

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

C. Lebon <sup>1,3</sup>,

F. Onimus <sup>1</sup>, R. Chiron <sup>2</sup>, D. Chaubet <sup>2</sup>,

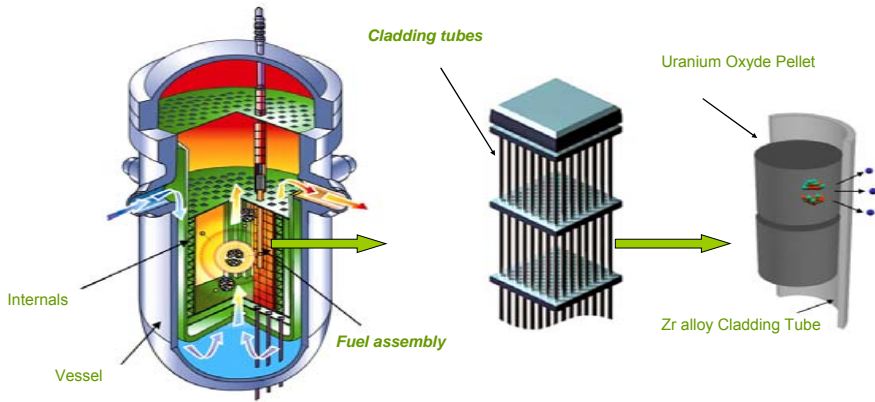
L. Vincent <sup>1</sup>, L. Dupuy <sup>1</sup>, L. Gélébart <sup>1</sup>, J.-L. Béchade <sup>1</sup>, X. Feaugas <sup>3</sup>

<sup>1</sup> *Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA*

<sup>2</sup> *Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques de Matériaux, Université de Paris Nord  
Laboratoires d'Etudes des Matériaux en Milieu Agressif, Université de La Rochelle*

GN MEBA

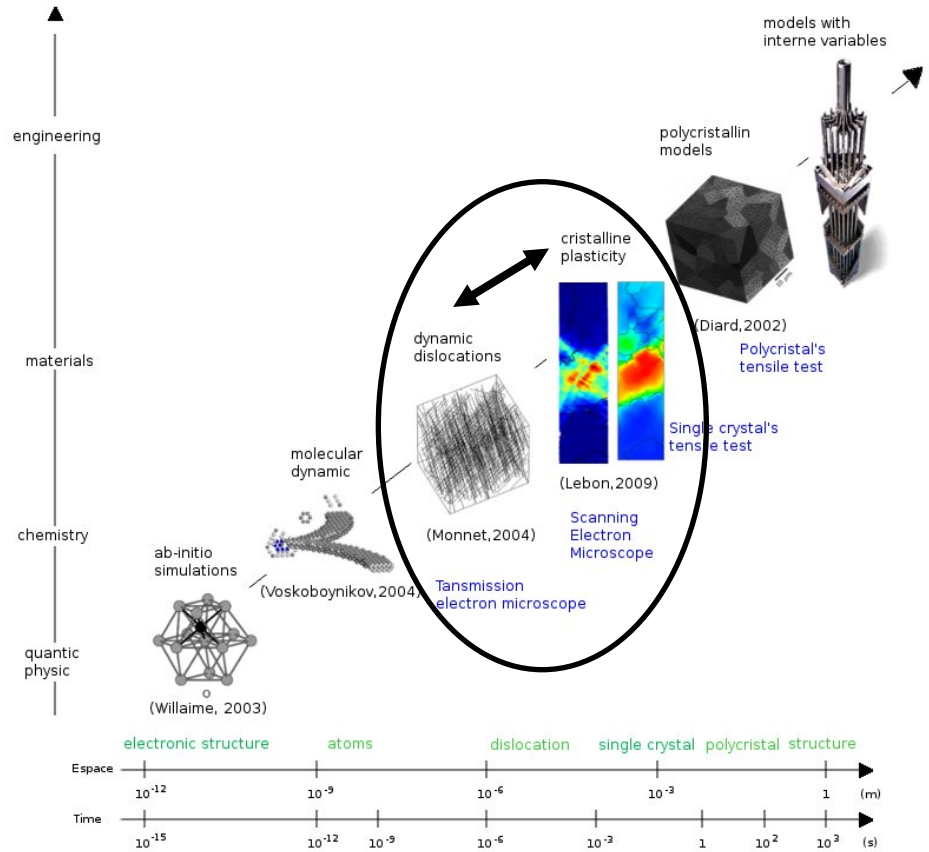
Journées thématiques : Microscopie Electronique à Balayage et essais in-situ



Alliage de Zr : Crayons de combustible et structure d'un assemblage combustibles dans un REP

- Première barrière de confinement contre la dissémination de produit radioactif
- Nécessité de prédire le comportement mécanique en utilisant une modélisation multi-échelle
- A l'échelle macroscopique le comportement du zirconium est bien caractérisé
- Mais, il n'y a pas, à l'heure actuelle, de loi de comportement monocristalline pour le zirconium basée sur des résultats expérimentaux

⇒ Étude et modélisation du comportement monocristallin du zirconium



## Objectifs :

- *Déterminer le comportement du monocristal de zirconium*
- *Développer une loi de comportement basée sur des résultats expérimentaux*

## Moyens :

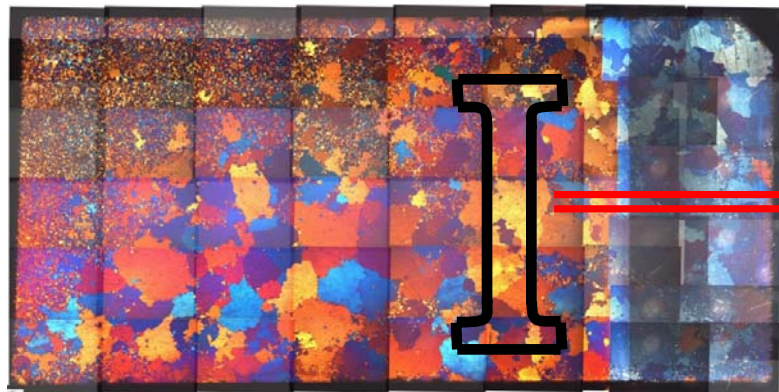
- *Etude expérimentale du zirconium (essais de traction in-situ dans un MEB)*
  - *Eprouvettes de zirconium avec des grains millimétriques*
  - *Essais de traction in-situ dans un MEB à température ambiante*
  - *Cartes de déformation plastique obtenues par corrélation*
- *Simulation numérique*
  - *Méthode des éléments finis en plasticité cristalline*
    - *Détermination des paramètres de la loi de comportement sur un grain*
    - *Simulation par éléments finis sur l'éprouvette*
  - *Dynamique des dislocations :*
    - *Etude de la différence de mobilité des dislocations vis et coins*

# Etude expérimentale

*Matériau de l'étude : zirconium « Van Arkel » avec des grains millimétriques obtenus par méthode d'écroissage critique*

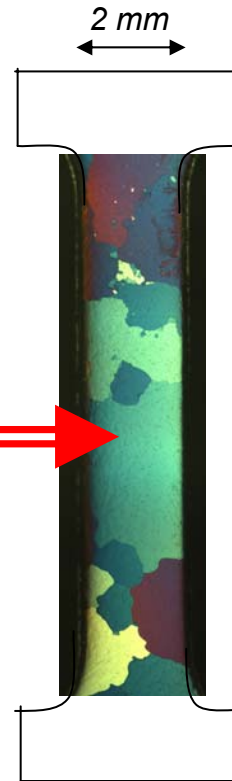
**Composition du Zr VA** (weight %) : 500 ppm Fe, 100 ppm O, 2.2% Hf, 80 ppm C, 22 ppm H, 7 ppm N

