



**HAL**  
open science

# Traitements thermomécaniques des colonies de lamelles parallèles du Zircaloy-4 trempé- $\beta$ .

Yamen Ben Ammar

► **To cite this version:**

Yamen Ben Ammar. Traitements thermomécaniques des colonies de lamelles parallèles du Zircaloy-4 trempé- $\beta$ . Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2012. Français. NNT : 2012EMSE0676 . tel-00849217

**HAL Id: tel-00849217**

**<https://theses.hal.science/tel-00849217>**

Submitted on 30 Jul 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.

NNT : 2012 EMSE 0676

## THÈSE

présentée par

Yamen Ben Ammar

pour obtenir le grade de  
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne  
Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

# TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES DES COLONIES DE LAMELLES PARALLÈLES DU ZIRCALOY-4 TREMPÉ- $\beta$

soutenue à Saint Etienne le 14 décembre 2012

### Membres du jury

<b>Président :</b>	Jérôme Crépin	Maître de recherche, Mines Paristech, Evry
<b>Rapporteurs :</b>	László Tóth	Professeur, Université de Metz
	Roland Logé	Chargé de recherche, Mines Paristech, Sophia Antipolis
<b>Examineurs :</b>	András Borbély	Maître de recherche, ENSM, Saint-Etienne
	Pierre Barberis	Ingénieur de recherche, Centre de recherche CEZUS
	Frank Montheillet	Directeur de recherche CNRS, ENSM, Saint-Etienne
<b>Directeur de thèse :</b>	Michel Darrieulat	Ingénieur général des mines, ENSM, Saint-Etienne
<b>Co-directeur</b>	Asdin Aoufi	Ingénieur de recherche CNRS, ENSM, Saint-Etienne

**Spécialités doctorales :**  
 SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX  
 MECANIQUE ET INGENIERIE  
 GENIE DES PROCEDES  
 SCIENCES DE LA TERRE  
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT  
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES  
 INFORMATIQUE  
 IMAGE, VISION, SIGNAL  
 GENIE INDUSTRIEL  
 MICROELECTRONIQUE

**Responsables :**  
 K. Wolski Directeur de recherche  
 S. Drapier, professeur  
 F. Gruy, Maître de recherche  
 B. Guy, Directeur de recherche  
 D. Graillet, Directeur de recherche  
 O. Roustant, Maître-assistant  
 O. Boissier, Professeur  
 JC. Pinoli, Professeur  
 A. Dolgui, Professeur

**EMSE : Enseignant-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaire d'un doctorat d'Etat ou d'une HDR)**

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	G2I
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	PR 2	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSÉ	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR 0	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
FORTUNIER	Roland	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLET	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
LONDICHE	Henry	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

**ENISE : Enseignant-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaire d'un doctorat d'Etat ou d'une HDR)**

FORTUNIER	Roland	PR	Sciences et Génie des matériaux	ENISE
BERGHEAU	Jean-Michel	PU	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
DUBUJET	Philippe	PU	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
LYONNET	Patrick	PU	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
SMUROV	Igor	PU	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
ZAHOUANI	Hassan	PU	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
BERTRAND	Philippe	MCF	Génie des procédés	ENISE
HAMDI	Hedi	MCF	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
KERMOUCH	Guillaume	MCF	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
RECH	Joël	MCF	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
TOSCANO	Rosario	MCF	Mécaniques et Ingénierie	ENISE
GUSSAROV	Andrey	Enseignant contractuel	Génie des procédés	ENISE

PR 0	Professeur classe exceptionnelle	Ing.	Ingénieur
PR 1	Professeur 1 <sup>ère</sup> classe	MCF	Maître de conférences
PR 2	Professeur 2 <sup>ème</sup> classe	MR (DR2)	Maître de recherche
PU	Professeur des Universités	CR	Chargé de recherche
MA (MDC)	Maître assistant	EC	Enseignant chercheur
DR	Directeur de recherche	IGM	Ingénieur général des mines

SMS	Sciences des matériaux et des structures
SPIN	Sciences des processus Industriels et Naturels
FAYOL	Institut Henri Fayol
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé





# REMERCIEMENTS

A la fin de ces trois années de travaux, il me reste le plus agréable à faire remercier les personnes qui ont contribué à m'indiquer les questions essentielles, les directions à prendre, éventuellement les destinations à atteindre, mais aussi celles que j'ai eu le plaisir de côtoyer quotidiennement.

Je souhaite tout d'abord exprimer ma reconnaissance à Michel Darrieulat mon directeur de thèse et à Asdin Aoufi mon co-directeur de thèse, qui ont bien voulu m'accorder leur confiance pour effectuer ces travaux. Ils se sont montrés, chacun à sa manière, soucieux du bon déroulement de ceux-ci et ont toujours été disponibles pour en discuter. Sans leurs encouragements, ces travaux auraient été sans doute moins aboutis.

Je tiens également à remercier Roland Logé, de CEMEF Mines ParisTech, et László Tóth, professeur à l'université de Metz, qui ont accepté d'être les rapporteurs de cette thèse, ainsi que les autres membres du jury, Pierre Barberis, ingénieur de recherche au centre CEZUS, Frank Montheillet, directeur de recherche à l'EMSE, András Borbély, maître de recherche à l'EMSE et Jérôme Crépin, maître de recherche à Mines Paristech qui a bien voulu assurer la présidence du jury, ce dont je le remercie vivement.

Parmi toutes les personnes avec lesquelles j'ai eu l'occasion de discuter de manière informelle au cours de ces années, je tiens à adresser des remerciements particuliers à Frank Montheillet et András Borbély.

Une grande partie de ces travaux repose sur des tests mécaniques. A cette fin, je tiens à remercier Séverine Girard-Insardi pour son aide lors des essais de compression multiaxiale. Et je ne manque pas d'associer à ces remerciements Claire Lettori, non seulement pour son aide précieuse lors des essais Jominy, mais aussi pour sa gentillesse et sa prévenance.

J'adresse aussi mes remerciements à Sergio Sao-Joao pour m'avoir fait découvrir, avec patience, les subtilités de l'utilisation des MEB et de l'EBSA et à Marilyne Mondon pour ses précieux conseils.

Bien entendu, je ne saurais oublier de remercier Gilles Blanc, chef du laboratoire de métallographie, dont le savoir-faire m'a tiré d'embarras à plus d'une reprise. J'ai beaucoup appris de ses conseils.

Par ailleurs, je ne manque pas de témoigner ma gratitude :

A mes parents,

sans qui je ne serai pas là aujourd'hui. Tout ce que j'ai accompli dans ma vie, c'est grâce à Allah et à vous, à votre soutien, votre amour et vos sacrifices. Merci infiniment...

A toute ma famille

A ma sœur Imen et mes frères pour leur présence et leur soutien. Ainsi que pour les petits anges un gros bisou...

A toute ma belle famille

Je réserve un remerciement tout spécial à toute ma belle famille, qui m'a soutenu le long des derniers moments. Et à Nawarti qui m'a apporté encore bien plus..., je lui témoigne ici ma profonde gratitude.

Ces années stéphanoises resteront une période heureuse sur le plan personnel, notamment grâce au groupe d'amis avec qui j'ai partagé de très bons moments à mon arrivée : Anouar, Walid, Quentin, Nabil, Adeline, ... auxquels se sont joints au fur et à mesure des années, Ahmet, Nedjouda, My-thu, Mélanie, Jean-Baptiste, Grégoire ... et tous les autres.

Merci enfin à tous ceux que j'ai peut-être oublié en espérant qu'ils ne m'en tiendront pas rigueur.

# Table des Matières

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Étude bibliographique .....</b>	<b>4</b>
<b>I.1 Microstructure du Zircaloy-4 trempé-<math>\beta</math> .....</b>	<b>4</b>
I.1.1 Composition et rôle des éléments d'alliage .....	4
I.1.2 Genèse de la microstructure lamellaire .....	6
I.1.2.a La phase hexagonale compacte $\alpha$ .....	6
I.1.2.b Cristallographie de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ .....	8
I.1.3 Caractérisation morphologique de la microstructure .....	10
I.1.4 Propriétés élastiques du Zircaloy-4 .....	13
<b>I.2 Modes de déformation .....</b>	<b>14</b>
I.2.1 Mécanismes cristallographiques .....	14
I.2.1.a Modes de glissement observés dans les matériaux hexagonaux .....	14
I.2.1.b Glissement prismatique .....	16
I.2.1.c Glissement basal .....	17
I.2.1.d Glissement pyramidal .....	18
I.2.2 Système de maillage .....	20
I.2.2.a Définition du maillage .....	20
I.2.2.b Les systèmes de maillage du zirconium .....	21
I.2.3 Bandes de pliage .....	22
<b>I.3 Globulisation de la microstructure du Zircaloy-4 trempé-<math>\beta</math> .....</b>	<b>23</b>
I.3.1 Définition .....	23
I.3.2 Hétérogénéités de déformation des colonies de lamelles parallèles .....	23
I.3.2.a Le plissement microscopique .....	23
I.3.2.b Les bandes de cisaillement .....	26
I.3.2.c Cisaillement inter-lamellaire .....	27
I.3.3 Recristallisation dynamique .....	28
I.3.3.a Restauration dynamique .....	28
I.3.3.b Recristallisation dynamique discontinue (DDRX) .....	28
I.3.3.c Recristallisation dynamique continue (CDRX) .....	29

I.3.3.d Recristallisation dynamique géométrique (GDRX).....	29
I.3.3.e Recristallisation du Zircaloy-4.....	29
I.3.4 Recristallisation métadynamique .....	30
<b>I.4 Textures de déformation et de recristallisation du Zircaloy-4 .....</b>	<b>31</b>
I.4.1 Textures de déformation .....	31
I.4.2 Textures de recristallisation statique.....	33
I.4.3 Textures de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ .....	34
<b>I.5 Techniques d'affinement de grains .....</b>	<b>35</b>
I.5.1 Introduction.....	35
I.5.2 Techniques d'hypercorroyage (Severe Plastic Deformation) .....	35
I.5.2.a Extrusion coudée à Aires Egales (ECAE).....	35
I.5.2.b High pressure torsion (HPT).....	36
I.5.2.c Accumulative Roll-Bonding (ARB) .....	37
I.5.2.d Compression multiaxiale .....	39
<b>I.6 Modélisation micromécanique du comportement du monocristal.....</b>	<b>40</b>
I.6.1 Historique.....	40
I.6.2 Cinématique du monocristal .....	40
I.6.3 Loi de comportement .....	42
I.6.4 Prise en compte de l'évolution de l'orientation cristalline .....	44
I.6.5 Prise en compte de l'écrouissage .....	45
I.6.6 Méthodologie de la modélisation.....	47
 <b>Chapitre II : Techniques expérimentales.....</b>	 <b>49</b>
 <b>II.1 Matériau d'étude.....</b>	 <b>49</b>
II.1.1 Introduction .....	49
II.1.2 État métallurgique N°1 (utilisé pour l'essai Jominy) .....	49
II.1.2.a Histoire thermomécanique .....	49
II.1.2.b Microstructure .....	50
II.1.2.c Texture .....	51
II.1.3 État métallurgique N°2 (utilisé pour les essais de compression multiaxiale).....	53
II.1.3.a Histoire thermomécanique .....	53
II.1.3.b Microstructure .....	53

<b>II.2 Techniques de préparation métallographique.....</b>	<b>57</b>
II.2.1 Polissage mécanique.....	57
II.2.2 Attaque chimique.....	58
II.2.3 Polissage électrolytique .....	58
<b>II.3 Techniques de caractérisation.....</b>	<b>59</b>
II.3.1 Microscopie optique .....	59
II.3.2 Microscopie électronique à balayage .....	60
II.3.2.a Principe .....	60
II.3.2.b Traitement des données et convention.....	62
II.3.3 Diffraction des rayons X.....	63
II.3.3.a Principe .....	63
II.3.3.b Méthode d'analyse quantitative des textures (ODF) .....	65
II.3.3.c Procédure de calcul de fractions volumiques des fibres et des facteurs de Kearns à partir des ODF.....	66
II.3.3.d Protocole expérimental d'analyse de texture.....	67
<b>II.4 Essai mécanique : compression multiaxiale.....</b>	<b>68</b>
II.4.1 Contexte de l'étude .....	68
II.4.2 Déroulement de l'essai .....	68
II.4.3 Dépouillement des résultats .....	70
<b>II.5 Quantification de la microstructure .....</b>	<b>71</b>
II.5.1 Microstructure à l'état trempé .....	71
II.5.1.a Objectif .....	71
II.5.1.b Épaisseur des lamelles .....	72
II.5.1.c Taille des anciens grains bêta, des colonies de lamelles parallèles et des précipités .....	72
II.5.1.d Estimation de l'incertitude.....	72
II.5.2 Microstructure à l'état déformé .....	73
II.5.2.a Taille des grains .....	73
II.5.2.b Distributions des tailles de grains .....	74
II.5.2.c Longueur surfacique des joints et des sous-joints .....	75
II.5.2.d Distribution des angles de désorientation .....	75
II.5.2.e Fraction recristallisée .....	76

<b>Chapitre III : Influence de divers traitements thermiques sur la microstructure du Zircaloy-4 trempé-<math>\beta</math></b> .....	<b>77</b>
<b>III.1 Influence de la taille de l'ancien grain bêta sur la microstructure résultante de trempe</b> .....	<b>77</b>
III.1.1 Procédure expérimentale .....	77
III.1.2 Résultats .....	78
III.1.2.a Taille des anciens grains bêta .....	78
III.1.2.b Evolution de la microstructure .....	82
<b>III.2 Influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de trempe du Zircaloy-4</b> .....	<b>84</b>
III.2.1 Introduction .....	84
III.2.2 Présentation de l'essai Jominy .....	85
III.2.3 Protocole expérimental.....	85
III.2.4 Résultats : Jominy 1 .....	87
III.2.4.a Analyse thermique.....	87
III.2.4.b Caractérisation de la microstructure.....	95
III.2.4.c Caractérisation de la texture .....	104
III.2.4.d Considération sur les variants .....	109
III.2.5 Résultats : Jominy 2 .....	113
<b>III.3 Conclusion</b> .....	<b>115</b>
<b>Chapitre IV : Caractérisation rhéologique et micro- structurale du Zircaloy-4 au cours de la compression multiaxiale</b> .....	<b>117</b>
<b>IV.1 Considérations sur la microstructure initiale</b> .....	<b>117</b>
<b>IV.2 Protocole expérimental</b> .....	<b>117</b>
<b>IV.3 Rhéologie</b> .....	<b>120</b>
IV.3.1 Effet de la température et de la vitesse de déformation .....	120
IV.3.2 Effet du changement de la direction de compression et du nombre de cycles sur la contrainte d'écoulement .....	122
IV.3.2.a Effet de changement de la direction de compression.....	122
IV.3.2.b Effet du nombre de cycles.....	127

<b>IV.4 Évolution microstructurale .....</b>	<b>129</b>
IV.4.1 Effet de la température .....	129
IV.4.2 Effet du pas de déformation .....	137
IV.4.3 Effet de la vitesse de déformation .....	140
IV.4.4 Mécanisme de recristallisation du Zircaloy-4 à grande vitesse de déformation .	146
IV.4.5 Effet du maintien en température .....	148
IV.4.5.a Évolution microstructurale durant la phase de réchauffage et de maintien après une passe de déformation.....	149
IV.4.5.b Effet d'un recuit après un cycle de compression multiaxiale .....	155
<b>IV.5 Conclusion .....</b>	<b>157</b>
<b>Chapitre V : Modélisation micromécanique de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles sous l'effet d'une compression uniaxiale .....</b>	<b>160</b>
<b>V.1 Adaptations effectuées sur la subroutine Umat.....</b>	<b>160</b>
V.1.1 Structure cristalline et prise en compte des systèmes de glissement du Zircaloy-4 .....	160
V.1.2 Propriétés élastiques d'un monocristal du zirconium.....	164
V.1.3 Caractérisation de l'orientation cristalline .....	164
V.1.4 Fonctionnement de l'Umat .....	165
<b>V.2 Modélisation de la déformation d'un monocristal du zirconium.....</b>	<b>171</b>
V.2.1 Objectifs .....	171
V.2.2 Modélisation d'un essai de compression uniaxiale .....	171
V.2.2.a Maillage et conditions aux limites.....	171
V.2.2.b Résultats : essai de compression à $T = 750^{\circ}\text{C}$ .....	173
V.2.3 Modélisation d'un cycle de compression multiaxiale .....	179
V.2.3.a Introduction .....	179
V.2.3.b Démarche.....	180
V.2.3.c Résultats.....	181
<b>V.3 Modélisation de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles.....</b>	<b>185</b>
V.3.1 Introduction .....	185
V.3.2 Hypothèses de l'étude .....	187
V.3.3 Conditions aux limites et maillage .....	190

V.3.3.a Compression parallèle au plan des plaques .....	191
V.3.3.b Compression perpendiculaire au plan des plaques .....	193
V.3.4 Résultats .....	194
V.3.4.a Compression parallèles au plan des plaques.....	194
V.3.4.b Compression perpendiculaire au plan des plaques .....	202
<b>V.4 Conclusions .....</b>	<b>205</b>
<b>Conclusions générales .....</b>	<b>207</b>
Annexe : Caractérisation de l'orientation cristallographique.....	213
Bibliographie .....	216



## Table des figures

Figure I-1 : Influence des éléments d'addition sur les domaines de phase du Zircaloy-4 .....	6
Figure I-2 : Domaine de phase du Zircaloy-4 .....	6
Figure I-3 : Convention de notations cristallographiques de la structure hexagonale [PVBC97] .....	7
Figure I-4 : Constitution de la maille prismatique à partir de cinq mailles du réseau cubique..	8
Figure I-5 : Formation de la maille hexagonale en 2 étapes distinctes: (a) cisaillement sur un plan de type $\{112\}$ ; (b) contraction/dilatation et déplacement d'atomes.....	9
Figure I-6 : Structure de Widmanstätten .....	12
Figure I-7 : Schéma simplifié de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$ avec germination sur les joints de grains $\beta$ . (a) avant transformation. (b) transformation $\beta \rightarrow \alpha$ . (c) microstructure après transformation. (d) Localisation des précipités le long des joints inter-plaquettes [CBC95] ..	13
Figure I-8 : Variation des constantes élastiques du zirconium monocristallin en fonction de la température [FR64] .....	14
Figure I-9 : Différents modes de glissement observés dans les matériaux hexagonaux .....	16
Figure I-10 : Évolution de la cission résolue critique du système prismatique en fonction de la température pour le zirconium pur [Akh75] .....	17
Figure I-11 : Influence de la teneur en oxygène sur la contrainte d'écoulement ( $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ ) [MC68] .....	17
Figure I-12 : Évolution des cissions résolues critiques des systèmes prismatique et basal du zirconium pur en fonction de la température [Akh73a] .....	18
Figure I-13 : Évolution des cissions résolues critiques des systèmes prismatique, basal et pyramidal $\langle c+a \rangle$ de première espèce du zirconium pur en fonction de la température [Akh73b] .....	20
Figure I-14 : Principe du maillage .....	21
Figure I-15 : a) photographie de bandes de pliage apparues sur un monocristal de zinc initialement cylindrique ; b) structure de la bande de pliage (les lignes parallèles sont des plans de glissement, les pointillés délimitent la région pliée par le glissement, les traits mixtes $k$ et $k'$ sont les plans de pliages) [Oro42].....	23
Figure I-16 : Plissement microscopique d'une colonie. Échantillon déformé à $750^{\circ}\text{C}$ , $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ , $\overline{\Delta\varepsilon} = 0,3$ (la direction de compression est verticale).....	24

Figure I-17 : Effet de l'orientation de l'axe <c> des colonies par rapport à la direction de compression sur le rendement de globulisation dans un alliage de titane [BS02] .....	26
Figure I-18 : Bande de cisaillement observée dans le Zircaloy-4. Échantillon déformé à 750°C, $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ , $\bar{\varepsilon} = 0,47$ (direction de compression verticale) [Van08].....	27
Figure I-19 : Cisaillement inter-lamellaire dans une colonie de Zircaloy-4. Échantillon déformé à 750°C, $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ , $\bar{\varepsilon} = 0,3$ (direction de compression verticale) [Van08].....	28
Figure I-20 : Mécanisme de restauration dynamique décrite par Humphreys et al. [HH04] ...	29
Figure I-21 : Évolution de la texture du Zr702 au cours de laminage simple pour différents taux de réduction (coupe en $\varphi_1 = 0$ de l'espace des orientations et figure de pôles $\langle 0001 \rangle$ et $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ) [Ger07].....	32
Figure I-22 : Évolution de la texture au cours du recuit du Zr702 laminé à 40% et 80% de réduction d'épaisseur (coupe en $\varphi_1 = 0$ de l'espace des orientations, niveau tels que définis dans la figure I-21) [Ger07].....	34
Figure I-23 : Schéma du procédé d'ECAE.....	36
Figure I-24 : Schéma du montage « High Pressure Torsion » HPT.....	37
Figure I-25 : Schéma du procédé « Accumulative Roll Bonding » ARB .....	39
Figure I-26 : Représentation de la décomposition multiplicative du gradient de transformation .....	41
Figure I-27 : Paramètres d'écroûissage du model de Pierce et al. [PAN82].....	47
Figure I-28 : Interaction entre ABAQUS et la routine Umat.....	48
Figure II-1 : Histoire thermomécanique des barres à bouchon .....	50
Figure II-2 : Micrographie optique en lumière polarisée de l'état initial des barres à bouchon indiquant une microstructure bien fragmentée. L'axe de la barre (AX) est perpendiculaire au plan de la figure.....	50
Figure II-3 : Analyse EBSD (IPF) de la microstructure initiale. Les joints de grains sont représentés par un trait noir. L'axe de la barre (AX) est perpendiculaire au plan de la figure	51
Figure II-4 : Texture initiale de la barre. L'axe de la barre porté par (AX) est perpendiculaire au plan de la figure .....	52
Figure II-5 : Histoire thermomécanique de la billette .....	53
Figure II-6 : Gradient de microstructure observé entre le bord et le cœur de la billette après la trempe. L'axe de la billette est perpendiculaire au plan de la figure .....	54
Figure II-7 : Demi-billette avec la convention de repère utilisée.....	56

Figure II-8 : Micrographies en lumière polarisée de la microstructure au cœur de la billette .	56
Figure II-9 : Comportement rhéologique du matériau selon trois directions orthogonales. $\Delta \bar{\varepsilon} = 1$ , $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1 s^{-1}$ .....	57
Figure II-10 : Micrographie optique en lumière blanche d'une microstructure lamellaire de Zircaloy-4 après une attaque chimique .....	58
Figure II-11 : Micrographie optique en lumière polarisée d'une microstructure lamellaire de Zircaloy-4 .....	60
Figure II-12 : Schéma de principe de l'EBSD .....	61
Figure II-13 : Code des couleurs utilisées pour les cartes d'orientation .....	63
Figure II-14 : Cartographie EBSD présentant les joints en noir et les sous-joints en rouge....	63
Figure II-15 : Schéma de principe du goniomètre utilisé pour les mesures de textures globales .....	65
Figure II-16 : Description d'un cycle de compression multiaxiale. Écrasements suivant (dans l'ordre): Z, Y et X .....	69
Figure II-17 : Exemple de courbe de distribution de tailles cumulées dans une microstructure de Zircaloy-4 déformée par compression multiaxiale ( $T = 750^{\circ}C$ , $\Delta \bar{\varepsilon} = 3 \times 0,4$ , $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1 s^{-1}$ ), comparée avec une distribution uniforme .....	75
Figure III-1 : Traitement thermique effectué en phase bêta .....	78
Figure III-2 : Principe de la double trempe .....	78
Figure III-3 : Microstructures résultantes pour différents temps de maintien.....	79
Figure III-4 : Effet du temps du maintien sur la taille des grains bêta .....	80
Figure III-5 : Micrographie optique en lumière polarisée d'une microstructure obtenue après 24 heures de maintien puis trempe. Les frontières de l'ancien grain bêta sont clairement visibles.....	81
Figure III-6 : Microstructure issue d'une double trempe .....	82
Figure III-7 : Effet de la taille de l'ancien grain bêta sur la taille des colonies des lamelles parallèles.....	84
Figure III-8 : a) Géométrie de l'éprouvette Jominy b) Support de suspension en acier .....	86
Figure III-9 : a) Éprouvette Jominy b) Éprouvette refroidie par un jet d'eau depuis son extrémité inférieure .....	87
Figure III-10 : Profils de température enregistrés à des différentes distances de l'extrémité trempée .....	88

Figure III-11 : a) conditions aux limites imposées b) maillage utilisé c) distribution de la température à la fin de la simulation .....	92
Figure III-12 : Confrontation des résultats expérimentaux avec les résultats de simulation à quatre distances de l'extrémité trempée .....	93
Figure III-13 : Variation de la vitesse de refroidissement en fonction de la distance à l'extrémité trempée .....	94
Figure III-14 : Identification des couches formées sur la surface en contact avec le jet d'eau de l'éprouvette Jominy.....	95
Figure III-15 : Micrographies optiques en lumière polarisée des microstructures obtenues pour différentes vitesses de refroidissement : a) 140°C/s b) 36°C/s c) 4,5°C/s d) 2°C/s.....	96
Figure III-16 : Micrographie montrant une microstructure refroidie à 140°C/s .....	97
Figure III-17 : Variation de l'épaisseur des lamelles en fonction de la vitesse de refroidissement et confrontation avec les résultats de Massih et al. [MAWD <sup>+</sup> 03, MJ04] .....	98
Figure III-18 : Microstructure obtenue suite à un refroidissement four coupé montrant des lamelles d'épaisseur 20 µm .....	98
Figure III-19 : Variation de la taille des colonies de lamelles parallèles en fonction de la vitesse de refroidissement .....	100
Figure III-20 : Analyse qualitative par EDX de la répartition des éléments d'alliages du Zircaloy-4 .....	101
Figure III-21 : Précipités observés pour deux vitesses différentes de refroidissement .....	102
Figure III-22 : Variation de la taille des précipités en fonction de la vitesse de refroidissement : confrontation avec les résultats de Massih et al. [MAWD <sup>+</sup> 03].....	102
Figure III-23 : Précipités observés pour une vitesse de refroidissement de 0,05°C/s.....	103
Figure III-24 : Variation de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement.....	104
Figure III-25 : Texture du Zircaloy-4 trempé-bêta : a) $\dot{T} = 140^{\circ}C / s$ b) $\dot{T} = 4,5^{\circ}C / s$ .....	106
Figure III-26 : Microstructure refroidie à 140°C/s : a) micrographie MEB d'une zone contenant un ancien joint de grains bêta à partir duquel ont germé deux colonies de lamelles parallèles b) cartographie correspondante EBSD dans laquelle trois zones ont été sélectionnées.....	109
Figure III-27 : Cartographies d'orientations cristallines associées aux trois zones identifiées dans la figure III.26(b) : a) zone 1 b) zone 2 c) zone 3 .....	110
Figure III-28 : Figures de pôles $\langle 0001 \rangle$ et $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ correspondant aux trois zones identifiées dans la figure III.31(b) : a) zone 1 : les deux colonies $\alpha_1$ et $\alpha_2$ ont une orientation	

<p>cristalline très proche b) zone 2 : trois variants sont présents et deux d'entre eux partagent le même pôle <math>\langle 11\bar{2}0 \rangle</math> (repéré par un cercle) c) zone 3 : trois variants sont présents et partagent le même pôle <math>\langle 11\bar{2}0 \rangle</math> (repéré par un cercle) .....</p>	111
<p>Figure III-29 : Microstructure de type Widmanstätten caractéristique de l'éprouvette avant l'essai Jominy 2 .....</p>	114
<p>Figure III-30 : Micrographies optiques en lumière polarisée des microstructures obtenues pour différentes vitesses de refroidissement. a) 170°C/s b) 82°C/s c) 12°C/s d) 6°C/s.....</p>	114
<p>Figure III-31 : Variation de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement relativement aux deux essais Jominy 1 et Jominy 2.....</p>	115
<p>Figure IV-1 : Cycle thermomécanique réalisé lors d'une passe de compression.....</p>	118
<p>Figure IV-2 : Courbes contrainte-déformation d'essais de compression multiaxiale réalisés à différentes températures. <math>\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4</math> et <math>\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}</math> .....</p>	121
<p>Figure IV-3 : Courbes contrainte-déformation d'essais de compression multiaxiale réalisés à différentes vitesses de déformation. <math>T = 750^{\circ}C</math> et <math>\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4</math> .....</p>	121
<p>Figure IV-4 : Courbes contrainte-déformation de trois passes de compression successives selon la même direction à 550°C et 750°C. <math>\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4</math> et <math>\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}</math> .....</p>	123
<p>Figure IV-5 : Figure de pôles <math>\langle 0002 \rangle</math> et <math>\langle 10\bar{1}0 \rangle</math> mesurées lors d'un cycle de compression multiaxiale à 550°C. <math>\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4</math> et <math>\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}</math> .....</p>	124
<p>Figure IV-6 : Figure de pôles <math>\langle 0002 \rangle</math> et <math>\langle 10\bar{1}0 \rangle</math> mesurées lors d'un cycle de compression multiaxiale à 750°C. <math>\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4</math> et <math>\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}</math> .....</p>	125
<p>Figure IV-7 : Courbes contrainte-déformation obtenues respectivement après trois cycles de compression multiaxiale à 750° et deux cycles de compression à 650°C. <math>\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4</math> et <math>\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}</math> .....</p>	128
<p>Figure IV-8 : Évolution microstructurale en fonction de la quantité de déformation. A gauche, cartes d'orientations cristallographiques ; à droite, cartes représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge). <math>T=750^{\circ}C</math>, <math>\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4</math> et <math>\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}</math> .....</p>	130
<p>Figure IV-9 : Évolution microstructurale en fonction de la quantité de déformation. A gauche, cartes d'orientations cristallographiques ; à droite, cartes représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge). <math>T = 650^{\circ}C</math>, <math>\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4</math> et <math>\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}</math> .....</p>	131

Figure IV-10 : Évolution microstructurale en fonction de la quantité de déformation. A gauche, carte d'orientations cristallographiques ; à droite, carte représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge). $T = 550^{\circ}\text{C}$ , $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 132	132
Figure IV-11 : Distribution de désorientations corrélées en fonction de la déformation. $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 133	133
Figure IV-12 : Évolution des longueurs de joints (HAB) et de sous joints (LAB) de grains en fonction de la déformation à différents niveaux de température. $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ .... 133	133
Figure IV-13 : Taille pondérée des grains en fonction de la déformation à différents niveaux de température. $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 135	135
Figure IV-14 : Distribution de la taille des grains en fonction de la déformation. $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 135	135
Figure IV-15 : Évolution de la fraction recristallisée en fonction de la déformation à différents niveaux de température. $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 136	136
Figure IV-16 : Formation des cristallites (flèches noirs) au niveau des interfaces inter-lamellaires. $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 6 \times 0,4$ , $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 136	136
Figure IV-17 : Évolution microstructurale en fonction de la quantité de déformation pour différents pas de déformation. A gauche : cartes d'orientations cristallographiques ; à droite : cartes représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge). $T = 750^{\circ}\text{C}$ , $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 138	138
Figure IV-18 : Évolution microstructurale relativement à un pas de déformation $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,5$ . A gauche : carte d'orientations cristallographiques ; à droite : carte représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge). $T = 650^{\circ}\text{C}$ , $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,5$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 139	139
Figure IV-19 : Variation de la taille pondérée de grains en fonction de la déformation pour différents pas de déformation et niveaux de température. $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 139	139
Figure IV-20 : Distribution de la taille des grains après un cycle de compression multiaxiale pour différents pas de déformation. $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ ..... 140	140
Figure IV-21 : Évolution microstructurale en fonction de la vitesse de déformation. A gauche : cartes d'orientations cristallographiques ; à droite : cartes représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge). Voir figure IV.8 (a) pour le cas $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ . $T = 750^{\circ}\text{C}$ , $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$ ..... 142	142

Figure IV-22 : Distribution des désorientations corrélées en fonction de la vitesse de déformation. $T=750^{\circ}\text{C}$ , $\overline{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$ .....	143
Figure IV-23 : Évolution des longueurs de joints (HAB) et de sous-joints (LAB) de grains en fonction de la vitesse de déformation. $T=750^{\circ}\text{C}$ , $\overline{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$ .....	143
Figure IV-24 : Variation de la taille de grains pondérée en fonction de la vitesse de déformation. $T=750^{\circ}\text{C}$ , $\overline{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$ .....	144
Figure IV-25 : Variation de la distribution de la taille de grains en fonction de la vitesse de déformation après un cycle de compression. $T=750^{\circ}\text{C}$ , $\overline{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$ .....	145
Figure IV-26 : Variation de la fraction recristallisée en fonction de la vitesse de déformation après un cycle de compression. $T=750^{\circ}\text{C}$ , $\overline{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$ .....	145
Figure IV-27 : Évolution microstructurale après une passe de déformation $\overline{\Delta\varepsilon} = 0,4$ . A gauche : carte d'orientations cristallographiques ; à droite : carte représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge). $T=750^{\circ}\text{C}$ , $\dot{\varepsilon} = 4\text{ s}^{-1}$ .....	147
Figure IV-28 : Figures de pôles $\langle 0001 \rangle$ et $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ relatives à la microstructure de la figure IV-27. Axe de compression perpendiculaire au plan de la figure .....	148
Figure IV-29 : Cycle thermomécanique réalisé en vue de tester l'influence de l'homogénéisation en température après une passe de compression .....	149
Figure IV-30 : Effet de l'homogénéisation en température après des passes de déformation de 0,4 et de 0,6. $T = 750^{\circ}\text{C}$ , $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$ .....	151
Figure IV-31 : Effet de l'homogénéisation en température après une passe de déformation 0,4. $T= 650^{\circ}\text{C}$ , $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{ s}^{-1}$ .....	152
Figure IV-32 : Effet de l'homogénéisation en température après une passe de déformation $\overline{\Delta\varepsilon} = 0,4$ . $T= 750^{\circ}\text{C}$ , $\dot{\varepsilon} = 4\text{ s}^{-1}$ .....	152
Figure IV-33 : Effet de l'homogénéisation en température sur la taille pondérée des grains après une passe de déformation. STT : sans traitement thermique d'homogénéisation, ATT : avec ce traitement thermique.....	153
Figure IV-34 : Effet de l'homogénéisation en température sur la fraction recristallisée après une passe de déformation. STT : sans traitement thermique d'homogénéisation, ATT : avec ce traitement thermique .....	153

Figure IV-35 : Évolution de la microstructure suite à un recuit après un cycle de compression multiaxiale. $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ .....	156
Figure IV-36 : Variation de la taille de grains et de la fraction recristallisée en fonction de la température de recuit. $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$ , $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ . SR : sans recuit, AR : avec recuit.....	157
Figure V-1 : (a) Structure cristalline d'un monocristal hexagonal compact ; (b) base orthonormée directe liée au monocristal .....	161
Figure V-2 : Chronogramme simplifié de fonctionnement de l'Umat [Hua91] (cadres rouges : adaptations effectuées) .....	170
Figure V-3 : Cube utilisé dans la modélisation de l'essai de compression d'un monocristal	172
Figure V-4 : Distribution de la contrainte équivalente de von Mises. $T = 750^{\circ}C$ .....	175
Figure V-5 : Courbes contrainte-déformation à différentes valeurs d'angle $\phi$ ; $T = 750^{\circ}C$ .	176
Figure V-6 : Contribution des différentes familles de systèmes de glissement à la somme des quantités de cisaillement cumulées totale $\gamma_{cumulée}^{totale}$ en fonction de l'angle $\phi$ .....	178
Figure V-7 : Quantité de cisaillement cumulée (valeur algébrique) sur différents systèmes de glissement en fonction de la déformation de von Mises relativement à l'orientation ( $\varphi_1 = 0, \phi = 0, \varphi_2 = 0$ ) .....	182
Figure V-8 : Quantité de cisaillement cumulée (valeur algébrique) sur différents systèmes de glissement en fonction de la déformation de von Mises relativement à l'orientation ( $\varphi_1 = 0, \phi = 90, \varphi_2 = 0$ ) .....	183
Figure V-9 : Quantité de cisaillement cumulée (valeur absolue) sur chaque famille de systèmes de glissement en fonction de la déformation équivalente de von Mises .....	184
Figure V-10 : Analyse EBSD de deux colonies montrant des zones du plissement et de fragmentation dans deux colonies de lamelles parallèles. $T = 750^{\circ}C$ , $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,3$ et $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ (direction de compression est verticale) .....	186
Figure V-11 : Reconstruction tridimensionnelle d'une microstructure de Widmanstätten [Van08].....	188
Figure V-12 : Modèle géométrique définissant une colonie de lamelles parallèles.....	191
Figure V-13 : Conditions aux limites de la première configuration (cas n° 1) .....	192
Figure V-14 : Maillage utilisé lors de la modélisation.....	193
Figure V-15 : Conditions aux limites de la deuxième configuration (cas n° 2).....	194
Figure V-16 : Distribution de la contrainte de von Mises pour deux orientations différentes de l'axe $\langle c \rangle$ par rapport à la direction de compression Z.....	195



---

Figure V-17 : Distribution de la contrainte de von Mises sur une demi-plaque pour deux orientations différentes de l'axe $\langle c \rangle$ par rapport à la direction de compression Z.....	196
Figure V-18 : Distribution de la quantité de cisaillement cumulée totale $\gamma_{cumulée}^{totale}$ sur la demi-plaque pour les deux orientations d'étude.....	197
Figure V-19 : Distribution de la quantité de cisaillement cumulée totale $\gamma_{cumulée}$ sur chaque famille de systèmes de glissement actifs pour l'orientation $(0, 0, 0)$ .....	199
Figure V-20 : Distribution de la quantité de cisaillement cumulée $\gamma_{cumulée}$ sur la famille de systèmes de glissement prismatique pour l'orientation $(0, 90, 0)$ .....	199
Figure V-21 : Distribution des trois composantes de vitesse de rotation cumulée du réseau cristallin sur la demi-plaque .....	200
Figure V-22 : Distribution des deux angles d'Euler sur la demi-plaque.....	201
Figure V-23 : Distribution des contraintes de von Mises dans le cas d'une compression perpendiculaire au plan des plaques.....	202
Figure V-24 : Distribution de la quantité de cisaillement cumulée totale $\gamma_{cumulée}^{totale}$ sur la plaque (cas d'une compression perpendiculaire au plan des plaques).....	203
Figure V-25 : Distribution de la quantité de cisaillement cumulée sur la famille de systèmes de glissement prismatiques sur la plaque (cas d'une compression perpendiculaire au plan des plaques) .....	203
Figure V-26 : Distribution des trois composantes de vitesse de rotation cumulée du réseau cristallin sur la demi-plaque (cas d'une compression perpendiculaire au plan des plaques). .....	204



## Introduction et contexte industriel

C'est en 1947 que le Département Américain des Mines a développé pour la première fois une éponge de zirconium par le biais du procédé Kroll, permettant ainsi de disposer à prix raisonnable d'un matériau présentant des caractéristiques très intéressantes pour les applications nucléaires.

Dans les réacteurs à eau pressurisée (REP), le gainage du combustible est généralement réalisé en alliages de zirconium. Ce choix réside dans la conjonction de plusieurs propriétés: une très faible absorption des neutrons thermiques, des propriétés mécaniques élevées, y compris sous l'effet d'irradiation, et une très bonne résistance à la corrosion par l'eau à haute température. Ces deux dernières propriétés ont été déterminantes dans le choix du matériau. Cependant, les alliages de zirconium présentent toujours des points à améliorer notamment du fait de mécanismes complexes de corrosion mis en jeu. En effet, à la température du fluide primaire (340°C), la corrosion aqueuse des alliages de Zr contrôle la durée de vie des gaines des REP.

L'élaboration des alliages de zirconium est relativement complexe. A partir du minerai (Zircon :  $ZrSiO_4$ ), on réalise une chloration permettant d'obtenir le chlorure  $ZrCl_4$ . Ce sel est ensuite distillé pour séparer le zirconium du hafnium auquel il est généralement associé. Il est en effet nécessaire d'éliminer le hafnium du zirconium pour les applications nucléaires, car le hafnium possède une forte section efficace de capture des neutrons, au point d'être utilisé comme absorbant dans certains réacteurs. Le chlorure de zirconium est réduit par le magnésium selon le procédé Kroll qui permet d'obtenir l'éponge de zirconium, point de départ de la fabrication des alliages. C'est le moment où sont introduits les éléments d'alliage et où les éponges sont compactées. Ces « compacts » sont refondus sous vide dans des fours à électrodes consommables trois ou quatre fois pour obtenir les lingots. Ceux-ci sont par la suite forgés, filés puis laminés pour obtenir tubes, produits plats ou autres éléments.

### *Contexte industriel*

Les alliages de zirconium les plus utilisés pour le gainage des combustibles nucléaire sont le Zircaloy-2 et le Zircaloy-4. Celui-ci est constitué d'une matrice formée d'une solution

solide zirconium-étain-oxygène, au sein de laquelle sont dispersés des précipités intermétalliques  $Zr(Fe, Cr)_2$ .

Les divers traitements thermomécaniques liés à la mise en forme du Zircaloy-4 ont un impact majeur sur la taille et la distribution des précipités de seconde phase. Le comportement en corrosion est fortement dépendant de la taille de ces précipités. En effet, de gros précipités (150 nm) sont recherchés pour les REP, alors qu'une taille plus fine est souhaitable en milieu REB (Réacteurs nucléaires à eau bouillante). La structure finale de la matrice est contrôlée par le traitement thermique effectué après la dernière passe de mise en forme pour l'obtention du produit fini. Pour l'emploi dans les REP, le Zircaloy-4 est utilisé sous l'une des deux formes suivantes :

- pour le gainage, on choisit d'habitude l'état détendu caractérisé par une structure de restauration partielle obtenue par un traitement thermique vers 475 °C ;
- un état recristallisé, obtenue par un traitement thermique au-delà de 550 °C, utilisé pour les tubes guides.

Dans cette étude nous nous intéressons à la phase finale de la fabrication des tubes de gainage. Cette dernière peut être décrite comme suit : après des passes de forgeage dans le domaine alpha ou alpha/bêta, le lingot de Zircaloy-4 est généralement homogénéisé dans le domaine bêta puis trempé. La microstructure de trempe constitue un état de référence pour la suite des traitements thermomécaniques. Ceux-ci comprennent un filage sur aiguille suivi d'un recuit et une étape de laminage à froid (laminage à pas de pèlerin). Le filage sur aiguille, qui est la dernière étape de la déformation à chaud, s'effectue dans le domaine alpha, c'est-à-dire sans nouvelle transformation de phase. La température de travail se situe entre 750 et 800°C. La mise en forme dans cet intervalle ne peut pas donc être considérée comme de la déformation à chaud ( $T > 0,5 T_{\text{fusion}}$ ), mais plutôt comme de la déformation à tiède.

La microstructure du Zircaloy-4 trempé bêta est constituée par des lamelles parallèles regroupées en entités dites colonies, et des lamelles enchevêtrées dite vannerie ou panier tressé. Elles sont séparées par les précipités de taille submicronique mentionnés ci-dessus. Cette microstructure lamellaire, si elle était conservée telle quelle, aurait un effet néfaste sur la résistance mécanique, la tenue à la fatigue et la résistance à la corrosion. Ainsi, cette dernière est fragmentée par des traitements thermomécaniques dans le but d'obtenir une structure équiaxe dans laquelle les précipités sont répartis de manière homogène. Les

transformations microstructurales qui en résultent sont souvent appelées « globulisation ». Cependant, cette dernière n'affecte pas l'ensemble du matériau de façon uniforme : la structure en vannerie se fragmente facilement au cours de déformation, par contre les colonies de lamelles parallèles résistent à la fragmentation, en particulier celles qui ont un axe  $\langle c \rangle$  perpendiculaire à la direction de compression.

C'est dans ce cadre que s'inscrit notre étude. Elle s'intègre dans une démarche visant à définir un traitement global de mise en forme pour le Zircaloy-4 dans le but de pouvoir contrôler la microstructure du produit final en optimisant les paramètres expérimentaux du traitement thermomécanique réalisé. L'objectif essentiel d'une telle optimisation est l'obtention, après trempe, d'une microstructure lamellaire susceptible de recristalliser facilement. Pour répondre à ses exigences, il faudra d'une part quantifier l'effet de la vitesse de trempe sur la microstructure de Zircaloy-4 trempé- $\beta$  et d'autre part proposer une démarche expérimentale de mise en forme capable d'améliorer la globulisation de ce type de microstructure, en particulier celle des colonies de lamelles parallèles.

Le mémoire se compose de cinq chapitres. Le premier contient des rappels nécessaires sur les alliages de zirconium concernant : leur cristallographie, la genèse de leur microstructure lamellaire, leur modes de déformation, leur mécanismes de globulisation, et enfin les modèles de plasticité cristalline évoqués dans la littérature. Le deuxième chapitre décrit les principales techniques expérimentales utilisées lors de ce travail. Le troisième chapitre porte sur le contrôle de la microstructure de trempe du Zircaloy-4 : l'effet de la vitesse de refroidissement sur la microstructure a été quantifié en adaptant l'essai Jominy à notre matériau. Le quatrième chapitre est consacré à la caractérisation de la globulisation de la microstructure du Zircaloy-4 trempé bêta par compression multiaxiale. Le dernier chapitre présente une modélisation micromécanique de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles sous l'effet d'une compression uniaxiale.

## Chapitre I : Étude bibliographique

Nous nous proposons, dans ce chapitre, de faire le bilan des connaissances actuelles concernant respectivement : la microstructure du Zircaloy-4 trempé- $\beta$ , les principaux mécanismes de déformation des alliages de zirconium, la globulisation de la microstructure et l'évolution de la texture du Zircaloy-4 trempé  $\beta$  en haut domaine  $\alpha$ . Puis nous rappelons quelques notions de mécanique des milieux cristallins.

### ***1.1 Microstructure du Zircaloy-4 trempé- $\beta$***

#### **1.1.1 Composition et rôle des éléments d'alliage**

L'ajout d'éléments d'alliage au zirconium pur a pour rôle d'améliorer ses propriétés mécaniques tout autant que sa résistance à la corrosion. La composition chimique du Zircaloy-4 est donnée dans le **tableau I-1**.

Ces éléments d'alliage font apparaître un domaine biphasé compris entre 810°C et 980°C caractérisé par la coexistence des deux phases  $\alpha$  et  $\beta$ . Ces éléments sont classés en deux catégories : des éléments dénommés alphasènes, comme l'étain et l'oxygène, qui sont insolubles en phase bêta mais solubles en phase alpha, et des éléments dénommés bêtagènes, comme le fer, le chrome et le nickel, qui sont insolubles en phase alpha mais solubles en phase bêta. La **figure I-1** donne les diagrammes de phase correspondants à ces différents éléments.

Les éléments d'alliages du Zircaloy-4 ont chacun des influences importantes sur les propriétés thermomécaniques et sur la résistance à la corrosion du matériau. Nous en décrivons ici quelques unes, les plus couramment citées :

#### **Rôle de l'étain**

L'étain en solution solide dans le zirconium ne paraît avoir qu'une influence réduite sur les caractéristiques mécaniques en traction du produit final. En revanche, entre 1 et 1,5% surtout, il améliore fortement la tenue au fluage. La solubilité de l'étain en phase  $\alpha$  augmente avec la température, et semble être voisine de 1,5% à 650°C. Cependant, même pour des teneurs allant jusqu'à 1,8%, aucune précipitation de  $Zr_4Sn$  ou de  $Zr_3Sn$  n'a été décelée [**Cha98**].

#### **Rôle de l'oxygène**

L'influence de l'oxygène est très importante : d'une part sur la charge de rupture et la limite élastique à froid ou à 400°C qui augmentent (respectivement de 10 et 2,5 MPa/100ppm),

d'autre part sur la tenue au fluage (action analogue à celle de l'étain, mais pour des teneurs 10 fois plus faibles). La solubilité de l'oxygène en phase  $\alpha$  est très élevée et aucune précipitation n'est à envisager : le durcissement et la diminution de la vitesse de fluage sont liés à l'accroissement de la résistance de la solution solide. Comme la solubilité est plus faible dans la phase  $\beta$ , un traitement thermique dans la zone  $\alpha+\beta$  entraîne une ségrégation de l'oxygène en phase  $\alpha$ . Selon Massih et al. [MAWD<sup>+</sup>03], la ségrégation de l'oxygène dans la phase  $\alpha$  au cours d'une trempe depuis la phase  $\beta$  règle la cinétique de transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$ .

### **Rôle du fer et du chrome**

Ces deux éléments sont majoritairement présents sous forme de précipités. En effet, ils apparaissent principalement sous forme d'une phase secondaire  $Zr(Fe_{1-x},Cr_x)_2$  à l'interface des lamelles. La taille et la distribution de ces précipités influent beaucoup sur la résistance à la corrosion des alliages. En effet, Cox [Cox61] montre que des précipités de petite taille et répartis de manière homogène absorbent les contraintes de compression et ralentissent ainsi l'apparition de fissures perpendiculaires à l'interface qui sépare le métal de la couche protectrice d'oxyde ( $ZrO_2$ ) qui se forme à haute température. Dans le même contexte, Dali [Dal07] montre que ces précipités assurent l'intégrité et la stabilisation de la couche d'oxyde à haute pression. Dans le cas de Zircaloy-2, Massih et al. [MDLA<sup>+</sup>06] montrent que des précipités issus d'un refroidissement rapide, de grande taille et de distribution moins dense, améliorent la résistance à la corrosion du matériau. Le domaine de début et de fin de précipitation de  $Zr(Fe_{1-x},Cr_x)_2$  se situe entre 850 et 810°C (voir **figure I-2**).

Viennent également s'ajouter des éléments présents en faible quantité tels que le carbone, le soufre ou encore le silicium. Ces constituants se trouvent sous la forme de précipités car ils sont peu solubles. Il se peut qu'ils constituent les précipités nanométriques ( $ZrC$ ,  $Zr_3Si$ ,  $ZrP$ ) qui ont été observés en microscopie en transmission par un certain nombre d'auteurs, notamment Paul [Pau06]. Mais à notre connaissance, la composition chimique de ces précipités nanométriques n'est pas donnée par la littérature.

	Sn	Fe	Cr	O	Ni	Zr
Zircaloy-4	1,3	0,23	0,1	1200ppm	<0,005	Bal.

**Tableau I-1** : Composition chimique du Zircaloy-4 (en % poids)

		Influence sur le diagramme de phase	Elements
Alphagènes			O, Sn, Al, N, Hf
Bétagènes	Isomorphes		Ti
	Eutectoïdes		Fe, Cr, Ni, Nb, Cu, V

Figure I-1 : Influence des éléments d’addition sur les domaines de phase du Zircaloy-4

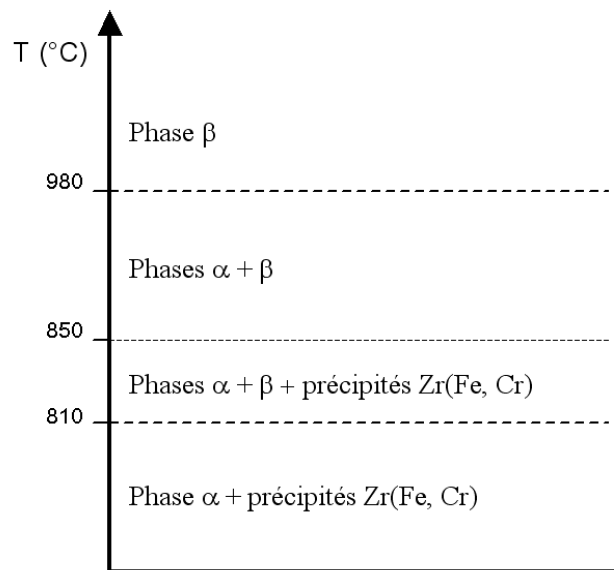


Figure I-2 : Domaine de phase du Zircaloy-4

## 1.1.2 Genèse de la microstructure lamellaire

### 1.1.2.a La phase hexagonale compacte $\alpha$

A température ambiante, le zirconium pur se trouve en phase alpha ( $\alpha$ ). Cette dernière est de structure hexagonale compacte et se transforme en phase bêta ( $\beta$ ) de structure cubique



centrée à 862°C (**figure I-2**). Dans les alliages de zirconium, les températures de début et de fin de transformation dépendent des éléments d'alliage et en particulier de la fraction massique d'oxygène [SBMB<sup>+</sup>06]. Elles sont aussi sensibles à la vitesse de refroidissement [SBMB<sup>+</sup>06].

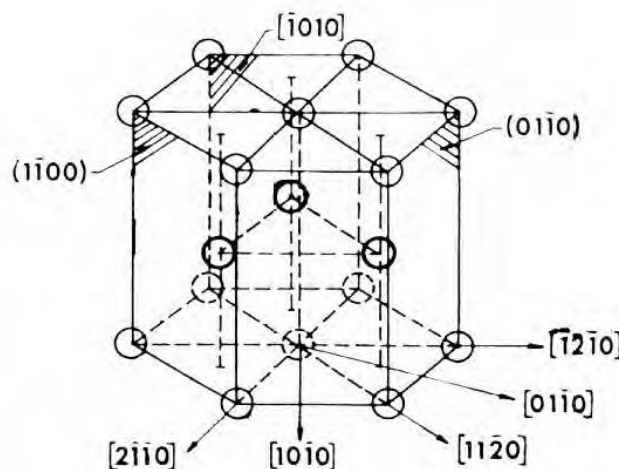
La structure hexagonale compacte correspond à l'empilement compact des plans denses parallèles au plan de base. La séquence d'empilement est du type ABAB. On peut représenter cette structure par une maille élémentaire à deux atomes A et B de coordonnées respectives (0,0,0) et (2/3,1/3,1/2). Les deux paramètres définissant cette structure sont : le côté  $a$  de l'hexagone basal et la hauteur  $c$  du prisme. Le rapport de compacité parfaite, correspondant au modèle des sphères dures, est  $\frac{c}{a} = \sqrt{\frac{8}{3}} = 1,63$ , mais aucun métal ne possède la compacité parfaite.

Généralement, les métaux hexagonaux sont classés en deux catégories suivant que la valeur de  $c/a$  est inférieure ou supérieure à la valeur idéale. Dans le cas particulier du zirconium  $\alpha$ , le rapport est inférieur à cette valeur. Il varie légèrement en fonction de la température et est égal à 1,593 à température ambiante [LK55].

Afin de définir les différents plans et directions cristallographiques, on considère quatre axes de coordonnées :

- trois axes  $a_1$ ,  $a_2$  et  $a_3$ , à 120° dans le plan de base, avec  $a_3 = -(a_1 + a_2)$ ,
- l'axe de prisme  $c$ .

Les directions et les plans atomiques sont indicés selon la méthode de Miller-Bravais (**figure I-3**). Dans ce cas, la normale au plan d'indice  $(h\ k\ i\ l)$  a pour indice  $[h\ k\ i\ 3/2(a/c)^2l]$ .



**Figure I-3** : Convention de notations cristallographiques de la structure hexagonale [PVBC97]

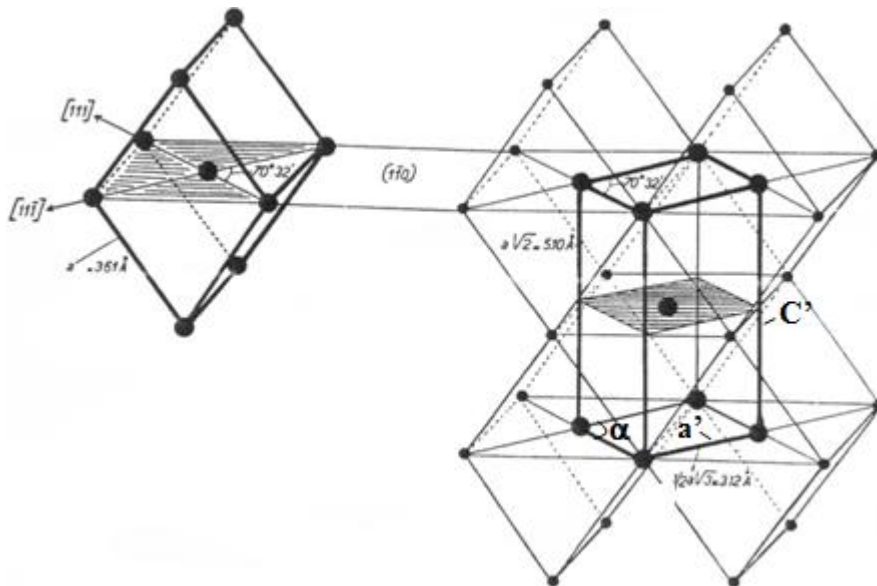
### I.1.2.b Cristallographie de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$

En 1934, Burgers [Bur34] a montré que la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$  du zirconium était régie par des relations cristallographiques de la forme:

$$\begin{aligned} \{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha} \\ \langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} \end{aligned} \quad (\text{I-1})$$

Les observations ultérieures ont bien confirmé ses observations dans le cas du Zircaloy-4 [Van08]. La transition  $\beta \rightarrow \alpha$  peut être décrite en trois étapes. La première consiste à construire une maille prismatique dont un plan de base est un plan de type  $\{110\}_{\beta}$  à partir de cinq mailles cubiques (figure I-4). Les paramètres de cette maille sont le côté du losange de base  $a'$ , la hauteur  $c'$  et l'angle au sommet du losange  $\alpha$  :

$$\begin{aligned} a' &= a_{\beta} \frac{\sqrt{3}}{2} = 3,12 \text{ \AA} \\ c' &= a_{\beta} \sqrt{2} = 5,10 \text{ \AA} \\ \alpha &= 70^{\circ}32' \end{aligned}$$



**Figure I-4** : Constitution de la maille prismatique à partir de cinq mailles du réseau cubique

La seconde étape correspond à un cisaillement simple dans un plan de type  $\{112\}_{\beta}$  parallèle à l'axe  $c'$  et selon la direction de type  $\{111\}_{\beta}$  contenue dans ce plan (figure I-5) durant laquelle l'angle  $\alpha$  doit atteindre une valeur de 60. Pour que les deux arêtes de la base de la maille prismatique forment un losange, selon le plan et la direction de cisaillement, une

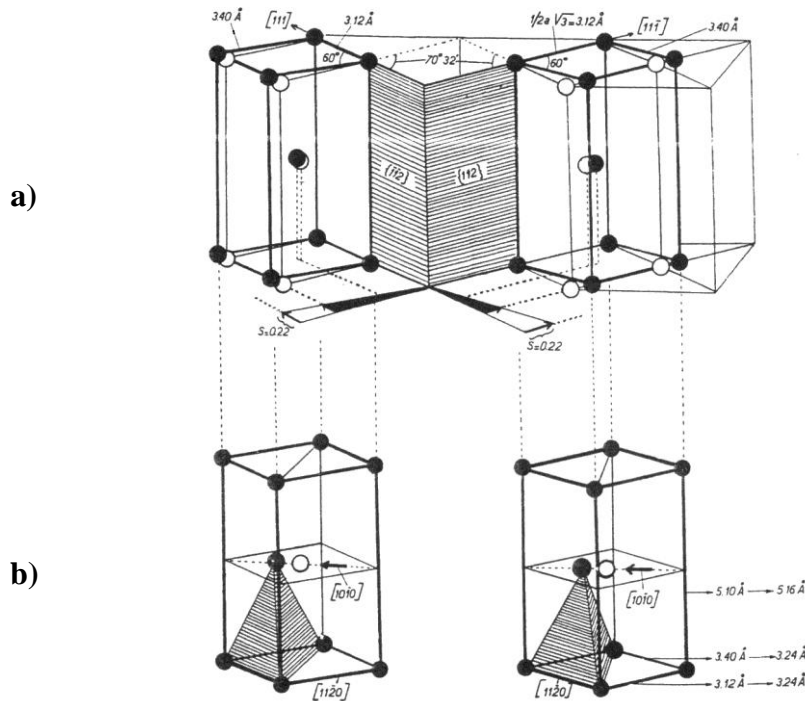
des deux arêtes s'allonge alors que la seconde reste inchangée. Les nouveaux paramètres de maille ont pour valeur :

$$a_1' = a_\beta \frac{\sqrt{3}}{2} = 3,12 \text{ \AA}$$

$$a_2' = 3,40 \text{ \AA}$$

$$c' = a_\beta \sqrt{2} = 5,10 \text{ \AA}$$

$$\alpha = 60^\circ$$



**Figure I-5 :** Formation de la maille hexagonale en 2 étapes distinctes: (a) cisaillement sur un plan de type  $\{112\}$  ; (b) contraction/dilatation et déplacement d'atomes

Enfin, la dernière étape du mécanisme proposé consiste en un réarrangement atomique. D'une part, une légère dilatation s'opère le long de l'axe  $c'$ . Elle s'accompagne d'un déplacement le long de  $[10\bar{1}0]$  des atomes situés dans un plan  $(0001)$  sur deux. D'autre part, la base du prisme est transformée en losange en déplaçant des atomes le long des arêtes de manière à allonger un côté du parallélogramme initial et à réduire le second.

Ainsi, il existe pour chacun des 6 plans  $\{110\}_\beta$  initiaux deux plans de cisaillement possibles, ce qui conduit à 12 variants de phase  $\alpha$  à partir d'un même cristal de phase  $\beta$ . Compte tenu de ceci, il y a 66 cas de frontières entre les variants issus du même cristal ( $C_{12}^2 = 66$ ), mais par le jeu des symétries les désorientations entre variants, mesurées par l'angle minimal entre les repères associés à chacun des grains, se réduisent à 5 [Cha04]. Elles sont résumées dans le **tableau I-2**

A l'échelle locale, si 12 variants alpha sont susceptibles d'être formés dans un grain bêta, en pratique seuls quelques-uns sont présents en fin de refroidissement [BMC05, GGHC<sup>+</sup>02]. Il s'agit du phénomène de sélection des variants sur lequel des travaux importants sont en cours [BMC05].

Valeur numérique (°)	Valeur analytique	Axe de zone
10,529	$2 [\pi/3 - \cos^{-1}(1/\sqrt{3})]$	[0001]
60	$\pi/3$	[11 $\bar{2}$ 0]
60,832	$\cos^{-1}(\frac{2\sqrt{6}-1}{8})$	d <sub>1</sub> à 80,97 ° de <c> dans le plan (d <sub>3</sub> ,c)
63,252	$\cos^{-1}(\frac{4\sqrt{6}+1}{24})$	d <sub>2</sub> à 17,56 ° de <a> dans le plan (a,c)
90	$\pi/2$	d <sub>3</sub> à 5,26 ° de <a> dans le plan basal

**Tableau I-2 :** Désorientation minimale entre deux paires de variants [CBM06, GH02, WAS03]

### I.1.3 Caractérisation morphologique de la microstructure

La microstructure qui résulte de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  dans les alliages de zirconium est fortement influencée par la vitesse de refroidissement. En effet, Holt [Hol70] et Rumball [Rum74] observent une microstructure martensitique, sous forme d'aiguilles très fines, pour une vitesse de refroidissement supérieure à 2000 K/s. Charquet et al. [CA87] ont fait des observations similaires pour une vitesse de refroidissement supérieure à 1000 K/s. Hong et al. [HKL99] estiment la limite à 1500 K/s. Ils mettent en outre en évidence une microstructure issue d'une transformation massive, obtenue principalement par cisaillement, pour une vitesse de refroidissement du 1000 K/s dans un Zircaloy-4 contenant 0,1% en masse d'oxygène. A des vitesses plus faibles, et notamment au dessous de 200 K/s, toutes les observations montrent une microstructure lamellaire dite de Widmanstätten (**figure I-6**). C'est le cas de Holt [Hol70] et Massih et al. [MAWD<sup>+</sup>03]. Cette microstructure de Widmanstätten apparaît sous deux formes principales. La première est appelée 'panier tressé' et se traduit par de courtes lamelles enchevêtrés qui paraissent avoir germé de façon aléatoire à l'intérieur de l'ancien grain bêta. La deuxième est appelée 'platelets parallèles' et se caractérise par de longues lamelles parallèles qui font apparaître des grains alpha appelés colonies. Ils paraissent germer et se propager à partir des anciens joints de grains bêta.

Plusieurs facteurs sont susceptibles de favoriser l'apparition de l'une ou l'autre. Holt [Hol70] a suggéré une différence de mécanisme de germination de la phase  $\alpha$ . Les particules insolubles en phase  $\beta$ , tels que des carbures ZrC, des siliciures Zr<sub>3</sub>Si ou encore des phosphorures ZrP, agissent comme sites de germination [Hol70, ÖK70]. Une différence de distribution spatiale à l'intérieur de l'ancien grain bêta conduit alors à des microstructures

différentes. Il faut noter que les joints de grain  $\beta$  constituent également des sites de germination privilégiés. Lorsque la germination se fait plutôt en volume sur les impuretés, processus favorisé soit par de grandes tailles des anciens grains bêta ou bien par des vitesses rapides de refroidissement, une structure en vannerie apparaît. Alors qu'une germination préférentielle aux joints de grains, favorisée soit par de faibles tailles des anciens grains bêta ou bien par des vitesses de refroidissement lentes, conduit à une structure de plaquettes parallèles.

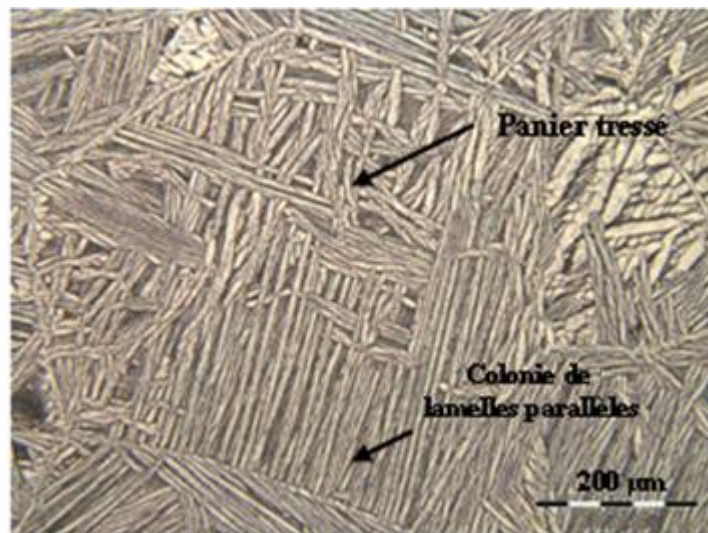
Vanderesse [Van08] a montré l'existence d'une phase spéciale dite allotriomorphe notée ( $\alpha_{GB}$ ) similaire à la phase  $\alpha_{GB}$  dans les alliages de titane biphasés [MA87]. Elle germe au niveau des anciens joints de grains bêta. A partir de cette phase poussent des lamelles parallèles. Il ya des relations d'épitaxie entre la phase allotriomorphe et les lamelles qui se développent perpendiculairement à elle, des deux côtés de l'ancien joint de grains  $\beta$ . Ce qui induit des relations cristallographiques entre colonies de part et d'autre de ce joint.

D'une manière générale, l'augmentation du nombre de sites favorise la structure en vannerie. Ainsi, la taille des anciens grains bêta peut jouer un rôle important dans cette hétérogénéité morphologique. En effet, dans quelques alliages de titane [Lee04], il a été observé que des anciens grains bêta de petite taille favorisent la formation des lamelles parallèles puisque le nombre des sites de germination est faible, tandis que des grands anciens grains bêta favorisent la structure en vannerie. L'épaisseur des lamelles, la taille des colonies et des précipités  $Zr(Fr,Cr)_2$  sont également fonction de la vitesse de refroidissement [MAWD<sup>+</sup>03] : ceci sera illustré dans le chapitre III du présent travail.

Dans le même contexte, Woo et al. [WT79] ont mis en évidence le rôle de la concentration en oxygène et de la vitesse de refroidissement sur la microstructure. Leurs observations montrent que l'épaisseur des lamelles décroît avec la vitesse de refroidissement jusqu'à devenir constante pour les vitesses élevées. Ils observent des lamelles d'épaisseur compris entre 5  $\mu m$  et 0,5  $\mu m$  pour des vitesses de refroidissement variant entre 100 et 1300 K/s, alors que Massih et al. [MDLA<sup>+</sup>06], observent une gamme d'épaisseurs dans 1 à 6  $\mu m$  dans le cas du Zircaloy-2, et ceci pour des vitesses de refroidissement comprises entre 3 et 83 K/s.

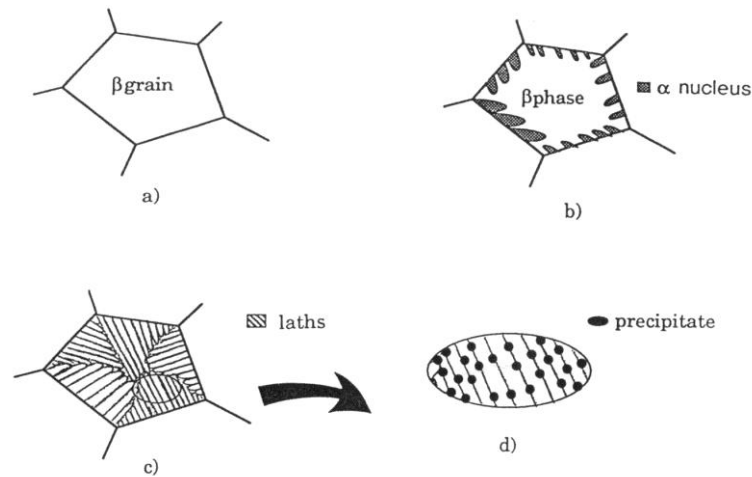
L'effet de la vitesse de refroidissement sur la microstructure peut être expliqué de la manière suivante : quand la vitesse de refroidissement est lente, les lamelles poussent à partir des anciens joints de grains bêta où la germination est plus facile du point de vue énergétique. En parallèle, leurs épaisseurs croissent avec le temps de diffusion des éléments alphas.

Par contre, quand la vitesse de refroidissement est rapide, la germination sur les nanoprécipités distribués à l'intérieur de l'ancien grain bêta est favorisée du point de vue énergétique. Vu que le temps de diffusion des éléments alphagènes dans ces conditions est court, l'accroissement de leur épaisseur est limité.



**Figure I-6** : Structure de Widmanstätten

En pratique, nous nous intéressons à la microstructure formée au cœur de la bielle où la vitesse de refroidissement est suffisamment lente pour autoriser la diffusion des éléments bêtagènes et former une microstructure de Widmanstätten. La **figure I-7** décrit ce processus [CBC95]. Crépin et al. [CBCB<sup>+</sup>97] ont montré que les précipités  $Zr(Fe_{1-x},Cr_x)_2$  forment un liseré quasi-continu le long des joints de lamelles et se déposent selon les plans prismatiques de celles-ci. La structure de ces précipités intermétalliques semble être de deux types : cubique faces centrées ou hexagonale [MN85]. Vanderesse [Van08] a observé que l'orientation cristalline entre les lamelles  $\alpha$  qui constituent la même colonie ne varie que de quelques degrés.



**Figure I-7** : Schéma simplifié de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  avec germination sur les joints de grains  $\beta$ . (a) avant transformation. (b) transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . (c) microstructure après transformation. (d) Localisation des précipités le long des joints inter-plaquettes [CBC95]

Crépin et al. [CBCB<sup>+</sup>97] ont observé une diminution de la concentration d'étain au voisinage de l'interface entre les lamelles. Ainsi, un gradient d'étain est observé entre le bord et le centre des lamelles. Il en résulte un affaiblissement mécanique localisé aux abords de ces dernières, présentant ainsi une source d'hétérogénéité mécanique lors de la déformation.

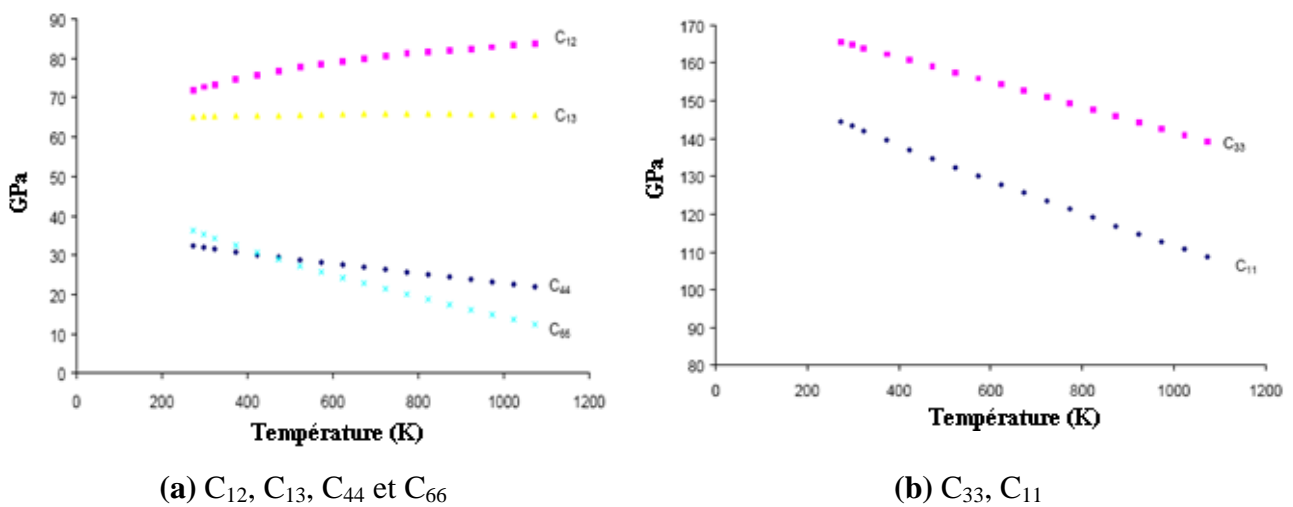
#### I.1.4 Propriétés élastiques du Zircaloy-4

Le zirconium polycristallin  $\alpha$ , à température ambiante, un module de Young compris 95 à 100 GPa. Les valeurs proposées pour le coefficient de Poisson sont comprises entre 0,32 et 0,35. Ces écarts sont attribués essentiellement à la dépendance des propriétés mécaniques du zirconium à son état métallurgique [Par96]. Valot [Val95] a mesuré le module de Young de quelques alliages de zirconium à des différentes températures (tableau I-3). Son étude a permis de montrer que l'effet des éléments d'alliages sur les modules élastiques est limité.

A l'échelle du monocristal, les propriétés élastiques dépendent des directions cristallographiques. Fisher et al. [FR64] ont mesuré les constantes élastiques d'un monocristal de zirconium dans un repère lié au monocristal à différentes températures (figure I-8).

Matériau	Module d' Young E (GPa)	Domaine de températures (K)
Zirconium	96.6 – 0.0673 (T – 273)	295 – 1133
Zircaloy-2	97.08 – 0.058 (T – 273)	295 – 1023
Zircaloy-4	98.82 – 0.067 (T – 273)	295 – 1008
Zr-2.5%Nb	95.9 – 0.0574 (T – 273)	295 - 885

**Tableau I-3 :** Variation du module d’Young en fonction de la température pour différents alliages de zirconium [Val95]



**Figure I-8 :** Variation des constantes élastiques du zirconium monocristallin en fonction de la température [FR64]

## 1.2 Modes de déformation

### 1.2.1 Mécanismes cristallographiques

#### 1.2.1.a Modes de glissement observés dans les matériaux hexagonaux

De nombreux auteurs ont étudié les modes de déformation des matériaux hexagonaux. C’est notamment le cas de Partridge [Par67], mais aussi de Poirier et al. [PH76]. Sur le zirconium en particulier, on peut citer les travaux de Tenckhoff [Ten88]. Cinq modes de glissement sont généralement observés dans les métaux hexagonaux (figure I-9 et tableau I-4) :

- le glissement basal (B <a>){0001}  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ,



- le glissement prismatique (P  $\langle a \rangle$ )  $\{10\bar{1}0\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ,
- le glissement pyramidal ( $\text{II}_1 \langle a \rangle$ )  $\{10\bar{1}1\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ,
- le glissement pyramidal ( $\text{II}_1 \langle c+a \rangle$ ) de première espèce  $\{10\bar{1}1\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ ,
- le glissement pyramidal ( $\text{II}_2 \langle c+a \rangle$ ) de deuxième espèce  $\{11\bar{2}2\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ .

Les trois premiers modes de glissement possèdent la même direction de glissement  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , contenue dans le plan de base. Seuls les systèmes de glissement pyramidaux  $\langle c+a \rangle$  possèdent une direction de glissement hors du plan de base, ce qui est particulièrement intéressant car il permet au matériau de se déformer suivant les trois directions. Mais ce sont les modes de glissement qui ont été le moins étudiés.

Il existe en général un mode de glissement plus facile à déclencher que les autres, appelé mode de glissement principal. Ce dernier dépend du rapport  $c/a$  de la maille hexagonale. Pour certains matériaux hexagonaux ( $c/a > 1,63$ ), le glissement principal est le glissement basal : c'est le cas du béryllium, du magnésium et du zinc. En revanche, pour le zirconium et le titane ( $c/a = 1,59$ ), il s'agit du glissement prismatique. Les modes de glissement basal et pyramidaux sont toujours des modes de glissement secondaires.

Plan	Direction	Nombre de systèmes
B $\{0001\}$	$\langle a \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
P $\{10\bar{1}0\}$	$\langle a \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
$\text{II}_1 \{10\bar{1}1\}$	$\langle a \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle$	6
$\text{II}_1 \{10\bar{1}1\}$	$\langle c+a \rangle \langle 11\bar{2}3 \rangle$	12
$\text{II}_2 \{11\bar{2}2\}$	$\langle c+a \rangle \langle 11\bar{2}2 \rangle$	6

**Tableau I-4 :** Systèmes de glissement des métaux de structure hexagonale

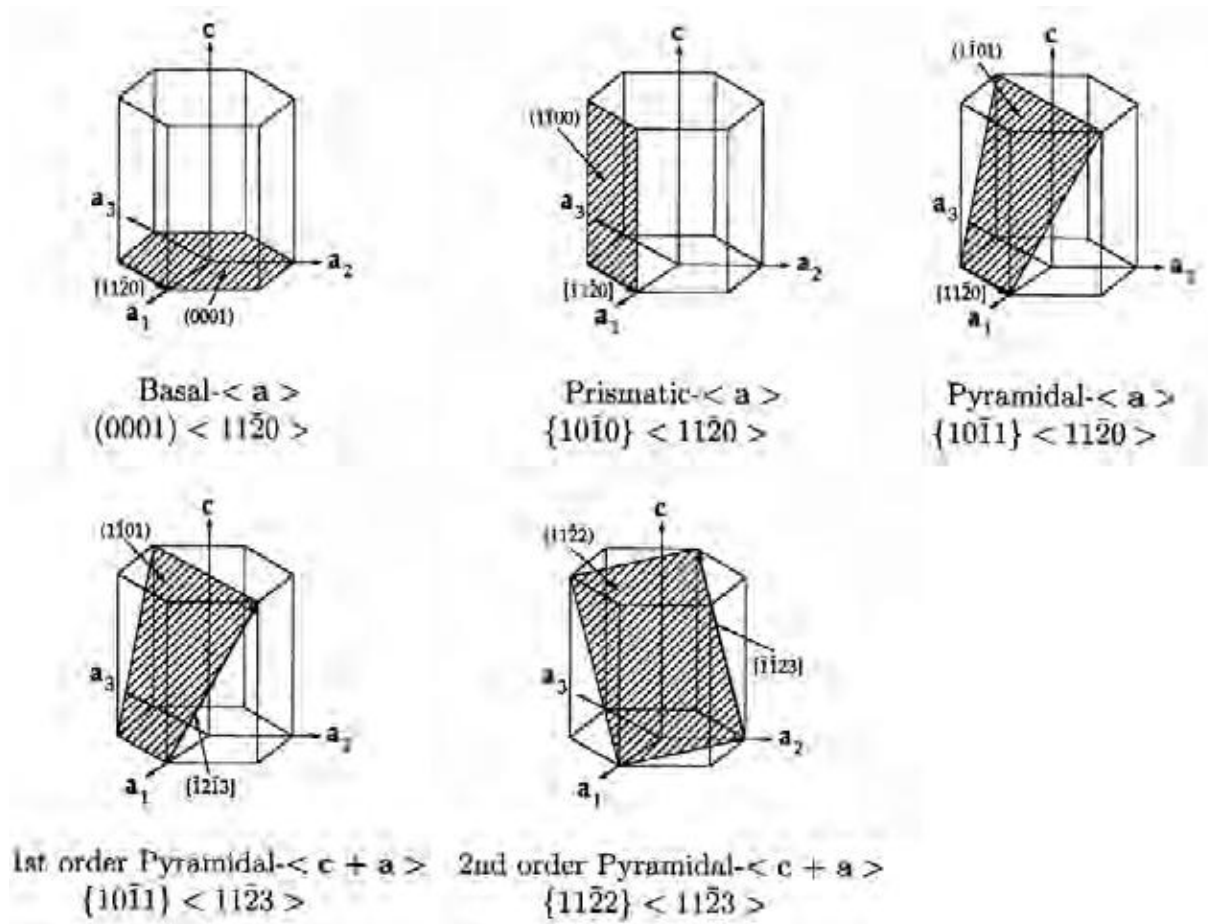


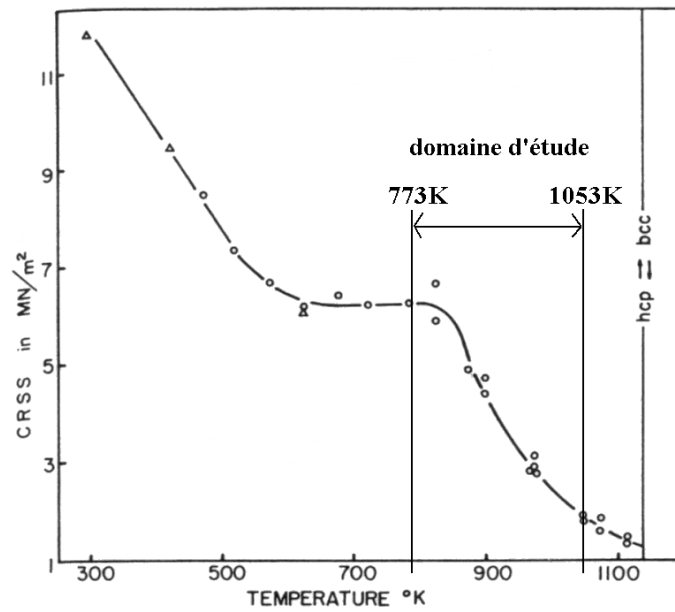
Figure I-9 : Différents modes de glissement observés dans les matériaux hexagonaux

### 1.2.1.b Glissement prismatique

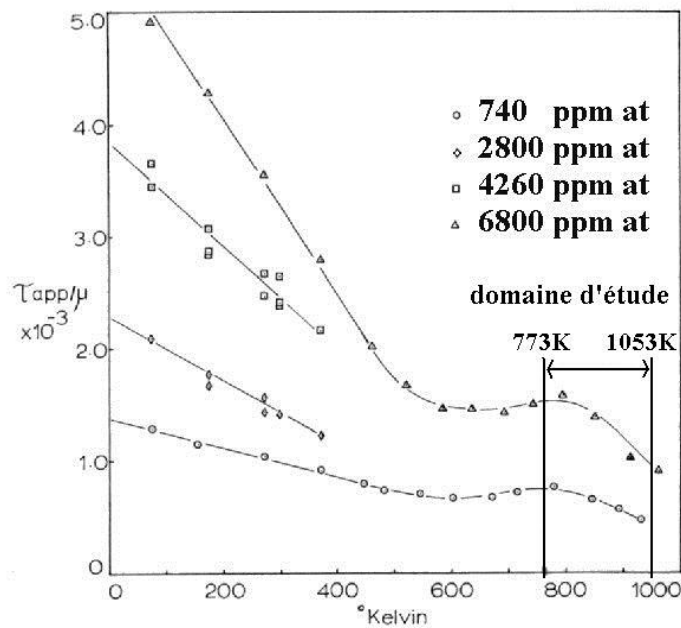
Vu que  $\frac{c}{a} < \sqrt{\frac{8}{3}}$  pour le zirconium, les plans denses sont les plans prismatiques, même dans ces plans, les atomes sont espacés irrégulièrement [Ten88, XG97].

La cission résolue critique  $\tau_{RC}$  est donc la plus faible pour le système prismatique. Akhtar [Akh75] a étudié la variation de cette quantité pour des monocristaux de zirconium  $\alpha$  dans une large gamme de température (figure I-10).

La cission résolue critique est sensible à la teneur en quelques éléments d'alliage, surtout à celle en oxygène. Son augmentation fait croître les valeurs de la  $\tau_{RC}$  [SH68] d'une part, et d'autre part modifie sa sensibilité à la température [MC68]. L'oxygène fait croître l'énergie de défaut d'empilement dans les plans prismatiques [AT71] et augmente ainsi la contrainte d'écoulement (figure I-11). A haute température, l'influence de l'oxygène est plus limitée car cet élément est alors davantage transparent aux dislocations [MC68].



**Figure I-10** : Évolution de la cission résolue critique du système prismatique en fonction de la température pour le zirconium pur [Akh75]



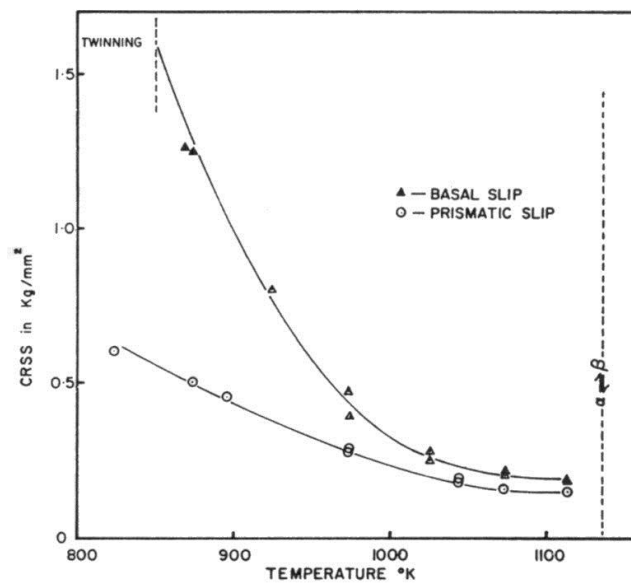
**Figure I-11** : Influence de la teneur en oxygène sur la contrainte d'écoulement ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ ) [MC68]

### 1.2.1.c Glissement basal

Le glissement basal est activé pour des températures bien supérieures à la température ambiante. Akhtar [Akh73a] a étudié le glissement basal entre 22°C et 840°C sur des

monocristaux de zirconium pur et montre qu'au delà de  $577^{\circ}\text{C}$ , celui-ci est activé pour une orientation défavorable au glissement prismatique (**figure I-12**). Pour les températures inférieures à  $577^{\circ}\text{C}$ , le glissement prismatique et le maclage constituent les modes de déformation privilégiés. Le glissement dans le plan de base aurait pour origine la recombinaison de dislocations partielles dissociées dans les plans prismatiques, suivie d'un glissement dévié.

Dans le haut domaine  $\alpha$  (températures peu inférieures à  $810^{\circ}\text{C}$ , seuil d'apparition de la phase  $\beta$ ), c'est-à-dire à des températures très utilisées pour la mise en forme, si le glissement prismatique présente encore la cission résolue critique la plus faible, la différence avec celle du glissement basal est réduite et, selon l'orientation du cristal, il est facile d'activer l'un plutôt que l'autre. Ces deux systèmes peuvent être considérés comme équivalents en termes de probabilité d'activation et peuvent donc jouer un grand rôle dans la déformation du Zircaloy-4.



