

## Approche locale de la germination des cavités dans le zirconium $\alpha$ à température ambiante

L. Allais, B. Marini, P. Wident et C. Hogrel

*CEA/DTA/CEREM/DECM, Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, Bât. 455, C.E. de Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette, France*

### 1. INTRODUCTION

Afin d'établir des recommandations pour la mise en forme d'appareil chaudronnés en zirconium, il est important de connaître et de modéliser l'endommagement. La thèse de S.Caré [1] a constitué une première étude consacrée à l'endommagement du zirconium  $\alpha$  à l'échelle des grains. Le travail décrit dans cet article consiste à étudier l'endommagement à une échelle supérieure, celle du volume élémentaire représentatif pour lequel on peut déterminer, à partir d'un calcul de structure, un état mécanique. Par une approche locale, on essaie de relier cet état mécanique local aux paramètres caractérisant l'endommagement qui, pour le zirconium  $\alpha$  se présente sous forme de cavité dans le chargement monotone croissant.

La démarche choisie peut se décomposer en deux parties distinctes :

- une partie expérimentale qui a pour objet de déterminer la répartition réelle des cavités pour différents états mécaniques. Pour ce faire, on réalise plusieurs essais de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées de géométries différentes afin de faire varier les paramètres mécaniques locaux tels la triaxialité ou la plus grande contrainte principale. On interrompt ces essais à divers stades de leur déroulement et on effectue des coupes métallographiques afin d'y mesurer l'endommagement. Par un comptage manuel des cavités sur les cartographies de ces coupes, on obtient des répartitions expérimentales de cavités correspondant à différents états mécaniques.
- la partie modélisation consiste à connaître la distribution locale des états mécaniques correspondant aux interruptions expérimentales afin de les corrélérer à l'endommagement déterminé à partir des coupes métallographiques. Dans ce but, on utilise le code de calcul par éléments finis CASTEM 2000 [2] grâce auquel on effectue un calcul élastoviscoplastique bidimensionnel axisymétrique.

La comparaison entre les champs calculés et les répartitions expérimentales des cavités permettra de définir le ou les paramètres mécaniques ayant une influence significative sur l'endommagement du zirconium à température ambiante.

Une démarche comparable a été précédemment utilisée pour étudier différents mécanismes d'endommagement [3-5].

## 2. METHODES EXPERIMENTALES

### 2.1 Le matériau

Le matériau utilisé pour cette étude provient d'une tôle laminée d'épaisseur 25 mm en zirconium 702 recristallisé. La composition chimique est reportée sur tableau 1. Les

élément	Zr + Hf %	Hf ppm	Fe + Cr ppm	Ni ppm	Cu ppm	C ppm	Nb ppm	Sn ppm	H ppm	N ppm	O ppm
teneur	> 99.2	49	760	30	< 10	62	< 50	670	5	42	1310

Tableau 1: composition du matériau (ppm en poids)

grains sont équiaxes et ont une taille moyenne de 40  $\mu\text{m}$ . Les directions de prélèvement des éprouvettes sont repérées par les trois axes de symétrie de la tôle : le sens de laminage (DL), le sens travers (DT) et le sens travers court (DN).

### 2.2 Essai de traction sur éprouvettes axisymétriques entaillées

#### 2.2.1 Géométrie des éprouvettes

Pour faire varier les états mécaniques locaux, on utilise des éprouvettes axisymétriques entaillées avec différents rayons de fond d'entaille. Trois types d'éprouvettes (axisymétriques) sont utilisés. La section minimale est identique pour les trois géométries de diamètre de 10 mm et le rayon de l'entaille est de 2, 4 et 10 mm : pour la suite, on utilise la notation AE2, AE4 et AE10 (AE pour Axisymétrique Entaillée). Toutes les éprouvettes sont prélevées avec leur axe parallèle à la direction de laminage.