**A un endroit de la longueur utile, un unique grain doit constituer la section de l'éprouvette**



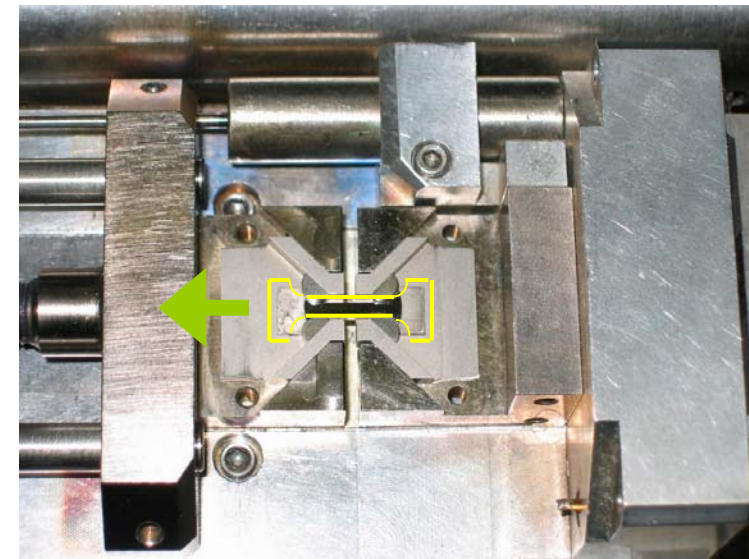
50 mm

*Plaquette de Zr VA (microscope optique)*



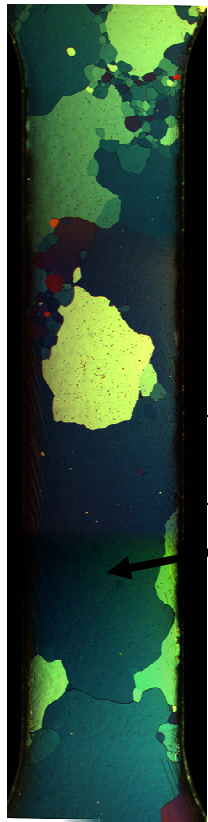
2 mm

*Eprouvette B (Microscope optique)*

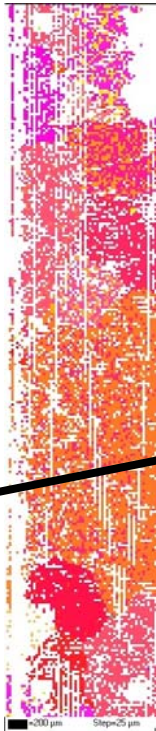


*Machine de traction in-situ dans un MEB*

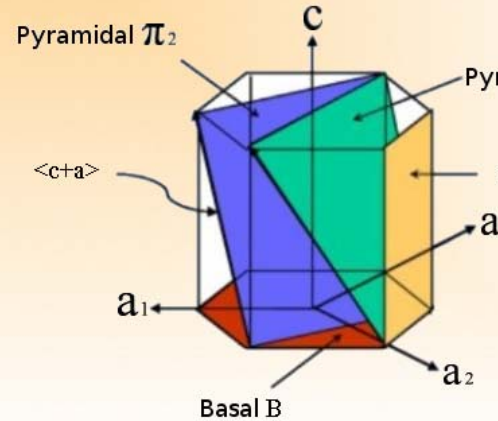
## Présentation de l'éprouvette A :



Arrière

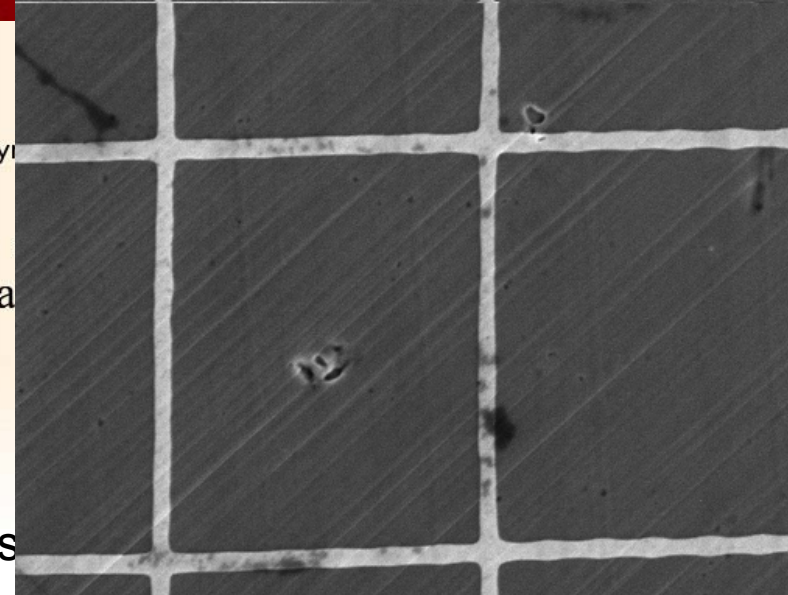


Devant



macros

Les deux principaux systèmes prismatiques du grain :



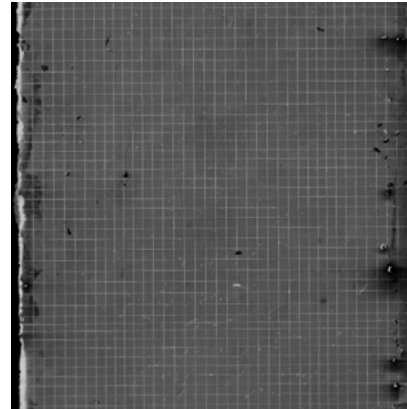
Cartes optiques et EBSD de l'éprouvette A

Observation MEB du glissement prismatique principal

## Comment connaître la déformation 2D des éprouvettes :

→ Dépose d'une microgrille sur l'éprouvette

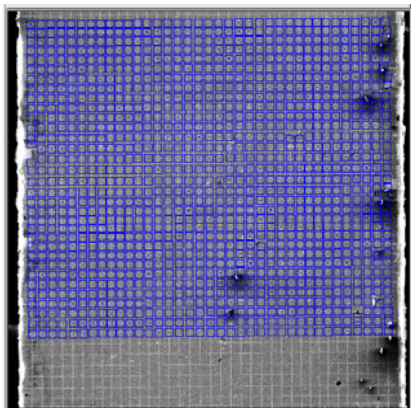
→ Images MEB avant et après déformation



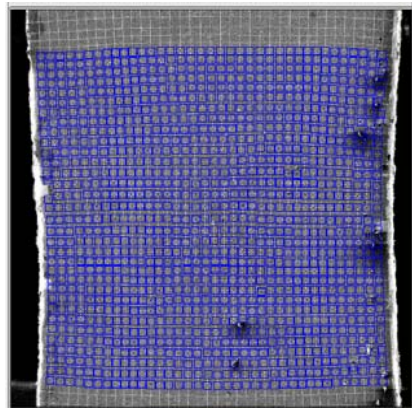
*Eprouvette et microgrille avant déformation*

*Image MEB de 4096x4096 pixels*

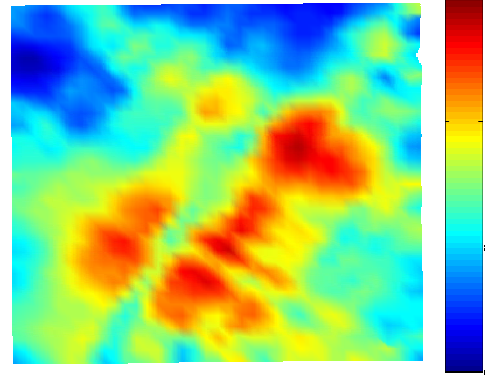
1) Image initiale avant déformation



2) Image après déformation



3) Carte de déformation plastique ( $\varepsilon_{11}^p, \varepsilon_{12}^p, \varepsilon_{22}^p$ )



*carte de déformation de  $\varepsilon_{22}^p$*

Tenseur de déformation plastique obtenu par corrélation d'image :

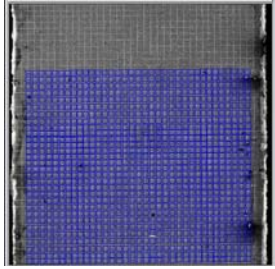
$$\underline{\underline{\varepsilon}}^P = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11}^p & \varepsilon_{12}^p & ? \\ \varepsilon_{12}^p & \varepsilon_{22}^p & ? \\ ? & ? & \varepsilon_{33}^p \end{pmatrix}$$

avec :

