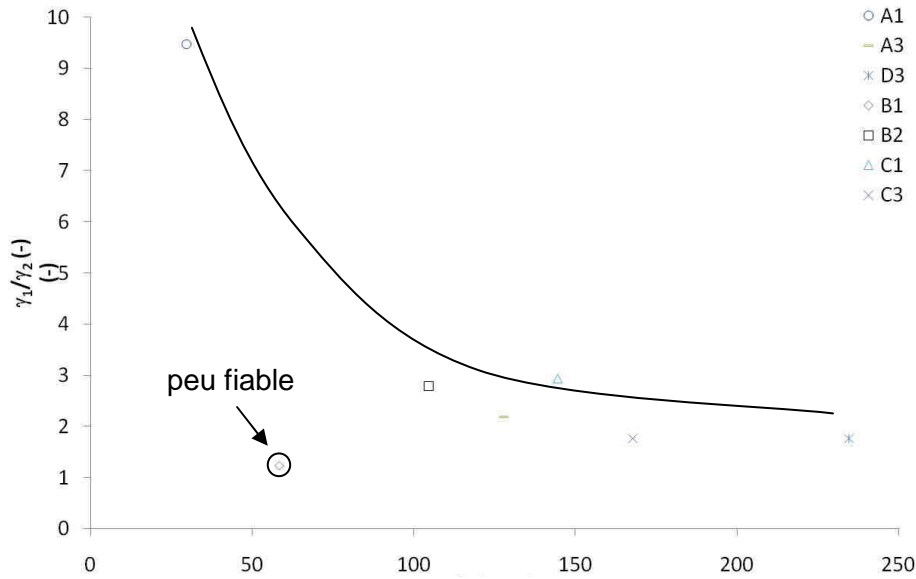


Figure 106 - Evolution de l'écroutissement en fonction de l'activation des systèmes.

### 3.4.3 Influence de la vitesse de déformation

#### 3.4.3.1 Essai de sauts de vitesse

La réalisation d'essais de sauts de vitesse a pour objectif de déterminer la sensibilité à la vitesse du matériau.

Plusieurs éprouvettes ont été utilisées pour réaliser des essais à sauts de vitesse. Cependant, des difficultés sont survenues soit à cause d'une absence de grain d'intérêt dans la section utile de l'éprouvette, soit parce que celui-ci ne se déformait pas à cause de son orientation. Une éprouvette, C1, remplissait néanmoins les critères adéquats. Celle-ci a été présentée au paragraphe 3.2.8

Ces essais de sauts de vitesse ont été réalisés à une vitesse standard de  $5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$  avec des sauts de  $5 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$  et  $5 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$ .

En utilisant la méthode présentée précédemment, nous sommes capables de déterminer la courbe cisson/cisaillement de l'essai (figure 107) et donc de calculer les volumes d'activations pour chaque saut de vitesse.

Pour calculer les volumes d'activation, nous considérons que la vitesse de déformation est contrôlée par la vitesse des dislocations vis (équation (48)). Dans le cadre d'une loi thermiquement activée et en utilisant la formule d'Orowan (équation (49)), nous pouvons exprimer l'énergie d'activation en fonction de la température,  $T$ , et de la vitesse de déformation,  $\dot{\gamma}$  (équation (50)).

$$v = v_D L \left( \frac{b}{l^*} \right)^2 \exp \left( - \frac{\Delta G(\tau)}{k_B T} \right) \quad (48)$$

avec  $v_D$  la fréquence de Debye,  $T$  la température et  $k_B$  la constante de Boltzmann

$$\dot{\gamma} = \rho_m b v \quad (49)$$

avec  $\rho_m$  la densité de dislocations mobiles

$$\Delta G = k_B T \ln \left( \frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \right) \quad (50)$$

avec  $\dot{\gamma}_0 = v_D L \left( \frac{b}{l^*} \right)^2$ .

En dérivant  $\Delta G$  par rapport à  $\tau$  à température constante, le volume d'activation est alors décrit comme une fonction de la vitesse de déformation et de la contrainte (équation (51)).

$$-\left| \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau} \right|_T = V = k_B T \left| \frac{\partial \ln(\dot{\gamma} / \dot{\gamma}_0)}{\partial \tau} \right|_T = k_B T \frac{\ln(\dot{\gamma}_2 / \dot{\gamma}_1)}{\tau_2 - \tau_1} \quad (51)$$

Ainsi, en réalisant des sauts de vitesse brutaux entre  $\dot{\gamma}_1$  vers  $\dot{\gamma}_2$  à température constante et en mesurant la variation de contrainte  $\tau_2 - \tau_1$  au cours de ces sauts, il est possible de déterminer les volumes d'activation. Les résultats sont présentés sur la figure 110.

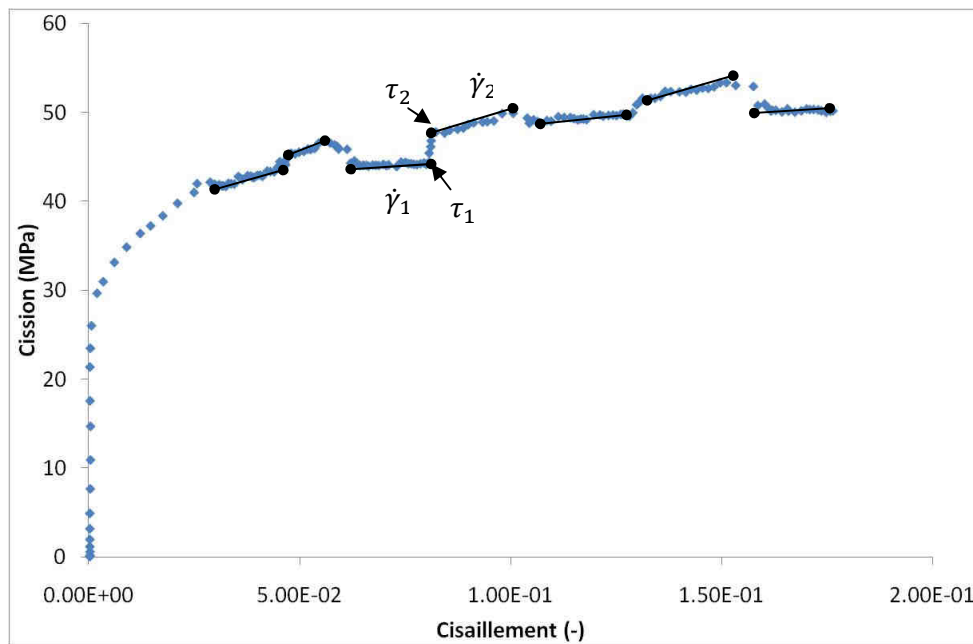
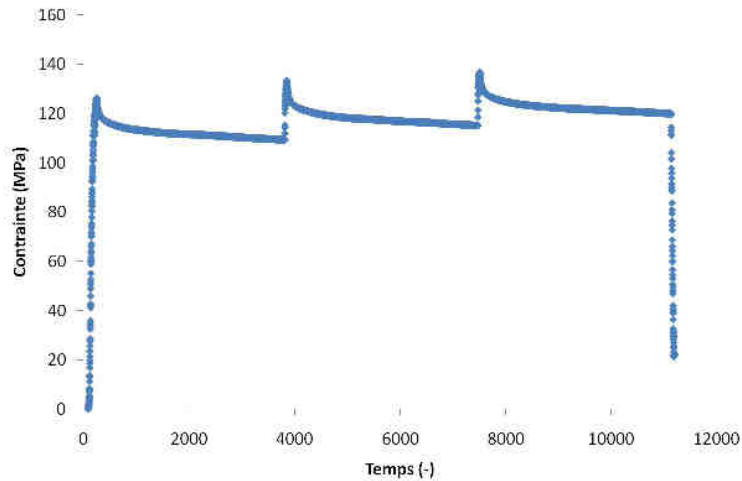


Figure 107 - Courbe cission cisaillement de l'éprouvette C1.

### 3.4.3.2 Essai de relaxation

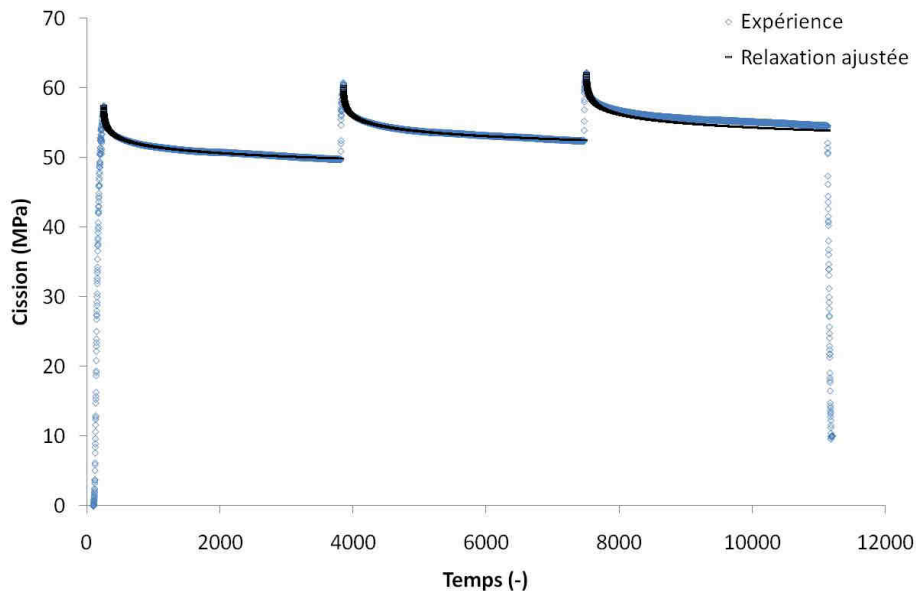
L'essai de relaxation est complémentaire de celui de sauts de vitesse. Ces essais permettent néanmoins une meilleure détermination du volume d'activation bien que leur nombre soit limité par la durée d'une relaxation. De plus, il faut s'assurer qu'un seul grain se déforme pour traiter de façon adéquate ce type d'essai. La corrélation d'images permet de s'en assurer.

Pour les mêmes raisons que pour les essais de sauts de vitesse, plusieurs éprouvettes ont été utilisées, mais une seule a donné des résultats satisfaisants, l'éprouvette C3 présentée au paragraphe 3.2.5 . Trois relaxations successives ont été réalisées à des contraintes élevées (figure 108).



**Figure 108 - Coubre contrainte/temps de l'essai de relaxation.**

En utilisant la méthode présentée précédemment, nous sommes capables de déterminer la courbe cission/temps de l'essai (Figure 109) et donc de calculer les volumes d'activation lors de chaque relaxation.



**Figure 109 - Courbe cission/temps de l'éprouvette C3.**

Pour calculer les volumes d'activation à l'aide d'un essai de relaxation, nous ajustons sur la courbe cission/temps, une loi intégrée donnant l'évolution de la contrainte en fonction du temps (équation (52)).

$$\tau(t) = \tau_0 - \frac{k_B T}{V} \ln(1 + At) \quad (52)$$

Nous obtenons par conséquent trois volumes d'activation que nous reportons sur un graphique représentant le volume d'activation en fonction de la cission appliquée (Figure 110). Nous remarquons que le volume d'activation diminue de façon exponentielle en fonction de la contrainte appliquée. Ceci est en cohérence avec la littérature [Soo et Higgins, 1968].



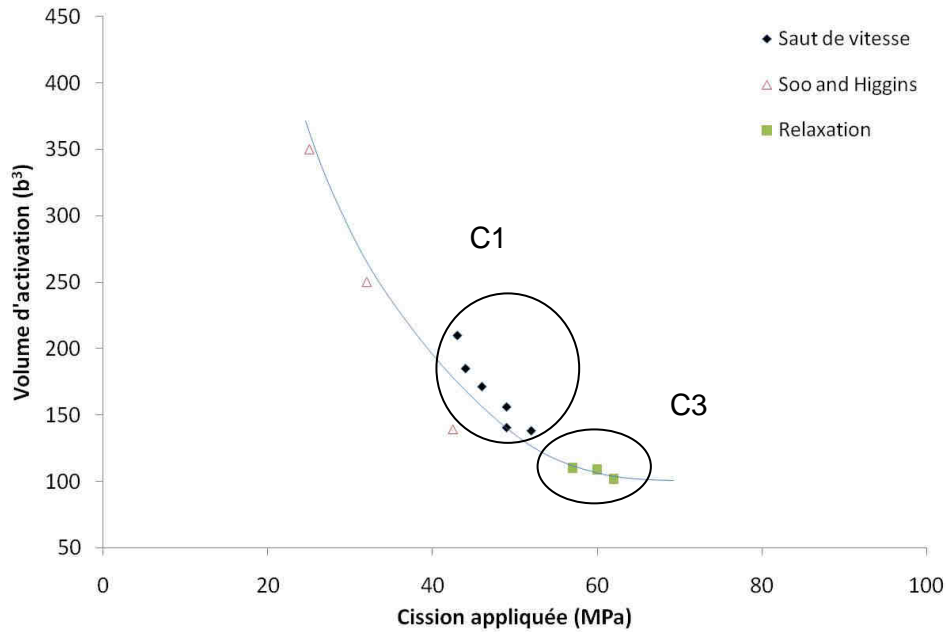


Figure 110 - Volume d'activation en fonction de la cission appliquée.

### 3.4.3.3 Discussion des résultats

Nous observons que le volume d'activation varie en fonction de la contrainte. Nous avons tracé l'inverse de la racine carré de la contrainte en fonction du volume d'activation. Nous remarquons que les deux paramètres sont directement proportionnels. Ceci implique que le mécanisme qui contrôle la déformation est celui de double décrochement. En effet, Caillard et Martin [2003] montrent que dans le cas d'un mécanisme de double décrochement, l'aire d'activation est proportionnelle à l'inverse de la racine carré de la contrainte (équation (53)). Nous considérons donc que c'est le mécanisme qui contrôle la déformation du zirconium à température ambiante.

$$A = h \left( \frac{hb \mu}{8\pi \tau} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (53)$$

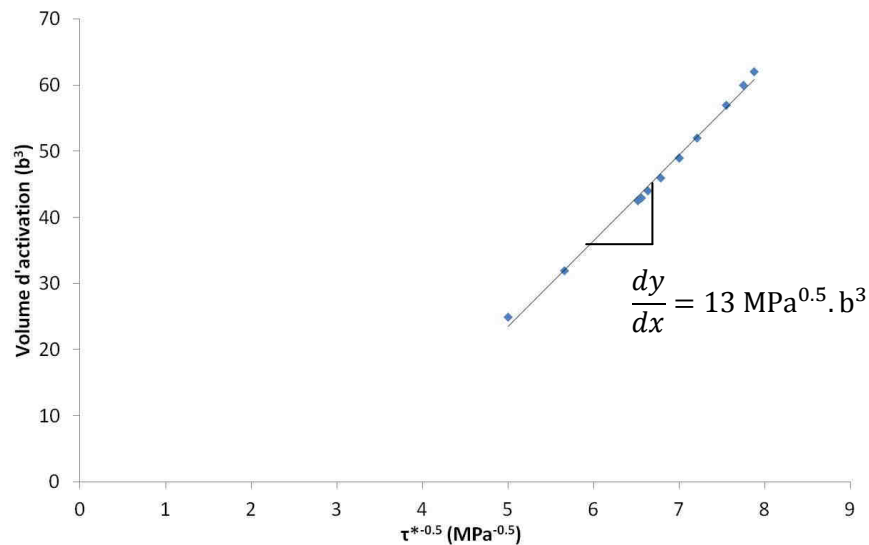


Figure 111 - Volume d'activation proportionnel à l'inverse de la racine carré de la contrainte.

### 3.5 Synthèse de l'étude expérimentale

L'étude expérimentale a eu pour objectif de déterminer le comportement du zirconium à l'échelle du monocristal. Les orientations différentes des éprouvettes ont permis de bien rendre compte du comportement des systèmes prismatiques, systèmes qui s'activent majoritairement à température ambiante. De plus, nous n'avons observé l'activation d'aucun autre système (pyramidal  $\langle a \rangle$ , basal  $\langle a \rangle$ , pyramidal  $\langle c+a \rangle$ ) même à forte déformation (20 %).

La déformation est dans tous les cas hétérogène à l'intérieur du grain d'intérêt. L'hétérogénéité n'évolue cependant que très peu durant la déformation, autrement dit, la déformation ne tend pas à s'homogénéiser.

La cission critique, ou plutôt les cissions critiques, du système prismatique du zirconium ont été calculées pour les sept éprouvettes tractionnées. En effet, le calcul des facteurs de Schmid à travers l'orientation du cristal ne permet pas de déterminer *a priori* la cission à partir de laquelle le matériau rentre en déformation plastique. Ce matériau, tout comme le titane, présente un écart à la loi de Schmid. Une piste pour déterminer l'origine de cet écart serait d'étudier l'impact du système pyramidal  $\langle a \rangle$  sur la déformation.

L'étude de l'écrouissage du matériau a montré une compétition de l'activité des systèmes de glissement en début de déformation. L'évolution de cet écrouissage montre l'apparition de deux stades. Le stade I apparaît lorsque l'importance du système principal par rapport au secondaire continue d'évoluer. Une fois ce rapport stabilisé, nous avons l'apparition du stade II de la déformation. Nous remarquons également une corrélation entre le taux d'écrouissage et le rapport de l'activation des systèmes de glissement. Nous en déduisons la présence d'écrouissage latent dans le zirconium. Ces résultats montrent donc l'importance de quantifier l'activation des systèmes de glissement pour caractériser la déformation du zirconium.

Ce matériau présente aussi une forte sensibilité à la vitesse, tout du moins en début de déformation. Le mécanisme de double décrochement contrôlerait la déformation du zirconium à température ambiante. Il serait intéressant de réaliser de futurs essais de relaxation ou de sauts de vitesse avec des éprouvettes ayant des orientations suffisamment différentes pour étudier l'impact de l'interaction et de l'activation des systèmes ou de la valeur de la cission critique sur la sensibilité à la vitesse du matériau.



# Chapitre 4 Loi de comportement à l'échelle du monocristal

---

## 4.1 Introduction

L'étude expérimentale a permis de déterminer différents paramètres physiques de première importance : les cissons critiques du système prismatique, les taux d'écroissage et les volumes d'activation. Toutes ces données sont essentielles pour modéliser le comportement du zirconium à l'échelle du monocristal. Cependant, ces données ne sont valables que pour une vitesse et une température donnée. A l'heure actuelle, aucune loi de comportement monocristalline, couvrant une large gamme de température et de vitesse de déformation, pour le zirconium n'a été déterminée. Il existe cependant plusieurs modèles que nous avons présentés dans la partie bibliographique. Nous comparons ici deux de ces modèles.

Le premier modèle (modèle CC) considère une variation de l'énergie d'activation en fonction de la contrainte ainsi qu'une loi d'écroissage très spécifique développée pour les métaux à forte friction de réseau [Rauch, 1994; Libert, 2007]. Le second modèle est un modèle simplifié qui prend en compte un volume d'activation constant avec la contrainte et une loi d'écroissage plus classique développée pour les métaux à structure cubique face centrée [Geyer, 1999; Frénois, 2001; Onimus, 2004].

Les deux modèles sont comparés à l'échelle macroscopique et microscopique. Les paramètres sont ajustés sur la courbe contrainte-déformation du grain d'intérêt A1-1. Précisons que notre étude prend en compte uniquement les systèmes prismatiques.

## 4.2 Identification des paramètres

Dans un premier temps, nous rappelons les paramètres mesurés et ceux issus de la littérature. Ceux-ci sont communs aux deux modèles. Dans un second temps, nous ajustons les paramètres de ces modèles sur la courbe expérimentale du grain d'intérêt A1-1.

### 4.2.1 Paramètres issus de la littérature

Le coefficient d'auto-écroissage de la matrice d'interaction  $\alpha$  [Douglass, 1971], les modules d'élasticité  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  et  $c_{44}$  [Fischer et Renken, 1964] et la norme du vecteur de Burgers  $b$  sont donnés dans le tableau 16.

**Tableau 16 - Paramètres de la loi de comportement issus de la littérature.**

	$c_{11}$	$c_{12}$	$c_{44}$	$\alpha$	$b$
Valeur	143.4 GPa	72.88 GPa	32.02 GPa	0.28	3.23 Å

### 4.2.2 Paramètres mesurés

Des études en Microscopie Electronique à Transmission (MET) ont permis de mesurer la densité de dislocations initiales  $\rho^u$  [Lescoat et Onimus, 2008]. Ce paramètre est fixé à  $2.5 \cdot 10^6 \text{ mm}^{-2}$ . Quant à la taille du grain, elle a été mesurée en microscopie optique et nous obtenons ici sur notre matériau 1.6 mm.

### 4.2.3 Modèle développé pour les métaux à structure cubique centré [Rauch, 1994; Libert, 2007]

Les équations de ce modèle sont dans un premier temps rappelées (équations (54) à (57)). Celui-ci fait intervenir un grand nombre de constantes matériaux qui doivent être déterminées.

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0^s \exp \left[ -\frac{\Delta G(\tau_{eff}^s)}{k_B T} \right] \text{ signe}(\tau^s) \text{ avec } \Delta G(\tau_{eff}^s) = \Delta G_0 \left( 1 - \left( \frac{\tau_{eff}^s}{\tau_R} \right)^p \right)^q \quad (54)$$

$$\tau^s = \tau_0 + \tau_{eff}^s + \tau_i^s \quad (55)$$

$$\tau_i^s = \frac{(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u}{\tau_s - \tau_0} \quad (56)$$

$$\dot{\rho}^s = \frac{\dot{\gamma}^s}{b} \left( \frac{K}{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}} - g_c \rho^s \right) \quad (57)$$

Certains de ces paramètres proviennent de données issues de la bibliographie ou sont obtenus à partir d'observations microstructurales. D'autres, tels que les valeurs des coefficients  $p$  et  $q$  ou encore l'énergie d'activation initiale peuvent être déterminées par des essais mécaniques spécifiques de sauts de vitesses et de relaxation.

Cependant, certains coefficients intrinsèques à la loi de comportement jouent un rôle primordial dans la modélisation et ne sont pas accessibles directement par une approche expérimentale. Il faut alors déterminer ces paramètres en recherchant le jeu de valeurs qui accorde au mieux les résultats de la simulation avec les données expérimentales. Notre démarche consiste à minimiser l'écart entre expérience et simulation. Pour cela, nous utilisons le logiciel d'identification SiDoLo développé par Pilvin [Cailletaud et Pilvin, 1994; Pilvin, 1994]

#### 4.2.3.1 Détermination de l'énergie libre à partir des volumes d'activation obtenus expérimentalement

L'obtention des variables  $\Delta G_0$ ,  $\tau_R$ ,  $p$  et  $q$  se font en ajustant l'énergie d'activation dérivée par rapport à la contrainte  $\tau_{eff}$  (équation (58)) sur nos données expérimentales (figure 112 et tableau 17). A noter que les paramètres  $p$  et  $q$  ont été respectivement bornés par [0.5-1] et [1-2] [Caillard et Martin, 2003]. Nous pouvons remarquer que le modèle suit fidèlement les données expérimentales pour une gamme de contraintes allant de 20 à 60 MPa.

$$V = - \left. \frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_{eff}} \right|_{\varepsilon, T} = \frac{pq \Delta G_0}{\tau_R^p} \left( \frac{\tau_{eff}}{\tau_R} \right)^{p-1} \left( 1 - \left( \frac{\tau_{eff}}{\tau_R} \right)^p \right)^{q-1} \quad (58)$$

**Tableau 17 - Jeux de paramètres ajustés sur nos résultats expérimentaux.**

	$\Delta G_0$	$\tau_R$	$p$	$q$
Valeur	0.90 eV	95 MPa	0.5	2

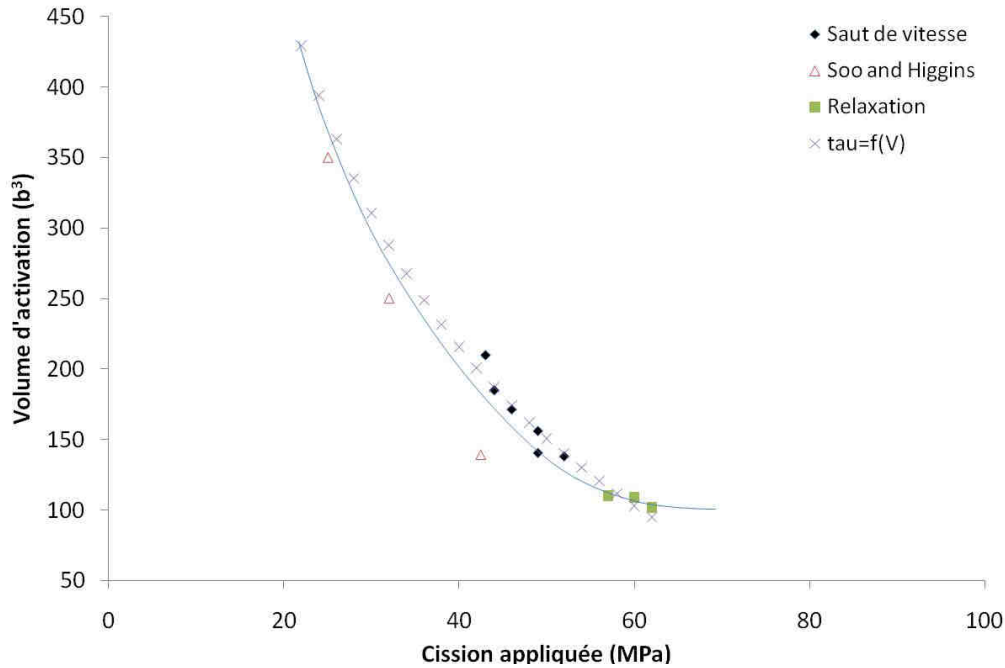


Figure 112 - Détermination des paramètres définissant la variation d'énergie libre à partir de nos résultats expérimentaux.