**Figure I-12** : Évolution des cissions résolues critiques des systèmes prismatique et basal du zirconium pur en fonction de la température [Akh73a]

#### 1.2.1.d Glissement pyramidal

L'existence d'un mode de glissement dans une direction possédant une composante suivant l'axe  $\langle c \rangle$  a souvent été évoquée pour expliquer la forte ductilité du zirconium et du titane qui, avec les seuls systèmes glissant le long de  $\langle a \rangle$ , ne pourraient pas se déformer dans la direction  $\langle c \rangle$ . Il existe donc quelques études sur les systèmes de glissement pyramidaux de ces matériaux. Tenckhoff [Ten72] a étudié les dislocations de vecteurs de Burgers  $\langle c+a \rangle$

dans les monocristaux de zirconium  $\alpha$ . Il a montré l'existence de ce type de dislocations à différentes températures comprises entre 20 et 750°C. L'analyse des traces lui a permis de montrer que les plans de glissement pouvaient être soit  $\{11\bar{2}2\}$ , soit  $\{10\bar{1}1\}$ .

Akhtar a sollicité des monocristaux de zirconium en compression suivant l'axe  $\langle c \rangle$  entre 78 et 1100 K [Akh73b]. Il voit apparaître le glissement pyramidal  $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$  mais seulement pour des températures supérieures à 800 K (**figure I-13**).

Dans le même contexte, Numakura et al. [NMK91] ont étudié des polycristaux de zirconium déformés à température ambiante et ont réalisé des observations au microscope électronique en transmission. Ils ont observé très peu de macles et en ont déduit que la déformation était essentiellement due aux systèmes de glissement. Ils ont noté la présence de deux types de dislocation :

- des dislocations de vecteur de Burgers  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$  essentiellement vis,
- des dislocations, parallèles à la direction  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ , de vecteur de Burgers  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ , présentes dans les plans  $\{1\bar{1}01\}$ .

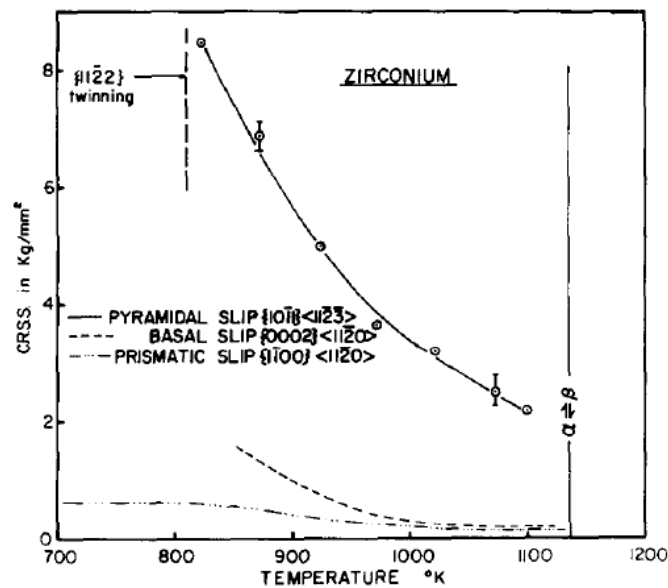
Ils ont donc mis en évidence le glissement  $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ , particulièrement intéressant pour la ductilité des matériaux hexagonaux.

Plus récemment, Pochettino et al. [PGEP92] ont observé le glissement pyramidal dans la direction  $\langle c+a \rangle$  dans le titane et les alliages de zirconium. Ils évoquent l'existence d'interactions entre dislocations de type  $\langle c+a \rangle$  et  $\langle a \rangle$ , qui pourraient générer de nouvelles possibilités de glissement pyramidal, et par conséquent entraîner une plus grande ductilité.

Si le glissement pyramidal de première espèce  $\langle c+a \rangle$  été observé de multiples fois dans le zirconium et le titane, l'observation expérimentale du glissement pyramidal de deuxième espèce est beaucoup plus rare. Nous pouvons signaler les travaux de Minonishi et al. [MMY82] qui ont mis en évidence le mode de glissement  $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$  dans le titane monocristallin sollicité en compression selon l'axe  $c$  entre 300 et 1100 K.

Signalons tout de même que le glissement pyramidal de deuxième espèce a été mis en évidence dans d'autres métaux hexagonaux. Stohr [Sto72] a montré que le glissement  $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$  est un mode de glissement secondaire actif dans le magnésium pour des températures inférieures à 150°C.

Le glissement de type pyramidal est un mode de déformation difficile à mettre en évidence mais il faut le prendre en considération, notamment aux hautes températures défavorables au maillage, et a fortiori si la composante de la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$  est importante. Le choix du plan de glissement (pyramidal de 1<sup>ère</sup> ou 2<sup>ème</sup> espèce) semble être relié au sens de la sollicitation appliquée (compression/traction suivant l'axe  $\langle c \rangle$  ). A haute température, ce mécanisme est finalement peu connu alors qu'il peut jouer un rôle important pour accommoder la déformation.



**Figure I-13** : Évolution des cissions résolues critiques des systèmes prismatique, basal et pyramidal  $\langle c+a \rangle$  de première espèce du zirconium pur en fonction de la température [Akh73b]

## I.2.2 Système de maillage

### I.2.2.a Définition du maillage

Le maillage est un mode de déformation fréquent dans les métaux de structure hexagonale, car il permet d'accroître le nombre de modes de déformation. Il s'agit d'un déplacement d'atomes du cristal et correspond d'un point de vue géométrique à un cisaillement pur.

Au cours du maillage, les atomes subissent une translation par cisaillement du réseau parallèlement au plan de macle et selon une direction de maillage. Les éléments du maillage peuvent être décrits à l'aide d'une sphère de référence (**figure I-14**). Durant le maillage, la moitié nord de la sphère de référence est déformée en un ellipsoïde de même volume. Cette

déformation s'accompagne d'un cisaillement homogène de la maille cristalline dans un plan perpendiculaire au plan équatorial. Le cisaillement laisse deux plans non déformés :

- Le plan  $K_1$ , plan équatorial, appelé plan de maclage et son intersection avec le plan de cisaillement donne la direction de maclage  $\eta_1$ ,
- Le plan  $K_2$  qui se transforme en plan  $K_2'$ , tout en conservant les angles et les distances entre atomes et l'intersection de ce plan avec le plan de cisaillement donne la seconde direction caractéristique  $\eta_2$ .

L'amplitude du cisaillement est donnée par :

$$S=2\cotg(2\phi) \quad \text{(I-2)}$$

$2\Phi$  étant l'angle entre les plans  $K_1$  et  $K_2$ .

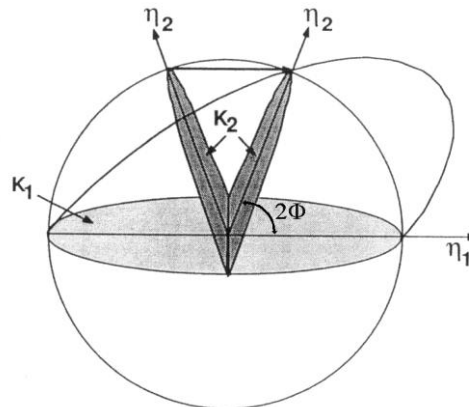


Figure I-14 : Principe du maclage

### I.2.2.b Les systèmes de maclage du zirconium

Les principaux systèmes du maclage du zirconium sont donnés dans le **tableau I-5**.

Sollicitation	Plan $K_1$	Direction $\eta_1$	Axe de rotation S	Angle de rotation
Traction	$(10\bar{1}2)$	$\langle \bar{1}011 \rangle$	$\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	$84,79^\circ$
Traction	$(11\bar{2}1)$	$\langle \bar{1}\bar{1}26 \rangle$	$\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$34,85^\circ$
Compression	$(11\bar{2}2)$	$\langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$	$\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$64,23^\circ$

Tableau I-5 : Systèmes de maclage de traction et de compression dans le zirconium

Kocks et al. [KW67] ont mis en évidence l'importance du maclage pour la ductilité des polycristaux de structure hexagonale. En effet, pour assurer la compatibilité de déformation entre les grains, il faut qu'existe un nombre suffisant de mode de déformation indépendants

(cinq d'après le critère de von Mises). Les deux systèmes de glissement les plus couramment observés dans les matériaux hexagonaux, basal et prismatique, constituent seulement quatre modes indépendants. Par conséquent, un glissement dans la direction  $\langle c+a \rangle$  est nécessaire et suffisant pour satisfaire un critère de von Mises basé uniquement sur le glissement. De nombreux auteurs ont suggéré que les systèmes de maclage étaient des modes de déformation possibles pour atteindre des conditions satisfaisantes de compatibilité de déformation.

Reed-Hill et al. [RBC65] ont réalisé des essais de traction à 77 K sur du zirconium  $\alpha$  polycristallin, orienté de manière défavorable pour le glissement. Leur but était de quantifier la part de déformation due au maclage. Ils ont montré que la contribution du maclage à 77 K est importante aux faibles déformations (elle peut atteindre 100%). Par contre, à température ambiante, le maclage n'entre en jeu que pour une faible fraction (15% maximum) de la déformation. Lorsque la déformation augmente, le rôle du maclage diminue et le glissement cristallographique devient le mécanisme prépondérant : la réorientation du réseau et la germination des dislocations de glissement dues au maclage étant responsable de ce changement de mode de déformation. Ces études ont permis de montrer que le maclage est d'autant plus favorisé que la vitesse de sollicitation est élevée et/ou que la température est faible.

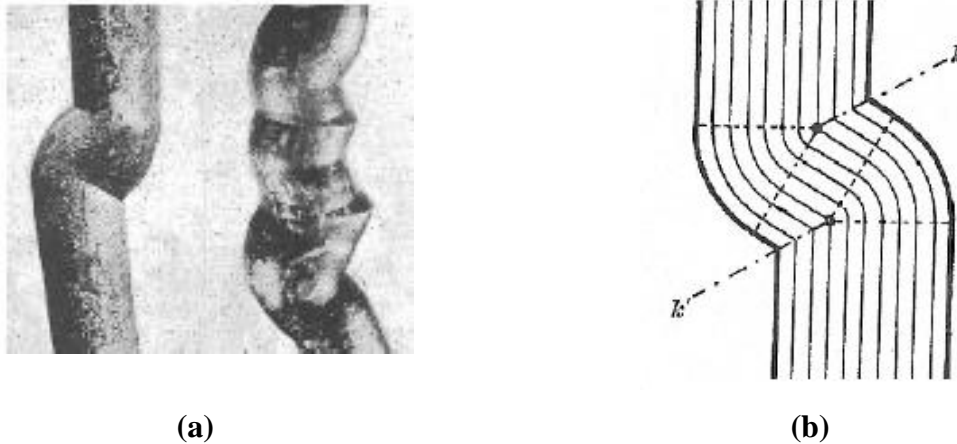
Dans le titane et le zirconium à température ambiante, le système  $\{10\bar{1}2\}$  est le plus fréquent [Cha04, FPE90], en raison du faible cisaillement qu'il implique et de la relative cohérence des interfaces. En effet, Chauvy [Cha04] a mis en évidence l'apparition des macles  $\{10\bar{1}2\}$  jusqu'à 550°C. Par contre, Vanderesse [Van08] en observe jusqu'à 750°C, en particulier dans les colonies des lamelles parallèles mal orientées par rapport à la direction de compression.

### 1.2.3 Bandes de pliage

Martin et al. [MR64] ont mis en évidence un mode de déformation autre que le glissement et le maclage sur du zirconium  $\alpha$  polycristallin sollicité en traction à 77, 300, 573 et 813 K et en compression à température ambiante : il s'agit des bandes de pliage (kink bands). La formation de ces bandes (**figure I-15**) est liée à une rotation du plan de base autour d'une direction  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  et à l'existence d'un réseau de dislocations coin dont le vecteur de Burgers est  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , la ligne de dislocation étant parallèle à une direction  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ . Leur analyse indique que le glissement basal est un mode de glissement secondaire important dans le



zirconium  $\alpha$  polycristallin, ce qui est confirmé par l'observation de traces de glissement en surface de l'échantillon. Il est à noter toutefois que ce type de bandes de pliage se produit préférentiellement dans les grains où le plan de base est fortement incliné par rapport à la direction de traction. De plus, à faible température, le maillage se produit plus facilement que le pliage; la tendance s'inverse à haute température.



**Figure I-15 :** a) photographie de bandes de pliage apparues sur un monocristal de zinc initialement cylindrique ; b) structure de la bande de pliage (les lignes parallèles sont des plans de glissement, les pointillés délimitent la région pliée par le glissement, les traits mixtes  $k$  et  $k'$  sont les plans de pliages) [Oro42]

### ***1.3 Globulisation de la microstructure du Zircaloy-4 trempé- $\beta$***

#### **1.3.1 Définition**

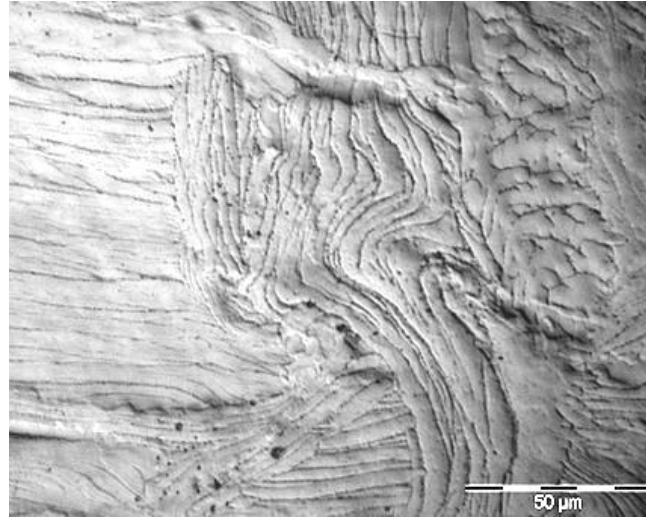
La globulisation désigne le processus qui transforme une microstructure lamellaire en une microstructure équiaxe par une série de traitements thermomécaniques. En effet, la gamme de fabrication des tubes de gainage des combustibles comporte plusieurs étapes de forgeage dans le domaine  $\alpha$  et  $\alpha + \beta$ , entrecoupés par des temps de recuits. L'évolution de la microstructure durant ces étapes est souvent difficile à caractériser.

#### **1.3.2 Hétérogénéités de déformation des colonies de lamelles parallèles**

##### ***1.3.2.a Le plissement microscopique***

Au cours de la compression à chaud, les colonies de lamelles parallèles présentent différents comportements en fonction de leurs orientations par rapport à la direction de compression (**figure 1-16**). Quand les lamelles sont parallèles à cette direction, un plissement

microscopique est observé. Sur les micrographies, il fait penser au flambage des poutres. Mais, il est important de dire d'entrée que c'est un phénomène plastique et nous l'appellerons par la suite plissement plutôt que flambage. Par contre, si les lamelles sont perpendiculaires à la direction de compression, elles semblent in affectées par la déformation.



**Figure I-16** : Plissement microscopique d'une colonie. Échantillon déformé à 750°C,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ ,  $\overline{\Delta\varepsilon} = 0,3$  (la direction de compression est verticale)

Le plissement microscopique est souvent observé dans les alliages de titane [BS02, WFEW86]. Plusieurs facteurs peuvent être à l'origine de ce phénomène. Etant donné que l'axe  $\langle c \rangle$  de la maille hexagonale est contenu dans le plan des lamelles [Van08, BS02], l'orientation de ce dernier par rapport à la direction de compression peut être à l'origine du phénomène. Une modélisation analytique du plissement d'une colonie de lamelles parallèles sous l'effet d'une compression unidirectionnelle, basée sur la minimisation de l'énergie potentielle totale du système au cours de la déformation en prenant en compte l'orientation de la colonie par rapport à la direction de compression, l'effet de bord (matrice environnante) et le frottement interlamellaire, réalisée par Ben Ammar [Amm09] et reprise par Darrieulat et al. [DA10], a montré que la tendance à l'instabilité du système (croissance d'un défaut critique) diminue avec l'angle d'inclinaison des lamelles par rapport à l'effort vertical. S'ajoute également une imperfection géométrique provoquée par le rapport hauteur/épaisseur des lamelles. De même, les effets de bords générés par la déformation des colonies adjacentes jouent un rôle non négligeable.

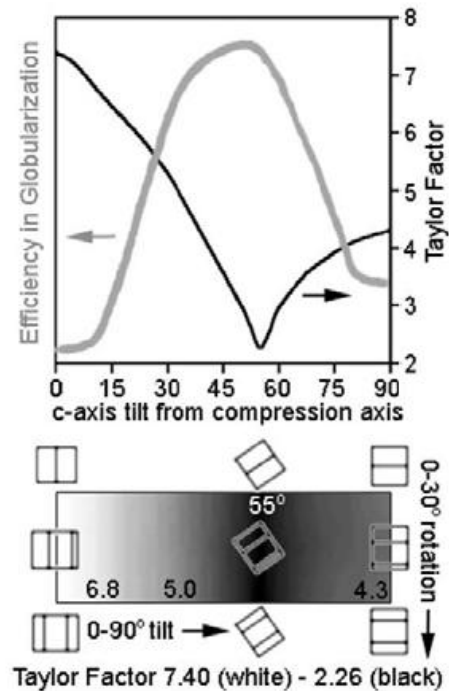
Au cours de la déformation, une localisation est souvent observée à l'intérieur des colonies pliées. Ces zones de localisation, de même que les zones inter-lamellaires, sont des

sites préférentiels pour la formation de cristallites. D'une façon générale, les zones de recristallisation sont distribuées de manière hétérogène. La poursuite de la déformation jusqu'au régime stationnaire mène à une structure équiaxe. Dans le Zircaloy-4, c'est une condition essentielle pour redistribuer les précipités intermétalliques et améliorer ainsi la tenue à la corrosion du produit.

L'effet de l'orientation cristalline des colonies des métaux hexagonaux par rapport à la direction de compression sur la fragmentation de la microstructure a été étudié par des nombreux auteurs. Bieler et al. [BS02] et Weiss et al. [WFEW86] ont étudié cet effet sur des échantillons polycristallins de TA6V. Ils distinguent deux phénomènes précurseurs à la localisation de la déformation, dont l'activation dépend de l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression. Le mécanisme le plus efficace correspond à l'activation conjointe des systèmes de glissement prismatique et basal, pour une inclinaison d'environ  $55^\circ$  (**figure 1-17**). Le second mécanisme intervient lorsque seuls les glissements prismatiques ou pyramidaux sont susceptibles d'être activés, c'est-à-dire pour des orientations plus dures, avec l'axe  $\langle c \rangle$  sensiblement parallèle ou perpendiculaire à l'axe de compression. Dans ces zones, des bandes de cisaillement macroscopiques peuvent se développer sous l'action de facteurs extrinsèques comme des zones de concentration de contraintes ou des hétérogénéités de la microstructure. Même s'il est difficile d'extrapoler les résultats obtenus sur le TA6V au Zircaloy-4 à cause de la nature très différente des interfaces entre lamelles (phase  $\beta$  au lieu des précipités) il est important de noter qu'il y a dans les deux des orientations nettement préférentielles pour lesquelles les lamelles plient plus facilement.

Le plissement microscopique évoque aussi le mécanisme de "pliage en genou" observé par Martin et al. [MR64] documenté précédemment. Cependant, Vanderesse [Van08] a montré que l'orientation cristalline le long des lamelles au cours du plissement varie peu, ce qui prouve que le plissement microscopique que nous observons n'est pas assimilable au pliage en genoux observé sur les monocristaux de zinc, même si la comparaison mérite d'être faite.

Dans l'ensemble, ces travaux mettent l'accent sur l'anisotropie mécanique intrinsèque aux matériaux lamellaires et à la maille hexagonale. Plus que d'autres métaux, le Zircaloy-4 est 'micro' hétérogène et 'macro' anisotrope.



**Figure I-17** : Effet de l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  des colonies par rapport à la direction de compression sur le rendement de globularisation dans un alliage de titane [BS02]

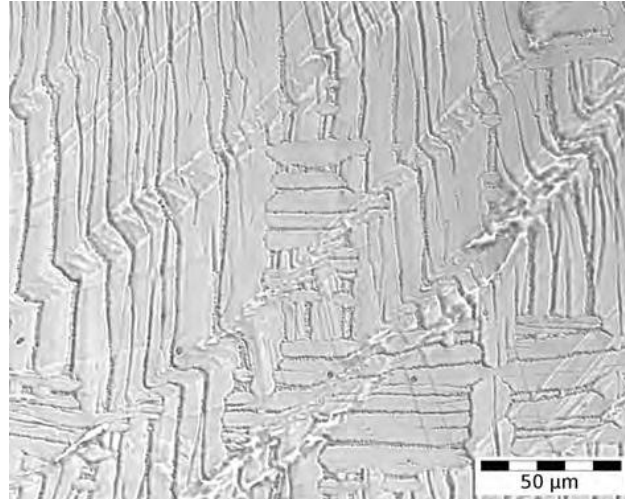
### ***1.3.2.b Les bandes de cisaillement***

Les bandes de cisaillement sont souvent observées à des températures de déformation élevées dans les colonies du Zircaloy-4, en particulier celles qui ont un axe  $\langle c \rangle$  proche de la direction de compression. Cette orientation ne favorise pas l'activation des systèmes de glissement basaux et prismatiques, laissant les systèmes pyramidaux accommoder la déformation plastique. Elles sont souvent observées dans les zones où le phénomène du plissement des lamelles se produit. Leurs origines restent largement méconnues dans les alliages de zirconium et de titane.

Dans les alliages d'aluminium, l'apparition des bandes de cisaillement, selon certains auteurs [Bro94, KRTS<sup>+</sup>84], est due à une forme de restauration dynamique donnant un assouplissement local (rotation des axes du réseau cristallin engendrée par le passage des dislocations): dans une structure contenant des dislocations bloquées, la restauration est hétérogène et donne lieu à une localisation en bandes. En effet, c'est l'instabilité de la structure des dislocations qui, suite à un changement du chemin de déformation locale, est à la base de la formation de bandes de cisaillement macroscopiques.

Vanderesse [Van08] et Gaudout [Gau09] ont mis en évidence leur rôle dans la fragmentation des colonies de lamelles parallèles du Zircaloy-4 (**figure 1-18**). Ces bandes ont typiquement 10 à 20  $\mu\text{m}$  en épaisseur et une centaine de micromètres en longueur. Au

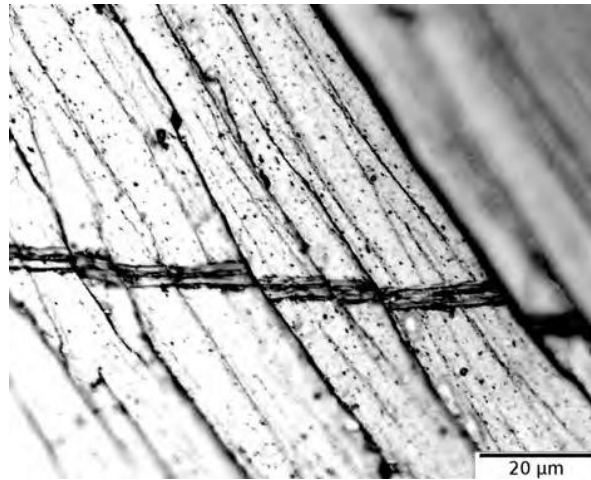
contraire des macles, celle-ci ne modifient pas l'alignement des précipités. Ce sont des zones de localisation de déformation et donc des sites préférentiels de formation des cristallites de taille sub-micronique [Van08].



**Figure I-18** : Bande de cisaillement observée dans le Zircaloy-4. Échantillon déformé à 750°C,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ ,  $\bar{\varepsilon} = 0,47$  (direction de compression verticale) [Van08]

### *I.3.2.c Cisaillement inter-lamellaire*

Crépin [Cré95] a montré l'activation préférentielle des plans prismatiques dans les zones inter-lamellaires dans le zirconium grade 702 déformé en traction uni-axiale à température ambiante. Ce comportement est attribué à l'affaiblissement local des propriétés mécaniques dû à l'appauvrissement en étain aux abords des lamelles. Vanderesse [Van08] a observé un comportement similaire dans le Zircaloy-4 déformé en compression uniaxiale à 750°C (**figure 1-19**). Des discontinuités sont visibles, qui correspondent à un phénomène de glissement inter-lamellaire.



**Figure I-19** : Cisaillement inter-lamellaire dans une colonie de Zircaloy-4. Échantillon déformé à 750°C,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ ,  $\bar{\varepsilon} = 0,3$  (direction de compression verticale) [Van08]

### I.3.3 Recristallisation dynamique

#### I.3.3.a Restauration dynamique

Dans un matériau métallique, on distingue deux modes d'adoucissement liés à l'évolution des structures de dislocations : la restauration et la recristallisation. La restauration se manifeste par un mouvement de dislocations conduisant à des annihilations ou recombinaisons diminuant l'énergie stockée de manière diffuse. La restauration dynamique (DRV : dynamic recovery) se produit le plus souvent à chaud, mais est aussi observable en mise en forme à froid. En effet, ce mécanisme dépend principalement de la mobilité des dislocations. Celle-ci est commandée par l'énergie de défaut d'empilement (SFE : *stacking fault energy*), qui conditionne leur dissociation en dislocations imparfaites. Or cette énergie dépend peu de la température.

La recristallisation dynamique peut se produire selon trois mécanismes plus ou moins distincts indiqués ci-dessous. La frontière entre eux n'est pas toujours très claire : on peut passer continûment d'un mécanisme à un autre [MON05, HH04].

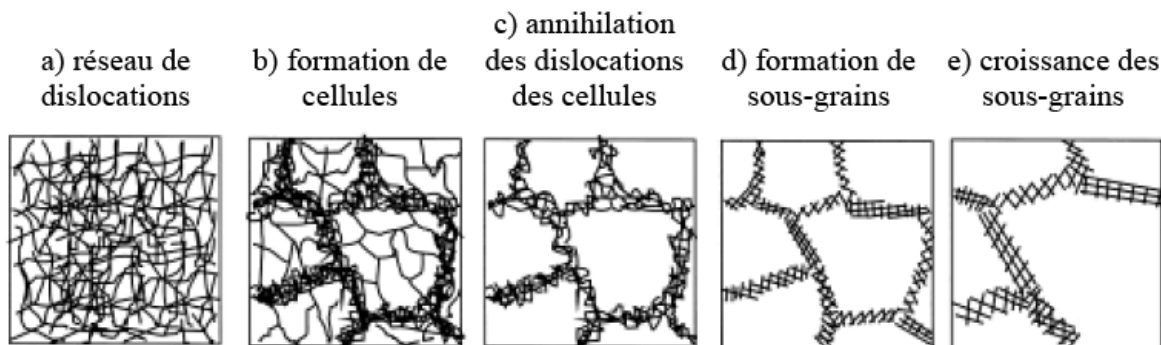
#### I.3.3.b Recristallisation dynamique discontinue (DDRX)

La recristallisation dynamique discontinue est observée au cours de la déformation à chaud des métaux présentant une faible énergie de défaut d'empilement, comme le Fe  $\gamma$ . Les dislocations étant peu mobiles, la restauration est peu active. L'énergie stockée par écrouissage est ainsi réduite durant la déformation par germination et croissance de nouveaux

grains à faible densité de dislocations. La germination a souvent lieu préférentiellement au niveau des joints de grains formant ainsi une structure typique en collier. La force motrice du mouvement des joints de grains est la différence de densité de dislocations de part et d'autre du joint et, dans une moindre mesure, sa courbure.

### *1.3.3.c Recristallisation dynamique continue (CDRX)*

Dans les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement (comme les alliages de zirconium), les dislocations sont faiblement dissociées, ce qui facilite leur réarrangement. La densité de dislocations diminue par restauration dynamique et les dislocations peuvent plus facilement s'organiser en parois qui progressivement deviennent des sous-joints (**figure I-20**). Ainsi, l'accumulation des dislocations aux sous-joints augmente progressivement la désorientation cristallographique de part et d'autre des sous-joints et de nouveaux grains se forment finalement à l'intérieur des grains initiaux, lorsque les désorientations ont atteint une valeur critique, généralement estimée entre 10 et 15° [GM03].



**Figure I-20** : Mécanisme de restauration dynamique décrite par Humphreys et al. [HH04]

### *1.3.3.d Recristallisation dynamique géométrique (GDRX)*

Ce troisième mécanisme de recristallisation dynamique consiste en une fragmentation des grains allongés par de grandes déformations. Des variations de forme par instabilité se forment aux joints de grains lors de la restauration dynamique. À mesure que la déformation allonge les grains, des pincements se produisent et séparent les grains en plusieurs grains [BKPE04].

### *1.3.3.e Recristallisation du Zircaloy-4*

Les alliages de zirconium possèdent une forte énergie de défaut d'empilement ce qui facilite la dissociation des dislocations au cours de la déformation à chaud et augmente ainsi

leur mobilité. Logé [Log99], Chauvy [Cha04] et Gaudout [Gau09] attribuent la fragmentation de la structure lamellaire du Zircaloy-4 à un mécanisme de type recristallisation dynamique continue pour des températures comprises entre 650 et 750°C et des vitesses de déformation allant jusqu'à 1s<sup>-1</sup>. Barrabes et al. [BKPE04] attribuent cette globularisation de la structure à un mécanisme de recristallisation dynamique géométrique uniquement dans la plage de température 400-800°C pour une vitesse de déformation de 5.10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>. Plus récemment Chauvy et al. [CBM06] indiquent que les deux mécanismes (GDRX et CDRX) sont en compétition dans la fragmentation des structures lamellaires du Zircaloy-4 en phase  $\alpha$ , la recristallisation géométrique étant favorisée, en torsion, par les températures élevées et une faible vitesse de déformation.

### I.3.4 Recristallisation métadynamique

Un matériau déformé à chaud présente une structure instable du point de vue thermodynamique. Cette instabilité vient de l'énergie stockée sous forme de dislocations et de sous-joints. Si ce matériau subit un traitement thermique après déformation, la microstructure évolue de manière à réduire cette énergie stockée. Un réarrangement de la sous-structure par migration des sous-joints mène à la formation de grains équiaxes, c'est la recristallisation statique. En fonction du temps de traitement, de la température, de la quantité de déformation et de la vitesse de déformation, ces grains équiaxes peuvent croître au détriment des grains voisins : c'est la phase de croissance. Tous ces mécanismes qui caractérisent l'évolution microstructurale au cours du traitement thermique après déformation constituent la recristallisation métadynamique ou postdynamique.

Logé [Log99], Chauvy [Cha04] et Gaudout [Gau09] mettent en évidence une forte tendance à la croissance ou recristallisation métadynamique (MDRX) des structures lamellaires partiellement recristallisées au cours de la déformation. Chauvy [Cha04] montre qu'un recuit à 750°C permet un réarrangement des joints de grains qui entraîne un grossissement des grains recristallisés. Par contre, un recuit à 650°C favorise le réarrangement de la sous-structure (sous-joints) par restauration statique d'une manière plus lente qui retarde la recristallisation statique et en particulier le processus de migration des joints, ce qui favorise l'affinement de la microstructure. De même, Gaudout [Gau09] observe une croissance très rapide des grains après traitement thermique à 750°C d'une microstructure initialement filée à chaud. Il attribue ceci au fait que la microstructure après déformation contient déjà des germes recristallisés qui ont tendance à croître au cours du recuit. Logé [Log99] observe la même tendance entre 700 et 800°C sur des ébauches filées, et il montre



que l'évolution de la microstructure au cours du recuit est sensible à la température et à la vitesse de déformation.

## **I.4 Textures de déformation et de recristallisation du Zircaloy-4**

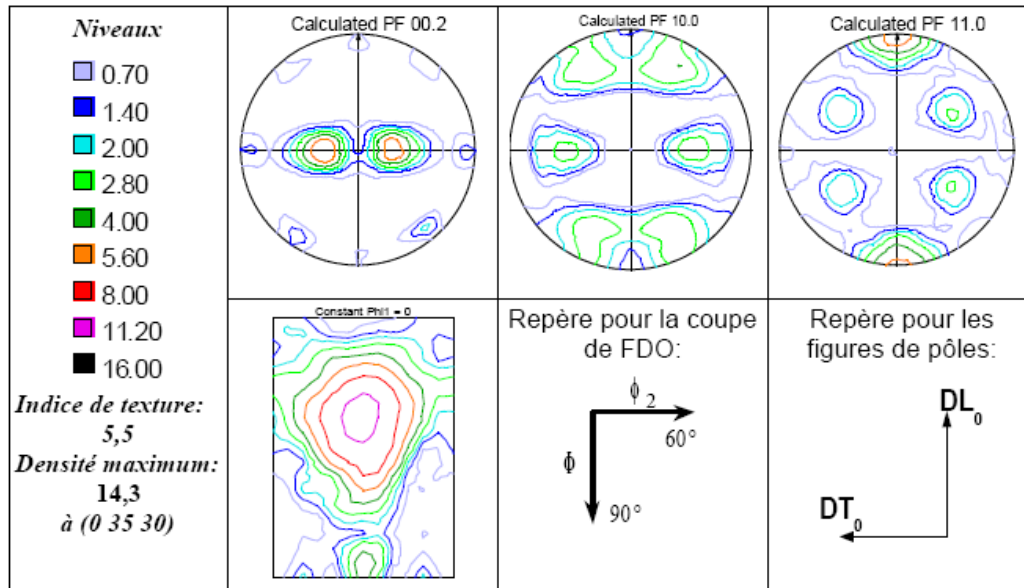
Plusieurs facteurs peuvent être à l'origine de la formation et de l'évolution de la texture au sein d'un matériau métallique. Dans la plupart des cas, celles-ci sont liées à la déformation et à la recristallisation statique ou dynamique. Mais dans le cas du Zircaloy-4, il faut prendre aussi en considération l'effet de la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$ .

### **I.4.1 Textures de déformation**

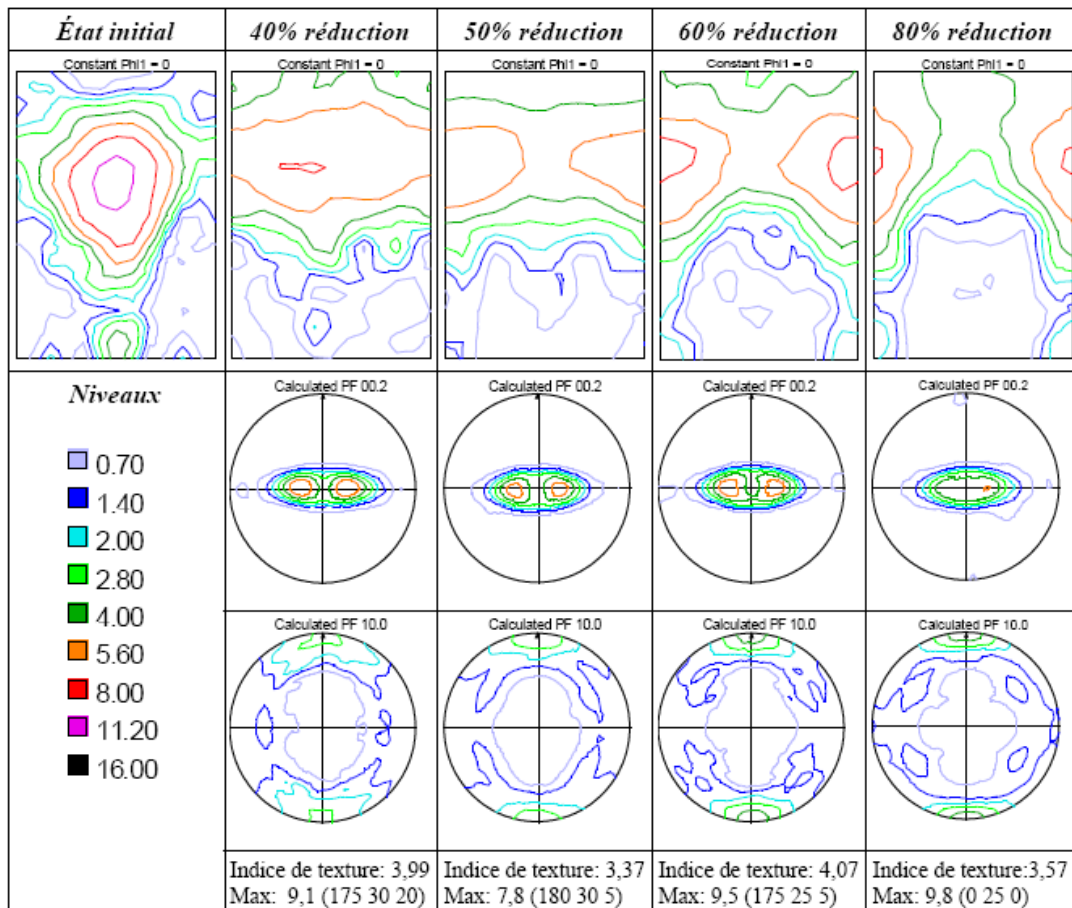
Les textures de déformation du zirconium et de ses alliages, notamment à chaud, ne sont pas très bien connues. Même en se limitant au domaine  $\alpha$ , la texture initiale joue un rôle important, car le zirconium présente une forte mémoire texturale.

Les textures de déformation à chaud sont variées. En effet, la composition chimique, la texture initiale, le chemin de déformation et les conditions d'essai sont autant de paramètres qui influencent la texture finale du matériau.

Gerspach [Ger07] a étudié l'évolution de la texture au cours de laminage à chaud du Zr702 pour différents taux de réduction. La **figure I-21** présente la texture initiale et finale du produit. Les résultats révèlent qu'au cours de laminage à chaud, le maximum des ODF se déplace de  $\{\varphi_1 = 0^\circ, \phi = 35^\circ, \varphi_2 = 30^\circ\}$  à  $\{\varphi_1 = 0^\circ, \phi = 30^\circ, \varphi_2 = 0^\circ\}$ , c'est-à-dire que les pôles  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  s'alignent avec la direction de laminage. Ce dernier s'opère par une rotation progressive des maxima autour des axes  $[0001]$ . La tendance des pôles  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  à s'aligner selon la direction de laminage a été également signalée par Philippe [Phi98] lors de laminage à froid du Zircaloy-4.



(a) Texture initiale



(b) finale

**Figure I-21 :** Évolution de la texture du Zr702 au cours de laminage simple pour différents taux de réduction (coupe en  $\phi_1 = 0$  de l'espace des orientations et figure de pôles  $\langle 0001 \rangle$  et  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ) [Ger07]

Chauvy [Cha04] a identifié deux cinétiques d'évolution de la texture d'une plaque initialement laminée à froid à laquelle il fait subir une compression à chaud. A 550°C et pour une vitesse de déformation de  $0,1s^{-1}$ , il a observé que les axes  $c$  des grains tendent à s'aligner avec la direction de compression dès le début de la déformation quelle que soit cette direction (DL, DT ou DN). Il a relié par la suite cette évolution rapide de la texture au maclage  $\{10\bar{1}2\}$   $\langle 10\bar{1}1 \rangle$  et à l'activation d'un ou plusieurs systèmes non prismatiques.

Par contre, à 750°C et pour la même vitesse de déformation, les axes  $\langle c \rangle$  s'alignent aussi avec la direction de compression, mais d'une manière plus lente. Il a attribué ce comportement au fait que le maclage ne joue plus de rôle important à cette température.

De même, Logé et al. [LSCP+00] ont montré l'influence de la microstructure, et en particulier la taille et la répartition des précipités, sur le contrôle de l'évolution de texture.

#### I.4.2 Textures de recristallisation statique

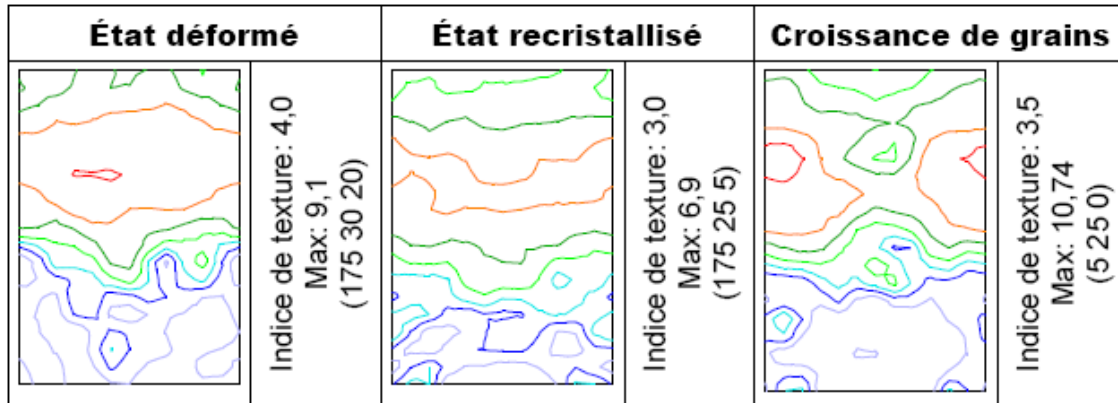
L'évolution de la texture dans les alliages de zirconium au cours d'un recuit après laminage à chaud est décrite dans la littérature comme une rotation de 30° autour de l'axe  $\langle c \rangle$  de la composante majoritaire  $\langle 10\bar{1}0 \rangle_{DL}$  à  $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{DL}$  [Dew04, Zhu06].

Gerspach [Ger07] a étudié l'influence du recuit après un laminage à chaud du Zr702 pour différents taux de réduction d'épaisseur. La **figure I-22** présente une texture développée au cours du recuit après des taux de réduction de 40% et de 80%. Pour caractériser cette texture, il a étudié deux états : « recristallisé » qui est défini par un traitement thermique très court de 600°C à 650°C et qui correspond à la disparition des dernières zones déformées et « grossissement de grains » qui est défini par un traitement thermique prolongé de 8h à 700°C après déformation. Il a conclu qu'à de faibles taux de réduction ( $\leq 40\%$ ), le changement de la texture se produit d'une manière très lente (majoritairement au cours de la recristallisation), voire ne se produit pas. Pour des taux de réduction supérieure (80%), il observe que la texture change peu durant la recristallisation primaire (avant le grossissement de grains), mais elle évolue durant la croissance de grains.

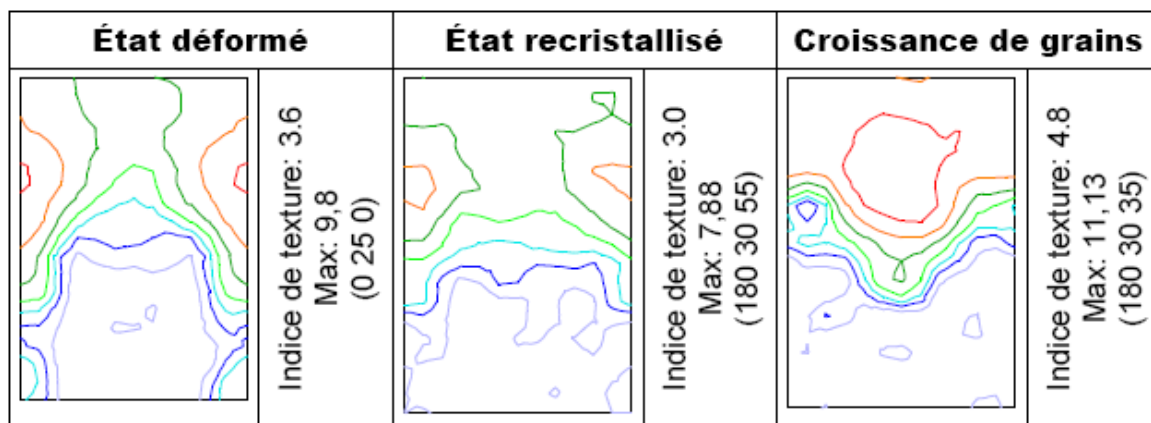
Dans le même contexte, Doherty [Doh97] observe trois types de comportement dans l'évolution de la texture au cours du recuit:

- la texture de déformation peut être retenue,
- la texture de déformation peut être très affaiblie, avec pour conséquence possible une texture de recristallisation plus ou moins aléatoire,

- une composante minoritaire de la texture de déformation peut croître préférentiellement au cours de grossissement de grains, entraînant une modification de la texture globale.



(a) 40%



(b) 80%

**Figure I-22** : Évolution de la texture au cours du recuit du Zr702 laminé à 40% et 80% de réduction d'épaisseur (coupe en  $\varphi_1 = 0$  de l'espace des orientations, niveau tels que définis dans la figure I-21) [Ger07]

### I.4.3 Textures de transformation $\beta \rightarrow \alpha$

Gey et al. [GHPC96, GGHC<sup>+</sup>02, GHGB04] ont étudié l'effet de la transformation de phase  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  sur l'évolution de la texture du Zircaloy-4 initialement extrudé en phase bêta puis en haut domaine alpha. Après la transformation, ils ont observé un renforcement de la texture qui présente beaucoup plus de pôles  $\langle c \rangle$  « relevés ». Ils ont conclu que la présence d'une texture en phase  $\beta$  avant la deuxième transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$  peut être à l'origine du renforcement de la texture  $\alpha$  en favorisant un processus de sélection de variants.

## 1.5 Techniques d'affinement de grains

### 1.5.1 Introduction

Depuis une dizaine d'année, l'obtention des matériaux à grain ultrafin fait l'objet de nombreuses études. Cette attitude s'explique par le fait qu'il s'agit du seul moyen d'améliorer à la fois la résistance mécanique et la ténacité.

Il existe de nombreuses méthodes pour affiner la microstructure d'un matériau, parmi les quelles les techniques d'hypercorroyage (SPD ou Severe Plastic Deformation) sont les plus utilisées car elles ne nécessitent pas d'équipements complexes et dans la majorité des cas, offrent la possibilité d'une transposition vers une grande échelle pour traiter des échantillons relativement massifs. Dans le cas du Zircaloy-4, l'utilisation de l'une de ces techniques peut améliorer la fragmentation de la microstructure lamellaire et minimiser ainsi l'hétérogénéité de la déformation, en particulier à l'intérieur des grandes colonies de lamelles parallèles mal orientées par rapport à la direction de compression.

### 1.5.2 Techniques d'hypercorroyage (Severe Plastic Deformation)

#### 1.5.2.a Extrusion coudée à Aires Egales (ECAE)

Cette technique, inventée par Segal en 1977 [Seg95], permet de déformer un lingot en le faisant passer dans un canal coudé, dont les deux couloirs sont de section identique. Cette dernière peut être carrée, rectangulaire ou circulaire. L'originalité de cette technique réside dans le fait qu'elle permet de déformer un échantillon par cisaillement simple au niveau du coude sans modifier la géométrie du lingot. Ainsi, plusieurs passes peuvent être effectuées permettant d'atteindre des déformations cumulées importantes [DR02, Seg95, LTME09].

En effet, la déformation équivalente appliquée au cours de la  $i$ -ème passe,  $\varepsilon_i$ , est une fonction de l'angle  $\varphi$  entre les deux couloirs, dit angle d'extrusion, et de l'angle de coude  $\psi$ , soit [IWHN<sup>+</sup>96] :

$$\varepsilon_i = \frac{p}{\sigma_0} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\varphi + \psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\varphi + \psi}{2} \right) \right] \quad (\text{I-3})$$

où  $p$  représente la pression exercée par le piston lors de l'extrusion du lingot et  $\sigma_0$  la contrainte d'écoulement du matériau. Les angles  $\varphi$  et  $\psi$  sont illustrés sur la **figure I-23**. L'angle  $\varphi$ , qui peut varier entre  $90^\circ$  et  $135^\circ$ , détermine la désorientation entre les plans et les

directions de cisaillement successifs. Lorsque  $\varphi = 90^\circ$ ,  $\varepsilon_i$  est proche de 1 quel que soit l'angle de coude  $\psi$ . La combinaison  $\varphi = 90^\circ$  et  $\psi = 0^\circ$  est souvent utilisée, ce qui donne une déformation équivalente de 1,15 à chaque passe. Ainsi, la déformation cumulée après N passes s'écrit :

$$\overline{\varepsilon}_N = N \cdot \varepsilon_i \quad (\text{I-4})$$

Ce procédé permet d'appliquer des chargements complexes et variés tout en conservant le volume de l'échantillon. Cependant, le nombre de passes cumulées en ECAE est limité par l'amorçage de fissures. Les valeurs maximales de N se situent autour de 8 [DR02, Seg95]

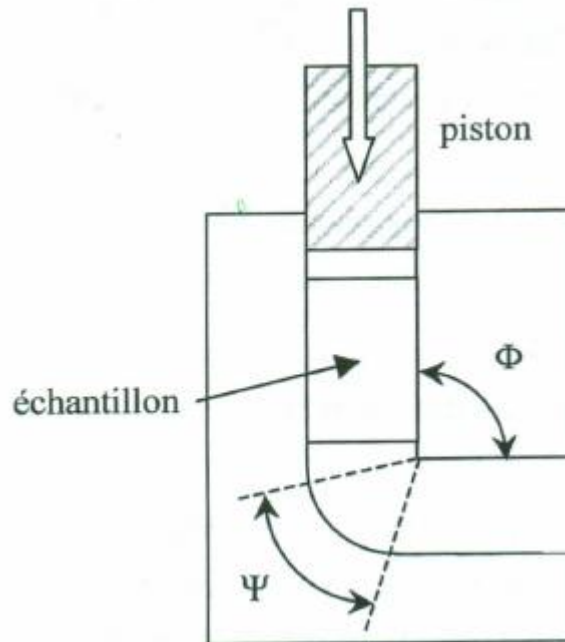


Figure I-23 : Schéma du procédé d'ECAE

### ***1.5.2.b High Pressure Torsion (HPT)***

Cette technique est appelée aussi « essai de Bridgman » d'après le nom de son inventeur. Il s'agit de la torsion et de la mise sous pression hydrostatique simultanées de disques minces (voir **figure I-24**). Le principe de fonctionnement est le suivant: un disque, ayant typiquement un diamètre de  $\sim 10\text{mm}$  et une épaisseur de  $\sim 1\text{mm}$ , est placé entre deux enclumes. Ensuite, une pression de 5 à 8 GPa est appliquée par l'outil supérieur en même temps que l'échantillon est déformé en torsion grâce à la rotation de l'outil inférieur. Un

cisaillement se produit ainsi à travers son épaisseur sous une pression quasi-hydrostatique. L'application d'une telle pression permet de limiter l'apparition des fissures même à des températures plus basses. Ainsi, il est possible d'effectuer de très grandes déformations, par exemple jusqu'à 10 tours (déformation équivalente de von Mises de 363 à la périphérie du disque) dans un échantillon de Fe Armco [VIRB96].

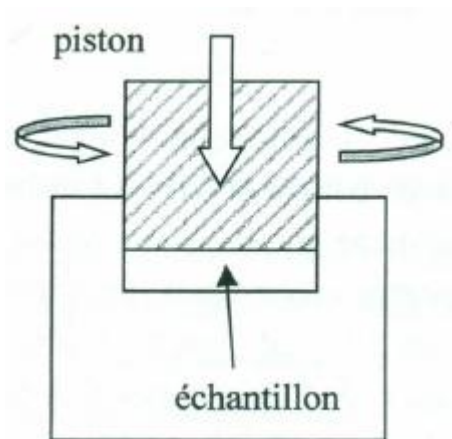
En négligeant la diminution de l'épaisseur de l'échantillon pendant la déformation, on peut écrire [VIRB96]:

$$\gamma = \frac{2\pi RN}{L} \quad (\text{I-5})$$

où  $\gamma$  correspond au cisaillement à la périphérie d'un échantillon de rayon R et d'épaisseur L après N tours. La déformation équivalente de von Mises s'écrit :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad (\text{I-6})$$

Le procédé HPT est sans doute le meilleur moyen pour affiner la taille des grains. Cependant, il présente un inconvénient majeur : les dimensions des échantillons sont extrêmement petites, donc difficilement envisageable à l'échelle industrielle où les échantillons sont plus massifs.



**Figure I-24** : Schéma du montage « High pressure torsion » HPT

### ***1.5.2.c Accumulative Roll-Bonding (ARB)***

Le laminage est un procédé efficace pour la production des tôles en grande quantité. Il est utilisé depuis longtemps pour affiner la structure brute de coulée dans de nombreux métaux, et permet en même temps d'augmenter leur limite d'élasticité et leur dureté.

Cependant, la forte diminution de l'épaisseur des tôles ne permet pas d'effectuer de grandes déformations ( $\gg 1$ ) pour créer des structure ultrafines. C'est dans cette perspective que Saito et al. [STUS<sup>+</sup>98] ont inventé l'ARB (« Accumulative Roll-Bonding »), une procédure de laminage « multi-passes » qui permet de conserver l'épaisseur initiale des tôles. Ce procédé est documenté dans la **figure I-25**.

Une tôle de métal avec une épaisseur proche du millimètre est placée au dessus d'une autre tôle de même dimension. Les deux surfaces qui entrent en contact ont été préalablement traitées (dégraissage et brossage métallique). Les deux tôles sont laminées ensemble jusqu'à atteindre l'épaisseur de la tôle initiale (réduction de 50%). L'opération de laminage provoque l'adhésion des tôles et l'ensemble peut ensuite être redécoupé en deux parties égales. L'opération est alors répétée. La température est choisie pour que les forces appliquées ne soient pas trop élevées tout en évitant la recristallisation du matériau.

Si à chaque passe, la réduction est de 50%, le nombre de « couches d'adhésion » sera  $2^n$  après  $n$  passes. Une tôle qui a une épaisseur initiale de  $t_0$  aura donc une épaisseur finale  $t$  avec :

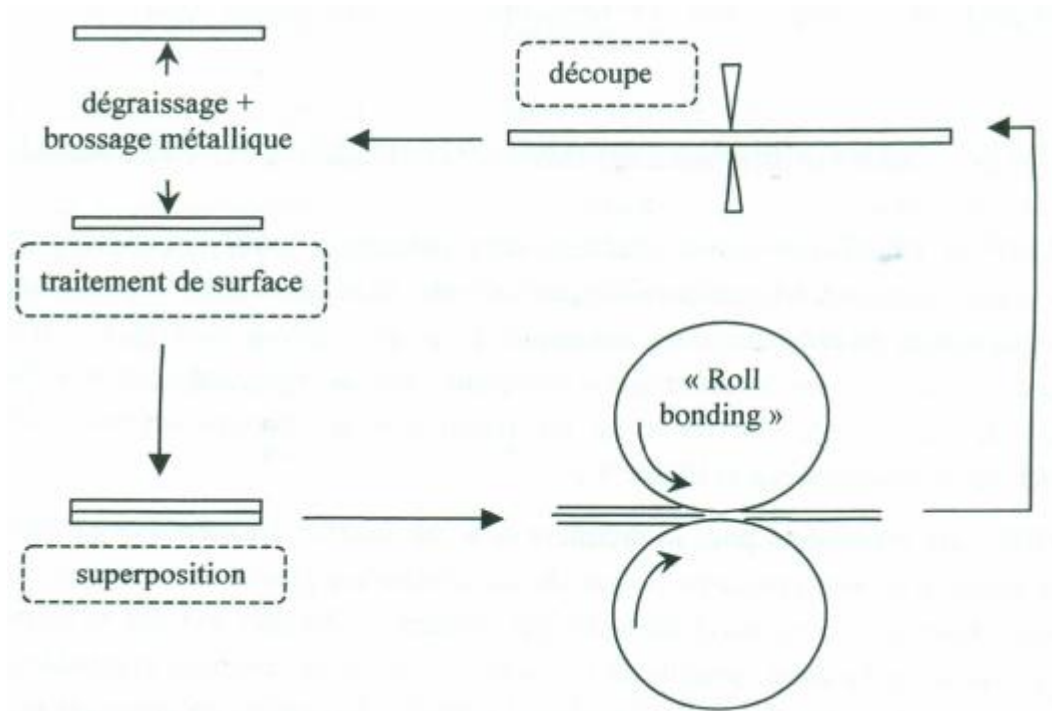
$$t = \frac{t_0}{2^n} \quad (\text{I-7})$$

La déformation équivalente (cumulée) de von Mises, s'écrit :

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln(2) \cdot n \approx 0,8n \quad (\text{I-8})$$

L'équipe de Saito [STUS<sup>+</sup>98] parvient à réaliser 7 passes et obtient finalement une tôle d'épaisseur 1 mm composée de couches de 0,78  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, ce qui correspond à une déformation équivalente cumulée d'environ 5,6. De plus, le frottement dû au laminage provoque un cisaillement important au niveau de la surface de la tôle. Ces zones cisailées se retrouvent après découpe au cœur du matériau et la déformation finale est donc supérieure à celle donnée par l'équation (I-8). Les grains obtenus sont très fins, de l'ordre de la distance entre deux interfaces (1 $\mu\text{m}$ ), mais l'ARB a deux inconvénients: non seulement les tôles obtenues restent très fines mais le procédé crée aussi de nouvelles interfaces qui s'accompagnent d'une apparition d'oxydes au cœur du matériau.





**Figure I-25** : Schéma du procédé « Accumulative Roll Bonding » ARB

#### ***1.5.2.d Compression multiaxiale***

Le principe consiste à comprimer un échantillon de forme parallélépipédique entre deux tas plats en alternant régulièrement la direction de compression. On impose ainsi au matériau une déformation totale proche de la somme des déformations obtenues pour chaque compression prise séparément. Le changement de direction permet d'atteindre des déformations cumulées bien supérieures à celles possibles en déformation uniaxiale simple. En effet, alterner la compression suivant les trois directions de l'espace permet de conserver la forme initiale de l'échantillon. Ceci est très intéressant par rapport à la compression uniaxiale où la déformation maximale est limitée par le changement de forme de l'éprouvette.

L'idée servant de base à la technique du forgeage multiaxial date depuis la découverte du métal. En effet, l'homme s'est rendu compte qu'en le martelant à chaud, il pouvait en améliorer les propriétés et le mettre en forme. Cependant, ce n'est qu'en 1982 que Armstrong et al. [AHS82] ont étudié le comportement mécanique d'un alliage d'aluminium au cours de la compression multiaxiale. Récemment, l'équipe de Sakai a mis en avant le potentiel de cette technique en tant que méthode d'affinement de la taille des grains dans divers matériaux tels que les aciers inoxydables austénitiques 304 [BSMK00, BTMS03], le cuivre [BGMS98, BSMT01] et un alliage d'aluminium 7045 [KSGS03, SSGM04]. D'autres auteurs ont étendu l'étude de la compression multiaxiale à divers matériaux tels que du titane de pureté

commerciale et un alliage de titane Ti-64 [SGZM<sup>+</sup>04], des alliages d'aluminium AA3103 (Al-1%Mn) et Al-Mg-Sc(Zr) [DRD06, Rin06, RPDD06] et plus récemment à des alliages ferritiques dopés de manière contrôlée en carbone et en niobium, Fe-C et Fe-Nb [Lim08, LWDM07].

La technique de forgeage multiaxiale permet d'affiner considérablement la taille de grains de certains matériaux. En effet, le degré d'affinement des grains dépend fortement de la température de déformation [Ring06] et de type du matériau. Cette technique ne demande pas d'outil particulier mais l'essai est très long. En effet, après chaque passe à chaud, l'échantillon doit être trempé pour pouvoir être retourné avant le chargement suivant. Dans la plupart des cas, il est également redécoupé.

## ***1.6 Modélisation micromécanique du comportement du monocristal***

### **1.6.1 Historique**

Le calcul de la réponse élasto-plastique, d'une façon incrémentale, des monocristaux à une sollicitation mécanique doit beaucoup aux travaux de Hill [Hil66]. Ils ont fourni les bases théoriques de la modélisation en partant de l'effet des glissements cristallographiques. Parmi les développements qui ont suivi, Asaro et al. [AR77] ont donné au cadre incrémental de Hill une forme plus précise en se basant sur la caractérisation physique du glissement cristallographique. La décomposition multiplicative du gradient de transformation, due à Lee [Lee69], a aussi été expliquée d'une manière physiquement plus fondée. La notion clef est celle de configuration intermédiaire (**figure I-26**), considérée comme entièrement déterminée par la cinématique du glissement. En se basant sur ces travaux et en utilisant une mesure appropriée du taux de cission résolue, Asaro [Asa83b] et Peirce et al. [PAN82] ont réécrit les formes incrémentales dans un cadre général de comportement élasto-plastique en grandes déformations qui s'adapte bien aux approches numériques.

### **1.6.2 Cinématique du monocristal**

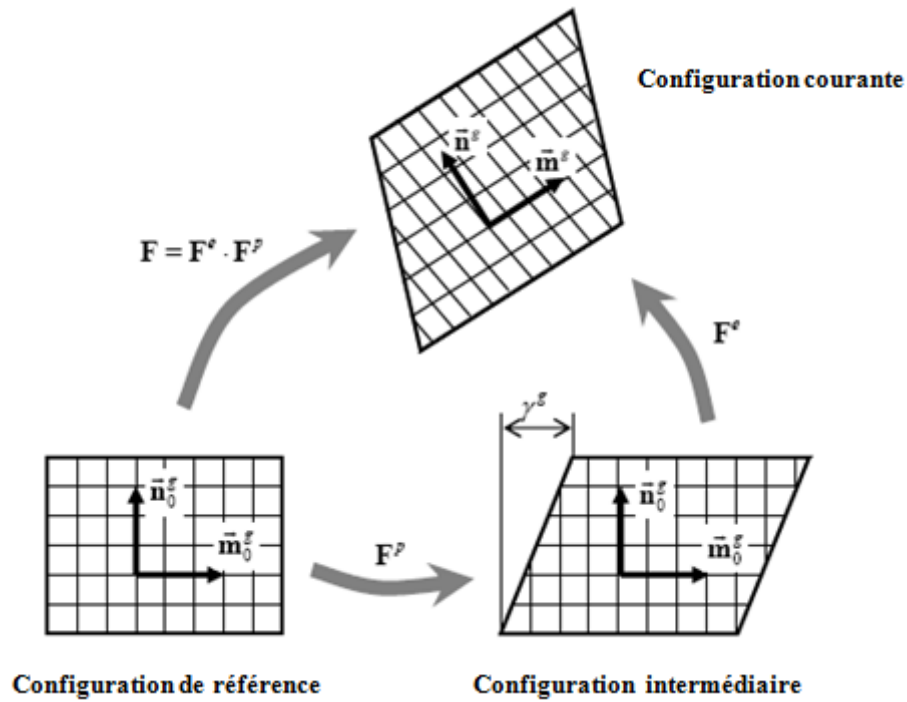
Ces formalismes se basent sur la décomposition multiplicative du tenseur gradient de transformation  $F$ , explicité par Rice [Ric71] et Asaro et al. [AR77], et qui s'écrit :

$$F = F^e \cdot F^p \quad (\text{I-9})$$

Dans cette décomposition, la partie plastique du gradient de transformation  $F^p$  décrit l'écoulement plastique par cisaillement le long des différents systèmes de glissement du cristal, tandis que la partie élastique  $F^e$  décrit la distorsion élastique du réseau et la rotation de corps rigide du cristal.

La transformation décrite par  $F^p$  définit la transformation intermédiaire, celle dans laquelle le réseau cristallin n'a subi ni déformation élastique ni rotation. A partir de cet état intermédiaire, et pour atteindre la configuration courante dans laquelle les efforts sont ordinairement mesurés (**figure I-26**), le tenseur gradient des vitesses de déformation s'écrit :

$$L = \dot{F} \cdot F^{-1} = \dot{F}^e \cdot F^{e-1} + F^e \cdot (\dot{F}^p \cdot F^{p-1}) \cdot F^{e-1} \quad (\text{I-10})$$



**Figure I-26 :** Représentation de la décomposition multiplicative du gradient de transformation

En séparant la partie symétrique de la partie antisymétrique, le tenseur gradient des vitesses de déformation plastique peut s'écrire dans la configuration courante sous la forme:

$$F^e \cdot (\dot{F}^p \cdot F^{p-1}) \cdot F^{e-1} = D^p + \Omega^p = \sum_{\alpha} \dot{\gamma}^{(\alpha)} \vec{m}^{(\alpha)} \otimes \vec{n}^{(\alpha)} \quad (\text{I-11})$$

où  $\vec{m}^{(\alpha)}$  est le vecteur unitaire situé dans la direction de glissement du plan de glissement  $\alpha$  ayant pour normale unitaire  $\vec{n}^{(\alpha)}$  ;  $\dot{\gamma}^{(\alpha)}$  est la vitesse de cisaillement associée.  $D^p$  et  $\Omega^p$  sont respectivement le taux de déformation plastique et le taux de rotation dit ‘spin’ plastique. De la même manière,  $\dot{F}^e \cdot F^{e-1}$  peut être décomposée en sa partie symétrique  $D^e$  et antisymétrique  $\Omega^e$ :

$$\dot{F}^e \cdot F^{e-1} = D^e + \Omega^e \quad (\text{I-12})$$

De sorte que :

$$L = D + \Omega \quad , \quad D = D^e + D^p \quad , \quad \Omega = \Omega^e + \Omega^p \quad (\text{I-13})$$

où  $D$  et  $\Omega$  représentent, respectivement, la partie symétrique et antisymétrique de  $L$ . Dans la formule ci-dessus, les taux de déformation plastique  $D^p$  et de rotation plastique  $\Omega^p$  sont complètement définis par la connaissance des vitesses de glissement sur l’ensemble des systèmes actifs et font intervenir les tenseurs de Schmid  $R^{(\alpha)}$  et  $S^{(\alpha)}$ , définis comme la partie symétrique et antisymétrique, respectivement, du tenseur  $\vec{m}^{(\alpha)} \otimes \vec{n}^{(\alpha)}$ . Ils s’écrivent donc sous la forme suivante :

$$D^p = \sum_{\alpha} \dot{\gamma}^{(\alpha)} R^{(\alpha)} \quad , \quad \Omega^p = \sum_{\alpha} \dot{\gamma}^{(\alpha)} S^{(\alpha)} \quad (\text{I-14})$$

### 1.6.3 Loi de comportement

La loi de comportement, qui relie la contrainte à la déformation, est décrite en vitesse dans ces modèles. En grandes déformations, il est recommandé d’exprimer les taux de contraintes dans des repères ‘objectifs’ locaux, c’est-à-dire, en pratique, dans des repères qui tournent avec l’élément matériel du corps déformé. Une possibilité est d’utiliser le repère corotationnel associé au taux de rotation  $\Omega$ , qui conduit à la dérivée objective de Jaumann. Un autre choix est suggéré par la décomposition polaire :  $F = V \cdot R$ , où  $R$  est le tenseur de rotation, lequel résulte en la dérivée conventionnelle de Green–Naghdi. L’objectif commun de toutes ces dérivées est de garantir l’indifférence matérielle par l’élimination des rotations qui ne contribuent pas à la réponse du matériau.

Ainsi, si l'on désigne par  $\sigma$  le tenseur des contraintes de Cauchy et  $\tau = J\sigma$  le tenseur des contraintes de Kirchhoff où  $J = \det F$  est le jacobien de la transformation, Hill [Hil66] et Asaro [Asa79], utilisent pour décrire la réponse élastique locale des taux de contrainte corotationnels à la distorsion élastique du réseau. Cette dérivée objective particulière s'écrit comme suit pour la contrainte de Kirchhoff :

$$\overset{\nabla}{\tau} = \dot{\tau} - \Omega^e \cdot \tau + \tau \cdot \Omega^e \quad (\text{I-15})$$

où  $\Omega^e$  est défini par les équations (I-9) à (I-12).

La variation de la contrainte locale s'écrit alors sous la forme :

$$\overset{\nabla}{\tau} = \underline{\underline{C}} : D^e \quad (\text{I-16})$$

où  $\underline{\underline{C}}$  représente le tenseur d'ordre quatre des modules d'élasticité. Asaro et al. [AN85] ont observé que la relation (I-16) peut être vue comme l'approximation d'une réponse hyperélastique si la raideur représentée par le tenseur  $\underline{\underline{C}}$  est grande comparée à celle des composantes des contraintes. En combinant la relation entre les taux des contraintes de Kirchhoff et de Cauchy ( $\dot{\tau} = J\dot{\sigma} + \dot{J}\sigma = J(\dot{\sigma} + \sigma \text{tr}(D))$ ) avec l'équation (I-15), on obtient :

$$\overset{\nabla}{\tau} = J(\dot{\sigma} + \sigma \text{tr}(D)) - \Omega^e \cdot \tau + \tau \cdot \Omega^e = J(\overset{\nabla}{\sigma} + \sigma \text{tr}(D)) \quad (\text{I-17})$$

Dans le cadre d'une approche lagrangienne actualisée (*i.e.*,  $F = 1$ ,  $J = 1$ ) qui sera adoptée dans la suite, les relations entre les contraintes et leurs taux deviennent :  $\tau = \sigma$  et  $\dot{\tau} = \dot{\sigma} + \sigma \text{tr}(D)$ , ce qui permet de d'écrire la relation (I-16) de la manière suivante :

$$\overset{\nabla}{\sigma} + \sigma \text{tr}(D) = \underline{\underline{C}} : D^e \quad (\text{I-18})$$

Cette relation, remarquable de simplicité, donne le taux de contrainte  $\overset{\nabla}{\sigma}$  (dérivée temporelle de la contrainte de Cauchy  $\sigma$  calculée dans les axes du réseau cristallin) en fonction de  $\sigma$ , de la trace de la déformation (entièrement due à la composante élastique de la déformation

puisque la déformation plastique se fait à volume constant) et du tenseur  $\underline{\underline{c}}$ , tenseur d'ordre 4 caractéristique du cristal considéré.

Pour déterminer les vitesses de glissement  $\dot{\gamma}^{(\alpha)}$  sur les plans cristallographiques, il est nécessaire de définir une règle d'écoulement plastique [BH51a, BH51b]. Un modèle simple donné par la loi de Schmid résulte en une règle de normalité [Hil66]. En effet, la cission résolue  $\tau^{(\alpha)}$ , pour un système de glissement  $\alpha$  donné, est défini comme la projection de la contrainte de Cauchy sur le tenseur de Schmid  $R^{(\alpha)}$  associé à ce système :

$$\tau^{(\alpha)} = \sigma : R^{(\alpha)} = (\sigma \cdot \vec{n}^{(\alpha)}) \cdot \vec{m}^{(\alpha)} \quad (\text{I-19})$$

Elle apparaît alors comme une force thermodynamique qui doit dépasser un certain seuil de résistance au glissement pour que les densités de dislocations associées puissent bouger. La variable seuil pour chaque système de glissement représente la contrainte d'écoulement courante, appelée cission résolue critique  $\tau_c^{(\alpha)}$ , dont la loi d'évolution traduit les règles d'écroutissage.

#### I.6.4 Prise en compte de l'évolution de l'orientation cristalline

En transformations finies, la dérivée de la cission résolue définie par la formule (I-19) fait intervenir celle des vecteurs (tenseurs) de Schmid, lesquels sont attachés au réseau cristallographique. Il convient donc de préciser la loi d'évolution de celui-ci. Il est à remarquer au passage que lors de la définition de la cinématique de glissement à travers la décomposition multiplicative, nous avons distingué la configuration intermédiaire relâchée et la configuration courante. Les vecteurs de Schmid sont alors notés  $(\vec{m}_0^{(\alpha)}, \vec{n}_0^{(\alpha)})$  dans l'état de référence et constituent des couples de vecteurs orthogonaux et unitaires, alors qu'ils sont désignés par  $(\vec{m}^{(\alpha)}, \vec{n}^{(\alpha)})$  dans la configuration déformée (**figure I-26**). Dans la plupart des références citées, ces vecteurs sont convectés avec le réseau cristallin de la façon suivante :  $\vec{m}^{(\alpha)} = F^e \cdot \vec{m}_0^{(\alpha)}$  (car ce vecteur est dans la direction de glissement et est considéré lié au réseau), et  $\vec{n}^{(\alpha)} = \vec{n}_0^{(\alpha)} \cdot F^{e-1}$  (car normal au plan de glissement, et analysé comme un vecteur de base réciproque). Il vient donc que ces vecteurs subissent une rotation et une élongation (ou une contraction) élastique, tout en restant

orthogonaux ( $\vec{n}^{(\alpha)} \cdot \vec{m}^{(\alpha)} = \vec{n}_0^{(\alpha)} \cdot \vec{m}_0^{(\alpha)} = 0$ ), mais pas nécessairement unitaires. Ceci permet d'écrire de façon équivalente  $\dot{F}^p \cdot F^{p-1} = \sum_{\alpha} \dot{\gamma}^{(\alpha)} \vec{m}_0^{(\alpha)} \otimes \vec{n}_0^{(\alpha)}$  dans la configuration intermédiaire et  $F^e \cdot (\dot{F}^p \cdot F^{p-1}) \cdot F^{e-1} = D^p + \Omega^p = \sum_{\alpha} \dot{\gamma}^{(\alpha)} \vec{m}^{(\alpha)} \otimes \vec{n}^{(\alpha)}$  dans la configuration courante. Dans Asaro et al. [AR77], plusieurs relations d'évolution pour les vecteurs de Schmid ont été considérées et discutées. Ainsi, Peirce et al. [PAN82], Peirce [Pei83] et Asaro [Asa83a] ont adopté une loi d'évolution des vecteurs de Schmid dans la configuration déformée, prenant en compte la distorsion élastique du réseau  $D^e$  et le taux de rotation  $\Omega^e$ . Cette loi s'écrit sous la forme :

$$\dot{\vec{m}}^{(\alpha)} = (\Omega^e + D^e) \cdot \vec{m}^{(\alpha)} \quad , \quad \dot{\vec{n}}^{(\alpha)} = -\vec{n}^{(\alpha)} \cdot (\Omega^e + D^e) \quad (\text{I-20})$$

Ceci permet de prendre en compte l'évolution de l'orientation du monocristal au cours de la déformation et conduit à écrire le taux de cission résolue sous la forme :

$$\dot{\tau}^{(\alpha)} = \sigma : R^{(\alpha)} = \vec{m}^{(\alpha)} \cdot \dot{\sigma} \cdot \vec{n}^{(\alpha)} + \dot{\vec{m}}^{(\alpha)} \cdot \sigma \cdot \vec{n}^{(\alpha)} + \vec{m}^{(\alpha)} \cdot \sigma \cdot \dot{\vec{n}}^{(\alpha)} = \vec{m}^{(\alpha)} \cdot \dot{\sigma} \cdot \vec{n}^{(\alpha)} \quad (\text{I-21})$$

### 1.6.5 Prise en compte de l'écrouissage

Il reste maintenant à expliciter deux points importants: les lois d'évolution de l'écrouissage et la méthode de sélection des systèmes de glissement actifs.

Pour le deuxième point, Franciosi et al. [FZ91] proposent un critère énergétique pour la sélection des systèmes actifs. D'un point de vue numérique, ces critères sont très coûteux en temps de calcul. Par contre, les temps de calcul dans les approches visco-plastiques sont bien plus faibles, puisqu'une loi de type puissance donne en général directement la vitesse de glissement en fonction de la cission résolue du système considéré et les systèmes de glissement sont supposés tous actifs. Toutefois, quelques uns seulement ont des vitesses de glissement significatives.

Dans ce travail, nous utiliserons des approches visco-plastiques, dans lesquelles la vitesse de cisaillement est donnée par une fonction puissance de type [Hut76] :

$$\dot{\gamma}^{(\alpha)} = \dot{\gamma}_0 \left( \frac{\tau^{(\alpha)}}{g^{(\alpha)}} \right)^{\frac{1}{m}} \text{sgn}(\tau^{(\alpha)}) \quad (\text{I-22})$$

où  $\dot{\gamma}_0^{(\alpha)}$  est une vitesse de référence,  $g^{(\alpha)}$  une variable interne qui caractérise l'évolution de la cission résolue critique  $\tau_c^{(\alpha)}$  sous l'effet de l'écroutissage sur chaque système de glissement et  $m$  la sensibilité à la vitesse ;  $\text{sgn}(\tau^{(\alpha)})$  représente la fonction signe.

Dans tous les modèles viscoplastiques, le choix des systèmes de glissement actifs est déterminé par le rapport  $\frac{\tau^{(\alpha)}}{g^{(\alpha)}}$ . En effet, si la cission résolue  $\tau^{(\alpha)}$  est inférieure à  $g^{(\alpha)}$  avec  $m \ll 1$ , l'incrément de vitesse de cisaillement sera négligeable.

Les lois d'évolution  $\dot{g}^{(\alpha)}$  régissent la variation de la cission critique sous l'effet de l'écroutissage, sur chaque système de glissement en fonction des vitesses de cisaillement sur l'ensemble des systèmes. Dans ce contexte, Asaro et al. [AN85] relie les  $g^{(\alpha)}$  à la déformation cumulée  $\gamma$  sur tous les systèmes de glissement actifs à travers la relation suivante :

$$g^{(\alpha)} = g^{(\alpha)}(\gamma) \quad , \quad \gamma = \sum_{\alpha} \int_0^t |\dot{\gamma}^{(\alpha)}| dt \quad (\text{I-23})$$

Alors l'évolution des quantités  $\dot{g}^{(\alpha)}$  peut s'écrire selon la forme suivante proposée par Kalidini et al. [KBA92]:

$$\dot{g}^{(\alpha)} = \sum_{\alpha} h_{\alpha\beta}(t) |\dot{\gamma}^{\beta}| \quad (\text{I-24})$$

où  $h_{\alpha\beta}$  est la matrice d'écroutissage qui mesure le taux d'écroutissage dans le système de glissement  $\alpha$  sous l'effet d'un cisaillement dans le système de glissement  $\beta$ .  $\dot{\gamma}^{\beta}$  est la vitesse de cisaillement sur le système de glissement  $\beta$ . L'utilisation de la valeur absolue est liée au fait que l'écroutissage est supposé indépendant de la direction de glissement du système. La sommation dans la formule ci dessus se fait sur tous les systèmes de glissement actifs.

Les termes diagonaux ( $\alpha = \beta$ ) de la matrice d'écroutissage, notés  $h_{\alpha\alpha}$ , caractérisent l'auto-écroutissage. Par contre, les termes rectangles ( $\alpha \neq \beta$ ), notés  $h_{\alpha\beta}$ , caractérisent l'écroutissage latent. Pierce et al. [PAN82] ont proposé la relation suivante pour déterminer les termes d'auto-écroutissage :

$$h_{\alpha\alpha} = h_0 \sec h^2 \left| \frac{h_0 \cdot \gamma}{\tau_s - \tau_0} \right| \quad (\text{pas de sommation sur } \alpha) \quad (\text{I-25})$$

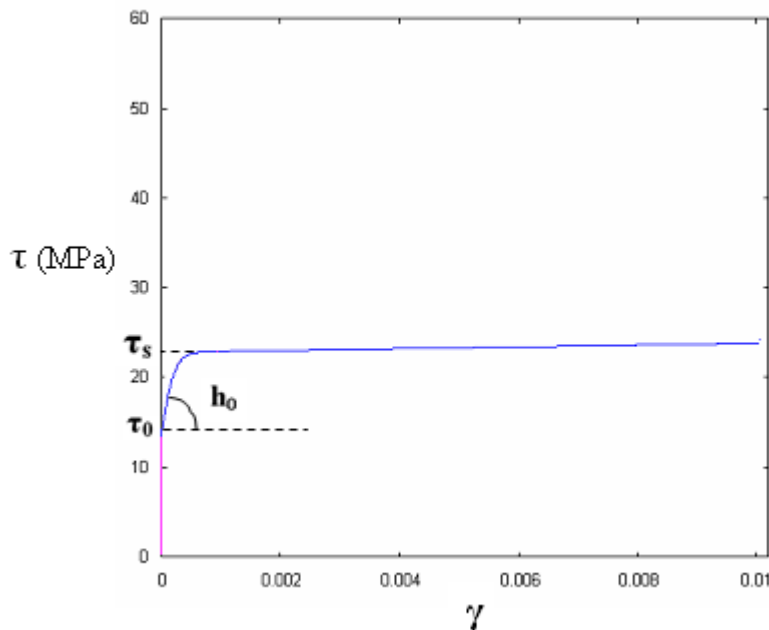


où  $h_0$  est le module d'écroissage initial,  $\tau_0$  la cission résolue critique en début de déformation et  $\tau_s$  la cission résolue à la saturation des systèmes. Tous ces paramètres sont explicités dans la **figure I-27**.

Les termes non diagonaux de la matrice d'écroissage peuvent être exprimés en fonction de ceux d'auto-écroissage selon cette relation :

$$h_{\alpha\beta} = q h_{\alpha\alpha} \quad (\alpha \neq \beta) \quad (\text{I-26})$$

où  $q$  est une constante égale à 1 dans le cas des systèmes coplanaires.



**Figure I-27** : Paramètres d'écroissage du model de Pierce et al. [PAN82]

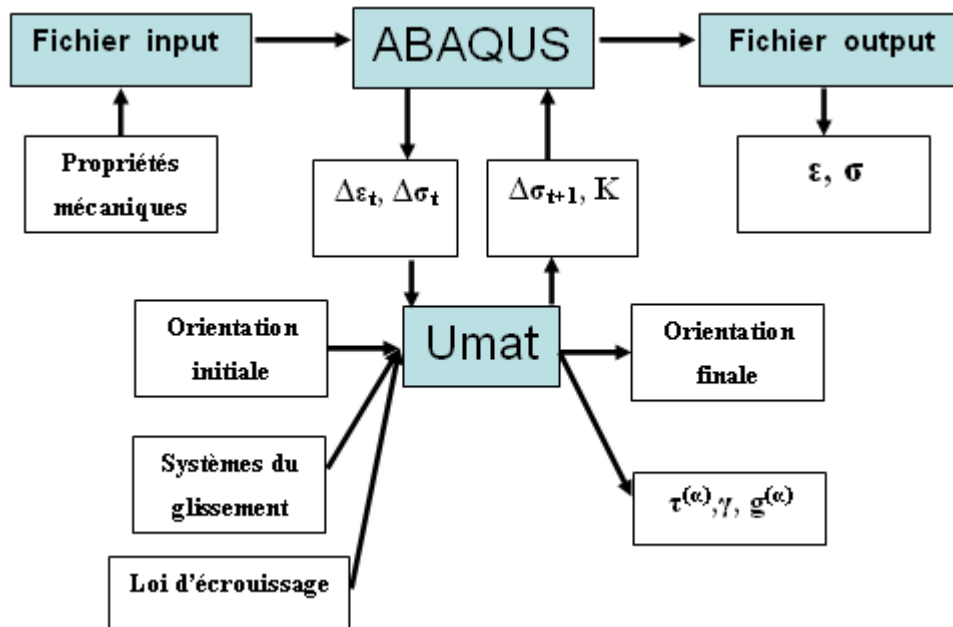
### I.6.6 Méthodologie de la modélisation

L'objectif de cette étude est de simuler numériquement la déformation d'une colonie de lamelles parallèles au cours de la déformation avec l'aide du code de calcul d'éléments finis ABAQUS/Standard [HKS97]. Une loi de comportement visco-élasto-plastique basée sur les travaux classiques de Hutchinson et déjà utilisée par [Hua91] a été adaptée à ce problème et implantée dans ABAQUS via la routine Umat codée en langage Fortran.

La routine Umat est appelée dans chaque incrément de calcul par le code d'éléments finis ABAQUS pour intégrer la loi de comportement et actualiser, à la fin de l'incrément, l'état de contrainte (exprimé en contrainte de Cauchy) et l'expression de la matrice des modules tangents dénommée aussi la matrice jacobienne (K). Ces valeurs seront par la suite

utilisées par le code de calcul pour résoudre les équations d'équilibre en chaque nœud du maillage.

Les interactions entre le code d'éléments finis ABAQUS et la routine Umat sont explicitées dans la **figure I-28**.



**Figure I-28** : Interaction entre ABAQUS et la routine Umat

## Chapitre II : Techniques expérimentales

Dans ce chapitre nous nous proposons de présenter le matériau d'étude, les différentes techniques de préparation métallographique, de caractérisation et de quantification de la microstructure à l'état trempé et déformé. Nous présentons également les principaux essais mécaniques utilisés dans ce travail. Par contre, les modalités expérimentales liées à l'essai Jominy seront détaillées dans le chapitre III.

### II.1 Matériau d'étude

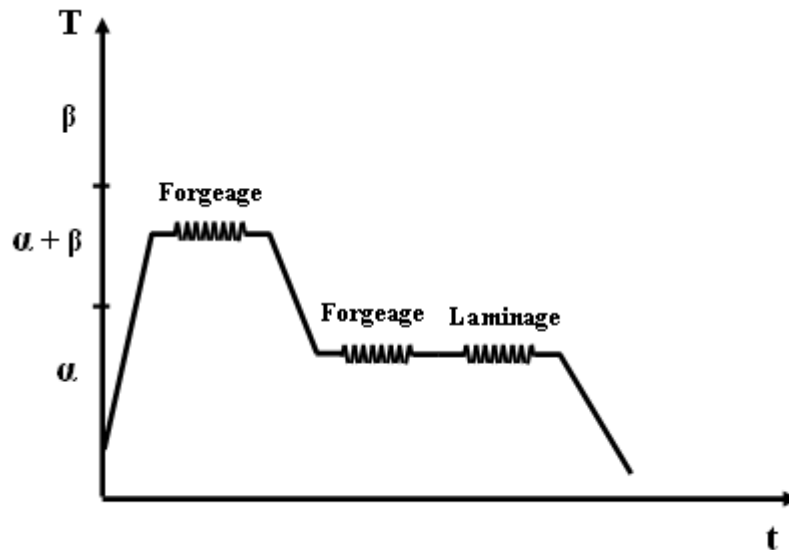
#### II.1.1 Introduction

Dans ce travail, deux états métallurgiques différents du Zircaloy-4 ont été utilisés. Le premier état a servi pour l'essai Jominy et le deuxième a été utilisé pour les essais de compression multiaxiale. Nous nous proposons dans ce qui suit de caractériser ces deux états métallurgiques.

#### II.1.2 État métallurgique N°1 (utilisé pour l'essai Jominy)

##### II.1.2.a Histoire thermomécanique

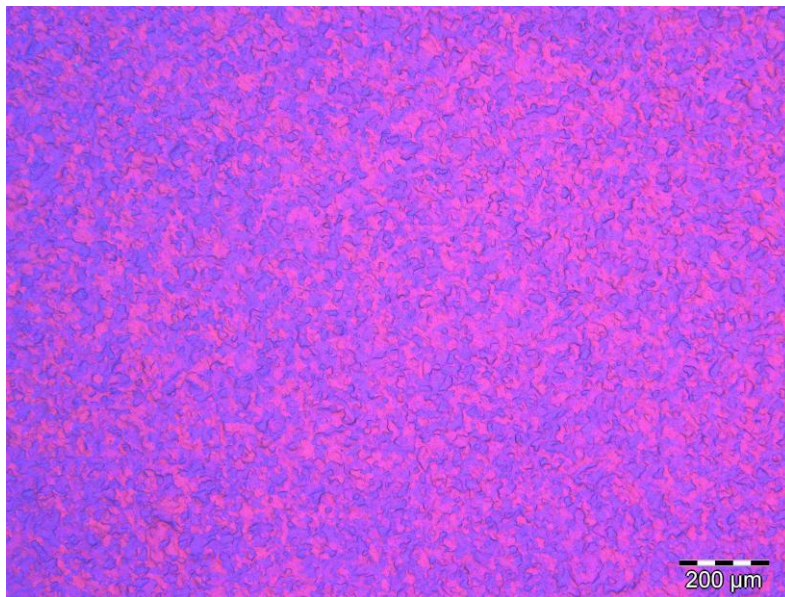
Le matériau a été fourni par la société CEZUS sous forme de barres de Zircaloy-4 prélevées au stade intermédiaire de la fabrication des « barres à bouchon » (les bouchons permettent de fermer les crayons contenant le combustible dans les réacteurs à eau pressurisée). Son histoire thermomécanique est donnée sur la **figure II-1**. Ces barres ont été forgées dans le domaine  $\alpha + \beta$  puis dans le domaine  $\alpha$ , avant d'être laminées à chaud dans le domaine  $\alpha$ . Leur composition est celle du **tableau I-1**. Les barres ainsi obtenues ont un diamètre de 27 mm et une longueur de 97 mm.



*Figure II-1* : Histoire thermomécanique des barres à bouchon

### *II.1.2.b Microstructure*

L'état initial fait apparaître une microstructure qui a été bien fragmentée au cours du laminage. La **figure II-2** représente une micrographie optique en lumière polarisée de celle-ci. Il est clair que la taille de la microstructure est très fine.