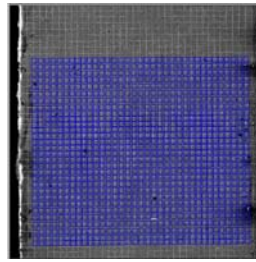
$$\varepsilon_{33}^p = -(\varepsilon_{11}^p + \varepsilon_{22}^p)$$

## Aberration sphérique (à faible grandissement) :

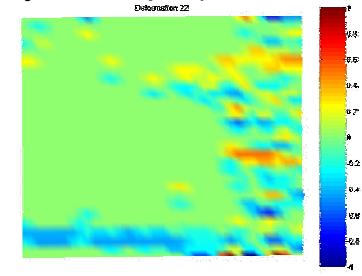
1<sup>er</sup> test : Légère translation de l'image non déformée ( $\Delta x = 50\mu\text{m}$ ,  $\Delta y = 100\mu\text{m}$ )



1) Image initiale avant translation



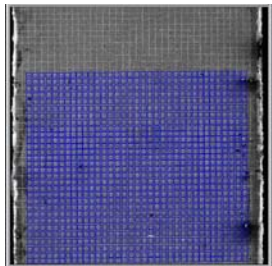
2) Image initiale tradatée



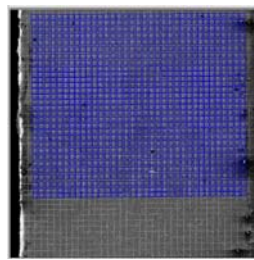
3) carte de déformation de  $\epsilon_{22}^p$

→ Faible translation  $\Rightarrow$  Faible effet des aberrations sphériques : Les aberrations se compensent grâce à la corrélation d'image

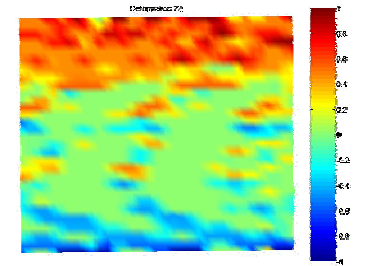
2<sup>ème</sup> test : Translation importante de l'image non déformée ( $\Delta x = 50\mu\text{m}$ ,  $\Delta y = 500\mu\text{m}$ )



1) Image initiale avant translation



2) Image initiale tradatée

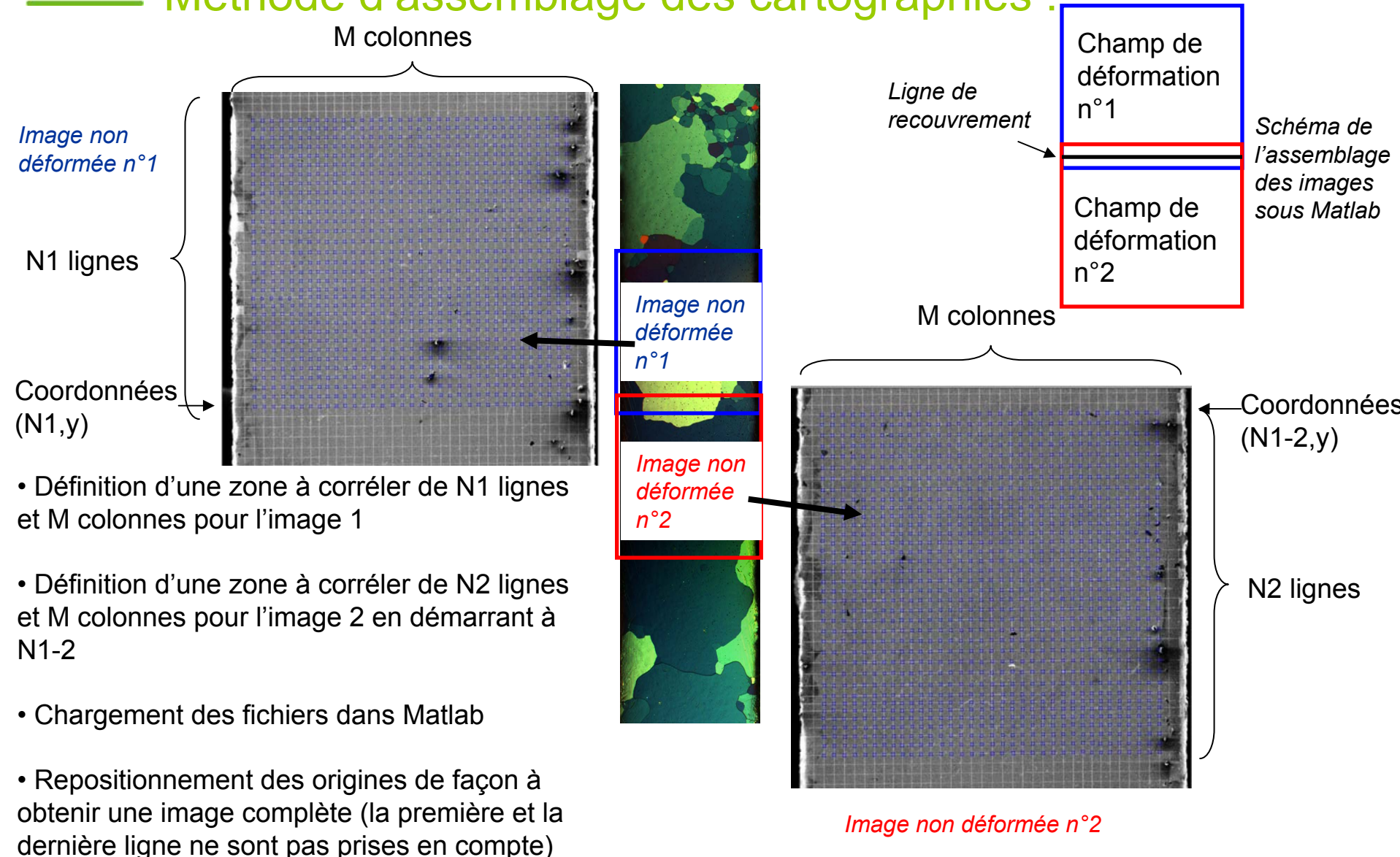


3) carte de déformation de  $\epsilon_{22}^p$

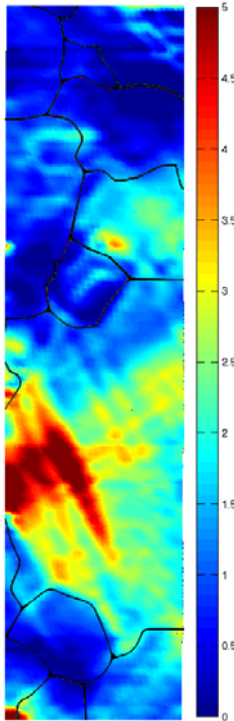
→ Forte translation  $\Rightarrow$  Les aberrations sphériques influencent l'intensité des déformations locales jusqu'à 1 %

→ Il est donc nécessaire : - de limiter la translation de l'image déformée par rapport à l'image de référence  
 - d'avoir suffisamment de recouvrement entre les images pour ne pas corréler les bords supérieurs et inférieurs des images