#### 2.2.2 Extensométrie diamétrale

Au cours de l'essai, on mesure la variation de la section minimale des éprouvettes grâce à un dispositif d'extensométrie diamétrale. Afin de tenir compte de l'anisotropie de comportement due au laminage, on suit les variations des directions DT et DN. Pour des raisons d'encombrement, on mesure en fait la variation d'une de ces deux directions et du périmètre. En supposant que la section se déforme de façon elliptique et que les axes principaux de cette ellipse sont les directions privilégiées du laminage (DT et DN), on peut calculer la déformation moyenne dans la section minimale suivant (1).

$$\overline{\varepsilon}_d = \ln\left(\frac{s_0}{s}\right) \quad (1)$$

$$\text{avec } s = \pi r_{DT} r_{DN} \quad (2)$$

$$r_{DT} = \phi_0 - r_{DN} - (\Delta p / \pi) \quad (3)$$

où  $s_0$  représente la section initiale

$s$  représente la section courante calculée suivant (2)

$r_{DT}$  est le rayon courant dans la direction DT

$r_{DN}$  est le rayon courant dans la direction DN

$\phi_0$  est le diamètre initial

$\Delta p$  représente la variation du périmètre

Les deux types d'extensomètre utilisés [3] sont un capteur 'fil' qui mesure la variation du périmètre au cours de l'essai et un capteur à couteaux [4] qui mesure la variation du diamètre, soit suivant la direction DN soit suivant DT.

### 2.2.3 Mode opératoire

Les essais ont été réalisés à la température ambiante sur une machine de traction INSTRON de capacité 100 kN. La traction s'est déroulée à déplacement imposé à une vitesse de 0.3 mm/mn ce qui correspond à une vitesse de déformation moyenne d'environ  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pour la géométrie de type AE4. La réponse mécanique des éprouvettes entaillées est donnée par la courbe effort - déformation diamétrale moyenne. Tout d'abord deux essais à rupture sont réalisés pour connaître l'allure générale de la courbe. Pour les trois types d'éprouvette, elle présente un maximum (figure 1).

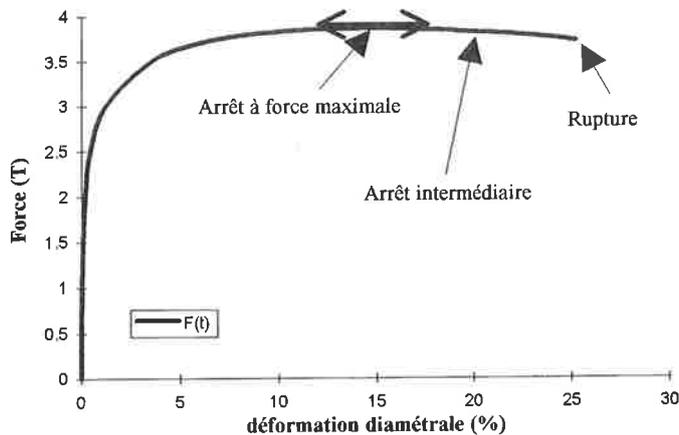


Figure 1 : courbe effort - déformation diamétrale pour une éprouvette AE10

Afin de suivre l'évolution de l'endommagement, des essais interrompus ont été effectués. Deux points d'arrêt ont été choisis (figure 1) : le premier au maximum de la force et le second à une déformation diamétrale intermédiaire entre celle correspondant au maximum de force et celle de rupture.

### 2.2.4 Résultats

Les résultats des essais menés jusqu'à rupture sont reportés dans le tableau 2. Pour l'ensemble des résultats, on note que l'on a une bonne reproductibilité des essais. Les dispersions les plus importantes portent sur les valeurs des essais des éprouvettes AE2. En considérant les variations de rayon dans les deux directions principales, on remarque que l'anisotropie de déformation, bien qu'étant significative, est peu marquée puisque le rapport d'allongement de la section minimale est au maximum de 8%. On note également que la section se déforme elliptiquement. En effet, les valeurs calculées de  $r_{DT}$  ou de  $r_{DN}$  à partir de la mesure de périmètre sont en bon accord avec les valeurs déterminées expérimentalement sur d'autres essais appartenant à la même série. La déformation diamétrale de la section minimale à rupture est sensible à la sévérité d'entaille puisque sa valeur évolue de 25% pour l'AE10 à 15% pour l'AE2.