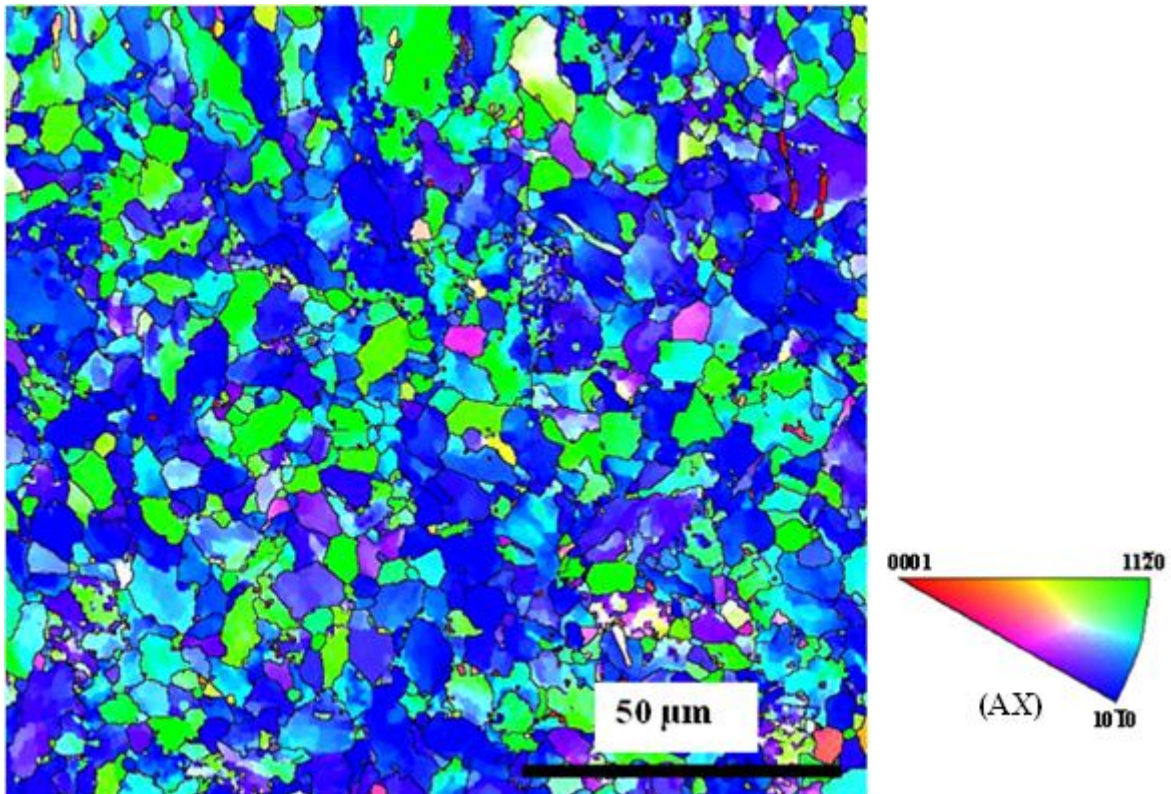
*Figure II-2* : Micrographie optique en lumière polarisée de l'état initial des barres à bouchon indiquant une microstructure bien fragmentée. L'axe de la barre (AX) est perpendiculaire au plan de la figure

Une analyse EBSD a donc été réalisée sur un échantillon découpé perpendiculairement à l'axe de la barre. La cartographie correspondante, codée en figure de pôles inverse (IPF), est présentée sur la **figure II-3**. L'analyse EBSD indique que la microstructure a été bien

restaurée au cours du laminage (fraction élevée de sous-joints). Par contre, la fraction recristallisée obtenue est de l'ordre de 18%, signe d'une recristallisation dynamique peu efficace. La taille des grains pondérée par la surface mesurée sur la cartographie est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ , et leur distribution est quasi homogène. Les résultats de la caractérisation sont donnés dans le **tableau II-1**.

Diamètre moyen ( $\mu\text{m}$ )	Diamètre pondéré ( $\mu\text{m}$ )	Fraction recristallisée (%)
2	10	18

**Tableau II-1** : Caractéristiques de l'état initial

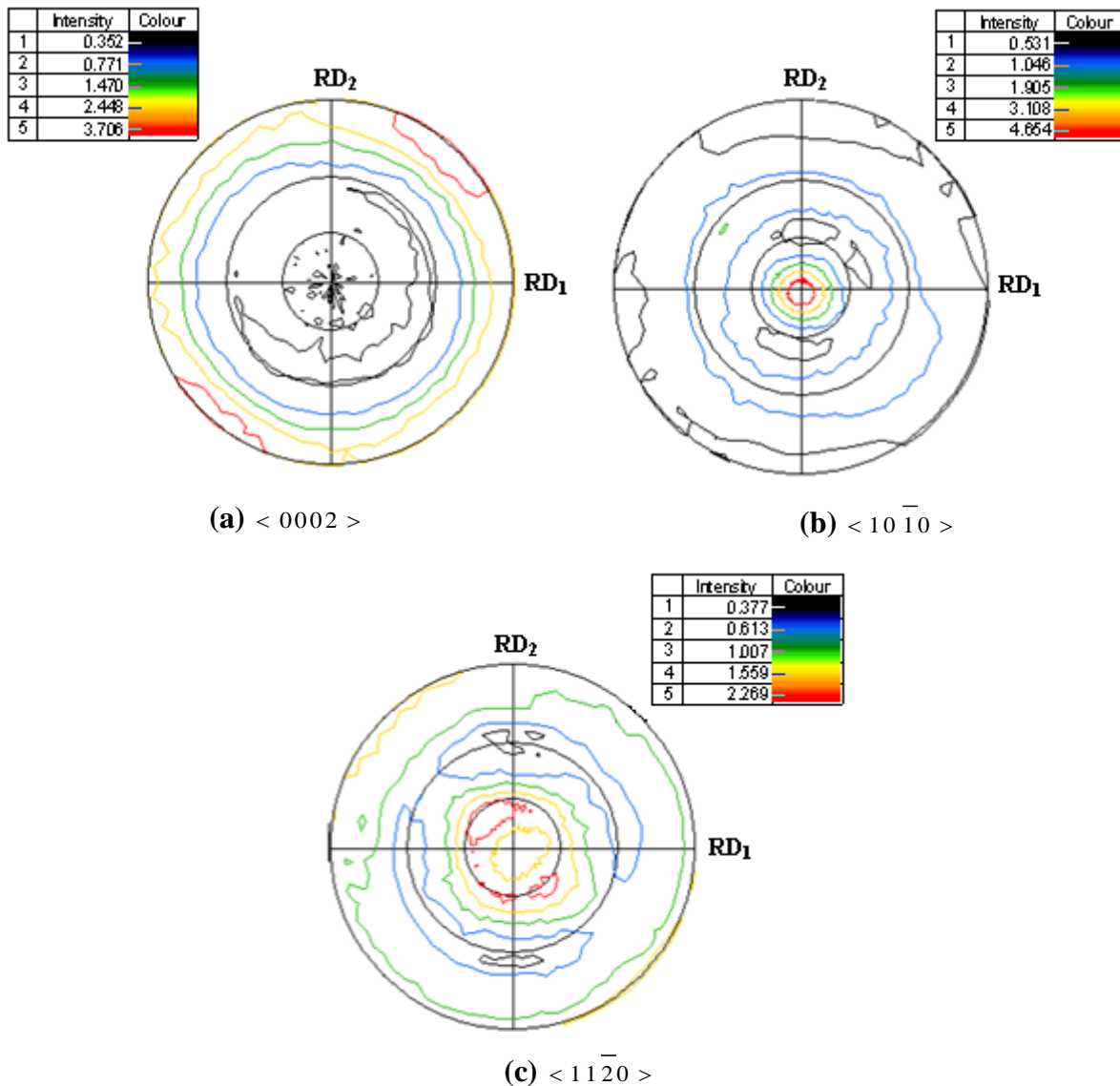


**Figure II-3** : Analyse EBSD (IPF) de la microstructure initiale. Les joints de grains sont représentés par un trait noir. L'axe de la barre (AX) est perpendiculaire au plan de la figure

### II.1.2.c Texture

La **figure II-3** indique qu'une grande partie des grains ont un plan prismatique perpendiculaire à l'axe de la barre (AX) ou bien, une direction  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  qui lui est parallèle. Ces résultats montrent que les axes  $\langle c \rangle$  ( $\langle 0001 \rangle$ ) de la majorité des grains sont contenus dans le plan perpendiculaire à l'axe de la barre.

Pour avoir une information plus représentative sur la texture initiale de la barre, des figures de pôles ont été mesurées par diffraction des rayons X sur des échantillons découpés perpendiculairement à l'axe de la barre. La **figure II-4** présente les figures de pôles  $\langle 0002 \rangle$ ,  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  et  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  ainsi mesurées. Le plan de projection est défini par les directions radiale  $RD_1$  et orthoradiale  $RD_2$ , la direction normale, notée AX, étant l'axe de la barre. L'intensité de la texture est donnée en mrd (Mean Random Distribution).



**Figure II-4 :** Texture initiale de la barre. L'axe de la barre porté par (AX) est perpendiculaire au plan de la figure

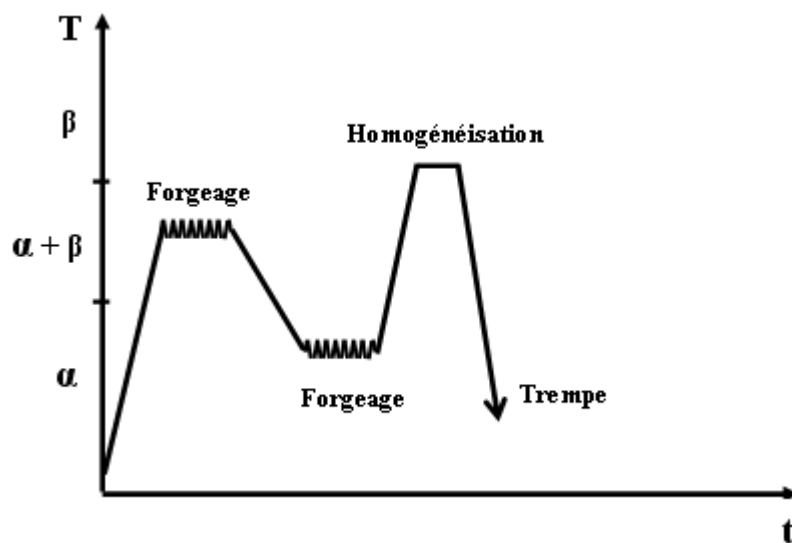
D'une manière générale, le matériau présente une texture de fibre régulière et axisymétrique dans laquelle les axes  $\langle c \rangle$  ( $\langle 0002 \rangle$ ) sont contenus dans le plan ( $RD_1$ ,  $RD_2$ ) (prismes hexagonaux couchés), et une direction  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  a tendance à s'orienter avec l'axe

de la barre AX (un des trois plans prismatiques est parallèle au plan  $(RD_1, RD_2)$ ). En conséquence, les directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , parallèles à un des trois côtés du plan de base de la maille hexagonale, forment souvent une couronne à  $30^\circ$  ( $\phi = 30^\circ$ ) de l'axe de la barre. C'est une situation classique décrite par l'expression : les pôles  $\langle c \rangle$  ont été relevés au cours du laminage.

### II.1.3 État métallurgique N°2 (utilisé pour les essais de compression multiaxiale)

#### II.1.3.a Histoire thermomécanique

Le matériau a été fourni par la société CEZUS sous forme d'une billette de Zircaloy-4 faisant 115 mm en diamètre et 150 mm en longueur. Son histoire thermomécanique est donnée sur la **figure II-5**. La billette a été forgée dans le domaine  $\alpha + \beta$ , puis dans le domaine  $\alpha$  avant d'être homogénéisée quelques minutes à  $1050^\circ\text{C}$  (domaine  $\beta$ ) et trempée à l'eau. Sa composition est aussi celle du **tableau I-1**.



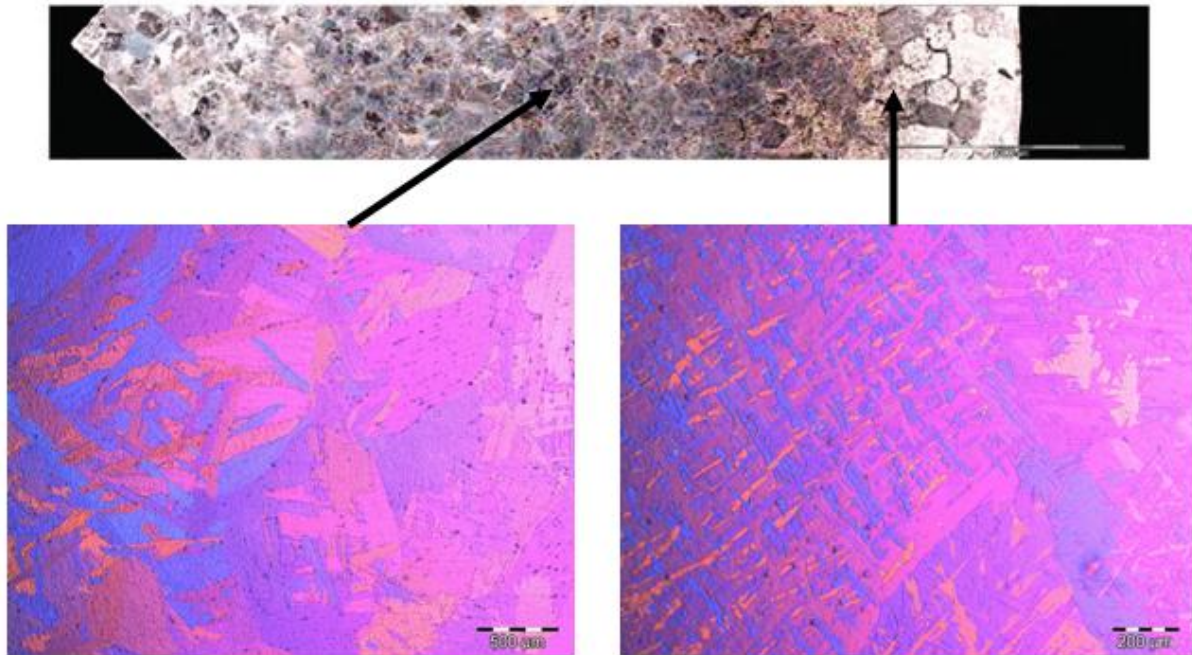
**Figure II-5** : Histoire thermomécanique de la billette

#### II.1.3.b Microstructure

L'avant-dernière étape de la gamme de fabrication des tubes de gainage consiste à homogénéiser des billettes de Zircaloy-4 quelques minutes à  $1050^\circ\text{C}$ , puis à tremper à l'eau. La **figure II-6** présente le gradient de microstructure observé sur une billette découpée



perpendiculairement à son axe. La microstructure ainsi formée varie du point de vue morphologique de la périphérie vers le cœur de la billette.



**Figure II-6 :** Gradient de microstructure observé entre le bord et le cœur de la billette après la trempe. L'axe de la billette est perpendiculaire au plan de la figure

Près du bord, où la vitesse de refroidissement est rapide, la microstructure est constituée par des lamelles fines d'épaisseur typique  $0,5 \mu\text{m}$ . Elle contient une fraction élevée de structure en vannerie. Par contre, à cœur, où la vitesse de refroidissement est moindre, la microstructure est constituée par des lamelles plus épaisses (jusqu'à  $5 \mu\text{m}$ ) et nous y remarquons de grandes colonies des lamelles parallèles. De même, nous observons que la taille moyenne des anciens grains bêta est plus élevée au bord qu'au cœur de la billette. Ceci s'explique par le fait que le matériau de la couche externe a été maintenu plus longtemps dans le domaine bêta que celui éloigné de la surface, puisque la diffusion de la chaleur se fait progressivement. Il en résulte un gradient dans la taille moyenne des anciens grains bêta qui passe de  $1,8 \text{ mm}$  au bord à  $1,4 \text{ mm}$  dans la région centrale.

Le gradient de microstructure observé peut être attribué à deux facteurs. Le premier est la taille des anciens grains bêta, plus élevée au bord qu'au cœur. Le deuxième facteur est la vitesse de refroidissement, qui est plus élevée au bord qu'au centre. Selon de nombreux auteurs dont [Hol70], une vitesse de refroidissement rapide favorise du point de vue énergétique la germination des lamelles sur les particules de seconde phase (précipités), d'où l'apparition de la structure en vannerie. Par contre, une faible vitesse de refroidissement



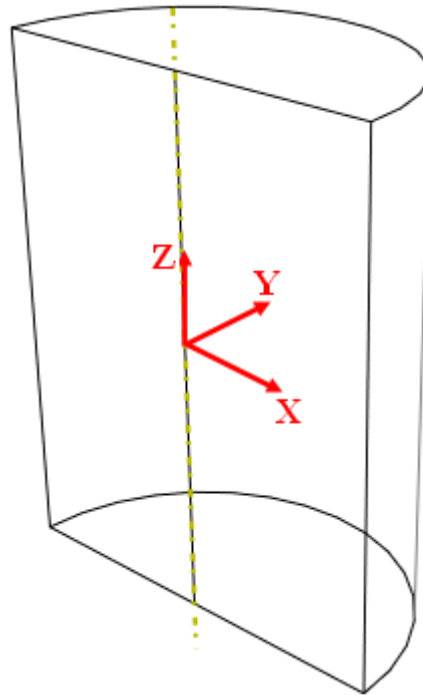
favorise la germination et la croissance des lamelles parallèles à partir des anciens joints des grains bêta.

Quant à l'épaisseur des lamelles, elle est inversement proportionnelle à la vitesse de refroidissement. En effet, d'après Massih et al. [MAWD<sup>+</sup>03, MDLA<sup>+</sup>06], elle est gouvernée par la vitesse et le temps de diffusion de l'oxygène dans le domaine biphasé au cours de refroidissement. Ainsi, quand la vitesse de refroidissement est rapide, le temps de la diffusion de l'oxygène à l'intérieur des lamelles est limité et de fines lamelles se forment. Par contre, quand la vitesse est lente, la diffusion de l'oxygène se fait sur une longue durée et des lamelles plus épaisses apparaissent.

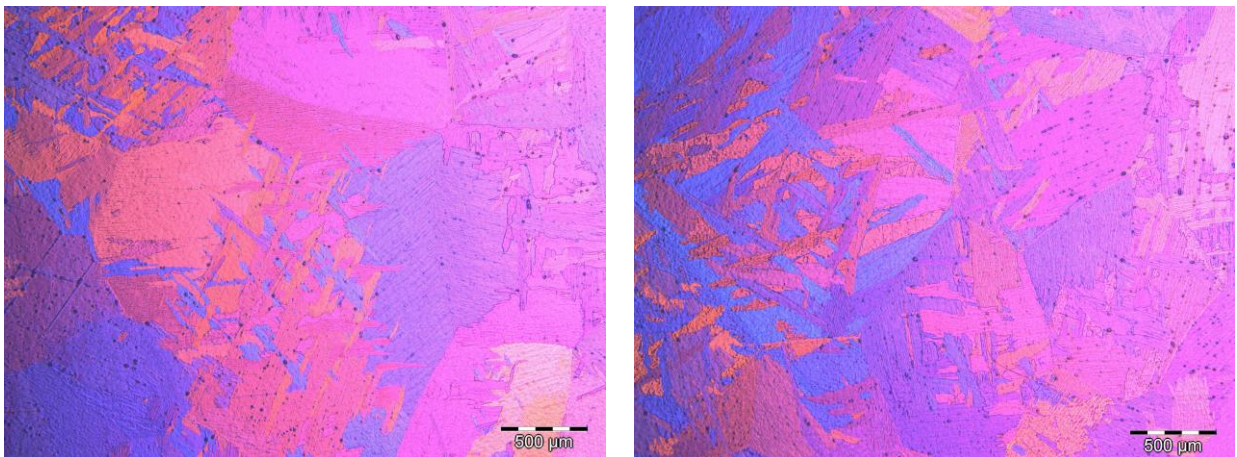
Dans le processus industriel, le gradient de microstructure est important parce que la billette a plusieurs dizaines de centimètres de diamètre. Pour nos expériences, ce gradient est moins marqué. Nos observations se font au centre de l'échantillon, évitant la zone périphérique où se concentre la couche d'oxyde.

Nous nous intéressons par la suite à la microstructure du cœur de la billette car c'est là que se trouvent les colonies de lamelles parallèles dont nous voulons étudier l'évolution. Les éprouvettes qui serviront aux essais de compression multiaxiale seront donc prélevées dans la région centrale de la billette initiale. Nous disposons en fait d'une demi-billette. La **figure II-7** la représente avec la convention de repère utilisée : L'axe constitue la direction Z, le plan qui lui est perpendiculaire porte les directions X et Y.

Compte tenu du procédé de fabrication, nous savons a priori que le matériau possède la symétrie cylindrique. Peut-il être considéré comme macroscopiquement isotrope ? Nous avons tenu à éclaircir ce point. Des échantillons prélevés dans les plans (ZX) et (XY) ont été examinés en microscope optique, selon ce qui ressort de la **figure II-8**. Les microstructures observées dans les deux plans considérés ne présentent pas un grand écart du point de vue morphologique. Elle sont de type Widmanstätten, contiennent des lamelles d'épaisseur de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$  souvent regroupées en grandes colonies dont la taille moyenne est typiquement 700 $\mu\text{m}$ .



**Figure II-7** : Demi-billette avec la convention de repère utilisée



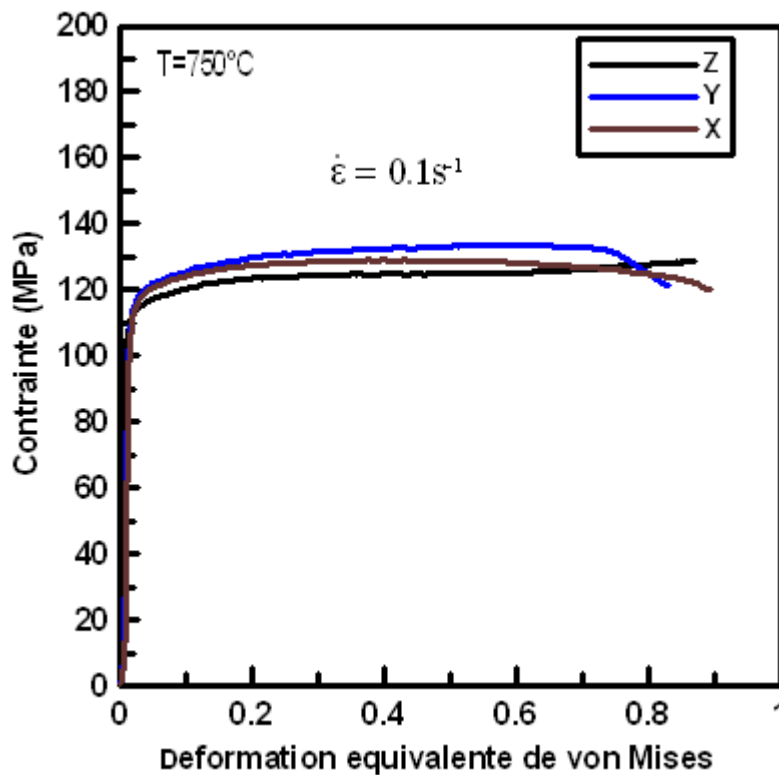
**(a)** Plan (ZX)

**(b)** Plan (XY)

**Figure II-8** : Micrographies en lumière polarisée de la microstructure au cœur de la billette

Dans le but d'étudier le comportement mécanique du matériau dans les trois directions de l'espace, trois éprouvettes de forme cubique de côté 15 mm ont été prélevées dans la région de l'axe Z et comprimées par la suite de  $\Delta \bar{\varepsilon} = 1$  selon les directions Z, Y et X. Les essais ont été réalisés à une température de 750°C et une vitesse de déformation de  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ . Les résultats sont donnés sur la **figure II-9**. Les courbes contrainte-déformation sont très voisines. Nous considérons donc que notre matériau est mécaniquement isotrope à l'échelle

microscopique, celle des éprouvettes de compression. C'est l'hypothèse que nous utiliserons dans le dépouillement des essais.



**Figure II-9** : Comportement rhéologique du matériau selon trois directions orthogonales.  $\Delta \bar{\varepsilon} = 1$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$

## II.2 Techniques de préparation métallographique

La caractérisation de la microstructure a été réalisée par microscope optique, microscopie électronique à balayage (avec utilisation de l'Electron BackScattering Diffraction ou EBSD) et par diffraction des rayons X. Les observations au microscope nécessitent une préparation métallographique particulière des surfaces des échantillons.

### II.2.1 Polissage mécanique

Le polissage mécanique a pour rôle d'obtenir une surface polie miroir qui fait l'objet par la suite d'un contrôle visuel et/ou microscopique. Les échantillons sont d'abord polis par papiers abrasifs à base de SiC de granulométrie décroissante (de 400 à 2000). L'état de surface est ensuite amélioré en utilisant un disque textile floqué et une pâte diamantée de granulométrie 3 puis 1 $\mu$ m.

## II.2.2 Attaque chimique

Une attaque chimique, après le polissage mécanique, par le réactif de Kroll (2% HF, 3% HNO<sub>3</sub>, 95% H<sub>2</sub>O, en volume) permet de révéler les positions des précipités intermétalliques. Elle donne de bons résultats sur les microstructures lamellaires lorsqu'elles sont analysées en lumière blanche par microscopie optique, mais elle est peu utile pour les microstructures équiaxes dans lesquelles les précipités sont dispersés. Cependant, cette préparation n'est pas adaptée à l'analyse EBSD. Un exemple d'une micrographie optique en lumière blanche d'une microstructure lamellaire après une attaque chimique est présenté sur la **figure II-10**.



**Figure II-10** : Micrographie optique en lumière blanche d'une microstructure lamellaire de Zircaloy-4 après une attaque chimique

## II.2.3 Polissage électrolytique

L'opération d'électropolissage, réalisée après polissage mécanique, a pour rôle de dissoudre superficiellement le métal. Elle fait croître une couche d'oxyde sur celui-ci. Le taux de dissolution ainsi que l'orientation cristalline et l'épaisseur de la couche d'oxyde dépendent de l'orientation locale du substrat. Cette préparation permet de révéler la microstructure et donne de bons résultats lorsque celle-ci est analysée en lumière polarisée par microscopie optique ou par EBSD. Dans ce travail, l'électrolyte utilisé est composé de 80% d'acide acétique et de 20% d'acide perchlorique. La tension imposée vaut 30V et le temps du maintien est de 55s.

## **II.3 Techniques de caractérisation**

### **II.3.1 Microscopie optique**

L'examen des surfaces métalliques peut se faire à l'aide d'un microscope optique en travaillant en réflexion. Il existe deux types principaux de microscopes optiques, l'un pour lequel la platine est placée au-dessous de l'objectif, l'autre pour lequel la platine, dite inversée, est placée au-dessus de celui-ci.

Dans ce travail, les images ont été obtenues sur un microscope Olympus BX60M à platine inversée équipé d'un logiciel d'acquisition d'images AnalySIS (société Olympus Soft Imaging Solution GmbH).

La surface des échantillons métalliques peut être observée en lumière blanche (champ clair), en lumière polarisée ou en contraste interférentiel. Dans ce travail nous n'avons utilisé que les deux premiers modes.

L'observation en lumière polarisée se fait après polissage électrolytique car elle repose sur l'existence de la couche d'oxyde issue de cette préparation. L'orientation de cette couche d'oxyde étant liée à celle des grains du substrat, il en découle une différence de polarisation de la lumière incidente d'un grain à un autre. Cette différence apparaît sous la forme de couleurs dépendant de l'orientation cristalline des grains. Elle est détectée grâce à un polariseur et un analyseur en positions croisées. Le polariseur est intercalé entre la source et l'échantillon, et l'analyseur entre l'échantillon et l'observateur. Un exemple d'une micrographie optique en lumière polarisée est donné sur la **figure II-11**.



**Figure II-11** : Micrographie optique en lumière polarisée d'une microstructure lamellaire de Zircaloy-4

### II.3.2 Microscopie électronique à balayage

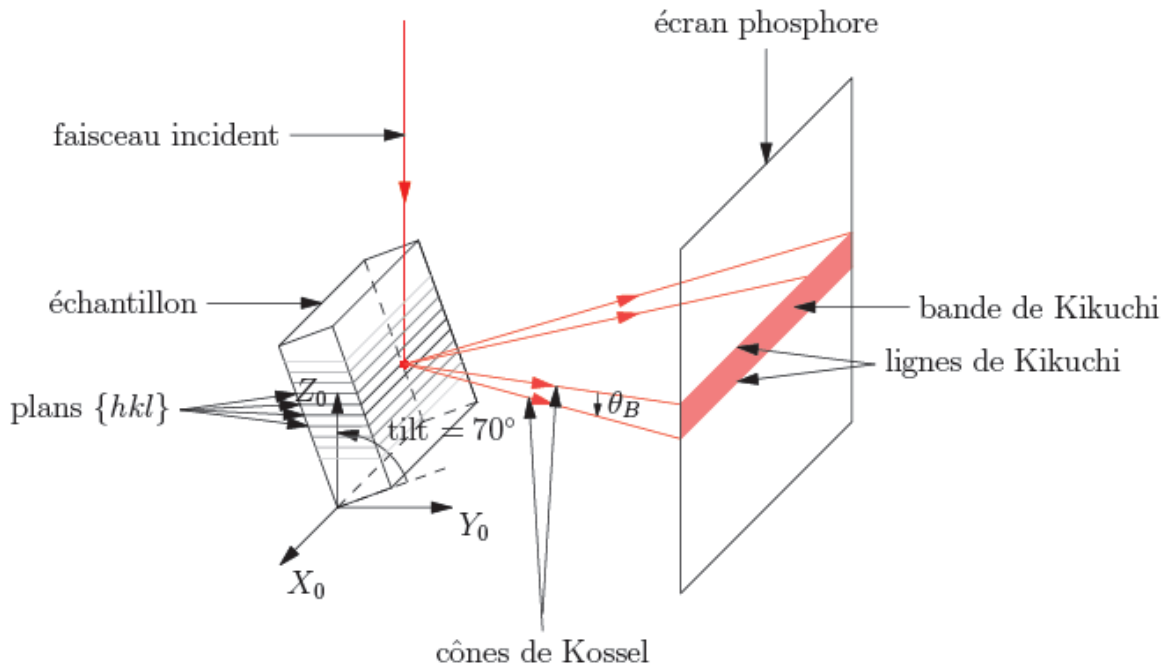
#### II.3.2.a Principe

Dans ce travail, différentes techniques liées à la microscopie électronique à balayage ont été exploitées : imagerie en électrons secondaires et rétrodiffusés, diffraction électronique (EBSD : Electron BackScattering Diffraction).

L'EBSD utilise la diffraction des électrons diffusés par les plans cristallins du matériau et donne accès à une information cristallographique locale.

L'échantillon est placé sous le faisceau incident avec une inclinaison de  $70^\circ$  de manière à obtenir le rendement optimal d'analyse des électrons rétrodiffusés. La diffraction de ces derniers par les différents plans atomiques se fait suivant des cônes. Le schéma de principe est présenté en **figure II-12**. L'image de ces cônes est alors recueillie par l'intermédiaire d'un écran phosphore qui transforme le signal électronique en photons. Une caméra CCD vient compléter le dispositif d'acquisition. Les clichés obtenus, dits diagrammes de Kikuchi, sont composés d'hyperboles puisqu'ils résultent de l'intersection d'un cône par un plan. Néanmoins, le grand angle d'ouverture de ces cônes fait que ces branches d'hyperboles peuvent être assimilées à des droites dites lignes de Kikuchi.





**Figure II-12** : Schéma de principe de l'EBSD

Le signal recueilli par la caméra est alors traité de manière à optimiser luminosité et contraste. Le bruit de fond est évidemment soustrait au signal. L'intérêt de la technique réside dans l'analyse automatisée des signaux reçus. Le logiciel d'acquisition, Channel5 Flamenco de HKL Technology, permet, pour chaque diagramme de Kikuchi, de détecter les lignes présentes en utilisant la transformée de Hough. Ainsi, pour chaque point de mesure, l'orientation cristallographique est alors connue sous la forme du triplet d'angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) (**voir annexe**). Il est alors possible de balayer une zone de l'échantillon de taille définie avec un pas donné et d'obtenir ainsi une carte des orientations.

Le taux d'indexation est lié de manière qualitative à l'état de surface et à la quantité de dislocations locales. Les cartographies en contraste de bandes permettent de repérer les sous-joints et les zones d'accumulation de dislocations dans le matériau. Pour ces zones, le taux d'indexation est faible. La technique EBSD permet également de mesurer la texture locale ou la microtexture. Ceci permet d'avoir une idée plus précise sur l'évolution de la texture au cours de la déformation et de la recristallisation. L'un des avantages de cette mesure est sa corrélation étroite avec la nature de la microstructure. Cependant, pour que la mesure soit représentative, la surface analysée doit comporter un nombre raisonnable de grains, ce qui exige des grains de petite taille.

Dans ce travail, les cartographies ont été réalisées par un microscope électronique à balayage équipé d'un canon à émission de champ (MEB FEG – Field Emission Gun) fabriqué

par la société Zeiss. Ce dernier permet une résolution spatiale de 200 nm et une résolution angulaire de 1°. La taille moyenne des plages analysées était de  $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$  et l'analyse était effectuée toujours au centre de l'échantillon où la déformation est maximale. Cette plage est considérée, dans cette étude, comme représentative de l'état de déformation de la microstructure.

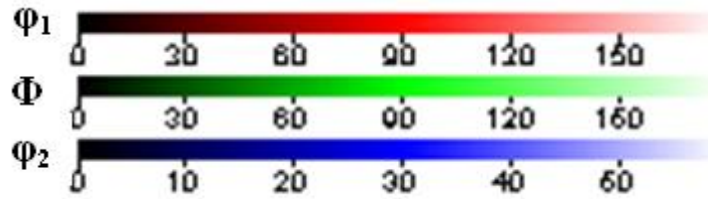
Généralement, le taux d'indexation des cartographies dépend de la quantité de dislocations présentes dans la microstructure analysée. En effet, dans les conditions où l'écroutissage est prépondérant devant la restauration dynamique (basse température et grande vitesse de déformation), le taux d'indexation varie entre 60 et 70 %. Dans le cas contraire (haute température et faible vitesse de déformation), le taux d'indexation est plus élevé et varie entre 70 et 80%. Par contre, dans le cas des microstructures déformées à 550°C, la restauration est limitée et la quantité élevée de dislocations générées au cours de la déformation perturbe le réseau cristallin des échantillons, ce qui va affecter le taux d'indexation. En effet, la qualité des diagrammes de Kikuchi obtenus est très liée à l'état cristallin du matériau. Lorsque l'écroutissage est très important, les cartes ne peuvent plus être exploitées correctement. Pour réduire cet effet, nous avons fait subir au matériau écroui un recuit de restauration statique à 450°C pendant 24 heures [Cha04] afin de réduire la quantité de dislocations présentes en volume tout en conservant la microstructure. Le pas d'indexation varie entre 0,6  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$  en fonction du degré de fragmentation de la microstructure.

### ***II.3.2.b Traitement des données et convention***

Les données expérimentales obtenues sont sauvegardées sous la forme d'un fichier comprenant les coordonnées, les angles d'Euler et le contraste de bandes de chaque point. Grâce au logiciel d'acquisition Channel5 Tango de HKL Technology, il est possible de tracer des cartes représentant la microstructure au travers de divers paramètres tels que la désorientation entre pixels adjacents, la valeur d'un ou plusieurs angles d'Euler ou encore le contraste de bandes.

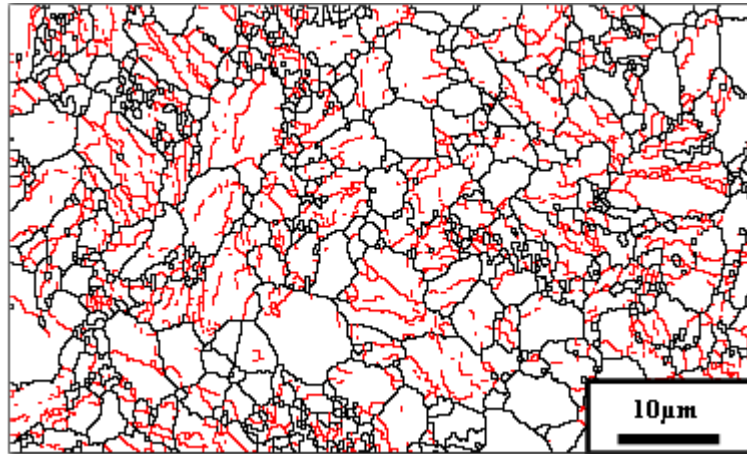
Dans ce travail, les codes de couleurs utilisés pour représenter l'orientation des pixels en terme d'angles d'Euler sont représentés en **figure II-13**.





**Figure II-13** : Code des couleurs utilisées pour les cartes d'orientation

Un point important est la représentation des frontières au sein du matériau. Par convention, les joints de grains qui présentent une désorientation d'au moins  $15^\circ$  sont représentés par un trait noir épais. Les sous-joints sont associés à une désorientation comprise entre  $2^\circ$  et  $15^\circ$  et ils sont représentés par un trait rouge. Un exemple d'une cartographie des joints et des sous-joints est présenté en **figure II-14**.



**Figure II-14** : Cartographie EBSD présentant les joints en noir et les sous-joints en rouge

### II.3.3 Diffraction des rayons X

#### II.3.3.a Principe

La diffraction des rayons X (DRX) permet d'accéder à une mesure globale de la distribution des orientations cristallines dans un polycristal. Les données correspondantes constituent une ODF (Orientation Distribution Function). Mais cette texture cristallographique est mesurée sur une surface trop grande (au moins  $1\text{mm}^2$ ) pour donner des indications précises sur la microstructure.

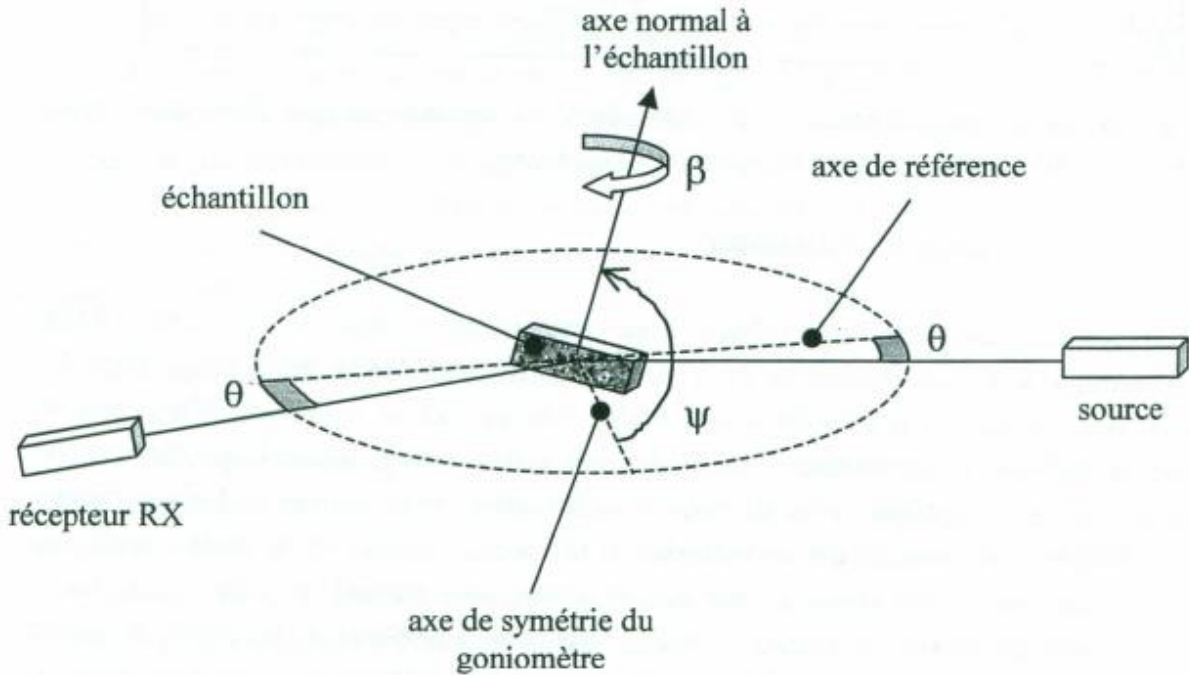
Cette technique a pour origine un phénomène de diffusion cohérente des photons incidents par un très grand nombre d'atomes. Les atomes étant arrangés de façon périodique

en un réseau, les rayons X diffusés de façon cohérente par rapport aux faisceaux incidents (les faisceaux diffractés) ont des relations de phase entre eux, relations qui peuvent être destructives ou constructives suivant les directions. Les directions constructives correspondant aux faisceaux diffractés sont définies par la loi de Bragg. Par suite, la distance inter-réticulaire  $d_{hkl}$  des plans  $\{hkl\}$  sur lesquels est effectuée la mesure de DRX est reliée à la position  $2\theta$  de la raie de diffraction par l'intermédiaire de la loi de Bragg.

Pour enregistrer les figures de pôles qui définissent les orientations cristallographiques des grains présents dans la surface analysée, un goniomètre de texture est utilisé. Le rayonnement incident est produit par un tube de rayons X (anticathode au cuivre).

Le dispositif de mesure est constitué d'un porte échantillon, d'une source RX fixe et d'un détecteur mobile (**figure II-15**). Pour obtenir une figure de pôles  $\{hkl\}$ , on positionne le détecteur pour qu'il fasse un angle de  $180^\circ - 2\theta_{hkl}$  avec la source ( $\theta_{hkl}$  étant l'angle de Bragg). Dans cette configuration, seules les intensités diffractées par les plans  $\{hkl\}$  sont recueillies. On fait alors tourner l'échantillon par rapport au dispositif source-détecteur pour mesurer ces intensités dans toutes les directions de l'espace. L'angle  $\psi$  entre la normale de l'échantillon et le plan de référence qui contient le détecteur et la source varie de  $0$  à  $80^\circ$  par pas de  $5^\circ$ .

Pour chaque angle  $\psi$ , l'échantillon subit une rotation de  $360^\circ$  autour de sa normale  $\beta$  par pas de  $5^\circ$  également. Pour un angle  $\psi$  supérieur à  $80^\circ$ , les rayons sont trop rasants et il devient difficile de mesurer les intensités diffractées. Au moins trois figures de pôles ( $\{0001\}$ ,  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{11\bar{2}0\}$ ) sont nécessaires pour obtenir une description complète de la texture de l'échantillon.



**Figure II-15 :** Schéma de principe du goniomètre utilisé pour les mesures de textures globales

**II.3.3.b Méthode d'analyse quantitative des textures (ODF)**

L'analyse quantitative des textures consiste à calculer la fonction de distribution des orientations (ODF) des cristallites dans un matériau polycristallin. L'orientation d'un grain par rapport au repère de l'échantillon est donnée par trois angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ).

L'ODF  $f(g)$  est alors définie par :

$$\frac{dV}{V} = f(g) dg \tag{II-1}$$

où  $dV$  est le volume de grains dont l'orientation est comprise entre  $g$  et  $g + dg$ ,  $V$  est le volume total de la phase analysée et  $dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi d\phi d\varphi_1 d\varphi_2$ .

Lorsque l'information expérimentale provient de figures de pôles, celles-ci sont généralement incomplètes ( $\psi < 80^\circ$ ), et l'utilisation directe de l'équation (II-1) est impossible. Il est alors nécessaire d'utiliser une méthode numérique pour obtenir l'ODF.

### II.3.3.c Procédure de calcul de fractions volumiques des fibres et des facteurs de Kearns à partir des ODF

- **Extraction de données des ODF**

Les ODF sont données sous forme de fichiers Excel de  $73 \times 19 \times 13 = 18031$  quadruplets  $\varphi_1^i, \Phi^i, \varphi_2^i, f^i$   $i = 0 \dots 18030$ . Le pas est de  $5^\circ$  pour les trois angles d'Euler  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ . Ensuite, grâce à un algorithme de lecture des données sous format Word, les quantités suivantes sont calculées :

- S (somme de l'ODF) qui est telle que  $s = \sum_{i=0}^{18030} f^i \sin \phi^i$ ,

-  $f_m$  telle que  $f_m = \frac{\sum_{i=0}^{18030} f^i \sin \phi^i}{\sum_{i=0}^{18030} \sin \phi^i}$ .

Puis elles sont comparées au modèle théorique des ODF dans lequel  $s = 8 \times 36^3 / \pi = 118808,53$  et  $f_m = 1$ .

$$f_m^{\max} = f^{\max} / f_m \quad (\text{II-2})$$

Il est alors possible de calculer le poids relatif de certaines orientations cristallographiques ayant des propriétés données. Dans le présent travail, ceci a été fait pour deux fibres appelés 'a' et 'b'.

- **Poids relatif des deux fibres 'a' et 'b'**

- Fibre 'a' : valeurs  $f^k$  telles que  $(85^\circ \leq \Phi \leq 90^\circ; 0 \leq \varphi_2 \leq 5^\circ)$  et  $(85^\circ \leq \Phi \leq 90^\circ; 55^\circ \leq \varphi_2 \leq 60^\circ)$ .

- Fibre 'b': valeurs  $f^l$  telles que  $(85^\circ \leq \Phi \leq 90^\circ; 25^\circ \leq \varphi_2 \leq 35^\circ)$ .

Ces deux fibres concentrent les cristallites dont l'axe  $\langle c \rangle$  est voisin du plan  $(RD_1, RD_2)$  et dont la côté de l'hexagone est soit dans ce plan (fibre 'a') soit incliné à  $30^\circ$  (fibre 'b'). Nous verrons que ce sont les orientations caractéristiques de la texture après essai Jominy.

Une fois trouvés, les ensembles d'indices  $k$  et  $l$  tels que la propriété ci-dessus soit vérifiée, les quantités  $\frac{1}{S} \sum_{k \in K} f^k \sin \phi^k$  et  $\frac{1}{S} \sum_{l \in L} f^l \sin \phi^l$  ont été calculées.

• **Facteurs de Kearns**

Pour caractériser la texture d'un alliage de zirconium, on se contente, en général, de définir les orientations préférentielles des plans (0002) à l'aide de figures de pôles. Cela ne suffit pas bien sûr à décrire totalement une texture, mais l'expérience montre que c'est l'orientation de l'axe c qui est déterminante pour la plupart des propriétés. Les facteurs de Kearns  $K_L$ ,  $K_T$  et  $K_N$  résument cette texture par 3 nombres, compris entre 0 et 1, qui peuvent se comprendre comme la fraction équivalente d'axe c dans les trois directions (longitudinale, transverse et normale, ou radiale) de l'échantillon. Ils sont tels que  $K_L + K_T + K_N = 1$  et sont généralement calculés avec la texture.

Dans ce travail, ces trois facteurs de Kearns ont été calculés de la manière suivante :

- tout d'abord, nous calculons les quantités suivantes :

$$F_1 = \sum_{i=0}^{18030} f^i (\sin \Phi^i)^3 (\sin \varphi_1^i)^2, \quad F_2 = \sum_{i=0}^{18030} f^i (\sin \Phi^i)^3 (\cos \varphi_1^i)^2, \quad F_3 = \sum_{i=0}^{18030} f^i \sin \Phi^i (\cos \Phi^i)^2 \quad (\text{II-3})$$

- ensuite, les trois facteurs de Kearns  $K_L$ ,  $K_T$  et  $K_N$  sont données par :

$$F = F_1 + F_2 + F_3, \quad K_L = F_1 / F, \quad K_T = F_2 / F, \quad K_N = F_3 / F \quad (\text{II-4})$$

### II.3.3.d Protocole expérimental d'analyse de texture

Dans ce travail, la diffraction des rayons X a été utilisée pour mesurer la texture globale de la microstructure aux états trempés et déformés. Des figures de pôles incomplètes ont été mesurées en faisant varier  $\psi$  entre 0 à 69° avec des pas de 5° sur une surface de 1cm<sup>2</sup>. L'analyse des microstructures trempées a demandé d'effectuer une translation selon l'axe y pour élargir la surface d'étude vu la grande taille des colonies de lamelles parallèles (entre 200 et 500  $\mu\text{m}$ ).

Par la suite, des mesures d'ODF ont été effectuées à partir de cinq figures de pôles incomplètes :  $\langle 0001 \rangle$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ,  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ ,  $\langle 10\bar{1}1 \rangle$  et  $\langle 11\bar{2}2 \rangle$ . Ensuite, ces mesures d'ODF ont été également utilisées pour calculer les figures de pôles complètes. Le dépouillement de tous ces résultats a été fait grâce au logiciel PANalytical.

## II.4 Essai mécanique : compression multiaxiale

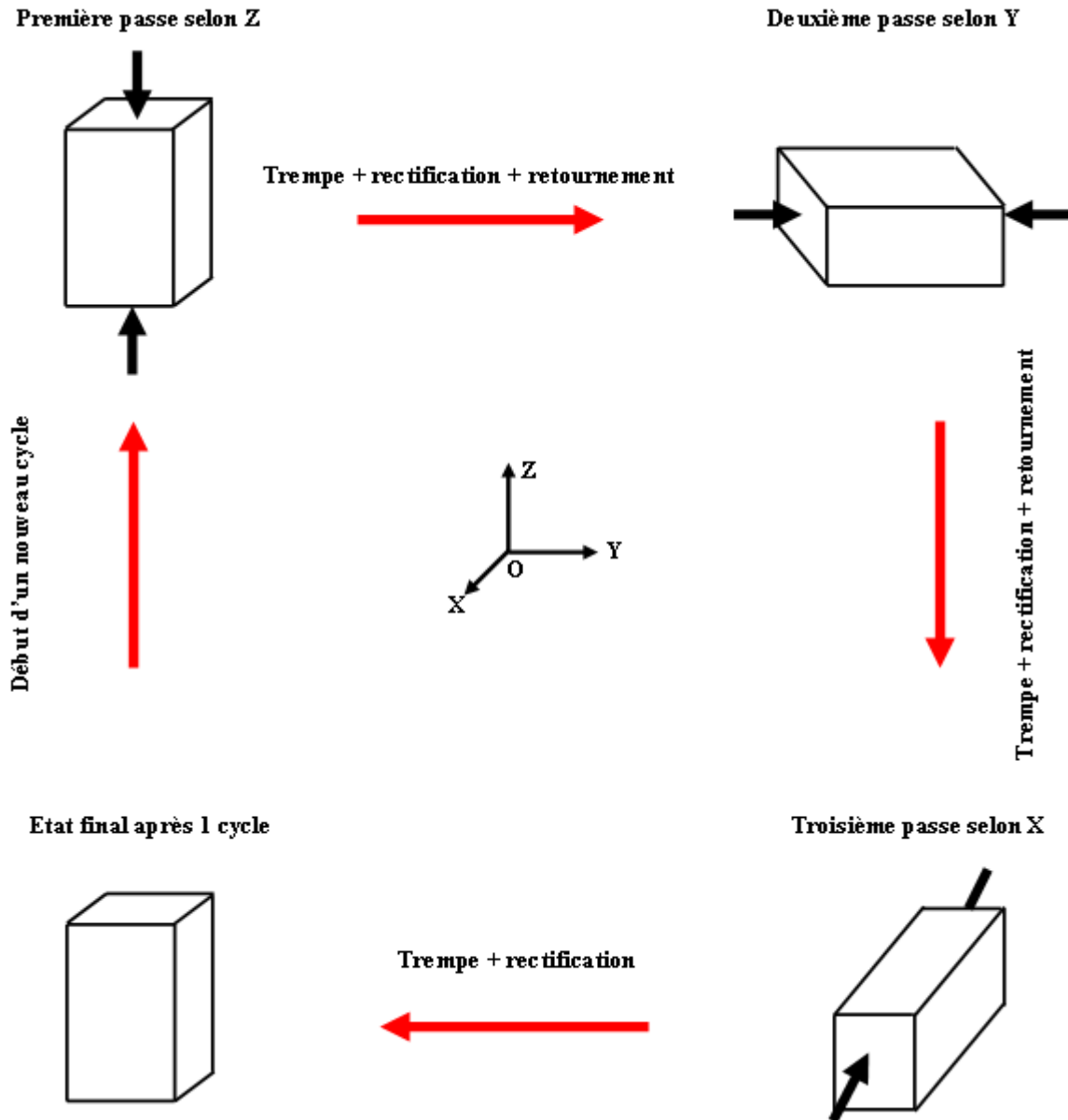
### II.4.1 Contexte de l'étude

Il était naturel de penser à la compression multiaxiale pour fragmenter la microstructure lamellaire de Zircaloy-4. En effet, son caractère tridimensionnel permet de répartir spatialement la déformation de la microstructure. L'expérience a montré qu'une ou deux passes ne suffisent pas pour fragmenter toutes les colonies, puisque certaines sont mal orientées par rapport à la direction de compression, en particulier celles qui lui sont perpendiculaires. Par ailleurs a priori, le cumul de la déformation par multiplication du nombre est propice à l'affinement de la microstructure. Mais le degré de fragmentation est aussi fonction de la température, de la vitesse de déformation et de la quantité de déformation, tous facteurs qui influent sur la cinétique de globulisation de la microstructure.

### II.4.2 Déroulement de l'essai

La compression multiaxiale consiste à faire subir à un échantillon parallélépipédique de côté H, L<sub>1</sub> et L<sub>2</sub>, de rapport de forme 1:R:R<sup>2</sup> ( $R^2 = \frac{1}{\exp(\Delta \bar{\epsilon})}$ ,  $\Delta \bar{\epsilon}$  est étant le pas de déformation), trois passes de compression successives dans les trois directions de l'espace (Z, Y, X) (**figure II-16**). Avec l'hypothèse d'un comportement isotrope, l'échantillon retrouve théoriquement ses dimensions initiales après un cycle de déformation qui correspond à trois écrasements successifs dans les trois directions de l'espace. En pratique, des bombés apparaissent sur les faces libres de l'échantillon au cours de l'écrasement suite au frottement à l'interface outil-échantillon malgré l'utilisation d'un lubrifiant. Il en résulte une distribution hétérogène de la déformation. Cette hétérogénéité se manifeste par l'apparition d'une « croix du forgeron » : en peau, la déformation équivalente est inférieure à celle visée, par contre, au cœur la déformation est supérieure, quasiment d'un facteur 2, à la déformation visée [**Rin06**].

Pour contourner l'apparition des bombés, après chaque passe l'échantillon est trempé rapidement pour figer la microstructure, rectifié pour retrouver sa forme parallélépipédique et ensuite retourné. L'échantillon est alors réchauffé et une nouvelle compression est réalisée, toujours suivant la dimension la plus grande. L'axe de la nouvelle compression varie donc de 90° par rapport à la précédente. En répétant cette opération, on obtient une alternance de la direction de compression et l'échantillon peut être écrasé de nombreuses fois.



**Figure II-16 :** Description d'un cycle de compression multiaxiale. Écrasements suivant (dans l'ordre): Z, Y et X

En multipliant les écrasements et en retournant à chaque fois l'échantillon, on peut obtenir des déformations cumulées importantes (dans ce travail, nous avons été jusqu'à  $\bar{\epsilon} = 3,6$  en déformation équivalente de von Mises).

Pour caractériser le changement de chemin de déformation, Schmitt et al. [SSR94] ont proposé un paramètre  $\alpha$  permettant de mesurer l'efficacité d'un changement de direction sur l'évolution de la microstructure et de la texture au cours d'un essai quelconque et ainsi de quantifier simplement n'importe quel chemin de déformation. Ce paramètre s'écrit sous la forme :

$$\alpha = \frac{\varepsilon_1 : \varepsilon_2}{\sqrt{\varepsilon_1 : \varepsilon_1} \cdot \sqrt{\varepsilon_2 : \varepsilon_2}} \quad (\text{II-5})$$

où  $\varepsilon_1$  et  $\varepsilon_2$  sont les tenseurs de déformation plastique avant et après changement de direction. Quel que soit le chemin de déformation, ce paramètre est borné par  $-1 \leq \alpha \leq 1$  [DR02]. Quand il n'y a pas de changement de direction entre deux chemins de déformation successifs, par exemple si on écrase par compression uniaxiale deux fois un échantillon sans le retourner,  $\alpha = 1$ . Inversement, au cours des essais de traction-compression, les systèmes de glissement activés sont les mêmes mais sollicités dans des sens opposés et dans ce cas,  $\alpha = -1$ . Dans le cas de la compression multiaxiale,  $\alpha = -0,5$  [DRD06], ce qui positionne la compression multiaxiale comme un chemin de déformation intermédiaire entre un essai cyclique de type traction compression et un essai monotone.

Dans cette étude, les passes de compression ont été réalisées sur une machine de compression servo-hydraulique SCHENCK PCN 160. Cette machine permet, entre autres, de réaliser des essais à vitesse de déformation constante. Pour minimiser l'effet de frottement à l'interface outil-échantillon, un lubrifiant à base de graphite a été utilisé. Un plan d'expérience a été établi afin d'étudier l'effet de la température, du nombre de cycles, de la vitesse de déformation et du pas de déformation sur le degré de fragmentation de la microstructure. Enfin, pour effectuer les observations microscopiques, les échantillons ont été découpés perpendiculairement à la dernière direction de compression et observés à cœur.

### II.4.3 Dépouillement des résultats

Le logiciel d'acquisition enregistre des couples de valeurs (force, déplacement) qu'il faut corriger pour remonter à la courbe contrainte vraie d'écoulement du matériau en fonction de la déformation. Cette correction se fait sur le déplacement enregistré pour prendre en compte la rigidité de la machine, et également sur la valeur de la contrainte pour prendre en compte le frottement à l'interface outil-échantillon.

Tous d'abord, il faut corriger le déplacement enregistré par la machine pour obtenir la déformation équivalente de von Mises qui s'écrit sous la forme suivante :

$$\bar{\varepsilon}_{\text{vonMises}} = \text{Ln} \left( \frac{\text{hauteur initiale de l'échantillon}}{\text{hauteur finale}} \right) \quad (\text{II-6})$$



Cette correction prend en compte la rigidité de la machine (compliance de 0,012 mm/KN) et l'épaisseur de lubrifiant (0,1mm). Ainsi, le déplacement corrigé s'écrit sous la forme suivante :

$$d_{\text{corrigé}} = d_{\text{mesuré}} - 0,012F - 0,1 \quad (\text{en mm}) \quad (\text{II-7})$$

où F est la valeur de l'effort enregistré en KN.

Ensuite, la contrainte équivalente, rapport de la force mesurée et de la surface courante de l'échantillon sur laquelle cette force s'applique, est également corrigée pour prendre en compte le frottement. Cette correction est basée sur l'approche analytique de la compression uniaxiale d'un échantillon parallélépipédique. Pour cela, nous avons utilisé le développement de Desrayaud et al. [DRD06], basé sur des travaux d'Avitzur [Avi68] traitant la compression uniaxiale d'un échantillon cylindrique.

Avec ces calculs, si un échantillon parallélépipédique de dimensions initiales  $2.H_0 \times 2.L_{10} \times 2.L_{20}$  déformé par compression uniaxiale entre deux tas plats (direction de compression suivant  $2.H_0$ ), la contrainte vraie d'écoulement corrigée est donnée par la formule

$$\bar{\sigma}_{\text{VM}} = \frac{F_{\text{mesurée}}}{S_{\text{mesurée}}} \left( 1 + \frac{\bar{m}}{12\sqrt{3}} \times \exp\left(\frac{3}{2} \bar{\varepsilon}_{\text{VM}}\right) \times \left[ \frac{L_{10}^2}{L_{20} \times H_0} \ln\left(\sqrt{1 + \frac{L_{20}}{L_{10}} + \frac{L_{20}}{L_{10}}}\right) + \frac{L_{20}^2}{L_{10} \times H_0} \ln\left(\sqrt{1 + \frac{L_{10}}{L_{20}} + \frac{L_{10}}{L_{20}}}\right) + \frac{2}{H_0} \sqrt{L_{10}^2 + L_{20}^2} \right] \right)^{-1} \quad (\text{II-8})$$

où  $S_{\text{mesurée}}$  la surface de contact entre le tas et l'échantillon,  $\bar{\varepsilon}_{\text{VM}}$  la déformation équivalente de von Mises et  $\bar{m}$  le coefficient de frottement de Tresca.

Celui-ci a été déterminé dans le cas du Zircaloy-4 grâce au test de compression d'anneau [Cha04] et vaut à peu près 0,1. Cette valeur a été employée dans toutes les corrections de frottement, à toutes les passes de compression.

## II.5 Quantification de la microstructure

### II.5.1 Microstructure à l'état trempé

#### II.5.1.a Objectif

L'objectif de la quantification est d'analyser l'effet de diverses conditions de trempé sur la microstructure lamellaire du Zircaloy-4. La quantification porte sur la taille des anciens grains  $\beta$ , l'épaisseur des lamelles, la taille des colonies de lamelles parallèles et la taille des

précipités  $Zr(Fe_{1-x},Cr_x)_2$ . Dans ce qui suit, nous présentons les techniques de quantification adoptées dans ce travail.

### ***II.5.1.b Épaisseur des lamelles***

L'épaisseur des lamelles est mesurée grâce à la méthode des intercepts moyens [TSL04] à l'aide du logiciel d'analyse d'images AnaySIS. Cette méthode consiste à tracer des lignes parallèles et à mesurer la distance moyenne  $\lambda_{moy}$  de parcours des lignes entre deux frontières de lamelle. Le résultat dépend de l'orientation du plan de coupe par rapport au plan des lamelles. Afin d'avoir une mesure réaliste, cette procédure est effectuée à plusieurs reprises en jouant sur l'orientation de ces lignes parallèles. Vu qu'il s'agit d'une seule phase, les interfaces inter-lamellaires ont été coloriées manuellement sur chaque micrographie afin de les distinguer des lamelles par le logiciel après seuillage.

### ***II.5.1.c Taille des anciens grains bêta, des colonies de lamelles parallèles et des précipités***

Pour mesurer la taille des anciens grains bêta, des colonies des lamelles parallèles et des précipités, la méthode du diamètre du cercle équivalent (ECD) est utilisée. Elle fait l'hypothèse que ces entités ont une forme sphérique [MAWD+03, CWST+09]. En deux dimensions, la mesure d'aire  $S$  de ces entités sur les micrographies optiques ou les images MEB par le logiciel de traitement d'images ImageJ permet de calculer le diamètre du cercle équivalent:

$$d_s = \sqrt{\frac{4S}{\pi}} \quad (\text{II-9})$$

Afin d'avoir une mesure en volume, ce diamètre est multiplié par un coefficient de forme selon la relation [RD00]:

$$d_v = 1,2 \times d_s \quad (\text{II-10})$$

### ***II.5.1.d Estimation de l'incertitude***

Afin d'estimer la dispersion des mesures, un calcul de l'écart type  $\sigma$  sur les valeurs moyennes effectuées sur les  $n$  micrographies a été fait. Ainsi, pour  $n$  valeurs moyennes, l'incertitude s'écrit sous la forme :

$$\Delta X = \frac{\sigma \times t}{\sqrt{n}} \quad (\text{II-11})$$

où  $t$  est le coefficient de « Student » qui dépend du nombre des mesures effectuées ainsi que de la probabilité pour qu'une mesure aléatoire soit comprise dans cet intervalle d'incertitude. Dans ce travail, une probabilité de 90% a été utilisée.

## II.5.2 Microstructure à l'état déformé

### II.5.2.a Taille des grains

La détection automatique des grains sur les cartographies EBSD se fait sur un critère de désorientation cristalline: les pixels voisins dont la désorientation n'excède pas  $15^\circ$  appartiennent au même grain. Par contre, une désorientation de plus de  $15^\circ$  entre deux pixels voisins définit un joint de grains, alors qu'une désorientation inférieure à  $15^\circ$  définit un sous-joint.

Une désorientation moyenne au sein des grains est calculée. Elle est égale à la moyenne des désorientations entre chaque pixel du grain et l'orientation moyenne de celui-ci. Elle représente la dispersion de l'orientation cristalline au sein du grain considéré.

Pour déterminer la taille de ces grains, la méthode du diamètre de cercle équivalent (ECD) est utilisée par le logiciel de dépouillement Channel 5. L'utilisation du diamètre moyen pour déterminer la taille des grains n'est pas un bon indicateur du degré de fragmentation de la microstructure lamellaire. En effet, la microstructure à l'état déformé se caractérise par une distribution hétérogène des tailles des grains, et l'utilisation de la taille moyenne masque l'existence des gros grains, ce qui n'est pas l'objectif de l'étude. L'utilisation de la taille moyenne pondérée par la surface des grains permet de prendre en compte l'existence des gros grains et présente ainsi un bon indicateur du degré de fragmentation de la microstructure par compression multiaxiale. La taille moyenne pondérée se calcule selon la relation suivante :

$$D = \frac{\sum_{i=1}^N (D_i \times S_i)}{\sum_{i=1}^N S_i} \quad (\text{II-12})$$

Afin de prendre en compte les incertitudes de mesure d'EBSD résultant de l'erreur d'indexation, nous avons supprimé tous les grains dont la taille est inférieure à 3 pixels, ainsi que les paquets de pixels isolés.

### II.5.2.b Distributions des tailles de grains

A l'état déformé, la distribution de taille des grains dans le cas de Zircaloy-4 où la fragmentation s'accompagne de recristallisation dynamique continue est souvent non uniforme. Pour comparer les différentes distributions nous utilisons dans ce travail les courbes de distributions cumulées. Cette présentation a pour avantage d'une part d'être normalisée en taille et en quantité, et d'autre part de ne pas nécessiter le choix d'une taille de classe comme les histogrammes conventionnels. Ce choix peut en effet changer l'interprétation des données. Les courbes de distributions cumulées sont construites comme suit:

- une liste de N grains ayant chacun une surface  $S_i$ ,  $i=1 \dots N$  est constituée,
- elle est triée par surfaces croissantes et chaque grain se voit assigné un numéro de 1 à N,
- la surface cumulée est calculée pour chaque grain comme la somme de sa surface ajoutée à la surface cumulée des grains précédents dans la liste,
- cette surface cumulée est normalisée par la surface totale et multipliée par 100,
- la même opération de cumul et de normalisation est réalisée sur les numéros des grains.

Ainsi, nous obtenons pour chaque grain un couple de valeurs {cumul nombre; cumul surface} comprises dans l'intervalle [0,100], qui peuvent être placées sur un graphique comme celui de la **figure II-17**.

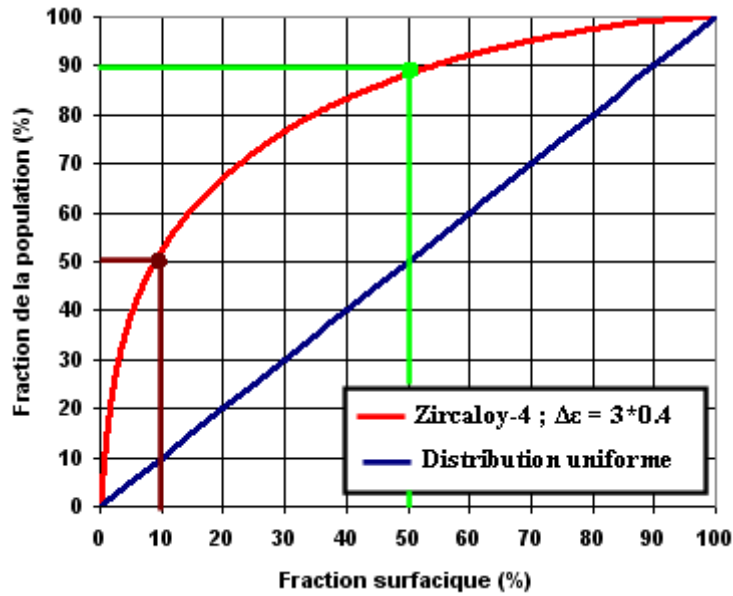
Sur ces graphiques, une distribution uniforme de tailles apparaît comme la première bissectrice du repère, et plus les distributions présentent de fortes dispersions, plus elles apparaissent courbées et distantes de cette droite.

Les populations de gros grains apparaissent en haut à droite, tandis que les populations de petits grains apparaissent en bas à gauche, en raison du tri des données par taille croissante.

Ainsi, la **figure II-17** montre un exemple de l'information lisible sur ces graphes:

- le point vert sépare les 10% des plus gros grains (en nombre), à droite, des 90% restant à gauche. L'abscisse de ce point nous indique que la fraction occupée par ces 10% de grains est égale à 50% de la surface analysée (les 90% restant occupent 50% de la surface).
- le point marron nous informe qu'en revanche, 10% de la surface est occupée par 50% de la population de grains, correspondant aux plus petits.

Ces courbes sont très sensibles aux variations de largeur des distributions. Et sont donc appropriées pour la comparaison de différentes distributions de tailles.



**Figure II-17 :** Exemple de courbe de distribution de tailles cumulées dans une microstructure de Zircaloy-4 déformée par compression multiaxiale ( $T = 750^{\circ}\text{C}$ ,  $\overline{\Delta\varepsilon} = 3 \times 0,4$ ,  $\overline{\dot{\varepsilon}} = 0,1\text{s}^{-1}$ ), comparée avec une distribution uniforme

### II.5.2.c Longueur surfacique des joints et des sous-joints

La longueur surfacique est un outil qui caractérise la répartition surfacique des joints et des sous-joints. Elle donne des renseignements sur l'évolution de la quantité des joints et des sous-joints au cours de la déformation, ce qui permet d'identifier les mécanismes de fragmentation mis en jeu. La mesure de la longueur des joints et des sous-joints est réalisée sur les cartographies EBSD grâce au logiciel de traitement d'images ImageJ. Ensuite, cette longueur est divisée par la surface de la cartographie correspondante.

### II.5.2.d Distribution des angles de désorientation

L'analyse de la cartographie d'orientations permet également d'obtenir les distributions de désorientations associées à la microstructure. On en distingue deux types:

- les distributions corrélées, qui sont mesurées entre pixels voisins et donnent une image de la structure des joints de grains,
- les distributions non corrélées, calculées à partir de couples de pixels choisis de manière aléatoire dans la cartographie. Ces distributions dépendent uniquement de la distribution des orientations de la texture dans la zone analysée et non de leur répartition. Leur confrontation avec les distributions corrélées peut faire apparaître les spécificités qui peuvent exister dans la distribution spatiale des orientations.

### ***II.5.2.e Fraction recristallisée***

Afin de quantifier l'avancement du processus de recristallisation dans les échantillons analysés, nous cherchons à mesurer la fraction volumique recristallisée de la microstructure (la fraction surfacique est assimilée à la fraction volumique lors du dépouillement de données 2D). Il existe principalement deux critères pour séparer grains recristallisés et grains écrouis :

- l'indice de la qualité des clichés de diffraction, qui est globalement meilleur dans les zones recristallisées,
- la désorientation interne des grains, indicateur de la quantité de défauts dans le cristal, bien plus forte dans les grains qui n'ont pas recristallisé.

La taille et la morphologie sont des indices de recristallisation, mais subjectifs. L'examen est compliqué lorsque la restauration intervient : le passage d'une cellule écrouie à cellule restaurée se fait continûment et la frontière entre les deux n'est pas accessible par EBSD.

Dans ce travail, le critère de désorientation moyenne a été utilisé pour identifier les zones recristallisées. Une désorientation interne de  $2^\circ$  a été fixée. Ainsi, un grain est considéré comme recristallisé ou équiaxe si sa désorientation interne (mesurée à l'EBSD) n'excède pas  $2^\circ$ .

## **Chapitre III : Influence de divers traitements thermiques sur la microstructure du Zircaloy-4 trempé- $\beta$**

Dans ce chapitre, nous nous proposons de caractériser la microstructure lamellaire du Zircaloy-4 trempé- $\beta$ , d'une part en fonction de la taille de l'ancien grain bêta, et d'autre part en fonction de la vitesse de refroidissement (pour une même taille d'ancien grain bêta) du point de vue morphologique (épaisseur des lamelles, taille des colonies de lamelles parallèles et taille des précipités), mécanique (dureté) et enfin cristallographique (texture).

### ***III.1 Influence de la taille de l'ancien grain bêta sur la microstructure résultante de trempe***

#### **III.1.1 Procédure expérimentale**

L'objectif de cette partie est d'étudier l'effet de la taille de l'ancien grain bêta sur la microstructure du Zircaloy-4 trempé-bêta. Ainsi, des disques d'épaisseur 10mm, découpés perpendiculairement à l'axe de la barre, ont été portés en phase bêta (1050°C), puis maintenus pendant des périodes allant de 3 minutes à 24 heures (**figure III-I**). Une fois le temps de maintien achevé, les échantillons ont été par la suite trempés à l'air. Un thermocouple placé sur un échantillon a permis de mesurer les vitesses de chauffage et de refroidissement. La vitesse de montée est de 100°C/min et celle de refroidissement à l'air est de 250°C/min. Ainsi, les échantillons ont subi le même protocole expérimental, et ils ne se différencient que par le temps du maintien dans le domaine bêta.

Pour étudier l'effet de l'état initial sur la taille de l'ancien grain bêta et également sur la microstructure, un traitement thermique supplémentaire comportant une double trempe (deux fois 15min) a été effectué (**figure III-2**). Ainsi, la deuxième trempe se fait sur une microstructure lamellaire.

Les échantillons ont été par la suite observés en surface. Des précautions ont été prises lors de la préparation métallographique en effectuant un polissage mécanique grossier pour enlever respectivement la couche d'oxyde de zirconium formée à la surface (50  $\mu\text{m}$ ) et la couche de la phase alpha non transformée, stabilisée par l'oxygène (100  $\mu\text{m}$ ) au cours du traitement thermique.

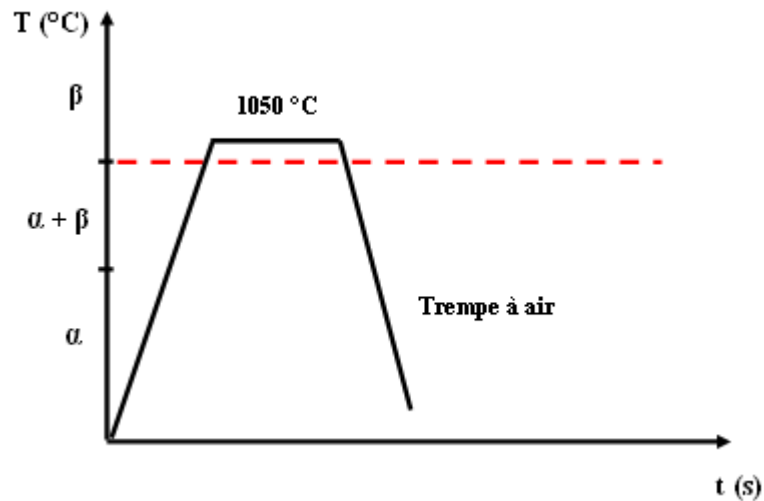


Figure III-1 : Traitement thermique effectué en phase bêta

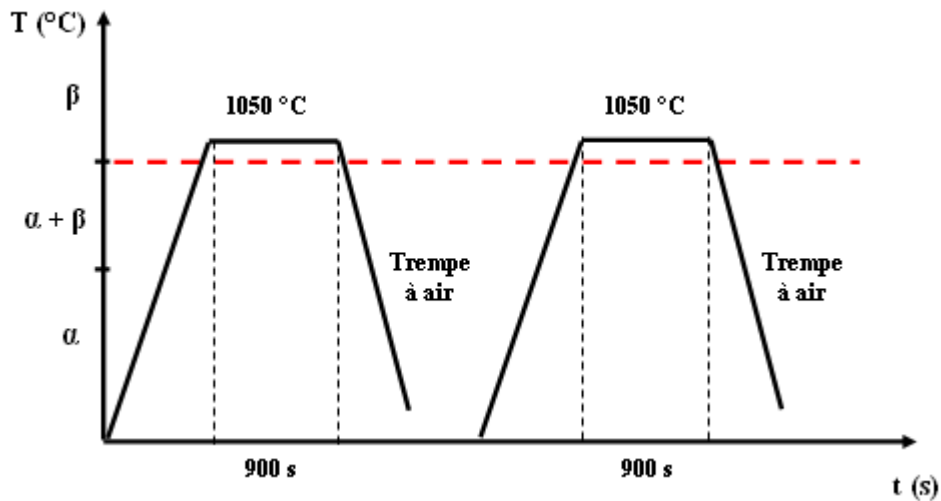


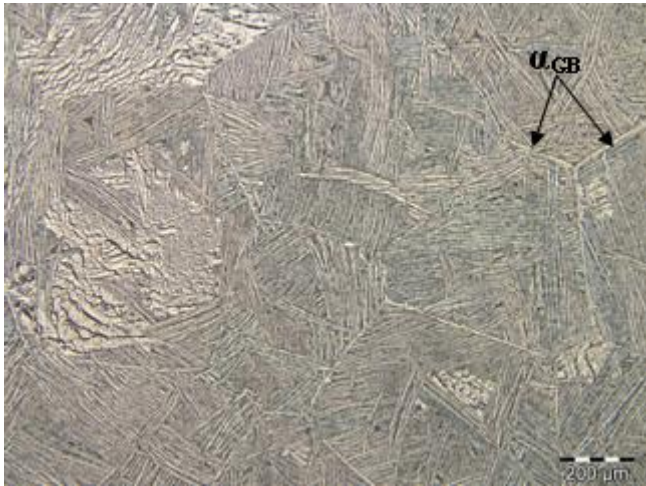
Figure III-2 : Principe de la double trempe

### III.1.2 Résultats

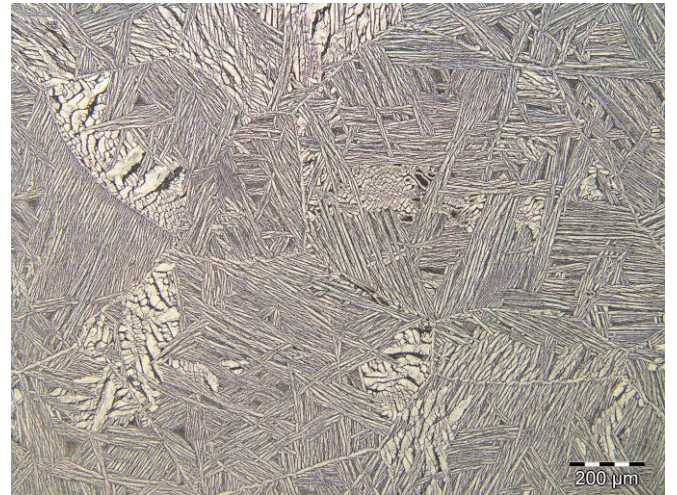
#### III.1.2.a Taille des anciens grains bêta

La **figure III-3** représente des micrographies optiques, obtenues après une attaque chimique, de la microstructure du Zircaloy-4 pour les différents temps  $t$  de maintien à 1050°C. La taille moyenne de l'ancien grain bêta a été par la suite quantifiée et les résultats sont donnés dans la **figure III-4** et le **tableau III-1**.

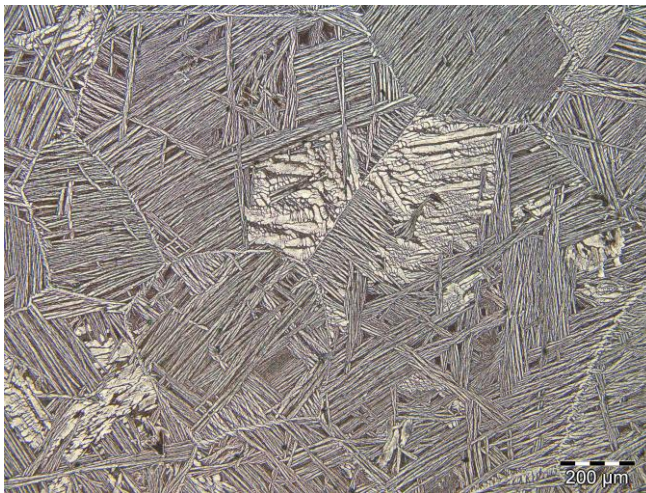




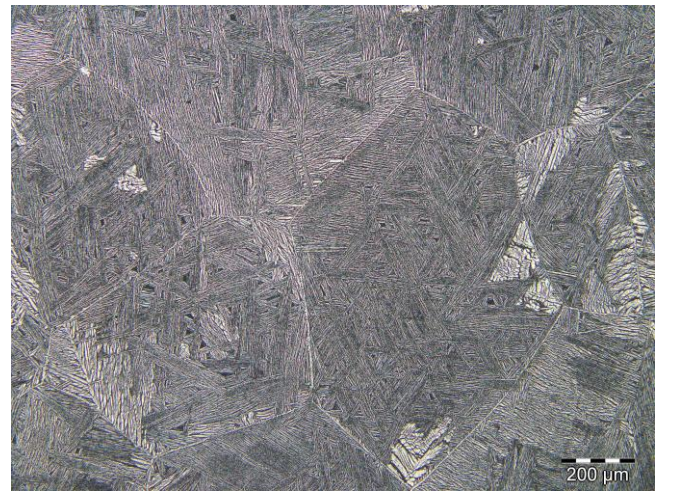
(a)  $t = 3 \text{ min}$



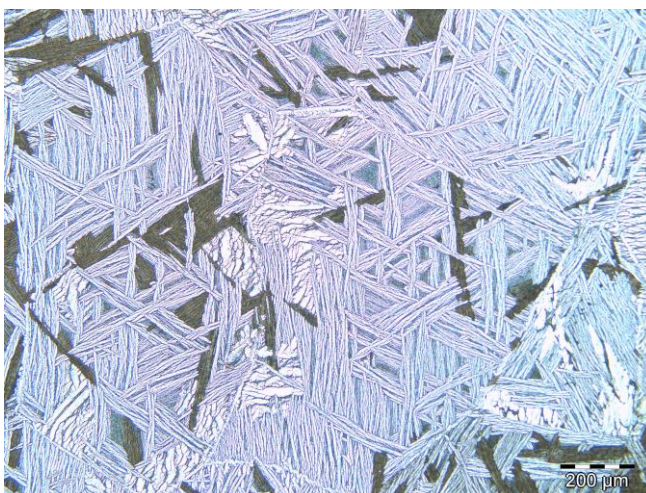
(b)  $t = 5 \text{ min}$



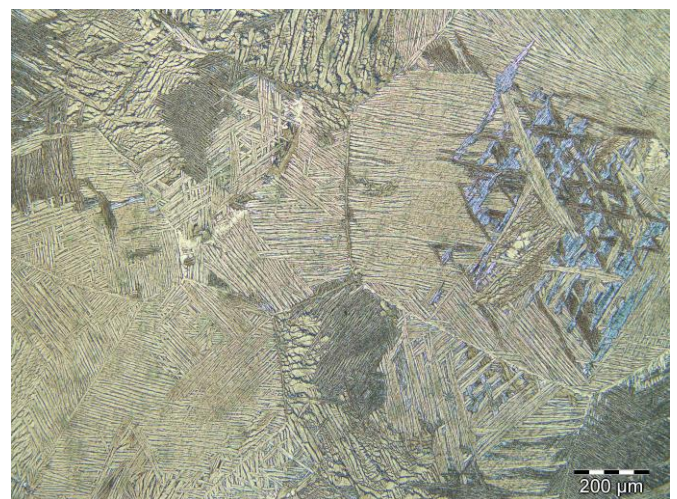
(c)  $t = 10 \text{ min}$



(d)  $t = 15 \text{ min}$



(e)  $t = 30 \text{ min}$



(f)  $t = 120 \text{ min}$

**Figure III-3** : Microstructures résultantes pour différents temps de maintien



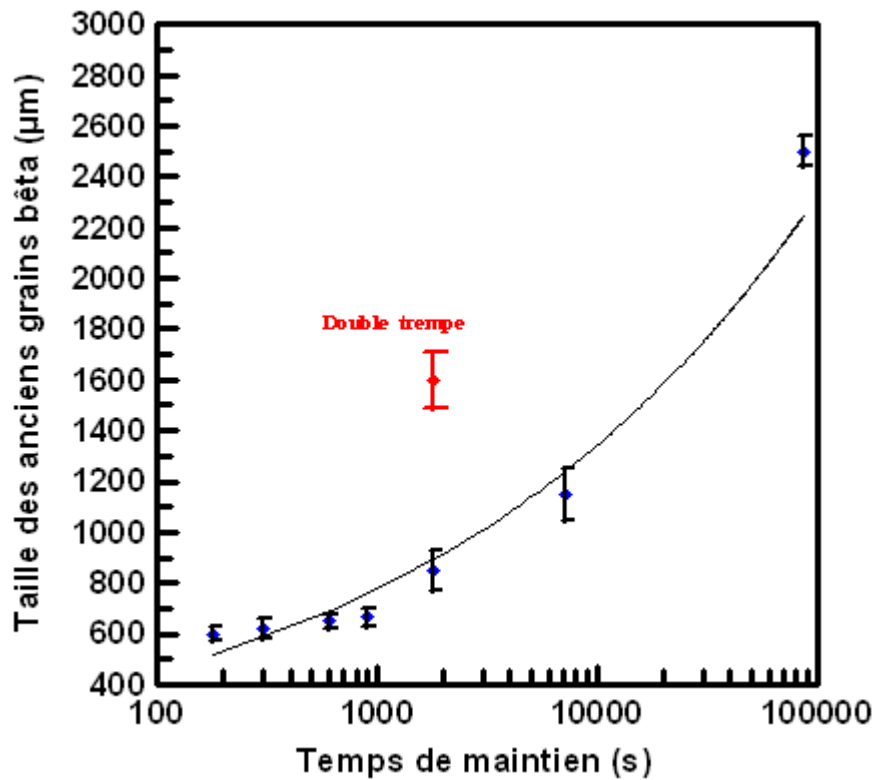


Figure III-4 : Effet du temps du maintien sur la taille des grains bêta

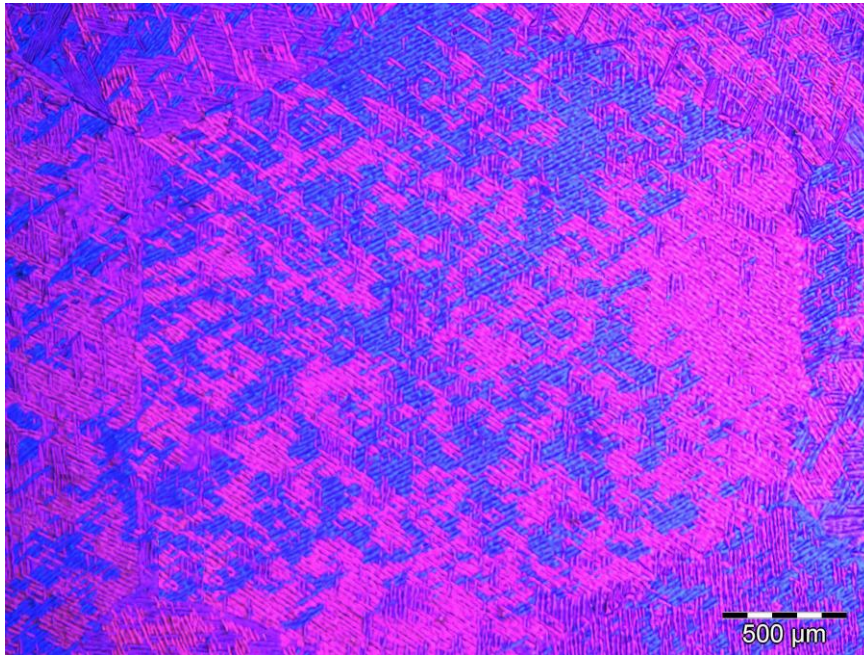
Temps (minutes)	3	5	10	15	30	120	1440	Double trempe
Taille de l'ancien grain bêta (µm)	600	620	650	664	850	1150	2500	1601
Taille des colonies (µm)	416	400	460	520	500	562	-	640

Tableau III-1 : Tableau récapitulatif des résultats obtenus

D'après les résultats de la **figure III-4**, l'évolution de la taille du grain bêta en fonction du temps du maintien présente deux tendances :

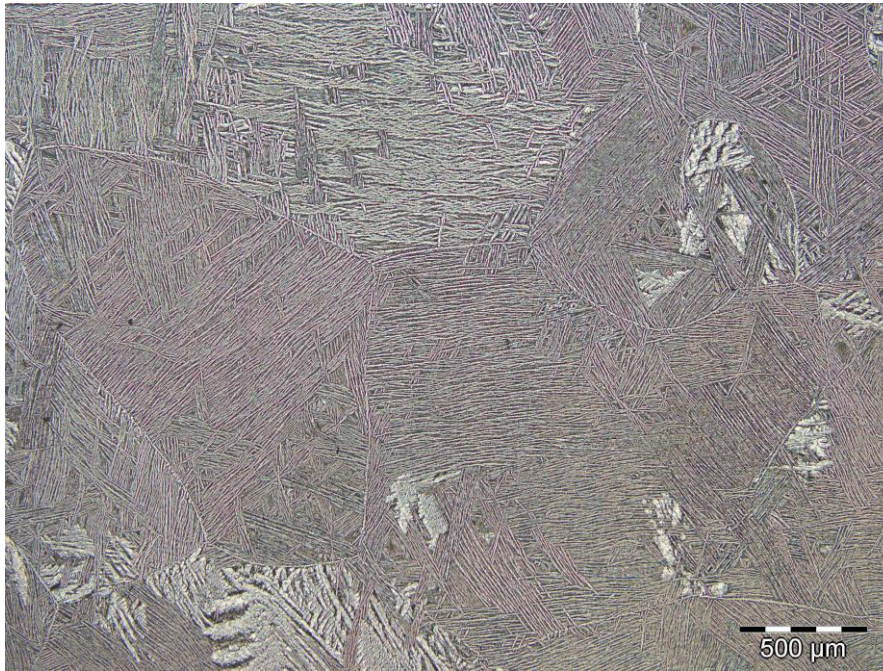
- la première est observée dans l'intervalle de temps compris entre 3 et 15 minutes. Elle se caractérise par une croissance lente du grain. Nous trouvons respectivement 600 et 664 µm pour ces deux valeurs limites. Dans la gamme de fabrication des tubes de gainage des combustibles nucléaires, cet intervalle est utilisé pour l'homogénéisation en phase bêta des billettes de Zircaloy-4 avant trempe. Le choix d'un temps de maintien court est justifié par le fait qu'il limite la croissance des anciens grains bêta, ce qui permet aux industriels d'avoir des grains plus petits.