#### 4.2.3.2 Paramètres ajustés

Les paramètres  $g_c$ ,  $K$ ,  $\tau_R$  et  $\dot{\gamma}_0^s$  ont été ajustés afin de minimiser l'écart entre expérience et simulation (figure 113 et tableau 18). Le paramètre  $\tau_0$  qui permet de prendre en compte les précipités a été fixé à  $\tau_0 = 0$ . Nous avons choisi de ne prendre en compte que l'auto-écrouissage. En effet, même si l'expérience nous incite à ne pas négliger l'écrouissage latent, la dynamique des dislocations n'a pas permis pour l'heure de quantifier l'importance de l'un par rapport à l'autre. Nous remarquons que ce modèle reproduit fidèlement l'expérience. L'accord est encore meilleur après 6% de déformation du grain d'intérêt, ce qui correspond au moment de la décharge.

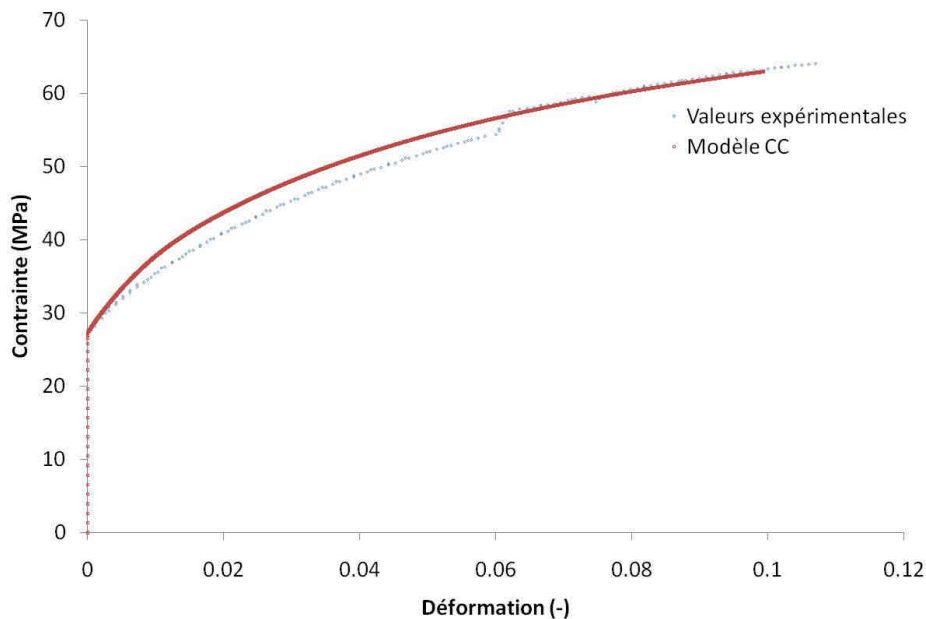


Figure 113 - Confrontation des résultats expérimentaux sur le grain A1-1 avec le modèle CC.

**Tableau 18 - Jeux de paramètres associés à l'identification.**

	$g_c$	$K$	$\dot{\gamma}_0^s$	$\tau_R$	$\tau_0$	$a^{su}$	$a^{ss}$
Valeur	2.60 nm	120	$10^6 \text{ s}^{-1}$	95 MPa	0 MPa	0	1

La distance moyenne d'annihilation,  $g_c$ , ainsi que le nombre moyen d'obstacle avant arrêt,  $K$ , sont tous deux quatre fois moins grands dans le cuivre, métal à structure cubiques centrée tel que le fer [Fivel, 1997] ( $K^{\text{cuivre}} = 36$ ,  $g_c = 6.5b$ ).

Le fait de prendre en compte une énergie d'activation variant avec la contrainte complexifie le modèle. Notre objectif est de choisir la loi de comportement en ajustant le moins de paramètres possibles. Nous nous intéressons donc maintenant à un modèle considérant d'une part un volume d'activation constant et d'autre part une loi d'érouissage simplifiée.

#### 4.2.4 Modèle simplifié [Geyer, 1999; Frénois, 2001; Onimus, 2004]

##### 4.2.4.1 Rappel des équations

Les équations qui constituent ce modèle sont rappelées (équation (59) à (61)).

$$\dot{\gamma}^s = 2\dot{\gamma}_0^s \text{sh} \left[ \frac{\tau_v V}{k_B T} \right] \text{signe}(\tau^s) \quad (59)$$

$$\tau_\mu^s = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\sum_{r \in S} (A_{rs} \rho_r)} \quad (60)$$

$$\dot{\rho}^s = \frac{\dot{\gamma}^s}{b} \left( \frac{K}{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}} - g_c \rho^s \right) \quad (61)$$

##### 4.2.4.2 Volume d'activation

La détermination d'un volume d'activation dépendant de la contrainte apparaît compliquée. En effet, il a été montré dans le chapitre expérimental que le volume d'activation varie avec la contrainte, notamment lorsque celle-ci reste faible. Cependant, il a tendance à se stabiliser lorsque la contrainte est élevée. Nous utilisons donc cette valeur pour nos calculs, à savoir  $V = 100b^3$ . Nous rappelons que ce volume d'activation concerne uniquement le système prismatique. Par ailleurs, ceci est bien justifié au vu des résultats expérimentaux, les autres systèmes ne semblent pas activés à température ambiante.

##### 4.2.4.3 Paramètres ajustés

Les paramètres  $g_c$ ,  $K$  et  $\dot{\gamma}_0^s$  ont été ajustés afin de minimiser l'écart entre expérience et simulation (figure 114 et tableau 19). L'ajustement des paramètres par rapport aux données expérimentales est excellent. Nous remarquons donc qu'à l'échelle macroscopique, il est parfaitement possible d'ajuster les deux modèles.

**Tableau 19 - Jeux de paramètres associés à l'identification.**

	$g_c$	$K$	$\dot{\gamma}_0^s$	$\tau_0$	$a^{su}$	$a^{ss}$
Valeur	2.60 nm	42	$5.0 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$	0 MPa	0	1

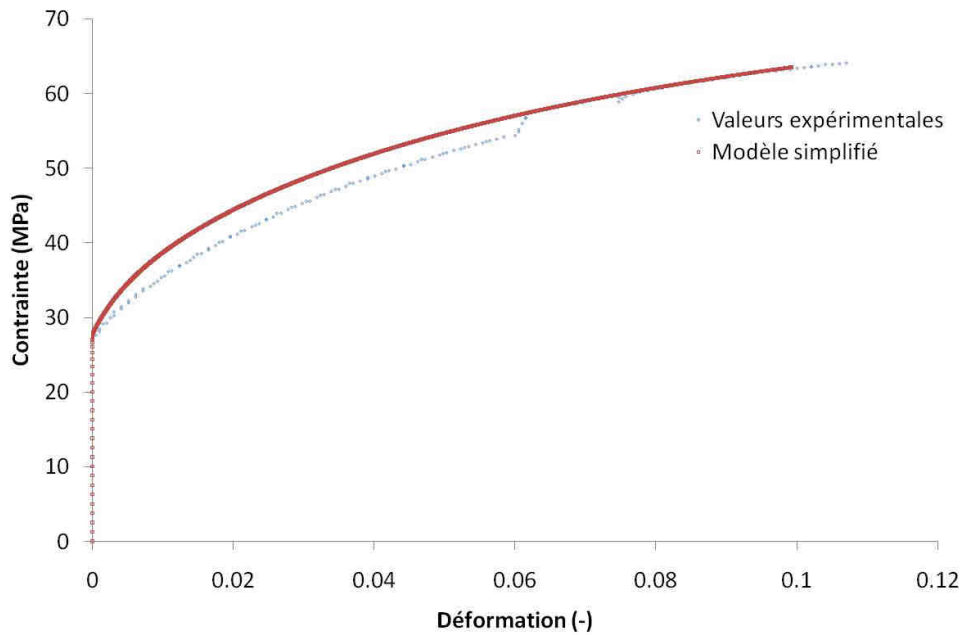


Figure 114 - Confrontation des résultats expérimentaux du grain d'intérêt A1-1 avec le modèle simplifié.

### 4.3 Comparaison entre les deux modèles

Nous nous intéressons maintenant à l'étude des deux modèles à l'échelle des systèmes de glissement prismatiques et nous les confrontons. Pour répondre à cet objectif, nous avons tracé les courbes  $\tau$  vs.  $\gamma$  avec  $\gamma$  correspondant à l'activité du système de glissement prismatique et  $\tau$ , la cission (figure 115). De plus, il est intéressant d'étudier l'évolution de l'activité des systèmes de glissement et la densité de dislocation au cours de la déformation (figure 116 et figure 117).

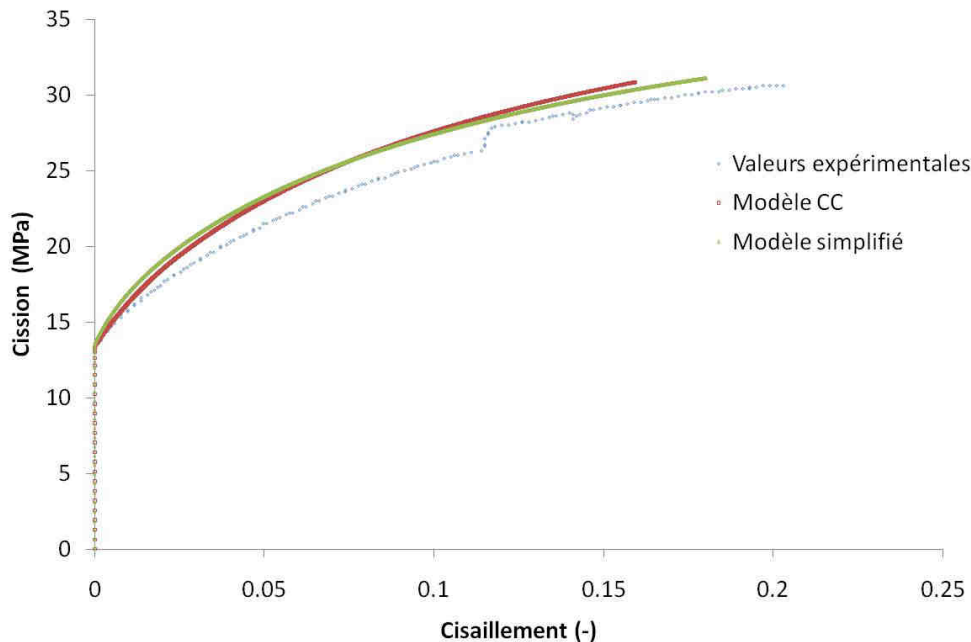


Figure 115 - Comparaison des deux modèles sur le grain d'intérêt A1-1 en termes de cisaillement du système principal.



En ce qui concerne la courbe  $\tau$  vs.  $\gamma$ , les deux modèles sont très proches l'un par rapport à l'autre quelle que soit la valeur du cisaillement. De plus, l'activité du système de glissement principal correspond à ce qui a été observé expérimentalement. Cependant, les rapports des cisaillements sont bien différents en début de déformation et le modèle simplifié correspond d'avantage à ce qui a été observé expérimentalement sur les autres éprouvettes. A noter néanmoins que la valeur expérimentale en fin d'essai de ce rapport est deux fois plus élevée par rapport à la simulation. Nous remarquons également que le modèle simplifié produit six fois plus de dislocation pour 15 % de déformation totale. Ceci est dû au fait que dans le modèle simplifié, le volume d'activation est constant alors que pour le modèle CC le volume d'activation diminue quand la contrainte augmente. Ceci tend à faire diminuer la création de dislocations.

Nous considérons au final que le modèle simplifié est plus pertinent. Le fait que cette loi comporte moins de paramètres nous incite d'autant plus à l'utiliser pour notre modèle. Enfin, la forme de l'écroûissage, bien que sans doute simpliste dans le cas d'un matériau à structure hexagonal compacte, a le mérite d'être classiquement admise contrairement à la loi proposée par Rauch [1994].

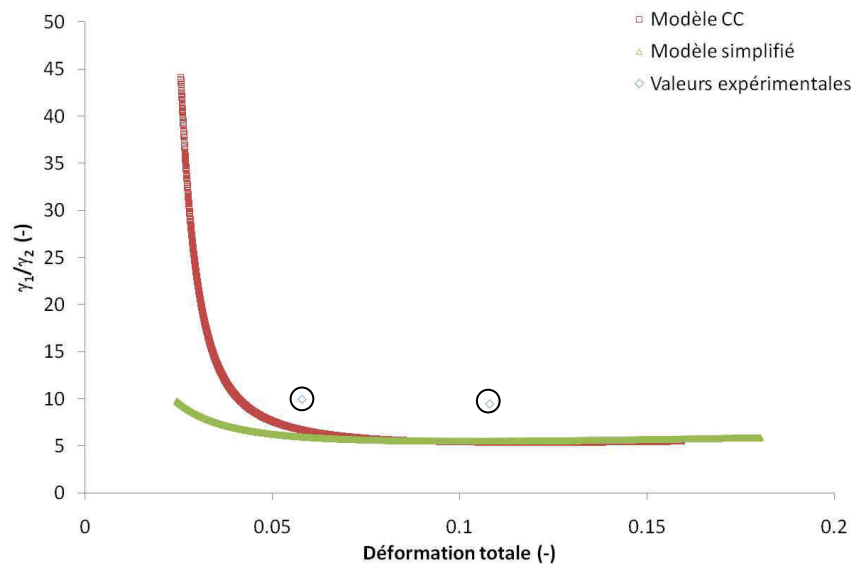


Figure 116 - Rapport des taux de cisaillement en fonction de la déformation sur le grain d'intérêt A1-1.

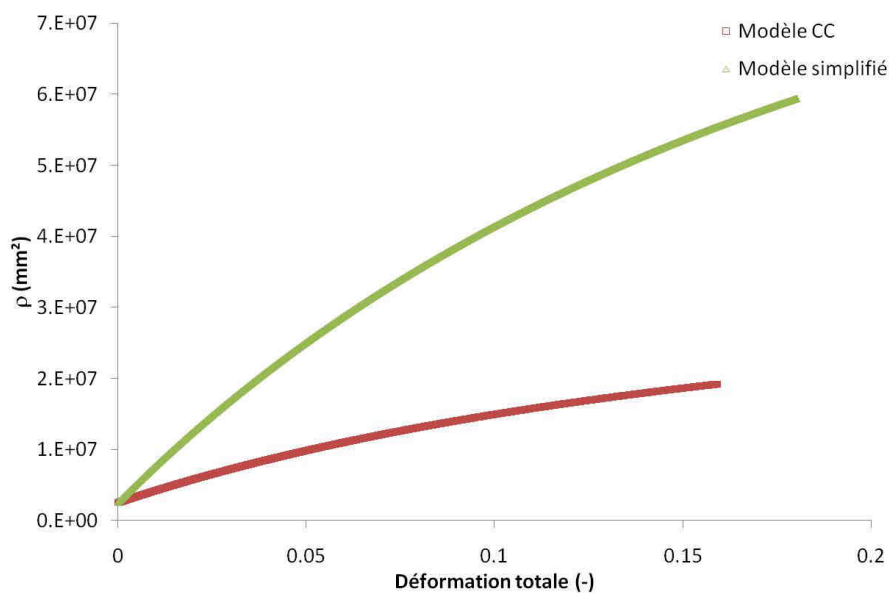


Figure 117 - Evolution de la densité des dislocations en fonction de la déformation sur le grain d'intérêt A1-1.

## 4.4 Comparaison du modèle choisi avec les données expérimentales des autres éprouvettes de traction

L'étude expérimentale a montré que le zirconium était sensible à un écart à la loi de Schmid. Dans un premier temps, nous avons donc décidé de comparer les éprouvettes ayant une faible cission critique entre elles avant d'y inclure les autres éprouvettes.

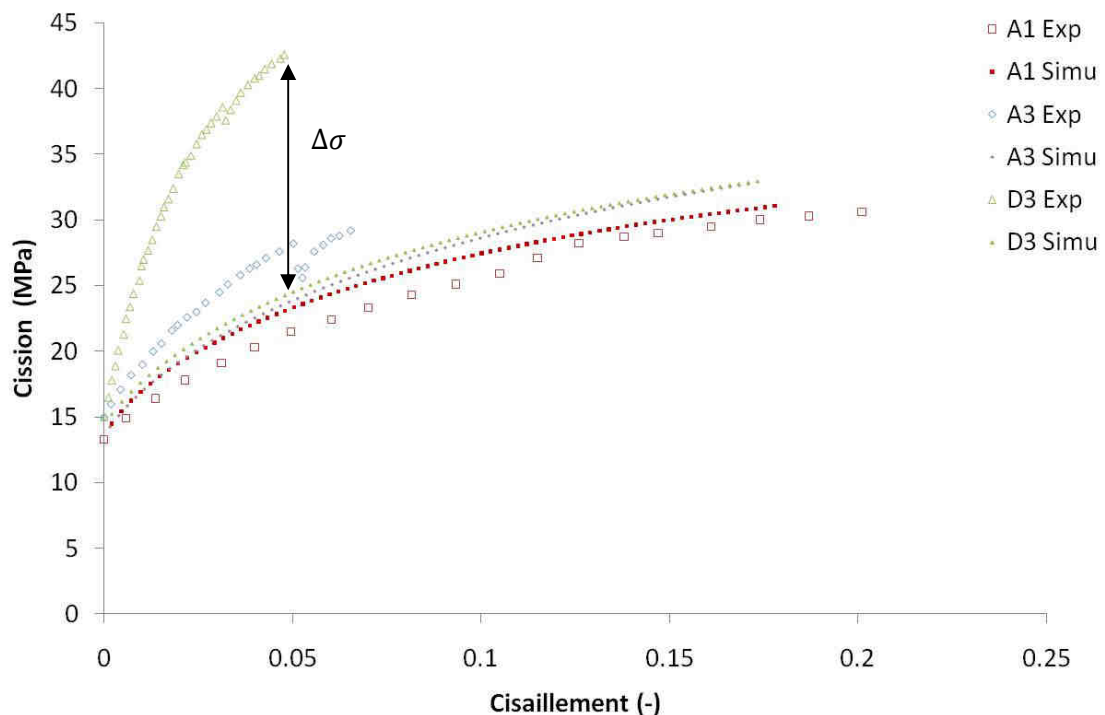
### 4.4.1.1 Eprouvettes ayant une faible cission critique

Nous traiterons uniquement les éprouvettes de traction, à savoir les éprouvettes A1, A3 et D3. En utilisant les paramètres déterminés sur l'échantillon A1, les courbes contraintes-déformations des deux autres grains d'intérêt sont tracées (figure 118).

Pour les trois éprouvettes, la cission critique calculée par la simulation est similaire à celle obtenue par l'expérience. Cependant, l'érouissage est différent entre les essais. En effet, l'érouissage est beaucoup moins important lors de la simulation par rapport à nos résultats expérimentaux (tableau 20). En particulier, nous constatons que l'éprouvette D3 présente un plus fort érouissage par rapport à notre modèle. Cette différence peut être due soit à la présence de grains voisins, soit au fait que notre grain ne traverse pas l'éprouvette (effet 3D). Des calculs par éléments finis nous renseigneront sur ces effets de structure.

**Tableau 20 - Quantification de l'écart entre l'expérience et la simulation.**

Eprouvette	Cission critique expérimentale (MPa)	Cission critique simulée (MPa)	$\Delta\sigma$ (MPa)
A1	15.2	14.9	0.8
A3	15.0	14.3	2.7
D3	15.0	15.2	15.7



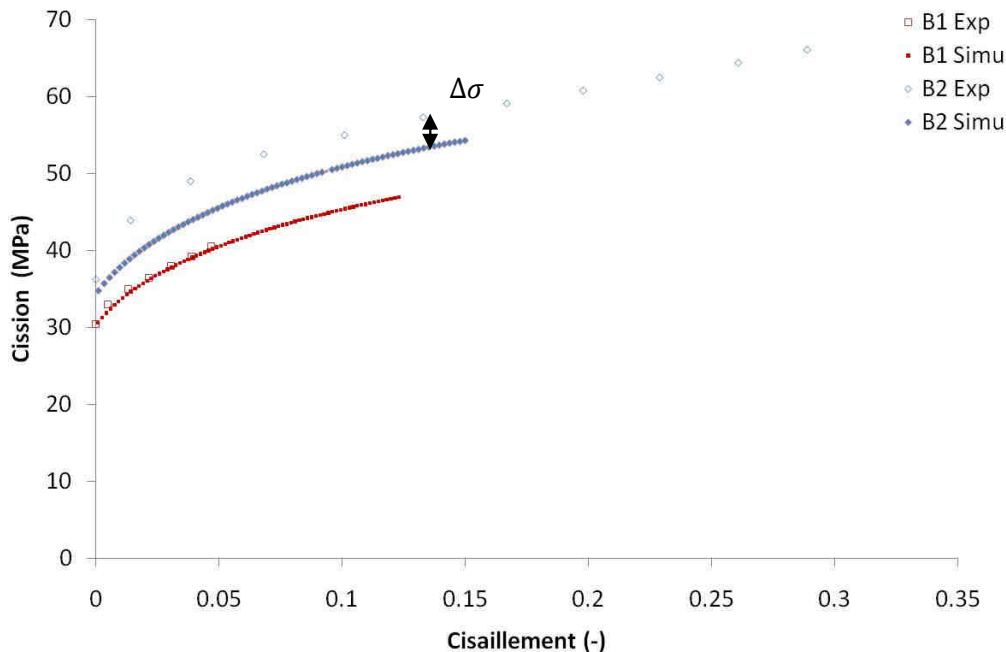
**Figure 118 - Comparaison des différentes éprouvettes à faible cission critique avec l'expérience.**

#### 4.4.1.2 Eprouvettes ayant une forte cission critique

Les éprouvettes B1 et B2 sont étudiées dans ce paragraphe. Dans un premier temps, nous avons repris exactement les mêmes paramètres que pour les éprouvettes à faible cission critique. Il s'ensuit que la cission critique obtenue par la simulation est beaucoup plus faible comparée aux résultats expérimentaux. Nous avons donc choisi de modifier l'équation gouvernant l'écroissage (équation (60)) en y ajoutant un terme  $\tau_0$  différent de 0. En ajustant ce terme à  $\tau_0 = 17$  MPa, nous reproduisons fidèlement les essais. Le tableau 21 quantifie l'écart entre la simulation et l'expérience.

**Tableau 21 - Quantification de l'écart entre l'expérience et la simulation.**

Eprouvette	Cission critique expérimentale (MPa)	Cission critique simulée (MPa)	Ecart à l'écroissage en fin d'essai (MPa)
B1	30.6	30.4	0
B2	35.7	34.7	4.3



**Figure 119 - Comparaison des différentes éprouvettes à forte cission critique avec l'expérience.**

## 4.5 Synthèse du chapitre

L'objectif de ce chapitre était de pouvoir formuler une loi de comportement pour le monocristal de zirconium. En utilisant une approche simplifiée, nous proposons donc une loi de comportement qui prend en compte le mécanisme de double décrochement ainsi que des coefficients  $K$ ,  $g_c$ ,  $\tau_R$  identifiés sur une éprouvette de référence.

Tout d'abord, nous avons montré que l'écart à la loi de Schmid pose un problème dans la modélisation du comportement. Un terme de cission doit être rajouté afin de modéliser le comportement des éprouvettes à forte cission critique.

Mais surtout, en comparant deux modèles de la littérature, la discrimination des deux modèles n'est possible qu'en étudiant l'activation du second système et l'évolution de la densité de dislocations. La proposition d'une loi de comportement monocristalline doit donc

passer par une meilleure compréhension des mécanismes spécifiques au zirconium (forte friction de réseau, géométrie hexagonale compacte, ...) et de leur influence sur le comportement (faible écrouissage, sensibilité à la vitesse, ...).

Une façon d'étudier l'influence de certaines spécificités du zirconium (comme la forte friction de réseau et la géométrie hexagonale compacte) est d'utiliser un outil de modélisation multiéchelle : la dynamique des dislocations. Grâce à cet outil, il pourra être possible, à terme de choisir une loi de comportement monocristalline, dont les coefficients pourront ensuite être ajustés sur les courbes expérimentales. C'est une première étape de cette démarche qui est présentée dans le chapitre suivant.