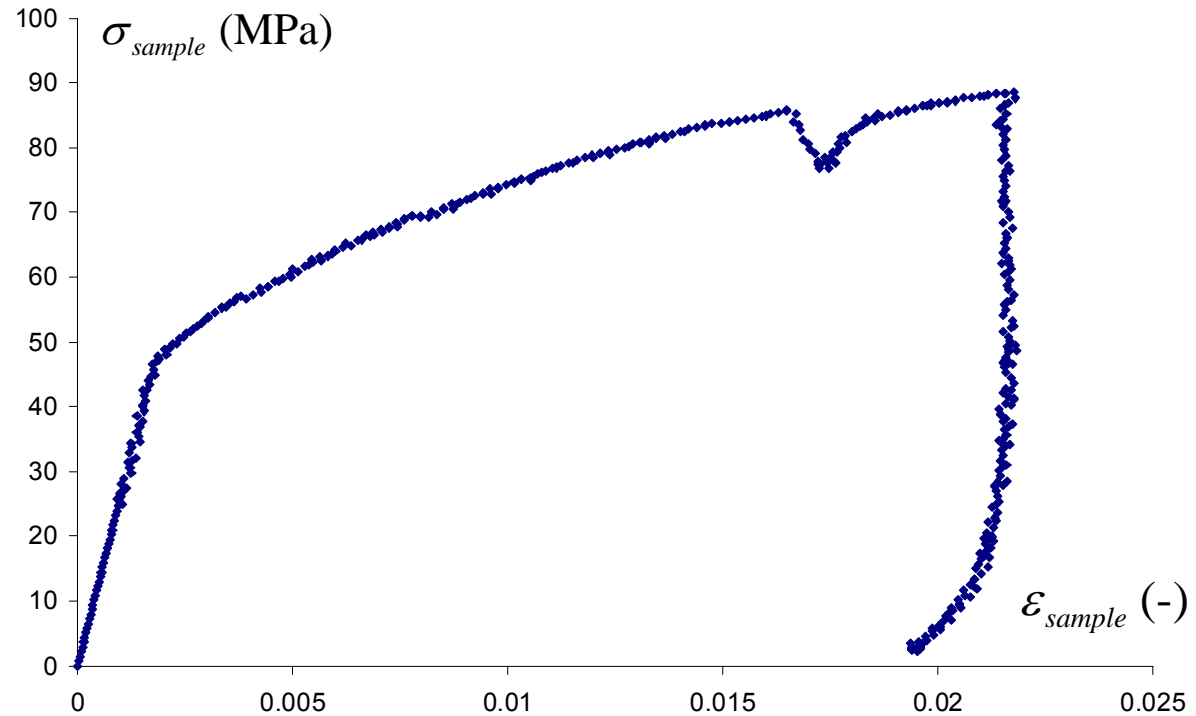
## Méthode d'assemblage des cartographies :



## Champ de déformation plastique de l'éprouvette A :



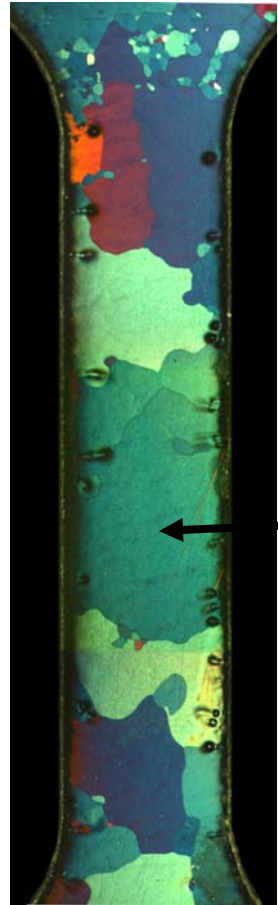
Carte  $\varepsilon_{22}$  de l'éprouvette A pour 2% de déformation plastique macroscopique



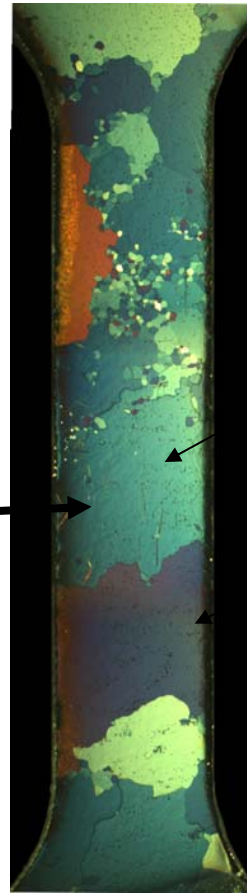
Courbe macroscopique de contrainte-déformation à température ambiante ( $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ )

- Déformation du grain principal
- Déformation hétérogène à l'intérieur du grain principal

## Présentation de l'éprouvette B :

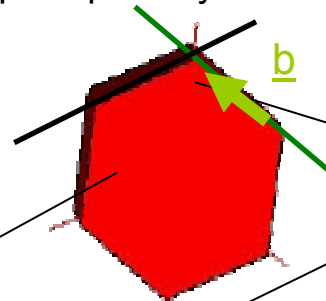


Arrière



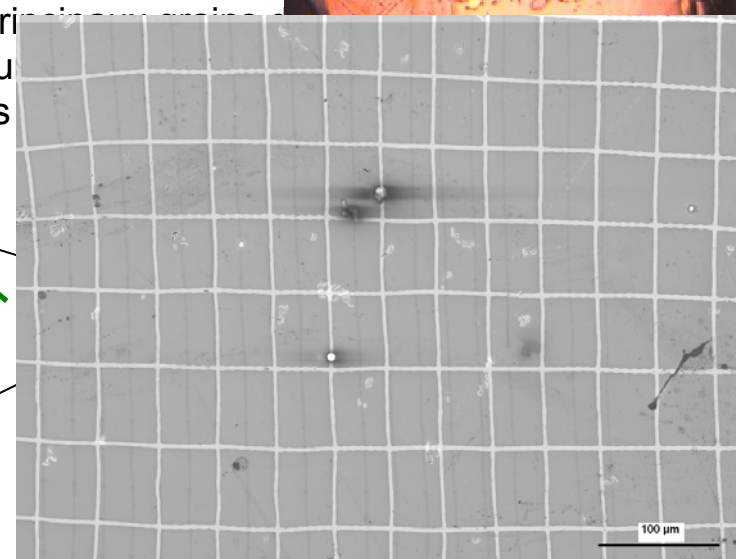
Devant

Orientation des deux pri  
l'éprouvette B et facteu  
principaux systèmes

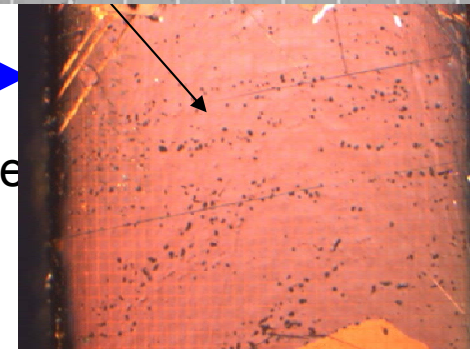


$$F_{s_{\text{prism1}}} = 0.49$$

$$F_{s_{\text{prism2}}} = 0.32$$



Déformation macroscopique  
plastique : 2,5%

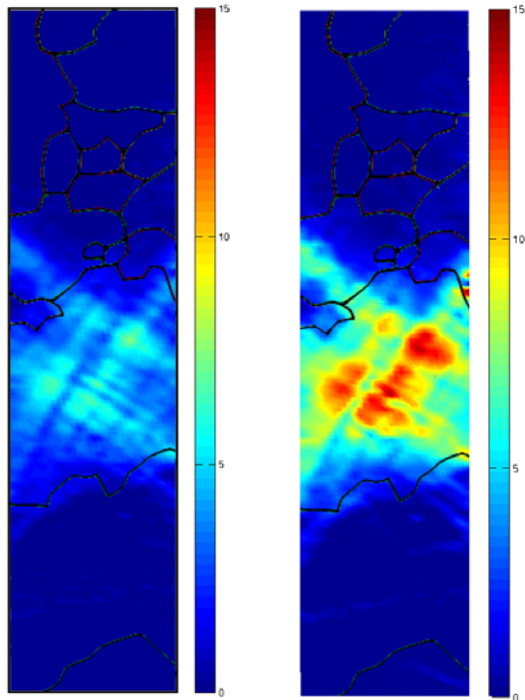


Grain « mou » observé au MEB :