**Tableau 2** : résultats des essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées

Géo.	Force maximale						arrêt intermédiaire						Rupture					
	F	$\Delta p$	r DN	r DT	$\varepsilon$	$\sigma$	F	$\Delta p$	r DN	r DT	$\varepsilon$	$\sigma$	F	$\Delta p$	r DN	r DT	$\varepsilon$	$\sigma$
AE 2	49.9	2.08	4.6	4.78	13	723	49.7	2.4	4.59	4.71	14.5	731	48.9	2.4	4.53	4.71	15.7	729
	49.8	1.58	4.75	4.75	10.3	703	49.6	1.8	4.71	4.72	11.8	711	49.4	2.28	4.83	4.45	15.2	733
AE 4	44.8	1.96	4.62	4.76	12.9	649	44.5	2.42	4.53	4.7	16.1	665	43.5	2.98	4.44	4.62	20	676
	44.0	1.93	4.64	4.75	12.7	636	43.8	2.38	4.55	4.69	15.8	653	42.8	2.93	4.44	4.63	19.6	663
AE 10	39.6	2.33	4.61	4.65	15.4	588	39.0	3.12	4.39	4.62	21	612	37.5	4.00	4.21	4.52	27.4	628
	38.4	2.25	4.57	4.71	14.9	567	38.1	2.96	4.43	4.63	19.8	592	37.0	3.72	4.31	4.51	25.3	608

F : force en kN

 $\Delta p$  : variation de périmètre (mm) $\varepsilon$  : déformation diamétrale (%) $\sigma$  : contrainte nominale (Mpa)

r DN et r DT : respectivement rayon dans les directions DN et DT (mm)

### 2.3 Observations métallographiques

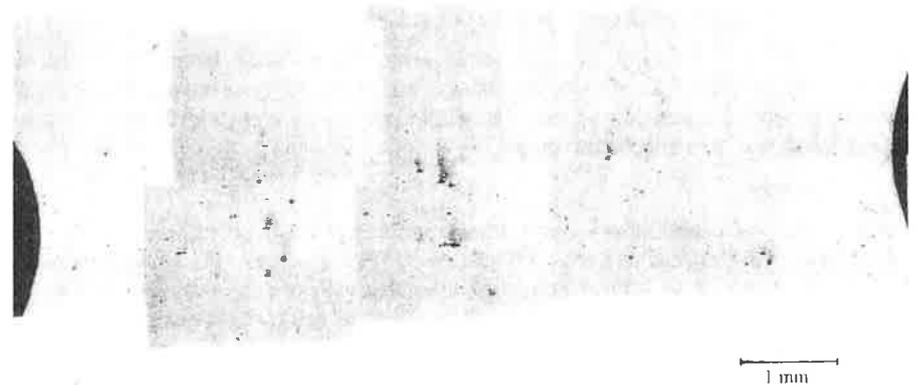
#### 2.3.1 Préparation des échantillons

Afin d'observer l'endommagement, on a effectué des coupes longitudinales à coeur situées dans le plan (DT, DL).

La surface des échantillons est polie mécaniquement puis électrolytiquement afin de révéler les joints de grains et les porosités

#### 2.3.2 Comptage des porosités

Les observations ont été faites en microscopie optique au grossissement 200. Par montage photographique, on reconstitue la zone endommagée des éprouvettes (figure 4) sur laquelle on superpose le maillage servant au calcul par éléments finis déformé au même taux que celui correspondant à l'arrêt de l'essai. Pour chaque élément du maillage

**Figure 2** : coupe longitudinale d'une éprouvette AE2 à l'arrêt intermédiaire

(un carré d'environ 250  $\mu\text{m}$  de côté), le nombre de cavités situées à l'intérieur a été déterminé puis divisé par la surface de l'élément afin d'obtenir une densité de porosité. Cette méthode permet de reconstituer un champ de densité de cavités comme on peut le voir sur la figure 3

#### 2.3.3 Résultats

Quel que soit le rayon de fond d'entaille, on constate les faits suivants :

- il y a présence de cavités lorsque l'on interrompt l'essai au maximum de la force
- pour une même zone de l'éprouvette, la densité de cavité croît au cours de l'essai