# Chapitre 5 Vers une réflexion à l'échelle de la dislocation : Dynamique des dislocations

---

## 5.1 Introduction

L'étude expérimentale confirme d'une part que le **mécanisme qui contrôle la déformation du zirconium à température ambiante est celui de double décrochement** et d'autre part que le **volume d'activation est dépendant de la contrainte**. Le modèle développé par Rauch [1994] puis par Libert [2007] prend en compte ces deux phénomènes. Cependant, les expériences menées sur nos monocristaux ne nous permettent pas de déterminer de façon expérimentale les nombreux paramètres que comporte ce modèle utilisé pour les métaux à structure cubique centrée. Par conséquent, nous avons choisi de réaliser une comparaison à l'échelle du grain entre le modèle CC et le modèle simplifié (chapitre précédent). Cette comparaison montre qu'à température ambiante et à vitesse de déformation constante, les deux modèles sont similaires. Une façon de les discriminer est d'utiliser la dynamique des dislocations.

Un code nodal de dynamique des dislocations, Numodis, a été utilisé. Ce code a nécessité un grand nombre de développements, parmi lesquels la prise en compte de la notation à quatre indices pour les métaux hexagonaux, l'introduction de la loi de mobilité de Cai et Bulatov [2003] et d'une seconde loi prenant en compte le mécanisme double décrochement propre aux matériaux à forte friction de réseau dont le zirconium fait partie.

## 5.2 Genèse des codes de dynamique des dislocations

Les premiers codes de dynamique des dislocations qui ont été développés dans les années 60, en 2D, ont dans un premier temps permis d'évaluer des contraintes critiques de franchissement d'obstacles ponctuels [Foreman et Makin, 1966] ou de calculer la contrainte nécessaire à l'activation d'une source de Frank et Read [Foreman, 1967]. Néanmoins, ces simulations ne faisaient intervenir qu'une seule dislocation en utilisant un modèle de tension de ligne [Foreman, 1967]. Pour modéliser le comportement collectif de plusieurs dislocations, il est nécessaire de tenir compte des interactions élastiques entre dislocations, mais aussi de définir des règles locales permettant de gérer les contacts entre dislocations tels que l'annihilation ou l'échange de bras entre deux dislocations. Ce fut chose faite par Lépinoux et Kubin [1987] puis par Amodeo et Ghoniem [1988]. Ces simulations en 2D sont pertinentes pour des développements microstructuraux simples.

Les codes de dynamique des dislocations, en 3D, ont donc fait leur apparition. Les premiers se basent sur un espace de simulation discrétisé constitué de segments vis, coins ou mixtes qui sont ensuite déplacés en fonction de la force appliquée (exemples : [Devincere et al., 1996; Fivel et Forest, 2004]). Ensuite, des codes dits nodaux ont été développés (exemples : [Ghoniem et Amodeo, 1988]; [Weygand et al., 2001]; [Cai et al., 2004] et Numodis (CEA, INPG, Université de Paris XIII)). Ces derniers se basent sur un espace de simulation réel composé de nœuds qui se déplacent en fonction d'une force calculée à partir de la force appliquée. Plus de détails sur ces codes et en particulier Numodis sont données dans la suite de ce chapitre.

Dans une première partie, nous détaillons les particularités du code Numodis ainsi que la façon dont se déroule un tel calcul. Ensuite, les lois de mobilités existantes sont étudiées à

travers le cas simple d'une source de Frank et Read. Cette étude montre la nécessité de développer une nouvelle implémentation afin de prendre en compte de façon indépendante le calcul de la vitesse des parties vis et non-vis de la dislocation. Après avoir expliqué cette implémentation, une configuration observée expérimentalement montre la pertinence de ce modèle.

## 5.3 Présentation du code Numodis

### 5.3.1 Présentation d'un code nodal

Ce code développé conjointement par le CEA Saclay, l'INPG de Grenoble et l'université Paris XII est un code *nodal*. Les structures cristallographiques disponibles sont, pour l'heure, les trois structures principales à savoir la structure cubique à faces centrées, la structure cubique centrée et la structure hexagonale compacte.

Un code nodal présente plusieurs avantages par rapport aux codes discrets. Les segments discrétisés sont connectés les uns aux autres avec des orientations quelconques. De plus, pour une même configuration, moins de segments sont nécessaires lors de l'utilisation d'un code nodal par rapport à un code discret (figure 120).



Figure 120 – Différentes représentations d'une ligne de dislocation discrétisée en segments.

### 5.3.2 Introduction de la structure hexagonale dans Numodis

Le structure du zirconium étant une structure hexagonale compacte, nous nous intéressons ici à décrire la méthode qui permet de passer du réseau discret à une représentation 3D. La structure hexagonale a la particularité de pouvoir s'écrire en utilisant quatre indices, notation qui permet de rendre compte explicitement de la symétrie du réseau. Les vecteurs unitaires de la maille hexagonale sont définis de la façon suivante (équation (63) et figure 121).

La position de chaque atome est atteinte par quatre entiers (h,k,i,l) selon la forme :

$$\vec{r} = h\vec{a}_1 + k\vec{a}_2 + i\vec{a}_3 + l\vec{a}_4 \quad (62)$$

Les coordonnées des quatre vecteurs unitaires sont données dans le repère orthonormé par l'équation (63).

$$\vec{a}_1 = \frac{a}{3} \left( \frac{\sqrt{3}}{2}; \frac{1}{2}; 0 \right) \quad \vec{a}_2 = \frac{a}{3} \left( -\frac{\sqrt{3}}{2}; \frac{1}{2}; 0 \right) \quad \vec{a}_3 = \frac{a}{3} (0; -1; 0) \quad \vec{a}_4 = c(0; 0; 1) \quad (63)$$

L'équation (64) permet le passage de la notation de vecteurs à quatre indices vers la notation de vecteurs à trois indices.

$$\begin{aligned} x &= h \frac{a}{2\sqrt{3}} - k \frac{a}{2\sqrt{3}} \\ y &= h \frac{a}{6} - k \frac{a}{6} - l \frac{a}{3} \\ z &= lc \end{aligned} \quad (64)$$

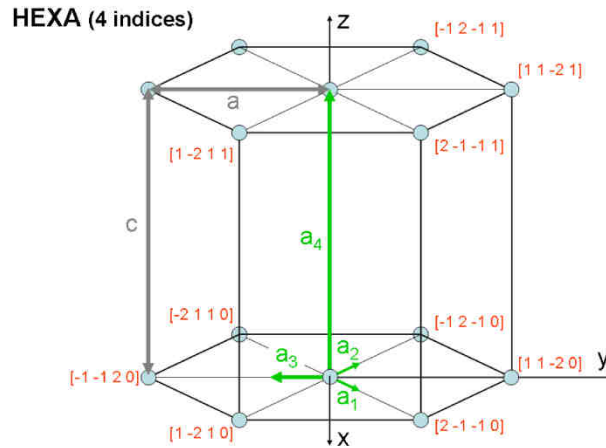


Figure 121 - Définition des vecteurs unitaires de la maille hexagonale.

La structure hexagonale est également présente dans les fonctions d'affichage, à travers la visualisation d'un prisme, ce qui permet de déterminer visuellement les plans où se situent les dislocations. Sur la figure 122, nous pouvons en effet observer que la dislocation vis est dans un plan prismatique (10 $\bar{1}$ 0). Ceci a fait l'objet d'un développement particulier avec l'appui de L. Dupuy.

### 5.3.3 Algorithme principal

Dans les codes de dynamique des dislocations nodaux, les nœuds sont déplacés, contrairement aux segments, qui le sont dans le cadre des codes discrets de dynamique des dislocations. Ceci implique que la force ressentie par les nœuds est calculée en fonction de la force appliquée. Dans un troisième temps, la vitesse des nœuds est déterminée, puis ces derniers sont déplacés. Cette méthode utilise le principe des puissances virtuelles également utilisé par les codes par éléments finis.

#### 5.3.3.1 Force appliquée sur une partie de la dislocation $dl$

Considérons un élément infinitésimal  $dl$  d'une dislocation,  $\underline{f}^{PK}(l)$ , la force de Peach et Koehler qui s'applique sur notre élément de dislocation  $dl$  par unité de longueur, et  $\underline{\xi}(l)$  le vecteur unitaire tangent à cet élément de dislocation. Nous sommes dans le cadre de l'élasticité isotrope linéaire. Cette hypothèse permet de sommer les contraintes. Nous obtenons donc :

$$\underline{f}^{PK}(l) = \left\{ \left[ (\underline{\sigma}_{app} + \underline{\sigma}_{int}) \frac{\underline{b}}{\|\underline{b}\|} \right] \wedge \underline{\xi}(l) \right\} \quad (65)$$

avec  $\underline{b}$ , le vecteur de Burgers,  $\underline{\sigma}_{app}$ , la contrainte extérieure appliquée et  $\underline{\sigma}_{int}$ , la contrainte interne.

Une petite précision sur le calcul de cette force est nécessaire. En effet, la théorie élastique des dislocations nous apprend que le champ de contrainte d'une dislocation diverge à mesure que nous nous approchons de celle-ci [Hirth et Lothe, 1968]. Ceci implique des difficultés de modélisation. La méthode utilisée dans Numodis pour les surmonter est d'utiliser le champ non singulier proposé par Cai & Bulatov [2006]. L'idée de départ consiste à « distribuer » la discontinuité de déplacement à proximité de la dislocation. Dans Numodis, nous utilisons un « rayon de cœur » de l'ordre de quelques  $b$  qui définit la zone de distribution du déplacement.



### 5.3.3.2 Cas du glissement visqueux linéaire

A la force de Peach et Koehler (force motrice) s'oppose une force de frottement,  $f^{frot}(l)$ . Dans le cadre d'un régime amorti (vitesse constante), la somme de ces deux forces est nulle. La formulation forte du problème s'écrit donc :

$$f^{PK}(l) + f^{frot}(l) = 0 \quad (66)$$

avec  $f^{glis}(l)$  la force appliquée sur notre élément de dislocation dans la direction  $\underline{s}^{frot}(l)$ , soit :

$$f^{PK}(l) = \underline{f}^{PK}(l) \cdot \underline{s}^{frot}(l) \quad (67)$$

La force de frottement s'écrit dans le cadre d'un glissement visqueux :

$$f^{frot}(l) = -Bv^{frot}(l) \quad (68)$$

En considérant que l'équation (66) est valable sur chaque élément  $dl$  quelle que soit  $v^{frot*}$  une vitesse virtuelle, il suffit de trouver  $v^{frot}(l)$ , telle que :

$$\oint f^{frot}(l) \tilde{v}^{frot*}(l) dl = - \oint f^{PK}(l) v^{frot*}(l) dl \quad (69)$$

Ceci est la formulation « faible » du problème.

### 5.3.3.3 Interpolation des vitesses

La résolution exacte de l'équation (69) étant impossible en pratique, le système est discrétisé en un certain nombre  $N$  de nœuds reliés par des segments. Introduisons la fonction de forme  $N(i)$  telle que  $N_i(l_i) = 1$  et  $N_i(l_j) = 0$  pour  $i \neq j$ , le champ de vitesse peut donc être interpolé :

$$\tilde{v}^{frot}(l) = \left( \sum_{i=1}^N (N_i(l) V_i) \right) \cdot \hat{s}^{frot}(l) \quad (70)$$

Notre problème revient donc à calculer les vitesses des nœuds  $V_i$ .

### 5.3.3.4 Calcul de la matrice de viscosité

En insérant l'équation (70) dans le membre de gauche de l'équation (69), nous obtenons :

$$\begin{aligned} \oint f^{frot}(l) \tilde{v}^{frot*}(l) dl &= \oint f^{frot}(l) \left( \sum_{i=1}^N N_i(l) V_i^* \right) \cdot \hat{s}^{frot}(l) dl \\ &= \sum_{i=1}^N \oint f^{frot}(l) N_i(l) \left( \sum_{j=1}^{n_i^{dof}} v_j^i \hat{t}_j^i \right) \cdot \hat{s}^{frot}(l) dl \\ &= \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^{n_i^{dof}} F_i \cdot \hat{t}_j^i v_j^i \end{aligned} \quad (71)$$

avec la vitesse de chaque nœud décomposée de la façon suivante :

$$V_i = \sum_{j=1}^{n_i^{dof}} v_j^i \hat{t}_j^i \quad (72)$$

où  $F_i$  est défini par :

$$F_i = \oint f^{frot}(l) N_i(l) \hat{s}^{frot}(l) dl \quad (73)$$

Cette expression peut se simplifier considérablement en remarquant que  $\hat{s}^{frot}(l)$  est constant sur chaque segment et que  $N_i(l)$  est nul en dehors des segments directement reliés aux nœuds  $i$ . Nous obtenons ainsi :

$$F_i = \sum_{\text{segments } s \text{ reliés au nœud } i} \int_s f^{appl}(l) N_i(l) dl \quad (74)$$

Le terme de droite de l'équation (69) devient :

$$\begin{aligned} \oint B \tilde{v}^{frot}(l) \tilde{v}^{frot*}(l) dl &= \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \oint B N_i(l) V_i^* \cdot \hat{s}^{frot}(l) N_j(l) V_j \cdot \hat{s}^{frot}(l) dl \\ &= \sum_{i=1}^N \sum_{p=1}^{n_i^{dof}} \sum_{j=1}^N \sum_{q=1}^{n_j^{dof}} \left( \oint B N_i(l) N_j(l) \left( \hat{t}_p^i \cdot \hat{s}^{frot}(l) \right) \left( \hat{t}_q^j \cdot \hat{s}^{frot}(l) \right) dl \right) v_q^j v_p^{i*} \end{aligned} \quad (75)$$

La matrice de viscosité est défini par :

$$K_{pq}^{ij} = \oint B N_i(l) N_j(l) \left( \hat{t}_p^i \cdot \hat{s}^{frot}(l) \right) \left( \hat{t}_q^j \cdot \hat{s}^{frot}(l) \right) dl \quad (76)$$

Le système complet s'écrit donc sous forme contracté :

$$Kv = F \quad (77)$$

### 5.3.3.5 Prise en compte des obstacles et schéma d'intégration temporel

Afin de calculer le déplacement des nœuds à chaque pas de temps, Numodis utilise un schéma d'intégration temporel explicite (équation (78)).

$$x' = x + v\Delta t \quad (78)$$

avec  $x'$  le déplacement à l'instant  $t+1$ ,  $x$  le déplacement à l'instant  $t$ ,  $v$  la vitesse calculée à l'instant  $t$  et  $\Delta t$  l'incrément de temps.

La gestion des obstacles est réalisée de la façon suivante. Une fois la vitesse du nœud calculée, le déplacement en est déduit. Si le nœud ne rencontre pas d'obstacle alors il ira au bout de son déplacement, sinon, il s'arrêtera au premier obstacle rencontré et le calcul passera au pas de temps suivant.

### 5.3.4 Loi de mobilité et obstacles

#### 5.3.4.1 Loi de mobilité visqueuse linéaire

La loi de mobilité classique des dislocations implémentée dans le code Numodis est la loi de type visqueuse linéaire, comme par exemple le mouvement de « phonon drag ». Elle provient du fait que dans le cas des métaux de structure CFC, le mouvement des dislocations est limité par les frottements de phonons. Cette loi s'écrit donc classiquement sous la forme suivante :

$$v = \frac{\tau_{eff} b}{B} \quad (79)$$

où  $B$  est un coefficient de viscosité dû aux phonons et  $\tau_{eff}$  la contrainte effective à laquelle est retranchée la contrainte de Peierls. Ceci permet de tenir compte du fait que la dislocation est immobile en deçà de cette contrainte seuil. Si cette loi est valable dans les métaux de structure cubique face centrée (CFC), cette loi ne peut être utilisée pour des métaux qui obéissent à une loi thermiquement activée. En effet, le mécanisme de double décrochement dévié contrôle la mobilité des parties vis des dislocations pour ces matériaux.

#### 5.3.4.2 Loi de mobilité de Cai et Bulatov [2003]

Dans les codes de dynamique des dislocations nodaux, comme Numodis, chaque segment de dislocation est défini par son plan et son vecteur de Burgers. Ceci implique qu'un segment n'est pas *a priori* ni vis ni coin.

La prise en compte de la différence de mobilité entre les dislocations vis et les dislocations coins a été dans un premier temps réalisée en modifiant la loi classiquement utilisée pour les métaux à structure CFC (équation (79)). La nouvelle loi de mobilité devient :

$$v = \frac{\tau_{eff} b}{B(\theta)} \quad (80)$$

avec :

$$B(\theta) = B_{vis} \cos^2(\theta) + B_{coin} \sin^2(\theta) \quad (81)$$

où  $B_{vis}$  un coefficient qualifiant la vitesse des dislocations vis,  $B_{coin}$  celui qualifiant la vitesse des dislocations coins et  $\theta$  l'angle entre le segment de dislocation et le vecteur de Burgers de la dislocation [Cai et Bulatov, 2003].

Par conséquent, nous pouvons définir un rapport de mobilité  $\beta$ .

$$\beta = \frac{B_{vis}}{B_{coin}} \quad (82)$$

## 5.4 Etude de la loi de Cai et Bulatov [2003] dans le cas d'une source de Frank et Read

### 5.4.1 Configuration étudiée

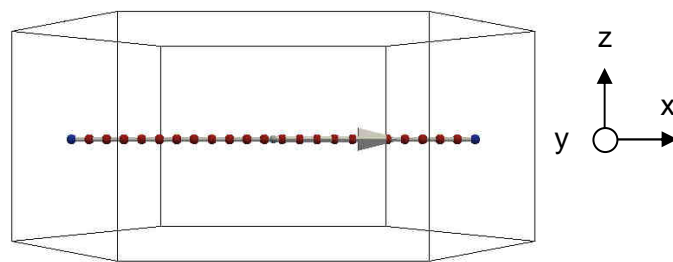
Dans un premier temps, nous avons souhaité étudier la différence de mobilité entre les dislocations vis et les dislocations coins à travers une source de Frank et Read. Cette source est initialement vis dans le plan prismatique. Sa longueur est de 2000 Å (figure 122). Les

paramètres matériaux sont présentés dans le tableau 22. Une contrainte de cisaillement  $\tau$  est appliquée sur la source. Son équation dans le repère macroscopique (figure 122) est donnée par l'équation (83). Puis, nous avons cherché à simuler des boucles de Frank et Read dans une structure hexagonale compacte (figure 123 et figure 124).

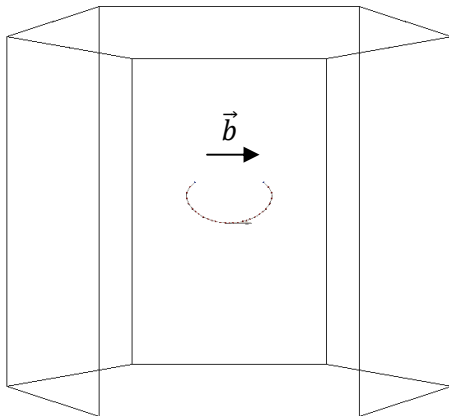
**Tableau 22 - Paramètres matériaux.**

$\lambda$ (MPa)	$\mu$ (MPa)	$b$ (Å)	$r_c$ (Å)
53918	25373	3.233	3

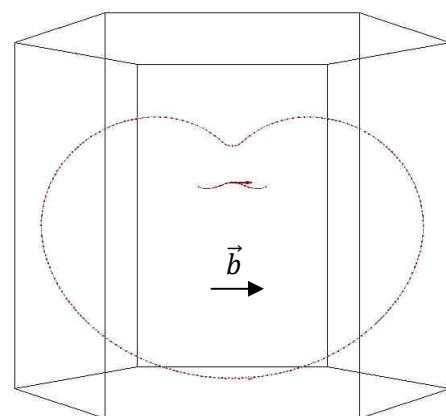
$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} 0 & \tau & 0 \\ \tau & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (83)$$



**Figure 122 – Dislocation vis dans un plan prismatique (la flèche indique le vecteur de Burgers et le sens de la ligne).**



**Figure 123 – Propagation d'une source de Frank et Read (contrainte d'activation atteinte).**



**Figure 124 – Propagation d'une source de Frank et Read (création d'une dislocation).**

#### 5.4.2 Détermination de la contrainte d'activation d'une source de Frank et Read

La première étape consiste à trouver, pour une longueur de boucle fixée et une mobilité des dislocations vis et coins identique ( $B_{vis}=B_{coin}=4$  MPa.s), la contrainte à partir de laquelle la boucle se propage, à savoir  $\tau_c$ . Le chargement, piloté en contrainte, est effectué par palier (figure 125) à partir du moment où nous « approchons » la contrainte critique. En effet, appliquer un chargement par palier tout au long du calcul entrainerait une augmentation très importante du temps de calcul sans apporter d'amélioration en terme de résultats. L'évolution de la longueur de la dislocation en fonction de la contrainte appliquée est représentée sur la figure 126. Nous constatons que pour une contrainte inférieure à 58 MPa, la longueur n'augmente que très peu. Pour une contrainte supérieure à cette même

contrainte, la longueur de la dislocation augmente brutalement. Ceci correspond au moment où la contrainte critique d'une source de Frank et Read,  $\tau_c$ , est atteinte. Cette contrainte pour une source de Frank et Read initialement vis d'une longueur de 2000 Å dans un plan prismatique est donc de 58 MPa.

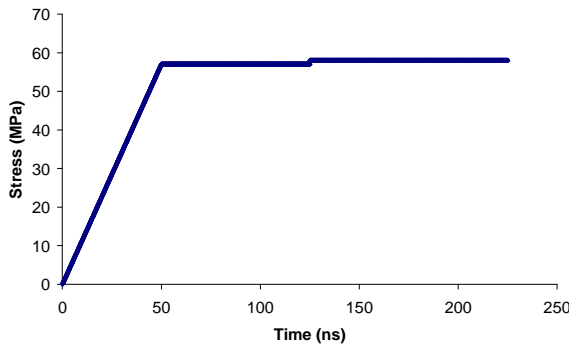


Figure 125 - Chargement appliqué à la boucle de Frank et Read.

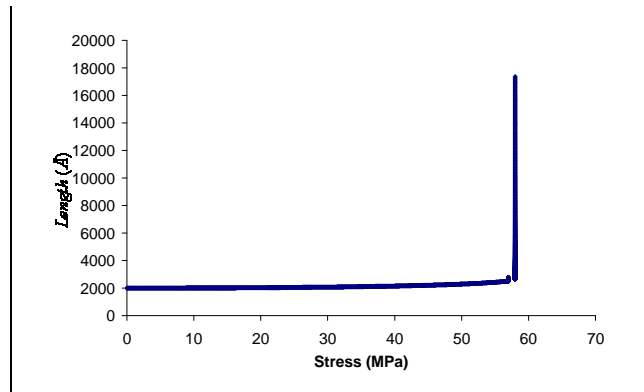


Figure 126 - Longueur de la boucle en fonction de la contrainte.

Nous cherchons à comparer cette valeur avec la formule obtenue à partir d'un calcul de tension de ligne qui donne la valeur de la contrainte d'activation d'une source en fonction de la longueur (équation (84), [Foreman, 1967]).

$$\tau_c = A \frac{\mu b}{L} \quad (84)$$

où  $A$  vaut suivant la littérature respectivement 1 ou 1.5 suivant que la dislocation est initialement coin ou vis [Foreman, 1967],  $b$  la valeur du vecteur de Burgers,  $L$  la longueur initiale de la dislocation et  $\mu$  le module de cisaillement.

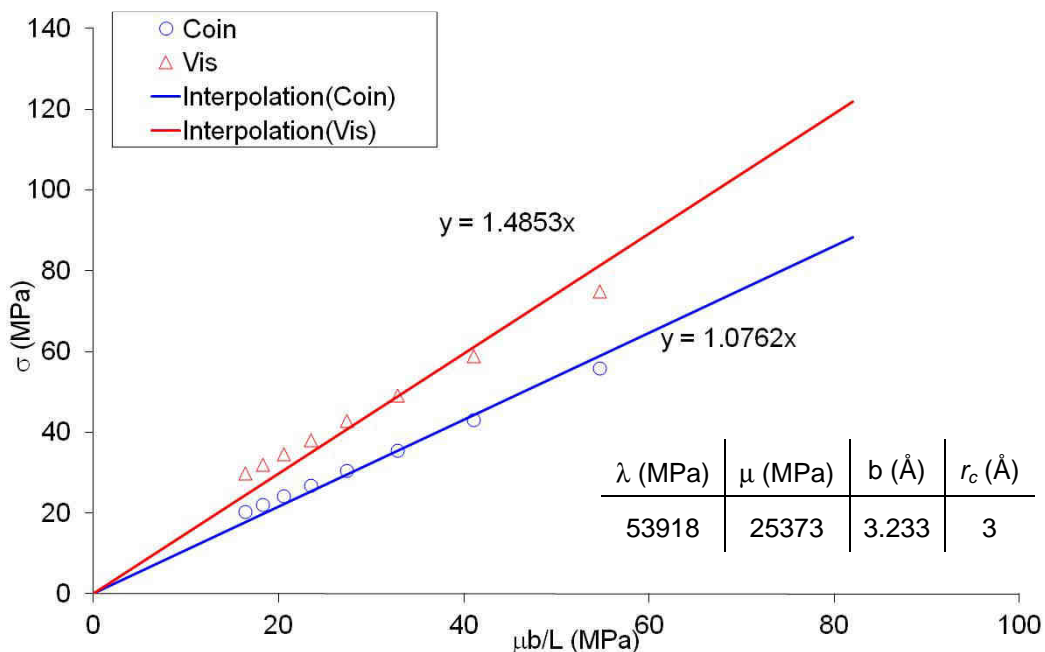


Figure 127 – Contrainte d'activation proportionnelle à l'inverse de la longueur.