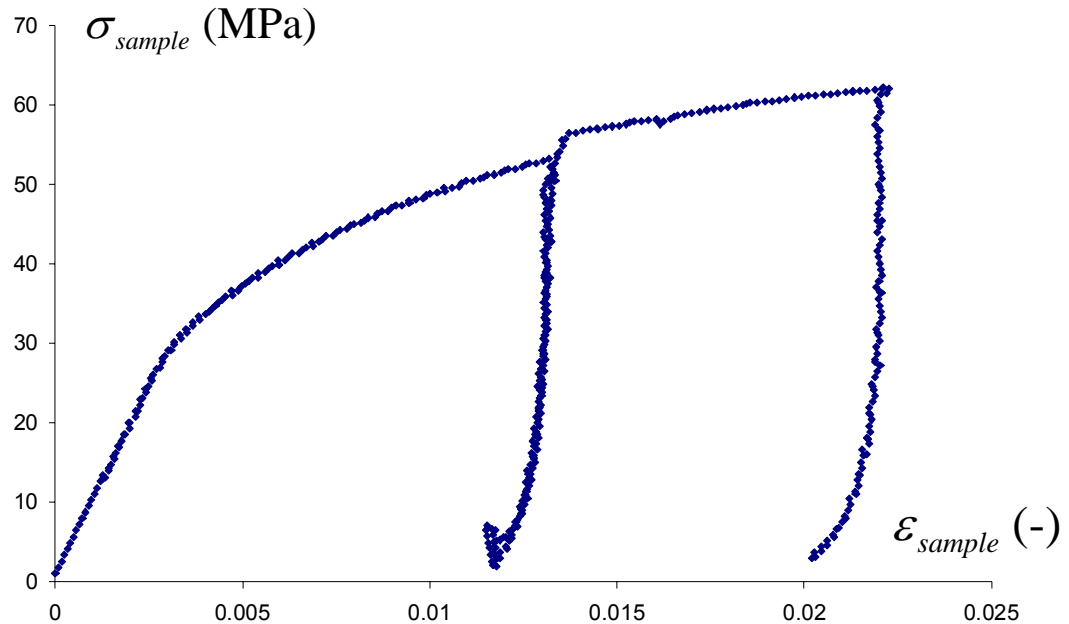
Déformation importante mais pas de  
trace de glissement

Cartes optiques et EBSD de l'éprouvette B

## Champ de déformation plastique de l'éprouvette B :



Carte  $\varepsilon_{22}$  de l'éprouvette B après 1% et 2% de déformation plastique macroscopique



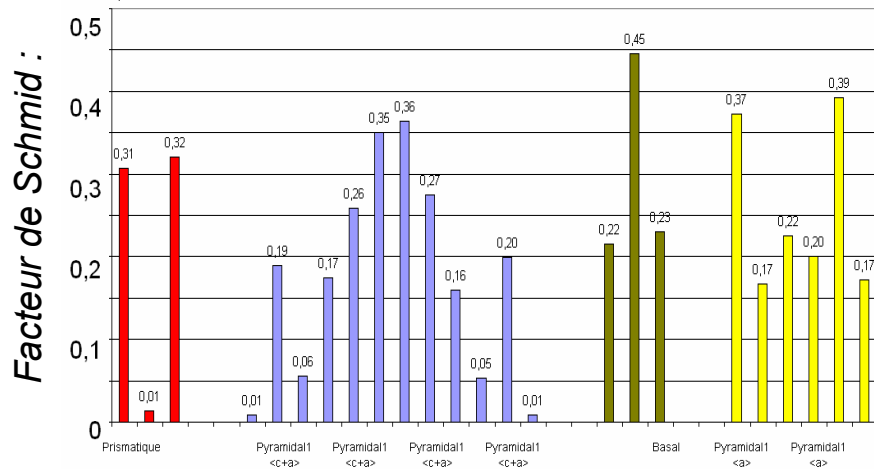
Courbe contrainte-déformation macroscopique à température ambiante. Deux décharges sont effectuées pour observer l'évolution de la déformation plastique ( $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ )

→ Seul le grain bien orienté pour le glissement prismatique est déformé significativement

→ Les déformations importantes sont localisés au centre du grain

## Une méthode alternative pour l'activation des différents systèmes de glissement :

- Calcul des facteurs de Schmid du grain principal



Facteur de Schmid de l'éprouvette A  
(prismatique en rouge)

- Hypothèses : seulement les deux principaux systèmes prismatiques avec les facteurs de Schmid les plus élevés sont activés

→ la déformation plastique totale est la somme du cisaillement des deux systèmes de glissement prismatiques

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^P = \gamma_1^P \cdot \underline{\underline{\Delta}}_1 + \gamma_2^P \cdot \underline{\underline{\Delta}}_2 \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{\Delta}} = \underline{n} \otimes \underline{m}^s$$

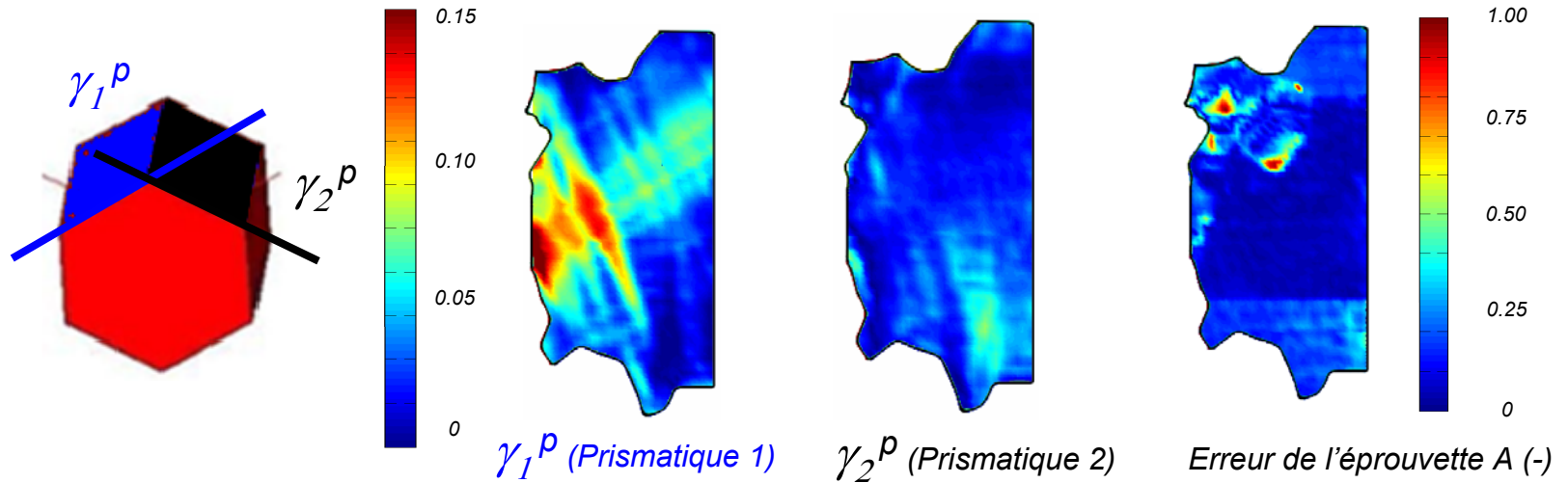
- Les inconnues de l'équation sont l'activation des différents systèmes prismatique ( $\gamma_1^P$  et  $\gamma_2^P$ )