- la deuxième tendance est observée au-delà d'un temps du maintien de 15 minutes. Elle se caractérise par une croissance forte de l'ancien grain bêta. La taille augmente de 664  $\mu\text{m}$  (après 15 minutes de maintien) à 850  $\mu\text{m}$  (après 30 minutes de maintien). Elle atteint 1,2 mm après 2 heures. Pour de longues durées du maintien (24 heures), quelques grains bêta de 2,5 mm ont été observés (**figure III-5**). Il semble qu'ils aient crû au cours du maintien au dépend des petits qui les entouraient.



**Figure III-5** : Micrographie optique en lumière polarisée d'une microstructure obtenue après 24 heures de maintien puis trempe. Les frontières de l'ancien grain bêta sont clairement visibles

La double trempe permet d'obtenir des tailles élevées sans chauffer aussi longtemps. Dans un échantillon qui a subi deux fois 15 minutes de maintien (**figure III-6**), la taille est le double (1,6mm) de celle obtenue après le même temps total du maintien (30 minutes), et presque le triple de celle obtenue après une seule trempe après 15 minutes de maintien. La double trempe permet ainsi d'obtenir des tailles élevées sans chauffer aussi longtemps. Celle-ci est un sujet d'étude bien intéressant, bien qu'il n'ait pu être entrepris systématiquement dans le présent travail.



**Figure III-6** : Microstructure issue d'une double trempe

Pour quantifier l'évolution de la taille des anciens grains bêta en fonction du temps de maintien, une loi puissance a été proposée [Atk88, MAWD<sup>03</sup>] :

$$\bar{D} = kt^n \quad (\text{III-1})$$

où  $\bar{D}$  est le diamètre moyen, k et n sont des constantes qui dépendent de la température.

Le lissage des résultats de la **figure III-4** a permis de déterminer les coefficients de cette loi. Les résultats sont donnés dans le **tableau III-2** ainsi que les résultats de Massih et al. [MAWD<sup>03</sup>] obtenus sur le Zircaloy-2 pour des temps du maintien entre 50 et 700 secondes. Il apparaît que l'évolution de la taille des grains bêta dans le Zircaloy-2 est moins sensible aux temps de maintien dans le domaine bêta que de celle dans le Zircaloy-4.

	K	n
Présent travail	149,78	0,23
Massih et al. [MAWD <sup>03</sup> ]	37,8	0,43

**Tableau III-2** : Détermination des coefficients de la loi de croissance des anciens grains bêta dans le Zircaloy-4. Comparaison avec le Zircaloy-2 [MAWD<sup>03</sup>]

### III.1.2.b Evolution de la microstructure

Avec les moyens techniques dont nous avons disposé, la vitesse de refroidissement est inférieure à 500°C/s et la microstructure résultante de la trempe bêta est de type

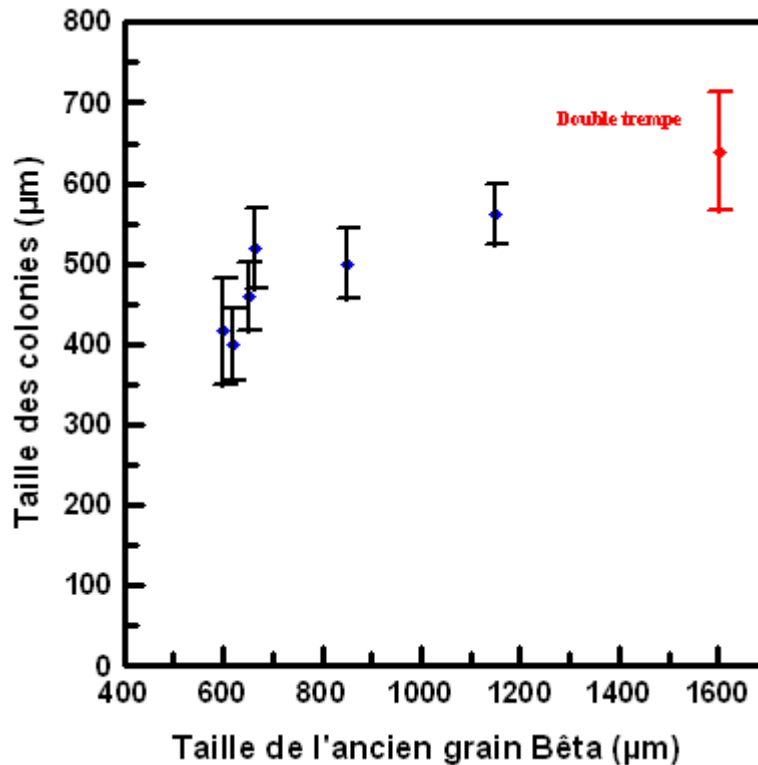
Widmanstätten [MAWD<sup>+</sup>03, Hol70]. La phase allotromorphe  $\alpha_{GB}$  est déjà visible sur les micrographies de la **figure III-3**. Cette phase présente un site de germination potentiel pour les colonies de lamelles parallèles. Par contre, les lamelles en vannerie ou panier tressé germent à l'intérieur des anciens grains bêta sur les nanoprécipités comme les chlorures, les carbures et les siliciures. Deux facteurs peuvent favoriser l'une par rapport à l'autre : la vitesse de refroidissement (dans ce paragraphe elle est fixée) et la taille de l'ancien grain bêta (c'est la seule variable).

Jusqu'à une taille de 1,2 mm (2 heures de maintien), la microstructure est un mélange de vannerie et de lamelles parallèles (**figure III-3**). Le recours à la double trempe n'introduit pas un changement morphologique (**figure III-6**). Par contre, pour une taille de 2,5 mm obtenue après 24 h de maintien, la microstructure est entièrement constituée par une structure en vannerie (**figure III-5**). En effet, la proportion des sites de germination inter et intragranulaire, composés par les particules de seconde phase, augmente avec la taille de l'ancien grain bêta, et il apparaît qu'au delà d'une proportion critique (taille critique d'ancien grain bêta), une structure en vannerie occupe tout l'ancien grain bêta.

L'effet de la taille de l'ancien grain bêta sur la taille des colonies des lamelles parallèles a été déjà étudié sur quelques alliages de titane, mais, à notre connaissance, pas encore sur les alliages de zirconium. Ainsi, la taille des colonies des lamelles parallèles a été quantifiée en fonction de la taille de l'ancien grain bêta dans les conditions où une microstructure de Widmanstätten est observée, et les résultats sont mentionnés dans la **figure III-7** et le **tableau III-1**.

La taille des colonies des lamelles parallèles n'augmente que légèrement avec la taille de l'ancien grain bêta. Elle passe d'une taille moyenne de 416  $\mu\text{m}$ , pour une taille de 600  $\mu\text{m}$  de l'ancien grain bêta, à 562  $\mu\text{m}$ , pour une taille de 864  $\mu\text{m}$  de l'ancien grain bêta. De même, en double trempe, où la taille de l'ancien grain est de 1,6mm, la taille des colonies augmente légèrement à 640  $\mu\text{m}$ .

L'augmentation de la taille de l'ancien grain bêta s'accompagne d'une augmentation de la longueur de ses joints où poussent les colonies des lamelles parallèles. Étant donné que l'épaisseur des lamelles est constante (elle dépend presque exclusivement de la vitesse de refroidissement), alors l'augmentation de la taille des colonies de lamelles parallèles ne peut être due qu'à la multiplication du nombre des lamelles qui germent sur les anciens joints de grains bêta.



**Figure III-7** : Effet de la taille de l'ancien grain bêta sur la taille des colonies des lamelles parallèles

## **III.2 Influence de la vitesse de refroidissement sur la microstructure de trempe du Zircaloy-4**

### **III.2.1 Introduction**

Jusqu'à maintenant, l'effet de la vitesse de refroidissement sur la genèse de la microstructure du Zircaloy-4 n'a pas fait l'objet d'étude systématique. Plusieurs auteurs [MAWD<sup>03</sup>, WT79] ont fait des travaux en ce sens, mais sans disposer d'un montage permettant de connaître avec précision la vitesse de refroidissement dans la zone analysée. En effet, pour caractériser une microstructure donnée, il faut que la vitesse de refroidissement soit homogène sur toute la zone étudiée. S'ajoute également la limitation dans le choix des vitesses de refroidissement avec l'usage des moyens de refroidissement classiques comme la trempe à eau, à l'air ou four coupé. Donc il nous a paru nécessaire de mettre en place une expérience fiable et reproductible et qui permette de relier directement le gradient de microstructure à la vitesse de refroidissement.



### III.2.2 Présentation de l'essai Jominy

L'essai Jominy a été adapté afin d'améliorer la caractérisation microstructurale du point de vue qualitatif [AAD12]. En effet, cette technique offre la possibilité d'étudier à partir d'un seul échantillon l'effet de la vitesse de refroidissement sur les gradients de propriétés mécaniques et microstructurales ainsi formés.

Il a été conçu initialement [JB39] pour étudier la trempabilité des aciers. La technique consiste à porter une éprouvette cylindrique dans le domaine austénitique, puis à la refroidir à une extrémité à l'aide d'un jet d'eau. En fonction de la distance de l'extrémité trempée, la vitesse de refroidissement chute progressivement. Ainsi, la transformation est de type martensitique près de l'extrémité trempée et bainitique plus loin. Il en résulte un gradient de propriétés mécaniques le long de l'axe de l'éprouvette que des mesures de dureté permettront de relier à la vitesse de refroidissement.

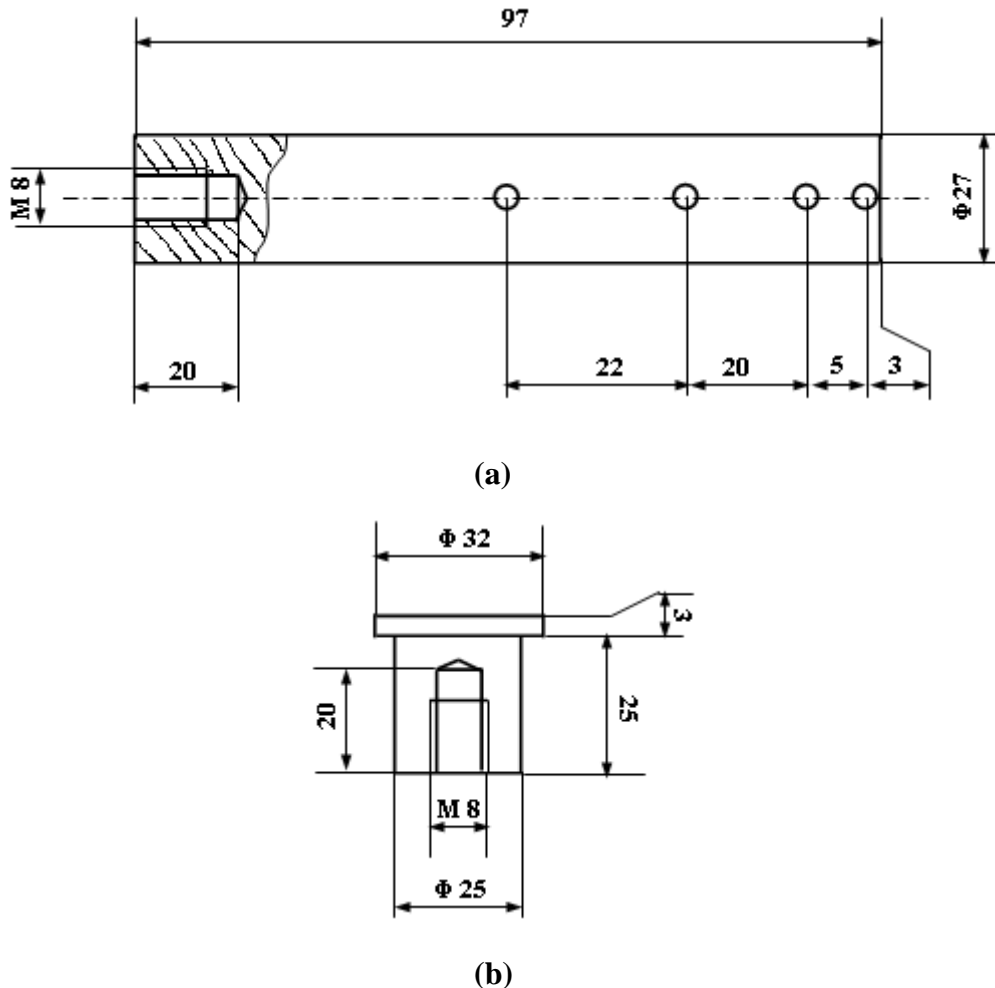
Récemment, l'essai Jominy a été utilisé pour étudier l'influence de la vitesse de refroidissement sur l'évolution microstructurale de métaux non ferreux comme l'aluminium [LL79, NM00] et les alliages de titane [PMOT05, HHW07, AR88].

Dans notre étude, une isolation thermique a été réalisée sur le fût de l'éprouvette afin de rendre le flux de chaleur unidirectionnel. Plusieurs techniques d'isolation thermique ont été essayées afin d'améliorer les conditions d'isolation à haute température. L'utilisation d'une brique réfractaire et de laine de verre (Kaowool) comme moyen de protection n'a pas donné de bons résultats. En effet la brique réfractaire se mouille lors du refroidissement, ce qui fausse les mesures. La laine de verre, elle, ne permet pas d'assurer l'isolation thermique au-delà d'une température de 700°C. En revanche, l'utilisation d'un tissu spécial à base d'alumine, de faible épaisseur et résistant jusqu'à des températures de 1200°C, a permis d'améliorer l'isolation thermique de l'éprouvette. Dans notre cas, le principal intérêt du montage est que la vitesse de refroidissement décroît continûment d'une extrémité à l'autre de l'éprouvette tout en restant constante selon son rayon. En plus, les résultats obtenus peuvent être reliés à une simulation numérique de l'état thermique du matériau au cours du refroidissement, ce qui permet d'accéder à l'histoire thermique en tous points de l'éprouvette.

### III.2.3 Protocole expérimental

Les barres de Zircaloy-4, présentées dans le chapitre II, ont été utilisées comme éprouvettes de l'essai Jominy. L'éprouvette est donc une barre de 95 mm de longueur et de 27 mm de diamètre. Ces dimensions sont très proches des dimensions normalisées (norme ISO 642) des éprouvettes Jominy classiques.

Quatre trous de thermocouples de diamètre 1 mm et de profondeur 5 mm sont usinés sur l'éprouvette à des distances de 3, 8, 28 et 50 mm de l'une des deux extrémités (**figure III-8**).



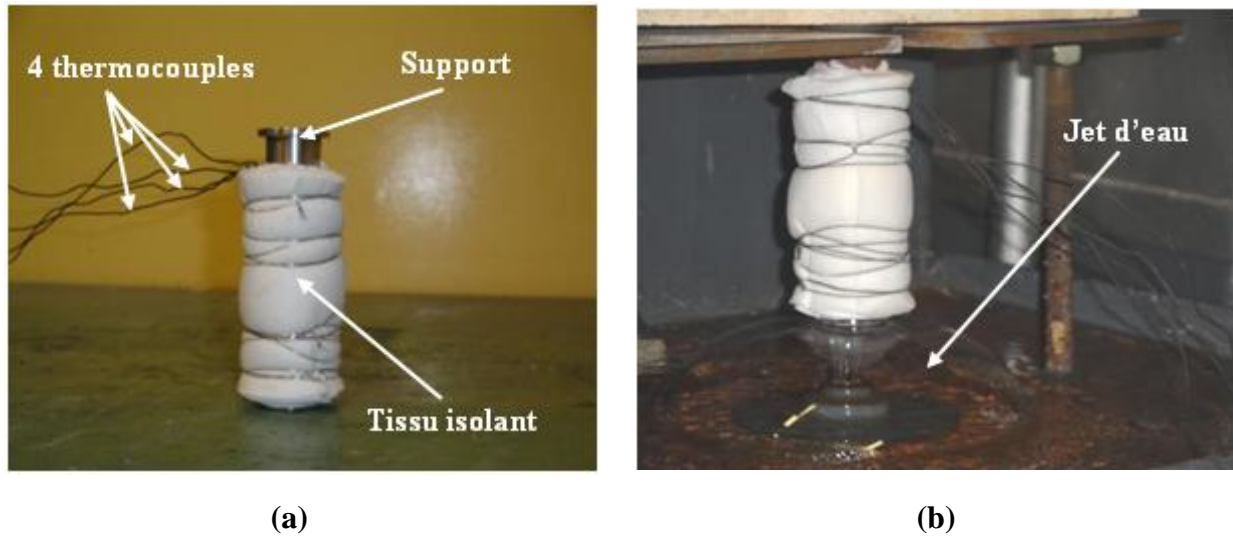
**Figure III-8** : a) Géométrie de l'éprouvette Jominy b) Support de suspension en acier

Un autre trou fileté sert à visser une tête en acier inoxydable par laquelle est suspendue l'éprouvette en cours de l'essai : il évite les pertes de chaleur par contact entre l'éprouvette et le support. Quatre thermocouples, de type K, sont branchés simultanément dans les quatre trous déjà usinés afin d'enregistrer les profils de température lors de refroidissement par l'intermédiaire d'un système d'acquisition Spider 8 (société Hottinger Baldwin Messtechnik), qui transmet par la suite les données à une application Labview.

Une fois les thermocouples branchés, l'éprouvette est enrobée de tissu isolant sur plusieurs couches afin d'assurer l'isolation thermique. La **figure III-9(a)** présente la configuration de l'éprouvette avant l'essai. Par la suite, l'éprouvette est chauffée jusqu'à



1050°C et maintenue 15 minutes à cette température. A l'issue de ce maintien, elle est sortie du four et positionnée sur le dispositif de refroidissement représenté sur la figure III-9(b).



**Figure III-9 :** a) Éprouvette Jominy b) Éprouvette refroidie par un jet d'eau depuis son extrémité inférieure

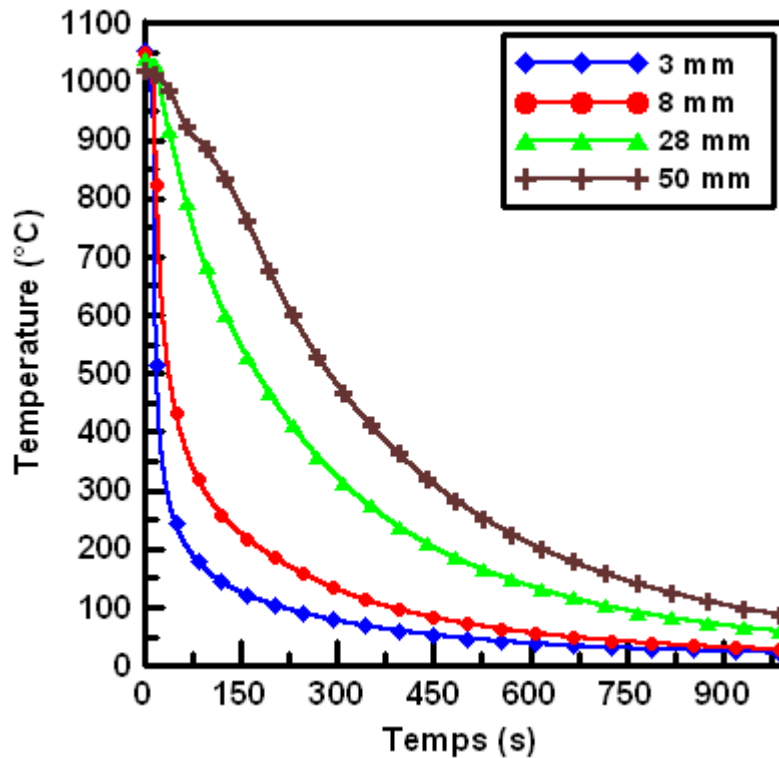
Dans cette étude deux types d'essais Jominy ont été réalisés. Le premier a été effectué sur une barre qui n'a pas subi de traitement thermique, appelée Jominy 1. Par contre, le deuxième essai a été effectué sur une barre qui a subi un maintien en température en phase bêta pendant 15 minutes, suivie d'une trempe à l'air, appelée Jominy 2. Lors de l'essai Jominy 2, une augmentation du débit d'eau a été effectuée afin d'avoir une gamme de vitesses plus élevée que celle obtenue dans l'essai Jominy 1. Ainsi, l'essai Jominy 1 se réalise sur la microstructure déjà décrite dans le chapitre II (**figure II-2**). Par contre, l'essai Jominy 2 se réalise sur une microstructure de Widmanstätten avec une taille initiale d'ancien grain bêta de 664  $\mu\text{m}$  (**figure III-3(d)**). Il est clair qu'après l'essai, la taille des anciens grains bêta sera le double de celui du Jominy 1. Nous précisons que le travail de caractérisation sera mené sur l'essai Jominy 1. L'essai Jominy 2 sert à vérifier s'il existe ou pas une modification morphologique importante de la microstructure sous l'effet de l'augmentation respective de la taille de l'ancien grain bêta et de la vitesse de refroidissement.

### III.2.4 Résultats : Jominy 1

#### III.2.4.a Analyse thermique

Les profils de température à différentes distances de l'extrémité trempée sont tracés sur la **figure III-10**. Ces résultats montrent que la vitesse de refroidissement est pratiquement

constante dans l'intervalle de température  $1000 > T > 700^\circ\text{C}$  sauf pour la mesure à 50 mm qui comme nous le verrons est moins significative. Où  $700^\circ\text{C}$  correspond à la température de fin de transformation  $\beta \rightarrow \alpha$  et de précipitation  $(\text{Zr}(\text{Fe},\text{Cr})_2)$ , au dessous de laquelle la microstructure évolue peu. Nous intéresserons surtout à la vitesse de refroidissement dans cet intervalle de température. Les vitesses de refroidissement ainsi mesurées sont données dans le **tableau III-3**. A 3 mm de l'extrémité trempée, la vitesse de refroidissement est de  $140^\circ\text{C/s}$ . Elle chute considérablement en s'éloignant de l'extrémité trempée jusqu'à devenir  $2^\circ\text{C/s}$  à 50 mm de celle-ci.



**Figure III-10** : Profils de température enregistrés à des différentes distances de l'extrémité trempée

Distance (mm)	3	8	28	50
Vitesse de refroidissement ( $^\circ\text{C/s}$ )	140	36	4,5	2

**Tableau III-3** : Vitesses de refroidissement mesurées à différentes distances de l'extrémité trempée de l'éprouvette

Afin d'avoir l'histoire thermique en tous les points de l'éprouvette Jominy au cours de refroidissement (et pas seulement aux points de mesure), une simulation numérique par éléments finis en utilisant le logiciel ABAQUS/Standard [HKS97] a été réalisée. Mais pareille simulation, basée sur l'équation de conservation de la chaleur, implique un coefficient d'échange thermique entre la zircone (ZrO<sub>2</sub>) et le jet d'eau. Au terme de nos recherches, celui-ci ne paraît pas renseigné dans la littérature. Il a donc fallu l'optimiser en fonction des résultats expérimentaux. La simulation pourrait alors être utilisée pour des pièces de taille et de forme quelconque.

La simulation numérique par ABAQUS repose sur la résolution de l'équation de conservation de la chaleur. Compte-tenu de la symétrie de révolution, le problème s'écrit, en coordonnées cylindriques (r,z), sous la forme :

$$\rho(T) c_p(T) \frac{\partial T}{\partial t}(r,t) = \nabla(k(T) \nabla T) = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r k(T) \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( k(T) \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad (\text{III-2})$$

où T est la température exprimée en degrés Kelvin (K),  $\rho$  la densité volumique (Kg/m<sup>3</sup>),  $c_p$  la chaleur spécifique (J/Kg.K) et  $k$  la conductivité thermique (W/m.K).

Lors de la modélisation, le support, en acier inoxydable, a été pris en compte. Les propriétés thermiques du Zircaloy-4, qui varient sensiblement dans les intervalles de températures considérés, ont été trouvées dans les recommandations de l'Agence Internationale de l'Energie Atomique (IAEA) [IAE06], du centre de recherche de l'Université de Karlsruhe [SSSP02] et du Centre International de Sécurité Nucléaire du Département de l'Energie Américain [Arg]. Elles sont données dans le **tableau III-4**. L'enthalpie de transformation qui caractérise la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$  a été prise en compte dans l'expression de chaleur spécifique  $c_p$ . Les propriétés thermiques de l'acier inoxydable qui constitue le support du maintien de l'éprouvette sont données dans le **tableau III-5 [Ker00]**.

$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	- En domaine $\alpha$ : $\rho(T) = 6595,2 - 0,1477 T$ - En domaine $\beta$ : $\rho(T) = 6690 - 0,1855 T$
$c_p$ (J/Kg.K)	- En domaine $\alpha$ : $c_p(T) = 260,85 + 0,137 T$ - En domaine $\beta$ : $c_p(T) = 634,6 + 0,4 T + 1,6 \cdot 10^{-4} T^2$ - En domaine $\alpha+\beta$ : $c_p(T) = 565 \exp\left(-\frac{(T - 1163)^2}{1100}\right)$
$K$ (W/m.K)	$k(T) = 12,762 - 5,435 \cdot 10^{-4} T + 8,982 \cdot 10^{-6} T^2$

**Tableau III.4** : Propriétés thermiques du Zircaloy-4 utilisées lors de la modélisation

$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	Entre 293<T<1650 K : $\rho(T) = -0,444 T + 8043$
$c_p$ (J/Kg.K)	Entre 293<T<1650 K : $c_p(T) = 0,152 T + 456,4$
$k$ (W/m.K)	Entre 293<T<1650 K : $k(T) = 0,013 T + 11,3$

**Tableau III.5** : Propriétés thermiques de l'acier inoxydable qui constitue le support de l'éprouvette [**Ker00**]

La température initiale a été fixée à 1323 K (1050°C). Trois types de conditions aux limites ont été introduits (**figure III-11 (a)**) :

- une condition de type adiabatique a été imposée respectivement selon l'axe de symétrie de l'éprouvette et selon sa surface latérale où l'isolation thermique par le tissu ignifuge est réalisée :

$$k(T) \frac{\partial T}{\partial n} = 0 \quad \text{(III-3)}$$

- une condition de type rayonnement a été imposée sur le support de maintien de l'éprouvette :

$$-k(T) \frac{\partial T}{\partial n} = \varepsilon \sigma (T^4 - T_\infty^4) \quad \text{(III-4)}$$

Dans cette expression,  $\varepsilon$  est l'émissivité de l'acier inoxydable à haute température à l'état oxydé ( $\varepsilon=0,85$ ),  $\sigma$  constante de Stefan-Boltzmann ( $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-4}$ ) et  $T_\infty$  la température ambiante. On note que la convection avec l'air a été négligée devant l'échange par rayonnement,

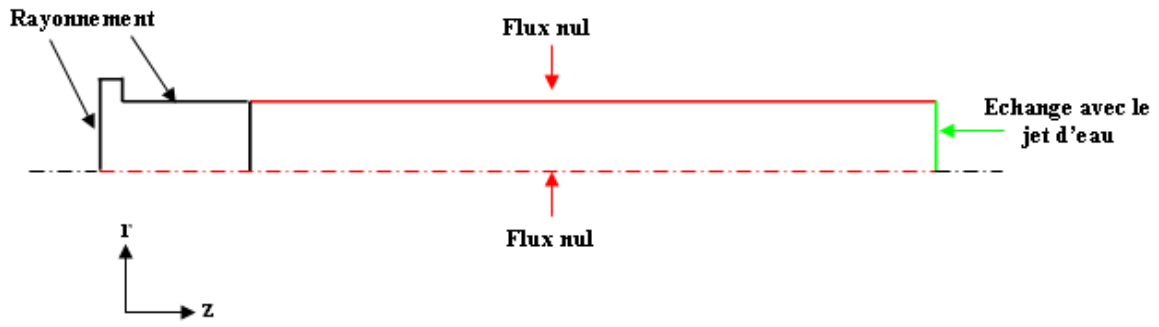
- une condition de type convection avec l'eau a été imposée au niveau de l'extrémité trempée de l'éprouvette en contact avec le jet d'eau :

$$-k(T) \frac{\partial T}{\partial n} = h(T)(T - T_\infty) \quad \text{(III-5)}$$

Le coefficient d'échange thermique (essentiellement convectif)  $h(T)$  varie en fonction de la température et ses valeurs ne sont pas connues avec précision. Nous nous sommes inspirés des travaux de Le Masson et al. [LLAR<sup>+</sup>02], qui ont réalisé une optimisation du coefficient de transfert soumise à un essai Jominy sur acier inoxydable. Leur optimisation a montré que la variation du coefficient de transfert est caractérisée par un pic à  $T = 400^\circ\text{C}$  ( $h = 60000 \text{ W}/\text{m}^2\cdot\text{K}$ ), suivi par une stabilisation à partir de  $T = 600^\circ\text{C}$  ( $h = 10000 \text{ W}/\text{m}^2\cdot\text{K}$ ). Nous avons évoqué ci-dessus les difficultés qu'il y a à déterminer ce paramètre. Pour le Zircaloy-4, rien ne permet de penser qu'il diffère beaucoup de celui de l'acier inoxydable, mieux documenté. Le pic à  $T = 400^\circ\text{C}$  provient du phénomène de caléfaction qui crée entre le métal et le jet d'eau une couche de vapeur d'eau à propriétés isolantes. L'optimisation, menée par des élèves de l'Ecole des Mines de Saint Etienne [GFL12], a conduit à retenir une valeur de  $h = 11000 \text{ W}/\text{m}^2\cdot\text{K}$  pour nos calculs.

Au cours de la modélisation, un maillage fin a été utilisée avec des éléments de nature quadratique, de type « heat transfert ». Leur taille a été fixée à 0,25 mm (**figure III-11(b)**). La **figure III-11(c)** représente la distribution de la température à la fin de simulation numérique. Elle montre une distribution uniforme suivant le rayon dans la plus grande partie du fût de l'éprouvette (partie en Zircaloy-4), mais qui varie selon l'axe  $z$ . Vu les conditions adiabatiques imposées en  $r = 0$  et  $r = R$ , ce résultat était prévisible. Ceci met en évidence le caractère unidirectionnel du flux de chaleur produit par le dispositif Jominy tel que nous l'avons utilisé.

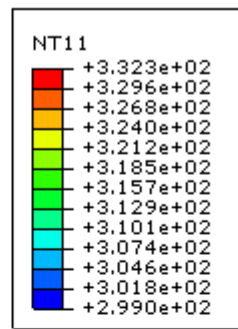
La **figure III-12** présente une confrontation entre profils de températures expérimentaux et simulés. Nous précisons ici que les valeurs de température simulées ont été prises à une profondeur de 5mm de la surface latérale de l'éprouvette. Nous constatons que la correspondance est la meilleure dans la plage de température  $T \geq 700^\circ\text{C}$ .



(a)



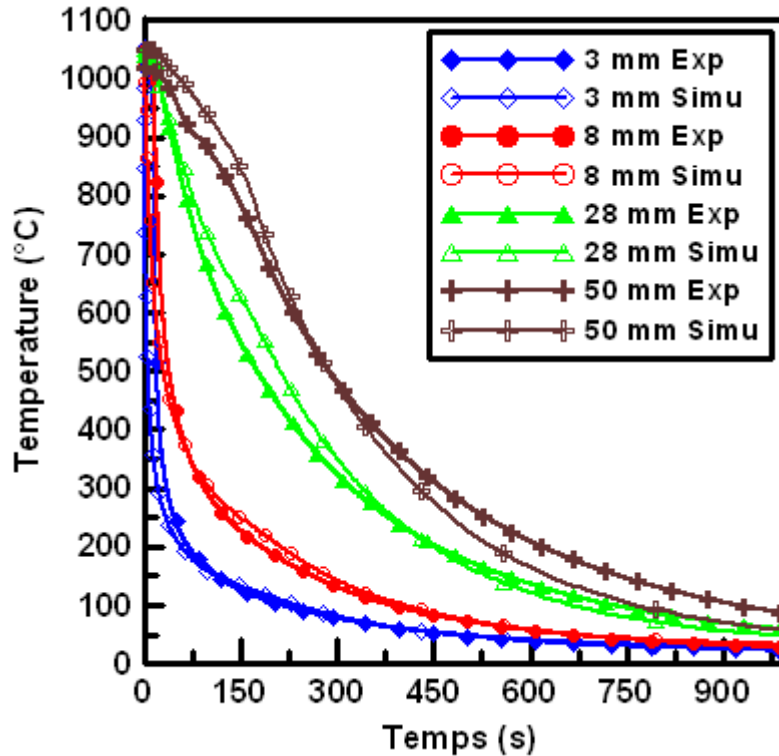
(b)



(c)



Figure III-11 : a) conditions aux limites imposées b) maillage utilisé c) distribution de la température à la fin de la simulation (K)



**Figure III-12** : Confrontation des résultats expérimentaux avec les résultats de simulation à quatre distances de l'extrémité trempée

Une modélisation plus satisfaisante surtout dans tout l'intervalle [20°, 1050°C] devrait tenir compte des variations du coefficient de transfert thermique telles que nous les avons mentionnées.

La simulation donne accès aux vitesses de refroidissement en tous les points de l'éprouvette, en particulier près de l'extrémité trempée (peu accessible pour laisser la place du thermocouple) ainsi qu'au-delà d'une distance de 50 mm. Les résultats sont donnés sur la **figure III-13**.

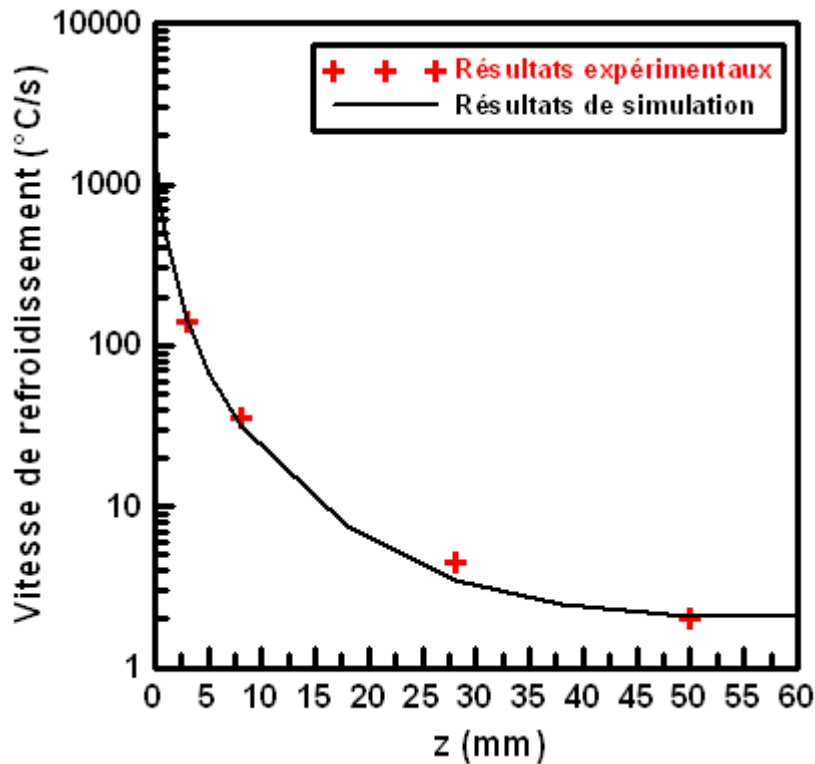
La modélisation a permis d'obtenir certaines informations qui n'étaient pas été accessibles par l'expérience, telles que :

- le flux de chaleur est bien unidirectionnel au cours du refroidissement de l'éprouvette dans la zone d'intérêt (jusqu'à 70 mm de l'extrémité trempée), tant que l'échange de chaleur par rayonnement par le support a un effet négligeable.
- au-delà d'une distance de 50 mm de l'extrémité trempée, la vitesse de refroidissement ne décroît que lentement, restant pratiquement égale à 2°C/s dans toute la partie supérieure de l'éprouvette jusqu'à la tête en acier. L'essai Jominy ne permet pas de

reproduire les vitesses plus lentes ( $>1^{\circ}\text{C/s}$ ). Pour cela il faut d'autres techniques de refroidissement, tel que le refroidissement four coupé.

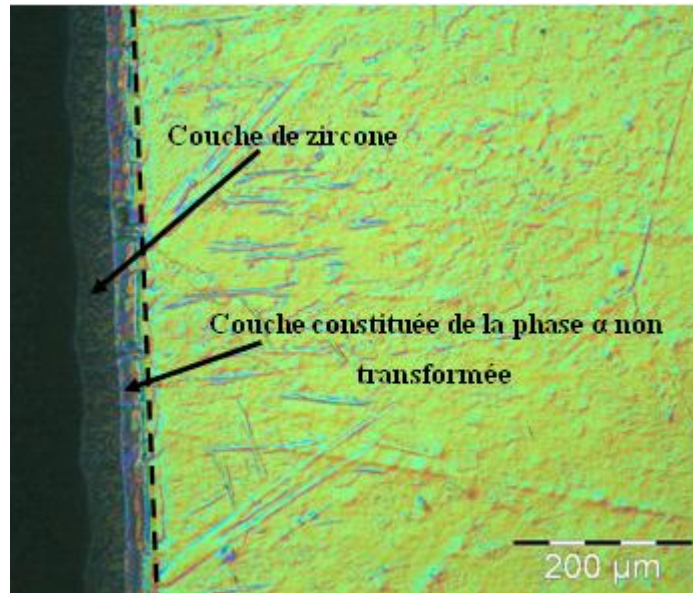
- les vitesses de refroidissement dans la zone délimitée par l'extrémité trempée à  $z=3\text{mm}$  de celle-ci sont données par la simulation. Pour  $z = 0,25\text{mm}$ , la vitesse est de l'ordre de  $1000^{\circ}\text{C/s}$ , et chute rapidement à  $510^{\circ}\text{C}$  pour  $z = 1\text{mm}$ . Est-ce que ce calcul est significatif ? Au contact avec le jet d'eau, la température ne peut pas être définie du point de vue thermodynamique. La limite théorique à  $z=0$  n'est donc pas significative. Et surtout, la nature du matériau change. D'après Massih [Mas07], le traitement thermique en phase bêta fait apparaître à la surface deux couches qui enveloppent le Zircaloy-4 trempé-bêta qui est l'objet de l'étude. Dans notre cas, la taille des deux couches est de  $0,12\text{mm}$  (**figure III-14**). La première est une couche de zircone ( $\text{ZrO}_2$ ) qui résulte de l'oxydation de la surface externe de l'éprouvette, et la deuxième est constituée par la phase  $\alpha$  qui n'a pas été transformée au cours de chauffage  $\alpha \rightarrow \beta$  compte-tenu de la grande concentration d'oxygène qu'elle renferme (plus de 6%).

Le montage Jominy donne donc des informations intéressantes pour les vitesses de refroidissement comprises entre 2 et  $1000^{\circ}\text{C/s}$ .



**Figure III-13** : Variation de la vitesse de refroidissement en fonction de la distance à l'extrémité trempée

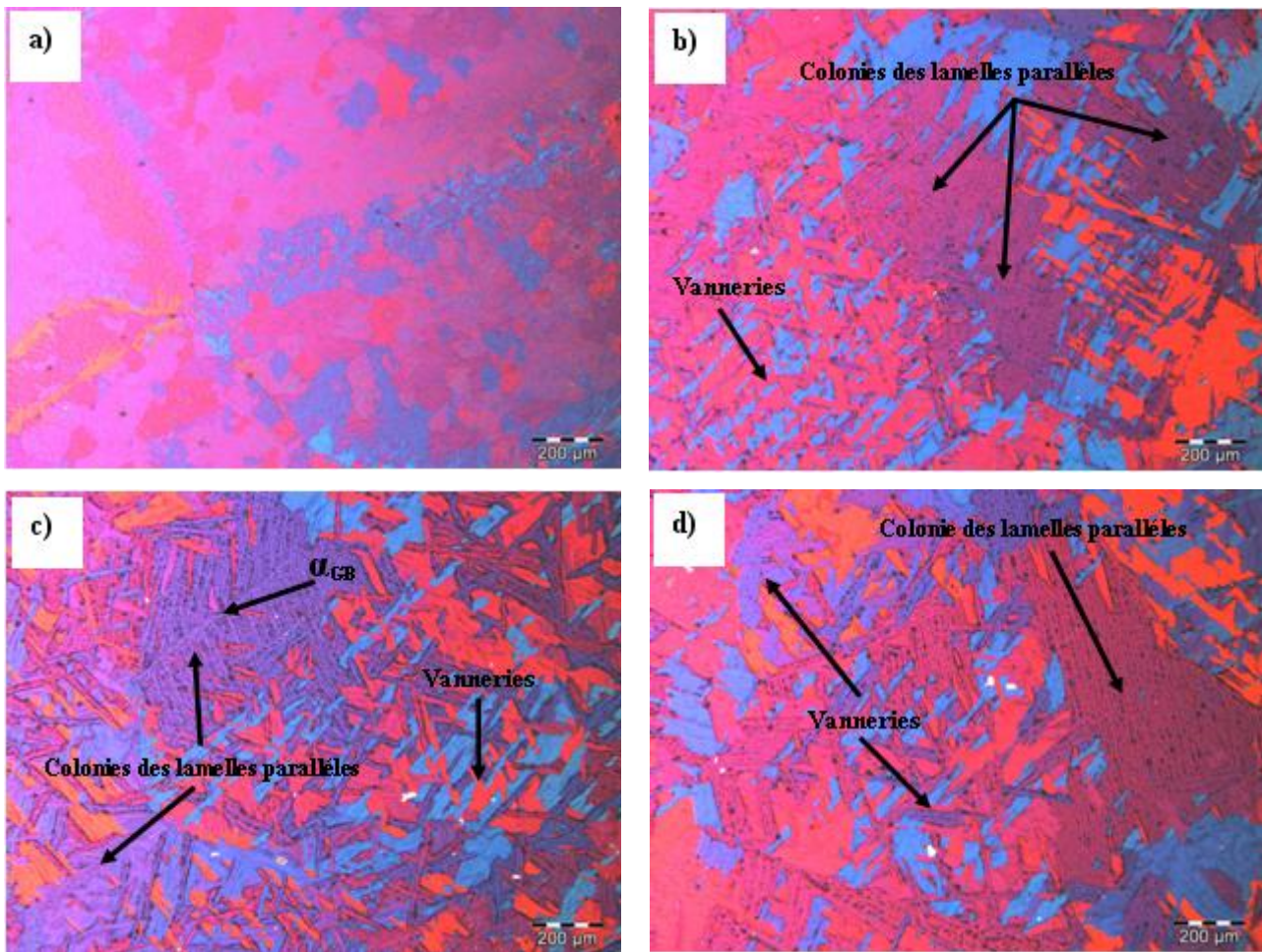




**Figure III-14** : Identification des couches formées sur la surface en contact avec le jet d'eau de l'éprouvette Jominy

#### **III.2.4.b** *Caractérisation de la microstructure*

Afin de caractériser les microstructures obtenues à différentes distances de l'extrémité trempée, des échantillons ayant la forme de disques ont été découpés perpendiculairement à l'axe de la barre au niveau de l'emplacement des quatre thermocouples. La **figure III-15** présente les microstructures obtenues pour différentes vitesses de refroidissement. La taille des anciens grains bêta varie peu entre les échantillons. En effet, au cours de chauffage, le transfert de chaleur peut être considéré comme unidirectionnel à cause du tissu isolant : la chaleur pénètre par les deux extrémités de l'éprouvette (l'extrémité libre et la tête, sans tissu isolant) et se propage vers l'intérieur de celle-ci. Ceci implique que le temps mis pour atteindre la température de consigne (1050°C) augmente en fonction de la distance à l'extrémité libre. Par exemple, le maintien de 15 minutes à 1050°C ne commence que lorsque la température affichée par le quatrième thermocouple ( $z = 50$  mm), celui le plus distant de l'extrémité libre, atteint 1050°C. Il en résulte une différence de 7 minutes au niveau du temps du maintien entre les positions  $z = 3$  mm et  $z = 50$  mm. Mais nous avons vu dans la première partie de ce chapitre que la taille du grain bêta varie peu entre 15 et 22 minutes du maintien. Des mesures sur les micrographies obtenues révèlent une taille de 750  $\mu\text{m}$  à 3 mm de l'extrémité trempée contre 700  $\mu\text{m}$  à 50 mm de celle-ci. Ce n'est donc pas la taille de l'ancien grain bêta qui explique les variations que nous allons constater entre les disques prélevés à différentes distances de l'extrémité trempée.

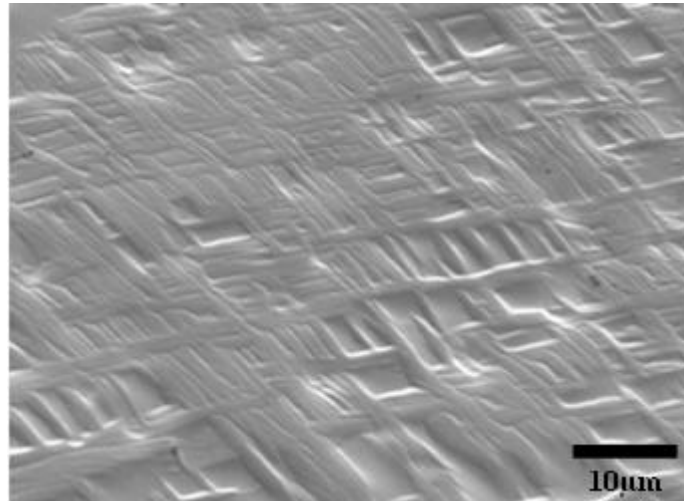


**Figure III-15 :** Micrographies optiques en lumière polarisée des microstructures obtenues pour différentes vitesses de refroidissement : a) 140°C/s b) 36°C/s c) 4,5°C/s d) 2°C/s

A 3mm de celle-ci, il apparaît nettement que l'épaisseur des lamelles est très fine. C'est la signature d'une vitesse de refroidissement élevée. Par contre, en s'éloignant, l'épaisseur des lamelles croît en sens inverse de la vitesse de refroidissement. La microstructure est de type Widmanstätten constituée par une fraction importante de vannerie, qui est plus présente à 3mm de l'extrémité trempée qu'aux autres points d'observation. La **figure III-16** présente cette microstructure avec un grossissement plus important. Cette dernière est constituée principalement par des lamelles enchevêtrées de taille très fine (0,5 $\mu$ m), déposées selon trois directions bien définies. Nous avons plusieurs fois observé cette configuration dans la structure en vannerie. Par contre, pour des vitesses de refroidissement moindres (36, 4,5 et 2°C/s), les lamelles sont plus épaisses. Quelques colonies de lamelles parallèles commencent à apparaître et deviennent plus fréquentes à 2°C/s. La phase

alotriomorphe  $\alpha_{GB}$ , qui germe sur les anciens joints de grains bêta et à partir de laquelle poussent les colonies de lamelles parallèles, est bien visible sur les micrographies.

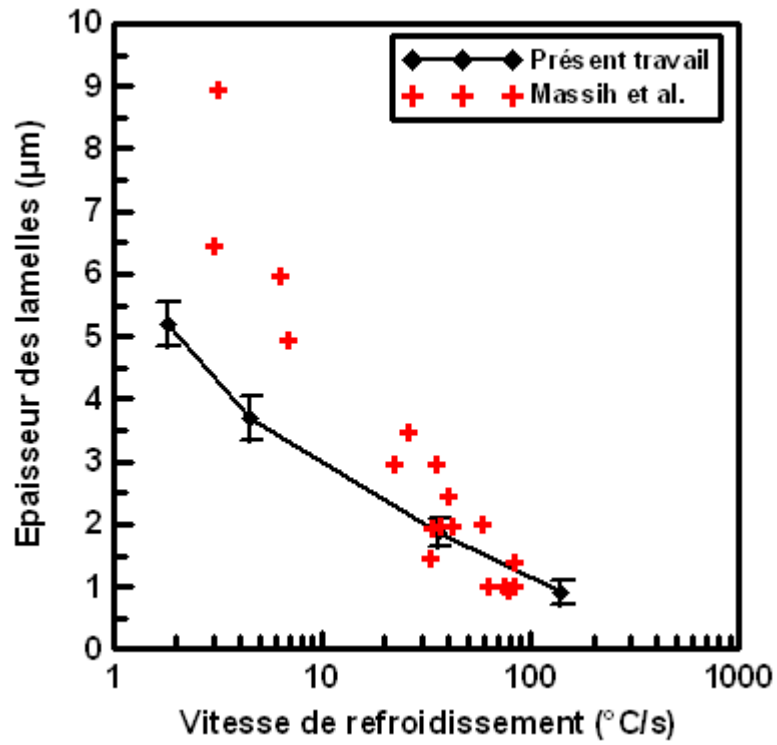
La partie suivante représente le travail de quantification qui a été mené sur les microstructures obtenues pour différentes vitesses de refroidissement. Il porte essentiellement sur l'épaisseur des lamelles, la taille des colonies de lamelles parallèles, la taille des précipités et enfin sur la dureté.



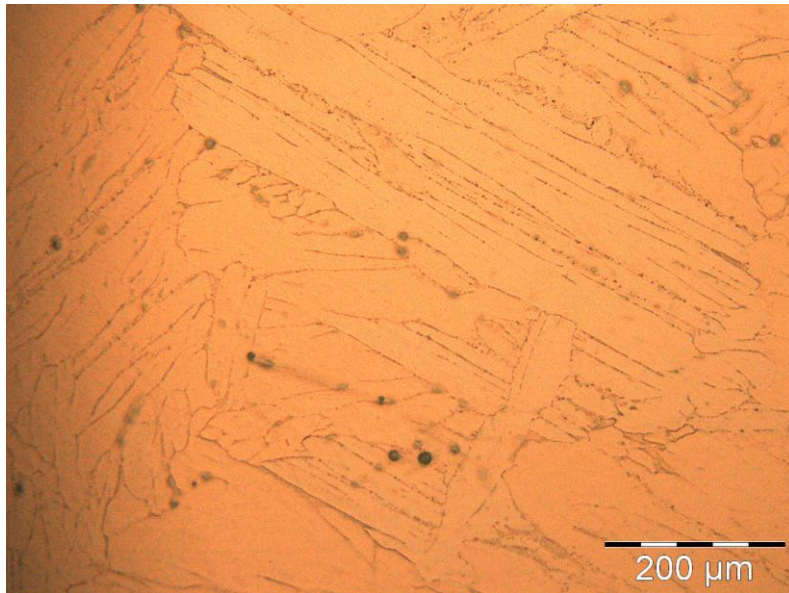
**Figure III-16** : Micrographie montrant une microstructure refroidie à 140°C/s

- *Epaisseur des lamelles et taille des colonies des lamelles parallèles*

La **figure III-17** présente la variation de l'épaisseur des lamelles en fonction de la vitesse de refroidissement lui ont été rajoutées, à titre comparatif, les résultats obtenus par Massih et al. [MAWD<sup>+</sup>03, MJ04] sur le Zircaloy-2 entre 2 et 83°C/s. Afin d'étudier l'effet d'une vitesse de refroidissement plus lente sur l'épaisseur des lamelles, un essai complémentaire a été réalisé. Il porte sur un disque d'épaisseur 10 mm, découpé dans la barre initiale, maintenu à 1050°C pendant 15 minutes et refroidi ensuite en coupant l'alimentation du four. Un thermocouple fixé sur le disque a permis de mesurer la vitesse de refroidissement, qui est de l'ordre de 0,05°C/s. Ceci permet de voir clairement que l'épaisseur des lamelles est inversement proportionnelle à la vitesse de refroidissement. Elle varie typiquement de 0,5 µm (à 140 °C/s) à 5 µm (à 2 °C/s) dans les conditions relatives à l'essai Jominy, mais elle croît à 20 µm (**figure III-18**) pour une vitesse de 0,05°C/s. A ce niveau bas de vitesse de refroidissement, le grossissement des lamelles est très important, et quelques lamelles sont observées à l'intérieur de l'ancien grain bêta. Les différents résultats de quantification sont récapitulés dans le **tableau III-6**.



**Figure III-17** : Variation de l'épaisseur des lamelles en fonction de la vitesse de refroidissement et confrontation avec les résultats de Massih et al. [MAWD<sup>+</sup>03, MJ04]



**Figure III-18** : Microstructure obtenue suite à un refroidissement four coupé, montrant des lamelles d'épaisseur 20 µm



Distance z (mm)	3	8	28	50	Four coupé
$T$ ( $^{\circ}\text{C/s}$ )	140	36	4,5	2	0,05
Epaisseur des lamelles ( $\mu\text{m}$ )	0,9	1,86	3,7	5,2	20
Taille des colonies (mm)	151	367	465	490	-
Taille des précipités (nm)	36	70	158	208	800
Dureté (Hv)	197	195	150	147	-

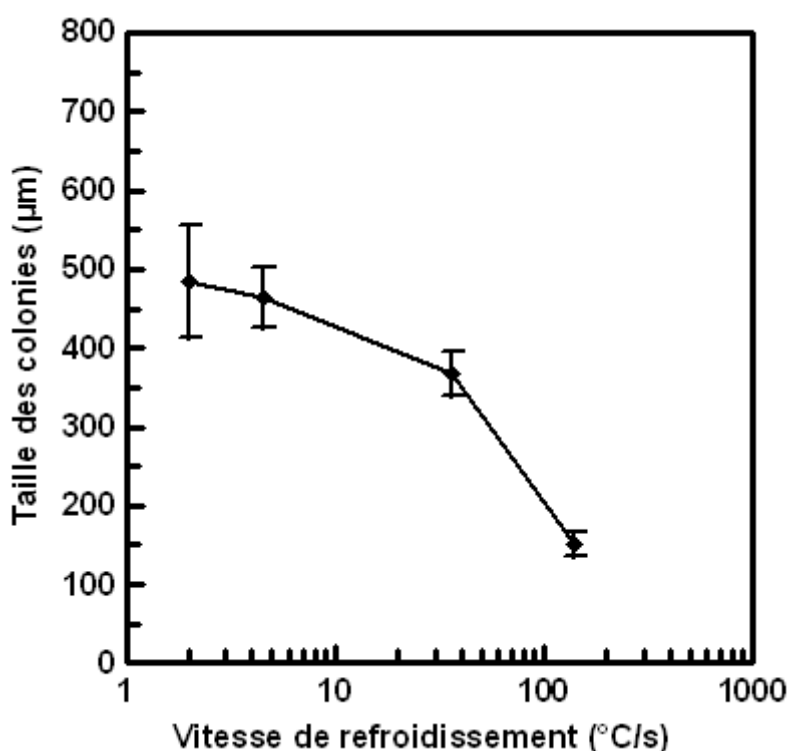
**Tableau III-6** : Tableau récapitulatif des résultats de quantification

Nos résultats suivent bien ceux de Massih et al. [MAWD<sup>03</sup>, MJ04] dans l'intervalle de température considéré.

La taille des colonies de lamelles parallèles présente aussi la même tendance que celle de l'épaisseur des lamelles vis-à-vis de la vitesse de refroidissement. Ceci est mis en évidence sur la **figure III-19 (tableau III-6)**. La dépendance de la taille des colonies de lamelles parallèles à la vitesse de refroidissement a été signalée à plusieurs reprises dans les alliages de titane [Lee04]. Dans nos observations, la taille des colonies de lamelles parallèles varie entre 151  $\mu\text{m}$  pour une vitesse de 140 $^{\circ}\text{C/s}$  et 490  $\mu\text{m}$  pour une vitesse de 2 $^{\circ}\text{C/s}$ . Comme discuté ci-dessus, cette augmentation ne peut être due qu'à la diminution de la vitesse de refroidissement.

La dépendance de l'épaisseur des lamelles et celle de la taille des colonies des lamelles parallèles à la vitesse de refroidissement ont la même origine. Comme il a été mentionné dans la première partie du chapitre II, l'épaisseur des lamelles est liée au temps pendant lequel s'effectue la diffusion des éléments d'addition et surtout de l'oxygène depuis la phase bêta vers la phase alpha au cours de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . Ce phénomène a été modélisé par Massih et al. [MAWD<sup>03</sup>, MDLA<sup>06</sup>]. Ils utilisent un modèle basé sur la théorie de Lifshitz [Lif62] selon laquelle la force motrice d'élargissement des lamelles est l'enthalpie de diffusion d'un élément d'addition particulièrement alphasène au cours de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . Dans le cas du Zircaloy-4, il s'agit de l'oxygène. Leurs résultats de calcul [MDLA<sup>06</sup>] présentent une bonne corrélation avec les nôtres. L'effet de la vitesse de refroidissement sur l'épaisseur des lamelles et la taille des colonies s'explique aussi par le fait suivant : quand la vitesse de refroidissement est grande, la chute rapide de la température entraîne une diminution considérable du coefficient de diffusion de l'oxygène dans le zirconium, parallèlement à la diminution de son temps de diffusion. Il en résulte de fines lamelles dans

des colonies plus petites. Par contre, les vitesses de refroidissement lentes entraînent une augmentation de l'épaisseur des lamelles parce que le temps de diffusion de l'oxygène est plus long, ce qui donne naissance à des colonies de taille plus grande. Au contraire de ce qui a été observé dans la première partie de ce chapitre, où l'augmentation de la taille des colonies de lamelles parallèles en fonction de la taille de l'ancien grain bêta se fait par multiplication du nombre des lamelles qui germent sur les anciens joints de grains bêta (en supposant que l'épaisseur est invariante), dans ce cas, l'augmentation de la taille des colonies, en sens inverse de la vitesse de refroidissement, s'effectue par la croissance de l'épaisseur des lamelles.

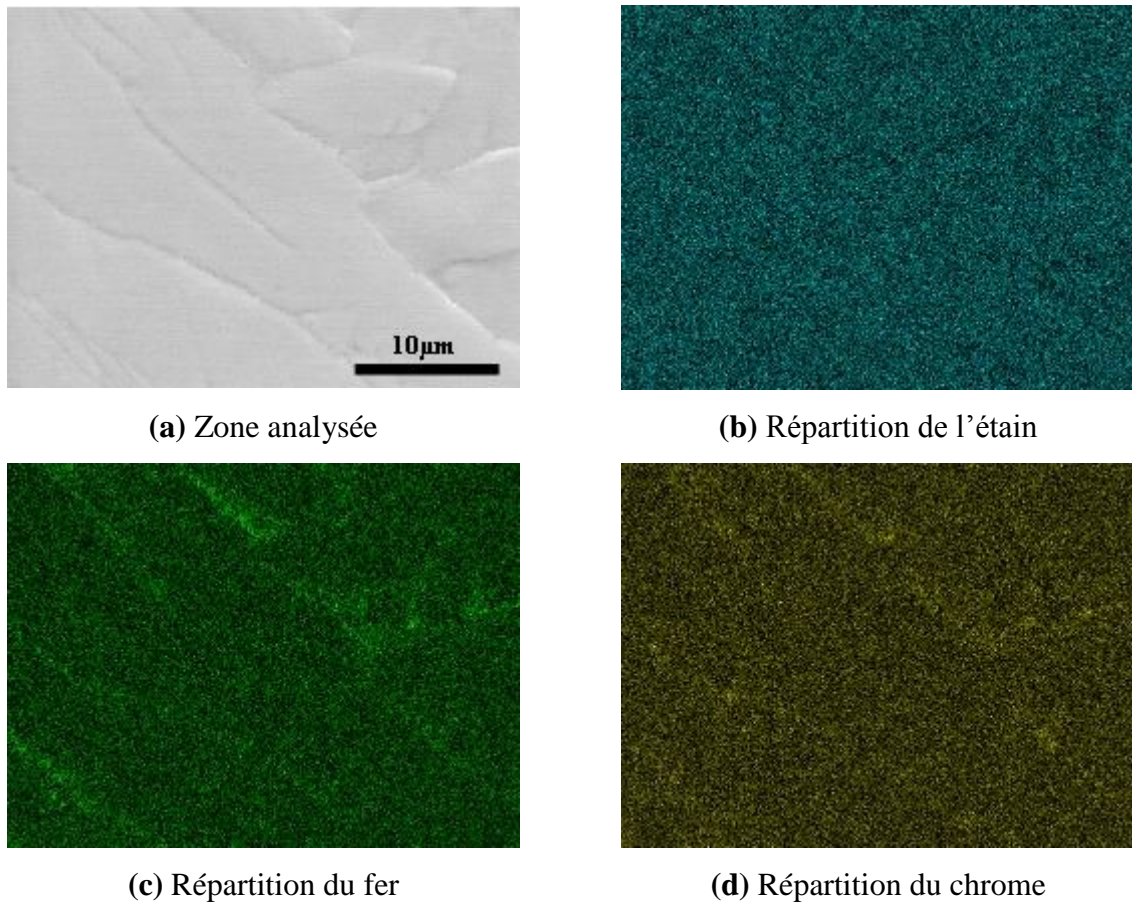


**Figure III-19** : Variation de la taille des colonies de lamelles parallèles en fonction de la vitesse de refroidissement

- **Taille des précipités**

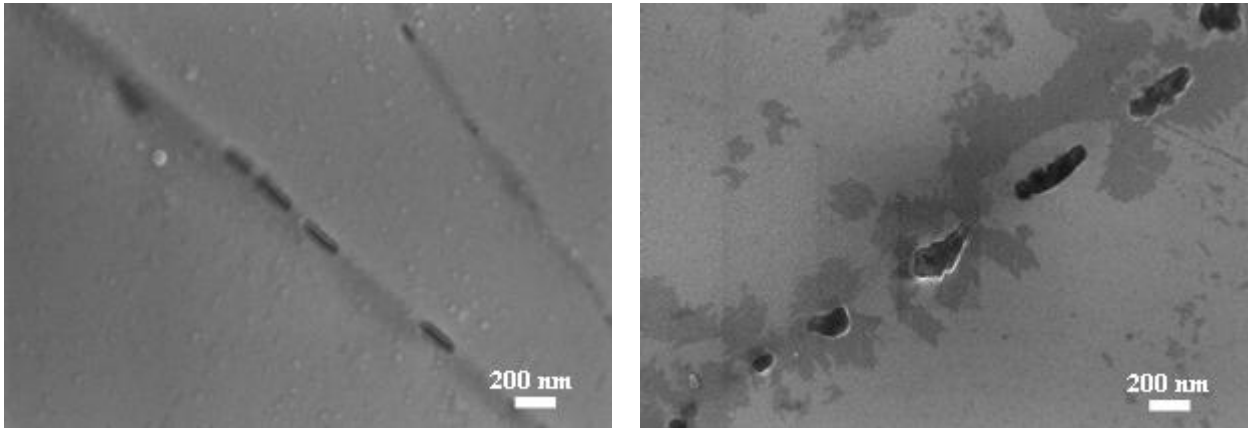
La variation de répartition des éléments d'alliage entre le cœur et le bord des lamelles où les précipités  $Zr(Fe,Cr)_2$  se déposent, a été mise en évidence par des nombreux auteurs tels que Bangaru [Ban85] et Crépin [Cré95]. Afin de vérifier cette variation de composition sur notre matériau, une cartographie chimique par sonde EDX a été réalisée sur une microstructure refroidie à 2°C/s, et les résultats sont présentés sur la **figure III-20**. L'analyse EDX montre que l'étain est plus présent au cœur des lamelles, par contre, le fer et le chrome

sont concentrés aux bords dans les précipités  $Zr(Fe,Cr)_2$ , ce qui est en accord avec les observations de Bangaru [Ban85] et Crépin [Cré95].



**Figure III-20** : Analyse qualitative par EDX de la répartition des éléments d'alliages du Zircaloy-4

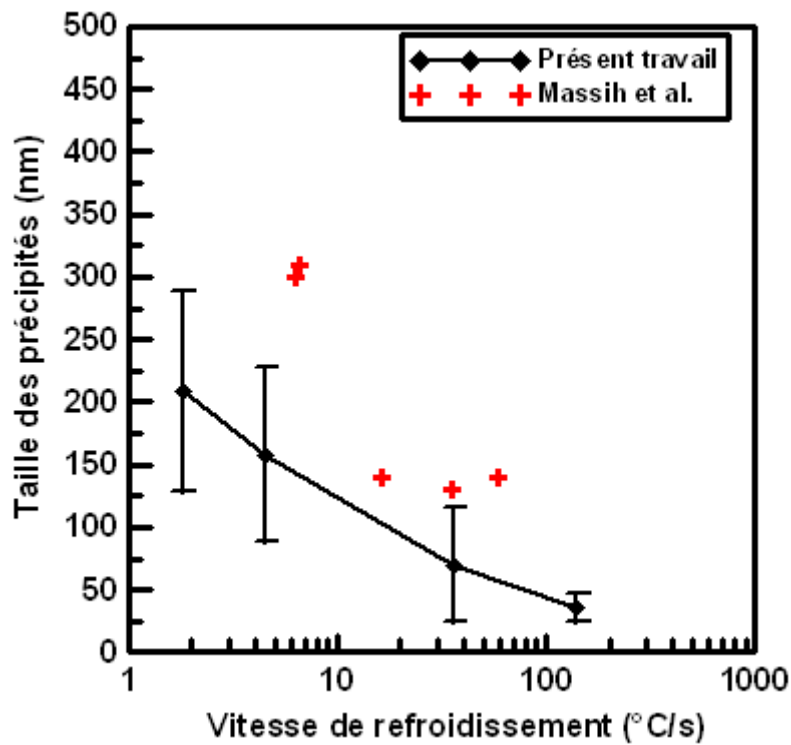
La **figure III-21** présente les précipités  $Zr(Fe,Cr)_2$  formés à deux vitesses de refroidissement différentes. La taille de ces précipités ainsi que leur espacement varient en sens inverse de la vitesse de refroidissement. La **figure III-22** présente la variation de la taille de ces précipités en fonction de la vitesse de refroidissement y ont été rajoutés, à titre comparatif, les résultats de Massih et al. [MAWD<sup>+</sup>03] obtenus sur le Zircaloy-2. La figure indique une bonne corrélation. La taille des précipités présente la même dépendance que celle de l'épaisseur des lamelles vis-à-vis de la vitesse de refroidissement. En effet, la taille varie entre 36 nm pour une vitesse de 140°C/s et 208 nm pour une vitesse de 2°C/s (**Tableau III-6**).



(a)  $\dot{T} = 36^{\circ}\text{C} / \text{s}$

(b)  $\dot{T} = 2^{\circ}\text{C} / \text{s}$

**Figure III-21** : Précipités observés pour deux vitesses différentes de refroidissement



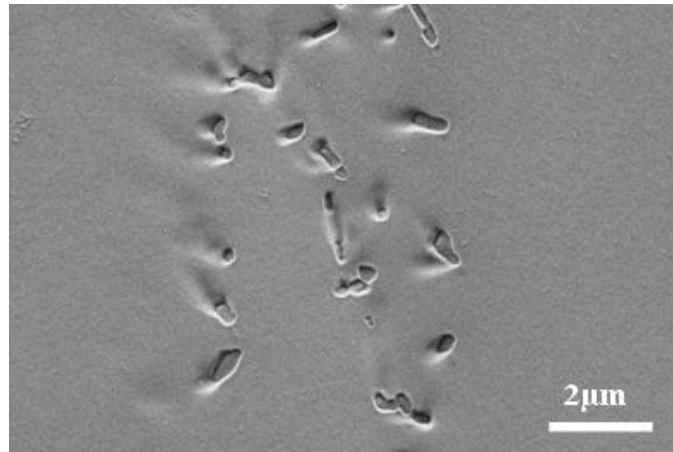
**Figure III-22** : Variation de la taille des précipités en fonction de la vitesse de refroidissement : confrontation avec les résultats de Massih et al. [MAWD<sup>+</sup>03]

De même, pour une vitesse de  $0,05^{\circ}\text{C}/\text{s}$ , qui correspond à un refroidissement four coupé, la croissance est importante et les précipités atteignent une taille de 800 nm (**figure III-23**).

La dépendance de la taille des précipités à la vitesse de refroidissement a été étudiée par Massih et al. [MAWD<sup>+</sup>03] sur le Zircaloy2. Leur étude a comporté une modélisation de la croissance des précipités au cours de refroidissement en se basant sur la théorie de la cinétique



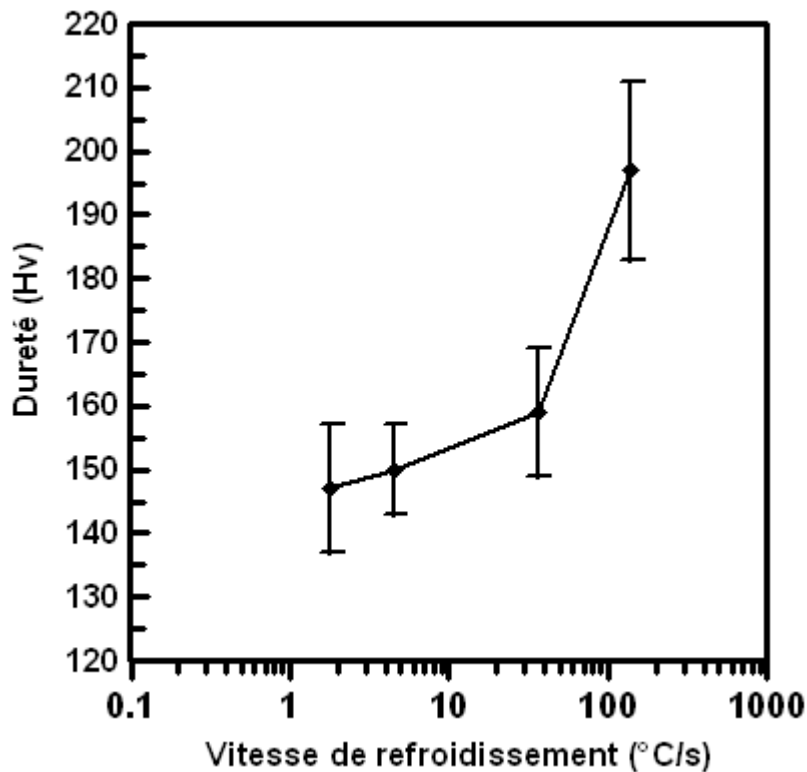
de croissance des phases ordonnées. Dans leur modèle, la croissance des précipités est attribuée à l'augmentation de la vitesse de diffusion du fer et du chrome dans le zirconium quand la vitesse de refroidissement chute. Leurs calculs ont montré également que la taille des précipités chute d'à peu près d'un quart quand la vitesse de refroidissement augmente de 6 à 60°C/s.



**Figure III-23** : Précipités observés pour une vitesse de refroidissement de 0,05°C/s

- **Propriétés mécaniques**

Cette partie présente la dépendance des propriétés mécaniques, en particulier la microdureté, envers la vitesse de refroidissement. Les résultats sont donnés sur la **figure III-24 (tableau III-6)**. La variation de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement est approximativement linéaire et varie entre 200 Hv pour une vitesse de 140°C/s et 150 Hv pour une vitesse de 2°C/s. Cette dépendance est due d'une part à la taille des précipités  $Zr (Fe,Cr)_2$ , et d'autre part à leur densité spatiale. Quand la vitesse de refroidissement est rapide, les précipités sont petits, leur densité spatiale est grande, donc le matériau est plus dur parce que les précipités reconstruisent de nombreux obstacles aux dislocations. L'effet inverse est observé à des vitesses plus lentes.



**Figure III-24** : Variation de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement

#### III.2.4.c Caractérisation de la texture

La **figure III-25** donnent les figures de pôles  $\langle 0002 \rangle$ ,  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  et  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  mesurées par RX sur deux échantillons refroidis respectivement à  $140^\circ\text{C/s}$  et  $4,5^\circ\text{C/s}$  et projetées dans le plan  $(RD_1, RD_2)$ . La direction normale est alignée avec l'axe de la barre (AX). D'une manière générale, la texture après transformation de phase est plus forte et indique une évolution remarquable par rapport à celle avant transformation. En effet, la figure de pôles  $\langle 0002 \rangle$  révèle que la couronne formée par des pôles  $\langle 0002 \rangle$  contenus dans le plan  $(RD_1, RD_2)$  a été conservée au cours de la transformation mais une nouvelle couronne est apparue à environ  $30^\circ$  de l'axe de la barre. La figure de pôles  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  indique également une tendance des directions  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  à former trois couronnes respectivement à  $30^\circ$ ,  $60^\circ$  et  $90^\circ$  de la direction axiale. Quant aux pôles  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , ils ont tendance à s'aligner avec l'axe de la barre (AX).

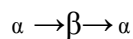
Afin de quantifier l'évolution de la texture avant et après transformation, nous avons évalué le poids relatif de deux fibres caractéristiques. La première, nommée fibre « a », désigne les cristaux qui ont un pôle  $\langle 0002 \rangle$  voisin du plan  $(RD_1, RD_2)$ , l'un des trois plans

prismatiques étant approximativement parallèle à celui-ci. La deuxième, nommée fibre « b », diffère de la fibre « a » par une rotation de 30° autour de l'axe <c>. Ainsi, la fibre « a » est définie par  $(85^\circ \leq \phi \leq 90^\circ, 0 \leq \varphi_2 \leq 5^\circ)$  et  $(85^\circ \leq \phi \leq 90^\circ, 55^\circ \leq \varphi_2 \leq 60^\circ)$  et la fibre « b » est définie par  $(85^\circ \leq \phi \leq 90^\circ, 25^\circ \leq \varphi_2 \leq 35^\circ)$ . La caractérisation concerne la texture initiale (avant transformation de phase) et finale (après transformation) pour trois vitesses de refroidissement différentes et porte sur le calcul des trois facteurs de Kearns :  $f_{AX}$ ,  $f_{RD1}$  et  $f_{RD2}$  et la mesure de la fraction volumique des fibres « a » et « b ».

La procédure de calcul des facteurs de Kearns ainsi que la fraction volumique des deux fibres ont été détaillées au chapitre II. Les résultats de la caractérisation sont donnés dans le **tableau III-7**.

Texture	Initiale		Finale	
Distance de l'extrémité trempée (mm)	3		8	28
Vitesse de refroidissement (°C/s)	140		36	4,5
Maximum des figures de pôles (mrd)				
$\langle 0002 \rangle$	5,2	33,5	31	21,4
$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3,1	28,2	54,1	32,5
$\langle 10\bar{1}0 \rangle$	6,5	26,3	27,8	15,6
Facteurs de Kearns				
$f_{RD1}$	0,421	0,365	0,369	0,339
$f_{RD2}$	0,441	0,379	0,416	0,362
$f_{AX}$	0,138	0,256	0,215	0,298
Fibre 'a' (Fraction volumique *10 <sup>3</sup> )	24	0,9	0,8	1
Fibre 'b' (Fraction volumique *10 <sup>3</sup> )	3,9	31,2	37,6	25,5

**Tableau III-7** : Caractérisation de la texture du matériau avant et après transformation



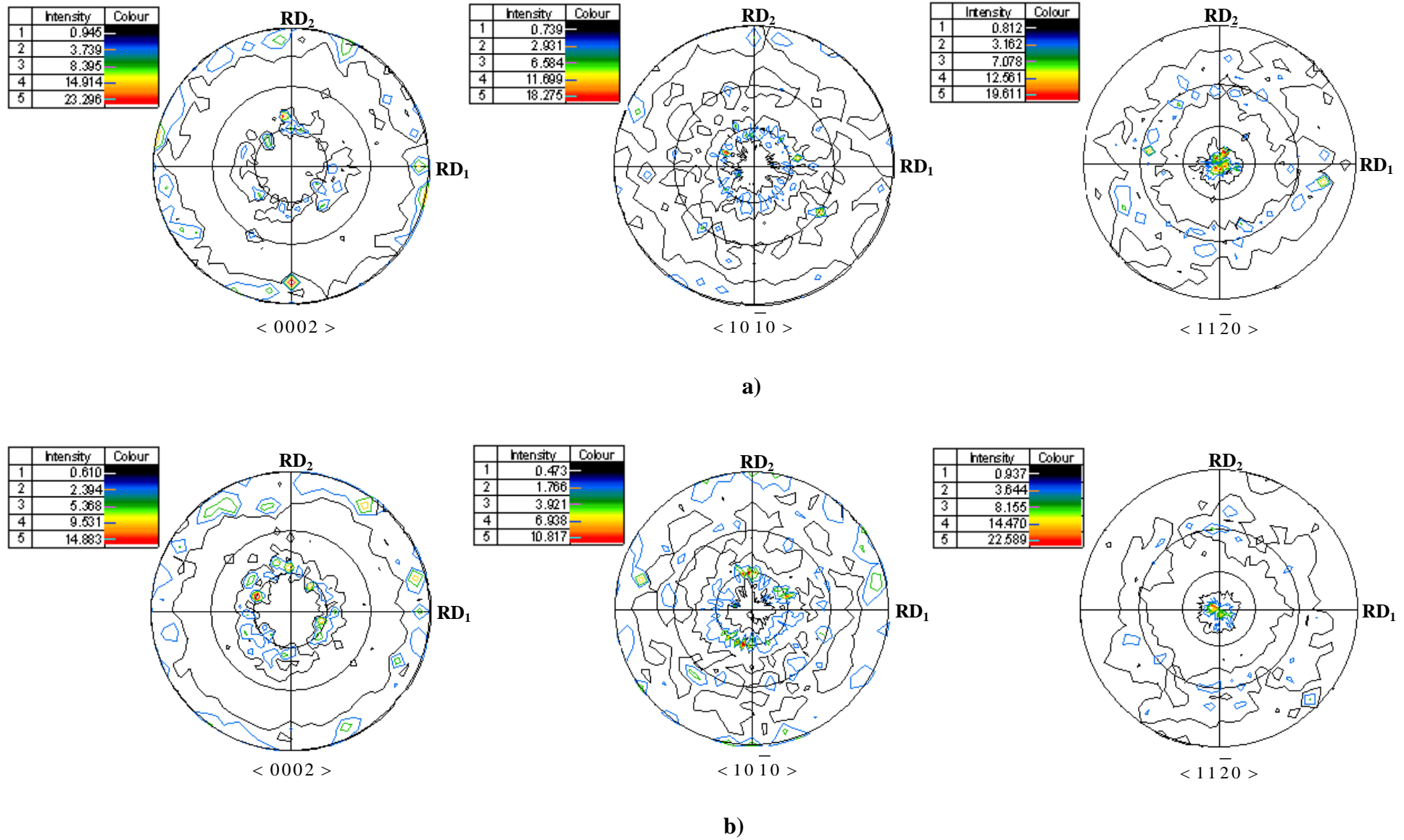


Figure III-25 : Texture du Zircaloy-4 trempé-bêta : a)  $\dot{T} = 140^\circ\text{C}/\text{s}$  b)  $\dot{T} = 4,5^\circ\text{C}/\text{s}$

Les facteurs de Kearns calculés avant et après transformation selon la direction radiale  $f_{RD1}$  et orthoradiale  $f_{RD2}$  ne présentent pas un grand écart entre eux : c'est le signe d'une texture axisymétrique. Mais le facteur de Kearns  $f_{AX}$ , qui mesure l'inclinaison moyenne de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à l'axe de la barre, présente une évolution après la transformation de phase. De même, les valeurs maximales d'intensité de texture mesurées révèlent un renforcement marqué, qui ne paraît pas affecté par la vitesse de refroidissement.

La texture avant transformation (**figure II-4** et **tableau III-7**) se caractérise globalement par une distribution d'orientations loin de l'isotropie ( $f_{AX} = 1/3$ ), mais marquée par la présence d'une fibre « a ». La fraction de cette fibre représente 24% de l'ensemble des orientations. Le facteur de Kearns  $f_{AX}$  est particulièrement faible, et la texture d'une manière générale est molle.

Par contre, après transformation de phase (**figure III-25** et **tableau III-7**), la texture est renforcée avec une distribution d'orientations anisotrope. La fraction de fibre « a » chute (3,9%) devant une augmentation importante de la fraction d'une fibre « b ». Tout se passe comme si après transformation de phase, les plans prismatiques des cristaux qui ont un pôle c voisin du plan ( $RD_1, RD_2$ ), avaient tourné de  $30^\circ$  autour de leurs axes  $\langle c \rangle$ . Nous observons en conséquence que l'un des trois pôles  $\langle a \rangle$  a tendance à s'aligner selon l'axe de la barre. Le facteur de Kearns  $f_{AX}$  est plus élevé que celui avant transformation, mais reste inférieur à celui du cas isotrope ( $1/3$ ). De même, nous observons que les plans prismatiques ont tendance à se rapprocher de l'axe de la barre, ce qui a été déjà mentionné par Gey et al. [GGHC<sup>+</sup>02], et Logé et al. [LSCP<sup>+</sup>00] qui l'observent sur une microstructure recristallisée d'une barre du Zircaloy-4 extrudée.

Un des résultats remarquables mis en évidence par l'essai Jominy est le renforcement de la texture, en l'absence de sollicitation mécanique, après transformation de phase. De nombreux chercheurs se sont intéressés à cette question [GGHC<sup>+</sup>02, GHGB04]. Mais, la relation entre la texture avant et après transformation de phase est encore loin d'être établie. Y a-t-il rotation de  $30^\circ$  de cristaux, couchés dans le plan perpendiculaire à l'axe de la barre, selon leur axe  $\langle c \rangle$  après transformation de phase ? La réponse à cette question sera peut être trouvée en se basant sur la forte mémoire texturale des matériaux hexagonaux. L'analyse de la texture en phase bêta pourrait apporter quelques éléments de la réponse. Mais, une telle analyse n'est pas accessible à haute température ( $1050^\circ\text{C}$ ). En effet, nous avons essayé de mesurer la texture en bêta à  $1000^\circ\text{C}$ , mais nous avons échoué à cause de la contamination de la surface de l'échantillon par l'oxygène (formation d'une couche d'oxyde malgré l'utilisation d'un flux d'argon protecteur). Il semble que des tentatives précédentes dans le même sens

aient aussi échoué. Cependant, Gey et al. [GGHC<sup>+</sup>02] ont reconstruit la texture en bêta à partir de la texture initiale de la phase alpha et l'ont utilisée par la suite pour recalculer la texture en alpha après transformation. Leur travail, qui repose sur les relations de Burgers lors de la transformation de phase :  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ , montre que la phase bêta est texturée et conduit à des résultats qui concordent bien avec la texture en alpha mesurée après transformation de phase par rayons X.

En se basant sur ces travaux, l'évolution de la texture après transformation peut être expliquée de la manière suivante :

- durant la transformation de phase  $\alpha \rightarrow \beta$ , les petits grains  $\alpha$  qui ont des pôles  $\langle c \rangle$  contenus dans le plan perpendiculaire à l'axe de la barre forment de gros grains bêta. En tenant compte des relations de Burgers, les plans  $\{110\}$  de quelques nouveaux grains bêta ainsi formés se trouvent perpendiculaires à l'axe de la barre ;
- au cours de refroidissement  $\beta \rightarrow \alpha$ , chaque grain bêta peut donner naissance jusqu'à douze variants cristallographiques, mais seuls quelques-uns sont observés après refroidissement [BMC05, GGHC<sup>+</sup>02]. Une fraction des grains alpha ainsi formés garde l'orientation originale et le reste se désoriente de  $60^\circ$  (plus fréquent) ou bien de  $90^\circ$ . La désorientation de  $60^\circ$  entre variants est la plus marquée sur les figures de pôles  $\langle 0002 \rangle$  (**figure III-25**) où il ya deux couronnes distantes de  $60^\circ$  autour d'un pôle  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  commun.

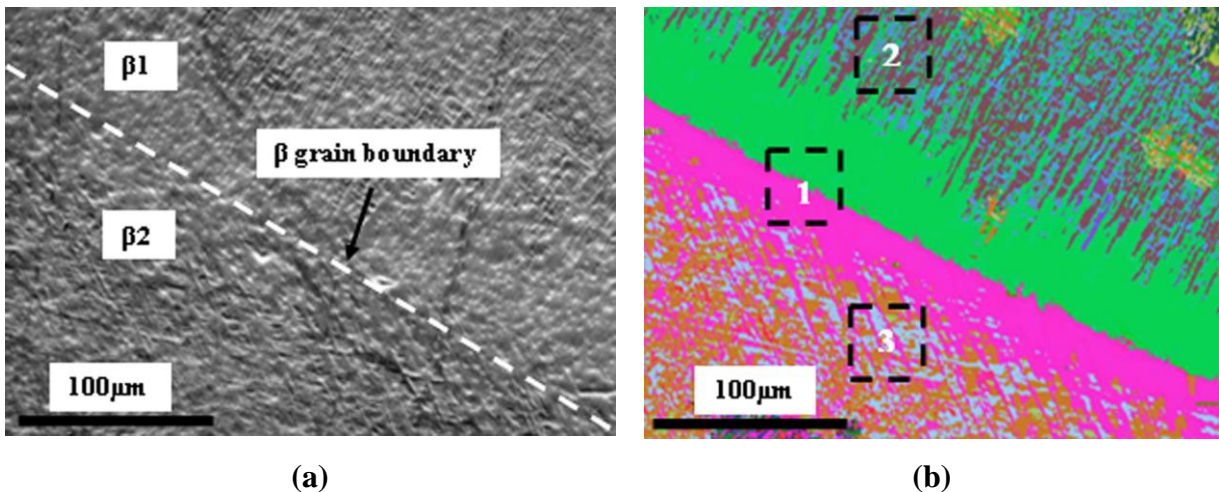
Quant à la position des plans prismatiques par rapport à l'axe de la barre (rotation de  $30^\circ$  autour de l'axe  $\langle c \rangle$ ), elle est peut être liée à la direction du flux de chaleur par le fait que cette disposition minimise le flux de chaleur à travers ces plans au cours du refroidissement. En effet, si on considère que dans le repère  $(RD_1, RD_2, AX)$ , où la position d'un grain est définie par les angles d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ , la direction  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  est contenue dans le plan  $(RD_1, RD_2)$  pour  $\varphi_2 = 0$ , quel que soit l'angle  $\phi$ , le flux de chaleur à travers les trois plans prismatiques est proportionnel à la quantité suivante :

$$\sin \phi \cos \varphi_2 + \sin \phi \cos \left( \frac{\pi}{3} + \varphi_2 \right) + \sin \phi \cos \left( \frac{\pi}{3} - \varphi_2 \right) = 2 \sin \phi \cos \varphi_2 \text{ pour } 0 \leq \varphi_2 \leq 30^\circ \quad \text{(III-6)}$$

Cette quantité est minimale pour  $\varphi_2 = 30^\circ$ , ce qui montre que les grains ont tendance à minimiser le flux de chaleur à travers leurs plans prismatiques au cours du refroidissement. Cette disposition favorise également la précipitation de  $Zr(Fe,Cr)$ , qui se fait préférentiellement à  $15^\circ$  des plans prismatiques [Cré95].