Nous cherchons à évaluer la validité du paramètre  $A$ . Pour cela, nous recherchons la contrainte d'activation pour plusieurs longueurs de dislocations vis et coins (figure 127). Il apparaît que la valeur de  $A$  est similaire aux données de la littérature. En effet, nous trouvons une valeur valant 1.49 pour les vis et 1.07 pour les coins. De plus, pour une source

de Frank et Read initialement vis d'une longueur de 2000 Å, nous obtenons par la simulation  $\tau_c = 58$  MPa, ce qui est très proche de la valeur théorique ( $A=1.5$ )  $\tau_c = 61.5$  MPa.

### 5.4.3 Détermination du chargement dynamique

Etant donné que nous voulons étudier la différence de mobilité entre les dislocations vis et les dislocations coins, il est nécessaire de définir un chargement quasi-statique et non plus statique. Ce chargement doit être le plus proche possible du cas statique afin de conserver le mouvement des dislocations coins le plus statique possible. En effet, si nous appliquons un chargement dynamique nous ne pourrions pas observer la contrainte d'activation. Cependant, appliquer un chargement statique omettrait les effets dynamiques.

L'objectif est donc ici de déterminer une vitesse de chargement quasi-statique, c'est-à-dire une rampe en contrainte très lente qui permet de retrouver une contrainte critique de 58 MPa (figure 128). Nous appelons contrainte critique, une contrainte seuil à partir de laquelle la dislocation se propage lorsque cette même contrainte est appliquée. Cette vitesse de chargement doit permettre de retrouver la même contrainte critique  $\tau_c$ . Dans cette étape, le rapport de mobilité  $\beta$  est toujours égal à 1.

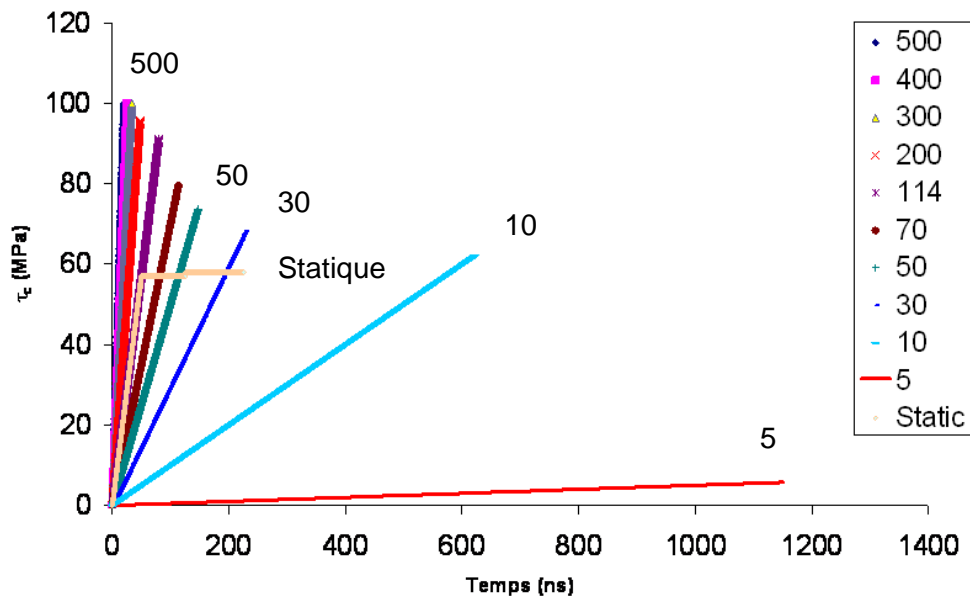


Figure 128 - Chargement appliqué en fonction du temps.

L'évolution de la longueur de la ligne est présentée sur la figure 129. Grâce à cette étude, nous constatons que pour une vitesse de chargement de 5 MPa.ns<sup>-1</sup>, l'évolution de la longueur se superpose à l'évolution obtenue lors du chargement statique. C'est donc cette vitesse de chargement qui est la plus adaptée pour s'affranchir d'effets dynamiques. Néanmoins, pour des raisons de temps de calculs, nous avons choisi d'utiliser dans la suite de l'étude, la vitesse de chargement de 10 MPa.ns<sup>-1</sup>.

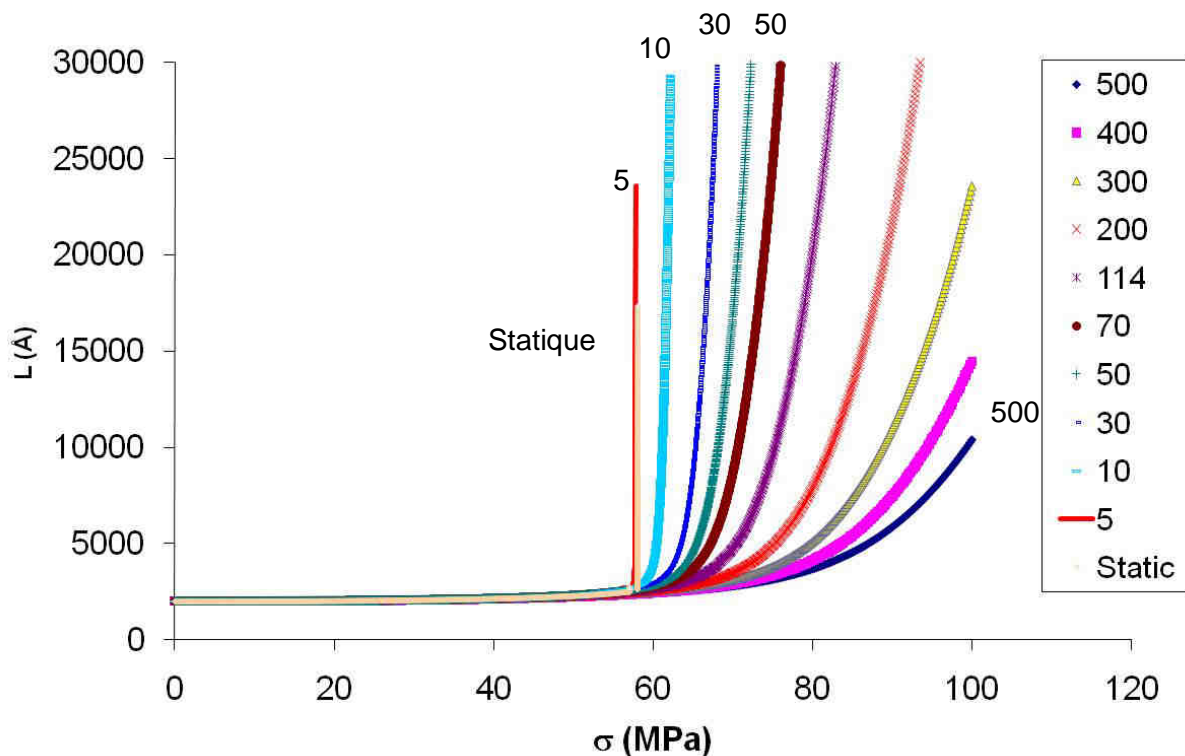


Figure 129 - Longueur de la boucle en fonction de la contrainte à différentes vitesses de chargement (en MPa/ns).

#### 5.4.3.1 Détermination d'une contrainte critique en fonction du rapport de mobilité

La dernière étape consiste à modifier le rapport de mobilité vis/coin  $\beta$  afin d'étudier l'influence de ce rapport sur l'activation des sources en utilisant une vitesse de chargement de  $10 \text{ MPa}\cdot\text{ns}^{-1}$ .

Nous constatons sur la figure 130 que plus la mobilité des dislocations vis est faible, plus la contrainte pour activer la source est élevée. Ceci s'explique par la faible mobilité des dislocations vis qui induit une force de frottement additionnelle, ces dernières étant moins mobiles que les dislocations coins.

Ainsi, au cours de cette simulation les parties coins sont bien en équilibre, comme nous avons pu le vérifier précédemment, mais les parties vis sont, elles, en régime dynamique.

Nous pouvons également observer l'influence de la différence de mobilité vis/coin sur la forme de la source de Frank et Read (figure 131 et figure 132). A noter que les deux clichés sont pris à des temps et donc des contraintes différentes. Ceci s'explique par le fait que nous avons « ralenti » la propagation des vis, il faut donc une contrainte plus forte pour obtenir la même propagation de la boucle. Pour un rapport  $\beta=1$ , la source est plus circulaire alors que pour un rapport  $\beta=100$ , la source présente des pointes suivant les directions coins. En effet, en appliquant un rapport  $\beta=100$ , nous imposons aux parties coins de se déplacer beaucoup plus rapidement que les parties vis. Par conséquent, les parties coins glissent plus rapidement de part et d'autre de la source, laissant alors seulement des portions quasi-vis, conduisant à la formation de pointes dans la direction coin (figure 132). Cette forme en pointe ne semble néanmoins pas en adéquation avec les observations MET de dislocations. Nous avons donc décidé de développer une loi de mobilité selon le caractère vis ou non-vis de la dislocation.

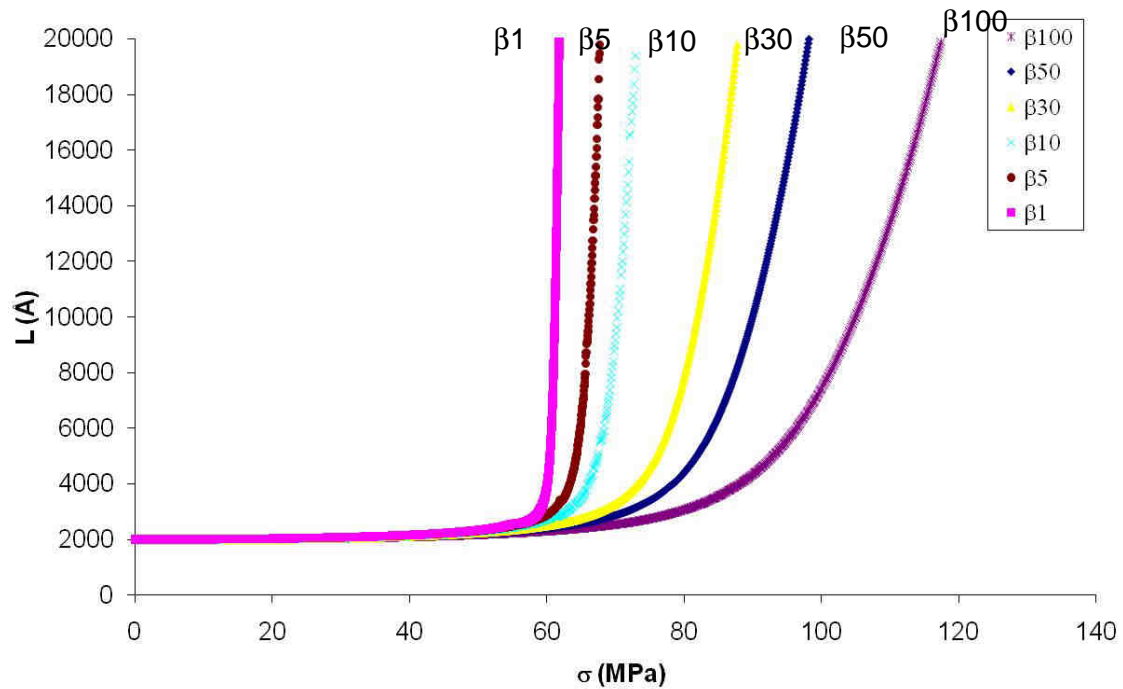


Figure 130 - Longueur de la boucle en fonction de la contrainte pour différents rapports de mobilité.

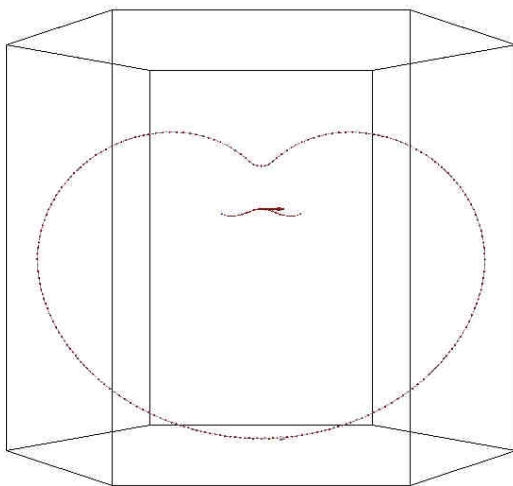


Figure 131 – Propagation d’une source de Frank et Read ( $\beta = 1$ ).

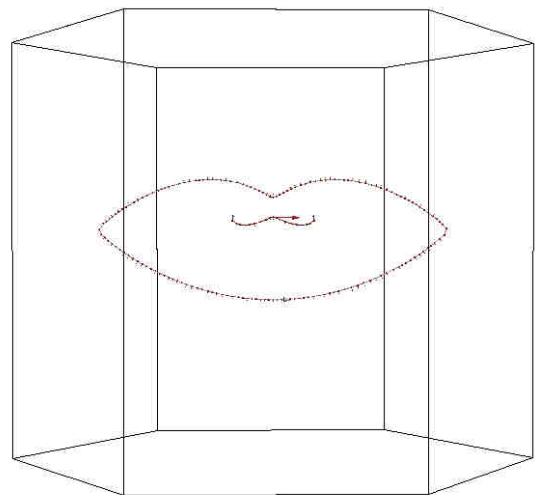


Figure 132 – Propagation d’une source de Frank et Read ( $\beta = 100$ ).

## 5.5 Proposition d’un nouveau modèle pour les métaux à structures hexagonale compacte (HCP)

L’étude précédemment menée montre que les modèles actuellement développés dans les codes de dynamique des dislocations nodaux ne permettent pas de modéliser le mouvement des dislocations observé expérimentalement dans les métaux HCP. La théorie a montré qu’il est nécessaire de prendre en compte une loi différente suivant que nous considérons la partie vis ou non-vis d’une dislocation. La proposition d’un nouveau modèle



pour les codes de dynamique des dislocations nodaux passent donc par l'identification des parties vis et non-vis de chaque dislocation. Il s'agit ensuite de calculer et de prendre en compte la vitesse de ces parties vis. Etant donnée la longueur des dislocations vis, nous proposons de prendre en compte la variabilité de la contrainte le long de chaque partie vis des dislocations.

### 5.5.1 Détection du caractère vis ou non-vis de la dislocation

La première étape consiste à déterminer les parties vis et non-vis de chaque dislocation. Pour ce faire, nous avons développé un algorithme spécifique.

Dans un premier temps, nous déterminons l'orientation de chaque segment discrétisé en fonction de son vecteur de Burgers. En considérant  $\underline{\xi}(l)$ , la direction de la ligne, le critère sur un élément infinitésimal  $dl$  devient :

$$\begin{aligned} \text{Si } \left| \underline{\xi}(l) \cdot \underline{b} \right| = 1 + \delta & \text{ alors le segment est vis} \\ \text{Si } \left| \underline{\xi}(l) \cdot \underline{b} \right| \neq 1 + \delta & \text{ alors le segment est non-vis} \end{aligned} \tag{85}$$

où  $\delta$  est un paramètre proche de zéro, fixé par l'utilisateur. Ce paramètre permet de tenir compte des inexactitudes numériques.

Cependant, cette méthode ne permet pas de prendre en compte les segments vis de longueur nulle. En effet, il est possible d'avoir un segment vis de longueur nulle lorsque deux dislocations coins se suivent. En considérant trois nœuds successifs 1, 2 et 3, si les nœuds extrêmes 1 et 3 sont du même côté que la droite ayant pour vecteur directeur le vecteur de Burgers, le nœud central 2 est considéré comme une dislocation vis de longueur nulle (figure 133). A noter que dans le cas contraire (figure 134), les nœuds 3 et 1 de la dislocation étant de part et d'autre de la droite ayant pour vecteur directeur le vecteur de Burgers de la dislocation, le déplacement du nœud 2 est calculée en utilisant la loi de type « phonon ».

Cette situation particulière entraine la mise en place d'un second critère qui vient s'ajouter au critère précédent. Ce critère consiste à analyser, selon le principe précédemment décrit, la position des points  $n - 1$  et  $n + 1$  d'un point  $n$  pour déduire la nature de ce point  $n$ . Il permet donc de déterminer le caractère vis ou non-vis de cette partie de dislocation (figure 133 et figure 134).

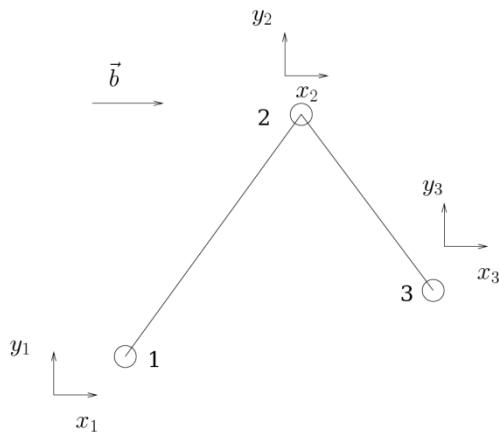


Figure 133 - Schéma d'une dislocation où le nœud 2 est vis.

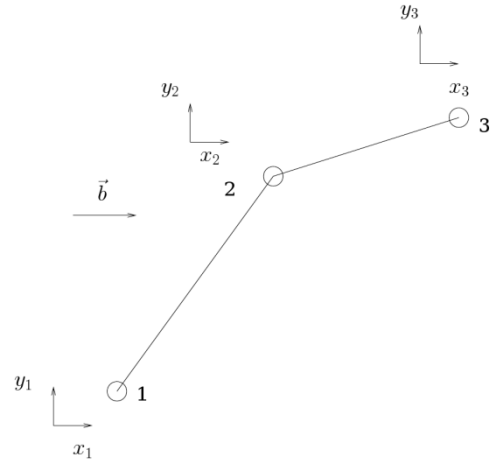


Figure 134 - Schéma d'une dislocation où le nœud 2 est non-vis.

### 5.5.2 Calcul de la vitesse des parties vis de chaque dislocation

La mobilité des dislocations vis a été décrite dans la partie bibliographie. Classiquement, la variation de la contrainte le long de la dislocation n'est pas prise en compte (par exemple [Chaussidon, 2007]). Le calcul de la vitesse de la dislocation est donc relié à la contrainte moyenne ressentie par la dislocation (équation (86)).

$$v_{vis} = hv_D \frac{b}{l^{*2}} \int_0^L \exp \left[ -\frac{\Delta G(\langle \sigma \rangle)}{k_B T} \right] dx = hv_D L \frac{b}{l^{*2}} \exp \left[ -\frac{\Delta G(\langle \sigma \rangle)}{k_B T} \right] \quad (86)$$

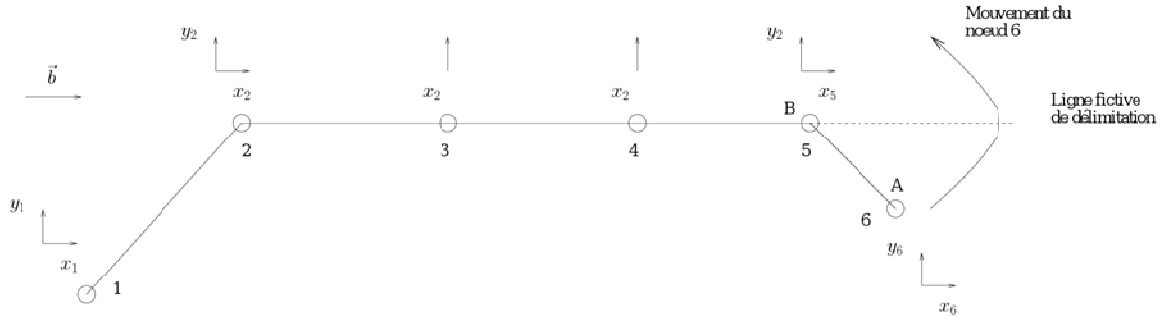
avec  $\langle \sigma \rangle$  la contrainte moyenne.

Cependant, les dislocations vis étant longues, la contrainte que ressentent ces dernières n'est donc probablement pas constante. Nous décidons donc de prendre en compte la variabilité de la contrainte le long de la dislocation (équation (87)). Ceci est plus rigoureux puisqu'ainsi, la probabilité de nucléer des doubles décrochements est réellement calculée sur l'ensemble de la ligne.

$$v_{vis} = hv_D \frac{b}{l^{*2}} \int_0^L \exp \left[ -\frac{\Delta G(\sigma(x))}{k_B T} \right] dx \quad (87)$$

### 5.5.3 Blocage des nœuds non-vis voisins d'un nœud vis

Pour le déplacement des nœuds « non-vis » d'une dislocation ayant des parties vis et non-vis, il faut traiter le cas des segments non-vis situés aux extrémités d'une partie vis, autrement dit, segments constitués d'un nœud « vis » et d'un nœud « non-vis ». En effet, il ne faut pas que le nœud « non-vis » dépasse le nœud « vis » sans que lui soit appliquée la loi de mobilité de double décrochement (figure 135). Ce cas se traite comme une collision. L'objectif est donc de déterminer à quel instant  $\Delta t$  cette collision va se produire.



**Figure 135 - Exemple pour le blocage des nœuds non-vis.**

Nous considérons l'exemple suivant (figure 135). Le nœud 1 est bloqué alors que le nœud 6 bouge suivant  $y$  à une vitesse  $v_A$ . Nous nommons  $B$  le point numéro 5 et  $A$  le point numéro 6. Les coordonnées des points et le vecteur vitesse sont projetés dans le repère  $(\underline{b}, \perp \underline{b})$ . L'équation (88) donne la coordonnée du point  $A$  à l'instant  $t + 1$ .

$$\underline{A}^{t+1} = \underline{A} + \underline{v}_A \Delta t \quad (88)$$

où  $\Delta t$  est notre inconnue.

En effet, en considérant que la dislocation vis est un obstacle, il est nécessaire et suffisant de définir la coordonnée du point  $B$  projetée sur  $(\underline{b}, \perp \underline{b})$  comme la coordonnée que ne doit franchir le point  $A$  dans le même repère  $(\underline{b}, \perp \underline{b})$ . L'équation (88) devient une inéquation et impose à  $\Delta t$  une valeur à ne pas franchir :

$$\Delta t < \frac{B|_{\perp \underline{b}} - A|_{\perp \underline{b}}}{v_A|_{\perp \underline{b}}} \quad (89)$$

#### 5.5.4 Condition de Dirichlet

Afin d'imposer une vitesse, il est nécessaire de revenir à l'équation (77). Dans le cas d'une vitesse imposée, le système à résoudre devient :

$$\begin{bmatrix} k_{11} & \cdots & k_{1n} \\ \vdots & k_{ii} & \vdots \\ k_{m1} & \cdots & k_{mn} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} v_1 \\ v_{imp} \\ v_n \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} F_1 \\ k_{ii} v_{imp} \\ F_2 \end{bmatrix} \quad (90)$$

avec  $k_{ii} = \max(K) * 10^{10}$  et  $v_{imp}$  la vitesse de la dislocation vis au nœud  $i$ .

Cette procédure, également appelée méthode de pénalisation, va conduire à appliquer une vitesse imposée au nœud  $i$ , ceci est analogue aux conditions aux limites en déplacement imposées lors des calculs utilisant la méthode des éléments finis.

Afin d'imposer une vitesse différente pour les parties vis des dislocations, il aurait pu être possible d'intégrer cette vitesse et d'utiliser le même principe que présenté dans la partie 5.3.3 Cependant, cette équation est très fortement non linéaire et à l'heure actuelle, Numodis utilise un solveur linéaire, ce qui rend impossible la résolution du système décrit à l'équation (77).

Nous venons d'expliquer la façon dont est réalisé un calcul dans Numodis. De plus, une nouvelle loi de mobilité est proposée. Nous allons maintenant étudier cette loi de façon analytique puis à travers un exemple traité dans Numodis.