- L'équation est résolue par les méthodes des moindres carrés

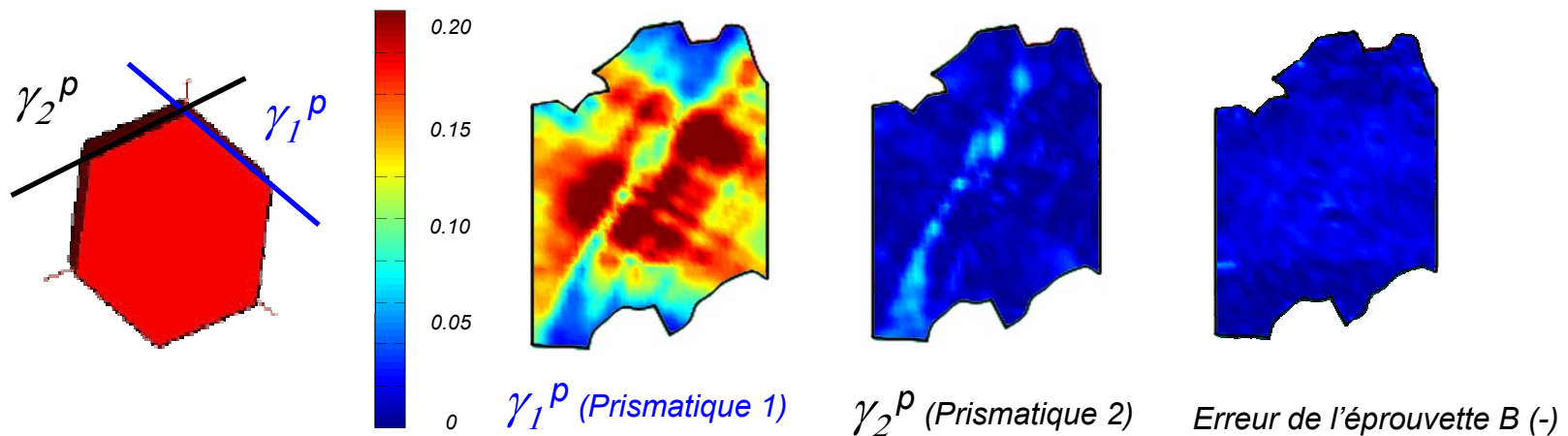
- Une erreur prenant en compte les composantes dans le plan déterminées expérimentalement est calculée :

$$Er = \frac{\sqrt{(\varepsilon_{11}^{calc} - \varepsilon_{11}^{exp})^2 + (\varepsilon_{22}^{calc} - \varepsilon_{22}^{exp})^2 + (\varepsilon_{12}^{calc} - \varepsilon_{12}^{exp})^2}}{\sqrt{\varepsilon_{11}^{exp2} + \varepsilon_{22}^{exp2} + \varepsilon_{12}^{exp2}}}$$

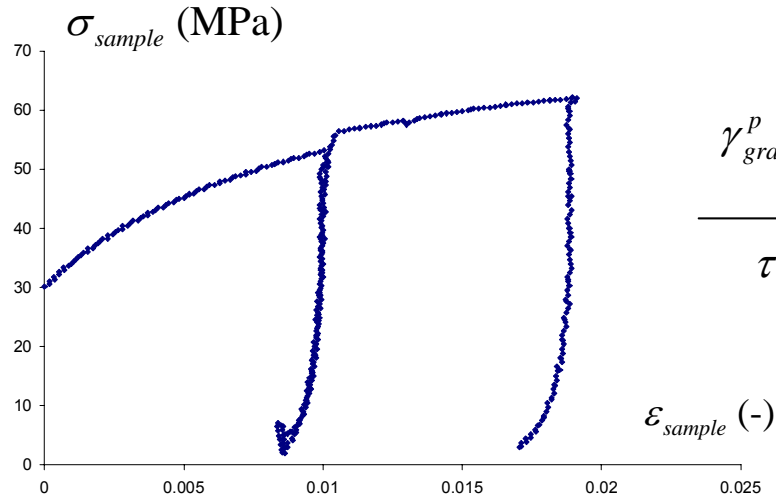
## Activation des systèmes de glissement de l'éprouvette A :



## Activation des systèmes de glissement de l'éprouvette B :



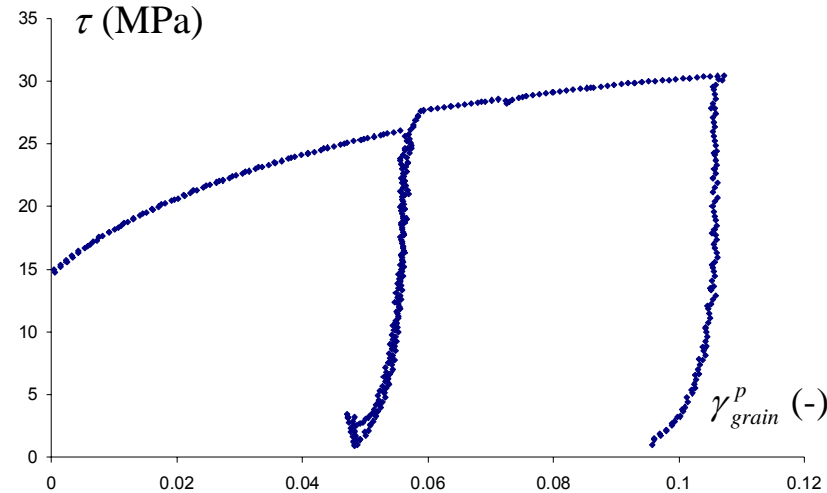
## Vers une courbe monocristalline :



*Courbe de contrainte-déformation macroscopique de l'éprouvette B*

$$\gamma_{\text{grain}}^p = 5.59 \times \epsilon_{\text{sample}}^p$$

$$\tau = F_s \times \sigma_{\text{sample}}$$



*Courbe monocristalline de contrainte-déformation du grain principal de l'éprouvette B*

A 2% de déformation plastique :

- Calcul de la moyenne de la déformation de cisaillement du grain déformé en considérant que seul un système prismatique fournit de la déformation à l'aide de la corrélation d'image
- Calcul d'un rapport obtenu en fin d'essai entre la déformation de cisaillement du grain et la déformation macroscopique de l'éprouvette obtenue par corrélation d'image
- Nous considérons que la contrainte de cisaillement est le produit du facteur de Schmid et de la contrainte macroscopique

Sur toute la courbe macroscopique :

Application du rapport précédemment calculé pour se ramener à une courbe contrainte-déformation monocristalline

**Loi d'écoulement :**

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

- Basée sur la loi de Kocks avec activation thermique

## Loi d'écrouissage :

$$\tau_{eff}^s = \tau^s - \tau_{\mu}^s \quad \tau_{\mu}^s = \frac{(\mu b)^2 \sum a^{su} \rho^u}{\tau^s}$$

- Loi d'écrouissage basée sur les travaux de Rauch
- La loi de Taylor est retrouvée à température ambiante

$$\dot{\rho}^s = \frac{|\dot{\gamma}^s|}{b} \left(\frac{1}{\Lambda^s} - g_c \rho^s\right) \quad \frac{1}{\Lambda^s} = \frac{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}}{K}$$

- Loi d'évolution de la densité de dislocation : multiplication et annihilation des dislocations [4]

## Paramètres issus de la littérature :

Paramètres élastiques :  $c_{11} = 143.4 \text{ GPa}^{[1]}$   $c_{12} = 72.88 \text{ GPa}^{[1]}$   $c_{44} = 32.02 \text{ GPa}^{[1]}$

$b = 3.23 \text{ \AA}$

Paramètres de la loi d'écoulement :  $p = 2/3^{[2]}$   $q = 1/2^{[2]}$   $\dot{\gamma}_0 = 10^{-8} \text{ s}^{-1}^{[2]}$

Paramètres de la loi d'écrouissage :  $a^{ss} = 0.28^{[3]}$

Paramètres mesurés :  $\rho^u = 2.5 \cdot 10^6 \text{ mm}^{-2}$

Paramètres ajustés : Paramètres de la loi d'écrouissage :