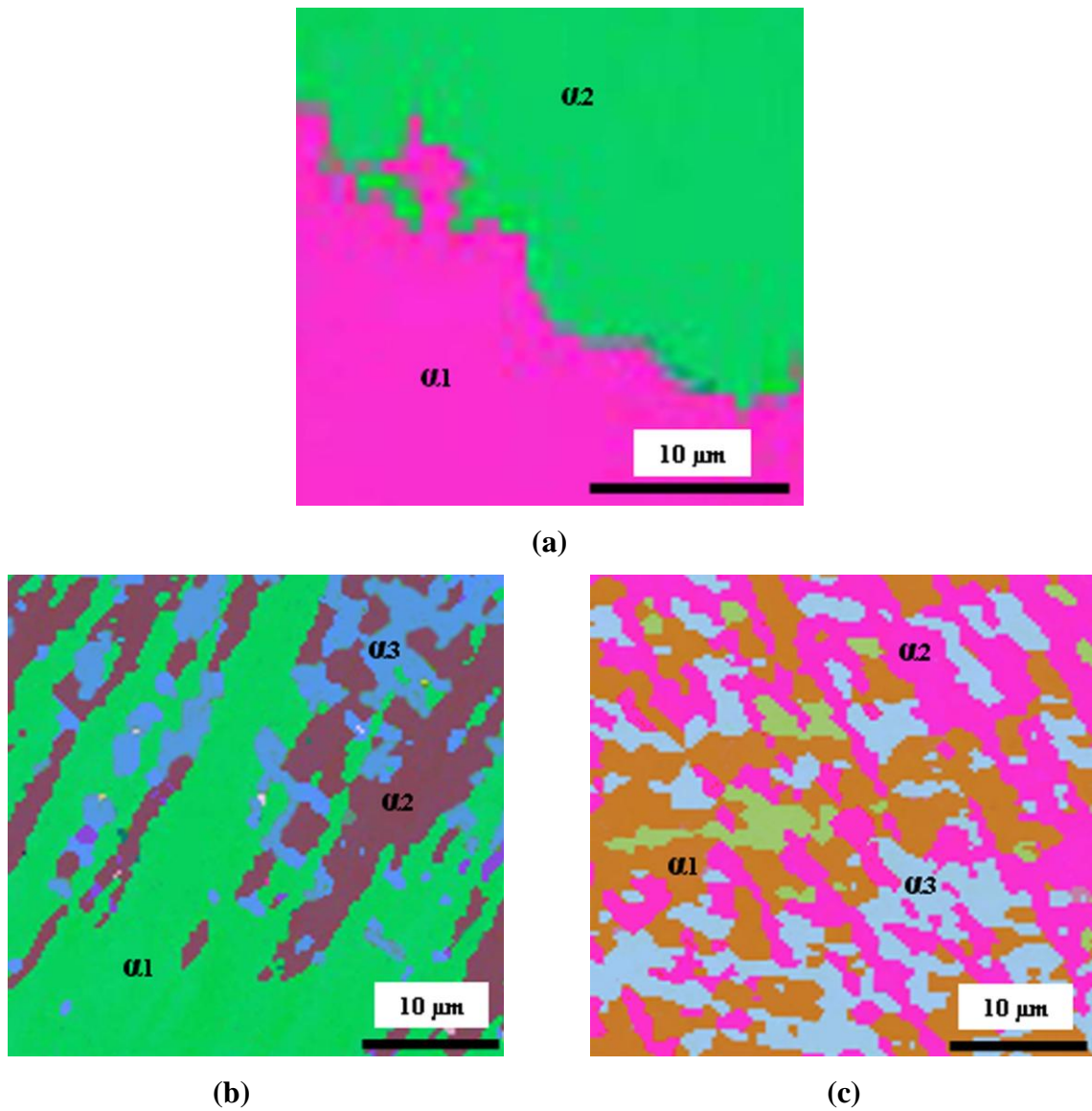
### III.2.4.d Considération sur les variants

Afin de vérifier les relations de Burgers qui relient les différents variants formés à partir d'un ancien grain bêta et de détecter un éventuel phénomène de sélection des variants à la fin du refroidissement, nous avons analysé par EBSD une microstructure typique de vannerie qui résulte d'une vitesse de refroidissement à  $140^{\circ}\text{C/s}$ . La **figure III-26** présente une cartographie d'orientation cristalline d'une plage contenant un ancien joint de grain bêta à partir duquel poussent deux colonies de lamelles, une de chaque côté. Ce joint sépare deux anciens grains bêta notés respectivement  $\beta_1$  et  $\beta_2$ . Trois zones ont été choisies sur la **figure III-26(b)**, afin de caractériser du point de vue cristallographique les différents variants présents. La zone 1 contient les deux colonies de lamelles parallèles qui germent de part et d'autre de l'ancien joint, et les zones 2 et 3 contiennent les variants formés à l'intérieur de chacun des anciens grains.



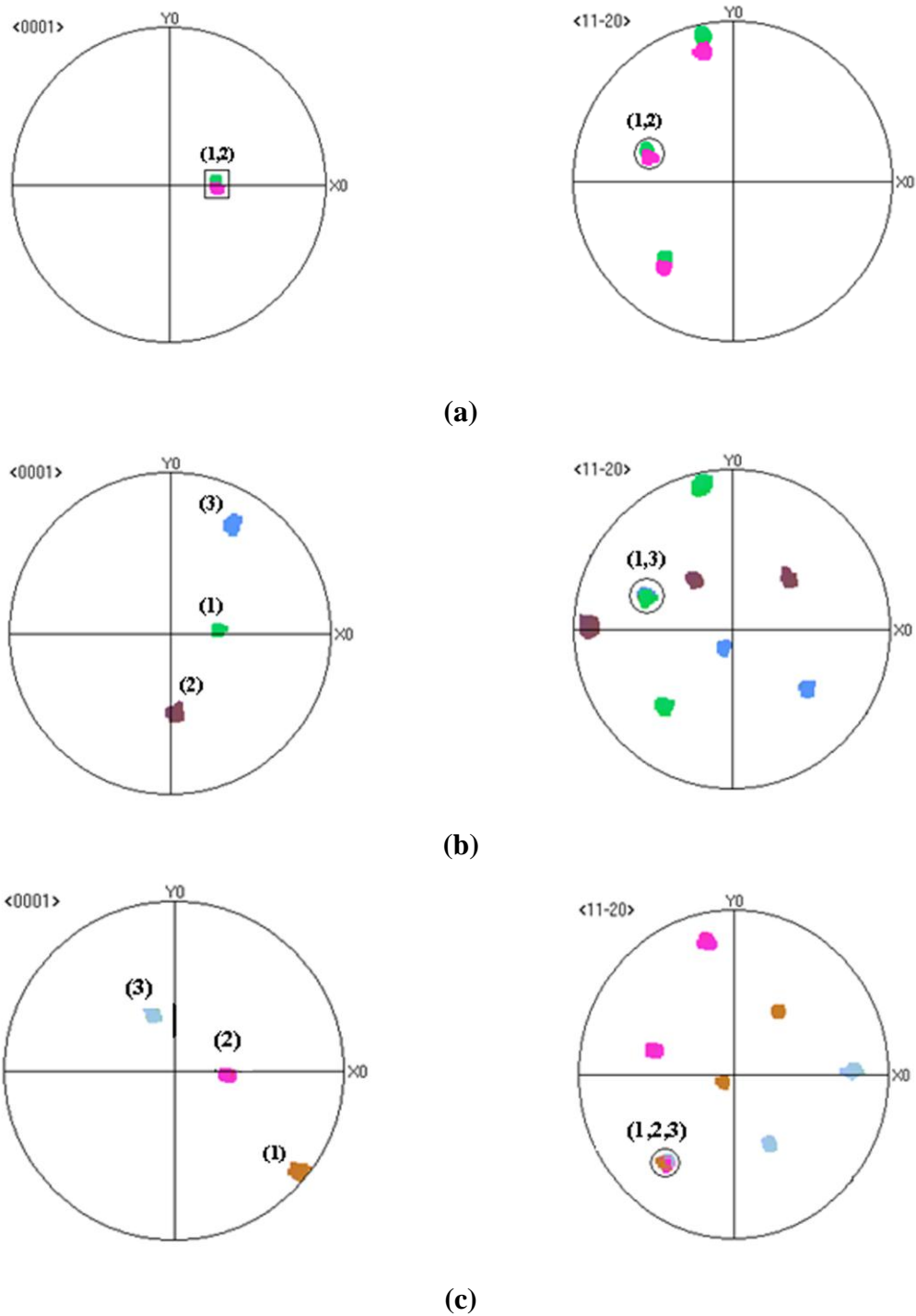
**Figure III-26** : Microstructure refroïdie à  $140^{\circ}\text{C/s}$  : a) micrographie MEB d'une zone contenant un ancien joint de grains bêta à partir duquel ont germé deux colonies de lamelles parallèles b) cartographie correspondante EBSD dans laquelle trois zones ont été sélectionnées

La **figure III-27** présente les cartographies associées à ces trois zones. Sur les cartographies des **figures III-27(b)** et **III-27(c)**, en se basant sur le code de couleur (angles d'Euler), trois variants majoritaires  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  et  $\alpha_3$  sont visibles dans chacun des deux anciens grains bêta  $\beta_1$  et  $\beta_2$ . Pour déterminer les relations cristallographiques qui relient les différents variants formés dans les trois zones d'étude, nous avons tracé les figures de pôles  $\langle 0001 \rangle$  et  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  correspondantes. Les résultats sont donnés sur la **figure III-28**.



**Figure III-27** : Cartographies d'orientations cristallines associées aux trois zones identifiées dans la **figure III.26(b)** : a) zone 1 b) zone 2 c) zone 3





**Figure III-28 :** Figures de pôles  $\langle 0001 \rangle$  et  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  correspondant aux trois zones identifiées dans la figure III.31(b) : a) zone 1 : les deux colonies  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  ont une orientation cristalline très proche b) zone 2 : trois variants sont présents et deux d'entre eux partagent le même pôle  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  (repéré par un cercle) c) zone 3 : trois variants sont présents et partagent le même pôle  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  (repéré par un cercle)

Dans la zone 1 (**figure III-27(a) et III-28(a)**), deux colonies  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  poussent de part et d'autre de l'ancien joint de grains bêta. Une mesure sur la cartographie EBSD a montré que ces deux colonies ont des orientations cristallines très voisines. Ce cas est généralement observé quand deux colonies germent sur la même phase allotriomorphe  $\alpha_{GB}$ . En effet, cette dernière est la première formation alpha qui apparaît lors de la transformation de phase. Elle présente une correspondance de Burgers avec les deux anciens grains bêta  $\beta_1$  et  $\beta_2$ . Les deux colonies  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  ont elles même une relation d'épitaixie avec cette phase allotriomorphe en plus de leur relation cristallographique avec les grains bêta dont elles sont issues. Il n'est donc pas étonnant que l'orientation cristallographique de  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  soit voisine.

Dans la zone 2 (**Figure III-27(b) et III-28(b)**), trois variants majoritaires  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  et  $\alpha_3$  sont visibles à l'intérieur de l'ancien grain  $\beta_1$ . Les deux variants  $\alpha_1$  et  $\alpha_3$  partagent le même pôle  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Leurs axes  $\langle c \rangle$  sont respectivement désorientés de  $60^\circ$  autour de ce pôle commun (**figure III-28(b)**). Il s'agit donc de l'une des trois désorientations voisines de  $60^\circ$  prédites par les relations de Burgers (**Tableau I-2**). Par contre, le variant  $\alpha_2$  présente un pôle  $\langle c \rangle$  désorienté de  $65^\circ$  par rapport à celui des deux autres variants, autour d'une direction approximativement  $\langle 5\bar{7}23 \rangle$ .

La zone 3 présente les mêmes caractéristiques que la zone 2, mais cette fois-ci les trois variants majoritaires  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  et  $\alpha_3$  partagent le même pôle  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  et leurs pôles  $\langle c \rangle$  sont désorientés de  $60^\circ$  autour de ce pôle en commun.

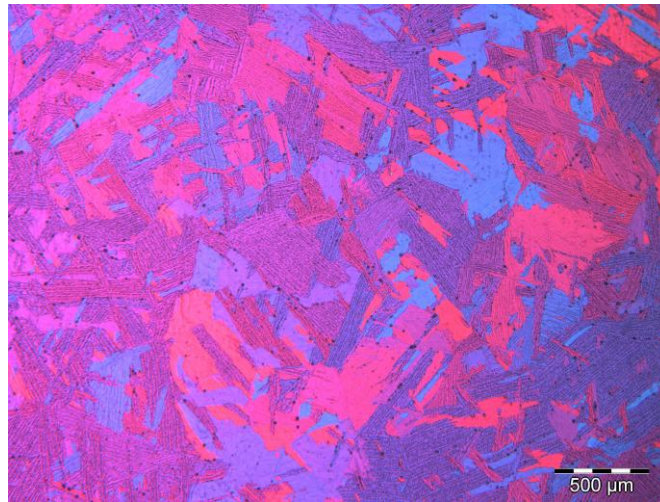
Cette étude nous a permis de mettre en évidence le phénomène de sélection des variants qui accompagne la transformation de phase  $\beta \rightarrow \alpha$  dans une microstructure en vannerie qui résulte d'une grande vitesse de refroidissement. Par ailleurs, pour des vitesses de refroidissement plus faibles, cette configuration de trois variants majoritaires est peut être maintenue vu le caractère dominant de la structure en vannerie. Sur la **figure III-16**, nous avons vu clairement ce phénomène de sélection des orientations des lamelles, donc sans doute des orientations des pôles  $\langle c \rangle$  qui sont contenus dans leurs plans. Mais une telle confirmation demande une étude cristallographique des différentes microstructures résultantes, chose qui n'a pas été faite au cours de cette étude. Nous devons plutôt mettre en avant que l'essai Jominy, avec son flux de chaleur unidirectionnel, favorise la structure en vannerie et s'accompagne d'un phénomène marqué de sélection des variants.

### III.2.5 Résultats : Jominy 2

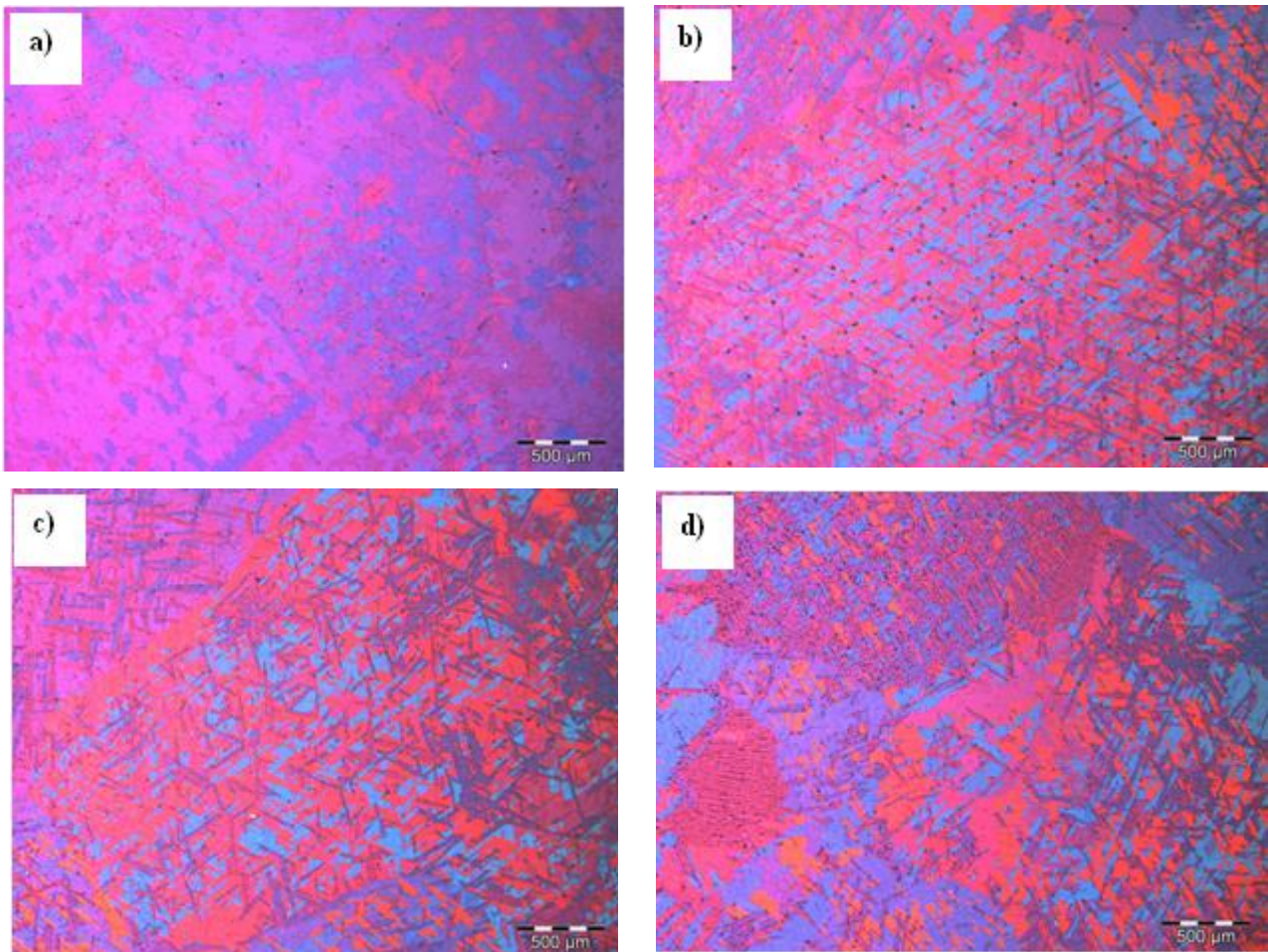
Les différentes vitesses de refroidissement mesurées dans ce nouvel essai à différentes distances de l'extrémité trempée de l'éprouvette sont données dans le **tableau III-8**. Sous l'effet de l'augmentation de débit du jet d'eau, les vitesses de refroidissement sont plus élevées que celles mesurées dans le cas de l'essai Jominy 1 et elles varient entre 170 et 6°C/s respectivement à 3 et 50 mm de l'extrémité trempée. La **figure III-29** présente la microstructure, de type Widmanstätten, de l'éprouvette avant l'essai, c'est-à-dire après un maintien de 15 minutes à 1050°C suivi par une trempe à l'air. La **figure III-30** présente les différentes microstructures obtenues pour différentes vitesses de refroidissement. La taille de l'ancien grain bêta est à peu près le double de celui de l'essai Jominy 1 et varie entre 1,7 et 1,6 mm respectivement à 3 et 50 mm de l'extrémité trempée. La dépendance de la taille de la microstructure à la vitesse de refroidissement est visible sur la **figure III-30**. Cette microstructure est marquée par la fraction élevée de la structure en vannerie par rapport à celle obtenue par l'essai Jominy 1 et nous remarquons également que les colonies des lamelles parallèles ne sont visibles que pour la vitesse de refroidissement de 6°C/s. Pour voir l'effet de la vitesse de refroidissement sur la microstructure, nous avons mesuré les duretés correspondantes. Les résultats sont rapportés dans la **figure III-31** sur laquelle les résultats de l'essai Jominy 1 ont été rajoutés. Les résultats montrent que la dureté mesurée à différentes distances de l'extrémité trempée est légèrement supérieure à celle mesurée sur Jominy 1. Cette tendance s'explique par le fait que la gamme de vitesses obtenue par Jominy 2 est plus élevée que celle obtenue par la Jominy 1. Il en résulte des lamelles plus fines avec des précipités de taille plus faible, donc plus denses. D'une façon générale, l'essai Jominy 2 a permis d'une part de favoriser la structure en vannerie, en relation avec l'augmentation de la taille de l'ancien grain bêta (1,6mm) et d'autre part de confirmer la dépendance de l'épaisseur des lamelles et de la taille des précipités pour une gamme de vitesses plus large.

Distance (mm)	3	8	28	50
Vitesse de refroidissement (°C/s)	170	80	12	6,5

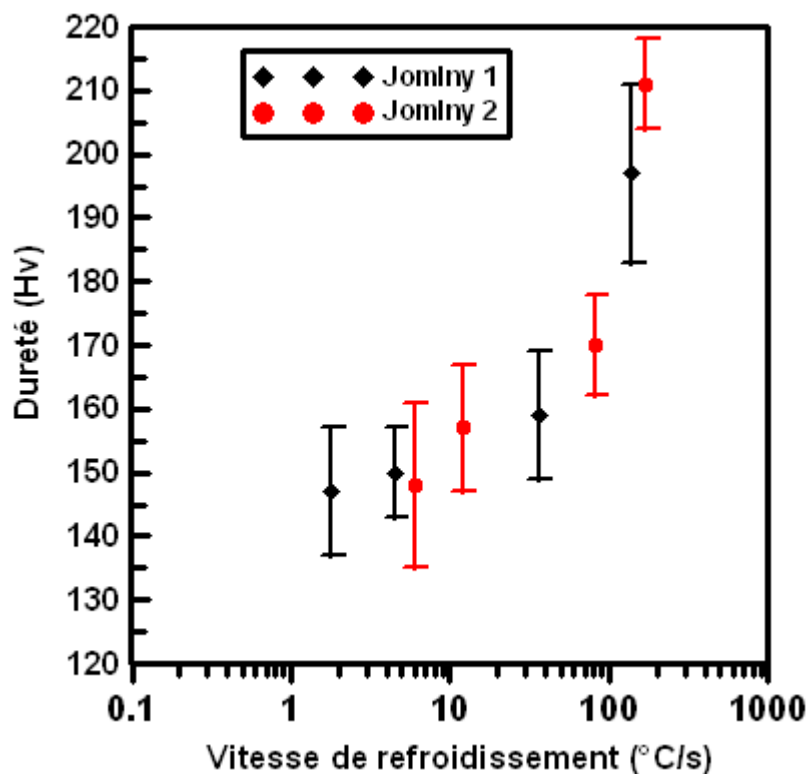
**Tableau III-8** : Vitesse de refroidissement mesurée à des différentes distances de l'extrémité trempée de l'éprouvette relativement à l'essai Jominy 2



**Figure III-29** : Microstructure de type Widmanstätten caractéristique de l'éprouvette avant l'essai Jominy 2



**Figure III-30** : Micrographies optiques en lumière polarisée des microstructures obtenues pour différentes vitesses de refroidissement. a) 170°C/s b) 82°C/s c) 12°C/s d) 6°C/s



**Figure III-31** : Variation de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement relativement aux deux essais Jominy 1 et Jominy 2

### III.3 Conclusion

Dans cette étude, les effets de la taille de l'ancien grain bêta et de la vitesse de refroidissement sur la microstructure du Zircaloy-4 trempé bêta ont été étudiés. Nous avons vu que l'augmentation de la taille de l'ancien grain bêta, jusqu'à 1,6 mm, entraîne une croissance des colonies des lamelles parallèles et, pour des tailles supérieures à 2 mm, une prépondérance de la structure en vannerie.

Par la suite, l'effet de la vitesse de refroidissement a été mis en lumière grâce à un essai Jominy adapté au Zircaloy-4. Ce dernier a permis de reproduire une large gamme de vitesses de refroidissement tout en maintenant le flux de chaleur unidirectionnel. Dans la gamme de vitesses ainsi reproduite, les microstructures résultantes ont été quantifiées. La microstructure obtenue après transformation est de type Widmanstätten, constituée principalement par une structure en vannerie. Les résultats de la quantification ont montré que l'épaisseur des lamelles, la taille des colonies des lamelles parallèles et des précipités varient en sens inverse de la vitesse de refroidissement, au contraire de la dureté. La caractérisation de la texture après la transformation de phase  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  a révélé d'une part son indépendance par rapport la vitesse de refroidissement et, d'autre part, un renforcement de la

texture, signature probable d'un effet d'une texturation en phase bêta et d'un phénomène de sélection des variants.

## Chapitre IV : Caractérisation rhéologique et microstructurale du Zircaloy-4 au cours de la compression multiaxiale

Dans ce chapitre, nous nous proposons de caractériser le comportement rhéologique ainsi que l'évolution microstructurale du Zircaloy-4 trempé bêta au cours de la compression multiaxiale. La caractérisation de l'évolution microstructurale portera sur les modes de fragmentation de la microstructure lamellaire, et en particulier sur le degré d'affinement de la taille des grains, à l'aide des instruments décrits dans le chapitre II du présent travail. Les essais effectués couvriront une large gamme de températures et de vitesses de déformation dans le but d'étudier l'influence de ces paramètres sur la fragmentation de la microstructure.

### ***IV.1 Considérations sur la microstructure initiale***

Nous avons vu dans le chapitre II du présent travail que la billette à été homogénéisée pendant quelques minutes dans le domaine bêta, puis trempée. La microstructure résultante est de type Widmanstätten caractérisée par un gradient dans la taille des anciens grains bêta qui varie entre 1,8 mm au bord et 1,4 mm au centre de la billette. A ce point, nous remarquons que ces grains sont plus gros que ceux obtenus par maintien de quelques minutes à 1050°C et trempé  $\beta$  dans le cadre du chapitre III. Ce phénomène est à rapprocher de la différence d'histoire thermomécanique entre les barres (destinées à la fabrication de barres à bouchon) et la billette (élaborée en vue de la fabrication de tubes de gainage). Les barres ont été laminées à chaud, ce qui entraîne un affinement important de la microstructure (petits grains, absence de toute microstructure lamellaire). La billette a subi un forgeage en domaine  $\alpha$  qui a moins affiné les grains. Si telle est l'origine de la différence de taille moyenne de grain  $\beta$  observée après trempe, nous avons là un exemple de la forte mémoire microstructurale des alliages hexagonaux.

### ***IV.2 Protocole expérimental***

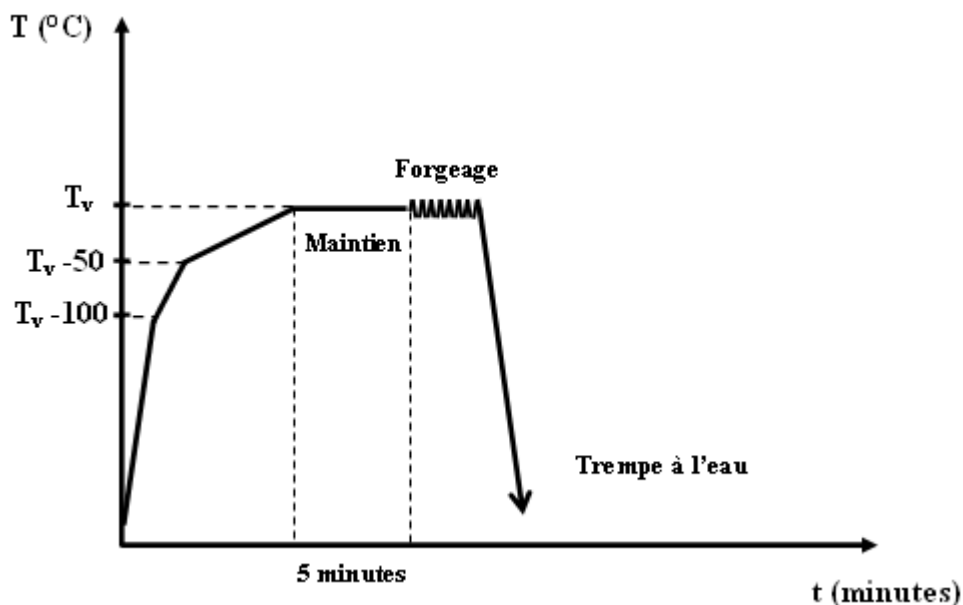
Des éprouvettes parallélépipédiques ayant un rapport de forme : 1 : R : R<sup>2</sup> (voir chapitre II), ont été prélevées au voisinage de l'axe Z (**figure II-7**) de la demi-billette. Elles sont par la suite comprimées d'une façon multiaxiale selon une large gamme de températures et de vitesses de déformation, allant dans certains cas jusqu'à des déformations équivalentes cumulées  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3,6$ .

Précisons notre terminologie. Un essai de compression multiaxiale se décompose en ‘cycles’, qui comportent chacun trois compressions (dites encore ‘passes’ ou ‘écrasements’) dans trois directions différentes. L’ordre des directions des trois compressions dans un même cycle est identique quel que soit l’essai. Un cycle est constitué par :

- un 1<sup>er</sup> écrasement suivant la direction Z (voir **figure II-16**),
- un 2<sup>ème</sup> écrasement suivant la direction Y,
- un 3<sup>ème</sup> écrasement suivant la direction X.

Avant chaque écrasement, les échantillons sont lubrifiés par du graphite en spray afin de minimiser les effets dus au frottement outil-échantillon. Une trempe à l’eau est effectuée immédiatement à la fin de l’écrasement afin d’éviter toute évolution post-dynamique de la microstructure. Les échantillons sont par la suite rectifiés pour remédier à l’apparition des bombés produits au cours de la compression précédente, puis retournés afin de procéder à la compression suivante.

La **figure IV-1** représente l’histoire thermomécanique de chaque passe de compression multiaxiale. La courbe de montée à la température visée ( $T_v$ ) comporte trois segments : la première, de pente  $100^\circ\text{C}/\text{min}$ , entre la température initiale et  $T = T_v - 100^\circ\text{C}$  ; la deuxième, de pente  $50^\circ\text{C}/\text{min}$ , entre  $T = T_v - 100^\circ\text{C}$  et  $T = T_v - 50^\circ\text{C}$  ; la dernière, de pente  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ , entre  $T = T_v - 50^\circ\text{C}$  et  $T_v$ . Une fois la température de consigne atteinte, un maintien de cinq minutes est effectué afin d’homogénéiser la température entre le haut et le bas de l’échantillon.



**Figure IV-1** : Cycle thermomécanique réalisé lors d’une passe de compression



Dans ce travail, la gamme de température étudiée se situe de 550°C à 750°C. En considérant la température théorique de fusion de la phase  $\alpha$  (celle calculée en l'absence de transformation allotropique  $\alpha/\beta$ ), qui est  $T_f = 1717^\circ\text{C}$  [MHZ96], l'intervalle se situe entre 0,32 et 0,43  $T_f$ . La mise en forme dans la plage que nous étudions ne doit pas donc être considérée comme de la déformation à chaud ( $T > 0,5 T_f$ ), mais plutôt comme de la déformation à tiède.

Quant aux vitesses de déformation, elles varient entre  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  et  $4\text{s}^{-1}$ . L'effet du pas de déformation  $\overline{\Delta \varepsilon}$  (déformation opérée durant un seul écrasement) sur l'évolution de la microstructure a été également mis en évidence en considérant des pas allant de  $\overline{\Delta \varepsilon} = 0,2$  à  $\overline{\Delta \varepsilon} = 0,6$ . Le **tableau IV-1** donne le plan d'essai ainsi suivi dans un premier temps.

T (°C)	$\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	$\overline{\Delta \varepsilon}$	Nombre de passes	$\overline{\varepsilon}_{cumulée}$
550	0,1	0,4	1	0,4
			2	0,8
			3	1,2
650	0,1	0,4	1	0,4
			3	1,2
		0,5	3	1,5
750	0,001	0,4	3	1,2
	0,01	0,4	3	1,2
	0,1	0,2	3	0,6
			6	1,2
		0,4	1	0,4
			2	0,8
			3	1,2
		0,5	6	2,4
	9		3,6	
	0,6	3	1,5	
		6	3	
	1	0,4	3	1,2
	2	0,4	3	1,2
4	0,4	1	0,4	
		3	1,2	

**Tableau IV-1** : Premier plan d'expérience

Mais le forgeron ne dispose pas que de sa presse, il a aussi des fours pour effectuer des recuits. Pour amorcer une étude plus complète du traitement thermomécanique applicable aux

lamelles parallèles du Zircaloy-4, nous avons fait quelques essais dans lesquels, après un cycle de compressions (toujours suivies de trempe pour figer la microstructure), le métal est à nouveau chauffé dans la machine. La montée en température s'effectue selon le même protocole que celui décrit ci-dessus mais ensuite, il n'ya pas de compression, seulement un maintien de 20 min à la température de consigne, suivi de la trempe à l'eau. Deux essais supplémentaires ont ainsi été effectués et ils sont répertoriés dans le **tableau IV-2**.

T (°C)	$\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	$\overline{\Delta \varepsilon}$	Nombre de passes	$\overline{\Delta \varepsilon}_{cumulée}$	Recuits
750	0,1	0,4	3	1,2	20 minutes à 750°C
650	0,1	0,4	3	1,2	20 minutes à 650°C

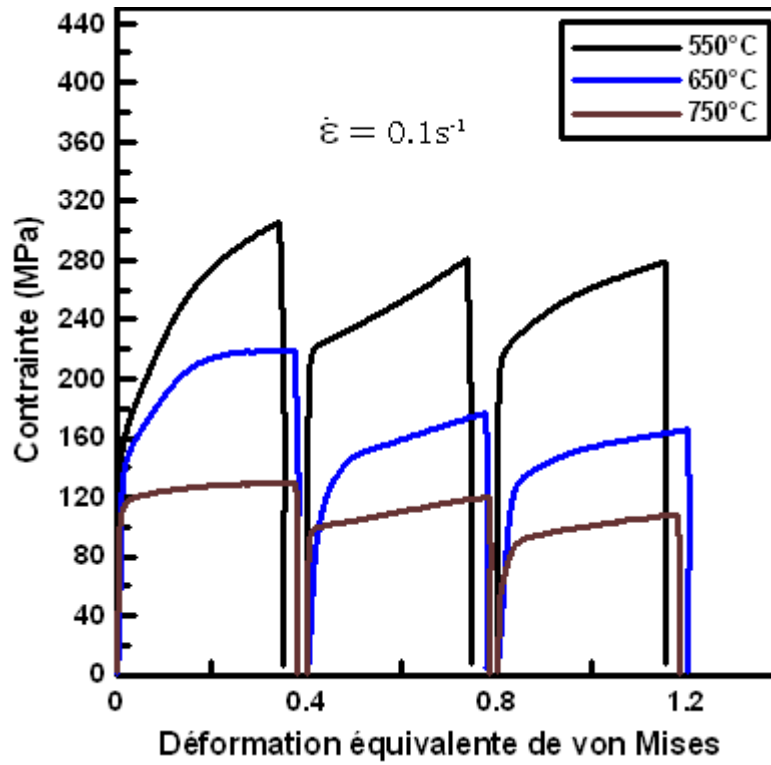
**Tableau IV-2** : Essais supplémentaires pour préciser l'influence des recuits

### IV.3 Rhéologie

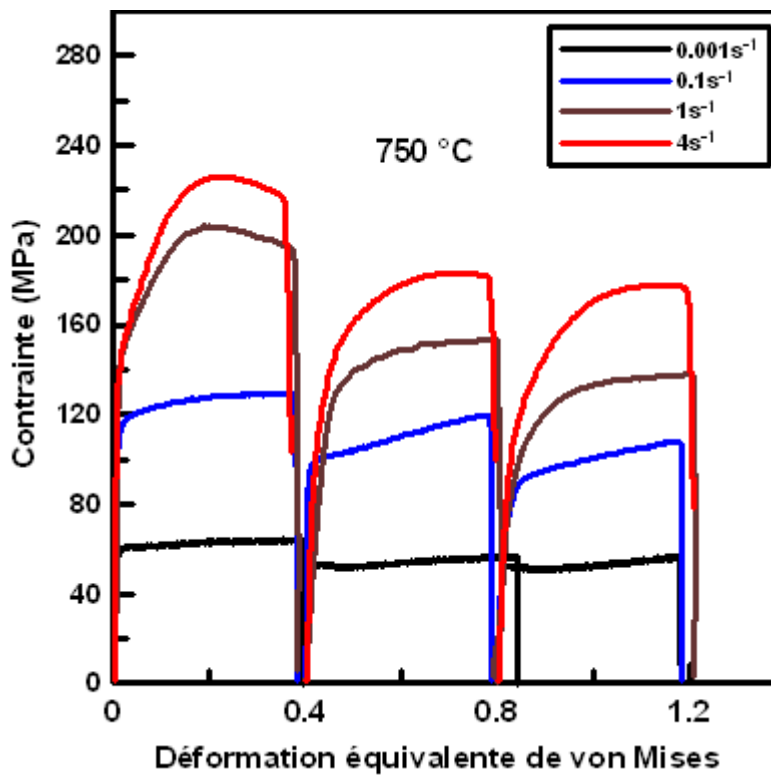
Les **figures IV-2 et IV-3** présentent respectivement les courbes contrainte-déformation qui correspondent à divers cycles de compression multiaxiale. Elles révèlent deux tendances : la première est l'influence forte de la température et de la vitesse de déformation ; la seconde est l'effet du changement de la direction de compression. Nous nous proposons dans ce qui suit d'analyser séparément chacune d'elles. Nous terminons en examinant l'effet du nombre de cycles.

#### IV.3.1 Effet de la température et de la vitesse de déformation

Aux températures moins hautes ou à forte vitesse de déformation (donc pour les valeurs fortes du paramètre de Zener-Hollomon), nous observons que l'écroutissage est prépondérant et que les contraintes d'écoulement sont élevées. En effet, dans ces conditions, le blocage des dislocations mobiles par les solutés (Sn et/ou O) conduit à des enchevêtrements (écroutissage microscopique). Il en résulte un durcissement macroscopique. Les processus activés thermiquement (glissement dévié et montée des dislocations) sont réduits et ne permettent pas un réarrangement rapide de la sous-structure. La restauration dynamique n'est pas efficace pour compenser les créations des dislocations et les cissions résolues critiques des systèmes de glissement actifs sont élevées.



**Figure IV-2 :** Courbes contrainte-déformation d'essais de compression multiaxiale réalisés à différentes températures.  $\Delta \bar{\epsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\epsilon}} = 0,1s^{-1}$



**Figure IV-3 :** Courbes contrainte-déformation d'essais de compression multiaxiale réalisés à différentes vitesses de déformation.  $T = 750^{\circ}C$  et  $\Delta \bar{\epsilon} = 0,4$

En revanche, avec l'augmentation de la température ou la diminution de la vitesse de déformation, les processus activés thermiquement ont leur plein effet. La restauration dynamique compense donc la création de dislocations par annihilation et réarrangement de celles-ci en parois faiblement désorientées. Nous observerons par la suite à plusieurs reprises les sous-joints ainsi formés.

### **IV.3.2 Effet du changement de la direction de compression et du nombre de cycles sur la contrainte d'écoulement**

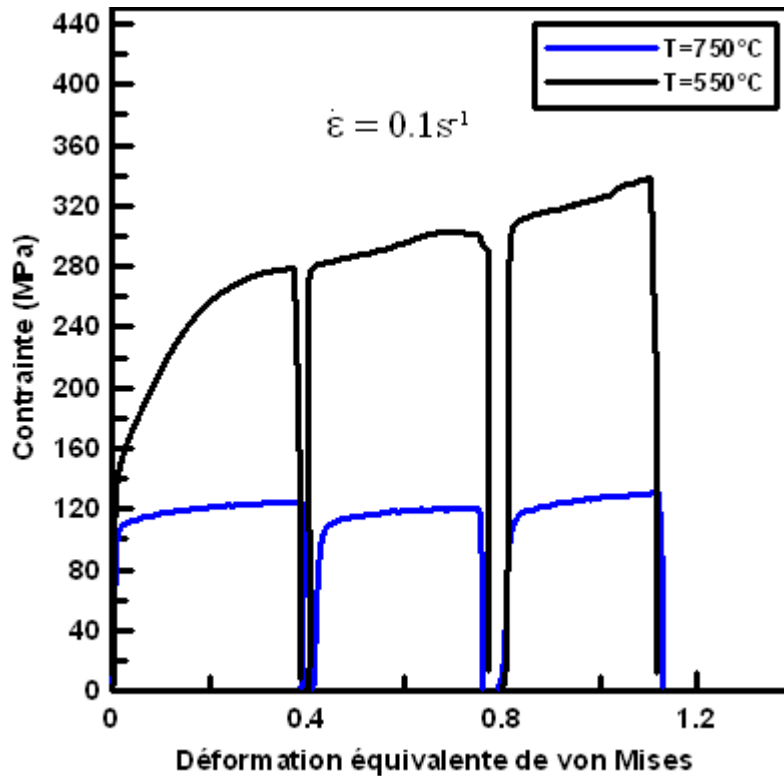
#### *IV.3.2.a Effet de changement de la direction de compression*

L'influence du changement de la direction de compression se traduit sur les courbes contrainte-déformation par un écart marqué entre la contrainte maximale à la fin d'une passe et la contrainte d'écoulement de la passe suivante. Deux tendances sont observées. La première, à 550°C, est caractérisée par un durcissement : le matériau s'écroute et est toujours en phase d'écroutissage à la fin de l'incrément (**figure IV-2**). La deuxième se remarque à des températures plus élevées (650°C et 750°C). La phase d'écroutissage est étroite et la contrainte augmente peu durant tout le reste de la passe. Mais le phénomène décisif est l'adoucissement après la première passe de compression (**figure IV-3**) : le niveau de contrainte à la deuxième passe est systématiquement inférieur à celui de la première. Souvent, le niveau de la troisième est en retrait par rapport à la seconde ; moins souvent, il est équivalent.

Cet adoucissement a déjà été noté par plusieurs auteurs lors de la compression multiaxiale de quelques alliages d'aluminium [**Rin06**] et de quelques nuances d'acier [**Lim08**]. Ils soulignent que le changement de la direction de compression donne un caractère partiellement réversible à la déformation. Ringeval [**Rin06**], en se basant sur une modélisation numérique de l'essai applicable aux métaux cubiques à faces centrées, montre que certains systèmes de glissement activés durant la seconde passe l'ont déjà été pendant la première, mais dans le sens opposé. D'où il s'ensuit que des dislocations créées pendant l'écrasement précédent reviennent à leur point de départ ou sont annihilées, provoquant une chute de la contrainte d'écoulement. Nous constaterons au chapitre V qu'il en est de même sur certains systèmes de glissement du réseau hexagonal.

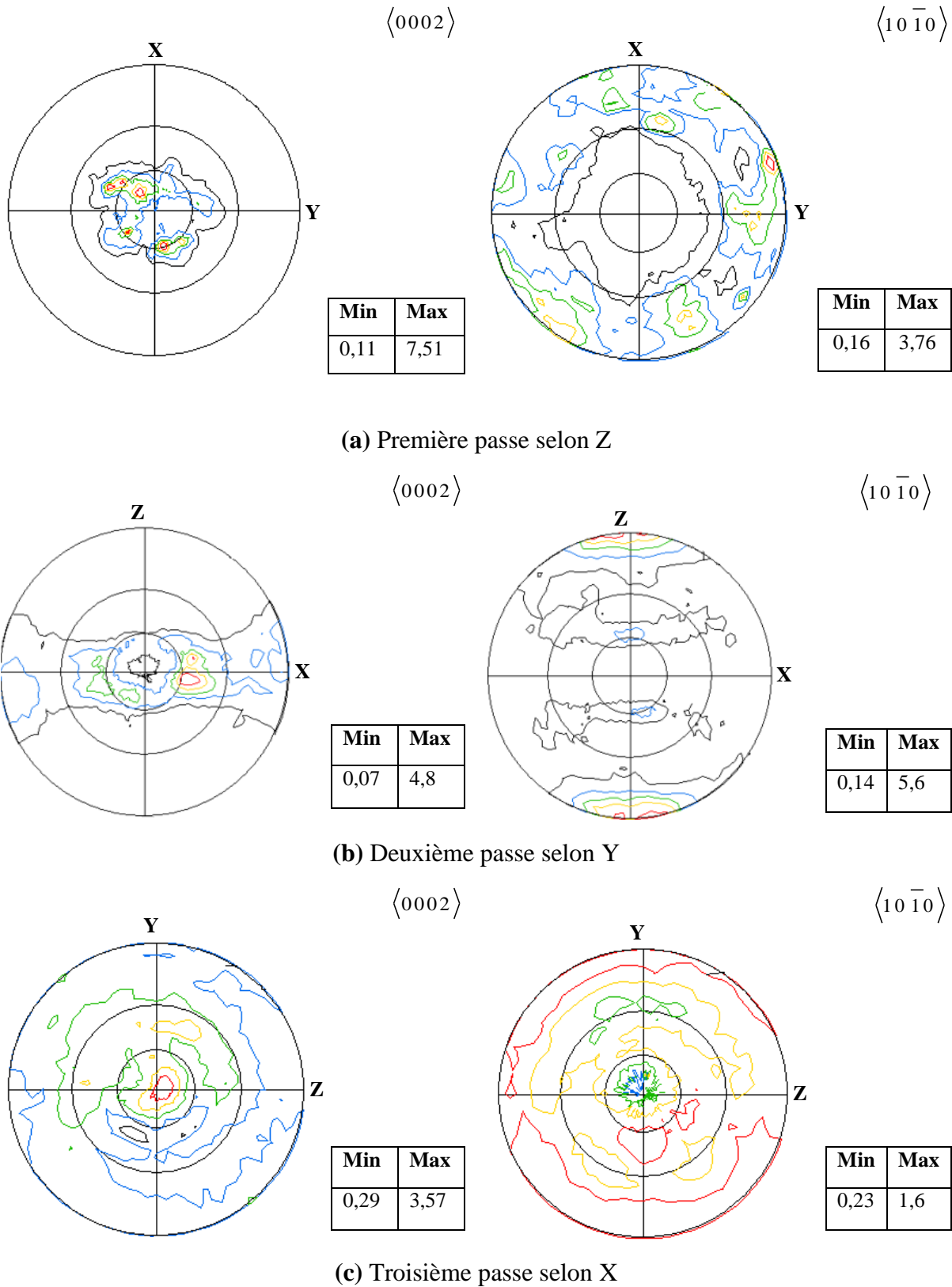
Pour mettre en lumière similitudes et différences entre compression uniaxiale et multiaxiale, nous avons comparé la seconde à trois incréments de compression selon le même axe Z qui reproduisent les mêmes  $\overline{\Delta \varepsilon}$  et atteignent donc la même déformation cumulée dans des conditions identiques de température et de vitesse de déformation. Le comportement

rhéologique obtenu est donné sur la **figure IV-4**. Les essais ont été faits à  $T=550^{\circ}\text{C}$  et  $T=750^{\circ}\text{C}$ . Dans les deux cas, le comportement à l'écroutissage n'est pas altéré par le changement de la direction de compression : à  $550^{\circ}\text{C}$  il est fort et la contrainte de saturation n'est pas atteinte pour  $\overline{\Delta\varepsilon} = 0,4$  ; il est beaucoup moins marqué à  $750^{\circ}\text{C}$ , où le comportement se rapproche du modèle rigide parfaitement plastique.

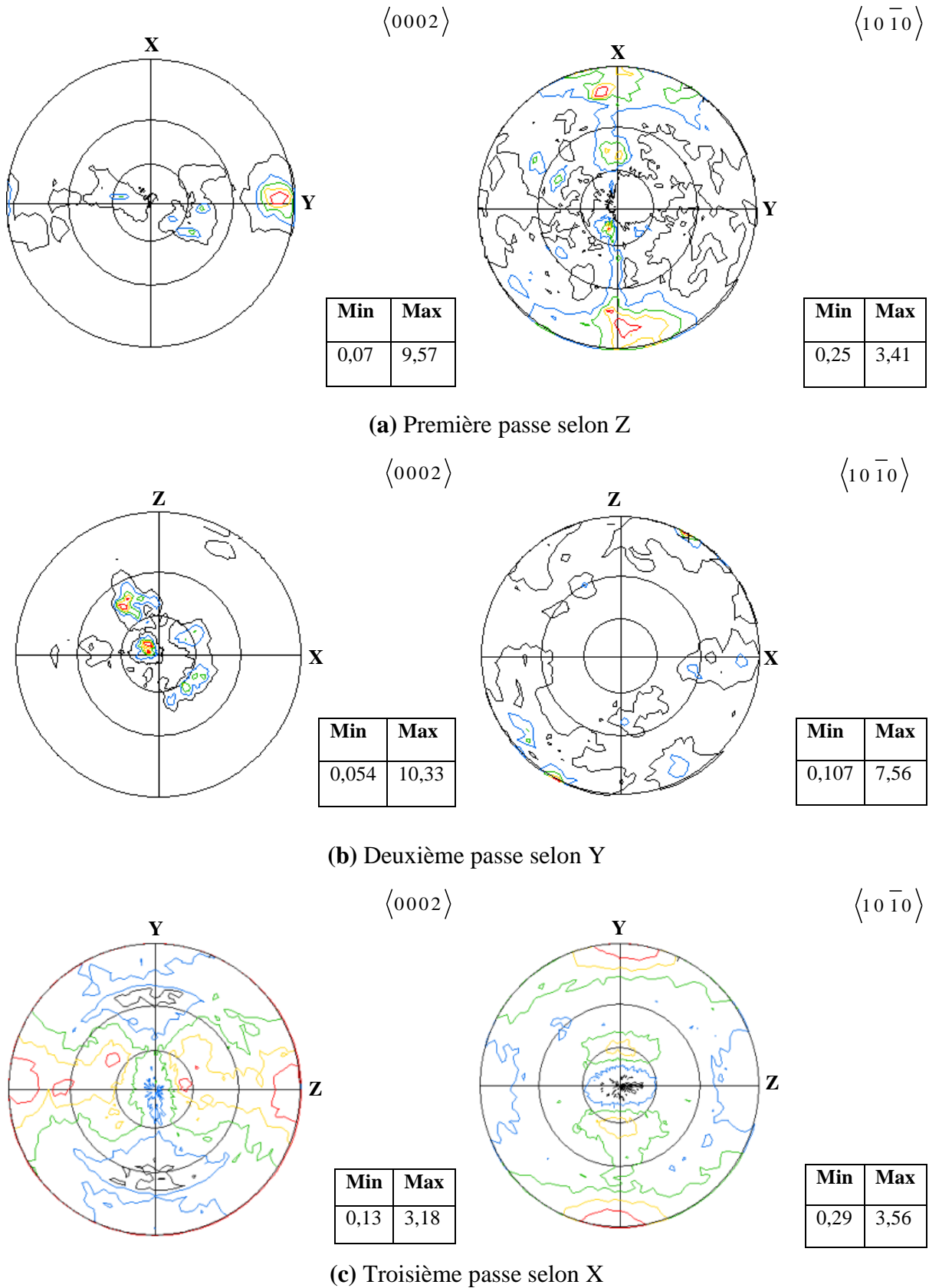


**Figure IV-4** : Courbes contrainte-déformation de trois passes de compression successives selon la même direction à  $550^{\circ}\text{C}$  et  $750^{\circ}\text{C}$ .  $\overline{\Delta\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$

Puisque l'explication de la chute de la contrainte au 2<sup>ème</sup> incrément de déformation ne se trouve pas dans un changement du comportement à l'écroutissage, nous avons examiné la texture cristallographique. Pour étudier son évolution à  $550^{\circ}\text{C}$  et  $750^{\circ}$  au cours d'un cycle de compression multiaxiale, des figures de pôles  $\langle 0002 \rangle$  et  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  ont été mesurées par rayons X sur des échantillons découpés perpendiculairement à la dernière direction de compression. Les résultats sont donnés sur les **figures IV-5** et **IV-6**.



**Figure IV-5 :** Figures de pôles  $\langle 0002 \rangle$  et  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  mesurées lors d'un cycle de compression multiaxiale à 550°C.  $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$



**Figure IV-6 :** Figures de pôles  $\langle 0002 \rangle$  et  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  mesurées lors d'un cycle de compression multiaxiale à 750°C.  $\Delta \bar{\epsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\epsilon}} = 0,1s^{-1}$

L'évolution de la texture à 550°C révèle une tendance marquée des axes  $\langle c \rangle$ , durant la première passe, à s'orienter selon l'axe la direction de compression Z. Le maximum d'intensité est à environ 30° de Z.

A la deuxième passe, nous constatons un étalement des pôles  $\langle c \rangle$  dans le plan formé par l'axe de compression Y et l'axe de la prochaine compression X (plan perpendiculaire à la première direction de compression Z). La texture après la troisième passe est plus molle mais une certaine proportion des axes  $\langle c \rangle$  apparaît selon la troisième direction de compression X. Dans le même temps, les pôles  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  sont les plus denses dans le plan perpendiculaire à la direction de compression, ce qui veut dire que les plans prismatiques ont tendance à s'aligner parallèlement à celui-ci.

A 750°C, nous observons que les pôles  $\langle c \rangle$ , durant la première passe, s'étalent dans le plan (Z,Y) avec une tendance à s'orienter perpendiculairement à la direction de compression Z. Durant la deuxième passe, nous voyons au contraire une certaine concentration des pôles  $\langle c \rangle$  autour de la deuxième direction de compression Y, comme observé à T = 550°C. Cette tendance se poursuit à la troisième passe.

Nous constatons donc en compression multiaxiale le phénomène observé classiquement en compression uniaxiale : chaque coup de presse 'relève' les axes  $\langle c \rangle$  dans la direction de la contrainte. Le phénomène est plus marqué à 550°C qu'à 750°C. Il va s'affaiblissant avec les changements de direction. Mais dans les deux cas au bout de trois passes, la texture est devenue bien molle, c'est-à-dire que le matériau retrouve la quasi-isotropie initiale. Du point de vue de la texture comme des dimensions de l'éprouvette, un cycle est bien un retour au point de départ.

A 550°C, cette évolution texturale est peut être liée à l'activation des macles  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$  qui entraîne des rotations importantes des pôles  $\langle c \rangle$  de l'ordre de 84° autour de la direction  $\langle 10\bar{1}2 \rangle$ , même à de faibles quantités de déformation. Que se passe-t-il lors d'un incrément de déformation à 90° du premier ? Certains grains sont sollicités perpendiculairement à leurs pôles  $\langle c \rangle$ . Dans cette configuration, certains systèmes de glissement prismatique ne sont pas activés. Donc, ce sont les macles qui vont être sollicitées pour accommoder la déformation de ces grains.

Mais les grains dans lesquelles ce phénomène se produit sont moins nombreux avec la multiplication des incréments de déformation. Nous pensons que lors d'une troisième passe de compression, l'activation des systèmes de glissement prismatiques déjà sollicités durant la



première passe devient prépondérante ; elle entraîne une diminution importante de la densité de dislocations par annihilation des dislocations de signe opposé et c'est là où nous voyons l'adoucissement observé sur les courbes contrainte-déformation.

A 750°C, le maillage est peu actif, s'il n'a pas disparu, mais la cission résolue critique sur les systèmes pyramidaux a chuté et ils peuvent rentrer en action. Durant la deuxième passe de compression, certains grains sont sollicités parallèlement à leurs axes  $\langle c \rangle$ . Cette configuration n'active pas les systèmes de glissement prismatiques et basaux. Elle favorise au contraire le recours aux systèmes pyramidaux  $\langle c+a \rangle$  de première espèce. Au cours de la troisième passe, les axes  $\langle c \rangle$  de certains cristaux se trouvent perpendiculaires à la troisième passe de compression. Dans cette configuration les systèmes prismatiques sont susceptibles d'être activés. Mais s'ils l'ont été également durant la première passe, il y a une diminution de la densité de dislocations par annihilation des dislocations de signe opposé et adoucissement semblable à celui observé à 550°C.

#### *IV.3.2.b Effet du nombre de cycles*

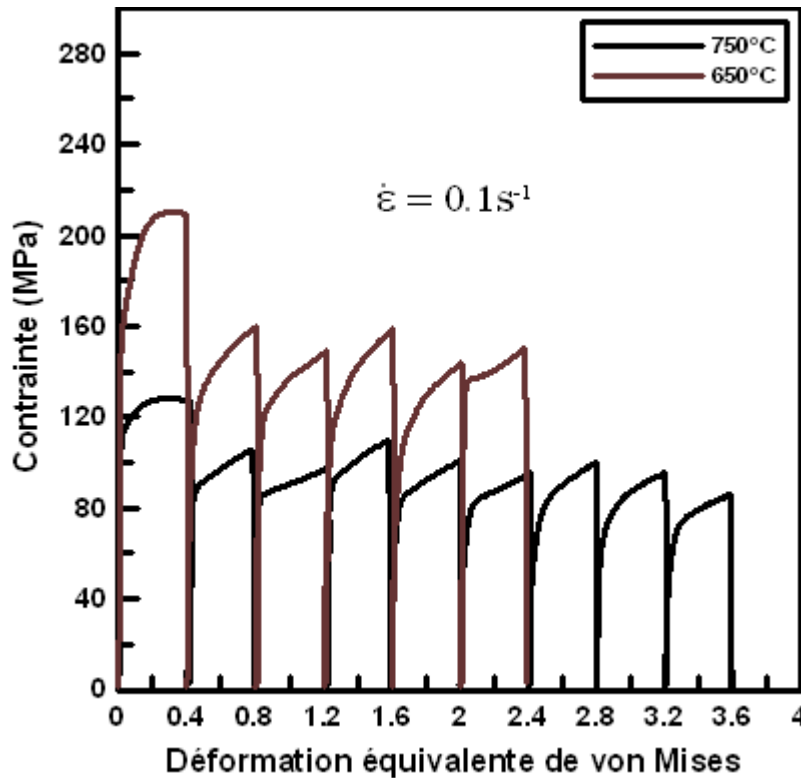
La **figure IV-7** présente les courbes contrainte-déformation obtenues respectivement après trois cycles de compression multiaxiale à 750°C et deux cycles de compression à 650°C.

A 650°C, nous observons que la courbe contrainte-déformation relative à la première passe comporte une période d'écrouissage suivie par un régime stabilisé, signature de l'équilibre entre la production des dislocations et la restauration dynamique. Par contre, dans les passes qui suivent, le régime stabilisé s'instaure plus difficilement. Ceci montre que la restauration dynamique est peu efficace. Nous observons également qu'aux cycles 2 et 3, la direction de l'écrasement Z est toujours la plus dure des trois. Nous voyons l'explication de ceci dans l'analyse de texture : la quatrième passe de compression (selon Z) redresse les pôles  $\langle c \rangle$  des grains (**figure IV-6(c)**) et le schéma que nous avons proposé pour le premier cycle se répète dans les suivants.

A 750°C comme à 650°C, nous remarquons surtout que les courbes contrainte-déformation tendent à se stabiliser autour d'une valeur limite, dès le second cycle de compression multiaxiale. Ce genre de comportement a déjà été observé par de nombreux auteurs sur des alliages d'aluminium [**Rin06**] et des aciers inoxydables [**BSMK00**]. C'est le phénomène de saturation de la contrainte. Lorsque ce régime s'installe, nous pouvons schématiser l'évolution de la texture de la façon suivante :

- le premier coup de presse relève des axes <c> dans sa direction ; les deux autres ne le couchent que partiellement, ce qui fait qu'au cycle suivant, la direction Z est toujours la plus dure alors qu'elle n'était en rien privilégiée dans le matériau initial (**figure II-9**),

- comme nous le verrons au chapitre V, ce sont les mêmes systèmes de glissement qui sont actifs à la passe n et à la passe n+3, sachant que si dans l'espace d'un cycle ils ont fonctionné (certains seulement dans un sens, d'autres dans les deux), ils sont les chemins préférentiels de mouvement des dislocations dans le cycle suivant. L'équilibre entre la production et l'annihilation de dislocations ne se déplace pas.



**Figure IV-7 :** Courbes contrainte-déformation obtenues respectivement après trois cycles de compression multiaxiale à 750° et deux cycles de compression à 650°C.  $\Delta \bar{\epsilon} = 0,4$  et  $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

**Remarque**

La **figure IV-1** montre que lorsqu'une pièce est réchauffée, par exemple à 750°C, elle est maintenue en tout 10 min au-dessus de 700°C. Dès la deuxième passe, cette pièce a subi une déformation préalable et elle est donc dans les conditions où la recristallisation statique peut avoir lieu. Nous avons discuté plus haut les raisons qui nous ont fait quand même choisir ce protocole expérimental.

C'est au cas par cas que nous noterons s'il apparaît qu'il y a eu ou non évolution statique de la microstructure. Nous avons déjà signalé qu'elle a surtout des conséquences à 750°C lorsque les cycles se multiplient.

## **IV.4 Évolution microstructurale**

Pour caractériser l'évolution de la microstructure au cours de la déformation, des cartographies EBSD ont été effectuées sur des échantillons découpés perpendiculairement à la dernière direction de compression (c'est-à-dire parallèlement à la grande face de l'éprouvette initiale). Les cartographies ont été réalisées au centre de l'échantillon, là où la déformation est maximale. Dans ce qui suit, nous nous proposons d'étudier l'effet de la température, de la vitesse de déformation et du recuit sur la fragmentation de la microstructure lamellaire.

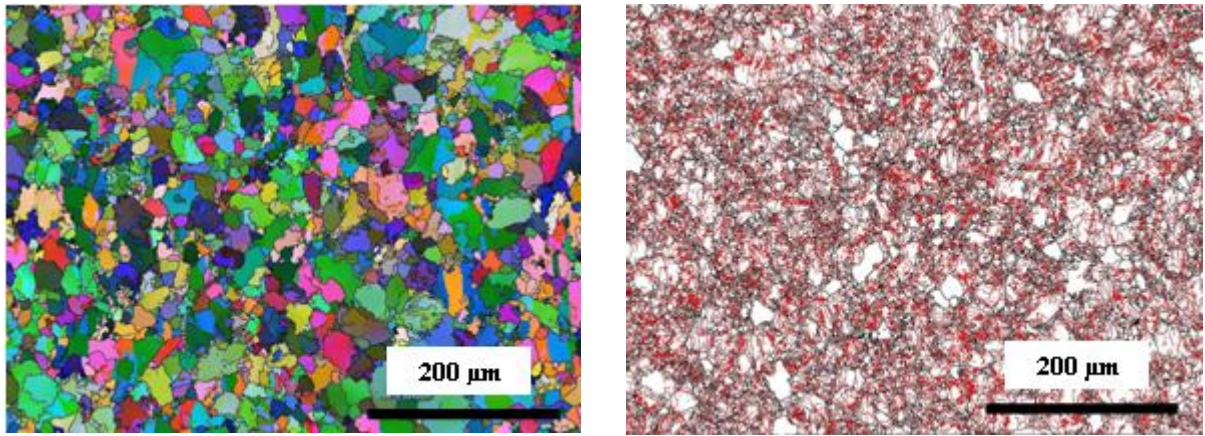
### **IV.4.1 Effet de la température**

Les **figures IV-8, IV-9 et IV-10** présentent l'évolution de la microstructure en fonction du nombre de passes de compression à différents niveaux de températures.

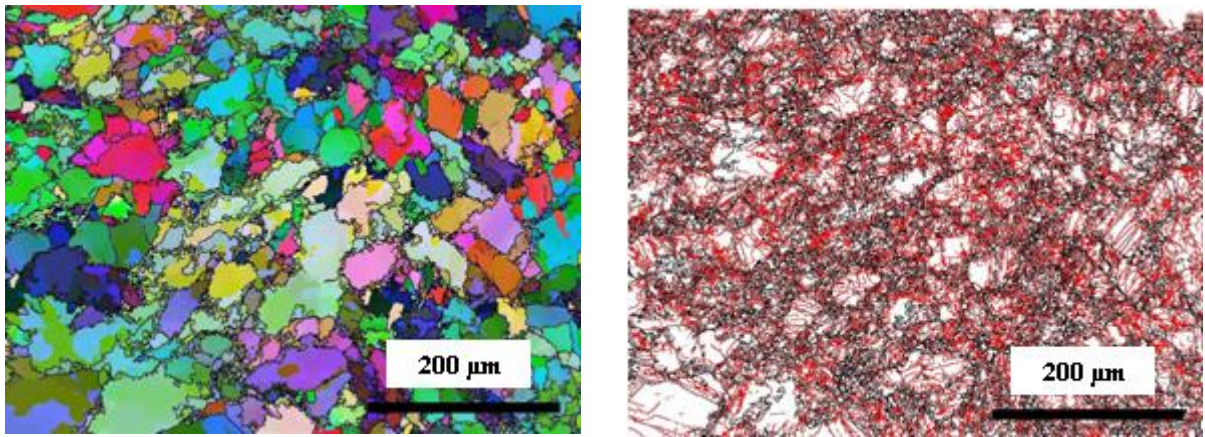
Après un cycle de compression, nous remarquons que la fragmentation de la microstructure est plus efficace à 650°C et à 750°C qu'à 550°C. La microstructure résultante renferme une faible fraction de petits grains qui ont été créés pendant la déformation, principalement à la périphérie de grains plus gros. Nous observons également que la fraction et la taille des gros grains sont plus élevées à 550°C qu'à 650°C et 750°C.

De même, nous observons que la multiplication du nombre de cycles à 750°C n'entraîne pas un affinement de la microstructure. Nous constatons plutôt une évolution positive de la taille des gros grains. Comme annoncé dans la remarque qui clôt la partie précédente, nous l'attribuons à l'évolution statique au cours des réchauffages successifs.

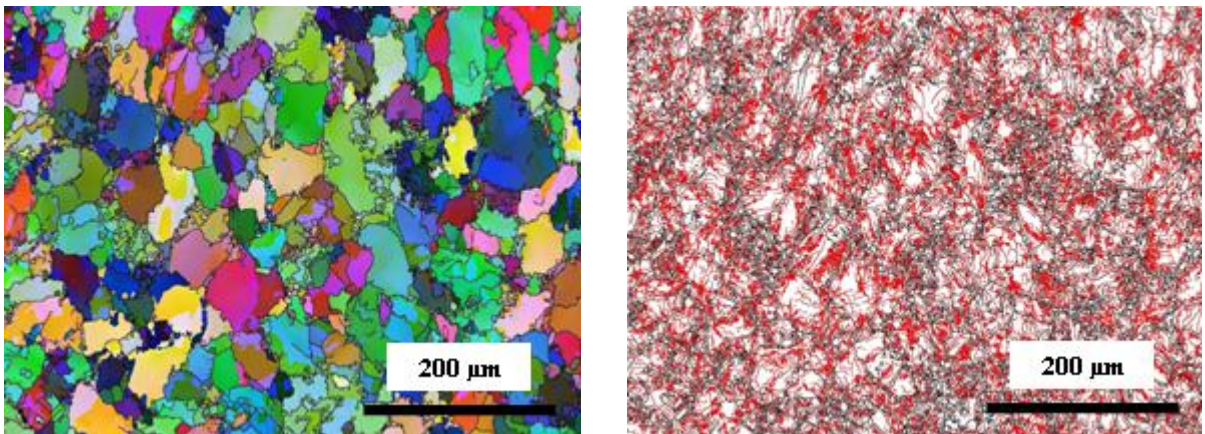
Par contre, la poursuite de la déformation à 650°C conduit à un affinement substantiel de la microstructure, signature d'une évolution limitée de celle-ci au cours de la phase de réchauffage et de maintien. Ainsi, à 650°C, la poursuite de la déformation affine la microstructure jusqu'à l'obtention d'un régime permanent qui paraît atteint au bout de deux cycles de compression.



(a)  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$



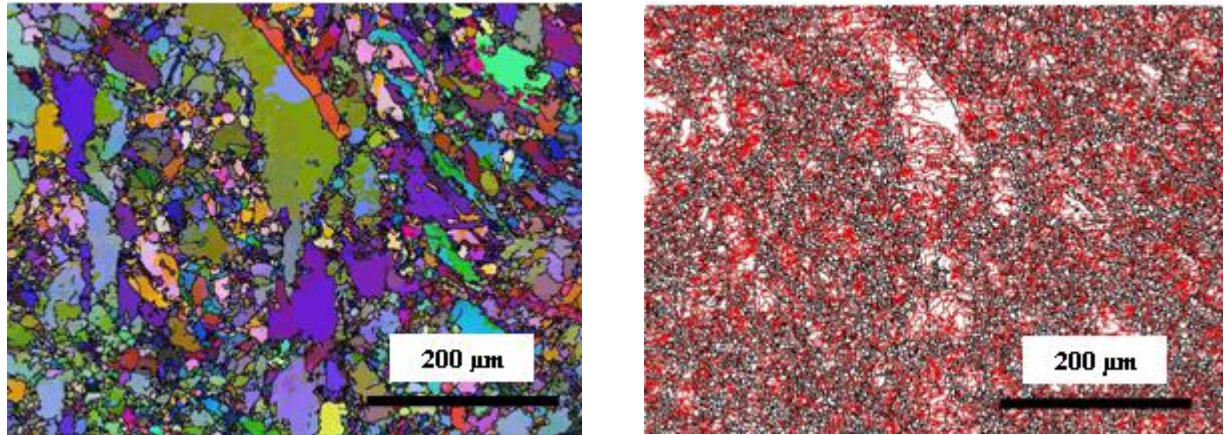
(b)  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 6 \times 0,4$



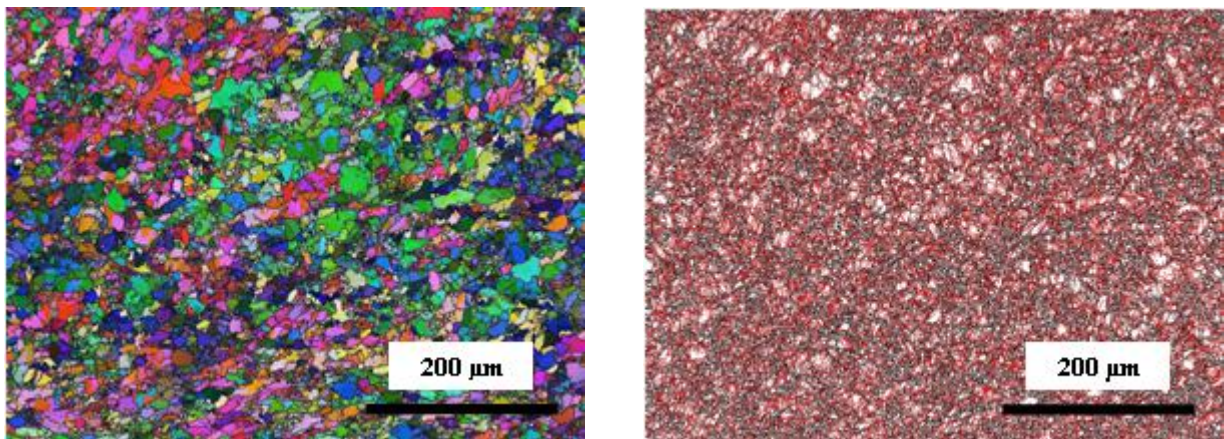
(c)  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 9 \times 0,4$

**Figure IV-8** : Évolution microstructurale en fonction de la quantité de déformation. A gauche, cartes d'orientations cristallographiques ; à droite, cartes représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge).  $T=750^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1\text{s}^{-1}$



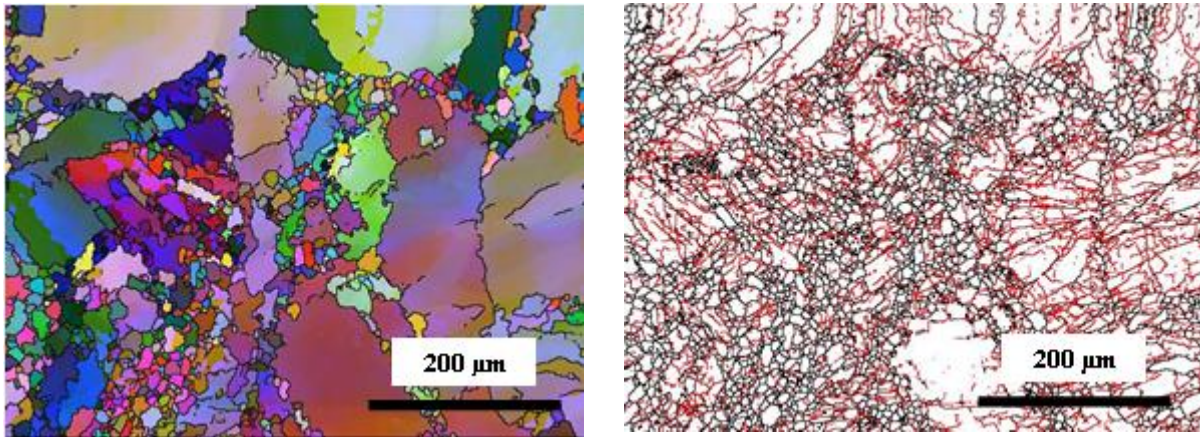


(a)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}e} = 3 \times 0,4$



(b)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}e} = 6 \times 0,4$

**Figure IV-9** : Évolution microstructurale en fonction de la quantité de déformation. A gauche, cartes d'orientations cristallographiques ; à droite, cartes représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge).  $T = 650^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1\text{s}^{-1}$



**Figure IV-10** : Évolution microstructurale en fonction de la quantité de déformation. À gauche, carte d'orientations cristallographiques ; à droite, carte représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge).  $T = 550^{\circ}\text{C}$ ,  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$  et  $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$

La **figure IV-11** présente la distribution des désorientations corrélées en fonction de la déformation pour des températures de  $650^{\circ}\text{C}$  et  $750^{\circ}\text{C}$ . Dans les deux cas, la microstructure est composée principalement de sous-joints faiblement désorientés, et la multiplication du nombre de passes ne provoque pas leur transformation ultérieure en joints de grains. Ce phénomène a déjà été constaté par Ringeval [Rin06] et Lim [Lim08]. La **figure IV-12** présente la variation de la longueur surfacique des joints et des sous-joints en fonction de la déformation aux mêmes températures. Il est clair que la quantité des sous-joints formée au cours de la déformation reste prépondérante devant celle des joints. Donc, il n'y a pas de phénomène de restauration dynamique efficace, tout au moins à la vitesse de déformation à laquelle nous travaillons ( $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$ ). Nous remarquons qu'à  $650^{\circ}\text{C}$ , la longueur des joints croît avec la multiplication du nombre de cycles de compression alors qu'à  $750^{\circ}\text{C}$ , il décroît légèrement après un cycle de compression multiaxiale. Ceci met en évidence qu'à  $650^{\circ}\text{C}$ , le deuxième cycle contribue à la fragmentation des grains, ce qui n'est pas le cas à  $750^{\circ}\text{C}$ .

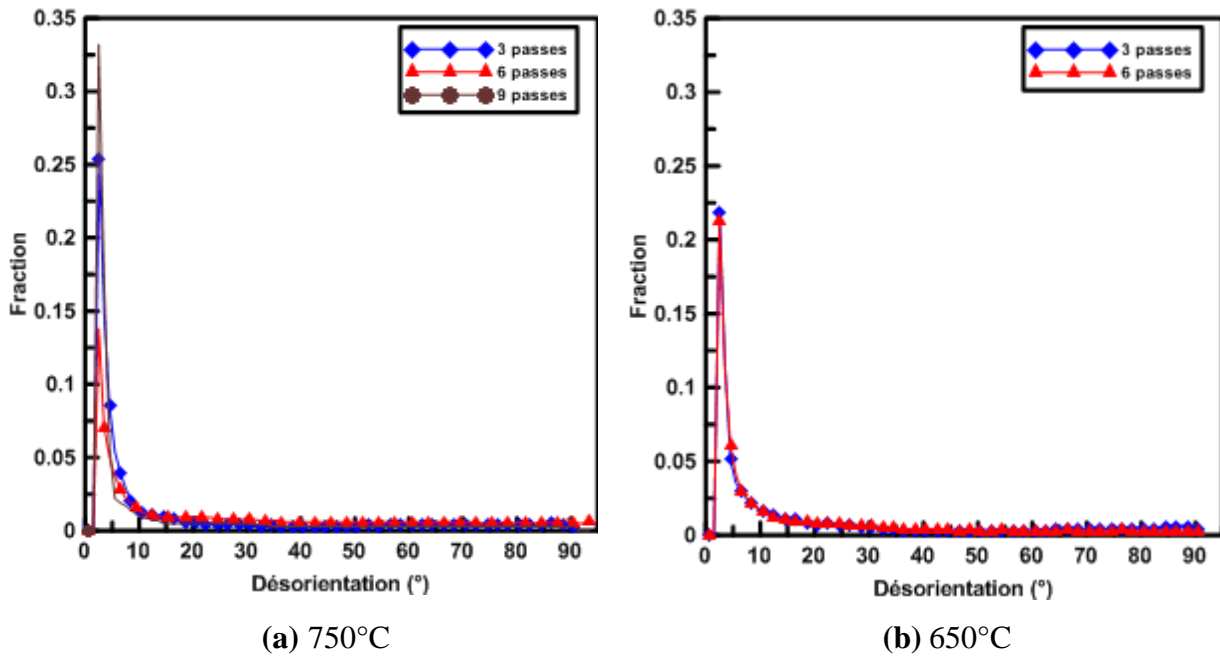


Figure IV-11 : Distribution des angles de désorientations corrélées en fonction de la déformation.  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}$

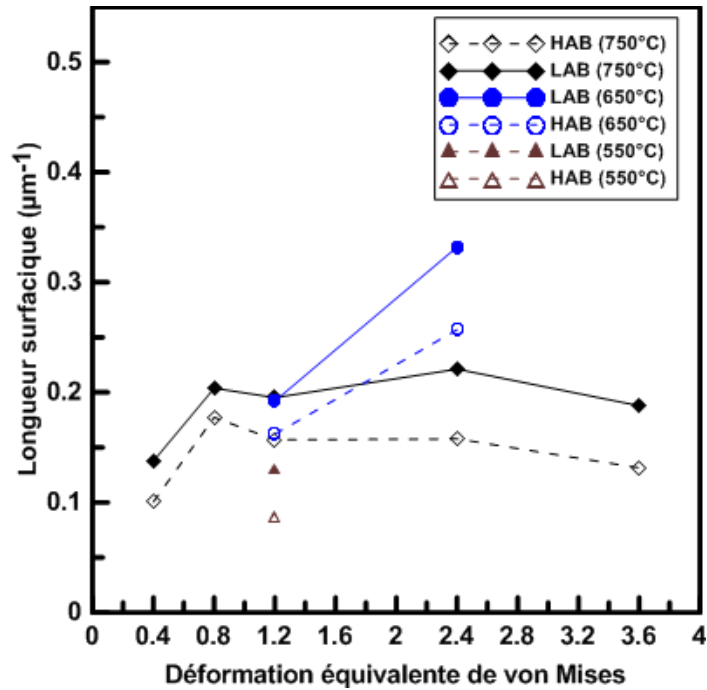


Figure IV-12 : Évolution des longueurs de joints (HAB) et de sous joints (LAB) de grains en fonction de la déformation à différents niveaux de température.  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}$

Les **figures IV-13 et IV-14** présentent respectivement la variation de la taille pondérée de grains en fonction de la déformation et la distribution de leur taille à différents niveaux de température. A 650°C, la fragmentation de la microstructure progresse et la taille de grains pondérée passe de 30 µm après un cycle de compression à 17 µm après deux cycles. Par contre, à 750°C elle croît avec la multiplication du nombre de cycles et passe de 32 µm après un cycle de compression à 53 µm après trois cycles. Nous remarquons également que la distribution de la taille de grains est hétérogène quel que soient le niveau de température et la quantité de déformation appliquée. A 750°C, après un cycle de compression, 70% de la surface est occupée par les 25% des grains les plus gros. Par contre, après trois cycles, 70% de la surface est occupée par les 15% des grains les plus gros. Nous nous attendions à ce résultat puisque la taille des gros grains augmente au cours du deuxième et du troisième cycle de compression. Au contraire, à 650°C, la distribution de la taille de grains ne présente pas une évolution marquée entre un (trois passes) et deux cycles (six passes) de compression, et nous ne constatons pas de grossissement.

La **figure IV-15** présente l'évolution de la fraction des grains recristallisée en fonction de la déformation à différents niveaux de température. La fraction recristallisée est faible quelle que soit la quantité de déformation appliquée. Nous remarquons que la mesure la plus élevée a été obtenue à 550°C après un cycle de compression. Ceci ne paraît pas logique, puisqu'à basses températures, la recristallisation dynamique est peu efficace. L'explication paraît être la suivante. Comme il y a beaucoup d'écrouissage à 550°C, le taux d'indexation de l'EBSD est insuffisant en l'absence de recuit. Un recuit de 24 heures à 450°C a donc été fait. Il a sans doute produit de la recristallisation statique en plus de la restauration que nous cherchions. Compte tenu de cet effet, nous n'avons pas poursuivi le programme de caractérisation microstructurale que nous avions prévu à 550°C.

La fragmentation de la microstructure au niveau de vitesse de déformation que nous considérons ( $\dot{\epsilon} = 0,1 s^{-1}$ ) ne repose donc que partiellement sur l'apparition de nouveaux grains avec peu de dislocations comme peut en produire la recristallisation dynamique discontinue. Elle repose plutôt sur un mécanisme dans lequel les dislocations se créent et s'annihilent en quantité égales, et surtout se regroupent en parois de faible désorientation.

La principale question devient de savoir dans quelles conditions ces sous-joints peuvent devenir des joints de grains. Puisque la poursuite de la déformation par multiplication des cycles est peu efficace, nous avons eu recours aux recuits comme nous le montrerons plus loin.



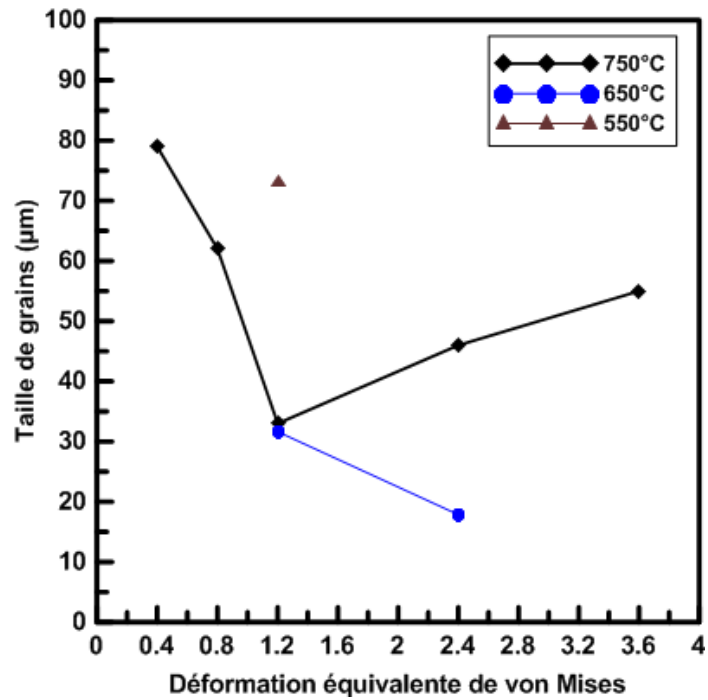


Figure IV-13 : Taille pondérée des grains en fonction de la déformation à différents niveaux de température.  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}$

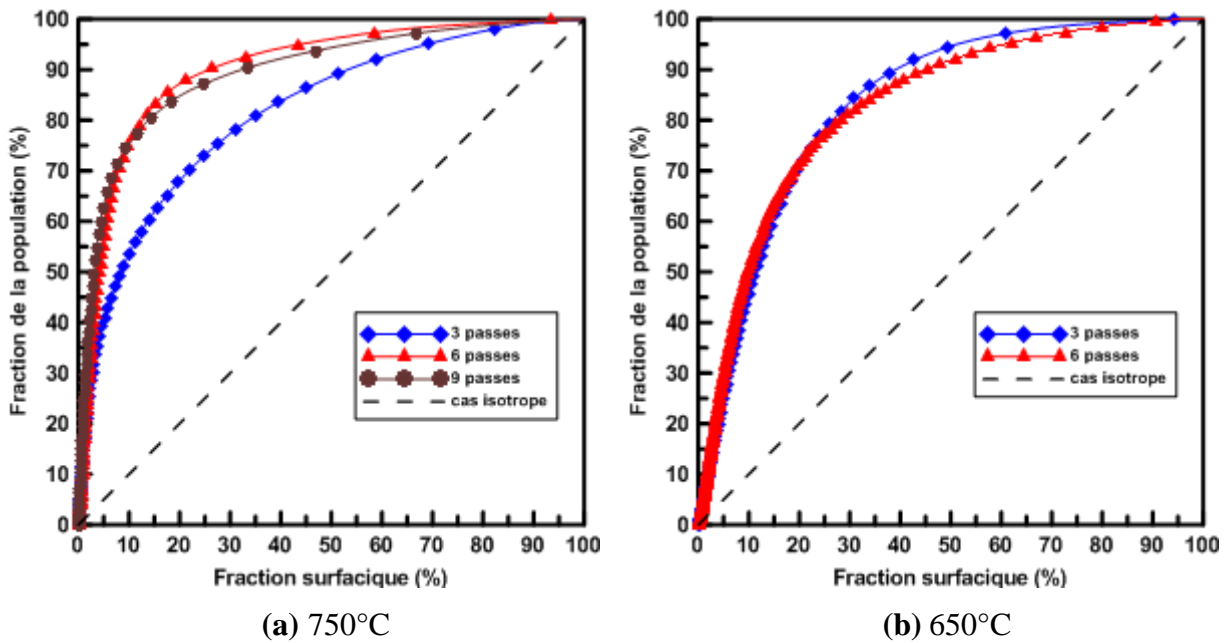
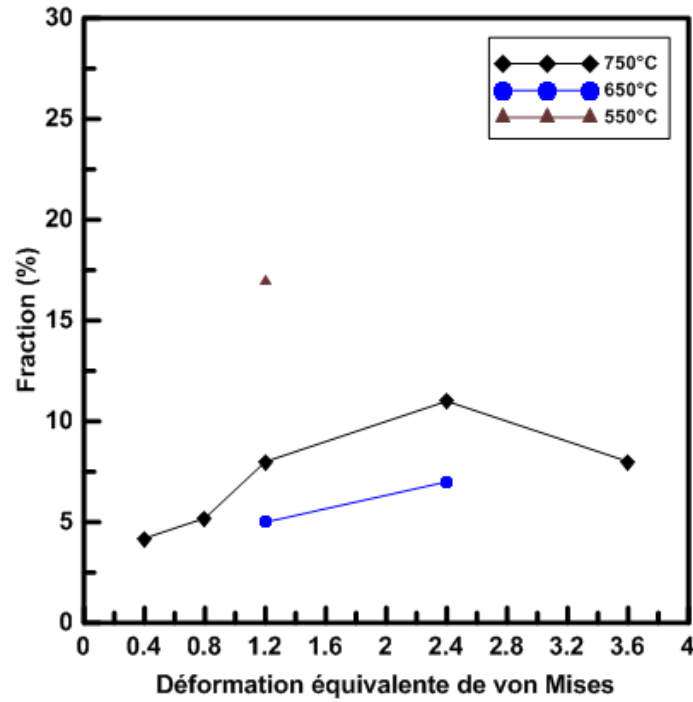
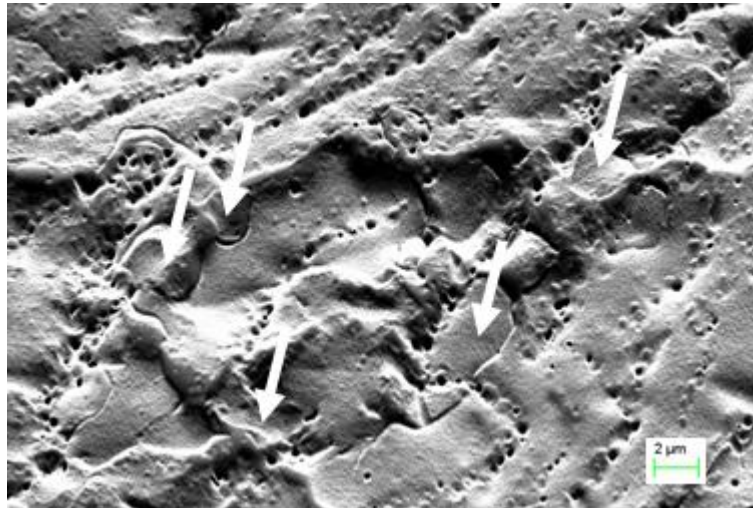


Figure IV-14 : Distribution de la taille des grains en fonction de la déformation.  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}$



**Figure IV-15 :** Évolution de la fraction recristallisée en fonction de la déformation à différents niveaux de température.  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,4$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1 s^{-1}$

La **figure IV-16** permet de voir que les cristallites susceptibles de s'être formés se concentrent au niveau des frontières des anciens grains et dans les espaces inter-lamellaires, où les alignements des précipités présentent des zones de localisation de déformation propres à leur apparition.