## 5.6 Etude de la probabilité de l'apparition d'un double décrochement

### 5.6.1 Influence de la contrainte et de la température

Pour étudier l'influence de la contrainte et de la température sur la probabilité d'apparition de double décrochement, il suffit d'étudier la fonction suivante :

$$p(\sigma, T) = \exp \left[ -\frac{\Delta G(\sigma)}{k_B T} \right] \quad (91)$$

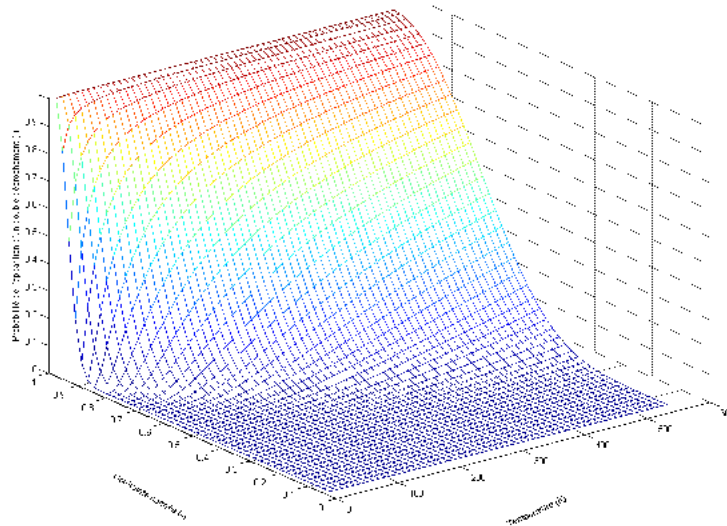
avec

$$\Delta G(\sigma) = \Delta G_0 \left( 1 - \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^p \right)^q \quad (92)$$

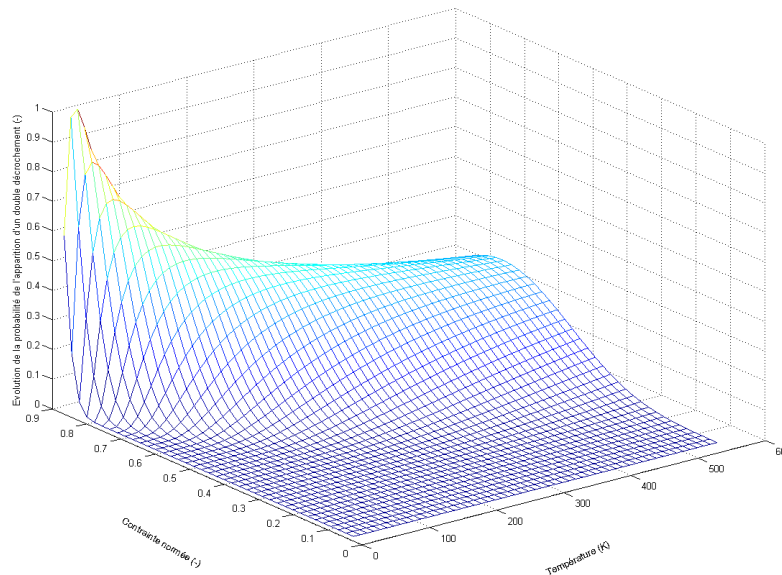
Dans un premier temps, la fonction (92) est étudiée à travers ses limites. Elle tend vers  $\Delta G_0$  quand  $\sigma$  tend vers 0 MPa. Lorsque  $\sigma$  tend vers  $\sigma_0$ , la fonction  $\Delta G(\sigma)$  est égale à 0 eV.

En reportant ces résultats dans la fonction (92), nous avons une fonction de probabilité bornée entre  $\exp \left[ -\frac{\Delta G_0}{k_B T} \right]$ , valant aux alentours de  $10^{-18}$  et 1. Le maximum de cette fonction est donc atteint pour  $\sigma$  très proche de  $\sigma_0$  et/ou T très grand. L'influence de ces deux paramètres est proposée sur la figure 136 avec  $p$ ,  $q$  et  $\Delta G_0$  valant respectivement 0.5, 2 et 0.90 eV. A noter que ces valeurs sont extraites de nos résultats expérimentaux (voir chapitre précédent). La contrainte normée est la contrainte appliquée,  $\sigma$ , divisée par la contrainte de référence,  $\sigma_0$ . En observant le graphique, nous pouvons en déduire que les variations de la probabilité de l'apparition d'un double décrochement est d'autant plus sensible à la contrainte appliquée que la température est élevée. Dans le cas où la température est très faible, la probabilité d'apparition d'un double décrochement est réduite à un niveau de contrainte proche de la contrainte de référence.

Il peut aussi être intéressant d'observer l'impact d'une légère augmentation ou diminution de la contrainte appliquée sur celle-ci. Pour cela nous étudions le rapport  $\eta = \frac{p(\sigma+\Delta\sigma, T) - p(\sigma, T)}{\max(p(\sigma+\Delta\sigma, T) - p(\sigma, T))}$  avec dans notre cas  $\Delta\sigma = 10$  MPa. Par sa construction, ce rapport est compris en 0 et 1. Lorsque  $\eta$  est proche de 0 alors l'influence d'une légère augmentation de la contrainte appliquée est négligeable. Proche de 1, l'influence est à son maximum. Nous remarquons que l'influence d'une légère modification de la contrainte locale est à son apogée pour des faibles températures et des contraintes élevées (figure 137). Afin de nous situer dans les conditions optimales, les futures simulations se font donc à une température de 100K et une contrainte normée de 0.8.



**Figure 136 - Probabilité de l'apparition d'un double décrochement en fonction de la contrainte normalisée et de la température.**



**Figure 137 - Evolution de la probabilité de l'apparition d'un double décrochement en fonction de la contrainte normalisée et de la température.**

## 5.6.2 Hétérogénéité de contrainte le long d'une dislocation vis : influence du voisinage

### 5.6.2.1 Introduction

Comme nous l'avons vu au paragraphe 5.5.2 la mobilité des dislocations vis est généralement décrite de la façon suivante :

$$v_{vis} = h\nu_D L \frac{b}{l^2} \exp \left[ -\frac{\Delta G(\langle \sigma \rangle)}{k_B T} \right] \quad (93)$$

Cependant, des observations au MET in-situ ont montré que deux dislocations vis proches l'une de l'autre peuvent être glissile bien qu'indépendamment l'une d'entre elle au moins soit quasiment immobile dans un état de contrainte donné [Caillard, communication

privée]. Nous supposons que l'origine de ce mouvement serait liée à une hétérogénéité de la contrainte le long de la dislocation. C'est la raison pour laquelle nous avons décidé de prendre en compte cette hétérogénéité à travers l'équation (94), déjà présentée au paragraphe 5.5.1

$$v_{vis} = hv_D \frac{b}{l^{*2}} \int_0^L \exp \left[ -\frac{\Delta G(\sigma(x))}{k_B T} \right] dx \quad (94)$$

Dans un premier temps, la configuration initiale est présentée, puis nous étudierons l'hétérogénéité de contrainte et enfin son impact sur la vitesse des dislocations.

### 5.6.2.2 Configuration initiale

Considérons deux dislocations vis, respectivement appelées dislocation contrainte et dislocation libre, de plans de glissement  $(\bar{1}100)$  et  $(\bar{1}010)$  et de directions de glissement  $\langle \bar{1}\bar{1}20 \rangle$  et  $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ . Ces deux dislocations sont distantes en leurs centres de 5 nm l'une par rapport à l'autre dans la direction z (tableau 23 et figure 138). Elles sont de plus ancrées à leurs extrémités, le code Numodis gérant à l'heure actuelle uniquement des dislocations ancrées. Nous appliquons une contrainte de cisaillement 170 MPa sur la dislocation contrainte de telle sorte que la dislocation libre ne subisse aucune contrainte. A noter que le tenseur des contraintes est calculé grâce à un module développé par J. Drouet.

Tableau 23 - Configuration initiale.

	Plan de glissement	Direction de glissement	Longueur (Å)	Contrainte (MPa)
dislocation contrainte	$(\bar{1}100)$	$\langle \bar{1}\bar{1}20 \rangle$	1660	170
dislocation libre	$(\bar{1}010)$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	2230	0

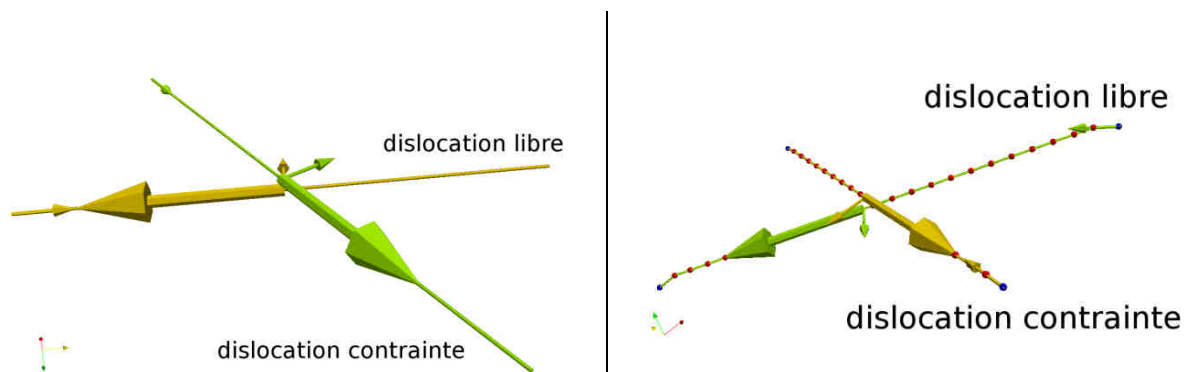


Figure 138 - Deux dislocations vis (état initial à gauche, état final à droite).

### 5.6.2.3 Evolution de la contrainte le long des dislocations

Deux cas sont maintenant étudiés. Le premier utilise la formule (95) en considérant une contrainte moyennée le long de la dislocation, le second prend en compte l'hétérogénéité de contrainte (équation (96)). Nous avons tracé pour ces deux cas la contrainte en chaque point de Gauss (figure 139) lors du premier pas de temps du calcul.

Nous remarquons qu'il y a effectivement une hétérogénéité de contrainte le long des deux dislocations. Pour la dislocation contrainte, la contrainte est quatre fois inférieure au

centre de la dislocation par rapport à la contrainte calculée aux extrémités alors que pour la dislocation libre, cette contrainte vaut 130 MPa au centre tout en étant nulle aux extrémités.

Nous calculons maintenant la moyenne de la contrainte pour le second cas en post-traitement. Cette contrainte vaut 13 MPa pour la dislocation libre et 158 MPa pour la dislocation contrainte. Ces valeurs sont identiques à celles obtenues par le premier cas. En effet, réaliser la moyenne des contraintes le long des points de Gauss avant le calcul de la vitesse (équation (93)) ou calculer cette moyenne analytiquement est strictement identique.

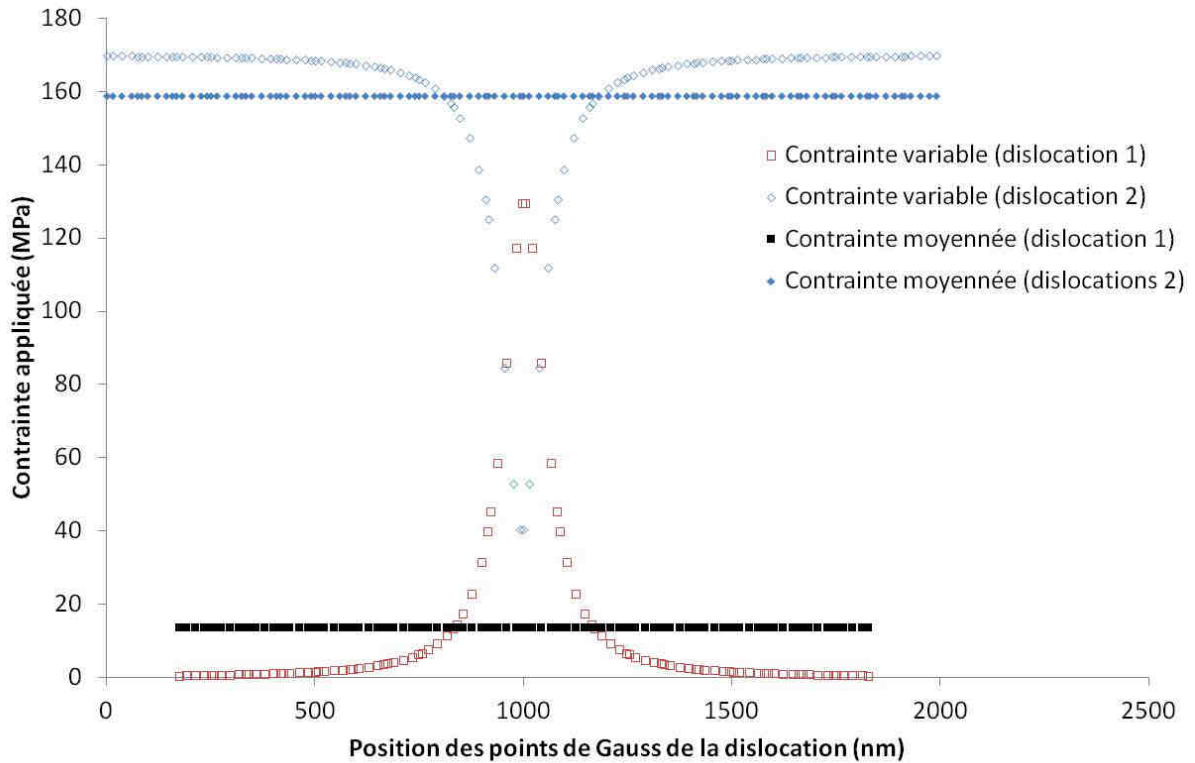


Figure 139 – Evolution de la contrainte le long des dislocations.

#### 5.6.2.4 Evolution de la probabilité de double décrochement long des dislocations

Dans un second temps, nous avons tracé la probabilité de double décrochement en fonction de la position des points de Gauss (figure 140) lors du premier pas de temps du calcul.

Dans le cas de la formule (93), la probabilité de double décrochement pour la dislocation libre vaut  $3 \times 10^{-27}$  le long de la dislocation vis.

Dans le cas de la formule (94), nous observons que les écarts entre les valeurs calculées aux centres des dislocations et aux extrémités sont nettement plus importants que les écarts de contrainte. Ceci vient du fait que cette dernière apparaît dans le terme exponentiel lors du calcul de la probabilité de double décrochement. L'écart est d'autant plus marqué pour la dislocation libre où la probabilité de double décrochement vaut  $4 \times 10^{-42}$  à l'extrémité pour atteindre  $3 \times 10^{-4}$  au centre. La moyenne de cette probabilité le long de la dislocation vis vaut  $8 \times 10^{-6}$ .

En comparant ces deux probabilités moyennes, l'augmentation de la probabilité de double décrochement est donc de l'ordre de  $10^{21}$ . Ceci suffit à expliquer pourquoi une dislocation quasiment immobile peut se déplacer sous un état de contrainte donnée.

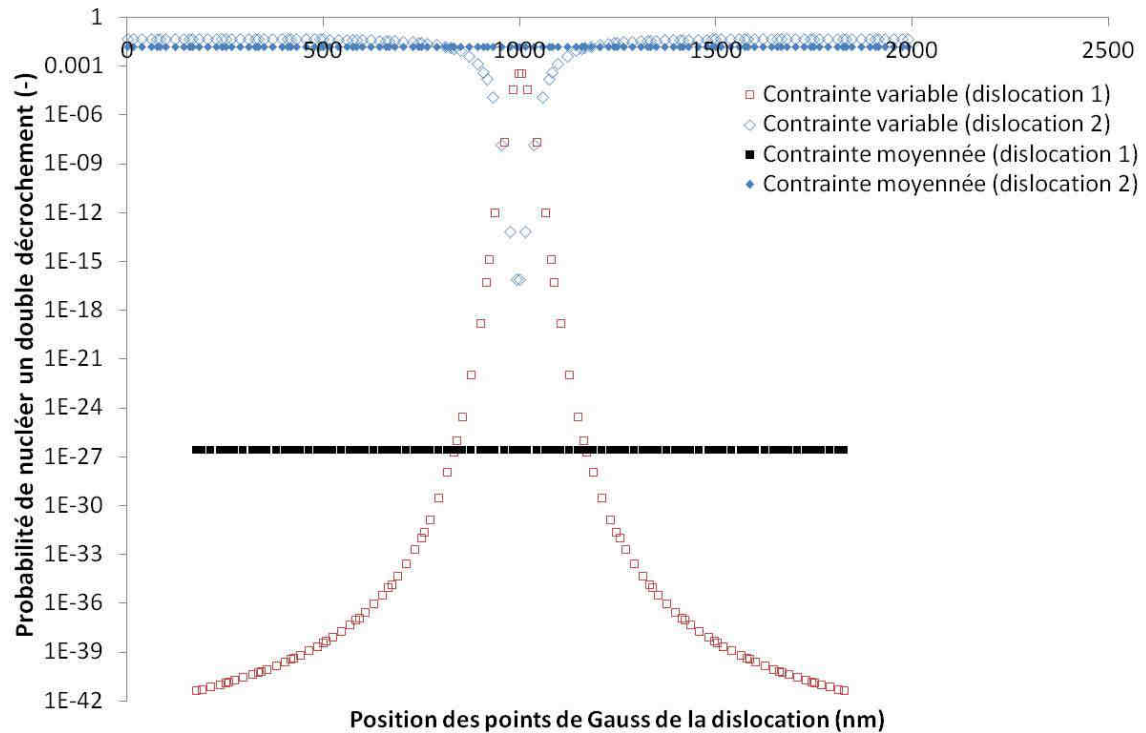


Figure 140 - Evolution de la probabilité de double décrochement le long des dislocations.

#### 5.6.2.5 Profil des vitesses

Pour cette étude, nous nous situons dans le cadre de la formule (94). A partir des probabilités de double décrochement calculées à chaque point de Gauss, nous calculons la vitesse sur toute la longueur de la dislocation vis. Le profil des vitesses des deux dislocations est ensuite tracé au cours du temps (figure 141). Au début de la simulation, la seule dislocation glissile est celle sur laquelle une contrainte est appliquée. Puis au fur et à mesure que cette dislocation s'approche de la dislocation initialement sessile, elle l'entraîne dans son mouvement. A noter que les décrochements visibles sont dus à la formation de nœuds.



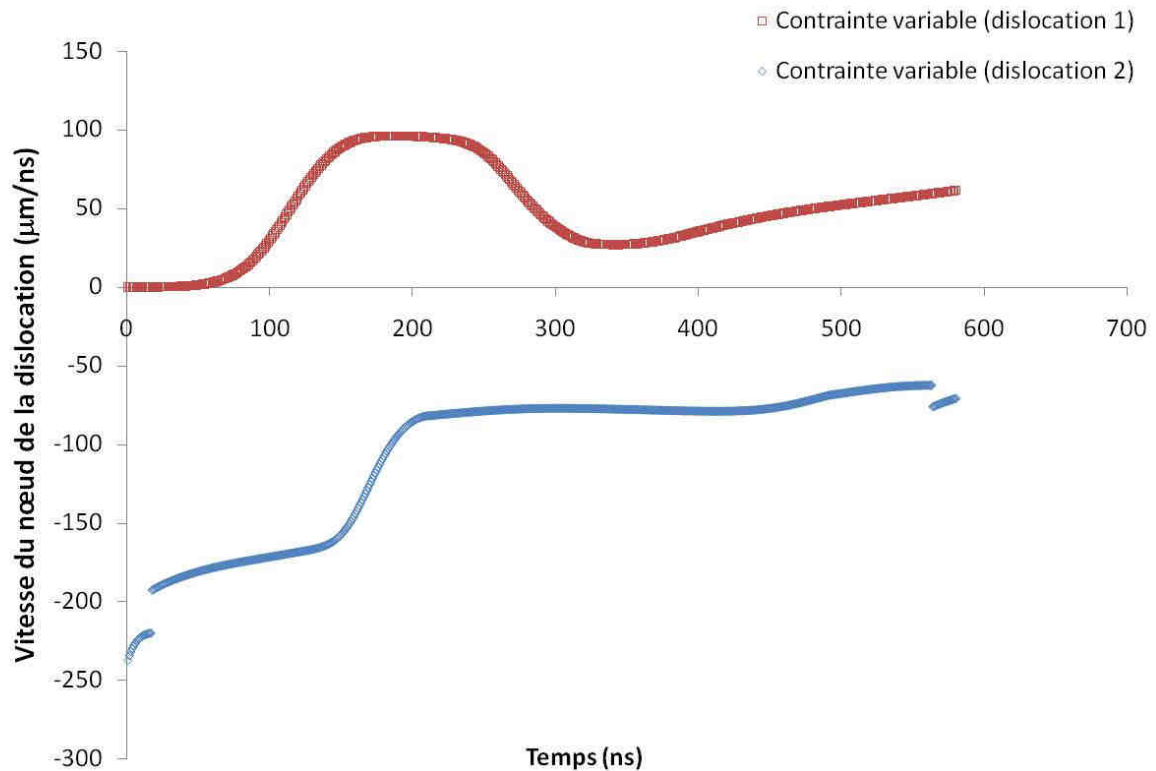


Figure 141 - Profil des vitesses des deux dislocations.

## 5.7 Synthèse du chapitre

L'amélioration des moyens de calcul a permis le développement de codes de dynamique des dislocations. Ces codes ont dans un premier temps été discrets, 2D puis 3D, pour finalement aujourd'hui être des codes nodaux 3D. Ces codes ont l'avantage de prendre en compte une représentation plus fidèle de la dislocation.

Dans un premier temps, nous avons implémenté la notation à quatre indices et souhaité valider le formalisme. Pour ce faire, une source de Frank et Read a été simulée en utilisant une loi de type « phonon drag » et la contrainte d'activation a été calculée pour différentes longueurs. Les valeurs obtenues montrent un très faible écart avec la formule théorique ( $A_{coin}^{théorique} = 1$ ,  $A_{coin}^{simulé} = 1.07$ ,  $A_{vis}^{théorique} = 1.5$ ,  $A_{vis}^{simulé} = 1.49$ ).

Ensuite, l'objectif a été de modéliser le plus proprement possible le mouvement des dislocations dans le zirconium. Pour ce faire, la loi de Cai et Bulatov a été implémentée. Cependant, ce type de loi a montré ses limites, et il est important de faire une distinction plus précise entre les parties vis et non-vis de la dislocation. Pour ce faire, l'implémentation d'un modèle plus complexe a été proposée et réalisée.

Ce modèle prend en compte la mobilité distincte entre les dislocations vis, vitesse modélisée par une loi thermiquement activée, et les dislocations non-vis dont la vitesse est calculée à partir d'une loi de type phonon. Dans un code nodal, la difficulté consiste à distinguer les parties vis des parties non-vis de la dislocation. Un algorithme a été développé à cet effet. Une fois cette procédure réalisée, il a été nécessaire d'inclure la loi de mobilité thermiquement activée. Étant donnée la longueur des dislocations vis et l'hétérogénéité de contrainte observée à l'échelle du grain, cette variabilité a été prise en compte dans le calcul de la vitesse.

Nous avons ensuite étudié la contrainte tout au long de la dislocation. Dans le cas où deux dislocations sont proches l'une de l'autre, nous avons observé des hétérogénéités de contraintes importantes (de l'ordre d'un facteur 4). Cela entraîne une modification très significative de la vitesse de la dislocation jusqu'à rendre glissile une dislocation initialement sessile selon une contrainte donnée. Cela montre donc l'importance de prendre en compte ce phénomène.

A la suite de ce travail préliminaire, il serait également intéressant d'étudier l'écroissage et l'influence de la loi de mobilité sur un comportement collectif des dislocations. Cependant, le code Numodis est encore en cours de développement et la difficulté des algorithmes mis en œuvre en a empêché l'étude. La loi simplifiée a donc été choisie pour les calculs par éléments finis.



# Chapitre 6 Calculs par éléments finis

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 enfin la définition de conditions aux limites et initiales décrivant le chargement voulu. Dans un premier temps, cette partie se propose de détailler ces trois points en utilisant l'éprouvette A1. Dans un second temps, les résultats obtenus sur les simulations par éléments finis sous Cast3M de quatre autres éprouvettes de traction sont présentés puis discutés. Le but de cette étude est de confronter les résultats expérimentaux avec la simulation numérique, en particulier la forme des champs de déformation et la réponse macroscopique.

## 6.1 Démarche et méthode

### 6.1.1 Présentation du maillage

L'étape de maillage constitue la base de travail du calcul par éléments finis. Dans cette première étape, les caractéristiques dimensionnelles de l'éprouvette ainsi que les contours des grains sont définis dans le code.

L'observation par MOLP permet d'accéder aux joints de grain de manière assez précise, mais doit être complétée par une cartographie EBSD pour être certain de ne pas omettre certains joints de grain (figure 142.2 et figure 142.3). Les contours des grains sont échantillonnés par segments (figure 142.4). Dans un premier temps, la microstructure de l'éprouvette est définie en 2D (figure 142.5). Les surfaces des grains sont ensuite extrudées selon z d'une quantité correspondant à l'épaisseur de l'éprouvette (figure 142.6). Afin de faciliter la discussion, nous rappelons systématiquement les faces arrières (figure 142.1).



Figure 142.1 - Face 2 vue au MOLP.

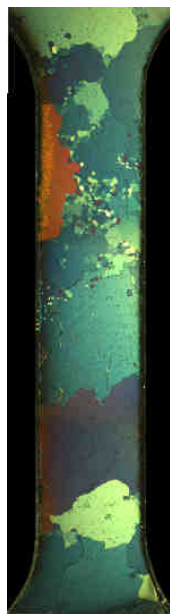


Figure 142.2 - Face 1 vue au MOLP.



Figure 142.3 - Cartographie EBSD de la face 1.