$K = 85$

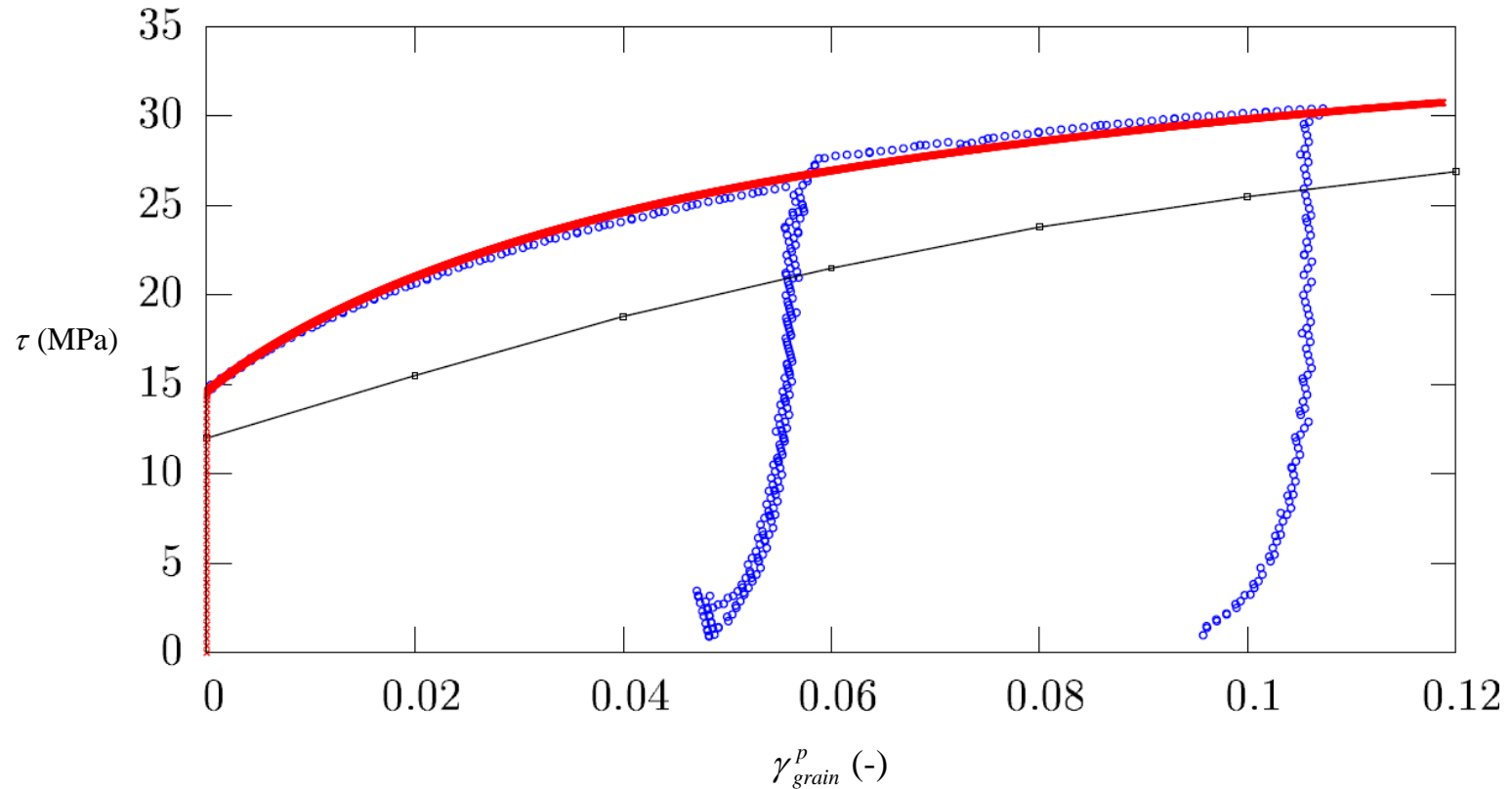
$g_c = 4.2 \text{ nm}$

Paramètres de la loi d'écoulement :  $\Delta G_0 = 1 \text{ eV}$

$\tau_R^{prism} = 70 \text{ MPa}$

$\tau_R^{bas} = \tau_R^{pyra} = \tau_R^{pyrc} = 1 \text{ GPa}$

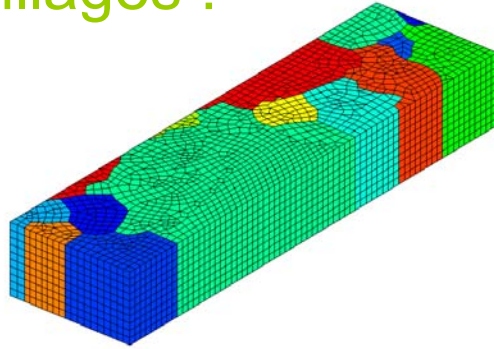
## Ajustement de la loi de comportement



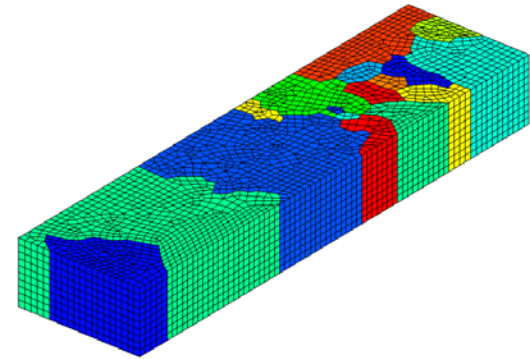
- × Simulation de la loi de comportement (Sidolo)
- Résultats expérimentaux
- Akhtar and Teghtsoonian [5]

# Simulation par éléments finis

## Maillages :

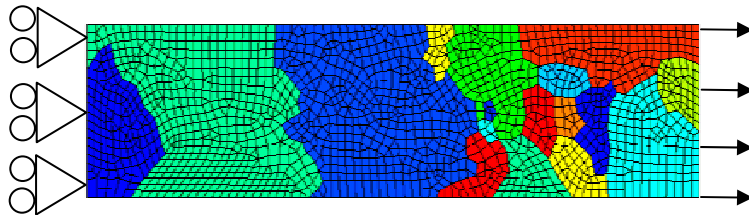


Maillage de l'éprouvette A



Maillage de l'éprouvette B

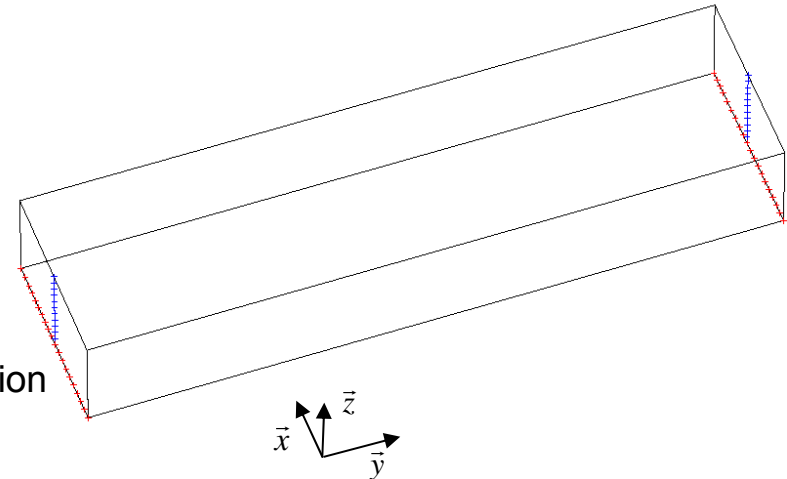
## Conditions limites :



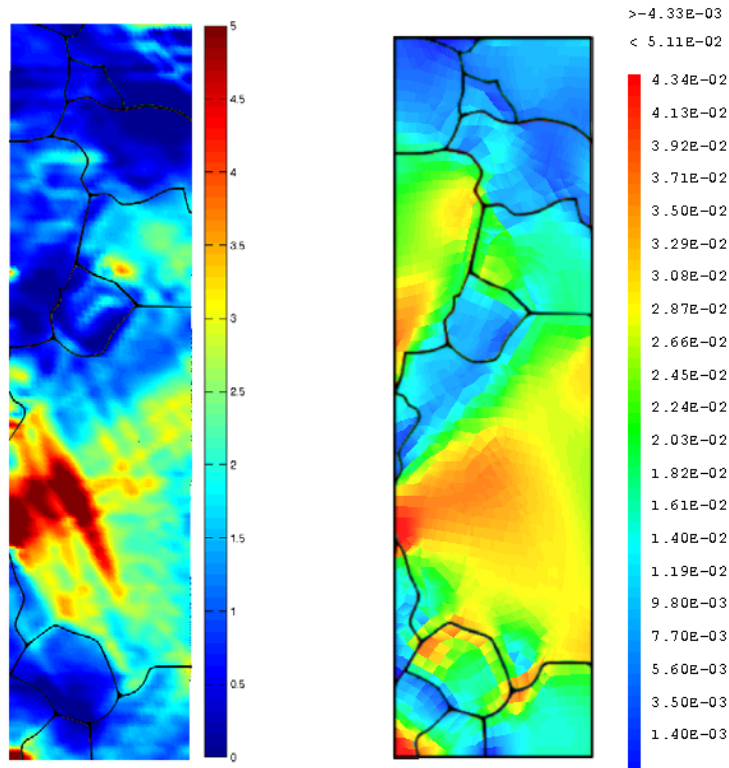
- $y = 0$  sur la surface droite
- $y = y_1$  sur la surface gauche
- $z = 0$  sur les segments rouges
- $x = 0$  sur les segments bleus