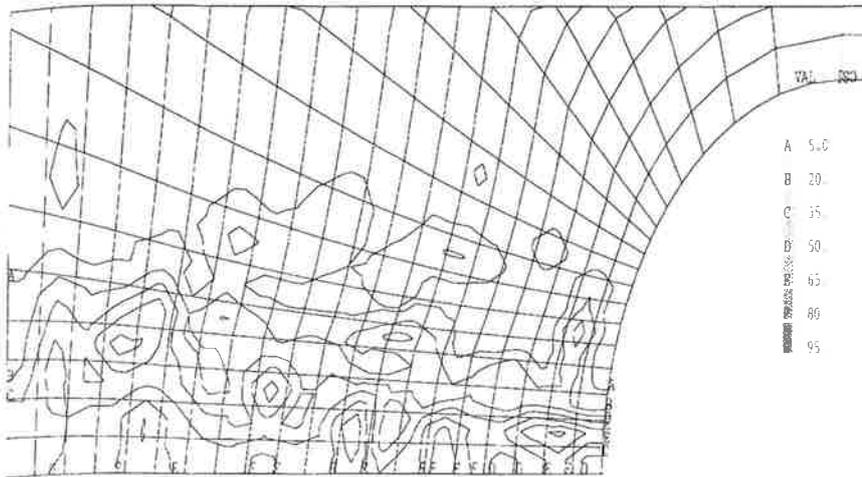


Figure 3 : visualisation du champ expérimental de densité de cavités pour une éprouvette AE4

- la zone endommagée se localise de manière assez homogène dans la section minimale des éprouvettes
- lorsque la déformation augmente, cette zone s'accroît
- les valeurs maximales de nombre de cavité par unité de surface ne semblent pas être sensibles à la sévérité d'entaille.

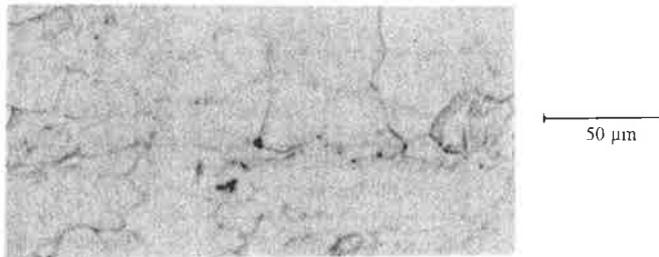


Figure 4 : Localisation des cavités près des joints triples (coupe longitudinale AE2)

On peut conclure que la création de cavités se fait de manière continue au cours de l'endommagement et que l'on ne peut donc pas dissocier les différentes phases d'endommagement. Comme S.Caré [1] l'a remarqué, les cavités apparaissent principalement aux joints triples : on observe qu'environ la moitié des cavités est située près d'un joint triple (figure 4). Il est à noter que plus une cavité est importante et plus il est difficile de localiser son lieu d'initiation.

### 3. CALCULS DES ETATS MECANIQUES

#### 3.1 Détermination de la loi de comportement

Afin d'établir une loi de comportement, des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques de même section que la section minimale des éprouvettes AE et de longueur utile 50 mm. Ces essais se font dans les mêmes conditions expérimentales

que ceux sur éprouvettes AE (traction à déplacement imposé, à la température ambiante et à une vitesse de déformation de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).

Deux types d'essais de traction ont été réalisés, chacun étant instrumenté comme suit :

- un essai avec deux capteurs diamétraux qui mesurent la variation des diamètres suivant les directions DN et DT. Cet extensométrie permet de décrire au mieux le comportement dans les grandes déformations : en effet, lorsque la striction apparaît, on interrompt l'essai et on positionne les deux capteurs au niveau de la striction. La contrainte vraie et la déformation rationnelle sont calculées en faisant l'hypothèse d'une déformation elliptique de la section et de déformation isovolumique

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{s_0}{s(t)}\right) \text{ et } \sigma = \frac{F}{s(t)} \quad \text{avec } s(t) = \pi r_{DT} r_{DN}$$

Au delà de la striction, les valeurs de contrainte vraie et de déformation rationnelle sont celles de contraintes et déformation moyennes dans la section strictionnée.