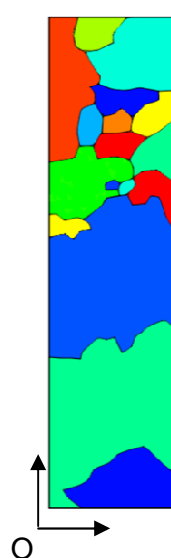


Figure 142.4 - Définition des grains.

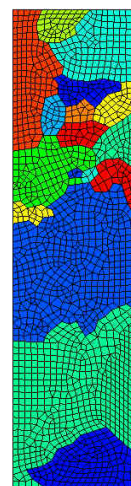


Figure 142.5 - Définition du maillage 2D.



Figure 142.6 - Définition du maillage 3D.

Figure 142 - De la microscopie optique au maillage 3D (éprouvette A1).

## 6.1.2 Présentation du principe du calcul par éléments finis en plasticité cristalline

La loi de comportement du monocristal, issue des travaux de Geyer [1999], 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 de glissement sur les systèmes, une loi d'écroissage qui définit l'évolution des cissions critiques et enfin une loi d'évolution de densité des dislocations. Les équations sont rappelées ci-dessous.

$$\dot{\gamma}^s = 2\dot{\gamma}_0^s \operatorname{sh} \left[ \frac{\tau_v V}{k_B T} \right] \operatorname{signe}(\tau^s) \quad (95)$$

$$\tau_\mu^s = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\sum_{r \in S} (A_{rs} \rho_r)} \quad (96)$$

$$\dot{\rho}^s = \frac{\dot{\gamma}^s}{b} \left( \frac{K}{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}} - g_c \rho^s \right) \quad (97)$$

Quatre familles de systèmes de glissement sont considérées ici pour nos monocristaux de zirconium. Il s'agit des systèmes de glissement prismatique  $\langle a \rangle$ , pyramidal de vecteur de Burgers  $\langle a \rangle$ , pyramidal de vecteur de Burgers  $\langle c+a \rangle$  et basal  $\langle a \rangle$ . Au vu des premières observations au MEB, le maillage est supposé inactif et donc négligé. Il n'est par conséquent pas intégré dans la loi de comportement utilisée. En accord avec l'expérience, seul le glissement prismatique est considéré actif dans les simulations.

Les coefficients utilisés pour ces simulations sont ceux déterminés au chapitre « Loi de comportement à l'échelle du monocristal ». Ils sont rappelés dans le tableau 16 et le tableau 25.

**Tableau 24 - Paramètres de la loi de comportement issus de la littérature.**

	$c_{11}$	$c_{12}$	$c_{44}$	$\alpha$	$b$
Valeur	143.4 GPa	72.88 GPa	32.02 GPa	0.28	3.23 Å

**Tableau 25 - Jeux de paramètres associés à l'identification.**

	$g_c$	$K$	$\dot{\gamma}_0^s$	$\tau_0$	$a^{su}$	$a^{ss}$	$V$
Valeur	2.60 nm	42	$5.0 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$	0 MPa	1	0	100 $b^3$

La loi implémentée dans le code par éléments finis est dérivée de l'implémentation réalisée par L. Vincent à partir des travaux de Libert [2007]. Elle reste valable pour des grands niveaux de déformation.

## 6.1.3 Conditions aux limites

L'objectif des simulations est de reproduire le plus fidèlement l'essai mécanique. La structure « bambou » de notre matériau nous a incité à appliquer des conditions aux limites particulières.

En effet, nous avons appliqué, dans un premier temps, des conditions aux limites classiques pour un essai de traction, à savoir : le déplacement suivant  $y$  est bloqué sur la face inférieure et un déplacement est imposé de façon à obtenir une vitesse de déformation

de  $10^{-4}s^{-1}$  sur la face supérieure. Un point est bloqué afin d'empêcher le mouvement de corps rigide. Cependant, en utilisant ce type de conditions limites, le glissement simple provoque un déplacement de l'éprouvette suivant l'axe  $x$ .

Cette présence de glissement simple implique donc la modification des conditions aux limites classiquement admises pour un essai de traction. Il est notamment nécessaire d'empêcher par exemple la translation suivant  $x$  ou  $z$  de l'ensemble de l'éprouvette, ce déplacement étant impossible lors de l'essai mécanique.

Sur la figure 143, les conditions suivant l'axe de traction  $y$  sont présentées. Sur la surface gauche, les déplacements suivant  $y$  sont bloqués alors que sur la surface droite, un déplacement est appliqué de manière à obtenir 2% de déformation macroscopique avec une vitesse de déformation de  $10^{-4}s^{-1}$ .

Les déplacements suivant  $x$  sont bloqués sur les segments en pointillés tandis que les déplacements suivant  $z$  sont bloqués sur les segments en gras (figure 144). Tous les autres bords sont libres.

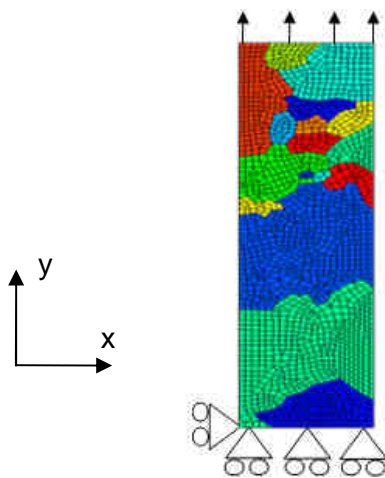


Figure 143 – Schéma 2D des conditions limites.

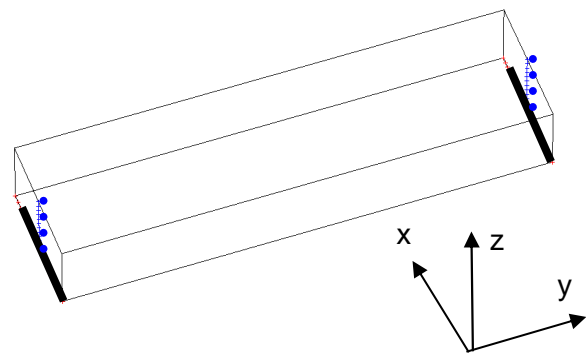


Figure 144 – Schéma 3D des conditions limites.

#### 6.1.4 Résultats des simulations en plasticité cristalline de l'éprouvette A1

La simulation par éléments finis appliquée à l'éprouvette A1 dans le cas de la plasticité cristalline donne les résultats suivants (figure 145 et figure 146).

Cette simulation donne des résultats satisfaisants. Tout d'abord, au niveau macroscopique, la figure 145 montre que la limite d'élasticité obtenue lors de la simulation numérique est identique à celle obtenue par l'expérience à savoir 28 MPa. De plus, la courbe contrainte-déformation, issue de la réponse globale de la structure des grains de l'éprouvette, est en assez bon accord avec la réponse contrainte-déformation plastique déterminée par la courbe force-déplacement de l'éprouvette.

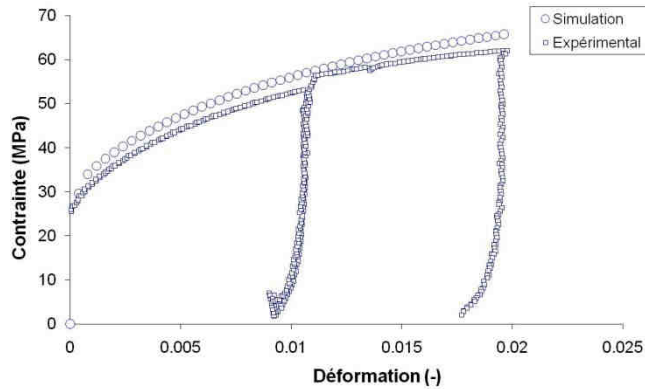


Figure 145 - Courbe contrainte déformation de l'éprouvette A1.

L'observation du champ de déformation plastique met en évidence l'effet de structure menant à une hétérogénéité des niveaux de déformation dans l'éprouvette. En effet, nous constatons que seul le grain A1-1 se déforme majoritairement contrairement au reste de l'éprouvette qui ne présente aucune déformation. Enfin, la déformation moyenne de ce grain obtenue par éléments finis est de 5%, ce qui correspond aux résultats expérimentaux obtenus.

Cependant, la déformation au sein du grain A1-1 apparaît plus homogène lors de la simulation numérique que lors de l'expérience (figure 147).

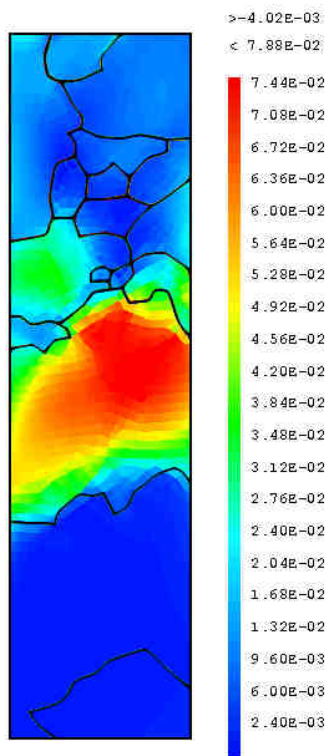


Figure 146 – Déformation totale suivant l'axe de traction de l'éprouvette A1 obtenue par le calcul aux éléments finis.

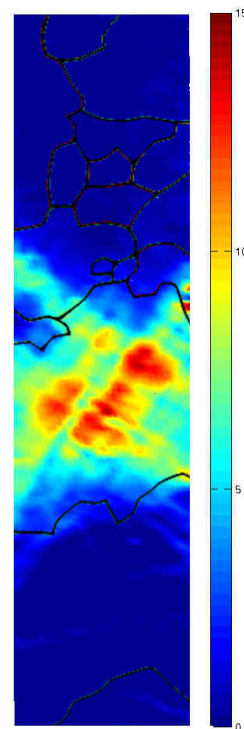


Figure 147 – Déformation plastique suivant l'axe de traction de l'éprouvette A1 déterminée par corrélation d'image.

## 6.2 Maillage des autres éprouvettes de traction

Ce paragraphe représente les maillages utilisés pour nos éprouvettes de traction. La taille d'un élément a été fixée de telle sorte qu'elle soit en cohérence avec la

« discrétisation » utilisée lors de la corrélation d'image. Pour nos éprouvettes recouvertes d'un mouchetis, un élément du maillage possède donc une taille de 100 à 150  $\mu\text{m}$ . Le maillage est un peu plus fin pour les éprouvettes qui ont été recouvertes d'une microgrille (10 éléments par millimètre).

### 6.2.1 Epreuve A3



Figure 148.1 - Face 2 vue au MOLP.

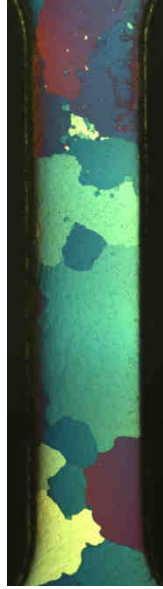


Figure 148.2 - Face 1 vue au MOLP.



Figure 148.3 - Cartographie EBSD de la face 1.

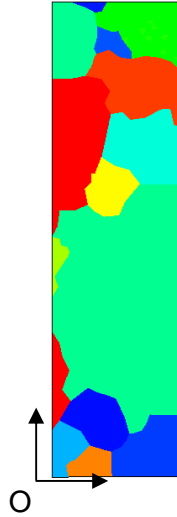


Figure 148.4 - Définition des grains.

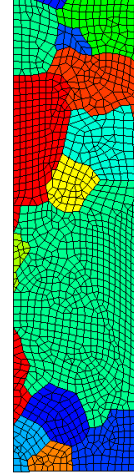


Figure 148.5 - Définition du maillage 2D.

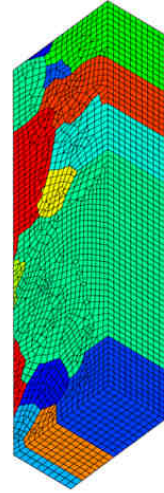


Figure 148.6 - Définition du maillage 3D.

Figure 148 – De la microscopie optique au maillage 3D (épreuve A3).

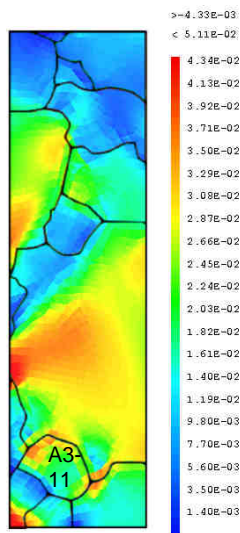


Figure 149 – Déformation totale suivant l'axe de traction de l'éprouvette A3 obtenue par le calcul aux éléments finis.

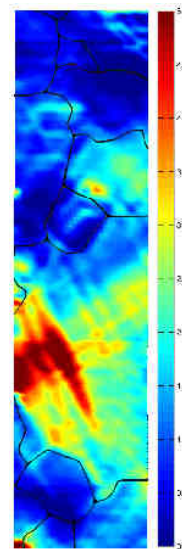


Figure 150 – Déformation plastique suivant l'axe de traction de l'éprouvette A3 déterminée par corrélation d'image.



## 6.2.2 Eprouvette D3



Figure 151.1 - Face 2 vue au MOLP.



Figure 151.2 - Face 1 vue au MOLP.



Figure 151.3 - Cartographie EBSD de la face 1.



Figure 151.4 - Définition des grains.



Figure 151.5 - Définition du maillage 2D.

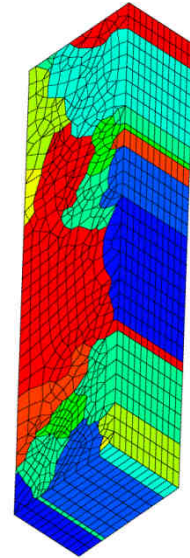


Figure 151.6 - Définition du maillage 3D.

Figure 151 – De la microscopie optique au maillage 3D (éprouvette D3).

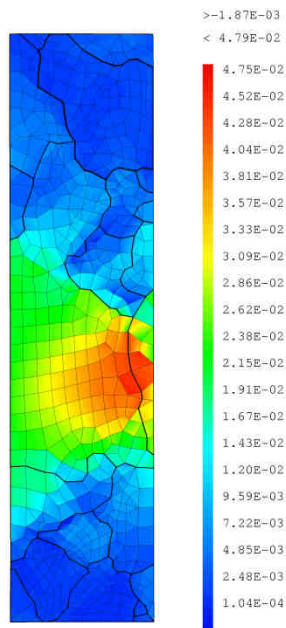


Figure 152 – Déformation totale suivant l'axe de traction de l'éprouvette D3 obtenue par le calcul aux éléments finis (1% de déformation macroscopique).

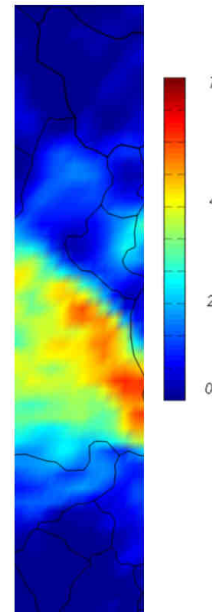


Figure 153 – Déformation totale suivant l'axe de traction de l'éprouvette D3 déterminée par corrélation d'images (1% de déformation macroscopique).

### 6.2.3 Eprouvette B1



Figure 154.1 - Face 2 vue au MOLP.

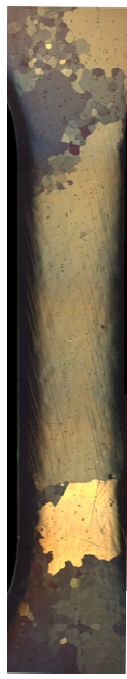


Figure 154.2 - Face 1 vue au MOLP.



Figure 154.3 - Cartographie EBSD de la face 1.



Figure 154.4 - Définition des grains.

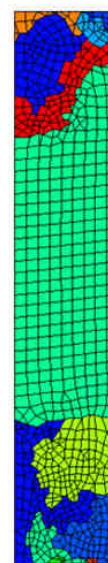


Figure 154.5 - Définition du maillage 2D.

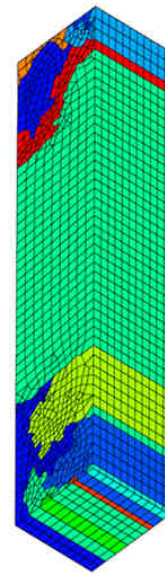


Figure 154.6 - Définition du maillage 3D.

Figure 154 - De la microscopie optique au maillage 3D (éprouvette B1).

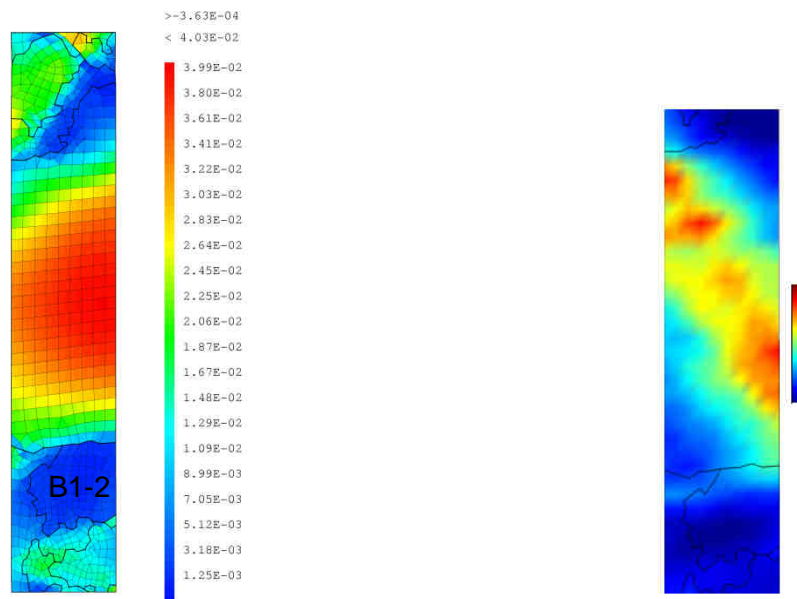


Figure 155 - Déformation totale suivant l'axe de traction de l'éprouvette B1 obtenue par le calcul aux éléments finis (2% de déformation macroscopique).

Figure 156 - Déformation totale suivant l'axe de traction de l'éprouvette B1 déterminée par corrélation d'images (2% de déformation macroscopique).

## 6.2.4 Eprouvette B2



Figure 157.1 - Face 2 vue au MOLP.



Figure 157.2 - Face 1 vue au MOLP.



Figure 157.3 - Cartographie EBSD de la face 1.

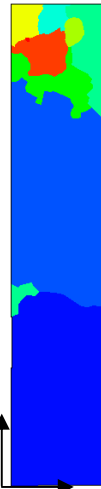


Figure 157.4 - Définition des grains.

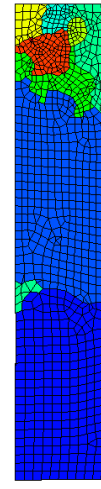


Figure 157.5 - Définition du maillage 2D.

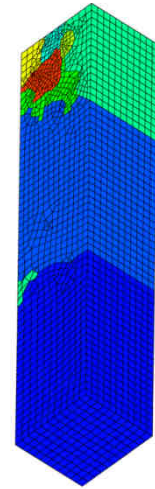


Figure 157.6 - Définition du maillage 3D.

Figure 157 - De la microscopie optique au maillage 3D (éprouvette B2).

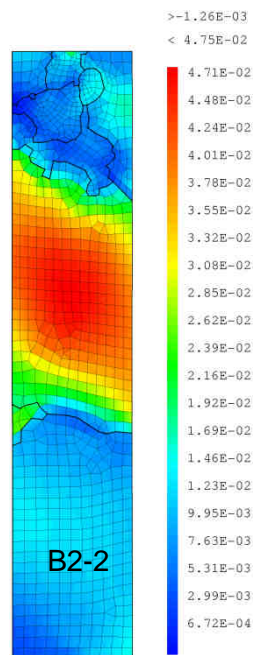


Figure 158 - Déformation totale suivant l'axe de traction de l'éprouvette B2 obtenue par le calcul aux éléments finis (2% de déformation macroscopique).

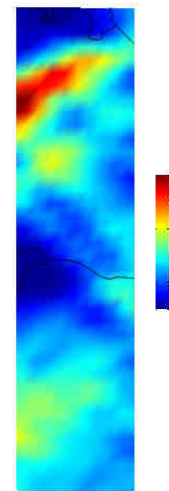


Figure 159 - Déformation totale suivant l'axe de traction de l'éprouvette B2 déterminée par corrélation d'images (2% de déformation macroscopique).

## 6.3 Discussion des résultats

L'objectif des calculs par éléments finis est d'étudier l'effet de la structure et en particulier l'influence des grains voisins du grain d'intérêt. Nous observerons l'écrouissage et la limite d'élasticité de l'éprouvette. De plus, la déformation du grain d'intérêt et des grains voisins est étudiée.

Les courbes de contrainte-déformation expérimentales et simulées sont données sur la figure 160 pour les éprouvettes A1, A3 et D3 et sur la figure 161 pour B1 et B2. Le tableau 26 donne un récapitulatif des écarts en terme de contrainte en début et fin d'essai.

Tableau 26 - Comparaison entre l'expérience et la simulation en terme de grandeur macroscopique.

Eprouvette	Ecart des limites d'élasticité (MPa)	$\Delta\sigma$ (MPa)
A1	2.1	3.7
A3	2.7	12.6
D3	0.4	28.6
B1	4.8	13.9
B2	5.2	21

### 6.3.1 Eprouvettes avec une faible cission critique du grain d'intérêt

Pour les éprouvettes A1, A3 et D3, la limite d'élasticité est bien reproduite par la simulation. Nous observons un écart très faible d'au maximum 2.7 MPa pour l'ensemble de ces éprouvettes (figure 160).

En ce qui concerne la contrainte d'écoulement, l'écart entre l'expérience et la simulation est faible pour l'éprouvette A1. Cette éprouvette possède deux grandes caractéristiques : seul un grain se déforme, ce grain traverse l'éprouvette.

Pour l'éprouvette A3, le grain central se déforme lors de la simulation conformément à l'expérience mais en plus un autre grain se déforme alors qu'aucune déformation n'apparaît expérimentalement. Il s'agit du grain « dur » A3-11 (figure 149 et figure 150). Ce grain peut donc bloquer la déformation des autres grains (« mous ») bien orientés qui auraient dû se déformer. D'autre part, le fait que dans la simulation, ces grains « mous » se déforment alors qu'expérimentalement ils ne se déforment pas (ces grains sont bloqués par des grains « durs » sous-jacents) pourrait expliquer que la réponse macroscopique simulée présente une contrainte d'écoulement inférieure à la contrainte d'écoulement obtenue par l'expérience.

Enfin, la contrainte d'écoulement de l'éprouvette D3 est très différente entre l'expérience et la simulation (28.6 MPa). Nous remarquons néanmoins que la simulation prévoit un écrouissage plus important pour cette éprouvette comparée aux autres. Sur cette éprouvette, seul le grain d'intérêt se déforme lors de la simulation, tout comme expérimentalement (figure 152 et figure 153). Cependant, un tel écart avait déjà été observé lors de l'intégration de la loi de comportement sur le grain d'intérêt de cette éprouvette. Au vu de la face arrière de l'éprouvette, il est raisonnable de penser que le fort écrouissage provient du fait que notre grain d'intérêt n'est pas débouchant sur toute la largeur de l'éprouvette. Cela nous laisse penser que les grains voisins ne sont pas responsables d'une modification du comportement des grains d'intérêts sauf si ces derniers ne sont pas débouchant sur toute la largeur de l'échantillon. **L'hypothèse la plus importante pour mener à bien des essais sur des éprouvettes multicristallines afin d'en déduire un**

comportement monocristallin est donc le fait de déformer des éprouvettes avec des grains d'intérêt qui ont une géométrie similaire sur les deux faces.

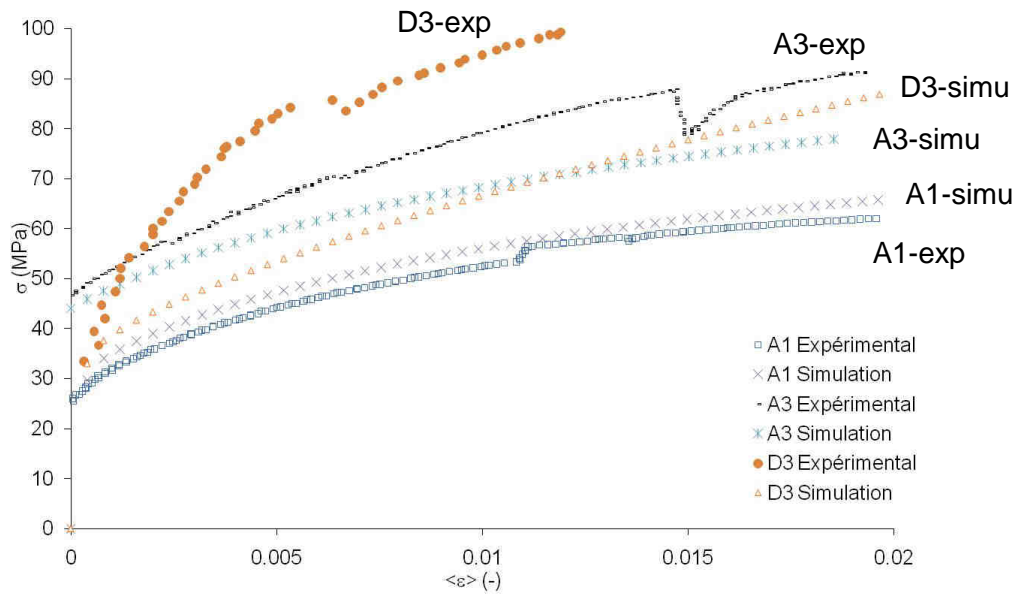


Figure 160 - Courbe contrainte-déformation pour les éprouvettes A1, A3 et D3.