**Figure IV-16 :** Formation des cristallites (flèches blanches) au niveau des interfaces inter-lamellaires.  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 6 \times 0,4$ ,  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1 s^{-1}$

#### IV.4.2 Effet du pas de déformation

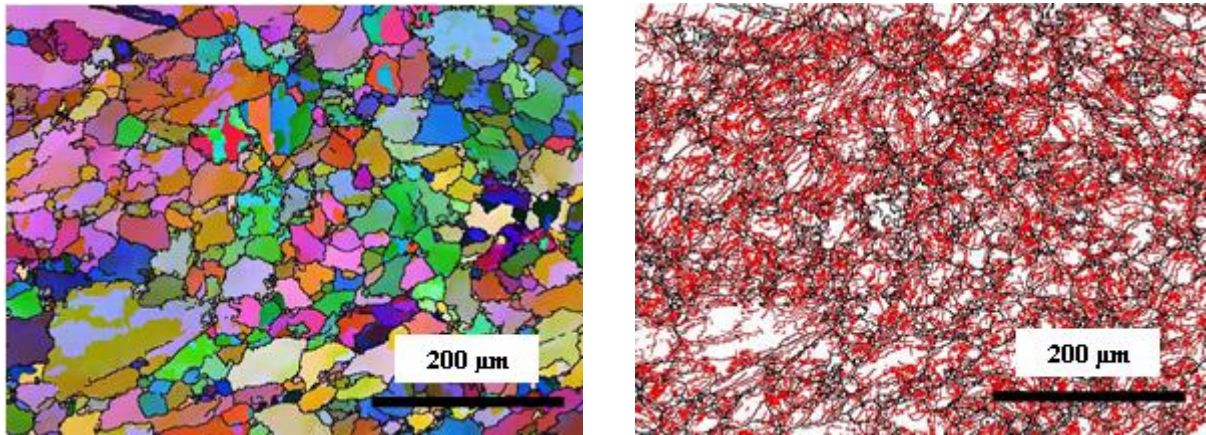
Les **figures IV-17** et **IV-18** présentent l'évolution de la microstructure en fonction de la quantité de déformation cumulée obtenue avec différents pas de déformation à 750°C et à 650°C. La **figure IV-19** représente la variation de la taille pondérée des grains en fonction de la déformation cumulée pour différents  $\Delta \bar{\varepsilon}$ .

A 750°C, pour tous les pas de déformation essayés, il est possible d'obtenir de petits grains. Toutefois, la microstructure ne s'affine pas en multipliant les cycles au-delà d'un certain nombre et la taille minimum des grains n'est pas seulement une fonction de la quantité de déformation totale obtenue. Par exemple, après deux cycles de compression réalisés avec des pas de déformation de 0,2 (**figure IV-17(a)**), la taille de grains pondérée est de 45  $\mu\text{m}$  alors qu'elle est de 33  $\mu\text{m}$  après un cycle de compression réalisé avec  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,4$  (**figure IV-8(a)**), c'est-à-dire pour la même quantité de déformation. De même, après un cycle de compression réalisé avec des pas de déformation de 0,5 puis de 0,6, la taille de grains pondérée est respectivement de 38 $\mu\text{m}$  et de 55 $\mu\text{m}$ . Or la quantité totale de déformation est plus élevée. Nous avons vérifié que la multiplication du nombre de cycles de compression à 750°C avec des pas de déformation de 0,5 n'affine pas la microstructure, mais produit au contraire un grossissement des grains. Comme indiqué précédemment, nous attribuons ce phénomène à un grossissement métadynamique des grains au cours des réchauffements successifs.

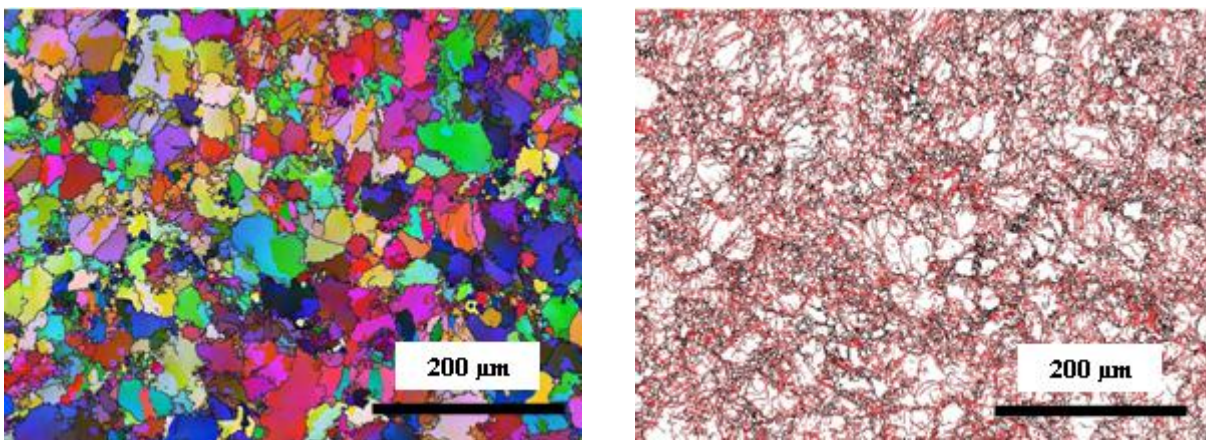
Au contraire, l'augmentation du pas de déformation à 650°C entraîne une fragmentation importante de la microstructure. En effet, un cycle de compression réalisé avec des pas de déformation de 0,5 permet d'obtenir une taille de grains pondérée de 17 $\mu\text{m}$ , contre 30  $\mu\text{m}$  après un cycle de compression réalisé avec des pas de déformation de 0,4. Ce résultat est logique en l'absence de grossissement métadynamique : plus de déformation procure plus d'énergie pour la fragmentation (évolution de la sous-structure).

La **figure IV-20** présente la distribution de la taille de grains pondérée après un cycle de compression réalisé avec différents pas de déformation. A 750°C, la distribution de la taille des grains est plus proche de l'isotropie lorsque  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,4$  qu'avec des pas inférieur ou supérieur. En particulier, l'augmentation de pas de déformation entraîne une augmentation rapide de la taille des grains et une distribution plus hétérogène de leur taille.

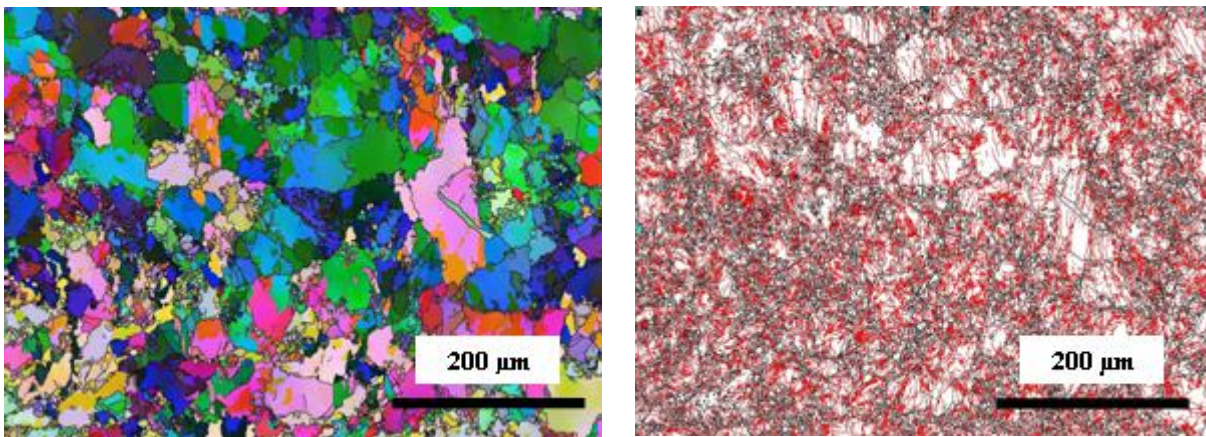




(a)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}} = 6 \times 0,2$



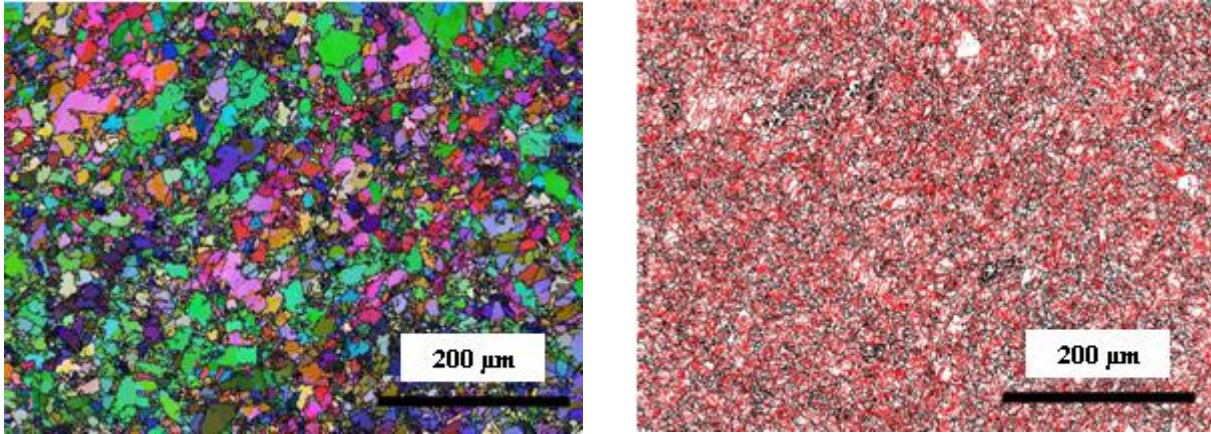
(b)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}} = 6 \times 0,5$



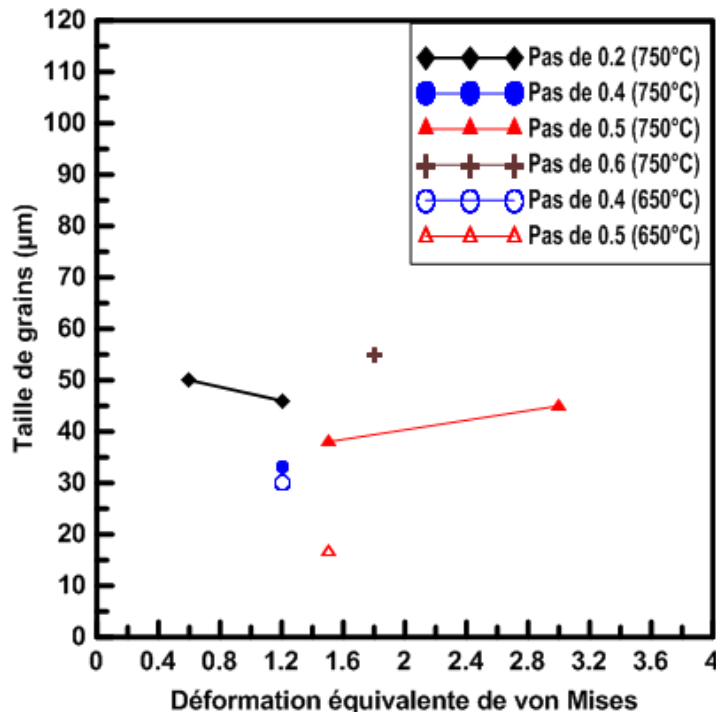
(c)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}} = 3 \times 0,6$

**Figure IV-17** : Évolution microstructurale en fonction de la quantité de déformation pour différents pas de déformation. A gauche : cartes d'orientations cristallographiques ; à droite : cartes représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge).  $T = 750^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1\text{s}^{-1}$





**Figure IV-18** : Évolution microstructurale relativement à un pas de déformation  $\Delta \bar{\epsilon} = 0,5$ . À gauche : carte d'orientations cristallographiques ; à droite : carte représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge).  $T=650^{\circ}\text{C}$ ,  $\bar{\epsilon}_{cumul\acute{e}} = 3 \times 0,5$  et  $\dot{\bar{\epsilon}} = 0,1\text{s}^{-1}$



**Figure IV-19** : Variation de la taille pondérée de grains en fonction de la déformation pour différents pas de déformation et niveaux de température.  $\dot{\bar{\epsilon}} = 0,1\text{s}^{-1}$

Nous avons vu aussi que lorsque  $\Delta \bar{\epsilon} = 0,2$  la fragmentation de la microstructure est limitée, ce qui nécessite d'augmenter le nombre de cycles pour créer de nouveaux joints de grains et affiner ainsi la microstructure. A  $750^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta \bar{\epsilon} = 0,4$  apparaît ainsi comme un optimum pour le raffinement de la microstructure, d'autant plus que le résultat est obtenu au bout d'un cycle seulement.

Par contre, à 650°C, l'augmentation du pas de déformation entraîne un affinement de la microstructure. La distribution obtenue avec  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,5$  est plus homogène que celle obtenue avec  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,4$ . En effet, à ce niveau de température, la restauration dynamique est moins active au cours de la déformation, la restauration statique au cours de réchauffage et du maintien qui entrecoupe les écrasements est favorisée (temps d'incubation est plus long), d'où moins de migration des joints et de grossissement des grains.

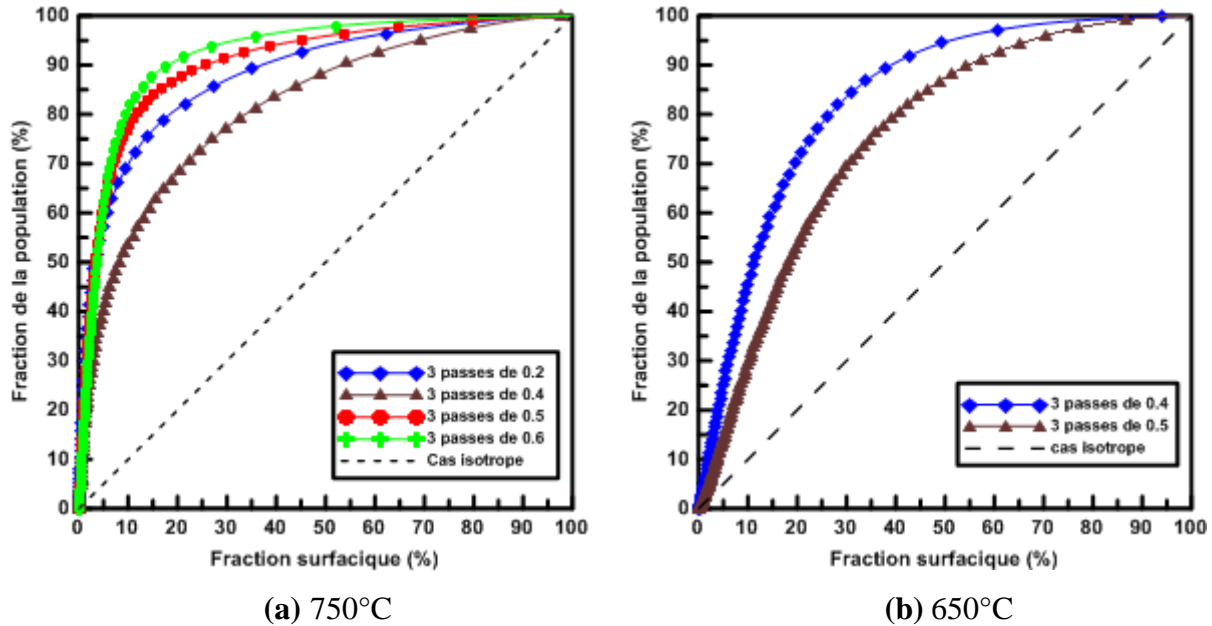
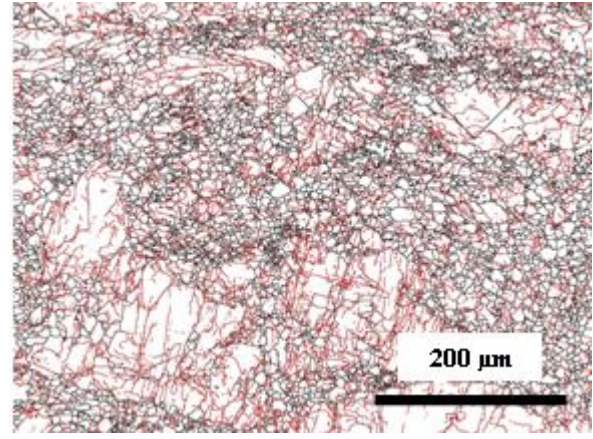
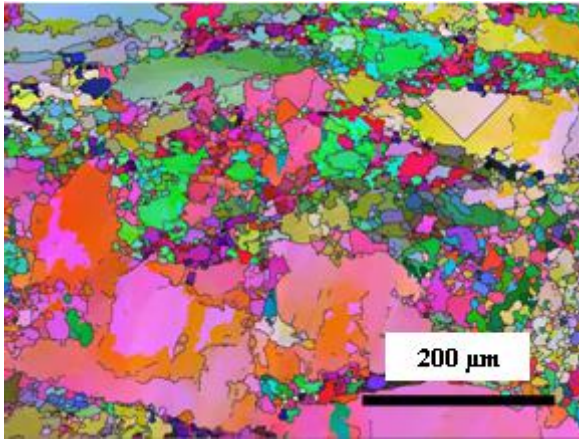


Figure IV-20 : Distribution de la taille des grains après un cycle de compression multiaxiale pour différents pas de déformation.  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}$

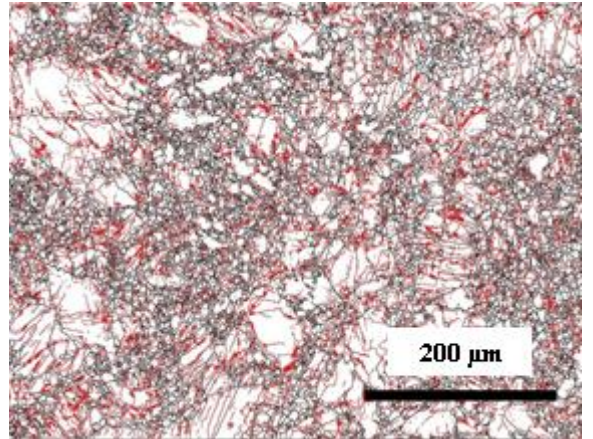
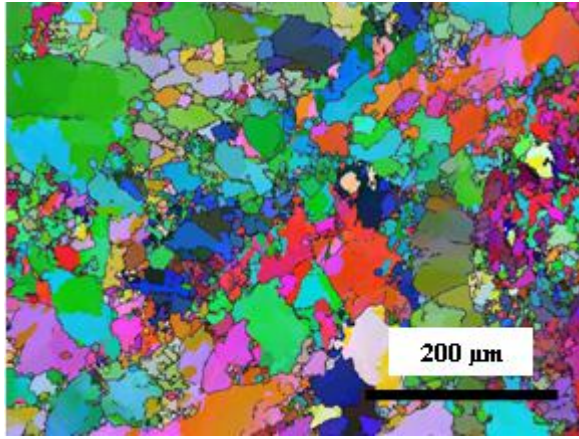
#### IV.4.3 Effet de la vitesse de déformation

La figure IV-21 représente l'évolution de la microstructure en fonction de la vitesse de déformation. Il est manifeste que l'affinement de la taille des grains progresse quand la vitesse de déformation est plus rapide. Nous observons que la fraction des sous-joints diminue à partir d'une vitesse de déformation de  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 2s^{-1}$  et que ceci s'accompagne d'une meilleure distribution de la taille de grains. Ceci révèle un changement profond dans le comportement du matériau sous l'effet de la déformation par rapport à ce qui se passe pour des vitesses de déformation plus faibles. Quant à la recristallisation, elle est plus importante à grande vitesse de déformation ( $\dot{\bar{\varepsilon}} = 2s^{-1}$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 4s^{-1}$ ) qu'aux vitesses intermédiaires. Logiquement, elle est également marquée quand elle a tout le temps de se produire, par exemple à  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,001s^{-1}$ .

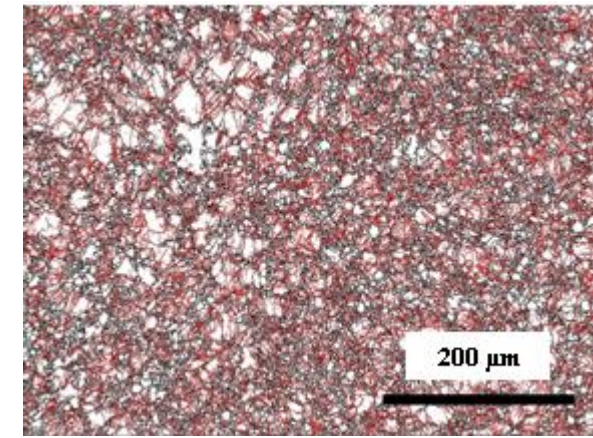
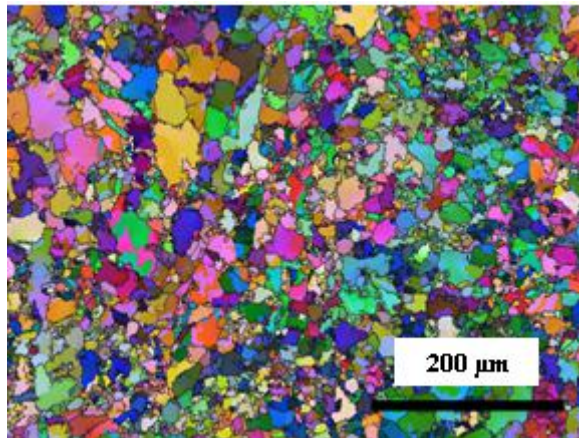




(a)  $\dot{\varepsilon} = 0,001s^{-1}$

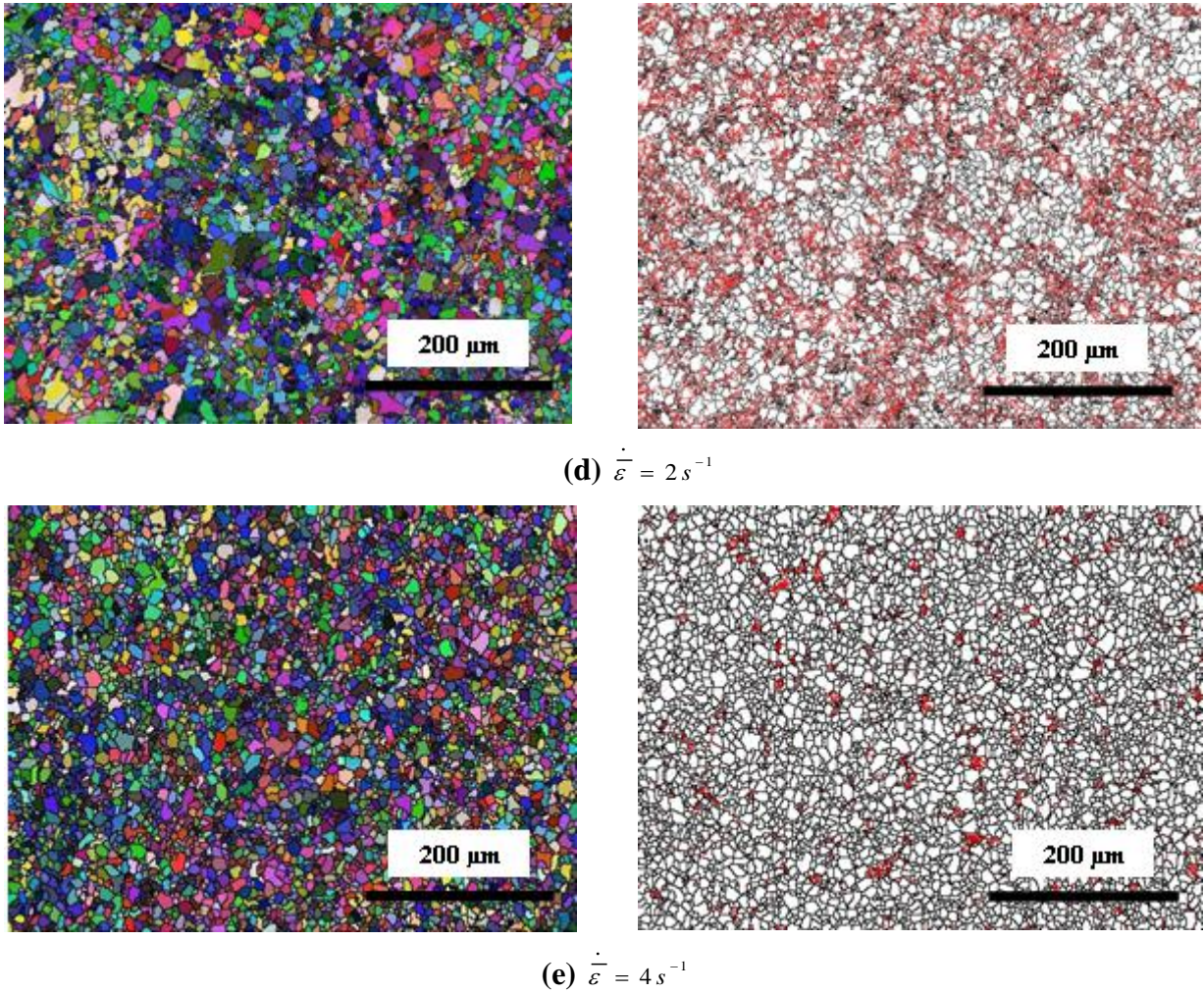


(b)  $\dot{\varepsilon} = 0,01s^{-1}$



(c)  $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$

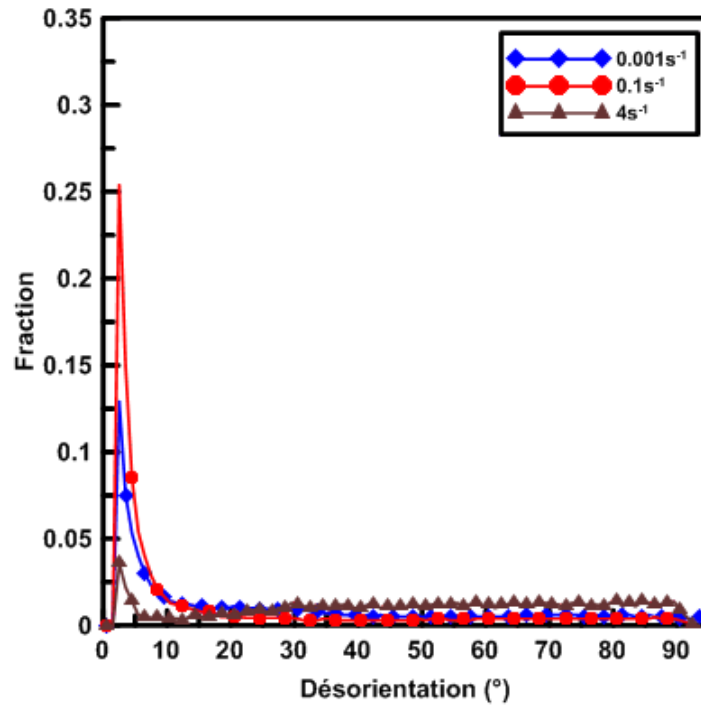




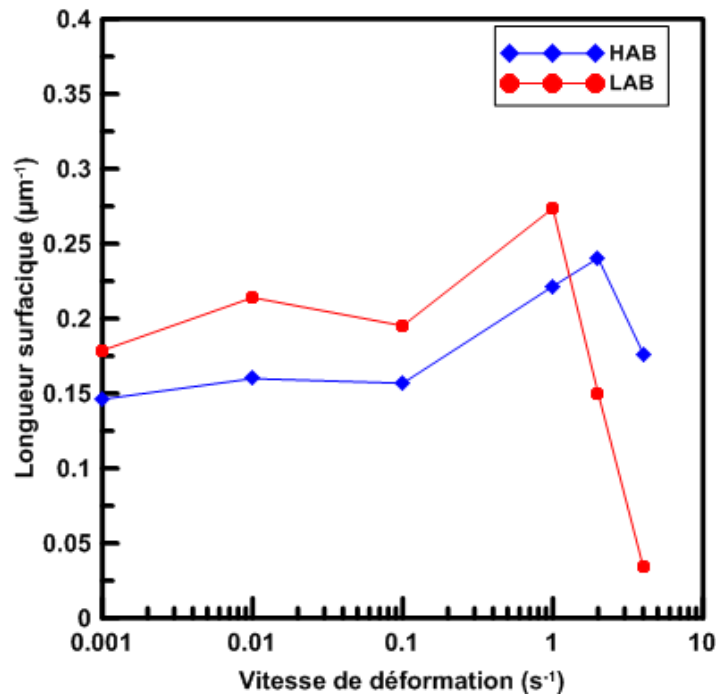
**Figure IV-21** : Évolution microstructurale en fonction de la vitesse de déformation. A gauche : cartes d'orientations cristallographiques ; à droite : cartes représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge). Voir **figure IV.8 (a)** pour le cas  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ .  $T = 750^{\circ}C$ ,  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$

La **figure IV-22** présente la distribution des désorientations corrélées à différentes vitesses de déformation. Lorsque celle-ci est faible, la microstructure est composée principalement de sous-joints faiblement désorientés. Mais à  $\dot{\varepsilon} = 4 s^{-1}$ , elle présente principalement des joints de grains avec une faible fraction de sous-joints de faible désorientation. Ceci tranche avec l'ensemble des observations précédentes, tant celles de ce travail que celles que nous avons rapportées de la littérature. La **figure IV-23** présente la variation de la longueur surfacique des sous-joints et des joints de grains en fonction de la vitesse de déformation. Elle visualise que pour des vitesses de déformation inférieures à  $1 s^{-1}$ , la fraction des sous-joints est plus élevée que celle des joints.





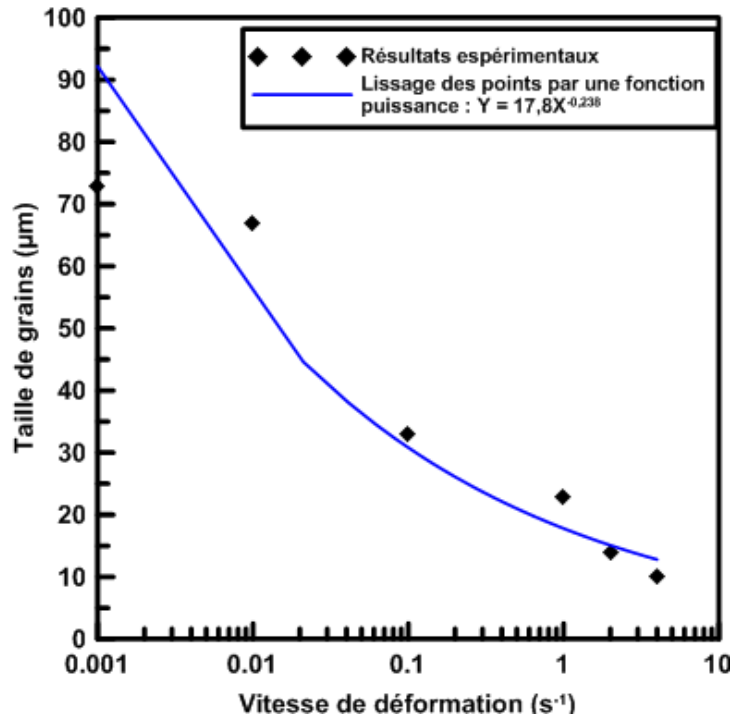
**Figure IV-22 :** Distribution des angles de désorientations corrélées en fonction de la vitesse de déformation.  $T=750^{\circ}\text{C}$ ,  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}} = 3 \times 0,4$



**Figure IV-23 :** Évolution des longueurs de joints (HAB) et de sous-joints (LAB) de grains en fonction de la vitesse de déformation.  $T=750^{\circ}\text{C}$ ,  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}} = 3 \times 0,4$

Mais la quantité de joints augmente rapidement entre  $0,1s^{-1}$  et  $1s^{-1}$ , d'où un premier raffinement de la microstructure. Pour des vitesses de déformation supérieures à  $1s^{-1}$ , une transition est observée dans le comportement du matériau. L'augmentation de la quantité des joints de grains devant celle des sous-joints est rapide et la microstructure s'affine encore plus.

La **figure IV-24** présente la variation de la taille pondérée des grains en fonction de la vitesse de déformation. Elle passe notamment de  $73\ \mu m$  pour une vitesse de  $0,001s^{-1}$  à  $10\ \mu m$  pour une vitesse de  $4s^{-1}$ .



**Figure IV-24 :** Variation de la taille de grains pondérée en fonction de la vitesse de déformation.  $T=750^{\circ}C$ ,  $\bar{\epsilon}_{cumul\acute{e}e} = 3 \times 0,4$

La **figure IV-25** donne la distribution de la taille des grains. Nous remarquons que celle-ci est plus homogène avec l'augmentation de la vitesse de déformation. Elle est même proche de l'isotropie pour une vitesse de  $4s^{-1}$ . Sur la **figure IV-26**, la variation de la fraction recristallisée est donnée en fonction de cette même vitesse de déformation. Elle décroît légèrement entre  $0,001s^{-1}$  et  $0,1s^{-1}$  et passe de 25% à 8% avant d'augmenter rapidement entre  $1s^{-1}$  et  $4s^{-1}$ , puisqu'elle passe de 12% à 85%, soit une recristallisation presque totale.

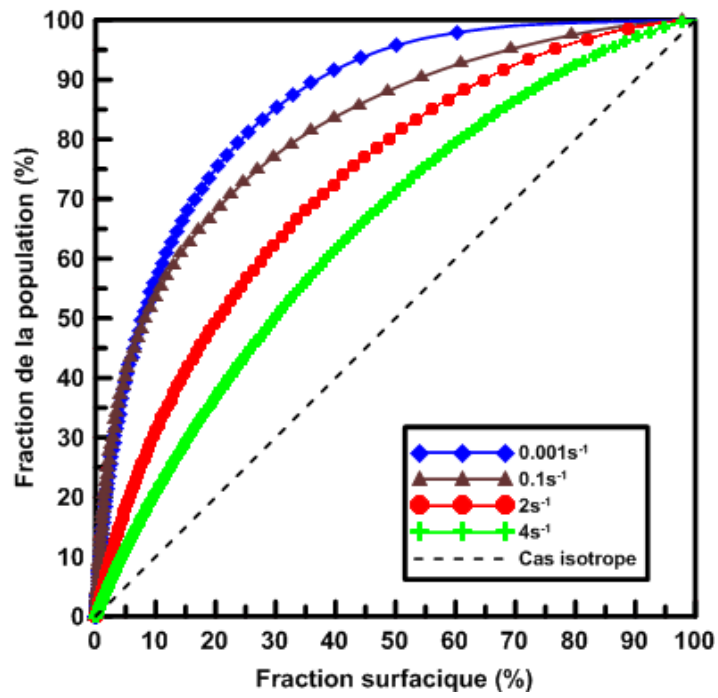


Figure IV-25 : Variation de la distribution de la taille de grains en fonction de la vitesse de déformation après un cycle de compression.  $T=750^{\circ}\text{C}$ ,  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$

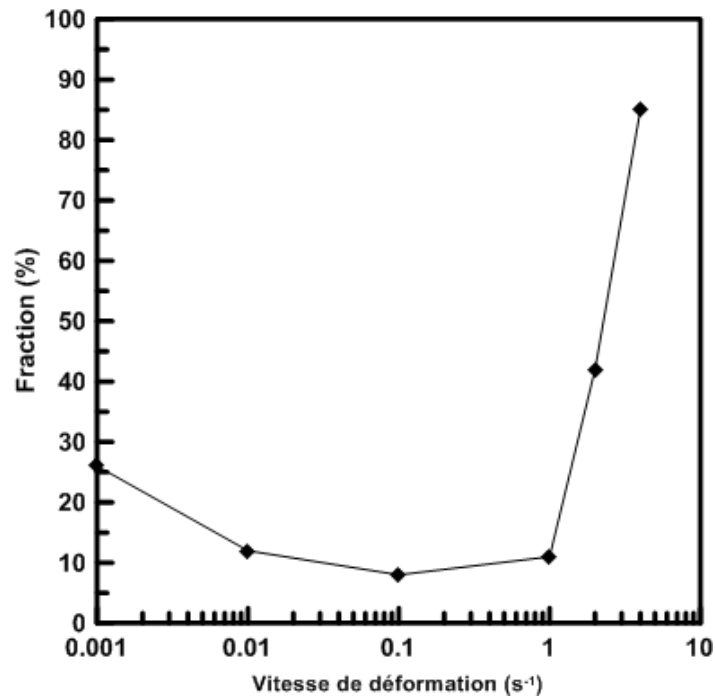


Figure IV-26 : Variation de la fraction recristallisée en fonction de la vitesse de déformation après un cycle de compression.  $T=750^{\circ}\text{C}$ ,  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 3 \times 0,4$

Le schéma de recristallisation dynamique continue qui paraît pertinent aux vitesses de déformation intermédiaires (notamment  $0,1s^{-1}$ ) ne s'applique sans doute pas aux grandes vitesses. Il n'aurait pas le temps de se développer. Chauvy [Cha04] et d'autres auteurs ont souligné que la recristallisation du Zircaloy-4 ne se laisse facilement enfermer dans des schémas trop simplifiés. Il nous apparaît qu'une transition entre recristallisation surtout continue et une recristallisation par germination de nouveaux grains intervient autour d'un seuil de  $1s^{-1}$ .

Nous essayons dans le paragraphe suivant de caractériser les mécanismes de recristallisation de Zircaloy-4 à grande vitesse de déformation.

#### IV.4.4 Mécanisme de recristallisation du Zircaloy-4 à grande vitesse de déformation

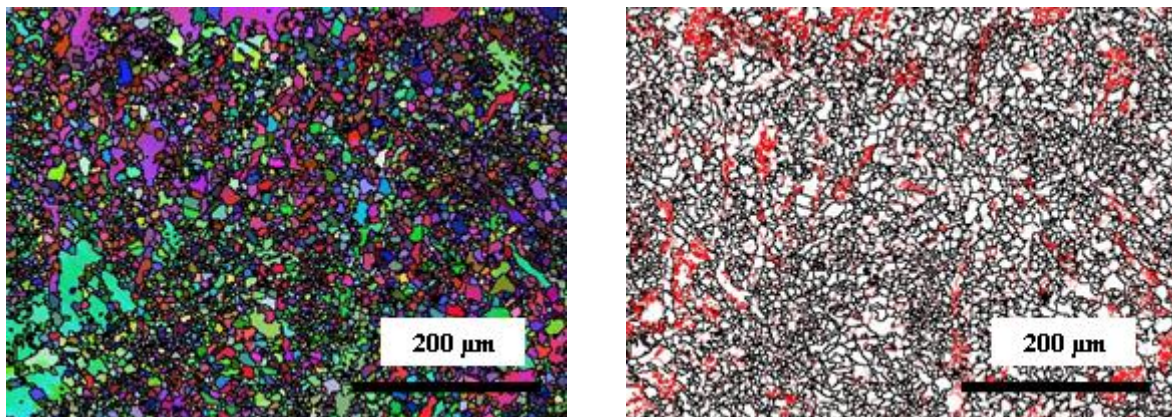
Afin de caractériser la recristallisation du Zircaloy-4 à grande vitesse de déformation, un essai complémentaire de compression uniaxiale de  $\overline{\Delta \varepsilon} = 0,4$  a été réalisé à  $T = 750^{\circ}C$  et à une vitesse de déformation de  $\dot{\varepsilon} = 4s^{-1}$ . Après trempe, l'éprouvette a été découpée perpendiculairement à la direction de compression et analysée au centre par EBSD.

La **figure IV-27** montre la microstructure de déformation. Cette dernière est caractérisée par une taille pondérée des grains de  $16 \mu m$  et une fraction recristallisée de 65%. La microstructure de déformation comporte principalement des joints de forte désorientation et les sous-joints sont concentrés dans quelques grains où la recristallisation n'a pas joué son rôle. La **figure IV-28** présente la microtexture après déformation. Cette dernière révèle une forte concentration des pôles  $\langle c \rangle$  des grains autour de la direction de compression (direction perpendiculaire au plan de la figure). Ces résultats écartent la recristallisation dynamique discontinue comme étant origine possible de la fragmentation de la microstructure à ce niveau de vitesse de déformation parce qu'elle s'accompagne d'une texture cristallographique aléatoire. De même sur les courbes contrainte-déformation (**figure IV-3**), nous n'avons pas observé les oscillations caractéristiques de la recristallisation dynamique discontinue.

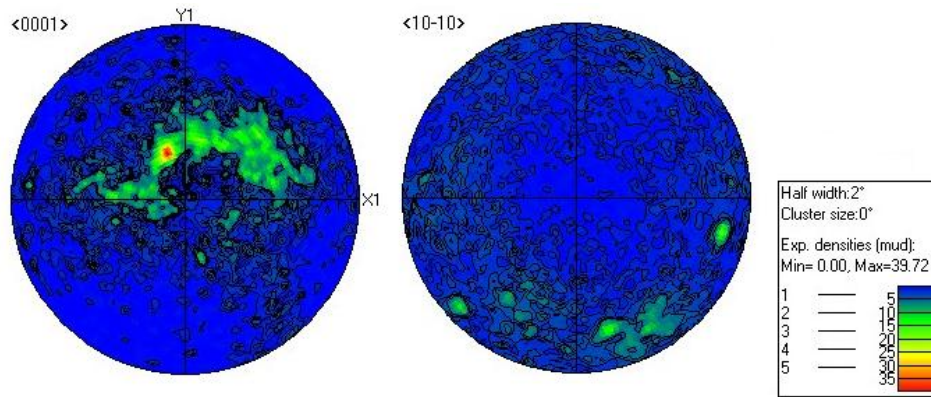
Cependant, Hinton et al. [HB07] ont étudié l'évolution de la microstructure d'un acier inoxydable ferritique AISI430 en compression plane à une déformation de 0,62, une température de  $960^{\circ}C$  et à des vitesses de déformation comprises entre  $0,16 s^{-1}$  et  $16 s^{-1}$ . Ils observent qu'à faible vitesse de déformation ( $< 5s^{-1}$ ) où le temps de l'essai est plus long, la recristallisation dynamique continue est favorisée (forte fraction de sous-joints). Mais à grande vitesse de déformation ( $> 5 s^{-1}$ ), ils attribuent l'évolution de la microstructure (faible

quantité de sous-joints avec apparition des grains recristallisés) à un mécanisme de recristallisation statique (pas d'oscillations sur les courbes contrainte-déformation). Leur constatation est basée sur le fait qu'à grande vitesse de déformation la restauration n'est plus aussi efficace mais une importante énergie est stockée dans le matériau, permettant la recristallisation statique de la microstructure.

Dans le cas du Zircaloy-4, la recristallisation statique peut interpréter l'évolution de la microstructure à grande vitesse de déformation (chute de la fraction de sous-joints et élévation de la fraction recristallisée). En effet, le temps qui s'écoule entre la fin de l'essai et la trempe de l'éprouvette est de quelques secondes et nous savons que le temps d'incubation qui conditionne le début de la recristallisation statique diminue avec la vitesse de déformation. Ceci nous laisse penser qu'à partir d'une vitesse de  $2s^{-1}$ , la microstructure commence à évoluer rapidement pendant les quelques secondes qui séparent la fin de l'essai et la trempe. Le mécanisme de recristallisation statique explique également la texture obtenue après l'essai puisque celui-ci ne modifie pas trop la texture de déformation si le grossissement de grains est limité. Donc le schéma suivante peut être retenu : aux faibles vitesses de déformation (inférieures  $2s^{-1}$ ) se produit de la recristallisation dynamique continue alors qu'aux vitesses de déformation élevées (supérieures à  $2s^{-1}$ ) se produit de la restauration dynamique suivie d'un mécanisme recristallisation statique.



**Figure IV-27** : Évolution microstructurale après une passe de déformation  $\overline{\Delta \varepsilon} = 0,4$ . A gauche : carte d'orientations cristallographiques ; à droite : carte représentant les joints de grains (en noir) et les sous-joints (en rouge).  $T=750^{\circ}C$ ,  $\dot{\varepsilon} = 4s^{-1}$



**Figure IV-28** : Figures de pôles  $\langle 0001 \rangle$  et  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  relatives à la microstructure de la **figure IV-27**. Axe de compression perpendiculaire au plan de la figure

Nous abordons au paragraphe suivant l'effet possible du cycle thermique et particulièrement de la montée en température que notre processus opératoire impose entre les passes. Il est important à 750°C.

#### IV.4.5 Effet du maintien en température

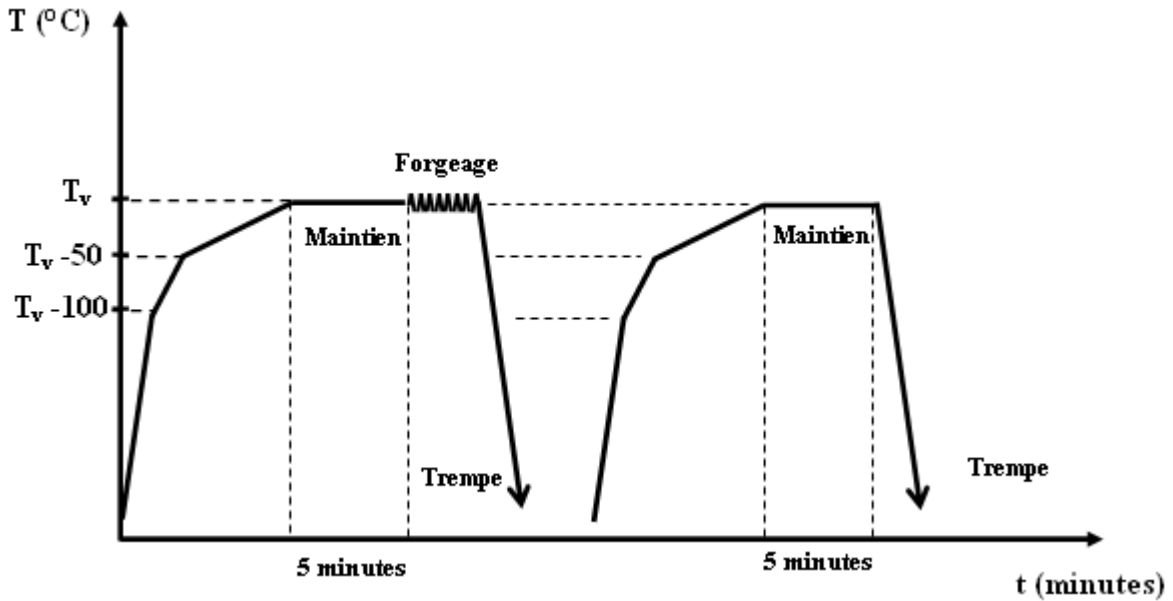
Comme tous les métaux, le Zircaloy-4 peut 'guérir' lorsqu'il est chauffé. Mais nous savons déjà que sa microstructure évolue vite et pas toujours dans le sens souhaité en fonction de paramètres tels que le nombre de cycles, le pas et la vitesse de déformation. Nous allons retrouver cette sensibilité dans ce nouveau paragraphe. Ici, nous ne tentons pas une étude de tous les effets qu'il est possible d'obtenir en mettant le métal déformé dans un four. Nous nous limitons au cas où la température de maintien est la même que celle à laquelle l'alliage a été déformé. Nous étudions deux cas :

- le chauffage puis palier de 5 min prévu par le protocole expérimental avant compression. Les protocoles peuvent varier selon les conditions de mise en œuvre de la compression multiaxiale (laboratoire ou usine), mais il faut toujours prévoir un temps d'homogénéisation pour ne pas risquer de travailler une pièce qui présente un gradient de température,

- le maintien qui se fait après la déformation, que nous appelons recuit selon une terminologie courante. Nous nous limiterons à une durée de 20 min. Notre but est de mettre en lumière ses effets ; l'optimisation de la durée, elle, est liée aux conditions technologiques de l'essai.

#### IV.4.5.a Évolution microstructurale durant la phase de réchauffage et de maintien après une passe de déformation

Nous nous proposons de mettre en évidence les évolutions microstructurales qui peuvent se produire durant la phase de réchauffage et de maintien qui précède tous les écrasements et qui est visualisée sur la **figure IV-29**. A cette fin, les essais complémentaires récapitulés dans le **tableau IV-3** ont été réalisés.



**Figure IV-29** : Cycle thermomécanique réalisé en vue de tester l'influence de l'homogénéisation en température après une passe de compression

T (°C)	$\dot{\varepsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	$\bar{\varepsilon}_{cumulée}$
750	0,1	1 × 0,4
	0,1	1 × 0,6
	4	1 × 0,4
650	0,1	1 × 0,4

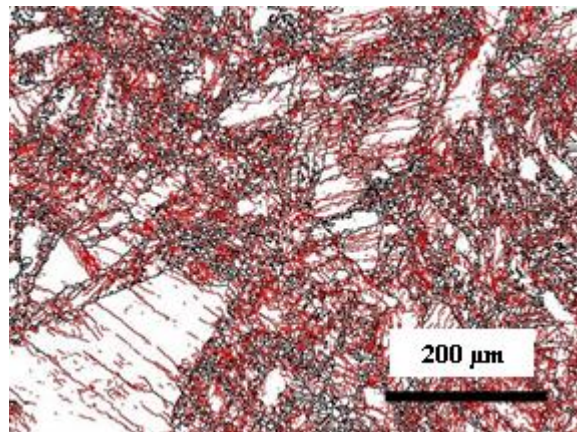
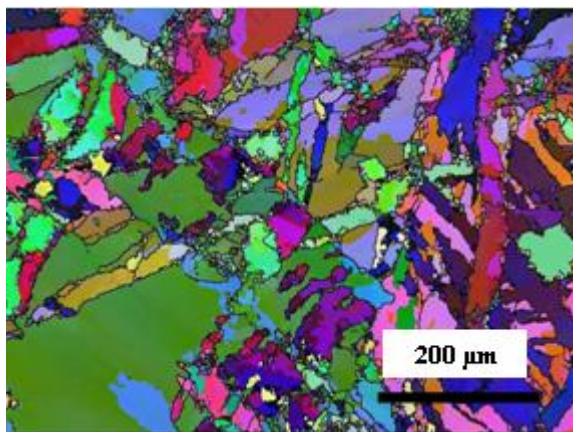
**Tableau IV-3** : Essais complémentaires de compression en vue de tester l'influence de l'homogénéisation en température

Après un écrasement suivi de trempe dans les conditions du tableau, l'éprouvette est à nouveau chauffée et maintenue 5 min à la température de consigne, puis trempée sans qu'une

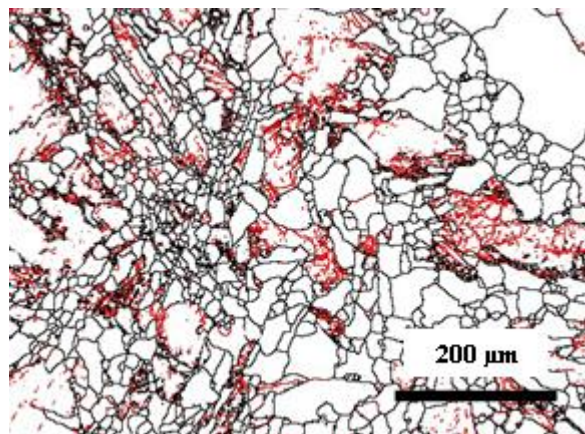
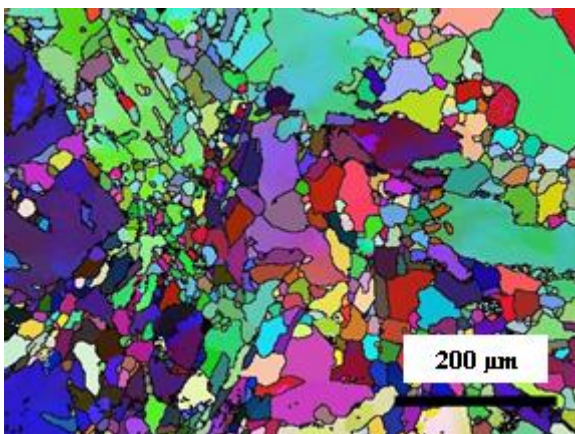


nouvelle déformation intervienne. Pour alléger la rédaction, nous appelons ceci 'homogénéisation en température' dans la suite du paragraphe.

La **figure IV-30** représente l'évolution de la microstructure, avec et sans homogénéisation en température à 750°C, après des passes de déformation de 0,4 et de 0,6 effectuées à une vitesse de 0,1s<sup>-1</sup>. Nous remarquons que cette homogénéisation diminue fortement la quantité de sous-joints. En effet, la désorientation des sous-joints augmente, certains cristallites se ferment et deviennent des grains.

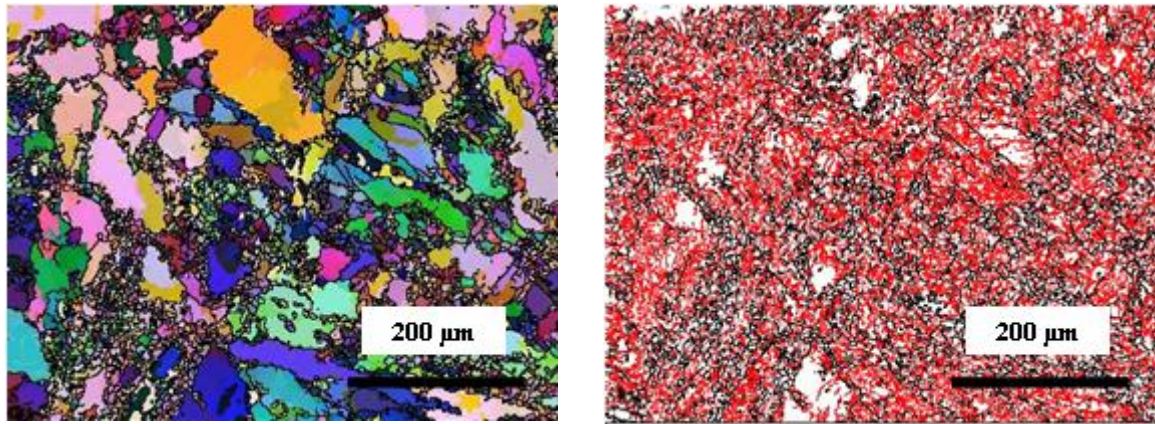


(a)  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 1 \times 0,4$

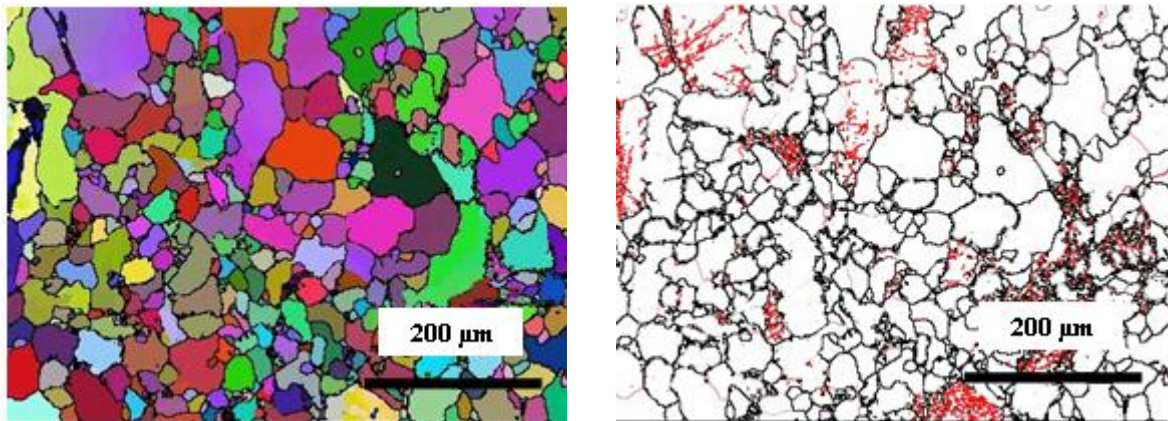


(b)  $\bar{\varepsilon}_{cumulée} = 1 \times 0,4$  + homogénéisation en température





(c)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}e} = 1 \times 0,6$



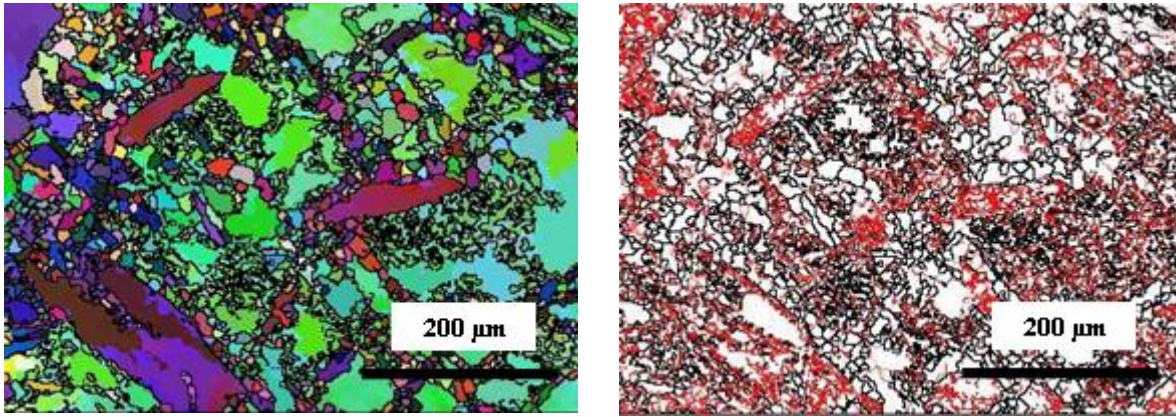
(d)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}e} = 1 \times 0,6$  + homogénéisation en température

**Figure IV-30** : Effet de l'homogénéisation en température après des passes de déformation de 0,4 et de 0,6.  $T = 750^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1\text{s}^{-1}$

Nous observons aussi que lorsque l'opération est effectuée après une passe de 0,6, la taille des grains est légèrement supérieure à celle obtenue après une passe de 0,4.

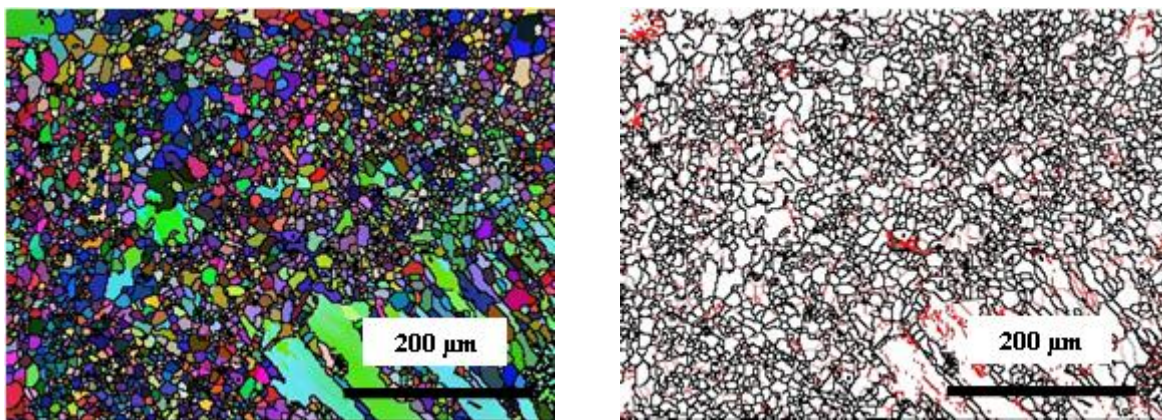
Le cas de  $T = 650^{\circ}\text{C}$  fait l'objet de la **figure IV-31**. Celle-ci présente l'évolution de la microstructure après homogénéisation en température faisant suite à une passe de 0,4 à  $650^{\circ}\text{C}$ . Nous remarquons que l'effet de restauration statique est moins marqué que celui observé après un traitement thermique à  $750^{\circ}\text{C}$  pour le même pas de déformation (**figure IV-30(b)**). La fraction de sous-joints reste forte ; l'effet bénéfique est moins net.





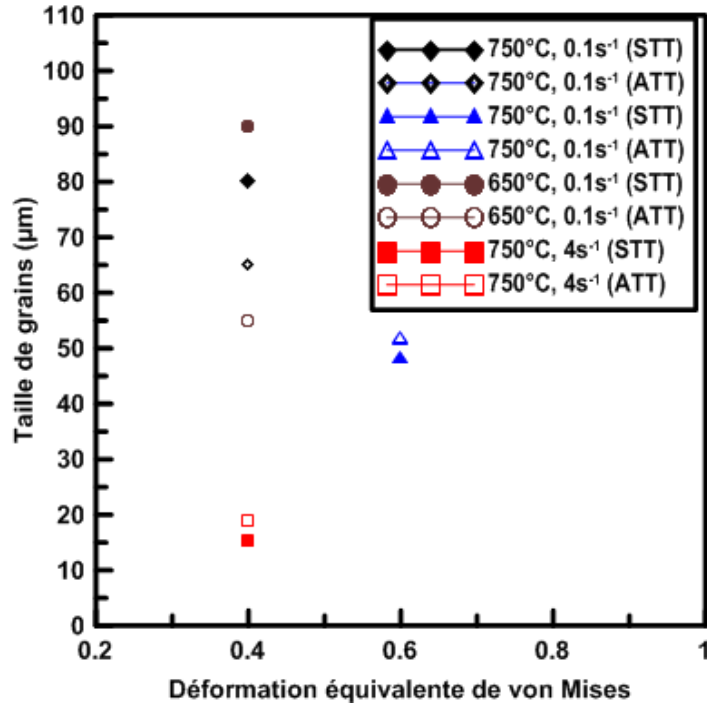
**Figure IV-31** : Effet de l'homogénéisation en température après une passe de déformation  $\Delta \varepsilon = 0,4$ .  $T = 650^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1 \text{ s}^{-1}$

La **figure IV-32** montre ce que devient le phénomène à  $750^{\circ}\text{C}$  microstructure quand la vitesse monte à  $4 \text{ s}^{-1}$ . L'homogénéisation en température déclenche un grossissement rapide de quelques grains équiaxes. C'est que compte tenu de la vitesse de déformation, la température n'avait pas eu le temps de faire son effet pendant la déformation.

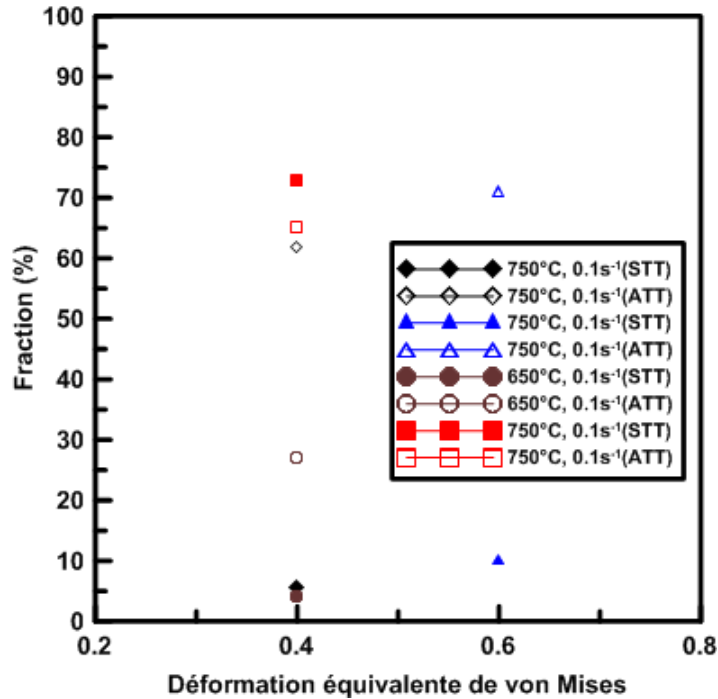


**Figure IV-32** : Effet de l'homogénéisation en température après une passe de déformation  $\Delta \varepsilon = 0,4$ .  $T = 750^{\circ}\text{C}$ ,  $\dot{\varepsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$

Les figures **IV-33** et **IV-34** représentent respectivement la variation de la taille pondérée des grains et de la fraction recristallisée en fonction de la déformation sans et avec homogénéisation en température.



**Figure IV-33 :** Effet de l'homogénéisation en température sur la taille pondérée des grains après une passe de déformation. STT : sans traitement thermique d'homogénéisation, ATT : avec ce traitement thermique



**Figure IV-34 :** Effet de l'homogénéisation en température sur la fraction recristallisée après une passe de déformation. STT : sans traitement thermique d'homogénéisation, ATT : avec ce traitement thermique

A 750°C et pour une vitesse de déformation de  $0,1s^{-1}$ , l'augmentation du pas de déformation ( $\overline{\Delta \varepsilon} = 0,6$ ) entraîne un affinement de la microstructure au cours de la déformation, mais les évolutions microstructurales deviennent plus importantes du fait de maintien en température. Ceci se traduit par l'augmentation de la taille pondérée de grains de 47  $\mu m$  à 52  $\mu m$  mais surtout, la fraction recristallisée passe de 10% à 70%. Par contre, avec des pas de déformation inférieurs ( $\overline{\Delta \varepsilon} = 0,4$ ), l'homogénéisation après une passe de déformation favorise l'affinement de la microstructure et la taille de grains passe de 80  $\mu m$  à 65  $\mu m$ , la fraction recristallisée grimpe de 5% à 62%.

En revanche, à 650°C et pour une vitesse de déformation de  $0,1s^{-1}$ , c'est l'homogénéisation en température après une passe de déformation de 0,4 qui favorise un affinement de la microstructure, et ceci de façon plus efficace que ce qui a été observé à 750°C pour le même pas de déformation. La taille pondérée de grains passe de 90  $\mu m$  à 55  $\mu m$  et la fraction recristallisée augmente de 4% à 27%.

A des vitesses de déformation plus rapides ( $\dot{\varepsilon} = 4s^{-1}$ ), le maintien thermique à 750°C après une passe de déformation de 0,4 entraîne une augmentation de la taille pondérée des grains, qui passe de 15,5  $\mu m$  à 19  $\mu m$ . Par contre la fraction recristallisée diminue légèrement et passe de 73% à 65%.

L'effet de l'homogénéisation en température dépend donc à la fois de la température, de la quantité de déformation et de la vitesse de celle-ci. A 750°C, l'augmentation de la quantité de déformation entraîne une recristallisation métadynamique plus marquée qui se traduit par une augmentation de la taille des grains. Par contre, à des pas de déformation moindre, le maintien en température après déformation affine la microstructure et retarde le grossissement rapide des grains.

A 650°C, la restauration statique au cours du maintien thermique à 650°C après une passe de déformation de 0,4 à une vitesse de déformation de  $0,1s^{-1}$  est favorisée à cause de faible contribution de la restauration dynamique au cours de la déformation. Ceci retarde la recristallisation métadynamique. Il en résulte une évolution de la sous-structure (sous-joints) et donc un affinement de la microstructure.

A des vitesses de déformation rapides, la restauration dynamique est limitée au cours d'une passe de déformation de 0,4 à 750°C et l'écrouissage est prépondérant. Ceci entraîne une recristallisation statique rapide après déformation et se traduit par une fraction recristallisée élevée et une taille des grains réduite. L'homogénéisation à 750°C après déformation favorise une recristallisation qui se traduit par un grossissement de quelques grains équiaxes. Mais cet effet pervers disparaît si une compression suit immédiatement.

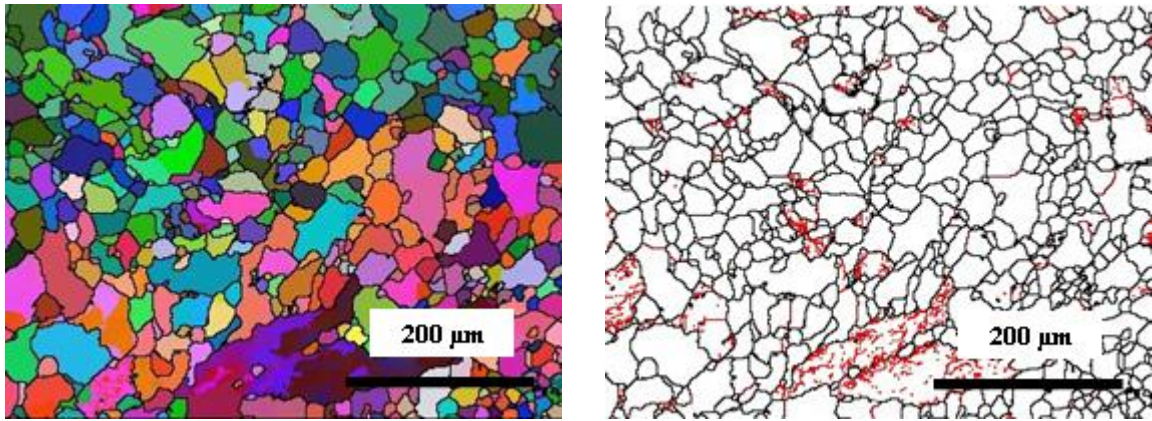
#### ***IV.4.5.b Effet d'un recuit après un cycle de compression multiaxiale***

Pour améliorer la fragmentation de la microstructure et par suite l'affinement de la taille de grains, des recuits ont été réalisés après un cycle de compression multiaxiale à différentes températures. C'est dans ce sens qu'il faut agir pour affiner la microstructure. Les conditions de recuit sont données dans le **tableau IV.2** : réchauffement selon le protocole habituel ; maintien de 20 min et trempe pour observer l'effet produit.

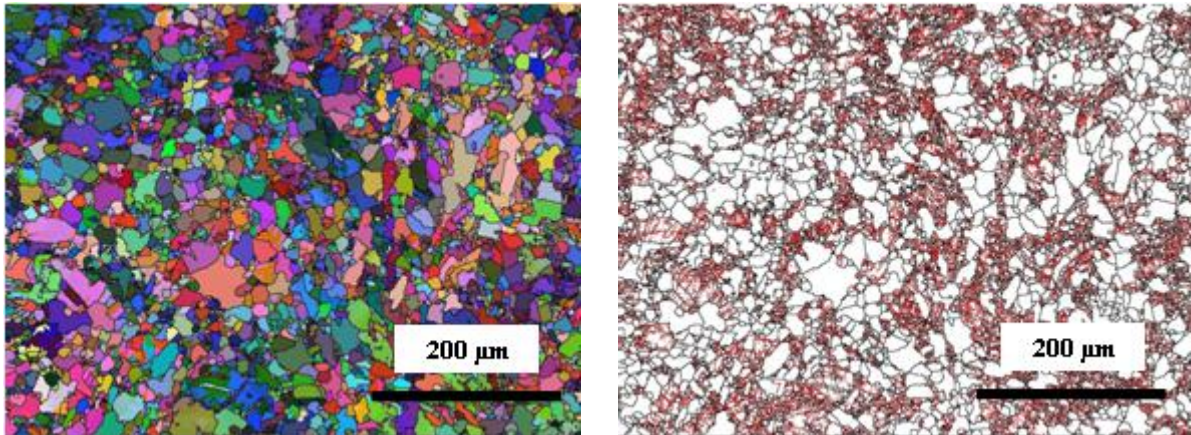
La **figure IV-35** présente l'évolution de la microstructure suite à un recuit après un cycle de compression multiaxiale à différentes températures et la **figure IV-36** donne la taille pondérée de grains et la fraction recristallisée en fonction de la température de recuit. Un recuit de 20 minutes à 750°C après un cycle de compression multiaxiale à 750°C entraîne une augmentation de la taille pondérée de grains (**figure IV-8 (a)**) : elle passe de 33  $\mu\text{m}$  à 48  $\mu\text{m}$ . Par contre, un recuit de 20 minutes à 650°C après un cycle de compression à 650°C entraîne un affinement net de la taille pondérée de grains (**figure IV-9(a)**) : elle passe de 30  $\mu\text{m}$  à 22  $\mu\text{m}$ . Nous observons également que la fraction recristallisée après un recuit à 650°C est inférieure à celle à 750°C avec 52% contre 73%.

Donc un recuit à 650°C après un cycle de compression multiaxiale affine plus la microstructure qu'un recuit à 750°C. Ceci est dû au fait que la restauration statique à 650°C est favorisée, ce qu'il va retarder la recristallisation métadynamique de la microstructure et limiter par suite la migration des joints et ainsi le grossissement des grains. Par contre, un recuit à 750°C après un cycle de compression multiaxiale favorise un grossissement des grains sous l'effet d'une recristallisation métadynamique de la microstructure (évolution de la structure).



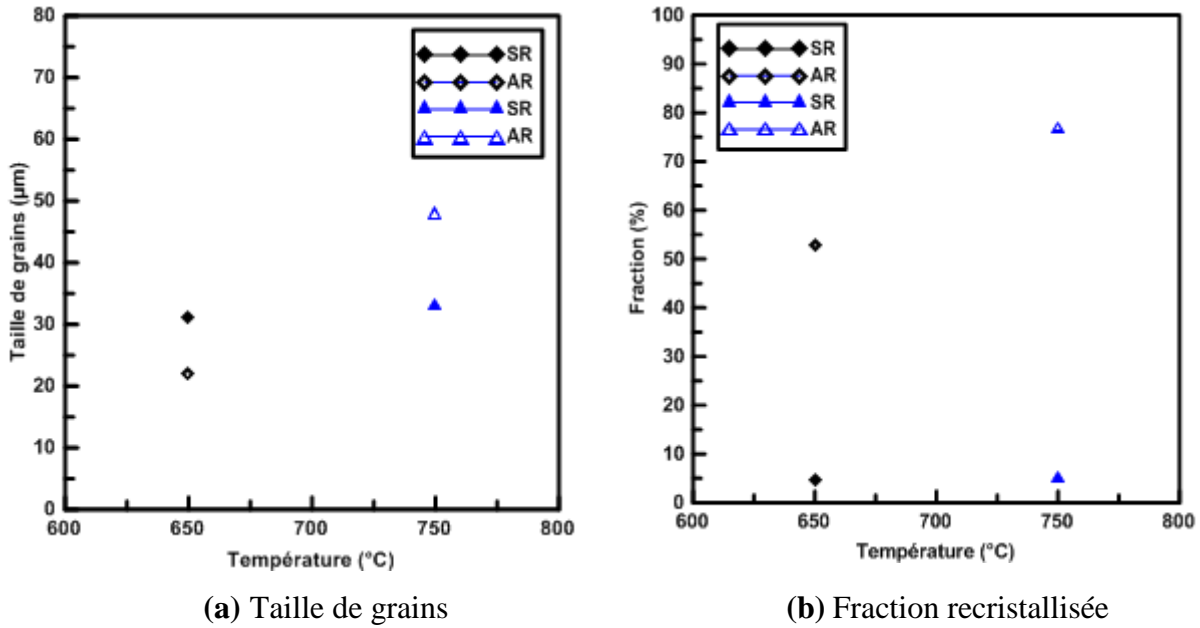


(a)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}} = 3 \times 0,4 (750^{\circ}\text{C}) + \text{recuit de 20 minutes } (750^{\circ}\text{C})$



(b)  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}} = 3 \times 0,4 (650^{\circ}\text{C}) + \text{recuit de 20 minutes } (750^{\circ}\text{C})$

**Figure IV-35 :** Évolution de la microstructure suite à un recuit après un cycle de compression multiaxiale.  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1s^{-1}$



**Figure IV-36 :** Variation de la taille de grains et de la fraction recristallisée en fonction de la température de recuit.  $\bar{\varepsilon}_{cumul\acute{e}} = 3 \times 0,4$ ,  $\dot{\varepsilon} = 0,1s^{-1}$ . SR : sans recuit, AR : avec recuit

#### IV.5 Conclusion

Des essais de compression multiaxiale ont été réalisés sur le Zircaloy-4 à des températures allant de 550°C à 750°C. Une large gamme de vitesses a été étudiée (de  $10^{-3}$  à  $4s^{-1}$ ). Plusieurs pas de déformation ont été utilisés (0,2 0,4 0,5 et 0,6).

Pour  $T=550^{\circ}C$ , le comportement mécanique du Zircaloy-4 est caractérisé par un durcissement sur les courbes de contrainte-déformation. Il s'accompagne d'une évolution rapide de la texture mais une évolution statique négligeable durant la phase de réchauffage et de maintien qui entrecoupe les écrasements. Par contre, pour des températures supérieures (650°C et 750°C), un adoucissement sur les courbes contrainte-déformation est observé quelle que soit la vitesse de déformation à partir de la deuxième passe de compression. Il est lié au changement de la direction de compression qui entraîne une déformation partiellement réversible et occasionne une chute de la densité de dislocations. La contrainte se stabilise également après le premier cycle de compression multiaxiale s'il atteint une déformation cumulée de 1,2.

Après un cycle de compression multiaxiale à une température de 750°C et une vitesse de  $0,1s^{-1}$ , nous observons que la microstructure de déformation est composée principalement

par de gros grains avec une fraction élevée de sous-joints de faible désorientation. La multiplication du nombre de cycles entraîne une augmentation de la taille de la microstructure sous l'effet d'une évolution métadynamique rapide des grains au cours de la phase de réchauffage et de maintien qui entrecoupe les écrasements. Elle s'accélère avec l'augmentation de pas de déformation. Par contre, après compression multiaxiale à une température de 650°C et une vitesse de 0,1s<sup>-1</sup>, la fragmentation de la microstructure est importante et celle-ci s'affine d'une façon continue avec la multiplication du nombre de cycles et des pas de déformation. A l'origine de ceci, d'une restauration statique importante durant le réchauffage et le maintien qui entrecoupe les écrasements. Il s'en suit une évolution de la sous-structure et un affinement de la taille des grains.

L'augmentation de la vitesse de déformation permet d'améliorer la fragmentation de la microstructure et d'affiner fortement la taille de grains. Un changement de comportement du matériau au-delà d'une vitesse de 1s<sup>-1</sup> a été noté. Il peut être interprété comme le seuil où la recristallisation statique devient la responsable de la fragmentation de la microstructure, alors que le mécanisme qui prévalait à des vitesses moindres s'apparentait beaucoup plus à la recristallisation dynamique continue.

Un recuit à 750°C après un cycle de compression multiaxiale entraîne une augmentation de la taille des grains sous l'effet d'une recristallisation métadynamique de la microstructure. Il en résulte une évolution de la structure (joints de grains) et par suite un grossissement des grains. Par contre, un recuit à 650°C a permis de fermer une partie des cristallites et de diminuer fortement la taille des grains à cause d'une restauration statique importante et une migration limitée des joints de grains.

La compression multiaxiale opérée au laboratoire laisse donc augurer favorablement de sa transposition sur des pièces de dimensions plus grandes dans un contexte industriel. Toutefois, elle a aussi révélé les difficultés qui pourraient jaloner une telle démarche.

La composition du matériau est garantie par le producteur et ne devrait pas être une cause de souci. Mais son état métallurgique précis, et en particulier les précipités nanométriques qui peuvent influencer le mouvement des dislocations, peut connaître des variations dont nous ne savons pas prédire l'effet.



C'est encore plus vrai de la texture cristallographique. Nous avons travaillé sur une billette presque isotrope dans lequel l'état voisin de l'isotropie se rétablit après un cycle de compression. Une tôle dans laquelle les pôles  $\langle c \rangle$  ont été relevés dans la direction normale au plan de laminage connaîtrait des variations plus complexes.

La forge dans un atelier s'accompagne d'une chute de température. La comparaison entre les essais à 750°C et à 650°C nous en a montré les conséquences sur l'évolution microstructurale. Nous voyons que les changements sont rapides. Or, une grosse pièce ne se refroidit pas de façon homogène et ne se déforme pas avec une vitesse uniforme.

Les vitesses de déformation industrielles sont en général élevées. Un point positif est que ceci est favorable à l'affinement des grains. Attention toutefois au grossissement que peuvent procurer les recuits.

Nous avons constamment retrouvé dans cette étude, transposées au cas dynamique, les règles classiques de restauration et de la recristallisation statique et métadynamique bien connues : elles se comprennent si l'on considère que l'énergie emmagasinée sous forme élastique par les dislocations est l'énergie motrice pour la transformation ultérieure grâce à des processus thermoactivés. Mais le fait qui frappe est la sensibilité du Zircaloy-4 aux divers paramètres de compression multiaxiale. La métallurgie des hexagonaux est complexe : tous ceux qui la pratiquent l'ont expérimenté.

## Chapitre V : Modélisation micromécanique de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles sous l'effet d'une compression uniaxiale

Dans ce chapitre, nous présentons une modélisation micromécanique de la déformation d'un monocristal de structure cristalline hexagonale compacte, dans laquelle une subroutine Umat, qui intègre une loi de comportement de type plasticité cristalline et qui a été écrite initialement par Huang [Hua91] et Anand [Ana92] pour les matériaux de structure cubique centrée, a été adaptée afin d'être utilisée pour les matériaux hexagonaux. Cette dernière a été implantée par la suite dans le logiciel d'éléments finis ABAQUS. Dans un premier temps, nous nous proposons d'étudier la contribution de différentes familles de systèmes de glissement à la déformation cumulée totale d'un monocristal de Zircaloy-4 en fonction de l'orientation de son axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression en haut domaine alpha ( $T = 750^\circ\text{C}$ ). Cette première partie s'achève par la modélisation d'un cycle de compression multiaxiale d'un monocristal à structure hexagonale compacte. Dans un deuxième temps, nous présentons une modélisation de la déformation d'une colonie des lamelles parallèles sous l'effet d'une compression uniaxiale.

Cette étude est réalisée sur une version 6.7 d'ABAQUS qui tourne sur un Pentium IV cadencé à 1,8 GHz fonctionnant sous Windows XP, ayant 2 Go de RAM et 80 Go de disque. Le compilateur Fortran installé est Intel Fortran 8.1 associé à Microsoft Visual Studio 2003.

### **V.1 Adaptations effectuées sur la subroutine Umat**

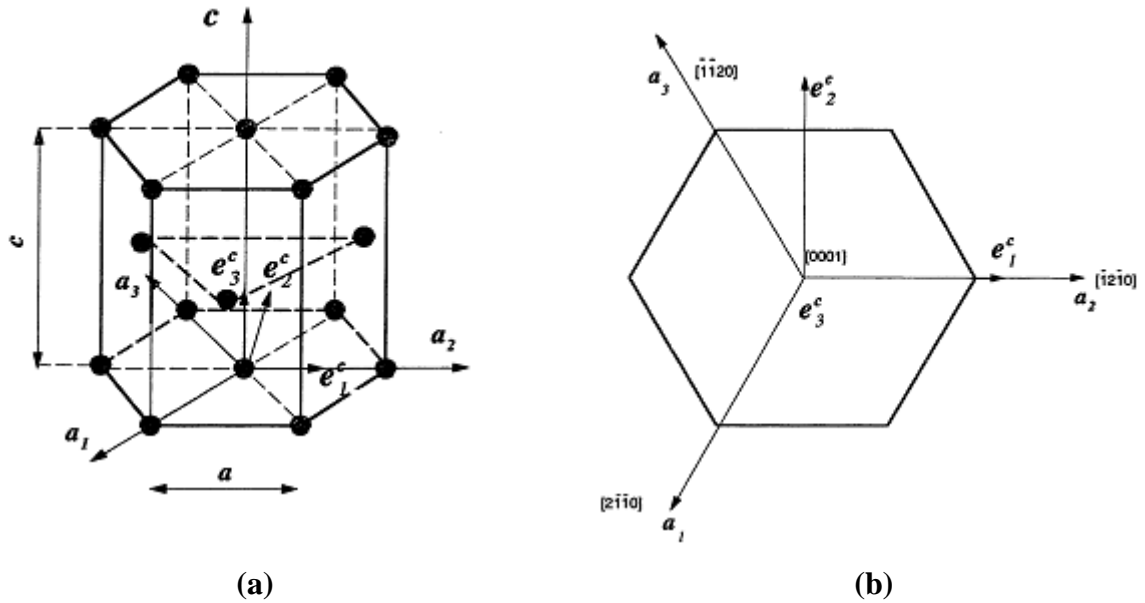
#### **V.1.1 Structure cristalline et prise en compte des systèmes de glissement du Zircaloy-4**

Les systèmes de glissement et de maclage du Zircaloy-4 sont généralement exprimés par les 4 indices de Bravais (ijkl). Mais, cette notation n'est pas adaptée à la modélisation numérique qui réclame des axes orthogonaux. Ainsi, nous nous proposons de transformer les indices de Bravais en indices de Miller en définissant un repère orthonormé direct (**figure V-1**) lié au monocristal défini par les trois vecteurs unitaires suivants [Sta98]:

$$- e_1^c = [\bar{1}2\bar{1}0]$$

$$- e_2^c = [\bar{1}010]$$

$$- e_3^c = [0001]$$



**Figure V-1 :** (a) Structure cristalline d'un monocristal hexagonal compact ; (b) base orthonormée directe liée au monocristal

Dans cette base orthonormée directe, « n » est la normale au plan cristallographique (notée en indices de Miller), et « m » est la direction dans ce plan. Les deux vecteurs sont normés et orthogonaux. Les cosinus directeurs des systèmes de glissement, utilisés dans cette modélisation et exprimés dans cette base orthonormée sont donnés dans les **tableaux V-1 à V-3**.