- un essai avec un capteur longitudinal dont la base de mesure  $l_0$  est de 25 mm.

$$\varepsilon = \ln\left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right)$$

Pour établir les courbes de traction rationnelle  $\sigma = f(\varepsilon)$ , on a pris, avant striction, la déformation axiale déterminée avec le capteur longitudinal puis celle déterminée avec l'extensomètre diamétral. La contrainte a été calculée comme le rapport de la force sur la surface réelle de l'éprouvette. Sur la figure 5, on voit que la striction apparaît vers 30% de déformation axiale et que le raccord entre les deux courbes est satisfaisant. Par ailleurs, sur les courbes de traction conventionnelle, la striction apparaît après le maximum de contrainte qui, comme S.Caré [1] l'a déjà remarqué, est lié à une instabilité plastique macroscopique.

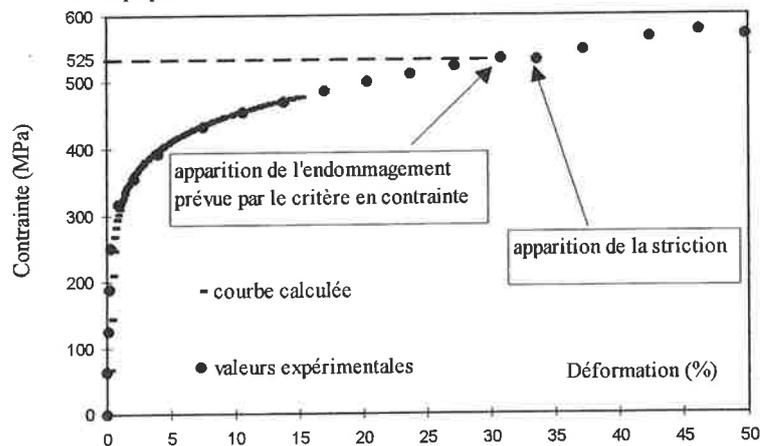


Figure 5 : superposition de la courbe de traction expérimentale et calculée

Afin de modéliser le comportement du zirconium, on a considéré une loi d'écroutissage-viscosité multiplicative unifiée [8] dont la formulation uniaxiale est la suivante :

$$\begin{cases} \varepsilon = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{inel} \\ \varepsilon_{el} = \frac{\sigma}{E} \\ \sigma = K \varepsilon_{inel}^{1/M} \dot{\varepsilon}_{inel}^{1/N} \end{cases}$$

Le coefficient M a été déterminé à partir de la courbe expérimentale. Une étude [9] portant sur cette même tôle a montré que l'augmentation de contrainte est de 20 MPa par décennie de vitesse : cette valeur a été retenue pour déterminer le coefficient N. Le début de la courbe de traction ainsi obtenue est tracée sur figure 5 où l'on note le bon accord avec la courbe expérimentale.

### 3.2 calculs par éléments finis

Le code CASTEM 2000 [2] a été utilisé pour faire ces calculs

#### 3.2.1 maillage et conditions aux limites

Par symétrie, il suffit de ne mailler qu'un quart de l'éprouvette entaillée. La section minimale a été discrétisée à l'aide de 20 mailles de 250  $\mu\text{m}$  de côté. Le chargement est modélisé sous forme d'un déplacement imposé dans la direction axiale au niveau de la tête de l'éprouvette. La symétrie introduit les conditions limites suivantes: on impose, à l'axe de révolution de l'éprouvette, un déplacement radial nul ( $u_r=0$ ) et, à l'axe de symétrie transverse, un déplacement longitudinal nul ( $u_z=0$ ).

#### 3.2.2 validation des calculs

On constate un bon accord entre la réponse globale déterminée expérimentalement et les

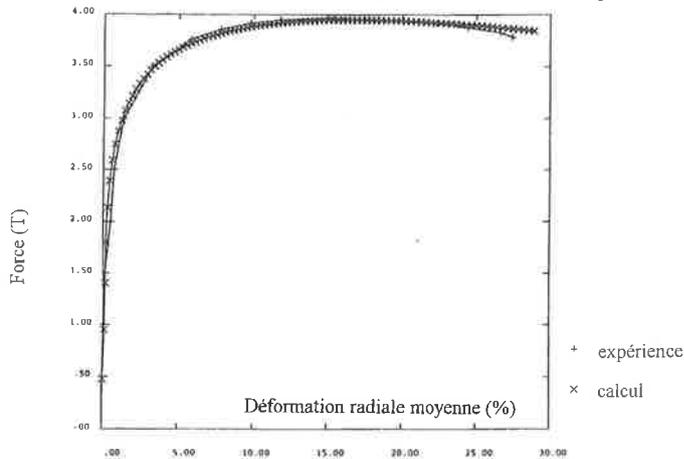


Figure 6 : superposition de la réponse globale expérimentale et calculée pour l'éprouvette AE10

valeurs calculées pour les trois géométries testées (figure 6).