### 6.3.2 Epreuve avec une forte cission critique du grain d'intérêt

La simulation des éprouvettes présentant une plus forte cission critique a été réalisée en modélisant l'écart à la loi de Schmid par un terme supplémentaire de contrainte, valant  $\tau_0 = 17$  MPa, sur la loi d'écroutissage. Avec cette modélisation, la limite d'élasticité est bien reproduite. Néanmoins, nous remarquons un écroutissage différent entre la simulation et l'expérience, tantôt trop élevé, tantôt trop faible. L'écroutissage plus fort de l'éprouvette B1 par la simulation est dû à la présence du grain « dur » B1-2 présent sur la face supérieure et absent de la face inférieure (figure 155). Pour l'éprouvette B2, l'écroutissage plus mou obtenu lors de la simulation provient de la présence des grains durcissant en face arrière du grain B2-2 qui ne sont pas modélisés. Nous remarquons par ailleurs que ce grain se déforme davantage par la simulation que ce qui a été observé expérimentalement.

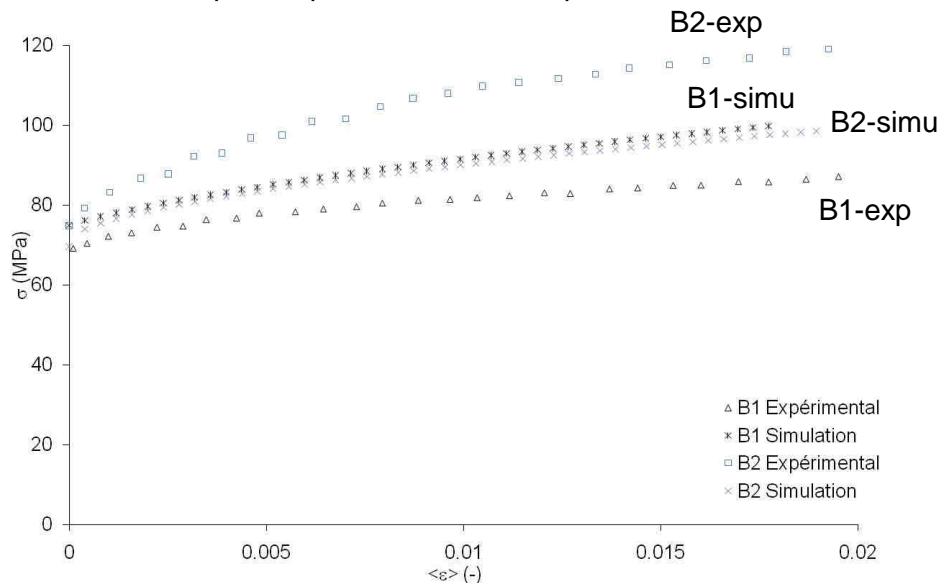


Figure 161 - Courbe contrainte-déformation pour les éprouvettes B1 et B2.

## 6.4 Synthèse du chapitre

Des calculs par éléments finis ont été réalisés sur les éprouvettes qui ont subies une traction monotone. Le grain d'intérêt de chaque éprouvette étant débouchant sur l'autre face, nous avons pris le parti de ne modéliser que la face supérieure des éprouvettes. La loi de comportement a été déterminée à partir de nos résultats expérimentaux en limitant le nombre de paramètres à ajuster.

De manière générale, la limite d'élasticité est bien reproduite pour toutes nos éprouvettes en tenant compte de la particularité d'un écart à la loi de Schmid, notamment pour les éprouvettes dont le grain de la face supérieure est débouchant. Cependant, même si la moyenne de la déformation est bien reproduite, la déformation a tendance à s'homogénéiser lors des simulations. L'hétérogénéité de la déformation est difficilement reproductible à cette échelle, la plasticité étant un phénomène très local.

La modélisation moins convaincante de l'écroûissage provient probablement de l'absence du maillage de la face arrière. En effet, il est dans tous les cas possibles, *a posteriori*, d'expliquer le résultat obtenu par le calcul par éléments finis à l'aide de l'observation de la face arrière.

**Les résultats obtenus permettent donc d'une part de valider la démarche mise en œuvre pour déterminer la loi de comportement monocristalline et d'autre part de proposer pour la première fois une loi de comportement basée sur des essais sur monocristaux.**



# Conclusion générale

---

L'objectif de ce travail était de proposer une loi de comportement à l'échelle du monocristal du zirconium pour le glissement prismatique. Pour ce faire, nous avons mis en place une démarche qui s'appuie d'une part sur une étude expérimentale et d'autre part sur des simulations numériques multi-échelles.

Du point de vue expérimental, nous avons utilisé un matériau particulièrement bien adapté à l'étude et dont nous disposons : du zirconium contenant seulement 100 ppm d'oxygène et dont les grains étaient de taille millimétrique. Sur ce matériau, des éprouvettes contenant un seul grain dans la section utile ont été prélevées permettant de réaliser une étude expérimentale sur des monocristaux.

Différents essais à température ambiante ont été mis en œuvre à savoir des essais de traction monotone, de relaxation et de sauts de vitesses. Ces essais, couplés à la technique de corrélation d'images, ont pour but de quantifier la sensibilité à la vitesse du matériau ainsi que son écrouissage et sa cission critique dans le plan prismatique.

Les orientations différentes des éprouvettes ont permis de bien rendre compte du comportement des systèmes prismatiques, systèmes qui s'activent majoritairement à température ambiante. De plus, nous n'avons observé l'activation d'aucun autre système (pyramidal  $\langle a \rangle$ , basal  $\langle a \rangle$ , pyramidal  $\langle c+a \rangle$ ) même à forte déformation (20 %).

La déformation est dans tous les cas hétérogène à l'intérieur du grain d'intérêt. L'hétérogénéité n'évolue cependant que très peu durant la déformation, autrement dit, la déformation ne tend pas à s'homogénéiser.

La cission critique, ou plutôt les cissions critiques, du système prismatique du zirconium ont été calculées pour les sept éprouvettes tractionnées. En effet, le calcul des facteurs de Schmid à travers l'orientation du cristal ne permet pas de déterminer *a priori* la cission à partir de laquelle le matériau rentre en déformation plastique. Ce matériau, tout comme le titane, présente un écart à la loi de Schmid. Une piste pour déterminer l'origine de cet écart serait d'étudier l'impact du système pyramidal  $\langle a \rangle$  sur la déformation.

L'étude de l'écrouissage du matériau a montré une compétition de l'activité des systèmes de glissement en début de déformation. L'évolution de cet écrouissage montre l'apparition de deux stades. Le stade I apparaît lorsque l'importance du système principal par rapport au secondaire continue d'évoluer. Une fois ce rapport stabilisé, nous avons l'apparition du stade II de la déformation. Nous remarquons également une corrélation entre le taux d'écrouissage et le rapport de l'activation des systèmes de glissement. Nous en déduisons la présence d'écrouissage latent dans le zirconium. Ces résultats montrent donc l'importance de quantifier l'activation des systèmes de glissement pour caractériser la déformation du zirconium.

Ce matériau présente aussi une forte sensibilité à la vitesse, tout du moins en début de déformation. Le mécanisme de double décrochement contrôlerait la déformation du zirconium à température ambiante. Afin de le vérifier, nous avons réalisé des simulations à l'échelle de la dynamique des dislocations.

Dans le code de dynamique des dislocations, nous avons, dans un premier temps, implémenté la notation à quatre indices et validé le formalisme. Ensuite, l'objectif a été de modéliser la plus proprement possible le mouvement des dislocations dans le zirconium.



Pour ce faire, la loi de Cai et Bulatov a été implémentée et testée. Cependant, ce type de loi a montré ses limites, et il est important de faire une distinction précise entre les parties vis et non-vis de la dislocation. Pour ce faire, l'implémentation d'un modèle plus complexe a été réalisée.

Ce modèle prend en compte la mobilité distincte entre les dislocations vis, vitesse modélisée par une loi thermiquement activée, et les dislocations non-vis dont la vitesse est calculée à partir d'une loi de type phonon. Dans un code nodal, la difficulté consiste à distinguer les parties vis des parties non-vis de la dislocation. Un algorithme a été développé pour cet effet. Une fois cette procédure réalisée, il a été nécessaire d'inclure la loi de mobilité thermiquement activée. Etant donnée la longueur des dislocations vis et l'hétérogénéité de contrainte observée à l'échelle du grain, cette variabilité a été prise en compte dans le calcul de la vitesse.

Nous avons ensuite étudié la contrainte tout au long de la dislocation. Dans le cas où deux dislocations sont proches l'une de l'autre, nous avons observé des hétérogénéités de contraintes importantes. Cela entraîne une modification très significative de la vitesse de la dislocation jusqu'à rendre glissile une dislocation initialement sessile selon une contrainte donnée. Cela montre donc l'importance de prendre en compte ce phénomène. Cependant, le code Numodis est encore en cours de développement et la difficulté des algorithmes mis en œuvre en a empêché l'étude. Une loi simplifiée a donc été choisie pour les calculs par éléments finis.

Ces calculs par éléments finis ont été réalisés sur les éprouvettes qui ont subi une traction monotone. Le grain d'intérêt de chaque éprouvette étant débouchant sur l'autre face, nous avons pris le parti de ne modéliser que la face supérieure des éprouvettes. La loi de comportement a été déterminée à partir de nos résultats expérimentaux en limitant le nombre de paramètres à ajuster.

De manière générale, la limite d'élasticité est bien reproduite pour toutes nos éprouvettes en tenant compte de la particularité d'un écart à la loi de Schmid, notamment pour les éprouvettes dont le grain de la face supérieure est débouchant. Cependant, même si la moyenne de la déformation est bien reproduite, la déformation a tendance à s'homogénéiser lors des simulations. L'hétérogénéité de la déformation est difficilement reproductible à cette échelle, la plasticité étant un phénomène très local.

La modélisation moins convaincante de l'écrouissage provient probablement de l'absence du maillage de la face arrière. En effet, il est dans tous les cas possibles, *a posteriori*, d'expliquer le résultat obtenu par le calcul par éléments finis à l'aide de l'observation de la face arrière.

**Les résultats obtenus permettent donc d'une part de valider la démarche mise en œuvre pour déterminer la loi de comportement monocristalline et d'autre part de proposer pour la première fois une loi de comportement basée sur des essais sur monocristaux.**

# Perspectives

---

La loi de comportement proposée a été uniquement validée sur des essais de traction monotone à température ambiante. Dans l'avenir, il serait donc intéressant de réaliser des essais mécaniques d'une part de traction monotone et d'autre part de sauts de vitesse et de relaxation à différentes températures. La même méthode devra être appliquée, il faudra néanmoins s'assurer que le grain d'intérêt traverse l'éprouvette.

Il serait également intéressant de modéliser de façon plus précise l'écart à la loi de Schmid observé expérimentalement. Une façon de procéder serait par exemple de prendre en compte l'impact des systèmes pyramidaux.

Une fois la transition d'échelle réalisée, le modèle que nous avons déterminé pourra être utilisé dans des simulations numériques sur des polycristaux. Ces simulations pourront ensuite être comparées à des résultats expérimentaux obtenus sur des polycristaux de zirconium ayant la même composition chimique et le même nombre de dislocations initiales.

A l'échelle des dislocations, les éprouvettes déjà tractionnées doivent être observées en Microscopie Electronique à Transmission (MET). La microstructure déformée nous donnera des informations sur la loi de mobilité à l'échelle des dislocations. Ensuite, il pourrait également être pertinent de développer des essais in-situ en MET pour voir évoluer la microstructure et confronter ces résultats avec des simulations de dynamique des dislocations.

Le développement du code de dynamique des dislocations Numodis doit se poursuivre. En effet, le développement de l'algorithme permettant la séparation des nœuds est terminé. Il est donc possible d'étudier des interactions entre dislocations de systèmes prismatiques et même faire intervenir d'autre système. A la suite de ces travaux, une loi de comportement originale pour le zirconium pourra être proposée.

Dans les simulations numériques par la méthode des éléments finis, nous avons choisi de ne modéliser que la face supérieure de notre éprouvette. Les résultats de ces simulations montrent qu'à la vue de la structure de nos éprouvettes, cette hypothèse est peut-être un peu forte. Il pourrait donc être intéressant de prendre en compte la face arrière de notre éprouvette. Une autre solution serait d'utiliser des polyèdres de Voronoï pour réaliser notre maillage.



## Annexe - A **Assemblage des cartographies de déformation plastique**

Cette annexe détaille comment est calculé le champ de déformation plastique complet d'une éprouvette à partir de plusieurs clichés pris les uns en dessous des autres.

La première étape consiste à définir un domaine de corrélation particulier pour chaque cliché. Pour simplifier l'explication, un exemple est présenté ci-dessous (figure 164).

Nous considérons l'éprouvette A1 dans laquelle deux clichés successifs sont présentés (figure 162 et figure 163). Le cliché supérieur est appelé *image non déformée n°1 (I1)*, le cliché inférieur *image non déformée n°2 (I2)*. Pour chaque cliché, nous définissons un nombre identique de colonne  $M$ . L'image  $I1$  possède  $N1$  lignes tandis que l'image  $I2$  en possède  $N2$ . Le nombre de lignes peut être différent selon les clichés. Cependant, le nombre de colonne du domaine de corrélation doit être identique.

De plus, pour superposer au mieux les clichés, nous choisissons de commencer le domaine de corrélation de l'image  $I2$  deux lignes avant la dernière ligne du domaine de corrélation de l'image  $I1$ .

Maintenant, nous réalisons la corrélation d'images avec le logiciel Correlmanuv et nous chargeons les fichiers résultats dans Matlab. A l'aide d'un traitement des données, nous repositionnons les origines de façon à obtenir une cartographie de déformation complète et continue. De plus, la dernière ligne de l' $I1$  et la première ligne de l'image  $I2$  ne sont pas prises en compte dans l'assemblage.

Par ce procédé, nous sommes capables de traiter la déformation d'une éprouvette, même si celle-ci nécessite plusieurs clichés afin d'être entièrement définie.

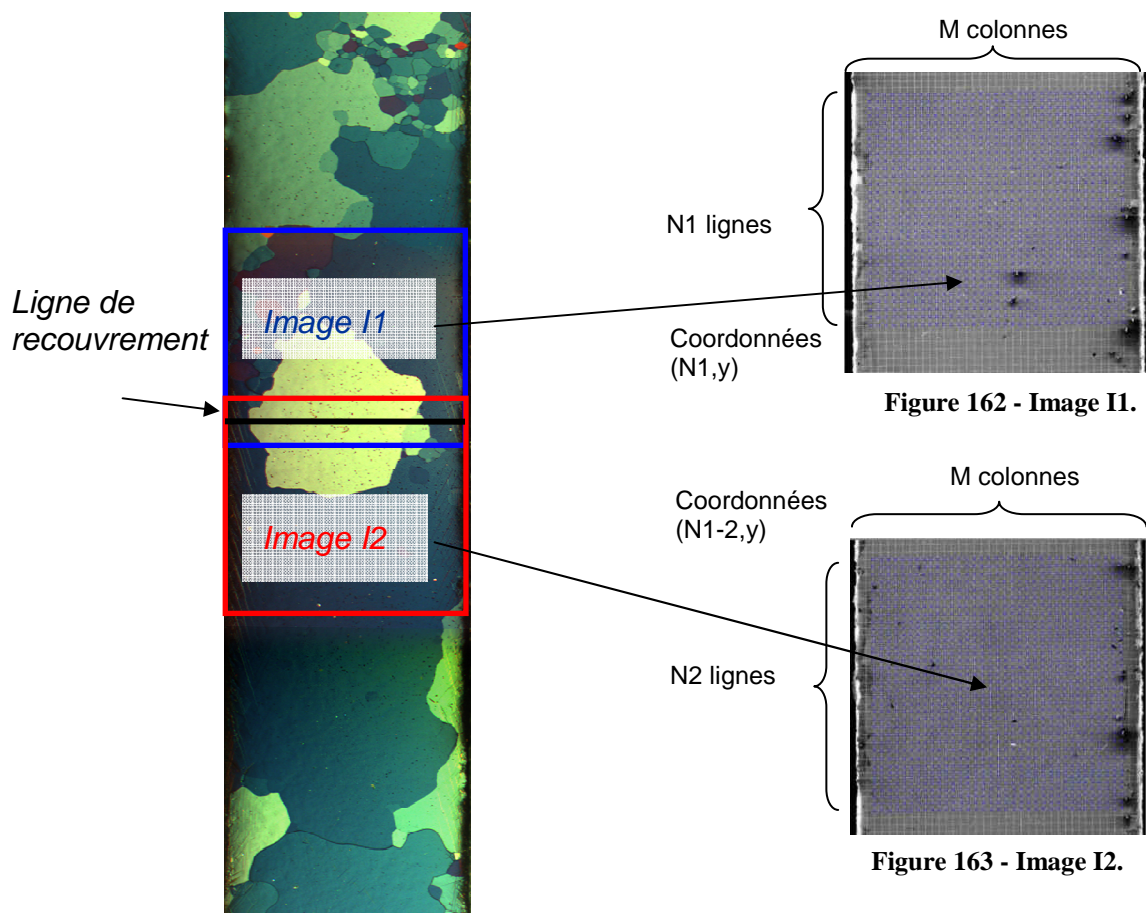
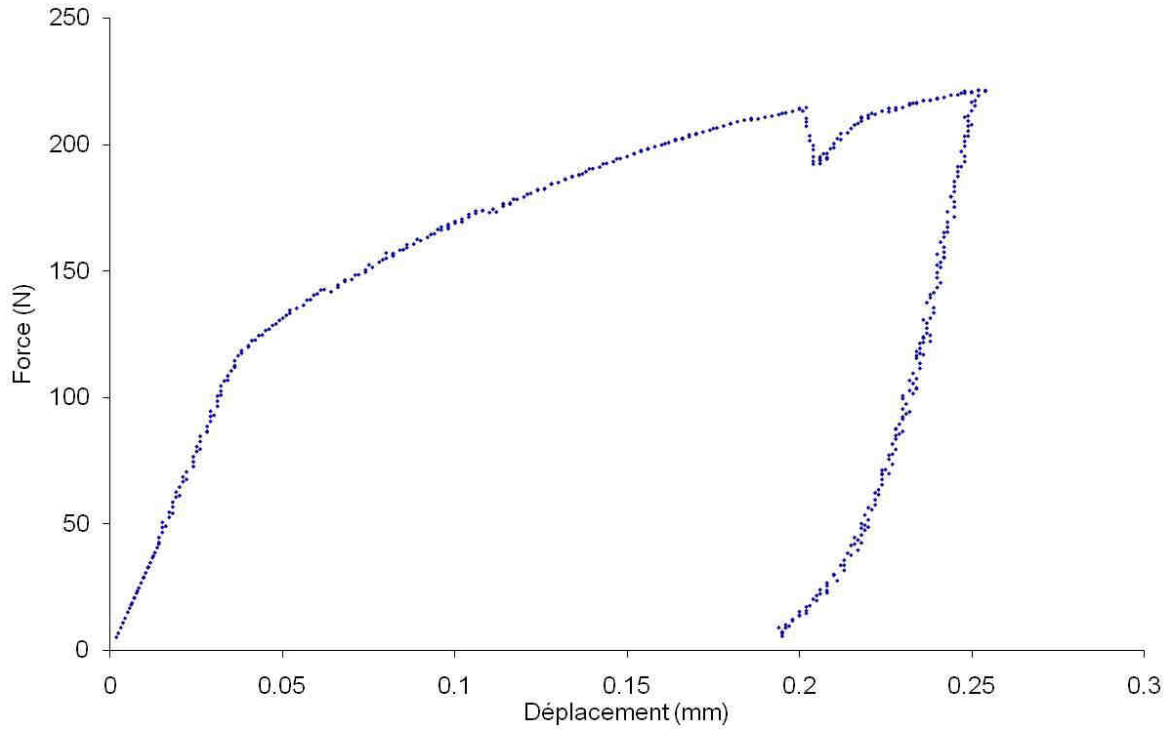


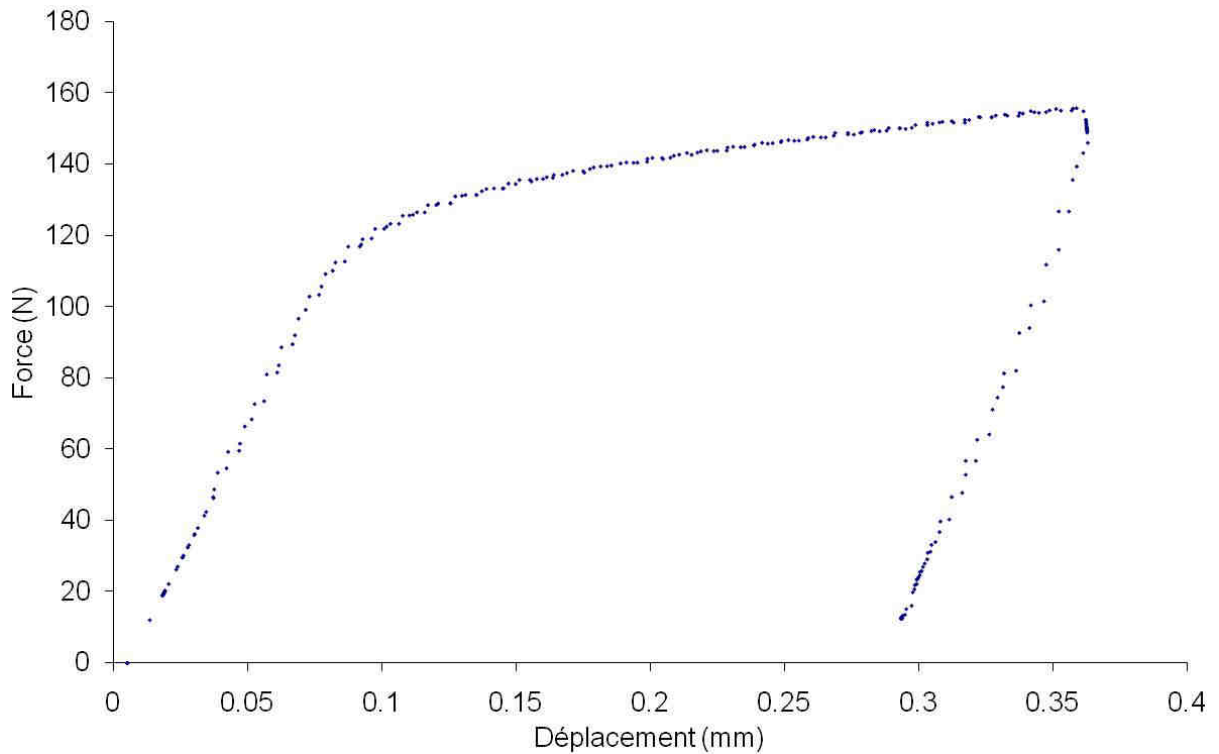
Figure 164 - Schéma de l'assemblage des images sous Matlab.

## Annexe - B *Courbes force-déplacement*

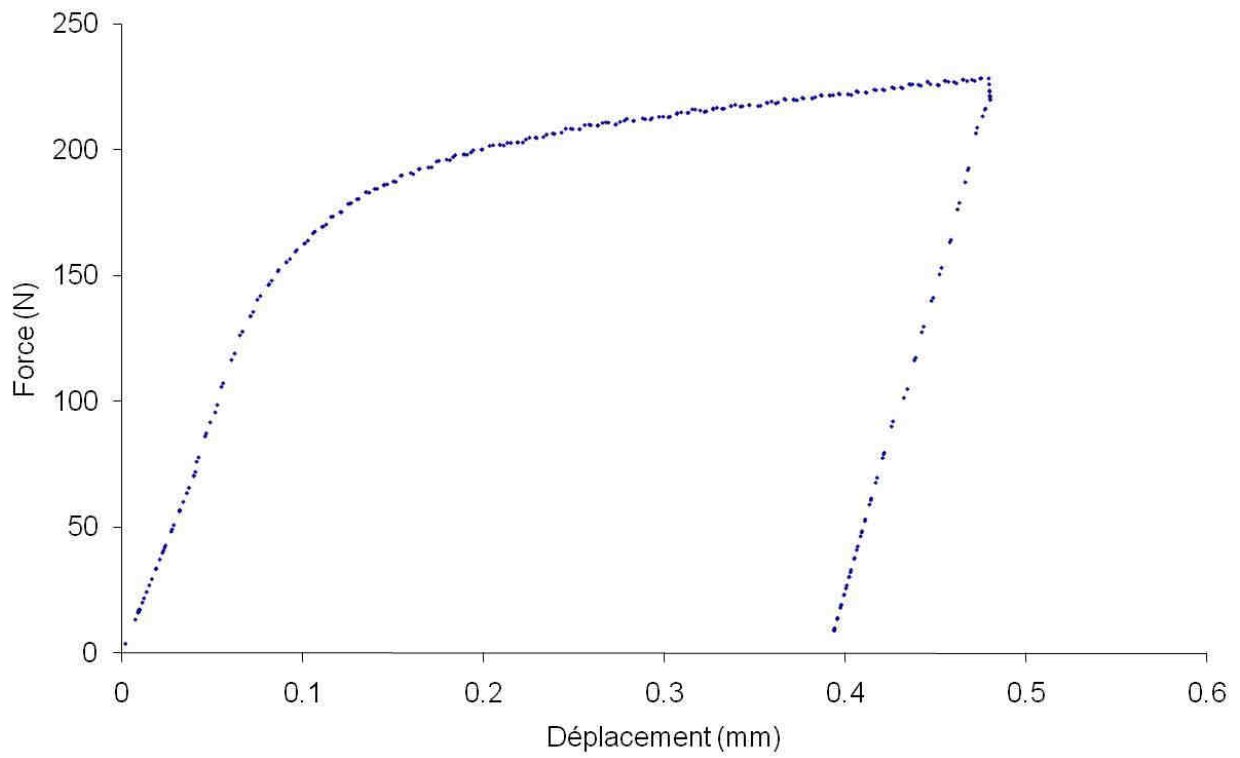
Cette annexe présente les courbes force-déplacement des différentes éprouvettes recouvertes d'un mouchetis.