$\alpha$	$[n_0]^\alpha$	$[m_0]^\alpha$	Indices de Bravais
1	0 1 0	1 0 0	$(10\bar{1}0)[1\bar{2}10]$
2	$-\frac{\sqrt{3}}{2}$ $\frac{1}{2}$ 0	$\frac{1}{2}$ $\frac{\sqrt{3}}{2}$ 0	$(01\bar{1}0)[2\bar{1}\bar{1}0]$
3	$-\frac{\sqrt{3}}{2}$ $-\frac{1}{2}$ 0	$-\frac{1}{2}$ $\frac{\sqrt{3}}{2}$ 0	$(\bar{1}100)[11\bar{2}0]$

**Tableau V-1** : Cosinus directeurs des systèmes de glissement prismatique  $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$

$\alpha$	$[n_0]^\alpha$	$[m_0]^\alpha$	Indices de Bravais
1	0 0 1	$\frac{1}{2}$ $-\frac{\sqrt{3}}{2}$ 0	$(0001)[1\bar{2}10]$
2	0 0 1	$\frac{1}{2}$ $\frac{\sqrt{3}}{2}$ 0	$(0001)[2\bar{1}\bar{1}0]$
3	0 0 1	-1 0 0	$(0001)[11\bar{2}0]$

**Tableau V-2** : Cosinus directeurs des systèmes de glissement basal  $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$

$\alpha$	$[n_0]^\alpha$	$[m_0]^\alpha$	Indices de Bravais
1	$0 \quad -\frac{2c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$-\frac{a}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{\sqrt{3a}}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(10\bar{1}1)[\bar{1}\bar{1}23]$
2	$0 \quad -\frac{2c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$\frac{a}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{\sqrt{3a}}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(10\bar{1}1)[\bar{2}113]$
3	$0 \quad \frac{2c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$\frac{a}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad -\frac{\sqrt{3a}}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(\bar{1}011)[11\bar{2}3]$
4	$0 \quad \frac{2c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$-\frac{a}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad -\frac{\sqrt{3a}}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(\bar{1}011)[2\bar{1}\bar{1}3]$
5	$-\frac{\sqrt{3c}}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad -\frac{c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$\frac{a}{\sqrt{c^2+a^2}} \quad 0 \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(1\bar{1}01)[\bar{1}2\bar{1}3]$
6	$-\frac{\sqrt{3c}}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad -\frac{c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$\frac{a}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{\sqrt{3a}}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(1\bar{1}01)[\bar{2}113]$
7	$\frac{\sqrt{3c}}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$-\frac{a}{\sqrt{c^2+a^2}} \quad 0 \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(\bar{1}101)[12\bar{1}3]$
8	$\frac{\sqrt{3c}}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$-\frac{a}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad -\frac{\sqrt{3a}}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(\bar{1}101)[2\bar{1}\bar{1}3]$
9	$-\frac{\sqrt{3c}}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$\frac{a}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad -\frac{\sqrt{3a}}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(0\bar{1}11)[11\bar{2}3]$
10	$-\frac{\sqrt{3c}}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$\frac{a}{\sqrt{c^2+a^2}} \quad 0 \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(0\bar{1}11)[\bar{1}2\bar{1}3]$
11	$-\frac{\sqrt{3c}}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad -\frac{c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$-\frac{a}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{\sqrt{3a}}{2(\sqrt{c^2+a^2})} \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(01\bar{1}1)[\bar{1}\bar{1}23]$
12	$-\frac{\sqrt{3c}}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad -\frac{c}{\sqrt{4c^2+3a^2}} \quad \frac{\sqrt{3a}}{\sqrt{4c^2+3a^2}}$	$-\frac{a}{\sqrt{c^2+a^2}} \quad 0 \quad \frac{c}{\sqrt{c^2+a^2}}$	$(01\bar{1}1)[12\bar{1}3]$

**Tableau V.3:** Cosinus directeurs des systèmes de glissement pyramidal  $\langle c+a \rangle$  de première espèce  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$

### V.1.2 Propriétés élastiques d'un monocristal du zirconium

Dans le cas de l'anisotropie la plus générale, il existe 21 constantes élastiques qui permettent de définir d'une manière rigoureuse le comportement élastique d'un matériau anisotrope. Nous les notons  $c_{ij}$  et les considérons comme les éléments d'une matrice 6\*6. Ce nombre se réduit largement si le monocristal a des plans de symétrie. Pour un monocristal de structure hexagonale compacte, il existe cinq constantes élastiques indépendantes :  $C_{11}$ ,  $C_{12}$ ,  $C_{13}$ ,  $C_{33}$  et  $C_{55}$ . Les autres se déduisent de la manière suivante :  $C_{22}=C_{11}$ ,  $C_{23}=C_{13}$ ,  $C_{55}=C_{44}$  et  $C_{66}=\frac{1}{2}(C_{11}-C_{12})$ . Par contre, les autres composantes de la matrice d'élasticité  $\zeta$  de dimension 6\*6 sont nulles. Ces cinq constantes élastiques sont définies comme suit :

$$C_{11} = (e_1^c \otimes e_1^c) : \zeta : [e_1^c \otimes e_1^c],$$

$$C_{12} = (e_1^c \otimes e_1^c) : \zeta : [e_2^c \otimes e_2^c],$$

$$C_{13} = (e_1^c \otimes e_1^c) : \zeta : [e_3^c \otimes e_3^c],$$

$$C_{33} = (e_3^c \otimes e_3^c) : \zeta : [e_3^c \otimes e_3^c],$$

$$C_{55} = (e_1^c \otimes e_3^c) : \zeta : [2\text{sym}\{e_1^c \otimes e_3^c\}].$$

où  $e_i^c, i = 1, 2, 3$  est une base orthonormée directe alignée avec les directions cristallographiques  $[\bar{1}2\bar{1}0]$ ,  $[\bar{1}010]$  et  $[0001]$ . Ces constantes ont été mesurées dans le cas du zirconium par Fisher et al. [FR64]. Elles sont données dans le **tableau V-4** à  $T = 750^\circ\text{C}$ .

$C_{11}$ (GPa)	$C_{12}$ (GPa)	$C_{13}$ (GPa)	$C_{33}$ (GPa)	$C_{55}$ (GPa)
105	80	65	140	22

**Tableau V-4** : Constantes élastiques d'un monocristal du zirconium pour  $T = 750^\circ\text{C}$  [FR64]

### V.1.3 Caractérisation de l'orientation cristalline

Pour définir l'orientation initiale du monocristal par rapport au repère global (X, Y, Z), les trois angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) ont été utilisés (voir annexe). Pour prendre en compte l'effet de la rotation de corps rigide au cours de la déformation, il faut quantifier le changement de l'orientation du réseau cristallin par rapport au repère global. Ceci se fait à chaque incrément

de calcul et les nouveaux cosinus directeurs des directions de glissement et des normales aux plans de glissement sont mises à jour avant de passer au calcul des facteurs de Schmid.

Les incréments de trois angles d'Euler  $\Delta \varphi_1, \Delta \phi$  et  $\Delta \varphi_2$  sont calculés à partir des trois incréments de composantes du tenseur de spin élastique  $(\Delta \Omega_{12}^e, \Delta \Omega_{23}^e, \Delta \Omega_{31}^e)$  en résolvant le système d'équation suivant :

$$\begin{cases} \Delta \varphi_1 = \Delta \Omega_{12}^e - \Delta \varphi_2 \cos \varphi & (1) \\ \Delta \phi = \Delta \Omega_{23}^e \cos \varphi_1 + \Delta \Omega_{31}^e \sin \varphi_1 & (2) \\ \Delta \varphi_2 = (\Delta \Omega_{23}^e \sin \varphi_1 - \Delta \Omega_{31}^e \cos \varphi_1) / \sin \varphi & (3) \end{cases} \quad (\mathbf{V-1})$$

La résolution de ce système d'équation se fait d'une manière incrémentale par la routine Umat dans chaque incrément du calcul.

#### V.1.4 Fonctionnement de l'Umat

Les différentes équations qui décrivent le comportement plastique cristallin ont été récapitulées dans la dernière partie du chapitre I. Nous allons présenter dans cette partie les équations constitutives programmées dans l'Umat.

Durant un incrément de déformation, la vitesse de déformation totale est la somme des vitesses de déformation élastique et plastique. Elle s'écrit sous la forme :

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \dot{\varepsilon}_{ij}^e + \dot{\varepsilon}_{ij}^p \quad (\mathbf{V-2})$$

Le facteur de Schmid symétrique  $\mu_{ij}^{(\alpha)}$  associé à un système de glissement ( $\alpha$ ) s'écrit en fonction de  $m_i^{(\alpha)}$  (qui définit la direction de glissement) et de  $n_i^{(\alpha)}$  (qui définit la normale au plan de glissement) selon l'équation suivante :

$$\mu_{ij}^{(\alpha)} = \frac{1}{2} (m_i^{(\alpha)} n_j^{(\alpha)} + m_j^{(\alpha)} n_i^{(\alpha)}) \quad (\mathbf{V-3})$$

Cette dernière est utilisée pour calculer la cission résolue  $\tau^{(\alpha)}$  associée au système de glissement ( $\alpha$ ) par l'intermédiaire de tenseur de contrainte de Cauchy  $\sigma_{ij}$  selon l'équation :

$$\tau^{(\alpha)} = \sigma_{ij} \mu_{ij}^{(\alpha)} \quad (\mathbf{V-4})$$



La vitesse de déformation plastique s'obtient en sommant les vitesses associées à tous les systèmes de glissement actifs  $N$  et elle est donnée par:

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^p = \sum_{\alpha=1}^N \mu_{ij}^{(\alpha)} \dot{\gamma}^{(\alpha)} \quad (\text{V-5})$$

$\dot{\gamma}^{(\alpha)}$  étant le cisaillement sur le système de glissement ( $\alpha$ ).

La variation de la contrainte  $\dot{\sigma}_{ij}$  est reliée à la vitesse de déformation élastique par la relation :

$$\dot{\sigma}_{ij} = C_{ijkl} \dot{\varepsilon}_{kl}^e \quad (\text{V-6})$$

où  $C_{ijkl}$  est le tenseur des modules d'élasticité. Il a les symétries correspondantes ( $C_{ijkl} = C_{jikl} = C_{ijlk} = C_{klij}$ ).

La loi de comportement du matériau est décrite par la formulation élastoviscoplastique de Hutchinson [Hut76] (voir la dernière partie de premier chapitre) :

$$\dot{\gamma}^{(\alpha)} = \dot{\gamma}_0 \left( \frac{\tau^{(\alpha)}}{g^{(\alpha)}} \right)^{\frac{1}{m}} \text{sgn}(\tau^{(\alpha)}) \quad (\text{V-7})$$

Selon cette formulation, tous les systèmes de glissement sont actifs mais avec des contributions qui varient en fonction de rapport  $\frac{\tau^{(\alpha)}}{g^{(\alpha)}}$  (si ce rapport est  $\ll 1$ , la contribution de système de glissement sera négligeable).

Nous allons décrire maintenant la méthode de discrétisation des équations utilisée pour résoudre le problème. Le schéma d'intégration numérique implanté dans l'Umat est la méthode du module tangent [Pierce et al 1984]. Selon Kanchi et al. [KZO78], l'incrément de cisaillement  $\Delta \gamma^{(\alpha)}$  dans le système de glissement  $\alpha$  durant l'incrément de temps  $\Delta t$  s'écrit sous la forme :

$$\Delta \gamma^{(\alpha)} = \left[ (1 - \theta) \dot{\gamma}_t^{(\alpha)} + \theta \dot{\gamma}_{t+\Delta t}^{(\alpha)} \right] \Delta t \quad (\text{V-8})$$

où  $\theta$  est une variable qui varie entre 0 et 1. La valeur 0 caractérise une simple intégration d'Euler (Euler explicite) et un choix entre 0,5 (Crank-Nicolson) et 1 (Euler implicite) est recommandé [PAN82]. Cependant, la vitesse de cisaillement dépend de la cission résolue  $\tau^{(\alpha)}$  et de l'écroutissage  $g^{(\alpha)}$ . Un développement en série de Taylor permet de rendre linéaire l'expression de  $\dot{\gamma}_{t+\Delta t}^{(\alpha)}$  :

$$\dot{\gamma}_{t+\Delta t}^{(\alpha)} = \dot{\gamma}_t^{(\alpha)} + \left[ \frac{\partial \dot{\gamma}^{(\alpha)}}{\partial \tau^{(\alpha)}} \right] \Delta \tau^{(\alpha)} + \left[ \frac{\partial \dot{\gamma}^{(\alpha)}}{\partial g^{(\alpha)}} \right] \Delta g^{(\alpha)} \quad (\text{V-9})$$

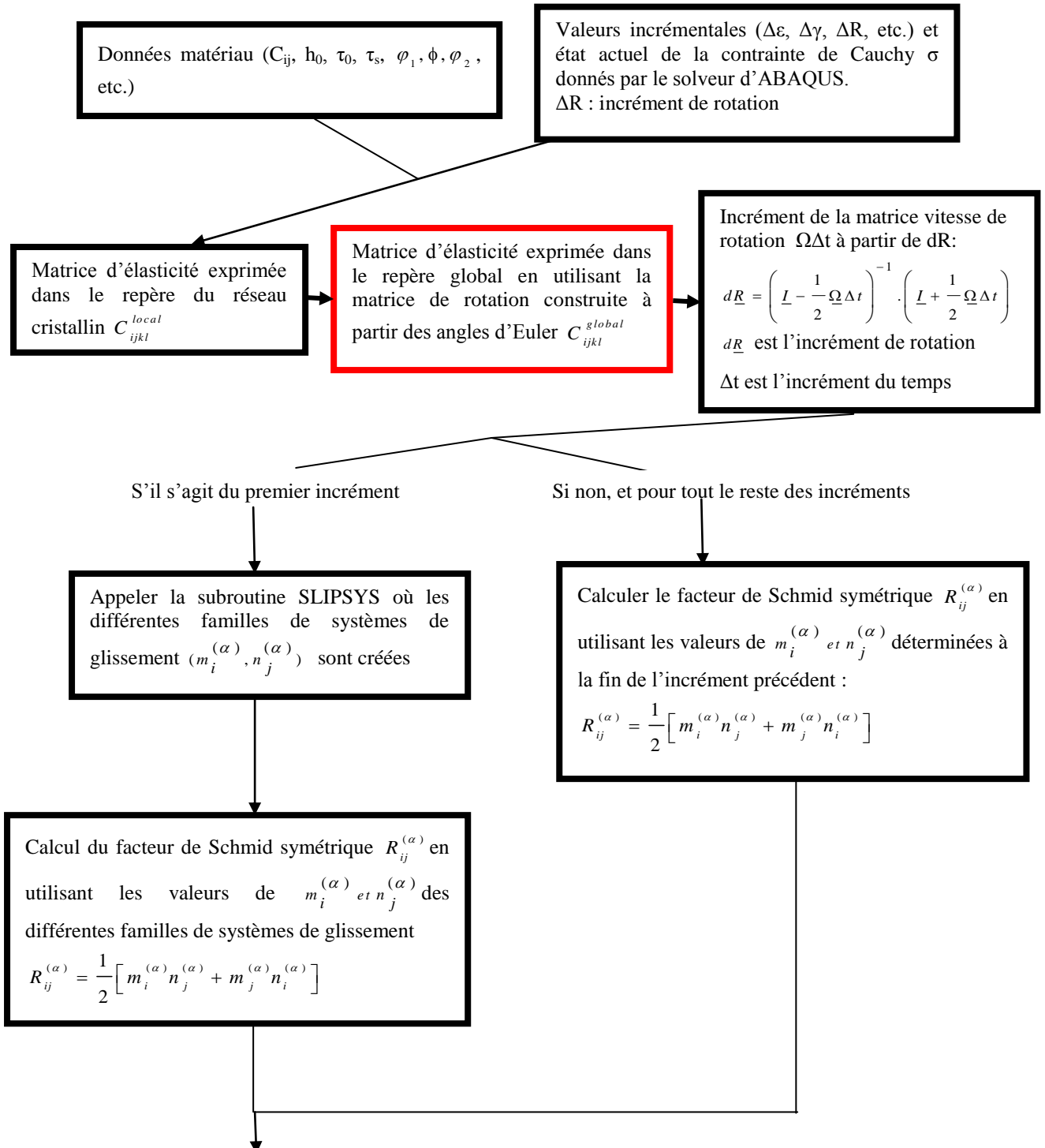
L'objectif maintenant est de calculer l'incrément de contrainte  $\Delta \sigma_{ij}$  cumulé durant le pas de temps  $\Delta t$  dans le but de déterminer la matrice Jacobienne (**K**) :  $\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial \varepsilon_{kl}}$  qui est indispensable pour la procédure de résolution itérative de Newton Raphson utilisée par ABAQUS. L'incrément de contrainte est calculé en substituant les équations (**V-8**), (**V-9**), (**V-5**), (**V-4**) et (**V-7**) dans l'équation (**V-6**).

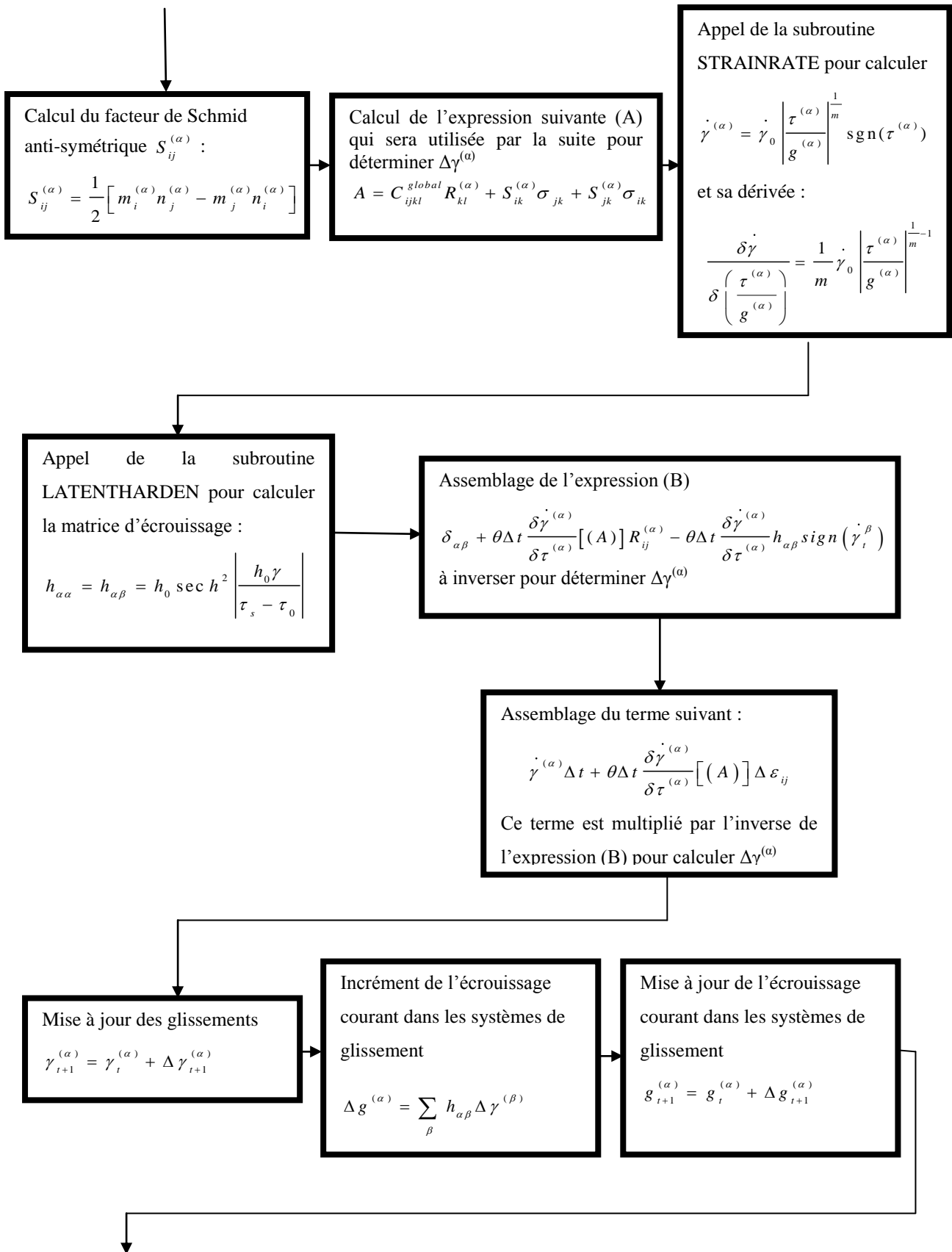
Enfin, pour caractériser l'évolution de l'érouissage  $\dot{g}^{(\alpha)}$ , le modèle de Pierce et al. [**PAN82**] (voir équations **I-24**, **I-25** et **I-26**) a été implanté dans l'Umat.

Ainsi, au début de chaque incrément de calcul, le code d'éléments finis ABAQUS transmet à l'Umat les incréments de déformation, de contrainte, de temps et l'état des variables internes ( $\gamma^{(\alpha)}$ ,  $g^{(\alpha)}$ ,  $m_i^{(\alpha)}$ ,  $n_i^{(\alpha)}$ ,  $\gamma$ , etc...). En contrepartie, l'Umat permet, à la fin de chaque incrément, d'adapter l'état de contrainte, l'état des variables internes et de calculer la matrice

Jacobienne  $\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial \varepsilon_{kl}}$ . Ensuite, ABAQUS récupère ces informations et détermine, durant

incrément de chargement suivant, le nouvel incrément de déformation en utilisant la technique itérative de Newton-Raphson. La **figure V-2** présente la méthodologie de fonctionnement adoptée par la subroutine Umat.





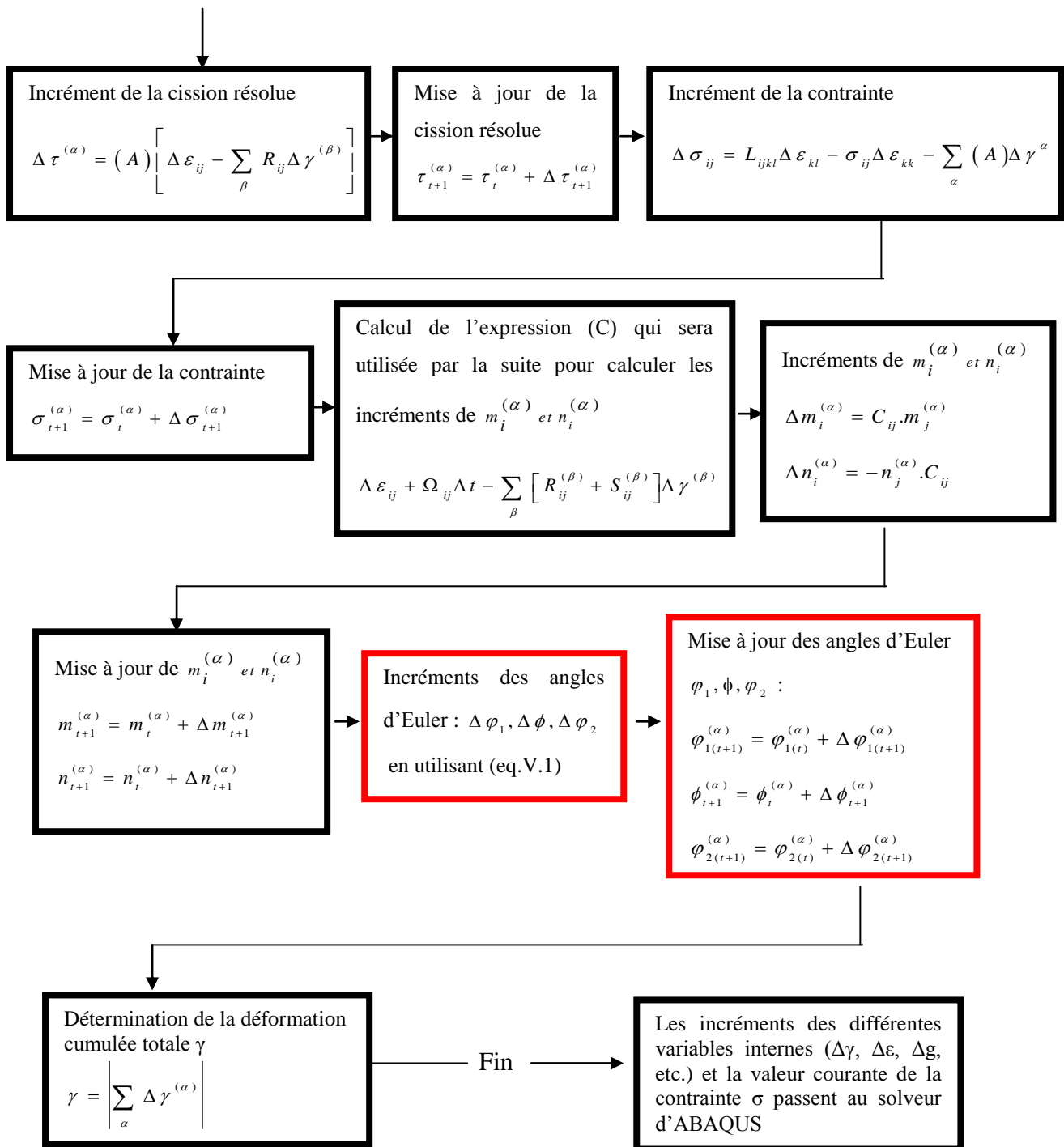


Figure V-2 : Chronogramme simplifié de fonctionnement de l'Umat [Hua91] (cadres rouges : adaptations effectuées)

## **V.2 Modélisation de la déformation d'un monocristal du zirconium**

### **V.2.1 Objectifs**

Le but de cette première modélisation est d'une part, de vérifier le fonctionnement d'Umat et d'une part, d'étudier la contribution de différentes familles de systèmes de glissement à la déformation totale d'un monocristal de Zircaloy-4 en fonction de l'orientation de son axe  $\langle c \rangle$  ( $\langle 0001 \rangle$ ) par rapport à la direction de compression. Pour faire le lien avec la première partie du chapitre IV, une modélisation à  $T = 750^\circ\text{C}$  a été réalisée en prenant en compte l'activation des systèmes de glissement pyramidal  $\langle c+a \rangle$  de première espèce [Akh73b, NMK91] avec les systèmes de glissement prismatiques et basaux.

### **V.2.2 Modélisation d'un essai de compression uniaxiale**

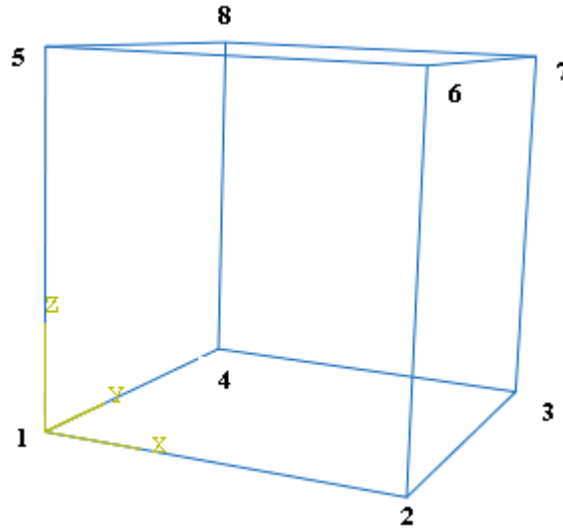
#### *V.2.2.a Maillage et conditions aux limites*

Un essai de compression d'un monocristal de Zircaloy-4 a été modélisé grâce au logiciel d'éléments finis ABAQUS via une routine Umat dans laquelle est programmée une loi de comportement de type plasticité cristalline. Le monocristal est de forme cubique de côté 15 mm (**figure V-3**). Il a été discrétisé par un seul élément linéaire hexaédrique solide C3D8I (8 nœuds avec 8 points d'intégration) à mode incompatible qui est une formulation plus adaptée à la résolution des problèmes de cisaillement et de flexion que la formulation à intégration réduite (un seul point d'intégration) [ZMB05].

Les conditions limites du problème sont les suivantes :

- les nœuds qui se trouvent dans le plan  $Z = 0$  (1, 2, 3 et 4) ont été fixés selon la direction  $Z$ ,
- le nœud numéro 1 est fixé selon toutes les directions et le nœud numéro 2 est fixé selon la direction  $Y$ ,
- les nœuds qui se trouvent dans la partie supérieure de cube (5, 6, 7, et 8) sont libres et se déplacent avec une vitesse constante selon  $-Z$ .

L'analyse est de type quasi statique non linéaire et l'amplitude de déformation programmée est de l'ordre de 20% avec une vitesse de  $0,1\text{s}^{-1}$ .



**Figure V-3 :** Cube utilisé dans la modélisation de l'essai de compression d'un monocristal

Le **tableaux V-5** donne les différents paramètres qui caractérisent la loi de comportement du matériau et la loi d'érouissage (**I-25**) utilisées par la routine Umat à  $T = 750^\circ\text{C}$ . Une grande partie de ces paramètres a été déterminée à partir des travaux d'Akthar [Akh73a, Akh73b]. La vitesse de référence  $\dot{\gamma}_0$  a été prise égale à  $0,001\text{s}^{-1}$  en accord avec le travail de Shahi [Sha08] fait sur un monocristal de magnésium dans lequel  $\dot{\gamma}_0$  a été considéré comme la vitesse de référence pour laquelle les paramètres de la loi de comportement ont été déterminés. La sensibilité à la vitesse « m » a été prise égale à 0,1 [Cha04, Van08] en supposant une équivalence entre le comportement macroscopique et microscopique [Sha08] du matériau. Les paramètres d'érouissage ont été pris similaires pour les systèmes de glissement constituant la même famille.

Nous nous proposons de définir quelques grandeurs qui seront utilisés dans la suite de l'étude :

- $\Delta\gamma^\alpha$  : quantité de glissement ayant lieu sur le système de glissement ( $\alpha$ ) pendant l'incrément de déformation  $\Delta\varepsilon$ ,

- $\gamma^\alpha$  : quantité de glissement  $\Delta\gamma^\alpha$  cumulée sur le système de glissement ( $\alpha$ ) pendant n incréments  $\Delta\varepsilon$  :  $\gamma^\alpha = \sum_{i=1}^n \Delta\gamma^\alpha$  (quantités de glissement cumulées d'une manière algébrique),

- $\gamma_{cumulée}^{prismatique}$  : somme des valeurs absolues des quantités de glissement cumulées sur les

trois systèmes de glissement prismatiques :  $\gamma_{cumulée}^{prismatique} = \sum_{i=1}^3 \left| \sum_{j=1}^n \Delta\gamma^i \right|$ ,

- $\gamma_{cumulée}^{basale}$  : somme des valeurs absolues des quantités de glissement cumulées sur les trois systèmes de glissement basaux :  $\gamma_{cumulée}^{basale} = \sum_{i=1}^3 \left| \sum_{j=1}^n \Delta \gamma^i \right|$ ,
- $\gamma_{cumulée}^{pyramidale}$  : somme des valeurs absolues des quantités de glissement cumulées sur les douze systèmes de glissement pyramidaux :  $\gamma_{cumulée}^{pyramidal} = \sum_{i=1}^{12} \left| \sum_{j=1}^n \Delta \gamma^i \right|$ ,
- $\gamma_{cumulée}^{totale}$  : somme des valeurs absolues des quantités de glissement cumulées sur tous les douze systèmes de glissement :  $\gamma_{cumulée}^{totale} = \sum_{i=1}^{12 \text{ ou } 18} \left| \sum_{j=1}^n \Delta \gamma^i \right|$ .

	$\dot{\gamma}_0$ (s <sup>-1</sup> )	$\tau_0$ (MPa)	$\tau_s$ (MPa)	$h_0$	$\frac{1}{m}$
Prismatique <a>	0,001	1,5	4	50	10
Basal <a>	0,001	2.5	4	50	10
Pyramidal <c+a>	0,001	4	10	50	10

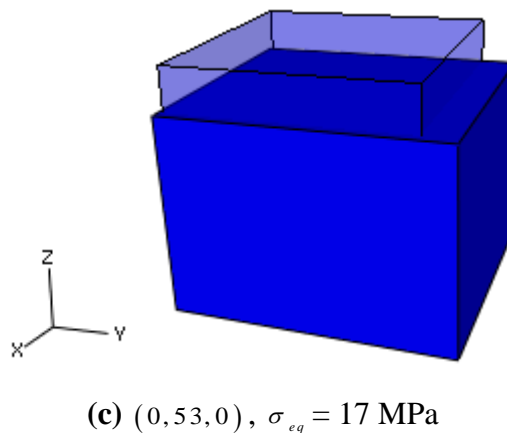
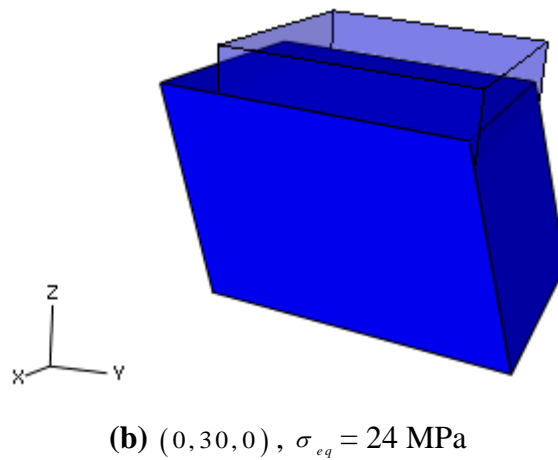
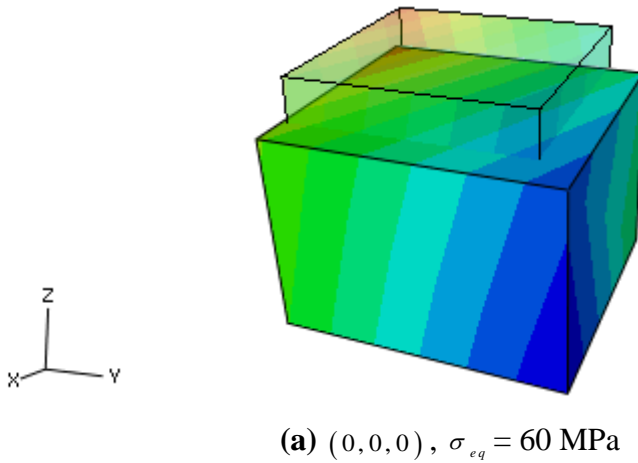
**Tableau V-5** : Paramètres de loi de comportement pour T = 750°C [Akh73a, Akh73b]

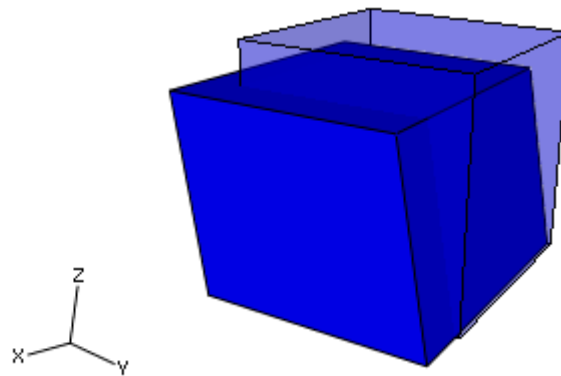
### V.2.2.b Résultats : essai de compression à T = 750°C

Dans cet essai, dix huit systèmes de glissement ont été pris en compte (douze pyramidaux <c+a> de premier espèce, trois basaux et trois prismatiques). Une série d'expériences numériques ont été réalisées en changeant à chaque fois l'orientation initiale de l'axe <c> du cristal par rapport au repère global (X, Y, Z). Seule l'orientation de l'axe <c> dans le plan (YZ) par rapport à la direction de compression a été considérée. Celle-ci est définie par l'angle d'Euler  $\phi$  (rotation autour de la direction  $[\bar{1}2\bar{1}0]$ ). Dans cette étude, 5 orientations de l'axe <c> par rapport à la direction de compression Z ont été testées: (0, 0, 0), (0, 30, 0), (0, 53, 0), (0, 60, 0) et (0, 90, 0). L'orientation (0, 0, 0) implique une coïncidence entre le repère lié au monocristal ( $[\bar{1}2\bar{1}0]$ ,  $[\bar{1}010]$ ,  $[0001]$ ) et (X,Y,Z). L'orientation (0, 53, 0) a été choisie en faisant le lien avec les travaux de Akthar [Akh73a] où celle-ci favorise le plus le glissement basal.

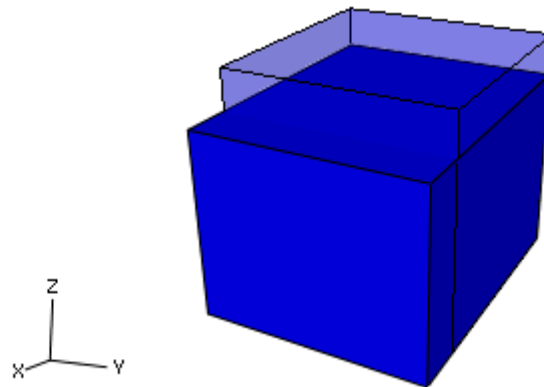


La **figure V-4** présente la distribution de la contrainte équivalente de von Mises. Les états déformé et non déformé du cube ont été superposés. Nous remarquons que la contrainte de von Mises chute avec l'inclinaison de l'axe  $\langle c \rangle$  du monocristal par rapport à la direction de compression. Pour  $\phi = 30^\circ$  et  $60^\circ$ , la déformation s'accompagne d'un cisaillement remarquable dans le plan (XZ).





(d)  $(0, 60, 0)$ ,  $\sigma_{eq} = 18$  MPa



(e)  $(0, 90, 0)$ ,  $\sigma_{eq} = 12$  MPa

**Figure V-4** : Distribution de la contrainte équivalente de von Mises.  $T = 750^\circ\text{C}$

La **figure V.5** présente la variation de la contrainte équivalente de von Mises en fonction de la somme des quantités de cisaillement cumulées totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  pour différentes valeurs de l'angle d'inclinaison de l'axe  $\langle c \rangle$  :  $\phi$ . Le **tableau V-6** donne les différents systèmes de glissement actifs et leurs déformation cumulée  $\gamma^\alpha$  en fonction de l'angle  $\phi$ .

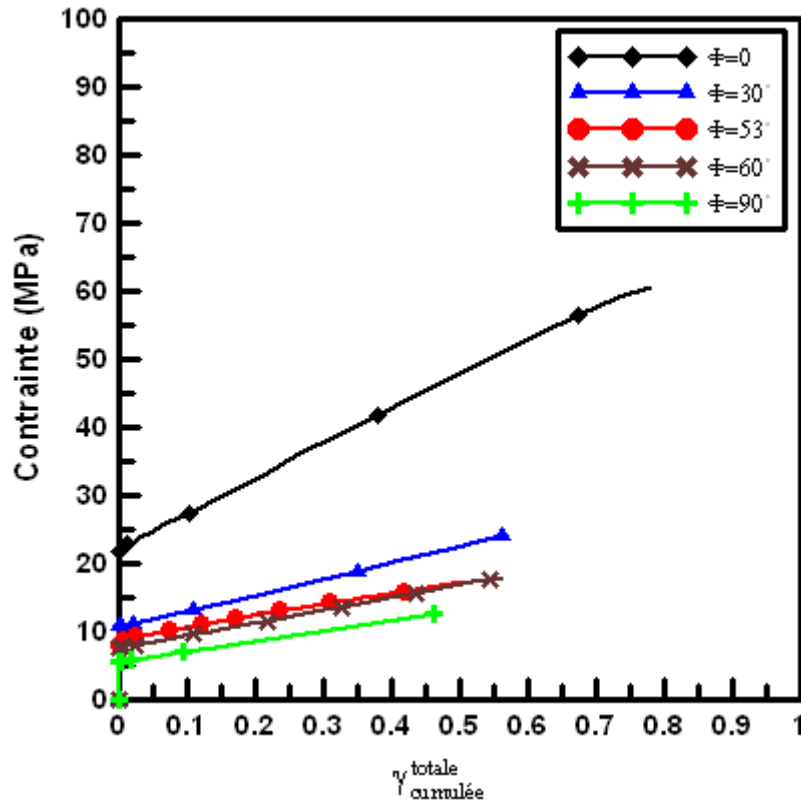


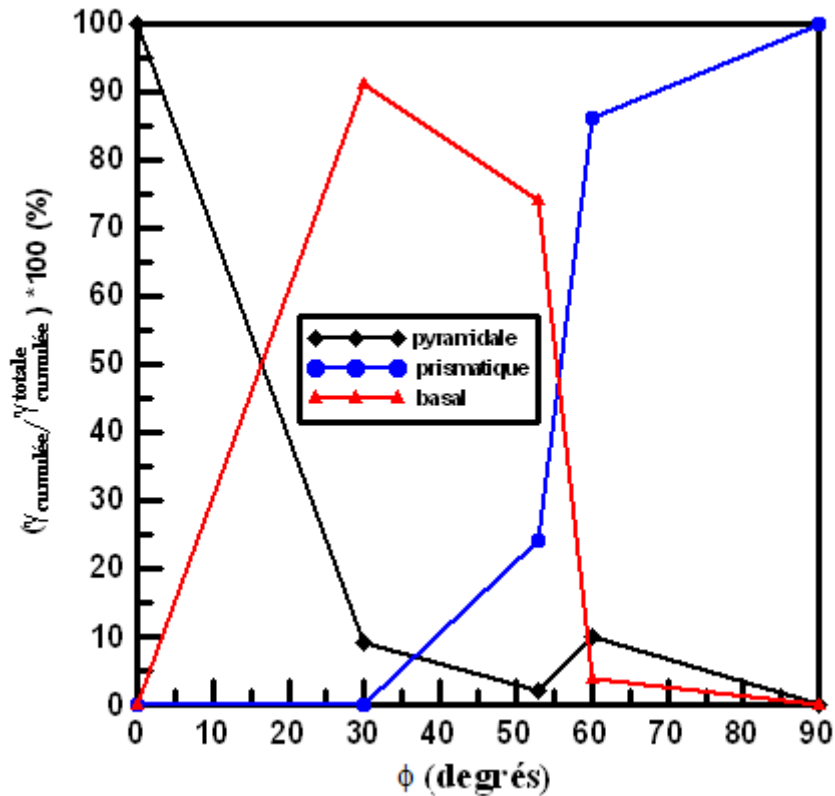
Figure V-5 : Courbes contrainte-déformation à différentes valeurs d'angle  $\phi$  ; T = 750°C

La figure V-6 présente la contribution de différentes familles de systèmes de glissement à la somme des quantités de cisaillements cumuléés totale  $\gamma_{cumul\acute{e}e}^{totale}$  pour différentes valeurs de  $\phi$ .

Les résultats obtenus révèlent une forte anisotropie au niveau du comportement du monocristal et qui se traduit par une dépendance de la contrainte d'écoulement à l'angle d'inclinaison de l'axe  $\langle c \rangle$  du monocristal par rapport à la direction de compression.

	$\phi = 0$	$ \gamma $	$\phi = 30^\circ$	$ \gamma $	$\phi = 53^\circ$	$ \gamma $	$\phi = 60^\circ$	$ \gamma $	$\phi = 90^\circ$	$ \gamma $
<b>Pyr1</b>	×	0,06	×	$\approx 0$	×	0,006	×	0,026	×	$\approx 0$
<b>Pyr2</b>	×	0,058	×	$\approx 0$	×	0,006	×	0,026	×	$\approx 0$
<b>Pyr3</b>	×	0,068	×	0,015	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr4</b>	×	0,07	×	0,015	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr5</b>	×	0,067	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr6</b>	×	0,07	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr7</b>	×	0,061	×	0,01	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr8</b>	×	0,06	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr9</b>	×	0,074	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr10</b>	×	0,076	×	0,01	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr11</b>	×	0,057	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Pyr12</b>	×	0,057	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$
<b>Prismatique1</b>		0		0		0		0		0
<b>Prismatique2</b>		0	×	$\approx 0$	×	0,062	×	0,24	×	0,23
<b>Prismatique3</b>	×	$\approx 0$	×	$\approx 0$	×	0,062	×	0,24	×	0,23
<b>Basal1</b>	×	$\approx 0$	×	0,26	×	0,19	×	0,012	×	$\approx 0$
<b>Basal2</b>	×	$\approx 0$	×	0,26	×	0,19	×	0,012	×	$\approx 0$
<b>Basal3</b>	×	$\approx 0$		0		0		0		0

**Tableau V-6** : Systèmes de glissement actifs en fonction de l'angle  $\phi$  (× : actif ; les numéros des systèmes sont ceux indiqués dans les **tableaux V-1, V-2 et V-3**) ; T = 750°C



**Figure V-6 :** Contribution des différentes familles de systèmes de glissement à la somme des quantités de cisaillement cumulées totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  en fonction de l'angle  $\phi$ .  
T = 750°C

L'orientation la plus dure est celle où l'axe  $\langle c \rangle$  est parallèle à la direction de compression ( $\phi = 0$ ). Cette dernière favorise l'activation de douze systèmes de glissement pyramidaux avec une contribution d'environ 100% à la somme des quantités de cisaillement cumulées totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$ . Nous observons l'activation de quelques systèmes de glissement prismatiques et basaux mais avec une contribution négligeable. Un durcissement important est observé sur la courbe contrainte déformation lié au nombre important des systèmes de glissement actifs.

Pour  $\phi = 30^\circ$ , les 12 systèmes pyramidaux restent actifs mais leur contribution à  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  chute à 9%. Par contre, les systèmes basaux entrent en jeu par l'activation de deux systèmes de glissement avec une contribution de 90% à la somme des quantités de cisaillement cumulées totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$ . Deux systèmes de glissement prismatiques s'activent également mais avec une très faible contribution. La contrainte chute considérablement en comparaison des cas précédents à cause de faible contribution des systèmes pyramidaux qui ont la cission résolue critique la plus élevée. Dans ce cas, le durcissement est moins important

à cause de la chute de nombre de systèmes de glissement actifs, et en particulier les systèmes pyramidaux.

Pour  $\phi = 53$ , la contribution des systèmes prismatiques à la somme des quantités de cisaillement cumulées totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  augmente légèrement (24%). Par contre, les deux systèmes de glissement basal déjà activés dans le cas précédent restent actifs et présentent également une contribution importante de 74% à la somme des quantités de cisaillement cumulées totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$ . Dans ce cas, la contribution des systèmes pyramidaux chute par rapport au cas précédent (2%). Le cas où  $\phi = 60^\circ$  est similaire au cas précédent avec les mêmes systèmes de glissement actifs, mais avec une augmentation de la contribution des deux systèmes prismatiques (86%) et s'accompagne d'une chute de celle des deux systèmes basaux (4%). Enfin, pour  $\phi = 90^\circ$ , le comportement est plus mou que les autres cas et qui s'explique par le fait que seulement deux systèmes prismatiques contribuent à la déformation (100%) malgré l'activation des douze systèmes de glissement pyramidaux et deux systèmes basaux qui ont chacun une contribution négligeable.

Ces résultats montrent que l'orientation caractérisée par alignement de l'axe  $\langle c \rangle$  du monocristal avec la direction de compression est la plus dure, mais elle favorise l'activation de douze systèmes de glissement pyramidaux avec une forte contribution à la somme des quantités de cisaillement cumulées totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$ , ce qui va augmenter la ductilité du matériau.

La contribution des systèmes pyramidaux à la déformation diminue avec l'inclinaison de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression, en particulier entre  $30^\circ$  et  $90^\circ$ . Les systèmes basaux contribuent plus à la déformation pour des orientations différentes de 0 et  $90^\circ$ . Leur contribution maximale à  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  est observée à  $\phi = 30^\circ$  et à  $\phi = 53^\circ$  (en accord avec les travaux de Akthar [AKH73a]). Pour des orientations supérieures à  $30^\circ$ , les systèmes prismatiques contribuent plus à la déformation, en particulier entre  $60^\circ$  et  $90^\circ$ .

## V.2.3 Modélisation d'un cycle de compression multiaxiale

### V.2.3.a Introduction

L'objectif de cette étude est d'expliquer à travers la modélisation numérique d'un cycle de compression multiaxiale la stabilisation de la courbe contrainte-déformation après un certain nombre de cycles. Le travail s'effectue dans le cadre d'une déformation dans le haut domaine alpha ( $750^\circ\text{C}$ ) où l'évolution de la texture est limitée (faible contribution des macles).

Dans le chapitre II, nous avons vu qu'un moyen de quantifier un chemin de déformation multiple était d'utiliser le paramètre  $\alpha$  de Schmitt et al. [SSR94]. Ce dernier est relié à la déformation plastique des grains par glissement des dislocations. Ce paramètre vaut -0,5 dans le cas de deux passes successives de compression à 90° l'une de l'autre. Si nous considérons un seul grain d'un polycristal, ce paramètre nous informe que le second chargement sollicite dans ce grain des systèmes de glissement qui sont en partie différents de ceux ayant été activés pendant la première compression. Puisque l'orientation de ce grain a évolué pendant les deux premières passes de compression, certains systèmes activés pendant la troisième passe pourraient l'être aussi pendant la première et dans le sens opposé. Alors, nous pouvons supposer que l'écroutissage durant la troisième passe de compression est donc faible en comparaison avec celui des passes précédentes sous l'effet de l'annihilation des dislocations de signe opposé.

Ces phénomènes pourraient expliquer le faible écroutissage obtenu pendant la troisième compression et la stabilisation de la contrainte au cours de l'essai. Pour confirmer ceci, nous allons nous appuyer sur la simulation et étudier l'évolution des glissements ayant lieu sur l'ensemble des systèmes activés pendant les trois passes de compression.

### V.2.3.b Démarche

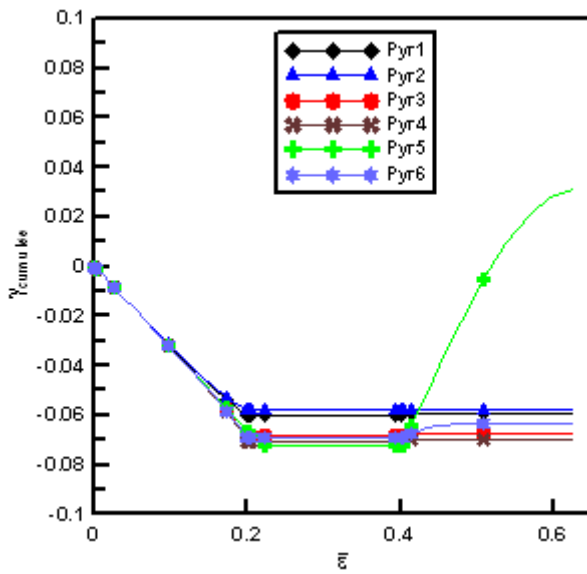
La modélisation d'un cycle de compression multiaxiale s'effectue sur un seul grain (monocristal). Deux orientations de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de la première compression ont été considérées: (0,0,0) et (0,90,0). Le pas de déformation est de  $\overline{\Delta \varepsilon} = 0,2$  (après 0,2 de déformation apparaissent des cisaillements). L'ordre des passes de compression est : Z-Y-X. Les trois passes de compression se suivent. La modélisation comporte trois parties :

- la première passe est une compression selon l'axe Z et les conditions aux limites sont celles déjà évoquées dans le cas d'une compression uniaxiale;
- la compression selon l'axe Y s'effectue selon les conditions aux limites suivantes: les nœuds 1, 2, 5 et 6 (voir **figure V-3**) sont fixes dans la direction Y, le nœud 1 est fixe dans les trois directions de l'espace, le nœud 5 est fixe dans la direction X et les nœuds 3, 4, 7 et 8 se déplacent à vitesse constante dans la direction -Y ;
- les conditions aux limites de la compression selon l'axe X sont définies par : les nœuds 1, 4, 5 et 8 (voir **figure V-3**) sont fixes dans la direction X, le nœud 1 est fixe dans les

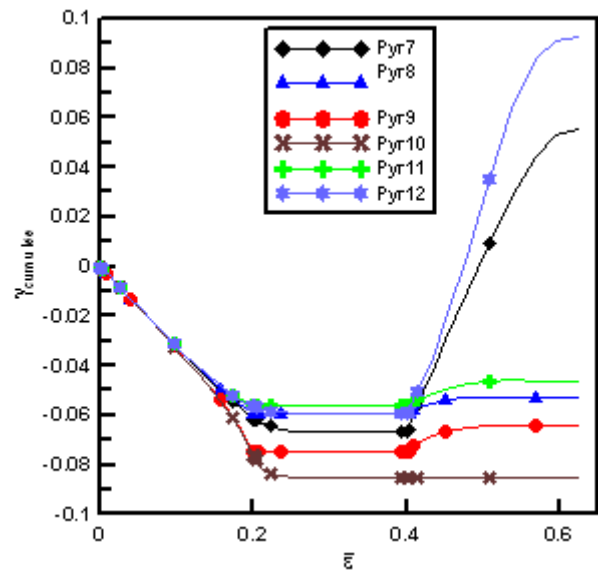
trois directions, le nœud 4 est fixe dans la direction Z et les nœuds 2, 3, 6 et 7 se déplacent à vitesse constante dans la direction  $-X$ .

### V.2.3.c Résultats

Les **figures V-7** et **V-8** représentent les courbes de variation des quantités de glissement cumulées  $\gamma^{\alpha}$  (valeur algébrique) sur différents systèmes de glissement en fonction de la déformation équivalente de von Mises relativement aux orientations  $(0,0,0)$  et  $(0,90,0)$ .

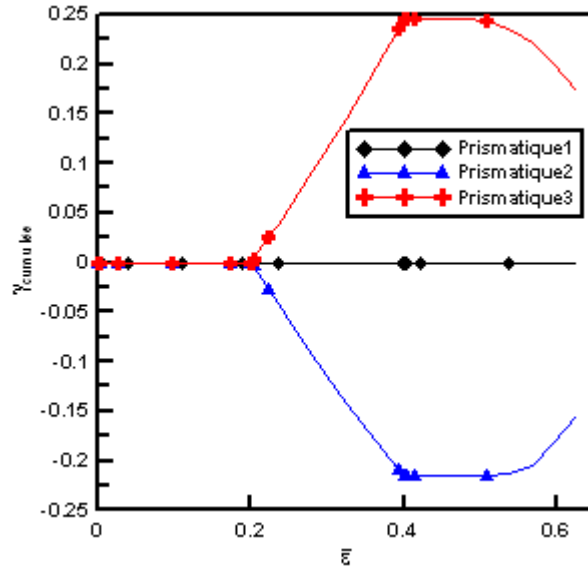


(a) Pyramidal : 1 à 6



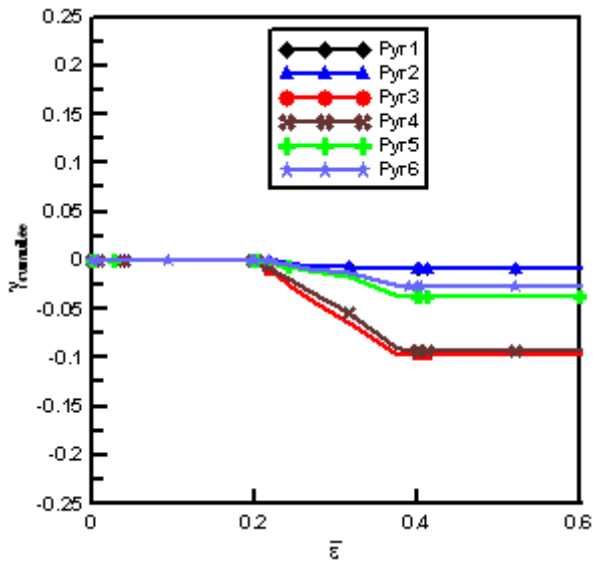
(a) Pyramidal : 7 à 12



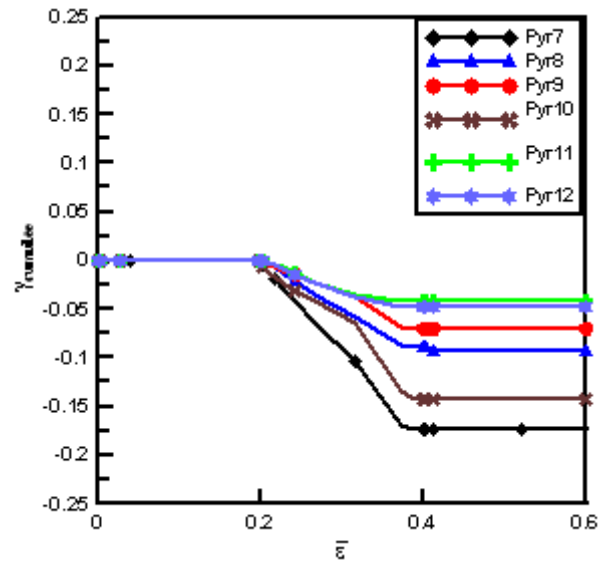


(c) Prismatique

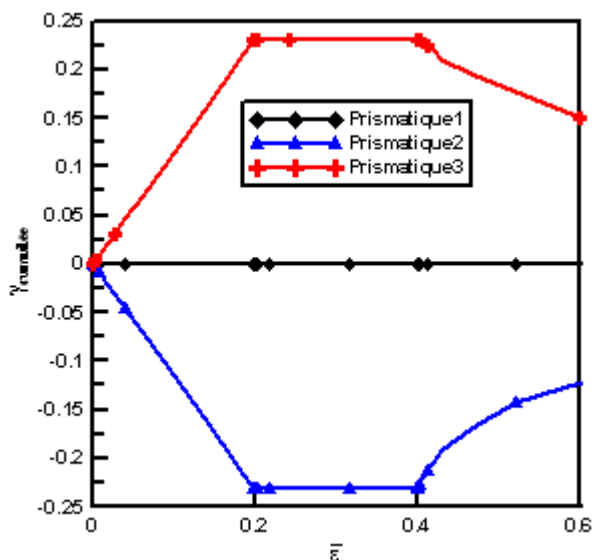
Figure V-7 : Quantité de cisaillement cumulée (valeur algébrique) sur différents systèmes de glissement en fonction de la déformation de von Mises relativement à l'orientation ( $\varphi_1 = 0, \phi = 0, \varphi_2 = 0$ )



(a) Pyramidal : 1 à 6



(a) Pyramidal : 7 à 12



(c) Prismatique

**Figure V-8 :** Quantité de cisaillement cumulée (valeur algébrique) sur différents systèmes de glissement en fonction de la déformation de von Mises relativement à l'orientation

$$(\varphi_1 = 0, \phi = 90, \varphi_2 = 0)$$

Pour l'orientation  $(0, 0, 0)$ , la première passe de compression (axe  $\langle c \rangle$  du monocristal parallèle à la direction de compression Z) s'accompagne de l'activation des douze systèmes de glissement pyramidaux. Le premier changement de la direction de compression (compression selon Y) a permis l'activation d'une autre famille de systèmes de glissement avec deux systèmes prismatiques mais elle s'accompagne de la désactivation des systèmes pyramidaux ( $\gamma^{\alpha} = \text{constante}$ ). La troisième passe de compression (compression selon X) se caractérise par l'activation de trois systèmes pyramidaux, qui l'avaient déjà été durant la première passe, mais dans le sens opposé. Deux systèmes de glissement prismatiques, qui ont déjà été actifs durant la deuxième passe, se réactivent de nouveau, mais dans le sens opposé, après une période de stabilisation.

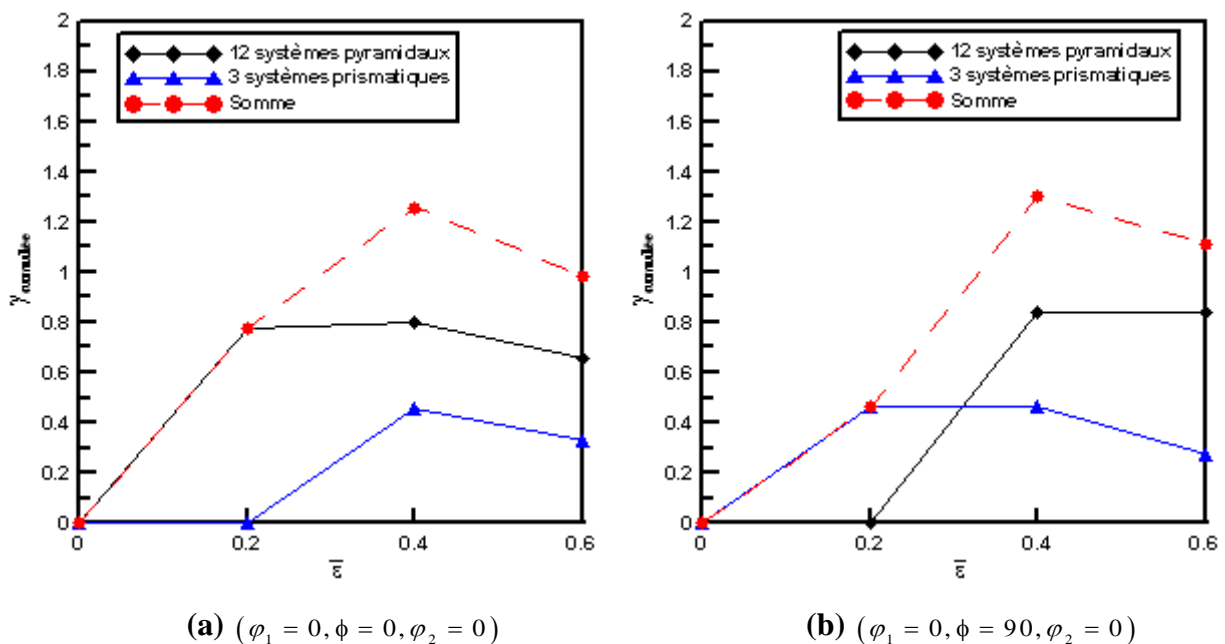
Passant maintenant à l'orientation  $(0, 90, 0)$ . La première passe de compression (axe  $\langle c \rangle$  perpendiculaire à la direction de compression Z) s'accompagne de l'activation de deux systèmes de glissement prismatique. Le premier changement de direction de compression (axe  $\langle c \rangle$  parallèle à la direction de compression selon Y) entraîne l'activation d'une autre famille de systèmes de glissement : douze systèmes de glissement pyramidaux mais elle s'accompagne de la désactivation des systèmes prismatiques ( $\gamma^{\alpha} = \text{constante}$ ). La troisième passe de compression (axe  $\langle c \rangle$  perpendiculaire à la direction de compression selon X) se caractérise, d'une part par la désactivation des systèmes pyramidaux, d'autre part par

l'activation des deux systèmes prismatiques qui l'avaient déjà été durant la première passe, mais dans le sens opposé.

D'une façon générale, les deux orientations initiales  $(0, 0, 0)$  et  $(0, 90, 0)$  ne favorisent pas l'activation des systèmes de glissement basaux.

La **figure V-9** représente l'évolution de la somme des quantités de cisaillement cumulées sur chaque famille de systèmes de glissement (valeur absolue) en fonction de la déformation équivalente de von Mises relativement aux orientations  $(0, 0, 0)$  et  $(0, 90, 0)$ . Les résultats montrent que dans les deux cas la quantité de glissement cumulée  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  chute au cours de la troisième passe de compression. Ceci prouve que l'érouissage s'affaiblit avec la multiplication du nombre de passes, ce qui explique la stabilisation de la contrainte.

Les résultats de la simulation numérique de trois passes successives de compression sur un monocristal ont permis de mettre en évidence quelques avantages de la compression multiaxiale comme l'activation d'autres familles de systèmes de glissement par changement de la direction de compression, augmentant ainsi la ductilité du matériau. La simulation a permis de montrer également l'activation en sens opposé de quelque systèmes de glissement qui l'avaient déjà été dans des passes précédentes et qui se traduit par une diminution de la quantité d'érouissage créée au cours de la déformation. Ceci explique la saturation de la contrainte après quelque cycles de compression multiaxiale.



**Figure V-9 :** Quantité de cisaillement cumulée (valeur absolue) sur chaque famille de systèmes de glissement en fonction de la déformation équivalente de von Mises

## V.3 Modélisation de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles

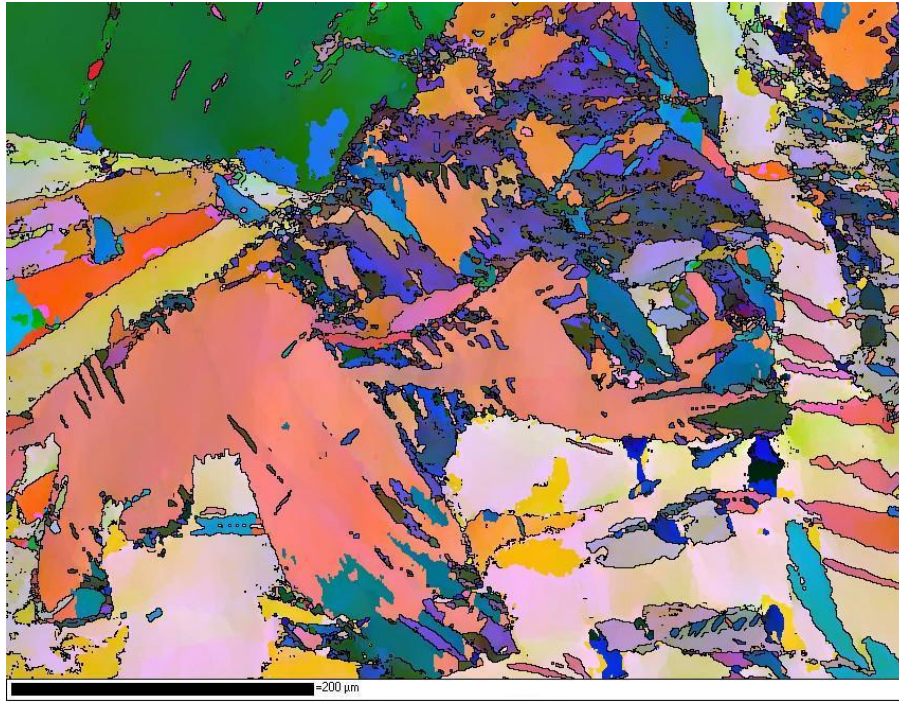
### V.3.1 Introduction

La déformation à chaud de la microstructure de Widmanstätten est très hétérogène. La fragmentation de ce type de microstructure est affectée, d'une part par la distribution non uniforme de la taille et de la forme des grains alpha, d'autre part par leurs orientations (axes  $\langle c \rangle$ ) par rapport à la direction de compression. En effet, il est connu que la structure en vannerie se fragmente facilement. Par contre, la fragmentation des colonies de lamelles parallèles est difficile et dépend fortement de l'orientation des axes  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression. Une autre caractéristique remarquable est la tendance des lamelles qui constituent la colonie à se plier au cours de la déformation, en particulier celles qui ont un axe  $\langle c \rangle$  proche de la direction de la compression. Ce plissement s'accompagne généralement par une fragmentation plus ou moins marquée de la structure, signature d'une déformation plastique fortement hétérogène.

La **figure V-10** présente une analyse EBSD de deux colonies de lamelles parallèles comprimées de 0,3.



(a) Contraste de bandes



(b) Cartographie d'angles d'Euler

**Figure V-10 :** Analyse EBSD de deux colonies montrant des zones du plissement et de fragmentation dans deux colonies de lamelles parallèles.  $T = 750^{\circ}\text{C}$ ,  $\Delta\bar{\varepsilon} = 0,3$  et  $\dot{\bar{\varepsilon}} = 0,1\text{s}^{-1}$  (direction de compression est verticale)

Dans la cartographie en contraste de bandes (**figure V-10 (a)**), deux colonies ont été identifiées, notées respectivement : 1 (délimitée par un trait noir) et 2 (délimitée par un trait rouge). Les zones sombres indiquent une forte concentration de défauts (dislocations), signature d'une déformation plastique importante qui entraîne la formation des petits cristallites à l'intérieur de ces zones. Par contre, les zones claires indiquent une faible déformation plastique. De plus, nous avons suivi l'orientation cristalline des deux colonies selon tout le chemin de déformation (selon la direction verticale) afin d'étudier l'effet du plissement des lamelles sur l'orientation cristalline.

Les résultats révèlent que la colonie 2 est moins déformée que la colonie 1 (zones claires) et l'étude cristallographique montre que l'axe  $\langle c \rangle$  des lamelles qui la constituent est perpendiculaire à la direction de compression, ce qui explique la faible déformation plastique constatée. Nous observons également l'absence du phénomène du plissement des lamelles et ceci s'accompagne d'une conservation de l'orientation cristalline tout au long des lamelles qui constituent la colonie. Mais nous signalons l'apparition de quelques macles à l'intérieur de la colonie 2 (zones sombres) pour accommoder la déformation de cette dernière.

Au contraire de la colonie 2, la colonie 1 comporte plusieurs zones sombres (surtout dans la partie supérieure), signature d'une déformation plastique intense qui entraîne une fragmentation importante de la colonie, ce qui se traduit soit par une recristallisation dynamique (formation des petits cristallites) ou bien par la division de la colonie en sous-domaines plus petits. L'étude cristallographique montre que les lamelles qui constituent la colonie 1 avaient initialement un axe  $\langle c \rangle$  proche de la direction de compression. Vu l'ampleur de ces zones de concentration de défauts, elles peuvent être considérées comme des bandes de cisaillement, déjà mises en évidence dans des travaux antérieurs [Van08] et qui se manifestent généralement pour les orientations proches de l'axe de compression. Nous observons également le phénomène de plissement des lamelles à l'intérieur de la colonie 1. En effet, dans la partie supérieure, le plissement des lamelles s'accompagne, d'une part de l'apparition de bandes de cisaillement (zone de concentration des cristallites), d'autre part d'une subdivision en sous-domaines plus petits. Nous observons également que l'orientation cristalline a changé dans cette partie sous l'effet de la fragmentation de la microstructure. Mais nous observons des zones où l'orientation d'origine est conservée (axe  $\langle c \rangle$  parallèle à la direction de compression). Par contre, dans la partie inférieure de la colonie 1, la déformation plastique est limitée et donc il y a peu de fragmentation, malgré l'apparition de quelques bandes de cisaillement. De même, l'orientation cristalline le long des lamelles qui la constituent varie peu malgré le plissement de ces dernières, résultat qui a été déjà signalé par Vanderesse [Van08].

Pour comprendre ce que se passe à l'échelle d'une colonie (monocristal), une modélisation micromécanique de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles sous l'effet d'une compression uniaxiale est proposée ci-après. Dans cette étude, les évolutions microstructurales n'ont pas été prises en compte et nous limitons l'étude aux faibles déformations :  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,1$ .

### V.3.2 Hypothèses de l'étude

La déformation d'une colonie de lamelles parallèles est complexe vu le grand nombre de facteurs dont elle dépend. Le passage à une modélisation numérique ne peut se faire qu'après la prise en compte de quelques hypothèses simplificatrices. Les principaux facteurs dont il faut tenir compte sont :

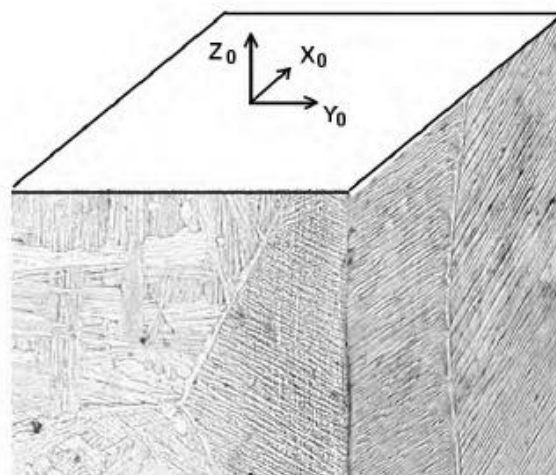
- l'orientation cristallographique des lamelles constituant la colonie par rapport à la direction de compression ;
- la forme et le nombre de lamelles qui constituent la colonie ;

- les effets de bord qui simulent l'effet de la matrice dans laquelle se trouve la colonie;
- le type de conditions aux limites à envisager entre les lamelles qui constituent la colonie.

Vanderesse [Van08] a réalisé une reconstruction tridimensionnelle d'une microstructure de Widmanstätten de Zircaloy-4 (**figure V-11**). La forme en trois dimensions des colonies est complexe, mais nous pouvons la considérer comme un matériau stratifié composé de plusieurs plaques empilées les unes sur les autres. De même, Vanderesse retrouve, à travers cette construction tridimensionnelle, que les axes  $\langle c \rangle$  se situent dans les plans des lamelles.

Forts de ces constatations, nous supposons que la colonie est un ensemble des plaques disposées les unes sur les autres. Quel type de conditions aux limites peut-il être pris entre elles?

La réponse se trouve également dans les travaux de Vanderesse et de Crépin et al. [CBCB<sup>+</sup>97]. Ces auteurs observent des cisaillements interlamellaires à l'intérieur d'une colonie en cours de la déformation (**figure I-19**). Ils résultent de la faible résistance mécanique dans ces zones. Ceci nous a conduit à supposer que ces plaques frottent entre elles et peuvent, dans certains états de contrainte, glisser les unes sur les autres au cours de la déformation.



**Figure V-11** : Reconstruction tridimensionnelle d'une microstructure de Widmanstätten [Van08]

Ce type de frottement est pris en compte dans la formulation de Tresca à travers la relation suivante :



$$\tau = \bar{m} \frac{\sigma}{\sqrt{3}} \quad (\text{V-10})$$

où  $\tau$  est la contrainte tangentielle due au frottement,  $\sigma$  est la limite d'écoulement du matériau au sens de von Mises et  $\bar{m}$  est le coefficient de frottement de Tresca, toujours compris entre  $0 \leq \bar{m} \leq 1$ .

Cette formulation indique qu'à partir d'une certaine contrainte de cisaillement critique ( $\tau$ ), deux surfaces en contact peuvent glisser l'une sur l'autre.

Cependant, le logiciel d'éléments finis ABAQUS utilise une formulation de type Coulomb pour caractériser le frottement entre deux surfaces en contact. Elle s'écrit sous la forme suivante :

$$\tau = \mu \sigma_n \quad (\text{V-11})$$

où  $\tau$  est la contrainte tangentielle,  $\sigma_n$  est la contrainte normale ou la pression exercée sur la surface et  $\mu$  est le coefficient de frottement de Coulomb.

Dans le but d'introduire la formulation de Tresca sous ABAQUS, il est donc indispensable d'exprimer le coefficient de frottement de Coulomb en fonction de celui de Tresca. Ce travail a été déjà réalisé par Chovet et al. [CDM02] et il en résulte la relation suivante :

$$\mu = \frac{\bar{m}}{2\sqrt{1 - \bar{m}^2}} \quad (\text{V-12})$$

Passons maintenant aux effets de bord qui agissent sur la colonie au cours de la déformation. Jusqu'à maintenant nous avons supposé que la colonie est un ensemble de plaques disposées les unes sur les autres et qui peuvent glisser entre elles. Cependant, au cours de la déformation, la matrice adjacente (grains alpha, phase allotromorphe  $\alpha_{GB}$ ) exerce des efforts sur le contour extérieur de la colonie. La distribution de ces efforts de réaction se fait d'une manière non uniforme. Puisque la modélisation s'effectue en trois dimensions, la distribution de ces efforts sera surfacique. Cette dernière varie donc d'une manière linéaire avec la déformation. Par ailleurs, la valeur de ces efforts de réaction (action de la matrice) reste inaccessible à l'expérimentation. Mais dans ce cas et pour simplifier les calculs, nous prenons une valeur qui a été calculée à la suite à une modélisation numérique supplémentaire d'un essai de compression réalisé sur un ensemble des plaques enveloppé dans une matrice plus rigide. Les paramètres définissant les conditions aux limites utilisées sont données dans le **tableau V-7**.



$\bar{m}$ [Cha04]	$\mu$	$\tau$ (MPa)	$\sigma = \frac{F_{réaction}}{S}$ (MPa)
0,1	0,05	6	2

**Tableau V-7** : Principaux paramètres qui définissent les conditions aux limites

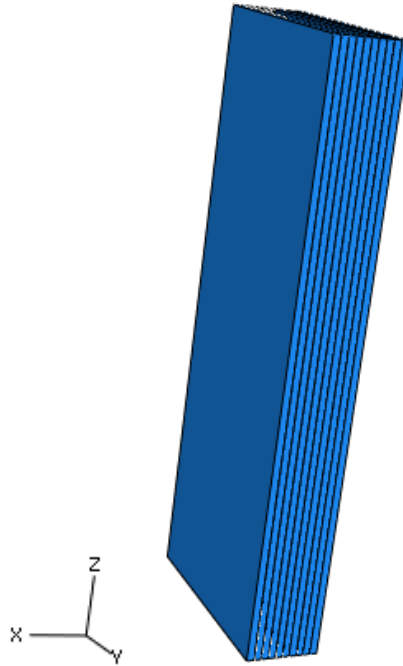
### V.3.3 Conditions aux limites et maillage

Dans cette modélisation, la colonie est représentée par dix plaques (**figure V-12**). Chacune d'elles fait 500  $\mu\text{m}$  de hauteur, 200  $\mu\text{m}$  de largeur et 5  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Ces dimensions ont été inspirées par les résultats expérimentaux sauf la largeur qui n'est pas décisive pour les calculs et a été prise d'une façon aléatoire. La plus grande dimension (la hauteur) est portée par l'axe Z du repère global, l'épaisseur est définie selon l'axe X et la largeur est portée par l'axe Y.

La modélisation correspond au cas du travail dans le haut domaine alpha, c'est-à-dire à une température de 750°C. Ainsi, les paramètres d'érouissage donnés dans le **tableau V-5** sont conservés.

Pour définir l'orientation cristallographique de ces dix plaques, chacune d'elles est considérée comme un monocristal distinct des autres, mais partageant la même orientation cristallographique. Celle-ci est définie, en début d'analyse et pour chacune des dix plaques, par l'intermédiaire des trois angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ). L'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression est définie uniquement par l'angle  $\phi$  et il peut donc varier dans le plan (YZ) des plaques.

Deux configurations différentes des dix plaques ont été étudiées par rapport à la direction de compression : la première est celle où la compression s'effectue selon une direction parallèle aux plans des dix plaques (YZ). Par contre, dans la deuxième, la compression s'effectue selon une direction perpendiculaire à ces derniers. Dans la première configuration, deux orientations différentes de l'axe  $\langle c \rangle$  des plaques par rapport à la direction de compression ont été analysées : dans la première les axes  $\langle c \rangle$  sont parallèles à la direction de compression et dans la deuxième ils sont perpendiculaires à celle-ci. Une seule orientation a été analysée dans la deuxième configuration dans laquelle l'axe  $\langle c \rangle$  des plaques est perpendiculaire à la direction de compression.



**Figure V-12** : Modèle géométrique définissant une colonie de lamelles parallèles

### V.3.3.a Compression parallèle au plan des plaques

Dans ce cas, les dix plaques sont verticales (hauteurs selon la direction Z) et le chargement s'effectue parallèlement à leurs plans suivant la direction Z. La **figure V-13** illustre les différentes conditions aux limites utilisées lors de ce premier cas d'étude. Celles-ci sont définies comme suit :

- les nœuds qui constituent les extrémités inférieures des dix plaques sont fixes ( $U_x = U_y = U_z = R_{xy} = R_{yz} = R_{xz} = 0$ ). Cette condition simule l'encastrement des lamelles dans la phase allotriomorphe  $\alpha_{GB}$ ,

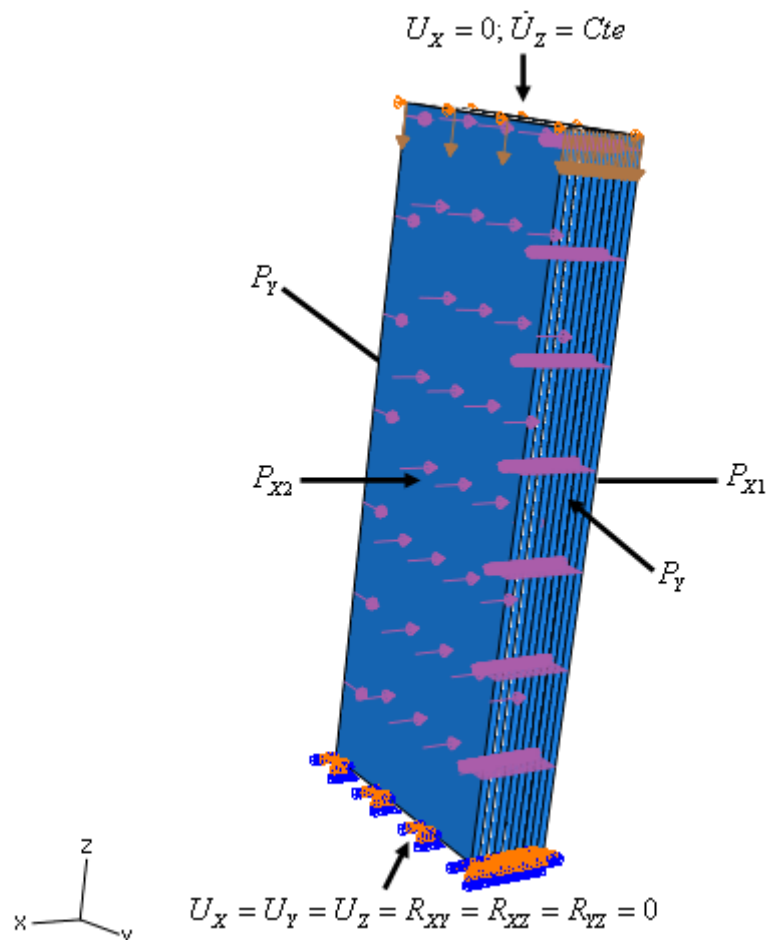
- les nœuds qui constituent les extrémités supérieures sont fixes selon la direction X (le mouvement selon la direction X au cours de l'analyse engendre des instabilités de la structure) et se déplacent avec une vitesse constante selon la direction de compression  $-Z$ . La déformation visée est  $\Delta \bar{\epsilon} = 0,1$  à une vitesse de déformation constante  $\dot{\bar{\epsilon}} = 0,1 s^{-1}$ ,

- sur chacun des deux bords libres des dix plaques des pressions  $P_{X1} = 2$  MPa et  $P_{X2} = 1,5$  MPa ont été appliquées d'une façon uniforme. Ce qui permet d'avoir une légère différence de pression  $\Delta P_X = 0,5$  MPa, entre les deux bords libres des dix plaques,

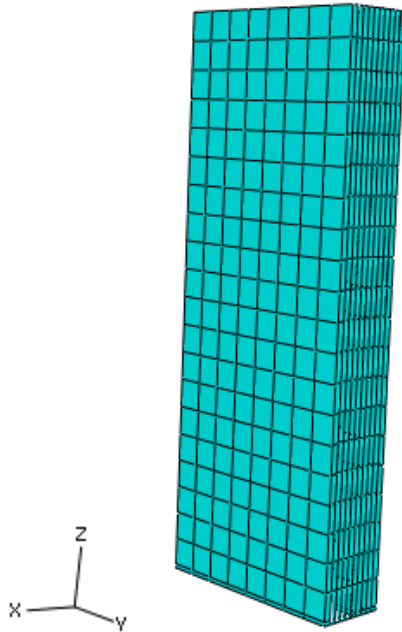
- sur les deux plans qui contiennent les épaisseurs (plans (XZ)) de chacune des dix plaques, une pression  $P_Y = 2$  MPa a été appliquée.

L'analyse est de type quasi statique non linéaire et le modèle est maillé par des éléments linéaires hexaédriques solides C3D8I (8 nœuds avec 8 points d'intégration) à mode incompatible. La taille des éléments est de l'ordre de  $20 \mu\text{m}$  (**figure V-14**). Le modèle comporte 1680 éléments et 3960 nœuds. Nous précisons ici qu'il n'a pas été possible de lancer des calculs sur le cluster à cause d'incompatibilité entre le compilateur Fortran utilisé dans ce travail (Fortran 8.1) et la version d'ABAQUS installée sur le cluster (ABAQUS 6.10). Un compilateur Fortran compatible avec ABAQUS est nécessaire pour compiler la subroutine Umat. Il n'a donc pas été possible d'effectuer une étude de sensibilité systématique des résultats de simulation à la taille du maillage et à la valeur de certains paramètres tels que l'amplitude de déformation. C'est pourquoi nous nous sommes limités à une déformation de 0,1 et une taille des éléments de  $20 \mu\text{m}$ .

Dans cette première configuration, deux orientations différentes d'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression Z ont été testées : (0,0,0) (axe  $\langle c \rangle$  parallèles à la direction de compression) et (0,90,0) (axe  $\langle c \rangle$  perpendiculaire à la direction de compression).



**Figure V-13** : Conditions aux limites de la première configuration (cas n° 1)



**Figure V-14** : Maillage utilisé lors de la modélisation

### ***V.3.3.b Compression perpendiculaire au plan des plaques***

Dans ce cas, la direction de compression est verticale (selon la direction X) et les dix plaques sont horizontales (couchées selon la direction Z). La **figure V-15** illustre les différentes conditions aux limites utilisées lors de ce deuxième cas d'étude. Elles sont définies comme suit :

- la partie supérieure se déplace avec vitesse constante dans la direction  $-X$  tandis que la partie inférieure est fixe selon cette direction. La déformation visée est de  $\Delta \bar{\varepsilon} = 0,1$  à une vitesse de déformation constante  $\dot{\varepsilon} = 0,1 s^{-1}$ ,
- la partie située au premier plan de la **figure V-15** est fixe selon la direction Z, par contre celle située au deuxième plan est soumise à une pression  $P_Z = 2$  MPa uniformément répartie,
- la partie latérale (à gauche sur la **figure V-15**) est fixe dans la direction Y, tandis que celle de droite est soumise à une pression  $P_Y = 2$  MPa uniformément réparti.

Le type d'analyse ainsi que les caractéristiques de maillage utilisé sont similaires à celle du cas précédent. Dans ce cas, une seule orientation a été testée :  $(0,0,0)$  (axe  $\langle c \rangle$  perpendiculaire à la direction de compression X).

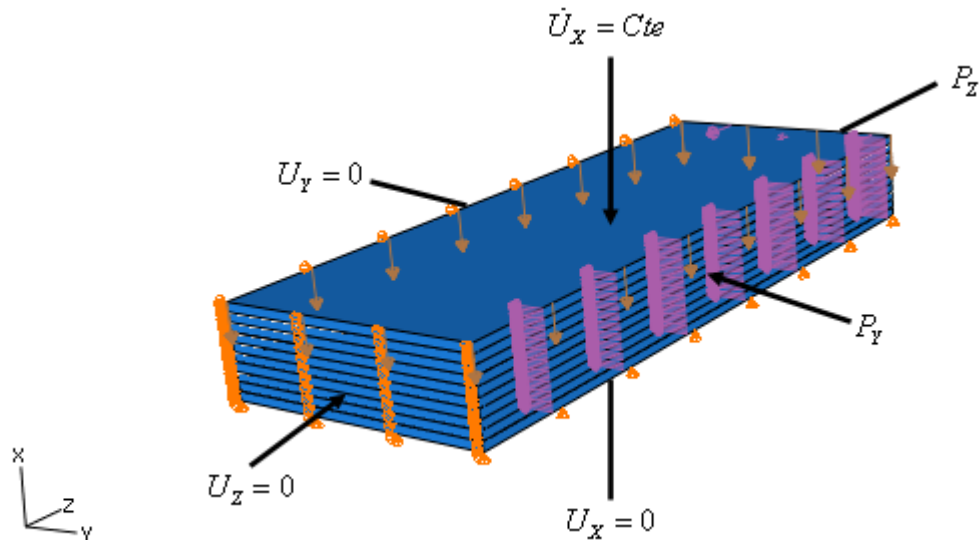


Figure V-15 : Conditions aux limites de la deuxième configuration (cas n° 2)

### V.3.4 Résultats

#### V.3.4.a Compression parallèles au plan des plaques

Dans ce cas, l'axe  $\langle c \rangle$  de chacune des dix plaques peut varier dans leurs plans (YZ). La première orientation à tester est  $(0,0,0)$  où l'axe  $\langle c \rangle$  est parallèle à la direction de compression Z. La deuxième orientation est  $(0,90,0)$  où l'axe  $\langle c \rangle$  est porté par l'axe Y et la direction de compression (selon Z) lui est perpendiculaire.

La **figure V-16** présente la distribution des contraintes de von Mises relativement à ces deux orientations. Quelle que soit l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression, les plaques se plissent. Nous observons que la distribution de la contrainte équivalente de von Mises dans les deux cas est hétérogène, mais son intensité est plus élevée quand l'axe  $\langle c \rangle$  des plaques est parallèle à la direction de compression.

Cependant, cette représentation ne permet pas d'avoir une idée précise de la déformation des plaques à cause des perturbations qui résultent des conditions aux limites utilisées. Ainsi, dans ce qui suit, nous nous proposons de limiter notre étude à l'analyse d'une seule plaque extraite de la partie centrale. Cette dernière, sera par la suite découpée au milieu selon le plan (ZX). La **figure V-17** représente la distribution des contraintes de von Mises sur cette demi-plaque pour les deux orientations testées.

Les résultats révèlent que les contraintes de von Mises sont plus élevées quand l'axe  $\langle c \rangle$  des plaques est parallèle à la direction de compression. Ce qui confirme que la direction  $\langle c \rangle$  est la direction dure des hexagonaux.