#### 3.2.3 résultats

Sur les figures 7a et 7b, on a reporté les valeurs calculées des contraintes de la section minimale pour différentes déformations diamétrales, ce qui permet de visualiser l'évolution de ces paramètres au cours de l'essai. Pour chaque niveau de déformation diamétrale correspondant aux arrêts expérimentaux, les valeurs maximales sont reportées dans le tableau 3 : ces valeurs sont atteintes dans la section minimale, en fond d'entaille pour la contrainte et la déformation équivalente ( $\sigma_{eq}$  et  $\epsilon_{eq}$ ) et au milieu de l'éprouvette pour la plus grande contrainte principale ( $\Sigma$ ) et la triaxialité. L'effet d'entaille est clairement mis en évidence puisque pour tous les paramètres mécaniques, les valeurs les plus grandes sont celles de l'éprouvette AE2.

Pour les éprouvettes AE2 et AE4, la contrainte et la déformation équivalente sont maximales en fond d'entaille. Pour l'éprouvette AE10, les valeurs sont presque constantes dans la section minimale. Quel que soit le type d'éprouvette, l'allure générale

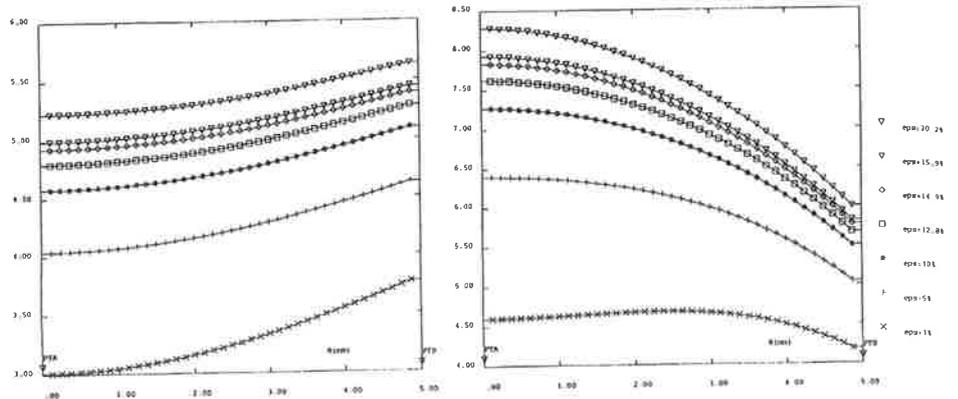


Figure 7 : variations des paramètres mécaniques calculés au cours de l'essai dans la section minimale dans la section minimale reste inchangée au cours de l'essai : la modélisation utilisée ne met pas en évidence une redistribution de contrainte à la vitesse de chargement à laquelle ont été effectués les essais.

La plus grande contrainte principale correspond à la contrainte axiale et le taux de triaxialité atteint très rapidement une valeur stationnaire.

Tableau 3 : valeurs maximales des paramètres mécaniques

	$\sigma$ eq (MPa)			$\epsilon$ eq (%)			$\Sigma$ (MPa)			Triaxialité		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
AE2	555	565	575	22	25	28	770	795	820	1.15	1.17	1.17
AE4	525	545	565	16.5	20	25	765	790	830	0.92	0.92	0.92
AE10	505	530	550	15	20.5	25.5	670	705	730	0.65	0.66	0.67