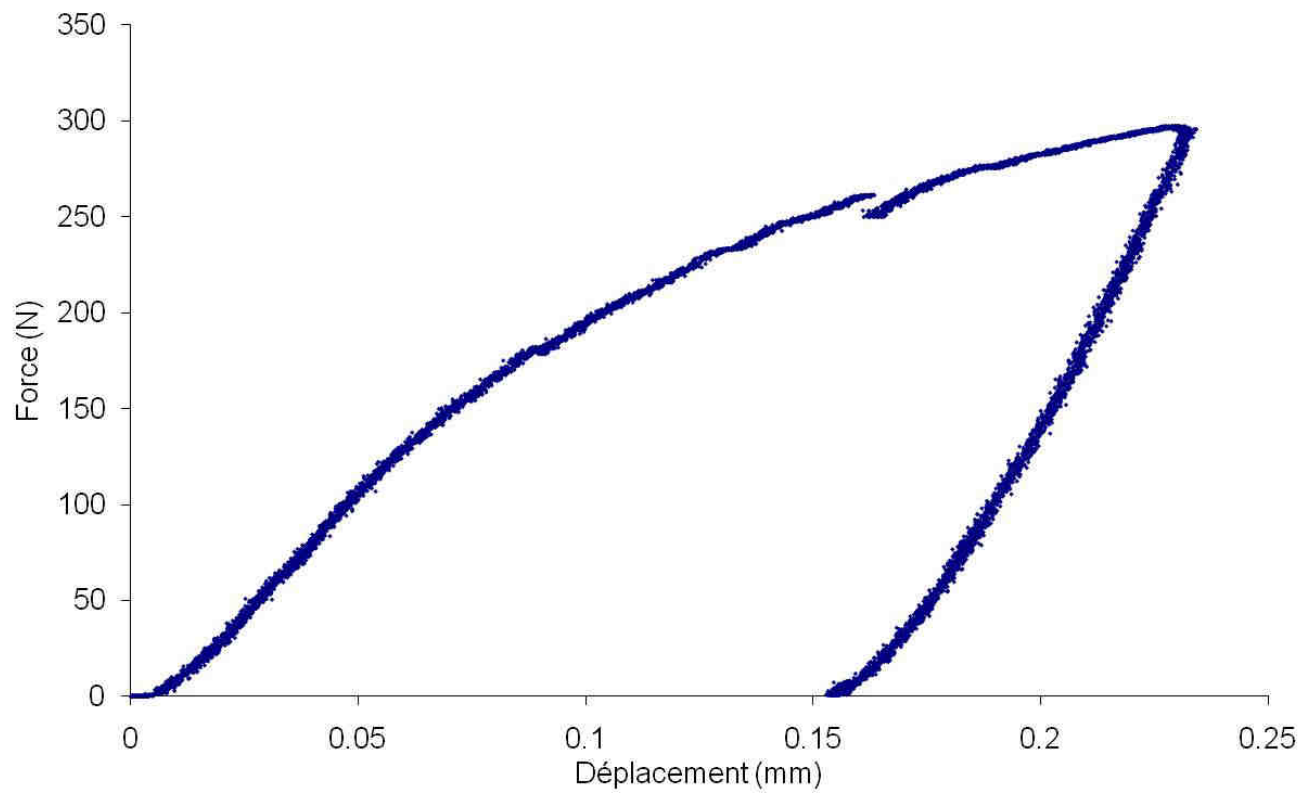
**Figure 165 - Courbe force-déplacement de l'éprouvette A3.**



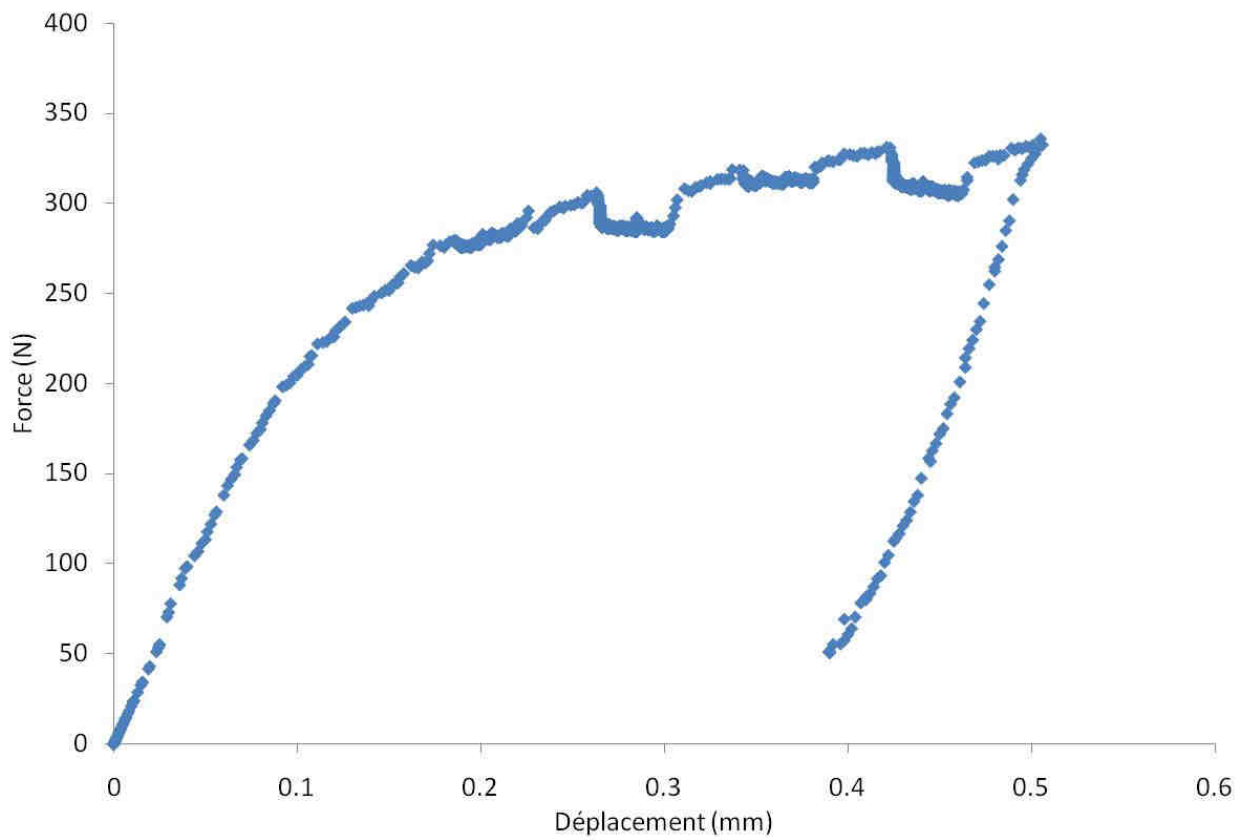
**Figure 166 - Courbe force-déplacement de l'éprouvette B1.**



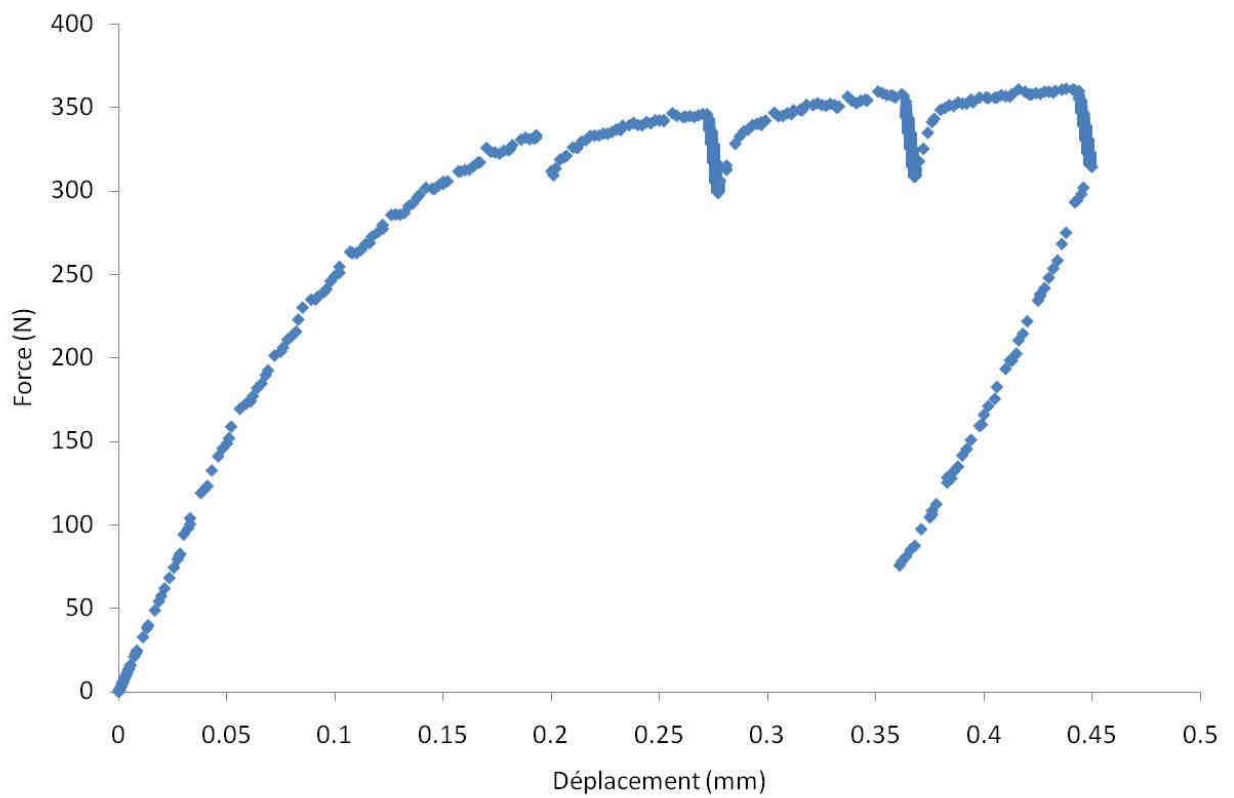
**Figure 167 - Courbe force-déplacement de l'éprouvette B2.**



**Figure 168 - Courbe force-déplacement de l'éprouvette D3.**



**Figure 169 - Courbe force-déplacement de l'éprouvette C1.**



**Figure 170 - Courbe force-déplacement de l'éprouvette C3.**

# Bibliographie

---

- Akhtar, A. (1973). "Basal slip in Zirconium." Acta metallurgica **21**: 1-11.
- Akhtar, A. et A. Teghtsoonian (1971). "Plastic deformation of zirconium single crystals." Acta Metall. **19**: 655-663.
- Bacon, D. J. et J. W. Martin (1981). "The atomic structure of dislocations in h.c.p. metals." Philosophical magazine A **43**: 883-900.
- Bacroix, B., J.-L. Béchade, et al. (2006). "Elaboration et croissance de multicristaux à gros grains en Zr."
- Barbe, F., L. Decker, et al. (2001). "Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 1: F.E. model." International Journal of Plasticity **17**(4): 513.
- Béchade, J.-L. (1993). Texture et écrouissage de tôles en Zircaloy-4: - Evolution en fonction des paramètres de laminage à froid, - Influence sur le comportement élastique, la dilatation thermique et l'anisotropie plastique, Ecole Centrale de Nantes. **Thèse de doctorat.**
- Brenner, R. (2001). Influence de la microstructure sur le comportement en fluage thermique d'alliages de zirconium: analyse expérimentale et mise en œuvre de méthode d'homogénéisation, Université Paris XIII. **Thèse de doctorat.**
- Brenner, R., R. Masson, et al. (2002). "A "quasi-elastic" affine formulation for the homogenised behaviour of nonlinear viscoelastic polycrystals and composites." European Journal of Mechanics - A/Solids **21**(6): 943.
- Cai, W., A. Arsenlis, et al. (2006). "A non-singular continuum theory of dislocations." Journal of the Mechanics and Physics of Solids **54**(3): 561.
- Cai, W. et V. Bulatov (2003). "Mobility laws in dislocation dynamics simulations." Mat. Sci. Eng. A **387-39**: 277-281.
- Cai, W., V. Bulatov, et al. (2004). "Massively-Parallel Dislocation Dynamics Simulations." Solid Mechanics and its Applications **vol. 115**.
- Caillard, D. et J.-L. Martin (2003). Thermally activated mechanisms in crystal plasticity, Pergamon.
- Cailletaud, G. et P. Pilvin (1994). Identification and inverse problems related to material behaviour. Proceedings of International Seminar on Inverse Problems, Clamart.
- Chaubet, D., J.-P. Fondère, et al. (2000). "Strain-anneal growth of Zr 701 large crystals." Materials Science and Engineering A300: 245-253.
- Chaussidon, J. (2007). Etude multiéchelle de la plasticité du fer- $\alpha$  à basse température; application au clivage, Institut national polytechnique de Grenoble.
- Conrad, H. (1981). "Effects of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium." Progress in Material Science **26**: 123-403.
- Derep, J.-L., S. Ibrahim, et al. (1980). "Deformation behaviour of zircaloy-4 between 77 and 900 K." Acta Metallurgica **28**: 607.
- Devincre, B., H.-O. Kirchner, et al. (1996). "Mesoscale simulation of the dislocation dynamics." Computer simulation in Materials Science: 309.
- Dexet, M. (2006). Méthode de couplage entre expérimentations et simulations numériques en vue de l'identification de lois de comportement intracristallin. Application aux alliages de zirconium., Ecole Polytechnique. **Thèse de doctorat.**



- Diard, O., S. Leclercq, et al. (2005). "Evaluation of finite element based analysis of 3D multicrystalline aggregates plasticity: Application to crystal plasticity model identification and the study of stress and strain fields near grain boundaries." International Journal of Plasticity **21**(4): 691.
- Douglass, D.-L. (1971). "The metallurgy of zirconium." Atomic energy review.
- Doumalin, C. (2009). "Outils de simulation à l'échelle atomique pour traiter la chimie et la plasticité." EDP Sciences: 33-43.
- Farenc, S., D. Caillard, et al. (1995). "A new model for the peak of activation area of alpha zirconium." Acta Metall. **43**(10): 3669-3678.
- Feaugas, X. (1994). Microstructure et modélisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxiale d'une alliage de titane biphasé, Université de Technologie de Compiègne. **Thèse de doctorat.**
- Feaugas, X. et E. Conforto (2009). "Influence de l'hydrogène sur les mécanismes de déformation et d'endommagement des alliages de titane et de zirconium." 161-178.
- Ferrer, F. (2000). Etude des mécanismes de déformation du zirconium entre 25°C et 400°C., Ecole Polytechnique. **Thèse de doctorat.**
- Fischer, E. S. et C. J. Renken (1964). "Single-Crystal Elastic Moduli and the hcp  $\rightarrow$  bcc Transformation in Ti, Zr; and Hf." Phys. Rev. A **135**.
- Fivel, M. (1997). Etudes numériques à différentes échelles de la déformation plastique des monocristaux de structure cfc, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- Fivel, M. et S. Forest (2004). Plasticité cristalline et transition d'échelle: cas du monocristal, Techniques de l'ingénieur.
- Foreman, A.-J. (1967). "The bowing of a dislocation segment." Philosophical magazine **15**: 1011-1021.
- Foreman, A.-J. et M.-J. Makin (1966). "Dislocation movement through random arrays of obstacles." Philosophical magazine **14**: 911-924.
- Frénois, S. (2001). Modélisation polycristalline du comportement mécanique du tantale. Application à la mise en forme par hydroformage., Ecole Centrale de Paris. **Thèse de doctorat.**
- Geyer, P. (1999). Comportement élasto-viscoplastique de tubes en zircaloy-4: Approche expérimentale et modélisation micromécanique, Ecole nationale supérieure de mines de Paris. **Thèse de doctorat.**
- Ghoniem, N.-M. et R.-J. Amodeo (1988). "A review of experimental observations and theoretical models of dislocation cells and subgrains." Res Mech. **23**: 137-160.
- Graff, S. (2006). Viscoplastic behavior of zirconium alloys in the temperature range 20°C-400°C: characterization and modeling of strain aging phenomena, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. **Thèse de doctorat.**
- Guyot, P. et J. E. C. J. P. Dorn, 1967. 45: p. 983-1016 (1967). "A Critical Review of the Peierls Mechanism." Canadian Journal of Physics **45**: 983-1016.
- Haquin, A. et F. Onimus (2008). Etude des mécanismes de plasticité du zirconium à grains millimétriques sollicité en traction, CEA.
- Hirth, J.-P. et J. Lothe (1968). Theory of Dislocations, Mc Graw Hill.
- Jaoul, B. et J. Friedel (1965). Etude de la plasticité et application aux métaux, Dunod.
- Karaman, I., H. Sehitoglu, et al. (2000). "Deformation of single crystal hadfield steel by twinning and slip." Acta Materialia **48**: 1345-1359.

- Keh, A.-S. et S. Weismann (1963). "Electron Microscopy and Strength of Crystals." Interscience: 231.
- Lebensohn, R. A., Y. Liu, et al. (2004). "On the accuracy of the self-consistent approximation for polycrystals: comparison with full-field numerical simulations." Acta Materialia **52**(18): 5347.
- Legrand, B. (1985). "Relations entre la structure électronique et la facilité de glissement dans les métaux hexagonaux compacts." Philosophical magazine A **52**: 83-97.
- Lépinoux, J. et L.-P. Kubin (1987). "Dynamic organization of dislocations structures: a simulation." Scripta MET. **21**: 833-838.
- Lescoat, M.-L. et F. Onimus (2008). Etude du comportement de monocristaux de zirconium: premiers essais de traction sur éprouvettes à grains millimétriques, CEA.
- Lescoat, M.-L. et F. Onimus (2010). Finite element modelling of a tensile test on a large grain Zr Van Arkel specimen, CEA.
- Libert, M. (2007). Etudes expérimentale et numérique de l'effet des mécanismes de plasticité sur la rupture fragile par clivage dans les aciers faiblement alliés, Ecole Centrale de Paris. **Thèse de doctorat.**
- Louchet, F. (1976). Plasticité des métaux de structure cubique centrée à basse température: déformation in-situ par microscopie électronique à haute tension. Toulouse, Université Paul Sabatier.
- Mills, D. et G.-B. Craig (1968). "The plastic deformation of zirconium-oxygen alloy single crystals in the range 77 to 950 K." Trans. of the Metal. Soc. of AIME **242**: 1881.
- Mishra, S. et M.-K. Asundi (1972). "Internal friction studies in dilute zirconium alloys." Canadian Metallurgical Quarterly **11**: 69-77.
- Monnet, G., B. Devincere, et al. (2004). "Dislocation study of prismatic slip systems and their interactions in hexagonal close packed metals: application to zirconium." Acta Materialia **52**: 4317-4328.
- Naka, S. (1983). Etude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de titane  $\alpha$ , Université d'Orsay. **Thèse de doctorat.**
- Onimus, F. (2004). Approche expérimentale et modélisation micromécanique du comportement des alliages de zirconium irradiés, Ecole Centrale de Paris. **Thèse de doctorat.**
- Pilvin, P. (1994). The contribution of micromechanical approaches to the modelling of the inelastic behaviour of polycrystals. Proc. Int. Conf. on Biaxial/Multiaxial Fatigue, Saint-Germain en Layes.
- Prioul, C. (1995). Le vieillissement dynamique dans les alliages de zirconium. Journées d'Etudes sur le Zirconium, INSTN Saclay.
- Priser, M. (2011). Analyses multi-échelles du comportement en fluage d'alliages de zirconium, Université de La Rochelle.
- Rauch, E. (1993). Etude de l'érouissage des métaux, aspects microstructuraux et lois de comportement, Institut National Polytechnique de Grenoble. **Thèse de HDR.**
- Rauch, E. F. (1994). "The relation between forest dislocations and stress in bcc metals." Key Engineering Materials **97-98**: 371-376.
- Robinet, P. (1995). Etude expérimentale et modélisation du comportement viscoplastique anisotrope du Zircaloy-4 dans deux états métallurgiques, Université de Franche-Comté. **Thèse de doctorat.**

- Sastry, D.-H., M.-J. Luton, et al. (1976). "Thermally activated flow of H.C.P. metals at low temperatures." Phys/ stat. sol. (a) **33**: 173.
- Sastry, D.-H., Y.-V.-R.-K. Prasad, et al. (1971). "An evaluation of rate-controlling obstacles for low-temperature deformation of zirconium." Journal of Materials science **6**: 332-341.
- Shigesato, G. (2007). Development of dislocation structures in steels: relation with the mechanical properties, INP de Grenoble.
- Soo, P. et G. T. Higgins (1968). "The deformation of zirconium-oxygen single crystals." Acta Metallurgica **16**: 177-186.
- Tabourot, L. (1992). Loi de comportement élastoviscoplastique du monocristal en grandes déformations, Institut National Polytechnique de Grenoble. **Thèse de doctorat**.
- Tenchkoff, E. (1988). Deformation mechanisms, texture and anisotropy in zirconium and zircaloy.
- Tomé, C. N., P.-J. Maudlin, et al. (2001). "Mechanical response of zirconium. Derivation of a polycrystal constitutive law and finite element analysis." Acta Materialia **49**: 3085-3096.
- Weygand, D., L. H. Friedman, et al. (2001). "Discrete dislocation modeling in three-dimensional confined volumes." Materials Science and Engineering A **309-310**: 420.
- Xu, F., R. A. Holt, et al. (2007). "Evidence for basal slip in Zircaloy-2 at room temperature from polycrystalline modelling." Journal of Nuclear Materials **373**(1-3): 217-225.



## Etude expérimentale et simulation numérique des mécanismes de plasticité dans les alliages de zirconium

### Résumé :

Ce travail part du constat qu'il n'existe que très peu de données expérimentales dans la littérature concernant les monocristaux de zirconium et que, de plus, aucune loi de comportement monocristalline n'a été déterminée pour ce matériau. L'objectif de l'étude est donc de constituer une base de données expérimentale conséquente sur ce matériau comme les cissons critiques pour le système prismatique, l'écroutissage, l'activation des systèmes de glissement et les volumes d'activation. Ces différents paramètres ont été obtenus en réalisant des essais mécaniques sur des multi-cristaux et en utilisant la méthode de corrélation d'images. Ensuite, une approche multi-échelle a été mise en œuvre en s'appuyant d'une part sur la dynamique des dislocations et d'autre part sur des calculs par éléments finis. Une première loi de comportement monocristalline pour le zirconium est ainsi proposée, loi qui est validée par les simulations par éléments finis.

Mots clés : zirconium – mécanismes de déformation – plasticité cristalline - cissons critiques – dynamique des dislocations – loi de comportement

## Experimental study and numerical simulation of the plastic deformation of zirconium single crystals

### Summary:

There is only few experimental data in the literature on the zirconium single crystals and no constitutive laws for this single crystal material are provided. The goal of this work is then to create an exhaustive experimental database like the Critical Resolved Shear Stress (CRSS) for the prismatic slip, the strain-hardening, the activation of the prismatic glide system and the activation volumes. We determine these parameters from image correlation method. Then, we develop a new multiscale approach using dislocations dynamics concept and finite element computations. Finally, a first single crystal constitutive law for the zirconium is proposed and a good agreement with the experimental data is obtained.

Keywords: zirconium – mechanisms of deformation – crystalline plasticity - CRSS – dislocation dynamic – constitutive law



énergie atomique - énergies alternatives

LEMMA (Laboratoire d'Etudes des Matériaux en Milieux Agressifs)

Bâtiment Marie Curie

Avenue Michel Crépeau

17042 LA ROCHELLE CEDEX 1