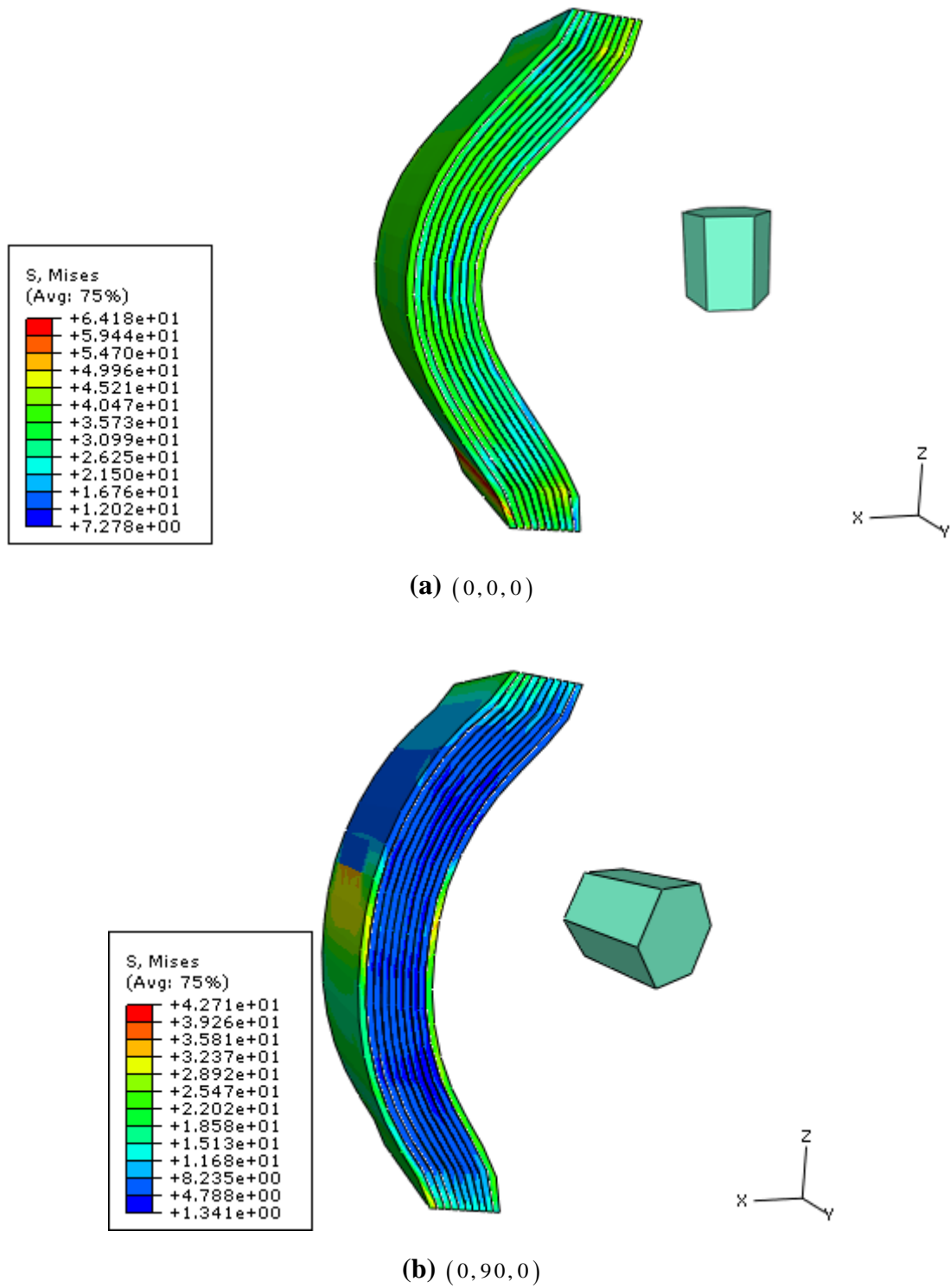
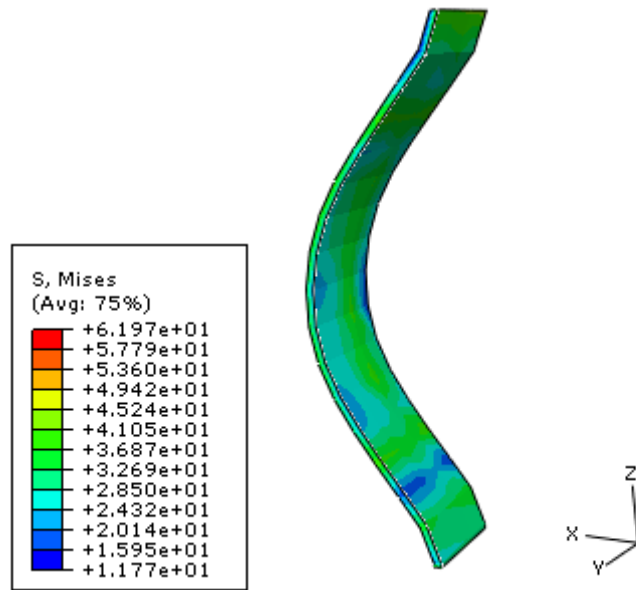
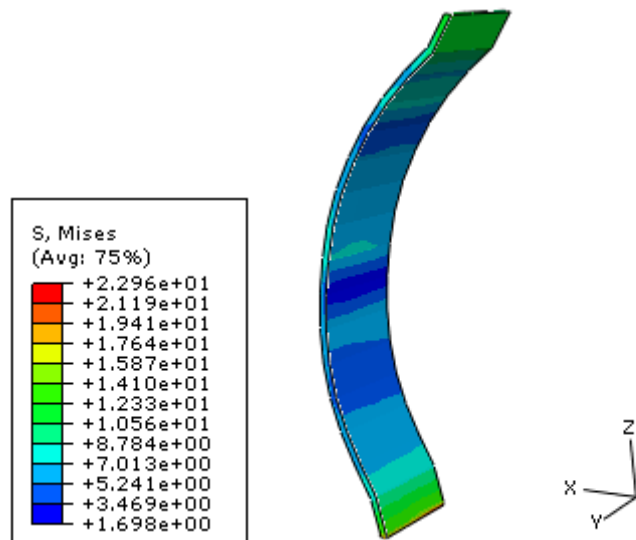


Figure V-16 : Distribution de la contrainte de von Mises pour deux orientations différentes de l'axe <c> par rapport à la direction de compression Z



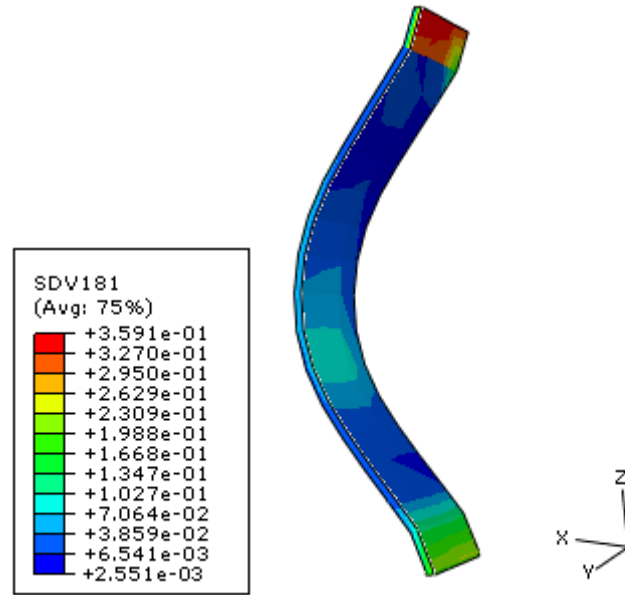
(a) (0, 0, 0)



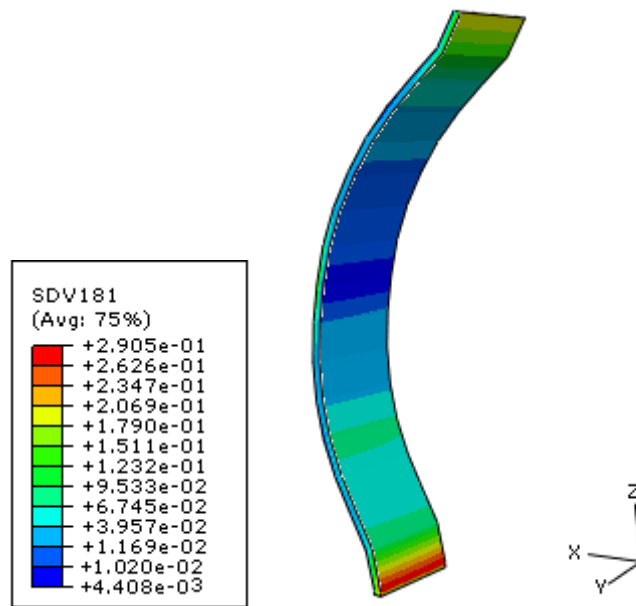
(b) (0, 90, 0)

**Figure V-17** : Distribution de la contrainte de von Mises sur une demi-plaque pour deux orientations différentes de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression Z

La **figure V-18** représente la distribution de la déformation cumulée totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  sur cette demi-plaque pour les deux orientations testées. Les résultats révèlent que le maximum de déformation se concentre dans les parties supérieure et inférieure de la demi-plaque à cause des conditions aux limites utilisées. Nous nous intéressons par la suite à la partie centrale de la demi-plaque.



(a) (0, 0, 0)



(b) (0, 90, 0)

**Figure V-18** : Distribution de la quantité de cisaillement cumulée totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  sur la demi-plaque pour les deux orientations d'étude

Quand l'axe <c> est parallèle à la direction de compression, nous observons que la déformation est plus intense dans la zone de plissement. Mais sa distribution est hétérogène et plus que nous nous éloignons de ces zones de compression, plus que la déformation s'atténue. Par contre, quand l'axe <c> est perpendiculaire à la direction de compression, la déformation

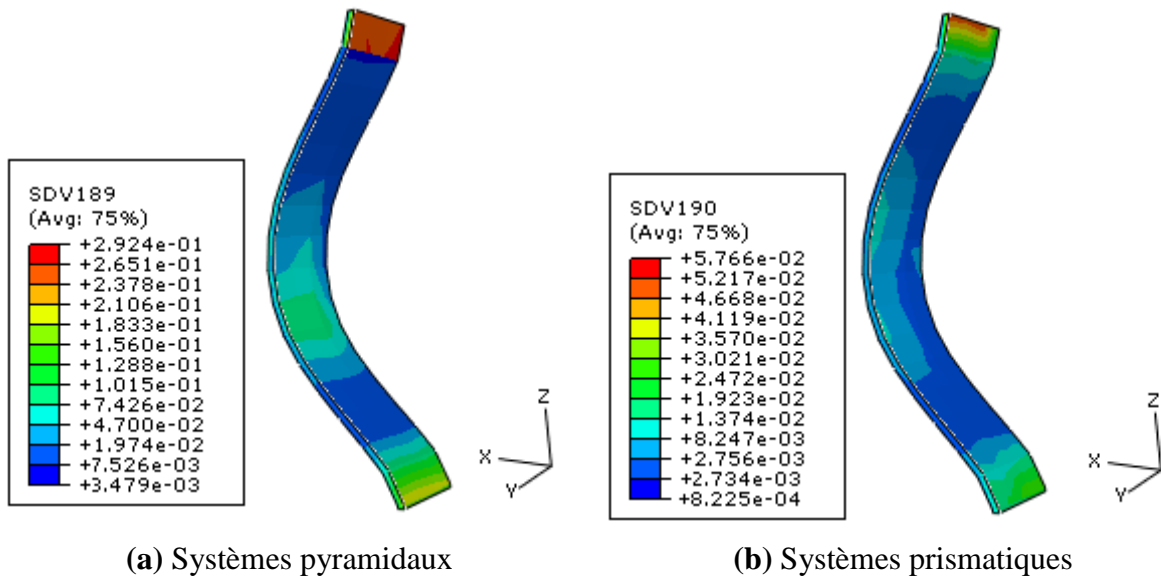


est plus faible dans cette zone et plus que nous éloignons de ces zones de compression, plus que la déformation se renforce.

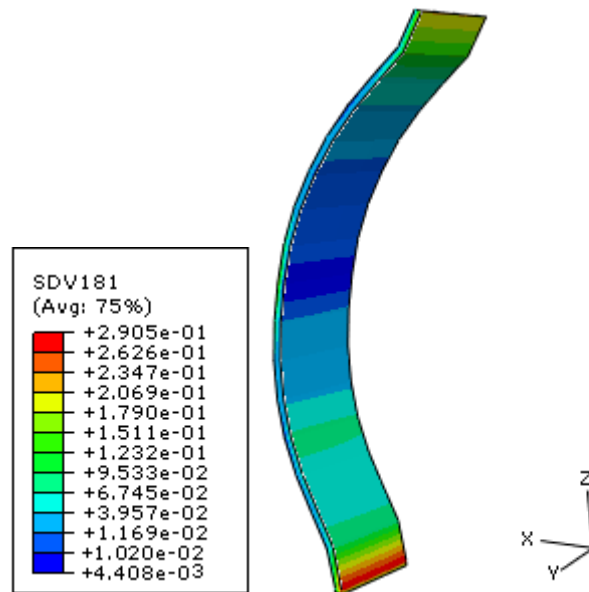
Intéressons nous maintenant aux contributions des différentes familles de systèmes de glissement à la déformation. Les **figures V-19** et **V-20** présentent la répartition de la quantité de cisaillement cumulée sur les familles de systèmes de glissement actifs (pyramidale et prismatique) sur la demi-plaque respectivement pour les orientations  $(0,0,0)$  et  $(0,90,0)$ .

Ces résultats révèlent que l'orientation  $(0,0,0)$  (axe  $\langle c \rangle$  parallèle à la direction de compression) favorise l'activation des systèmes pyramidaux avec une contribution importante à la déformation cumulée totale. Cependant, nous remarquons l'activation des systèmes prismatiques, quoiqu'ils contribuent faiblement à la déformation. Par contre, l'orientation  $(0,90,0)$  favorise l'activation d'une seule famille de systèmes de glissement avec une contribution importante à la déformation qui est la famille prismatique. Ceci malgré l'activation des systèmes de glissement pyramidaux qui ont une contribution négligeable. Nous observons également que ces deux orientations sont défavorables pour la famille de systèmes de glissement basale.

L'activation des systèmes de glissement prismatiques avec une contribution non négligeable à la déformation des lamelles quand l'orientation initiale des axes  $\langle c \rangle$  des plaques est parallèle à la direction de compression appelle une explication. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous avons vu que cette orientation est défavorable à cette famille de systèmes de glissement (contribution négligeable). Deux cas peuvent être envisagés : soit l'orientation cristalline a évolué au cours de la déformation, ce qui a permis à la cission résolue de la famille de systèmes de glissement prismatique de dépasser sa cission résolue critique (ce qui lui a permis de contribuer légèrement à la déformation) ou bien la pression appliquée perpendiculairement à l'axe  $\langle c \rangle$  des dix plaques, quoiqu'elle soit de faible amplitude, a permis d'augmenter la contribution de cette famille de systèmes de glissement.

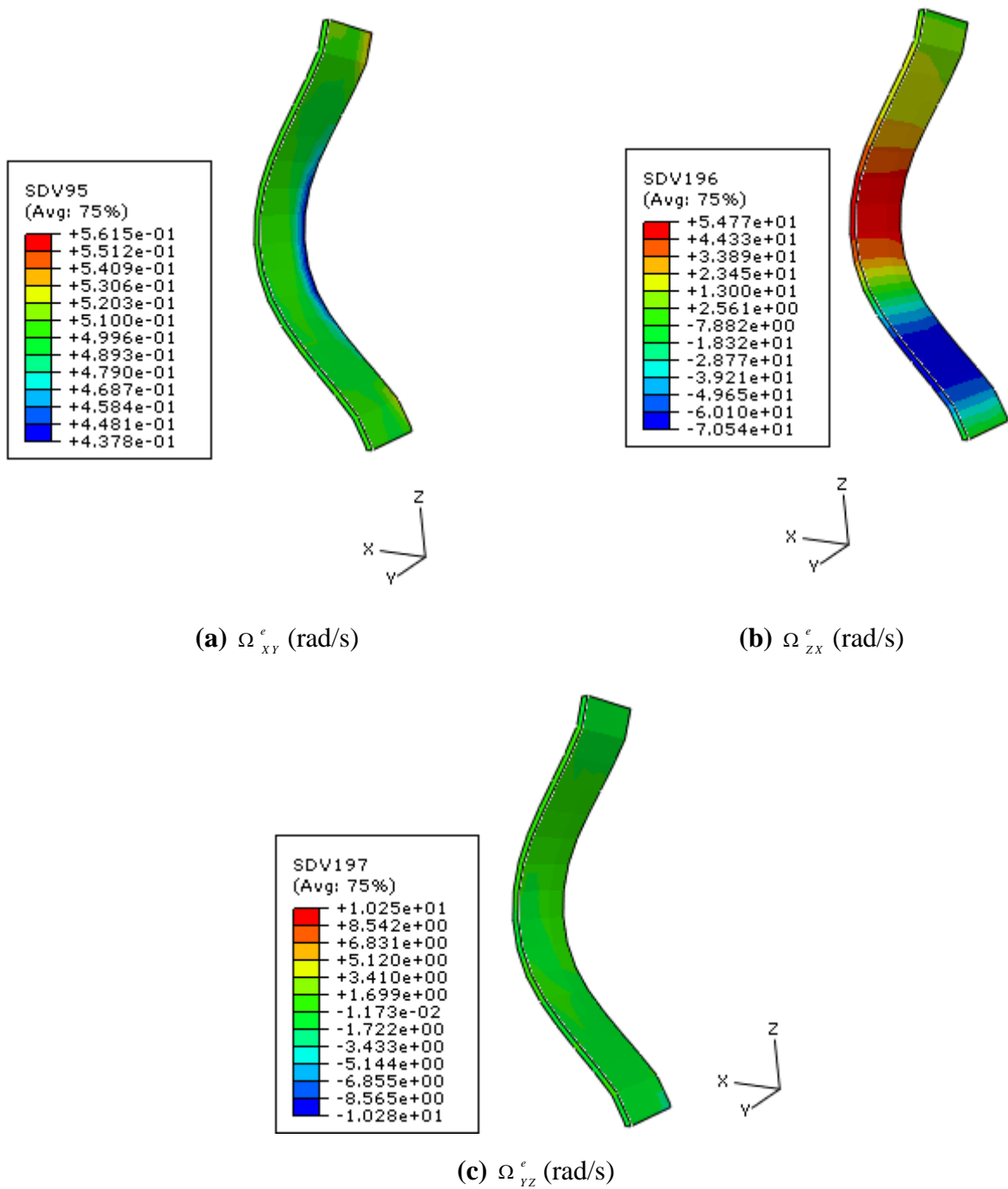


**Figure V-19 :** Distribution de la quantité de cisaillement cumulée totale  $\gamma_{cumul\acute{e}e}$  sur chaque famille de systèmes de glissement actifs pour l'orientation (0, 0, 0)



**Figure V-20 :** Distribution de la quantité de cisaillement cumulée  $\gamma_{cumul\acute{e}e}$  sur la famille de systèmes de glissement prismatique pour l'orientation (0, 90, 0)

La **figure V-21** présente la distribution des trois composantes de vitesse de rotation cumulée du réseau cristallin :  $\Omega_{xy}^e, \Omega_{zx}^e$  et  $\Omega_{yz}^e$  sur la demi-plaque relativement à l'orientation(0, 0, 0).

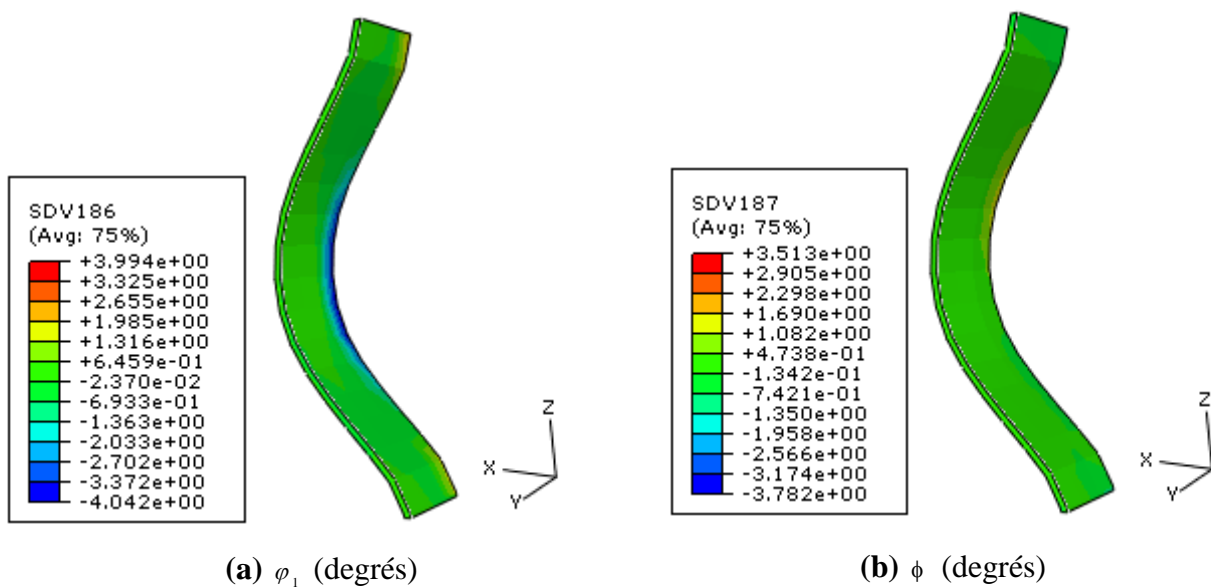


**Figure V-21** : Distribution des trois composantes de vitesse de rotation cumulée du réseau cristallin sur la demi-plaque

Il est clair que le plissement des plaques a engendré une rotation importante du réseau cristallin dans le plan (XZ). Par contre, les rotations dans les plans (ZX) et (YZ) sont faibles. L'évolution de l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression Z est décrite par la variation de l'angle  $\phi$  au cours de la déformation. Cette dernière dépend

fortement de la composante  $\Omega_{yz}^e$  (vitesse de rotation autour de la direction X) qui est faible dans ce cas et nous attendons donc à des faibles variations de l'angle  $\phi$ .

Les variations des deux angles d'Euler ( $\varphi_2 = 0$ ) ont été déterminées en fonction de ces trois composantes de rotation à travers l'équation (V-1) et les résultats sont donnés dans la **figure V-22**. Les résultats montrent que l'angle  $\phi$  a peu évolué au cours du plissement des plaques et l'orientation initiale est généralement conservée tout le long de celles-ci, ce qui est en accord avec les résultats expérimentaux selon lesquels le phénomène du plissement n'implique pas une modification d'orientation de l'axe <c> le long des lamelles.



**Figure V-22** : Distribution des deux angles d'Euler sur la demi-plaque

Ces résultats montrent que l'activation de la famille de systèmes de glissement prismatiques avec une contribution non négligeable n'est pas liée à l'évolution de l'orientation cristalline des plaques pour ce niveau d'amplitude de déformation ( $\Delta \bar{\epsilon} = 0,1$ ), mais est liée à la pression appliquée sur les dix plaques.

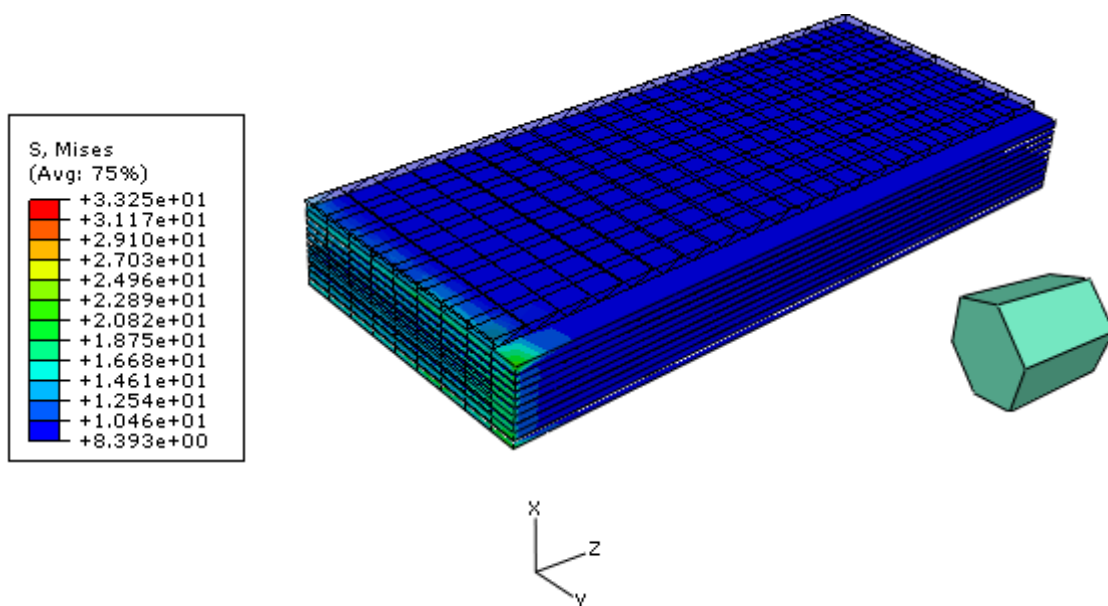
Les résultats obtenus montrent que quelque soit l'orientation de l'axe <c> des plaques par rapport à la direction de compression, les lamelles se plissent et il en résulte une forte hétérogénéité au niveau de la distribution de la déformation plastique à l'intérieur de la colonie, ce qui va induire une instabilité dans la structure et favorise ainsi l'apparition des bandes de cisaillement pour accommoder la déformation à l'intérieur de celle-ci.

### V.3.4.b Compression perpendiculaire au plan des plaques

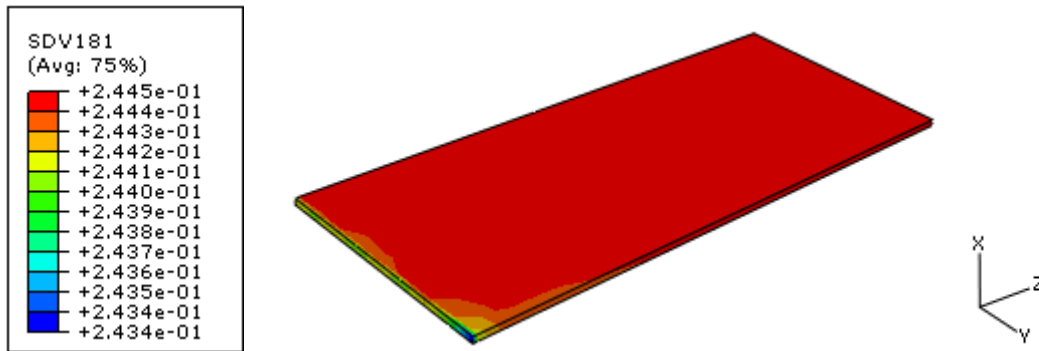
Dans ce cas, les plaques sont couchées selon la direction Z et le chargement s'effectue suivant la direction X. Nous nous limitons notre étude à une seule orientation  $(0, 0, 0)$ , où les axes  $\langle c \rangle$  des plaques sont orientés selon la direction (Z), c'est-à-dire perpendiculairement à la direction de compression X. La **figure V-23** présente la distribution des contraintes de von Mises sur les dix plaques à la fin de l'analyse, et à titre comparatif nous avons rajouté l'état non déformé à celui déformé. Il est clair que les contraintes sont faibles et distribuées d'une manière homogène. Une autre caractéristique remarquable est l'absence de phénomène de plissement. Nous observons plutôt un étalement suivant la direction (Y).

Comme dans le cas précédent, nous limitons notre étude à une seule plaque prise dans la partie centrale à fin d'éviter les perturbations dues aux conditions aux limites utilisées. La **figure V-24** présente la distribution de la quantité de cisaillement cumulée totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  sur la plaque. Au contraire du cas précédent, où les plans des plaques étaient parallèles à la direction de compression et les axes  $\langle c \rangle$  perpendiculaires à celle-ci (**figure V-18 (b)**), la distribution de  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  est plus homogène le long de la plaque.

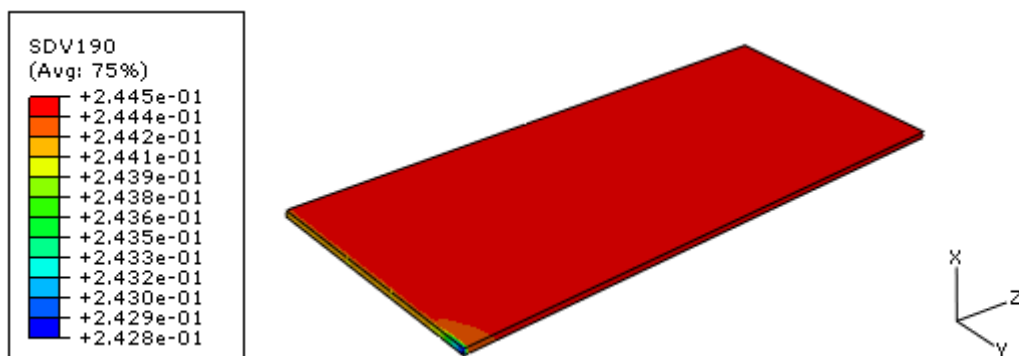
La **figure V-25** présente la distribution de la quantité de cisaillement cumulée sur la famille de systèmes de glissement prismatiques (la famille de systèmes de glissement basaux est désactivée) sur la plaque.



**Figure V-23** : Distribution des contraintes de von Mises dans le cas d'une compression perpendiculaire au plan des plaques



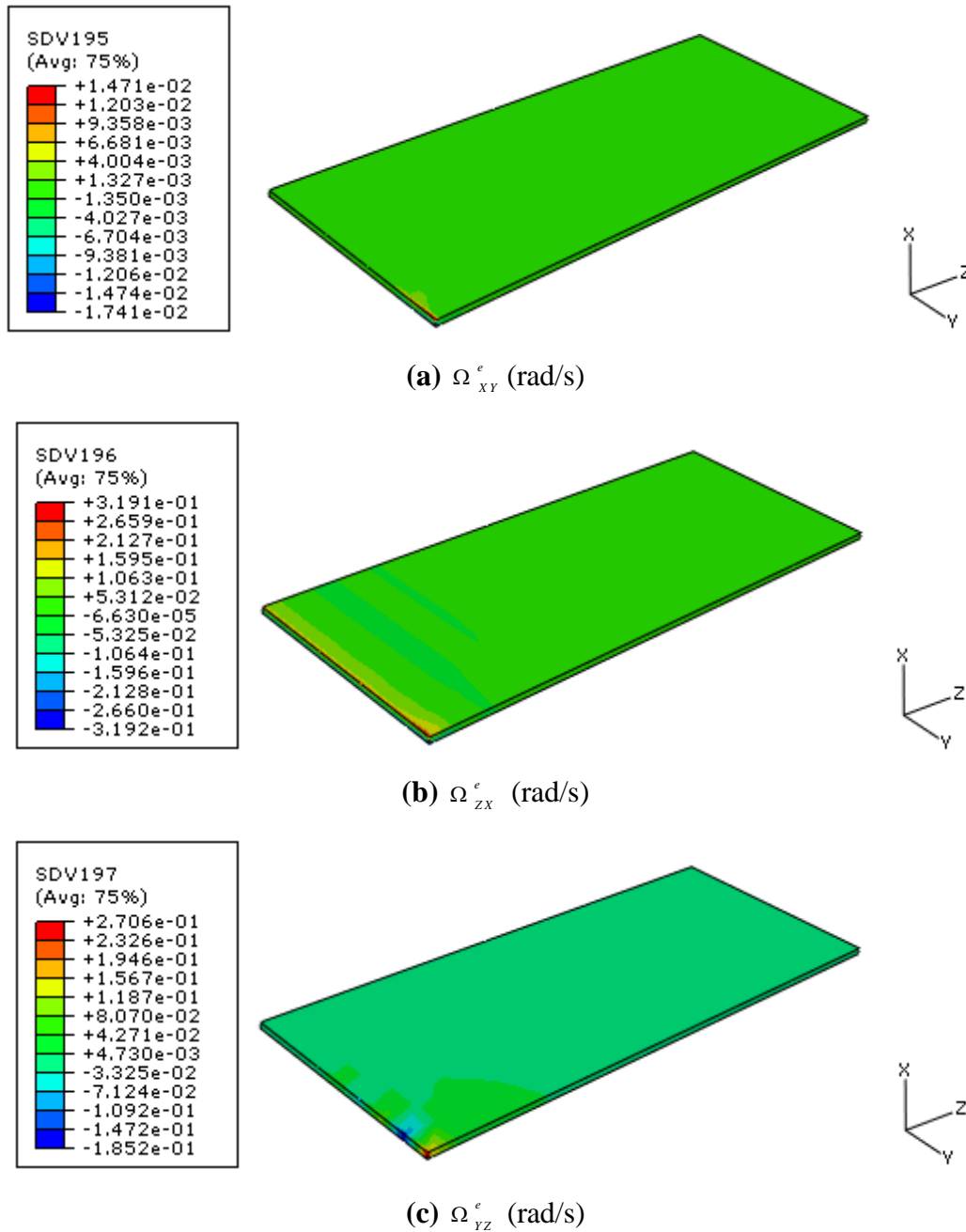
**Figure V-24 :** Distribution de la quantité de cisaillement cumulée totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  sur la plaque (cas d'une compression perpendiculaire au plan des plaques)



**Figure V-25 :** Distribution de la quantité de cisaillement cumulée sur la famille de systèmes de glissement prismatiques sur la plaque (cas d'une compression perpendiculaire au plan des plaques)

Les résultats révèlent que seuls les systèmes de glissement prismatiques contribuent à la déformation malgré l'activation des systèmes de glissement pyramidaux qui ont une contribution négligeable.

Passons maintenant à l'évolution de l'orientation cristalline au cours de la déformation. La **figure V-26** présente la distribution des trois composantes de vitesse de rotation cumulée du réseau cristallin :  $\Omega_{xy}^e$ ,  $\Omega_{zx}^e$  et  $\Omega_{yz}^e$  sur la plaque. Il s'avère que dans ce cas, l'orientation initiale du réseau cristallin est peu affectée au cours de la déformation et en conséquence l'orientation cristalline évolue peu.



**Figure V-46** : Distribution des trois composantes de vitesse de rotation cumulée du réseau cristallin sur la demi-plaque (cas d'une compression perpendiculaire au plan des plaques)

Les résultats ont permis de mettre en évidence l'effet produit par la compression d'une colonie perpendiculairement aux plans des lamelles qu'elle renferme. Dans ce cas, les lamelles ne se plissent pas mais ont tendance à s'étaler selon leur largeur (Y). La distribution de la quantité de cisaillement cumulée totale  $\gamma_{cumulée}^{totale}$  dans ce cas est homogène et l'orientation cristalline n'évolue pas. Seuls les systèmes de glissement prismatiques contribuent principalement à la déformation et la pression appliquée n'a pas permis aux autres familles de systèmes de glissement de contribuer à la déformation à cause de leurs grandes cissions

résolues critiques en comparaison avec celles des prismatiques, qui eux s'activent et contribuent légèrement à la déformation des lamelles sous l'effet de la pression dans la première configuration.

## **V.4 Conclusions**

Une loi de comportement élastoviscoplastique intégrant un modèle de plasticité cristalline a été programmée dans une subroutine Umat. Elle a été implantée par la suite dans le logiciel d'éléments finis ABAQUS dans le but de modéliser la déformation d'un monocristal de zirconium de structure hexagonale compacte sous l'effet d'une compression uniaxiale.

La modélisation a permis de mettre en évidence la dépendance de la réponse du monocristal à l'orientation de son axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression. De même, l'effet de cette dernière sur l'activation des différents systèmes de glissement a été analysé et discuté.

La modélisation d'un cycle de compression multiaxiale a permis d'expliquer la stabilisation de la contrainte observée sur les courbes contrainte-déformation après un certain nombre de cycles de compression. Les résultats ont montré que le changement de la direction de compression favorise d'une part l'activation d'autres familles de systèmes de glissement (qui n'avaient été pas activées pendant la compression précédente), d'autre part l'activation en sens opposé de certains systèmes de glissement (qui l'avaient été pendant les compressions précédentes mais fonctionnent maintenant dans l'autre sens). Ceci est lié au faible écrouissage observé après un certain nombre de cycles.

La modélisation de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles a permis de mettre en évidence le rôle de l'orientation des plans de ces lamelles par rapport à la direction de compression sur la fragmentation de la microstructure. Quand ces plans sont parallèles à la direction de compression, quelque soit l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$ , les lamelles se plissent. Ce dernier cas provoque une distribution hétérogène de la déformation en créant ainsi une source d'instabilité plastique qui favorise l'apparition des bandes de cisaillement. Ceci s'accompagne par une évolution limitée de l'orientation cristalline. La réaction de la matrice (pression appliquée) peut activer d'autres familles de systèmes de glissement (prismatique dans la première configuration). Ceci augmente la ductilité et améliore la fragmentation de la structure. Par contre, quand les plans de lamelles de la colonie sont perpendiculaires à la direction de compression (axe  $\langle c \rangle$  contenu dans les plans de lamelle), la déformation est homogène et l'orientation cristalline initiale des lamelles est conservée. Dans cette



configuration le nombre de systèmes de glissement est limité (trois systèmes prismatiques) ce qui va diminuer la ductilité du matériau. Le caractère homogène de déformation ne favorise pas l'apparition des bandes de cisaillement et des macles. Il en résulte une fragmentation moins marquée de la structure.

## Conclusions générales

Cette étude a permis de mettre l'accent sur les complexités liées à la caractérisation de la microstructure lamellaire du Zircaloy-4 trempé bêta sous l'effet d'une série de traitements thermomécaniques. Nous avons essayé dans ce travail de proposer une démarche expérimentale capable d'améliorer la globulisation de ce type de microstructure, en particulier celle des colonies de lamelles parallèles.

### Effet d'un traitement thermique en phase bêta sur la microstructure lamellaire du Zircaloy-4

Dans cette partie, l'effet de la taille de l'ancien grain bêta et de la vitesse de refroidissement sur la microstructure lamellaire a été quantifié. Nous avons vu que l'augmentation de la taille de l'ancien grain bêta, jusqu'à 1,6 mm, entraîne une croissance des colonies des lamelles parallèles et, pour des tailles supérieures à 2 mm, une prépondérance de la structure en vannerie.

Par la suite, l'effet de la vitesse de refroidissement a été étudié grâce à un essai Jominy adapté au Zircaloy-4. Ce dernier a permis de reproduire une large gamme de vitesses de refroidissement tout en maintenant le flux de chaleur unidirectionnel. Dans la gamme de vitesses ainsi reproduite, les microstructures résultantes ont été quantifiées. La microstructure obtenue après transformation, de type Widmanstätten, est constituée principalement par une structure en vannerie. Les résultats de la quantification ont montré que l'épaisseur des lamelles, la taille des colonies des lamelles parallèles et des précipités varient en sens inverse de la vitesse de refroidissement, au contraire de la dureté. La caractérisation de la texture après la transformation de phase  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  a révélé d'une part son indépendance par rapport à la vitesse de refroidissement et, d'autre part, un renforcement, signature d'un effet probable d'une texture en phase bêta et d'un phénomène de sélection des variants.

### Fragmentation de la microstructure lamellaire par compression multiaxiale

Dans cette partie, des essais de compression multiaxiale ont été réalisés sur le Zircaloy-4 à des températures allant de 550°C à 750°C. Une large gamme de vitesses a été étudiée (de  $10^{-3}$  à  $4s^{-1}$ ). Plusieurs pas de déformation ont été utilisés (0,2 0,4 0,5 et 0,6).

L'objectif est d'optimiser les paramètres thermomécaniques de l'essai dans le but de produire de petits grains. Ceci vise à contourner l'hétérogénéité microstructurale du Zircaloy-4 trempé bêta. L'étude comporte une caractérisation rhéologique et microstructurale.

Pour  $T = 550^{\circ}\text{C}$ , le comportement mécanique du Zircaloy-4 est caractérisé par un durcissement sur les courbes de contrainte-déformation. Il s'accompagne d'une évolution rapide de la texture et une évolution statique négligeable durant la phase de réchauffage et de maintien qui entrecoupe les écrasements. Par contre, pour des températures supérieures ( $650^{\circ}\text{C}$  et  $750^{\circ}\text{C}$ ), un adoucissement sur les courbes contrainte-déformation est observé quelle que soit la vitesse de déformation à partir de deuxième passe de compression. Il est lié au changement de la direction de compression qui entraîne une déformation partiellement réversible et occasionne une chute de la densité de dislocations. La contrainte se stabilise également après le premier cycle de compression multiaxiale s'il atteint une déformation cumulée de 1,2.

Après compression multiaxiale à une température de  $750^{\circ}\text{C}$  et une vitesse de  $0,1\text{s}^{-1}$ , nous observons que la microstructure de déformation est composée principalement par de gros grains avec une fraction élevée de sous-joints de faible désorientation. La multiplication du nombre de cycles entraîne une augmentation de la taille de la microstructure sous l'effet d'une évolution métadynamique rapide au cours de la phase de réchauffage et de maintien qui entrecoupe les écrasements. Elle s'accélère avec l'augmentation du pas de déformation. Par contre, après compression multiaxiale à une température de  $650^{\circ}\text{C}$  et une vitesse de  $0,1\text{s}^{-1}$ , la fragmentation de la microstructure est importante et celle-ci s'affine de façon continue avec la multiplication du nombre de cycles et le pas de déformation. Ceci provient d'une restauration statique importante durant le réchauffage et le maintien qui entrecoupe les écrasements. Il s'en suit une évolution de la sous-structure (sous-joints) et un affinement de la taille des grains.

L'augmentation de la vitesse de déformation permet d'améliorer la fragmentation de la microstructure et d'affiner fortement la taille de grains. Un changement de comportement du matériau au-delà d'une vitesse de  $1\text{s}^{-1}$  a été noté. Il peut être interprété comme le seuil où la recristallisation statique ou bien post-dynamique devient responsable de la fragmentation de la

microstructure, alors que le mécanisme qui prévalait à des vitesses moindres s'apparentait beaucoup plus à la recristallisation dynamique continue.

Un recuit à 750°C après un cycle de compression multiaxiale entraîne une augmentation de la taille des gros grains sous l'effet d'une recristallisation métadynamique de la microstructure. Il en résulte une migration rapide des joints de grains et par suite un grossissement des gros grains. Par contre, un recuit à 650°C a permis de fermer une partie des cristallites et de diminuer fortement la taille des grains à cause d'une restauration statique importante (évolution de la sous-structure) et une migration limitée des joints de grains.

### Modélisation micromécanique de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles sous l'effet d'une compression uniaxiale

Dans cette partie, une loi de comportement élastoviscoplastique intégrant un modèle de plasticité cristalline a été programmée dans une subroutine Umat. Elle a été implantée par la suite dans le logiciel d'éléments finis ABAQUS dans le but de modéliser la déformation d'un monocristal de zirconium de structure hexagonale compacte sous l'effet d'une compression uniaxiale.

La modélisation a permis de mettre en évidence la dépendance de la réponse du monocristal à l'orientation de son axe  $\langle c \rangle$  par rapport à la direction de compression. De même, l'effet de cette dernière sur la contribution de différentes familles de systèmes de glissement à la déformation cumulée totale du monocristal a été analysé et discuté.

La modélisation d'un cycle de compression multiaxiale a permis d'expliquer la stabilisation de la contrainte observée sur les courbes contrainte-déformation après un certain nombre de cycles de compression. Les résultats ont montré que le changement de la direction de compression favorise d'une part l'activation d'autres familles de systèmes de glissement (qui n'avaient été pas activées pendant la compression précédente), d'autre part l'activation en sens opposé de certains systèmes de glissement (qui l'avaient été pendant les compressions précédentes mais fonctionnent maintenant dans l'autre sens). Ceci est lié au faible écrouissage observé après un certain nombre de cycles.

La modélisation de la déformation d'une colonie de lamelles parallèles a permis de mettre en évidence le rôle de l'orientation des plans de ces lamelles par rapport à la direction de compression sur la fragmentation de la structure. Quand ils sont parallèles à la direction de compression, quelle que soit l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$ , les lamelles se plissent. Ce dernier cas provoque une distribution hétérogène de la déformation en créant ainsi une source

d'instabilité plastique qui favorise l'apparition des bandes de cisaillement. Ceci s'accompagne par une évolution limitée de l'orientation cristalline. La réaction de la matrice (pression appliquée) peut activer d'autres familles de systèmes de glissement (prismatique dans la première configuration). Ceci augmente la ductilité et améliore la fragmentation de la structure. Par contre, quand les plans de lamelles de la colonie sont perpendiculaires à la direction de compression (axe  $\langle c \rangle$  contenu dans les plans de lamelle), la déformation est homogène et l'orientation cristalline initiale des lamelles est conservée. Dans cette configuration le nombre de systèmes de glissement est limité (trois systèmes prismatiques) ce qui va diminuer la ductilité du matériau. Le caractère homogène de déformation ne favorise pas l'apparition des bandes de cisaillement et des macles. Il en résulte une fragmentation moins marquée de la structure.

### Perspectives

La thèse présentée ci-dessus constitue une étape dans l'effort poursuivi à Saint-Etienne sur l'évolution du Zircaloy-4 au cours des traitements thermomécaniques qui suivent sa trempe bêta. Cet effort a notamment été marqué par les thèses de Chauvy et Vanderesse, auxquelles il a été fait d'abondantes références.

Celles-ci ont fait progresser la connaissance de l'évolution microstructurale du matériau en cours de déformation, notamment en ce qui concerne les colonies de lamelles parallèles. Il fallait aussi commencer à explorer l'effet des variables qui définissent le procédé (trempe + travail dans le haut domaine alpha). Nous avons choisi de le faire en utilisant l'essai Jominy, puis la compression multiaxiale, puis en tentant une modélisation à base de plasticité cristalline.

Il y avait bien d'autres façons de le faire et il est facile d'imaginer des programmes qui aillent plus loin dans ces trois directions : étude systématique des temps de maintien dans le domaine bêta et des vitesses de refroidissement, effet de différents chemins de déformation (y compris de cisaillements) entrecoupés de recuits, recours à des descriptions numériques très fines du matériau (mécanique numérique). Nous nous contenterons ici d'indiquer quelques sujets d'étude qui s'inscrivent dans le prolongement du présent travail.

i) En ce qui concerne les conditions de trempe, une question intrigante est de savoir s'il est possible d'obtenir plus (et peut-être exclusivement) de panier tressé. Nous avons été mis sur trois pistes :

- l'essai Jominy tel que nous l'avons pratiqué crée un flux de chaleur unidimensionnel. Il favorise le panier tressé. Nous voudrions tester l'effet de la géométrie de l'écoulement thermique, par exemple en comparant avec des essais de trempe sur des échantillons sphériques (ou à défaut, des cylindres de hauteur voisine du diamètre),
- la littérature mentionne que les précipités nanométriques sont des sites propices à la germination de lamelles enchevêtrées. Poursuivre leur étude en microscopie électronique en transmission nous semblerait judicieux. Leur composition chimique est accessible, même si nous ne l'avons pas trouvée dans la littérature. Leur répartition est d'un intérêt direct pour nos préoccupations,
- la double trempe permet de faire grossir les grains sans augmenter outre mesure le temps de maintien. Or plus les grains sont gros, plus il y a de germination loin des joints de grains et moins de lamelles parallèles. Ces techniques de double trempe méritent une étude en soi.

ii) Pour poursuivre sur la compression multiaxiale, avec l'équipement dont nous disposons nous souhaiterions :

- compléter certains résultats de compression, notamment à 650°C ; explorer l'effet de la multiplication des cycles ; mieux caractériser la distribution des tailles de grains,
- procéder à l'analyse microstructurale sur toute une éprouvette, et pas seulement au centre, pour voir in-situ les effets de l'hétérogénéité de déformation (la température, elle, étant bien homogène),
- entreprendre une étude systématique de l'effet des recuits (remontée en température après une passe) et aussi d'un maintien en température post-dynamique (trempe ne suivant pas immédiatement la compression),
- faire varier le chemin de déformation : avec des éprouvettes cylindriques, tester l'effet de compressions réparties dans le plan radial, suivies d'une seule déformation dans le sens de l'axe.

Avec un équipement autre, par exemple avec une machine Gleeble, il serait possible de s'affranchir de certaines conséquences des remontées en température et nous pourrions isoler l'effet du changement de direction de compression. Peut-être verrions-nous l'optimum de raffinement des grains se déplacer vers 750°C.

iii) En ce qui concerne la modélisation, l'outil constitué d'un code d'éléments finis (ABAQUS) et d'une sub-routine de plasticité cristalline (Umat) nous paraît adapté à l'échelle mésoscopique qui est la nôtre.

Il convient tout d'abord d'aller jusqu'au bout de notre tentative en :

- étudiant la sensibilité des résultats au maillage,
- faisant varier continûment la position de l'axe  $\langle c \rangle$ , dans l'étude du monocristal comme celle des lamelles. Il est aussi souhaitable d'évaluer l'effet, a priori moindre, de la position des axes  $\langle a \rangle$  par rapport à la direction de compression,
- adaptant le programme à la prise en compte du maillage (fraction et orientation cristallographique).

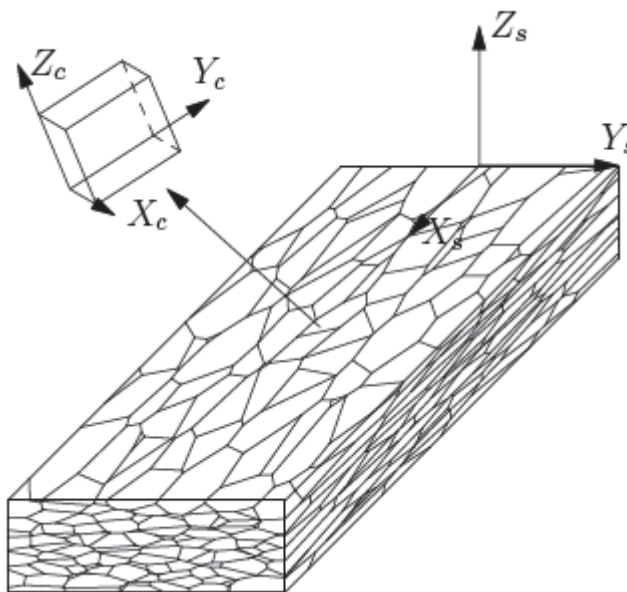
Ce que nous visons, c'est comprendre ce qui se passe dans un volume approximativement monocristallin comme une colonie lorsque la sollicitation active, désactive, active dans deux sens les systèmes de glissement (une étude analytique peut d'ailleurs corroborer les résultats des éléments finis).

Mais surtout, il faudra essayer de schématiser les conditions aux limites qui s'appliquent à une colonie de lamelles, au-delà de l'encastrement sur une phase allotriomorphe avec pression homogène sur les côtés présenté ici : le but étant d'obtenir une typologie de comportements en fonction de l'environnement immédiat de la colonie qui transmet de façon non uniforme l'effort de compression appliqué à l'ensemble de la pièce.

# Annexe : Caractérisation de l'orientation cristallographique

## A-1 Repère global (macroscopique) et local (cristallographique)

Le repère global ou macroscopique est un repère lié à l'échantillon. Sa base représentative, notée  $(X_s, Y_s, Z_s)$  (**figure A.1**), est orthonormée directe. Dans le cas d'un matériau laminé, il est supposé aligné avec les directions de laminage (DL), direction transverse (DT) et direction normale (DN). Par contre, le repère local ou cristallographique est celui dans lequel sont définis les tenseurs des propriétés physiques des cristaux. Sa base représentative, notée  $(X_c, Y_c, Z_c)$  (**figure A.1**), est orthonormée directe.



*Figure A.1* : Définition des différents repères matériau

## A-2 Matrice de changement de repère et définitions des angles d'Euler

Pour accommoder la déformation, les grains changent d'orientation. Afin d'étudier l'évolution de la texture globale du matériau, il faut définir leur orientation par rapport au repère global. Cette orientation est décrite par une matrice de passage  $g$  composée par les

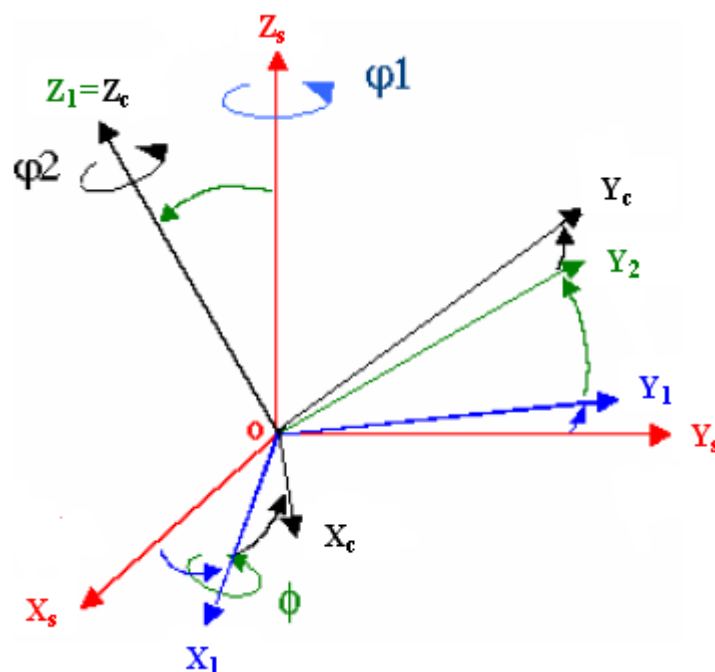


cosinus directeurs des vecteurs constituant la base locale dans la base globale. Ainsi, les vecteurs de la base locale s'écrivent dans la base globale selon la relation suivante :

$$\begin{pmatrix} X_c \\ Y_c \\ Z_c \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} X_s \\ Y_s \\ Z_s \end{pmatrix}$$

D'une façon générale, cette matrice de passage peut être écrite avec trois angles de d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  (selon la convention de Bunge) qui représentent un ensemble de trois rotations qui permettent d'amener le repère global en coïncidence avec le repère du cristal (**Figure A.2**). Ces 3 angles d'Euler sont définis de la façon suivante :

- $\varphi_1$  ( $0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$ )    Rotation autour de  $Z_s$  ( $Z_s, Y_s, X_s \rightarrow Z_s, Y_1, X_1$ )
- $\phi$  ( $0 \leq \phi \leq \pi$ )        Rotation autour de  $X_1$  ( $Z_s, Y_1, X_1 \rightarrow Z_c, Y_2, X_1$ )
- $\varphi_2$  ( $0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$ )    Rotation autour de  $Z_c$  ( $Z_c, Y_2, X_1 \rightarrow Z_c, Y_c, X_c$ )



**Figure A.2** : Représentation de l'orientation cristallographique par les angles d'Euler

La matrice de passage  $g(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  s'écrit alors sous la forme suivante :

$$g = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \phi & -\cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{pmatrix}$$

Avec:  $\phi = a \cos(g_{33})$

$$- \text{Si } \phi > 0, \left\{ \begin{array}{l} \varphi_1 = a \tan \left( \frac{g_{31}}{-g_{32}} \right) \\ \varphi_2 = a \tan \left( \frac{g_{13}}{g_{23}} \right) \end{array} \right\}$$

$$- \text{Si } \phi = 0, \left\{ \begin{array}{l} \varphi_1 = a \tan \left( \frac{g_{12}}{g_{11}} \right) \\ \varphi_2 = 0 \end{array} \right\}$$

---

## Bibliographie

- [AAD12] Y. BEN AMMAR, A. AOUIFI, M. DARRIEULAT: Influence of the cooling rate on the texture and the microstructure of Zircaloy-4 studied by means of a Jominy end-quench test ". *Materials Science and Engineering A*, 10: 184-193, 2012.
- [AHS82] R. W. ARMSTRONG, J. E. HOCKETT, O. D. SHERBY: Large strain multidirectional deformation of 1100 aluminium at 300 K. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 30: 37-58, 1982.
- [Akh73a] A. AKHTAR: Basal slip in zirconium. *Acta Metallurgica*, 21: 1-11, 1973.
- [Akh73b] A. AKHTAR: Compression of zirconium single crystals parallel to the c-axis. *Journal of Nuclear Materials*, 47: 1-11, 1973.
- [Akh75] A. AKHTAR: Prismatic slip in zirconium single crystals at elevated temperatures. *Metallurgical Transactions*, 6A, 1217-1222, 1975.
- [Amm09] Y. Ben AMMAR: Déformation à chaud du Zircaloy-4. Master, École Nationale Supérieure des Mines (Saint-Etienne), 2009
- [AN85] R.J. ASARO, A. NEEDLEMAN: Texture development and strain hardening in rate-dependent polycrystals. *Acta Metallurgica*, 33: 923-953, 1985.
- [Ana82] L. ANAND: Constitutive equations for the rate-dependent deformation of metals at elevated temperatures, *Journal of Engineering Materials and Technology*, *Transactions of the American Society Of Mechanical Engineers*, 104: 12-17, 1982.
- [Ana92] L. ANAND: Rate dependent crystal plasticity: user material subroutine to be used with ABAQUS v5.8, 1992.

- [Ana04]** L. ANAND: Single-crystal elasto-viscoplasticity: Application to texture evolution in polycrystalline metals at large strains. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 193(48-51): 5359-5383, 2004.
- [AR77]** R.J. ASARO, J.R. RICE: Strain localization in ductile single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 25: 309-338, 1977.
- [AR88]** T. AHMED, H. J. RACK: Phase transformation during cooling in  $\alpha + \beta$  titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, 243: 206-211, 1998.
- [Arg]** <http://www.insc.anl.gov/matprop/zircaloy/>.
- [Asa79]** R.J. ASARO: Geometrical effects in the inhomogeneous deformation of ductile single crystals. *Acta Metallurgica*, 27: 445-453, 1979.
- [Asa83a]** R.J. ASARO: Crystal plasticity. *Journal of Applied Mechanics*, 50: 921-934, 1983.
- [Asa83b]** R.J. ASARO: Micromechanics of crystals and polycrystals. *Advances in Applied Mechanics*, 23: 1-115, 1983.
- [AT71]** A. AKHTAR, A. TEGHTSOONIAN: Plastic deformation of zirconium single crystals. *Acta Metallurgica*, 19: 655-663, 1971.
- [Atk88]** H. V. ATKINSON: Theories of normal grain growth in pure single phase systems. *Acta Metallurgica*, 36: 469-491, 1988.
- [Avi68]** B. AVITZUR: *Metal Forming: Processes and Analysis*. McGraw-Hill Book Company, New York, 77-81, 1968.
- [Ban85]** N. V. BANGARU: An investigation of the microstructures of heat treated Zircaloy-4. *Journal of Nuclear Materials*, 131(2-3): 280-290, 1985.

- [BGMS98]** A. BELAYKOV, W. GAO, H. MIURA, T. SAKAI: Strain-induced grain evolution in polycrystalline copper during warm deformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29: 2957-2965, 1998.
- [BH51a]** J.F.W. BISHOP, R. HILL: A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses. *Philosophical Magazine*, 42: 414-427, 1951.
- [BH51b]** J.F.W. BISHOP, R. HILL: A theoretical derivation of the plastic properties of a polycrystalline face-centred metal. *Philosophical Magazine*, 42:1298-1307, 1951.
- [BKPE04]** S.R. BARRABES, M.E. KASSNER, M.T. PEREZ-PRADO, E. EVANGELISTA: Geometric dynamic recrystallization in alpha Zirconium at elevated temperatures. *Materials Science Forum*, 467-470 : 1145-1150, 2004.
- [BMC05]** P. BARBERIS, F. MONTHEILLET, C. CHAUVY: Variant selection in Zr alloys: How many variants generated from one beta grain ? In C. Esling, M. Humbert, R. A. Schwarzer and F. Wagner: editors, *Texture and Anisotropy of Polycrystals II - Proceedings of the International Conference on Texture and Anisotropy of Polycrystals (ITAP 2)*, Trans Tech Publications, 105 : 133-138, 2005.
- [Bro94]** M. BRACATO : Un modèle thermo-mécanique de polycristal pour l'étude des bandes de cisaillement. Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, 1994.
- [BS02]** T. R. BIELER, S. L. SEMIATIN: The origins of heterogeneous deformation during primary hot working of ti-6al-4v. *International Journal of Plasticity*, 18(9):1165-1189, 2002.
- [BSMK00]** A. BELAYKOV, T. SAKAI, H. MIURA, R. KAIBYSHEV: Strain-induced submicrocrystalline grains developed in austenitic stainless steel

- under severe warm deformation. *Philosophical Magazine Letters*, 80: 711-718, 2000.
- [BSMT01]** A. BELAYKOV, T. SAKAI, H. MIURA, K. TSUZAKI: Grain refinement in copper under large strain deformation. *Philosophical Magazine Letters*, 81: 2629-2643, 2001.
- [BTMS03]** A. BELAYKOV, K. TSUZAKI, H. MIURA, T. SAKAI: Effect of initial microstructures on grain refinement in a stainless steel by large strain deformation. *Acta Materialia*, 51: 847-861, 2003.
- [Bur34]** W. G. BURGERS: On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of Zirconium. *Physica I*, 36:561-586, 1934.
- [CA87]** D. CHARQUET, E. ALHERITIERE: Influence of impurities and temperature on the microstructure of Zircaloy-2 and Zircaloy-4 after the beta to alpha phase transformation. In R. Adamson et L. van Swam editors: *Seventh International Symposium: Zirconium in Nuclear Industry*, ASTM STP 939, page 284. ASTM, 1987.
- [CBC95]** J. CREPIN, T. BRETHERAU, D. CALDEMAISON: Plastic deformation mechanisms of beta treated Zirconium. *Acta Metallurgica*, 43: 3709-3719, 1995.
- [CBCB<sup>+</sup>97]** J. CREPIN, T. BRETHERAU, D. CALDEMAISON, A. BARBU, G. JAZKIETRWITCZ: Microstructural study of  $\beta$  treated grade 702 zirconium. Scanning electron microscopy and transmission electron microscopy, complementarity of two observational scales. *Journal of Materials Science*, 32: 4841-4846, 1997.
- [CBM06]** C. CHAUVY, P. BARBERIS, F. MONTHEILLET: Microstructure transformation during warm working of  $\beta$ -treated lamellar Zircaloy-4 within

- the upper  $\alpha$ -range. *Materials Science and Engineering A*, 431(1-2):59-67, 2006.
- [CDM02]** C. CHOVET, C. DESRAYAUD, F. MONTHEILLET : A mechanical analysis of the plane strain channel-die compression test: friction effects in hot metal testing. *International Journal of Mechanical Sciences*, 44: 343-357, 2002.
- [Cha98]** D. CHARQUET: Microstructure and properties of Zirconium alloys in the absence of irradiation. Nuclear industry, Toronto, ASTM, pages 3-14, 1998.
- [Cha04]** C. CHAUVY: Traitements thermomécaniques dans le haut domaine alpha du Zircaloy-4 trempé-bêta. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines (Saint-Etienne) - Université Jean Monnet (Saint-Étienne), 2004.
- [Cha10]** A. CHAPUIS : Etude des mécanismes contrôlant la déformation du magnésium à chaud. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines (Saint-Etienne) - Université Jean Monnet (Saint-Étienne), 2010.
- [Cox61]** B. COX: Recent developments in Zirconium alloys corrosion technology. *Progress in nuclear energy*, 4:255-261, 1961.
- [Cré95]** J. CREPIN: Étude des mécanismes de déformation et d'endommagement du Zirconium grade 702 traité bêta. Thèse de doctorat, École Polytechnique, 1995.
- [CWST<sup>+</sup>09]** P.C.COLLINS, B.WELK, T. SEARLES, J. TILEY, J.C. RUSS, H.L. FRASER: Development of methods for the quantification of microstructural features in  $\alpha+\beta$ -processed  $\alpha/\beta$  titanium alloy. *Materials Science and Engineering A*, 508: 174-182, 2009.
- [DA10]** M. DARRIEULAT, Y. B. AMMAR: Modélisation du plissement des lamelles d'un alliage métallique hexagonal. In *Matériaux 2010-Nantes*, France, Octobre 2010.

- [Dal07]** Y. DALI: Etude expérimentale de l'oxydation des alliages de Zirconium à haute pression de vapeur d'eau et modélisation des mécanismes. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines, Saint-Etienne, 2007.
- [Dew04]** N. DEWOBROTO; "Etude de l'évolution de texture pendant la recristallisation et la croissance de grains d'alliages de titane et de zirconium"; Thèse de doctorat, Université de Metz, 2004.
- [Doh97]** R.D. DOHERTY: Recrystallization and texture. *Progress in Material Science*; 42(1-4):39-58, 1997.
- [DR02]** L. DUPUY, E.F. RAUCH: Deformation paths related to equal channel angular extrusion. *Materials Science and Engineering A*, 337: 241-247, 2002.
- [DRD06]** C. DESRAYAUD, S. RINGEVAL, J. DRIVER: A novel high straining process for bulk materials- The development of a multipass forging system by compression along three axes. *Journal of Materials Processing technology*, 172: 152-158, 2006.
- [FPE90]** J. J. FUNDENBERGER, M. J. PHILIPPE, C. ESLING: Mechanical twinning at high temperatures in some hexagonal alloys. *Scripta Metallurgica and Materialia*, 24(7):1215-1220, 1990.
- [FR64]** E. S. FISCHER, C. J. RENKEN: Single-crystal elastic moduli and the hcp→bcc transformation in Ti, Zr and Hf. *Physical Review*, 135 (2A): 482-494, 1964.
- [FZ91]** P. FRANCIOSI, A. ZAOUI: Crystal hardening and the issue of uniqueness. *International Journal of Plasticity*, 7: 295-311, 1991.
- [Gau09]** B. GAUDOUT: Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2009.



- [GFL12]** D. G. BONIN, C. FOURNEL, C. LIXI: Coefficient d'échange thermique d'un alliage métallique au contact d'un jet d'eau. Rapport interne, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 2012.
- [Ger07]** F. GERSPACH : Mécanismes d'évolution de texture au cours du recuit d'alliages de zirconium et de titane. Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine, Metz, 2007.
- [GGHC<sup>+</sup>02]** N. GEY, E. GAUTIER, M. HUMBERT, A. CERQUEIRA, J. L. BECHADE, P. ARCHAMBAULT: Study of the  $\alpha/\beta$  phase transformation of Zy-4 in presence of applied stresses at heating: analysis of the inherited microstructures and textures. *Journal of Nuclear Materials*, 302(2-3):175-184, 2002.
- [GH02]** N. GEY, M. M. HUMBERT: Characterization of the variant selection occurring during the  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  phase transformations of a cold rolled titanium sheet. *Acta Materialia*, 50(2):277-287, 2002.
- [GHGB04]** N. GEY, M. HUMBERT, E. GAUTIER, J. L. BECHADE: Study of the  $\beta \rightarrow \alpha$  variant selection for a Zircaloy-4 rod heated to the  $\beta$  transus in presence or not of an axial tensile stress. *Journal of Nuclear Materials*, 328: 137-145, 2004.
- [GHPC96]** N. GEY, M. HUMBERT, M. J. PHILIPPE, Y. COMBRES: Investigation of the alpha and beta texture evolution of hot rolled Ti-64 products. *Materials Science and Engineering A*, 219: 80-88, 1996.
- [GM03]** S. GOURDET, F. MONTHEILLET: A model of continuous dynamic recrystallization, *Acta Materialia*, 51: 2685-2699, 2003.
- [HB07]** J.S. HINTON et J.H. BEYNON : Restoration processes during hot deformation in the  $\delta$ -ferrite and austenite dual phase region of AISI430 ferritic stainless steel. *Iron and Steel Institute of Japan International*, 47: 1465-1474, 2007.

- 
- [HH04]** F. HUMPHREYS, M. HATHERLY: Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Elsevier, 2004.
- [HHW07]** D. HU, A.J. HUANG, X. WU: On the massive phase transformation regime in TiAl alloys: the alloying effect on massive/lamellar competition. *Intermetallics*, 15: 327-332, 2007.
- [Hil66]** R. HILL: Generalized constitutive relations for incremental deformation of metal crystals by multislip. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 14: 95-102, 1966.
- [HKL99]** H. S. HONG, S. J. KIM, K. S. LEE: Effect of Oxygen content on the beta quenched microstructure of modified Zircaloy-4. *Journal of Nuclear Materials*, 265(1-2): 108-11, 1999.
- [HKS97]** ABAQUS/ Standard: version 6.7, user's guide and theoretical manual, Habbitt, Karlsson and Serenson, Inc. Dassault Systèmes, 1997.
- [Hol70]** R. A. HOLT : The beta to alpha phase transformation in Zircaloy-4. *Journal of Nuclear Materials*, 35(3): 322-334, 1970.
- [Hut76]** J. W. HUTCHINSON: Bounds and self consistent estimates for creep of polycrystalline materials. *Proceedings of the Royal Society of London, Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 348: 101-127, 1976.
- [Hua91]** Y. HUANG: A user- material subroutine incorporating single crystal plasticity in the ABAQUS finite element program. Division of Applied Sciences report, Harvard University, Cambridge, 1991.
- [IAE06]** Thermophysical properties database of materials for light water reactors and heavy water reactors. Rapport technique IAEA-TECDOC-1496, International Atomic Energy Agency, 2006.

- 
- [JB39]** W. E. JOMINY, A. L. BOEGEHOLD: A hardenability test for carburizing steels. *ASM Transactions*, 27(12): 574-599, 1939.
- [KBA92]** S. R. KALIDINDI, C. A. BRONKHORST, L. ANAND: Crystallographic texture evolution in bulk deformation processing of FCC metals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 40: 537-69, 1992.
- [Ker00]** N. KERROUAULT : Fissuration à chaud en soudage d'un acier inoxydable austénitique. Thèse de doctorat, Ecole Centrale des Arts et Manufactures, Paris, 2000.
- [KRTS<sup>+</sup>84]** A. KORBEL, V. S.RAGHUNATHAN. D. TEIRLINCK, W. SPITZIG, O. RICHMOND, J. D. EMBURY: A structural study of the influence of pressure on shear band formation, *Acta Metallurgica*, 32 (4): 511-519, 1984
- [KSGS03]** R. KAIBYSHEV, O. SITDIKOV, A. GOLOBORODKO, T. SAKAI: Grain refinement in as-cast 7475 aluminium alloy under hot deformation. *Materials Science and Engineering A*, 344: 348-365, 2003.
- [KW67]** U. F. KOCKS, D. G. WESTLAKE: The importance of twinning for the ductility of hcp polycrystals. *Transactions of The Metallurgical Society of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers*, 239: 1107-1109, 1967.
- [KZO78]** M. B. KANCHI, O. C. ZIENKIEWICZ, D. R. J. OWEN: The visco-plastic approach to problems of plasticity and creep involving geometric non-linear effects. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 12:169-181, 1978.
- [Lee69]** E.H. LEE: Elastic-plastic deformation at finite strains. *Journal of Applied Mechanics*, 36: 1-6, 1969.

- [Lee04]** E. LEE: Microstructure evolution and microstructure/mechanical property relationships in  $\alpha + \beta$  Titanium alloys. Dissertation, The Ohio State University, 2004.
- [Lif62]** I. M. LIFSHITZ, Soviet Physics JETP 15: 939, 1962.
- [Lim08]** S. M. LIM: Caractérisation et modélisation des microstructures et des textures d'alliages ferritiques en grande déformation : genèse d'alliages à grains ultrafins. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Saint-Etienne-Université de Jean Monnet Saint Etienne, 2008.
- [LK55]** B. LUSTMANN, F. KERZE: The metallurgy of Zirconium. Mac Graw-Hill, Book Company, 1955.
- [LL79]** F. W. LING, D. E. LAUGHIN: The kinetics of transformation in Zn-Al superplastic alloys. Metallurgical Transactions A, 10 A: 921-928, 1979.
- [LLAR<sup>+</sup>02]** P. Le MASSON, T. LOULOU, E. ARTIOUKHINE, P. ROGEON, D. CARRON, J. J. QUEMENER : A numerical study for the estimation of a convection heat transfer coefficient during a metallurgical "Jominy end-quench" test. International Journal of Thermal Sciences, 41(6):517-527, 2002.
- [Log99]** R. LOGE: Influence des conditions thermomécaniques et de la microstructure sur les évolutions de texture cristallographique du Zircaloy-4 en mise en forme à chaud. Thèse de doctorat, École des Mines de Paris, 1999.
- [LTME09]** R. LAPOVOK, L. S. TOTH, A. MOLINARI, Y. ESTRIN: Strain localisation patterns under equal-channel angular pressing. Journal of the Mechanics and physics of Solids, 57: 122-136, 2009.
- [LSCP+00]** R. E. LOGE, J. W. SIGNORELLI, Y. B. CHASTEL, M.Y. PERRIN, R. A. LEBENSOHN: Sensitivity of alpha-Zr4 high temperature deformation

textures to the beta-quenched precipitate structure and to recrystallization: application to hot extrusion. *Acta Materialia*, 48: 3917-3930, 2000.

- [LWDM07]** S. M. LIM, M. EI WAHABI, C. DESRAYAUD, F. MONTHEILLET: Microstructural refinement of an Fe-C alloy within the ferritic range via two different strain paths. *Materials Science and Engineering A*, 460-461: 532-541, 2007.
- [MA87]** E. S. MENON, H. I. AARONSON: Morphology, crystallography and kinetics of sympathetic nucleation. *Acta Metallurgica*, 35: 549-563, 1987.
- [Mas07]** A. R. MASSIH: Review of experimental data for modeling lwr fuel cladding behaviour under loss of coolant accident conditions. *Rapport technique 2007:14*, Swedish Nuclear Power Inspectorate, SKI, 2007.
- [MAWD<sup>+</sup>03]** A. R. MASSIH, T. ANDERSSON, P. WITT, M. DAHLBÄCK, M. LIMBACK: Effect of quenching rate on the  $\beta$ -to- $\alpha$  phase transformation structure in Zirconium alloy. *Journal of Nuclear Materials*, 322(2-3): 138-151, 2003.
- [MC68]** D. MILLS, G. B. CRAIG: The plastic deformation of zirconium-oxygen alloy single crystals in the range 77 to 950 K, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 242: 1881-1889, 1968.
- [MDLA<sup>+</sup>06]** A. R. MASSIH, M. DAHLBÄCK, M. LIMBÄCK, T. ANDERSSON, B. LEHTINEN: Effect of beta-to-alpha phase transition rate on corrosion behaviour of Zircaloy. *Corrosion Science*, 48:1154-1181, 2006.
- [MHZ96]** N. MATSUURA, G. HOOD, H. ZOU: The correspondence between self-diffusion properties and melting temperatures for alpha-Zr and alpha-Ti. *Journal of Nuclear Materials*, 238: (260-263), 1996.

- [MJ04] A. R. MASSIH, L. O. JERNKVIST: Phase ordering under quenching: a case of Zr-alloy. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 65: 1193-1198, 2004.
- [MMY82] Y. MINONISHI, S. MOROZUMI, H. YOSHINAGA:  $\{11\cdot22\}\langle-1\cdot123\rangle$  slip in Ti. *Scripta Metallurgica*, 16: 427-430, 1982.
- [MN85] X. Y. MENG, D. O. NORTHWOOD: Intermetallic precipitates in Zircaloy-4. *Journal of Nuclear Materials*, 132: 80-87, 1985.
- [MON05] F. MONTHEILLET: Moving grain boundaries during hot deformation of metals: dynamic recrystallization. *Moving interfaces in crystalline solids* (CISM International Centre for Mechanical Sciences, N° 453), Eds. F.D Fischer, E. Schmid, 2005.
- [MR64] J. L. MARTIN, R. E. REED-HILL: A study of basal slip kink bands in polycrystalline Zr. *Transactions of The Metallurgical Society of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers*, 230 : 780-785, 1964.
- [IWHN<sup>+</sup>96] Y. IWAHASHI, J. WANG, Z. HORITA, M. NEMOTO, T. G. LANGDON : Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia*, 35: 143-146, 1996.
- [NM00] J. W. NEWKIRK, D. S. MACKENZIE: The Jominy end quench light-weight alloy developpement. *ASM international, Journal of Materials Engineering and Performance*, 9 (4): 408-415, 2000.
- [NMK91] H. NUMAKURA, Y. MINONISHI, M. KOIWA:  $\langle-1\cdot123\rangle \{10\cdot11\}$  slip in zirconium. *Philosophical Magazine A*, 63: 1077-1084, 1991.
- [ÖK70] G. ÖKVIST, K. KALLSTROM: The effect of Zirconium carbide on the  $\beta \rightarrow \alpha$  transformation structure in Zircaloy. *Journal of Nuclear Materials*, 35(3): 316-321, 1970.

- [Oro42]** E. OROWAN: A type of plastic deformation new in metals. *Nature*, 149:643- 644, 1942.
- [PAN82]** D. PEIRCE, R.J. ASARO, A. NEEDLEMAN: An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single crystals. *Acta Metallurgica*, 30:1087- 1119, 1982.
- [Par67]** P. G. PARTRIDGE: The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals. *Metallurgical Reviews*, 118: 169-194, 1976.
- [Par96]** M. PARISE: Mécanismes de corrosion des alliages de zirconium: Etude des cinétiques initiales d'oxydation et du comportement mécanique du système métal-oxyde. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1996.
- [Pau06]** H. PAUL : Heterogeneities of plastic deformation in lamellar structures of hcp and fcc alloys and their influence on deformation and recrystallization process. Rapport technique, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, Centre SMS, France, Institute of Metallurgy and Materials Science, Polish Academy of Sciences, Cracovie, Pologne, 2006.
- [Pei83]** D. PEIRCE: Shear band bifurcations in ductile single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 31:133-153, 1983.
- [PGEP92]** A. A. POCHETTINO, N. GANNIO, C. V. EDWARDS, R. PENELLE: Texture and pyramidal slip in Ti, Zr and their alloys. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27: 1859-1863, 1992.
- [PH76]** J. P. POIRIER, R. Le HAZIF: Microscopie électronique et déformation plastique des métaux et alliages hexagonaux compacts. *Journal de Microscopie et de Spectroscopie Electroniques* 1, 1:595-607, 1976.

- 
- [Phi98]** M. J. PHILIPPE : Formation de texture lors de transformations thermomécaniques de matériaux de symétrie hexagonale. *Revue Française de Métallurgie*, 1491-1499, 1998.
- [PMOT05]** M. PEREZ-BRAVO, I. MADARIAGA, K. OSTOLAZA, M. TELLO: Microstructure refinement of a TiAl alloy by a two step heat treatment. *Scripta Materialia*, 53: 1141-1146, 2005.
- [PVBC97]** J. PHILIBERT, A. VIGNES, Y. BRECHET, P. COMBRADE: *Métallurgie: du minerai au matériau*, 1997.
- [RBC65]** R. E. REED-HILL, E. R. BUCHANAN, F. W. CALDWELL: A quantitative measurement of the fraction of tensile strain due to twinning in polycrystalline Zr at 77 K. *Transactions of The Metallurgical Society of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers*, 233 : 1716-1718, 1965.
- [RD00]** J. RUSS, R. DEHOFF: *Practical stereology*, Kluwar Academic publishers/Plenum publishers, Dordrecht/New York, 2000.
- [Ric71]** J.R. RICE: Inelastic constitutive relations for solids: an internal-variable theory and its application to metal plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 19: 433-455, 1971.
- [Rin06]** S. RINGEVAL: Microstructures et textures d'alliages d'aluminium déformées par forgeage croisé (compression multidirectionnelle). Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Saint-Etienne-Université Jean Monnet de Saint Etienne, 2006.
- [RPDD06]** S. RINGEVAL, D. PIOT, C. DESRAYAUD, J. DRIVER: Texture and microtexture development in an Al-3Mg-Sc(Zr) alloy deformed by triaxial forging. *Acta Materialia*, 54: 3095-3105, 2006.



- [Rum74]** W. M. RUMBALL: Massive and martensitic transformations in a Zr-1.25 wt.% Cr-0.1 wt.% Fe alloy. *Journal of the Less Common Metals*, 38(2-3):233-237, 1974.
- [SBMB<sup>+</sup>06]** A. STERN, J. C. BRACHET, V. MAILLOT, F. BARCELO, R. MAURY, D. HAMON, T. GUILBERT, S. POISSONNET, A. PINEAU, J. P. MARDON, A. LESBROS: Influence de la teneur en oxygène sur la microstructure et le comportement mécanique de la phase “ex bêta”, résultant de l’oxydation à haute température (1000-1200°C) du Zircaloy-4. In *Matériaux 2006-Dijon*, France, Novembre 2006.
- [Seg95]** V. M. SEGAL : Material processing by simple shear. *Materials Science and Engineering A Science and Engineering A*, 197: 157-164, 1995.
- [SGZM<sup>+</sup>04]** G. A. SALISHEV, R. M. GALEYEV, S. V. ZHEREBTSOV, S. YU. MIRONOV, O. R. VALIAKHMETOV, S. P. MALYSHEVA: Formation of submicrocrystalline structure in large size billets and sheets out of titanium alloys. *Proceedings of the NATO Advanced Research Workshop Metallic Materials with High Structural Efficiency*, NATO Science Series II: Mathematics, Physics and Chemistry, 146: 401-412, Kluwer Academic Publishers, 2004.
- [SH68]** P. SOO, G. T. HIGGINS: The deformation of Zirconium-oxygen single crystals. *Acta Metallurgica*, 16: 177-186, 1968.
- [Sha08]** M. SHAHI : Crystal plasticity finite element modelling of slip system activity and post-localization behaviour in Magnesium alloys. Thèse de doctorat, McGill University, Montreal, 2008.
- [SSGM04]** O. SITDIKOV, T. SAKAI, A. GOLOBORODKO, H. MIURA: Grain refinement in a coarse-grained 7475 Al alloy during deformation. *Scripta Materialia*, 51: 175-179, 2004.

- [SSR94]** J. H. SCHMITT, E. L. SHEN, J. L. RAPHANEL: A parameter for measuring the magnitude of a change of strain path: validation and comparison with experiments on low carbon steel. *International Journal of Plasticity*, 10: 535-551, 1994.
- [SSSP02]** J. STUCKERT, V. SEINBRÜCK, U. STEGMAIER, A. V. PALAGIN: On the thermo-physical properties of Zircaloy-4 and ZrO<sub>2</sub> at high temperatures. Rapport technique FZKA6739, Forschungszentrum Karlsruhe, 2002.
- [Sta98]** A. V. STAROSELSKY : Cristal plasticity due to slip and twinning. Thèse de doctorat, Massachusetts Institute of Technology, Boston, États-Unis , 1998.
- [Sto72]** J. F. STOHR: Contribution à l'étude des modes de glissement secondaires dans le magnésium. Thèse de doctorat, Université de Paris Sud, 1972.
- [STUS<sup>+</sup>98]** Y. SAITO, N. TSUJI, H. UTSUNOMIYA, T. SAKAI, R. G. HONG : Ultra-fine bulk aluminium produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia*, 39: 1221-1227, 1998.
- [Ten72]** E. TENCKHOFF: Operation of dislocations with  $\langle c+a \rangle$  type Burgers vector during the deformation of Zr single crystals. *Zeitschrift für Metallkunde*, 63: 192-197, 1972.
- [Ten88]** E. TENCKHOFF: Deformation mechanisms, texture, and anisotropy in Zr and Zircaloy. ASTM, Special Technical Publication (STP), 966, 1988.
- [TSL04]** J. TILEY, T. SEARLES, E. LEE: Quantification of microstructural features in Alpha/Beta titanium alloys. *Materials Science and Engineering A*, 372: 191-198, 2004.
- [Val95]** C. VALOT : Techniques de diffraction RX et dynamique spatio-temporelle de l'oxydation des métaux des groupes 4 et 5: application au zirconium. Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, 1995.

- [Van08] N. VANDERESSE: Morphologie et déformation à chaud de microstructure lamellaires dans les alliages de zirconium et de titane. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines (Saint-Etienne) - Université Jean Monnet (Saint-Étienne), 2008.
- [VIRB96] R. Z. VALIEV, YU. V. IVANISENKO, E. F. RAUCH, B. BAUDELET : Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation. *Acta Materialia*. 44: 4705-4712, 1996.
- [WAS03] S. C. WANG, M. AINDOW , M. J. STARINK: Effect of self-accommodation on  $\alpha/\alpha$  boundary populations in pure titanium. *Acta Materialia*, 51(9):2485-2503, 2003.
- [WFEW86] I. WEISS, F. H. FROES, D. EYLON, G. E. WELSCH: Modification of alpha morphology in ti-6al-4v by thermomechanical processing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 17(11):1935–1947, 1986.
- [WT79] O. T. WOO, K. TANGRI: Transformation characteristics of rapidly heated and quenched Zircaloy-4-oxygen alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 79(1): 83-94, 1979.
- [XG97] L. XIAO, H. GU: Dislocation structures in zirconium and Zircaloy-4 fatigued at different temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions*, 28A:1021-1033, 1997.
- [Zhu06] K. ZHU : Thèse de doctorat, Université Paris XIII, 2006.
- [ZMB05] M. H. ZEINEB, F. A. MERAÏM, T. BALAN : Implantation et validation de l'élément fini SHB8 dans ABAQUS. 17ème Congrès Français de Mécanique, Troyes, France, 2005.

NNT : 2012 EMSE 0676

Yamen Ben Ammar

Thermomechanical processing of colonies of parallel lamellas in  $\beta$ -treated Zircaloy-4

Speciality : Materials Science and Engineering

Keywords : Zircaloy-4, colonie of parallel lamellas, Jominy, variant selection, multiaxial compression, crystal plasticity.

Abstract :

Zircaloy-4 used for fuel cladding in nuclear plants is quenched from the  $\beta$  range and then extruded and rolled in the upper  $\alpha$  range. At the start of this mechanical process, the alloy possesses a lamellar, Widmanstätten microstructure. This one, which is critical for the subsequent forming process, appears under two forms: basket weave and colonies of parallel lamellas. These are difficult to break when they are normal to the compressive load. The thesis studies three aspects of this phenomenon.

The first concerns the quenching conditions: homogenization time in the  $\beta$  range and cooling rate. An adaptation of the Jominy test to Zircaloy-4 shows that these two parameters have a decisive influence on the size of the colonies (via the  $\beta$  grain size) and the thickness of the lamellas.

The second presents compression tests under three orthogonal directions. Results show that the third pass breaks the colonies that resisted to the previous attempts and refine noticeably the microstructure. In particular at 750°C, three passes are sufficient to obtain grains of 30  $\mu\text{m}$ , but the best results are obtained at 650°C (grains of 17  $\mu\text{m}$ ) and at high strain rate (grains of 10  $\mu\text{m}$ ).

Thirdly, a three-dimensional crystal plasticity model is implemented in the finite elements code ABAQUS to simulate the behaviour of lamellas under stress. It takes into account their crystallographic orientation in addition to their morphology. In most cases, the lamellas bend at the onset of the macroscopic deformation, which induces localization phenomena.

École Nationale Supérieure des Mines  
de Saint-Étienne

NNT : 2012 EMSE 0676

Yamen Ben Ammar

Traitements thermomécaniques des colonies de lamelles parallèles du Zircaloy-4  
trempé- $\beta$

Spécialité: Sciences et Génie des Matériaux

Mots clefs : Zircaloy-4, colonie de lamelles parallèles, Jominy, sélection des variants,  
compression multiaxiale, plasticité cristalline.

Résumé :

Le Zircaloy-4 utilisé comme matériau de gainage des combustibles nucléaires est trempé  $\beta$  puis filé sur aiguille dans le haut domaine  $\alpha$ . La microstructure de trempe, qui conditionne les opérations de mise en forme ultérieures, se présente sous deux formes : vannerie ou colonies de lamelles parallèles. Ces dernières se fragmentent difficilement lorsqu'elles sont normales à l'effort de compression. La thèse étudie trois aspects de ce phénomène.

Le premier concerne les conditions de trempe : temps d'homogénéisation dans le domaine  $\beta$  et vitesse de refroidissement. Une adaptation au Zircaloy-4 de l'essai Jominy montre que ces deux paramètres ont une influence décisive sur la taille des colonies (par l'intermédiaire de la taille des grains  $\beta$ ) et sur l'épaisseur des lamelles.

Le second présente des essais de compression selon trois directions orthogonales. La troisième passe fragmente les colonies qui ont résisté aux deux autres et affine sensiblement la microstructure. A 750°C en particulier, un cycle de trois passes permet d'obtenir des grains de 30  $\mu\text{m}$  ; mais les meilleurs résultats sont obtenus à 650°C (grains de 17  $\mu\text{m}$ ) et à grande vitesse de déformation (grains de 10  $\mu\text{m}$ ).

Dans le troisième, un modèle de plasticité cristalline tridimensionnel implémenté dans le code d'éléments finis ABAQUS simule le comportement des lamelles sous l'effet de la contrainte. Il prend en compte leur orientation cristallographique en plus de leur morphologie. Dans la plupart des cas, les lamelles s'incurvent dès le début de la déformation macroscopique du matériau, ce qui induit des localisations de la déformation.