1 : arrêt à la force maximale 2 : arrêt intermédiaire 3 : rupture

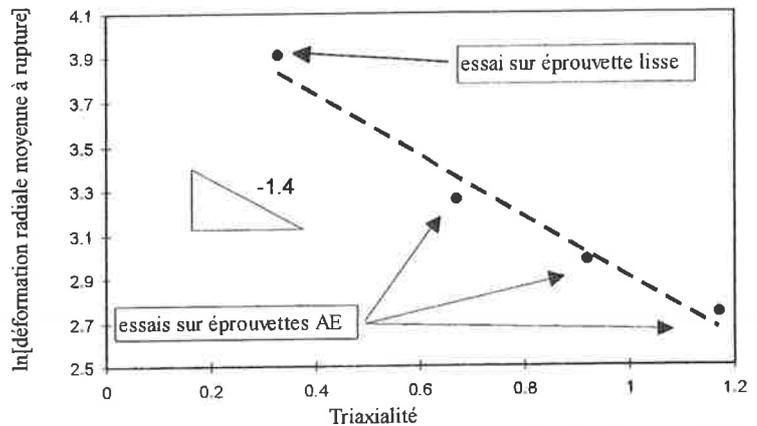


Figure 8 : logarithme de la déformation radiale moyenne à rupture en fonction de la triaxialité

La baisse marquée de la ductilité lorsque la triaxialité augmente indique un rôle significatif de la croissance de la porosité sur la rupture (figure 8). On note que la pente est proche de -1.4. Cette valeur est à rapprocher de celle de -1.5 dans le cas de la croissance décrite par la loi de Rice et Tracey [4,10,11].

**4. IDENTIFICATION D'UN CRITERE DE GERMINATION DES CAVITES**

Il s'agit d'une première interprétation des résultats : on se propose de délimiter le domaine en terme de paramètre mécanique pour lequel la présence d'endommagement a pu être mise en évidence. En effet, le but est d'obtenir dans un premier temps un critère afin de se prémunir de la présence d'endommagement.

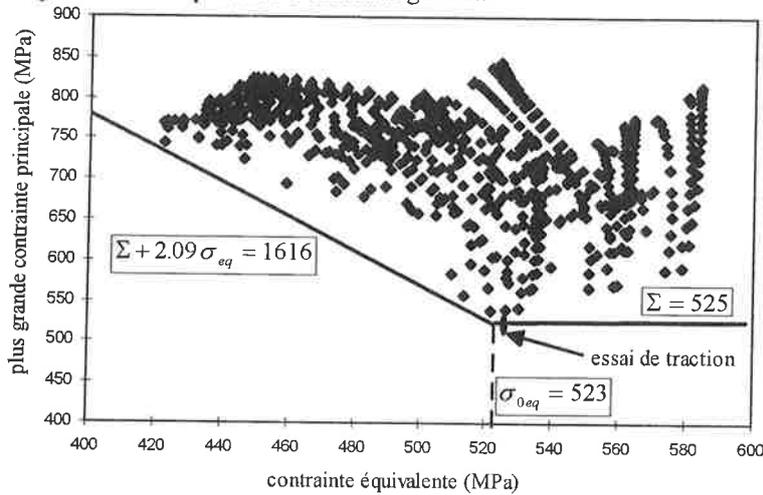


Figure 9 : plus grande contrainte principale en fonction de la contrainte équivalente des éléments dans lesquels on a détecté de l'endommagement

Pour cela, on adopte une démarche empirique qui consiste à considérer les états de contrainte des éléments où l'on a détecté la présence de cavité. A partir de l'analyse des valeurs des grandeurs mécaniques calculées, il est apparu que le seuil d'apparition de l'endommagement peut être décrit convenablement par un critère en contrainte (figure 9)

de la forme suivante :

$$\begin{cases} \Sigma + \lambda \sigma_{eq} = \sigma_{1s} & \text{si } \sigma_{eq} < \sigma_{0eq} \\ \Sigma = \sigma_{2s} & \text{si } \sigma_{eq} > \sigma_{0eq} \end{cases}$$

où  $\sigma_{1s}$  et  $\sigma_{2s}$  sont des constantes

Du fait de la viscosité du zirconium, il est certain que la contrainte seuil définie précédemment doit être une fonction de la vitesse de déformation. Compte tenu de la sensibilité à la vitesse de déformation de la loi de comportement, on pourrait raisonnablement penser que la contrainte seuil en dépend de la même manière. Cependant, comme la gamme de vitesse de déformation est inférieure à une décade dans le cadre de ces essais, on se restreint à une valeur fixe de la contrainte seuil en précisant que le critère proposé est valide pour la gamme de vitesse de déformation de cette étude c'est-à-dire autour de  $10^{-4} s^{-1}$ .

Comme première vérification de ce critère, on peut considérer le comportement en traction puisque la vitesse de déformation est constante ( $10^{-4} s^{-1}$ ). Pour ce type d'essai, l'apparition de l'endommagement est prédite pour une contrainte axiale de 525 MPa. Si on reporte ce point sur la courbe de traction (figure 5), le début de l'endommagement se

situé près de l'apparition de la striction. Cette prévision est en accord avec les constatations présentées en [1].

## 5. CONCLUSION

Afin d'étudier l'endommagement du zirconium  $\alpha$  à la température ambiante, on a utilisé la méthodologie de l'approche locale. Dans ce but, on a sollicité en traction des éprouvettes axisymétriques entaillées avec différents rayons de fond d'entaille pour faire varier les états mécaniques locaux. Pour plusieurs niveaux de déformation diamétrale, on a déterminé les champs de densité de nombre de cavité par des coupes longitudinales. Des calculs élastoviscoplastiques qui donnent une réponse globale en bon accord avec mesures expérimentales ont permis de déterminer dans la partie utile des éprouvettes l'état mécanique local. Les résultats découlant de la mise en place de l'approche locale ont montré la faisabilité de cette méthodologie dans le cas du zirconium  $\alpha$ .

Les essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées ont montré la grande sensibilité de la ductilité à la sévérité de l'entaille. Les observations métallographiques ont confirmé le fait que la germination se produit de manière continue. Enfin, il a été possible de proposer un critère d'apparition de l'endommagement exprimé en contrainte. Appliqué au cas de la traction sur éprouvette lisse, celui-ci fournit une prévision convenable. Néanmoins, ce critère doit être modifié de façon à prendre en compte l'effet de la vitesse de déformation. En outre, avec les données obtenues au cours de cette étude, il est envisageable de proposer une loi d'évolution du dommage.

## Références

- [1] S. Caré « Plasticité et endommagement du zirconium  $\alpha$  polycristallin déformé en traction à la température ambiante » Thèse de l'Ecole Polytechnique janvier 1995.
- [2] Programme CASTEM 2000 Manuel d'utilisation 1994
- [3] C. Levaillant, A. Pineau, M. Yoshida, R. Piques « Creep tests on axisymmetric notched bars : global displacement measurements and metallographic determination of local strain and damage for austenitic stainless steels » Techniques for multiaxial creep testing, Leatherhead pp. 199-208, 1985
- [4] B. Marini, F. Mudry, A. Pineau « Experimental study of cavity growth in ductile rupture » Engineering Fracture Mechanics, Vol 22, n°6, pp. 989-996, 1985
- [5] P. Joly « Etude de la rupture d'aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés fragilisés par vieillissement à 400°C » Thèse de l'ENSMP mai 1992
- [6] J.P. Dessalas « Dispositif de mesure des variations de longueur d'éprouvette sous chargement thermo-mécanique », brevet n°94 8635, juillet 1994
- [7] L. Allais, V. Vaubert, I. Tournié « Anisotropie de comportement d'une tôle de zirconium  $\alpha$  702 ». Journées d'études SF2M Zirconium 95 INSTN Saclay avril 1995.
- [8] J. Lemaitre, J.L. Chaboche « Mécanique des matériaux solides » Edition Dunod 1985
- [9] P. Lemoine, T. Forgeron, F. Le Naour, B. Marini, M. Mottot « Propriétés mécaniques générales : spécificités du zirconium Zr 702 » dans « Le zirconium matériau pour industries chimiques », éditeurs G. Béranger, P. Lacombe et R. Tricot, les Editions de physiques, 1992
- [10] J.R. Rice, D.M. Tracey « On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields » J. Mech. Phys. of Solids vol 17 pp. 201-217, 1969
- [11] Beremin « Cavity formation from inclusions in ductile fracture of A508 steel » Met. Trans. vol 12A, pp. 723-731, 1981