$y_1$  est défini de façon à obtenir 2 % de déformation macroscopique plastique

La vitesse de déformation est de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$



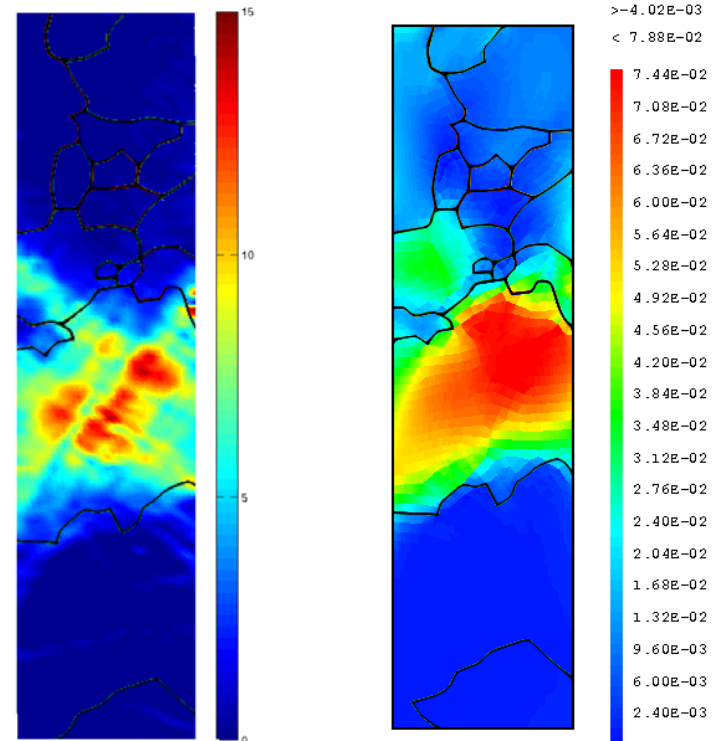
## Eprouvette A :



Résultats expérimentaux

Résultats de la simulation

## Eprouvette B :

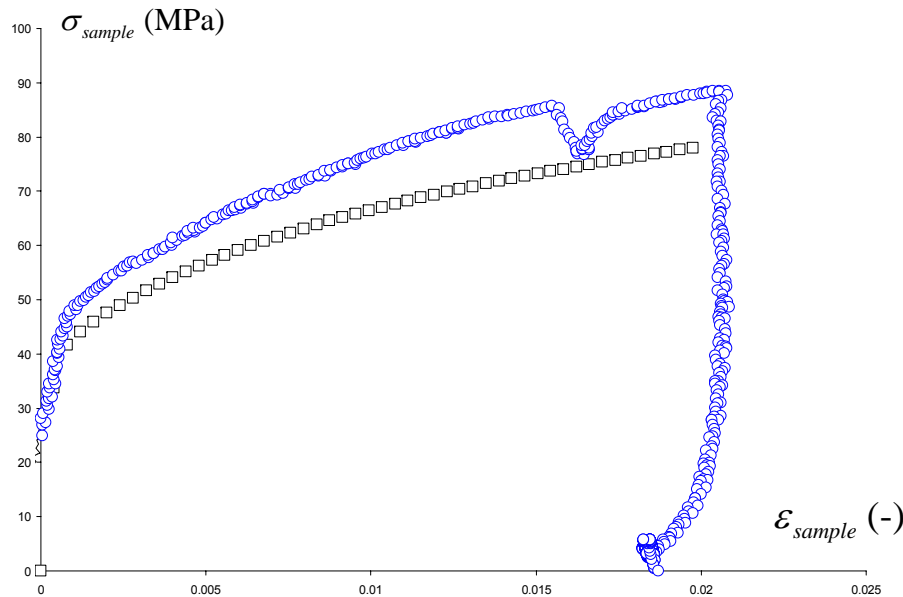


Résultats expérimentaux

Résultats de la simulation

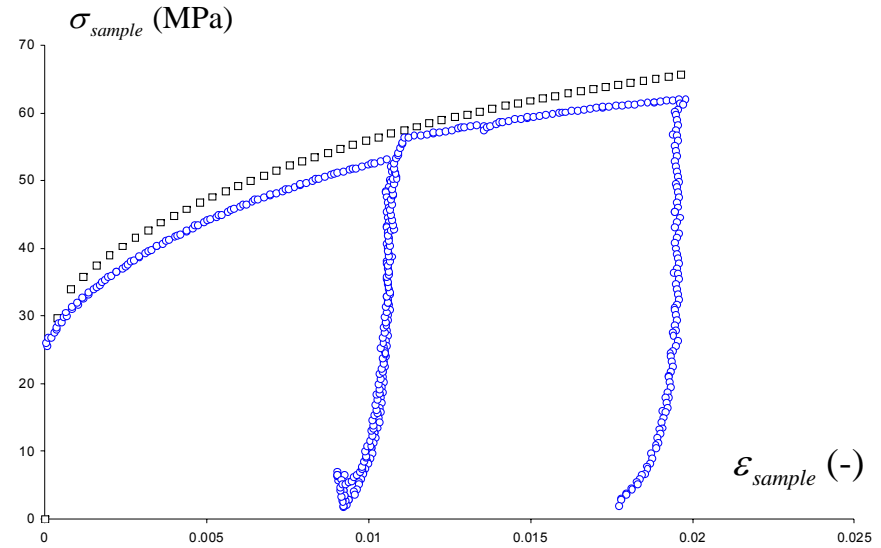
- La simulation reproduit correctement le champ de déformation plastique
- Le champ de déformation plastique expérimental est plus hétérogène que le champ de déformation plastique simulé

## Eprouvette A :



○ Résultats expérimentaux

## Eprouvette B :



□ Résultats de la simulation

- Résultats cohérents entre la courbe obtenue par le calcul par éléments finis et la courbe macroscopique expérimentale
- Dans un travail futur : nous proposerons une nouvelle loi de comportement monocristalline pour le zirconium basée sur de nouveaux résultats expérimentaux (TEM, stress relaxation tests, ...) et des simulations de dynamique des dislocations

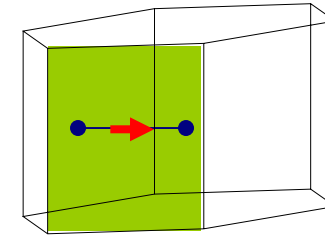
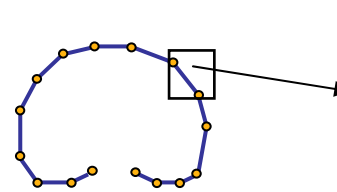


**Objectif :** Détermination de  $\dot{\gamma}_0$  et  $a^{su}$ ,  $\Lambda_s$  et  $g_c$  grâce à la dynamique des dislocations

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp\left[-\frac{\Delta G(\tau_{eff}^s)}{k_B T}\right] \text{sgn}(\tau^s) \quad \tau_{\mu}^s = \frac{(\mu b)^2 \sum_u a^{su} \rho^u}{\tau^s} \quad \dot{\rho}^s = \frac{|\dot{\gamma}^s|}{b} \left( \frac{1}{\Lambda^s} - g_c \rho^s \right)$$

**Code de dynamique des dislocations :**

Développement d'un code nodal de dynamique des dislocations adapté à la structure hexagonale compacte



→ Vecteur de Burgers

■ Plan de glissement

**Principe de la dynamique des dislocations :**

Calcul de la contrainte de Peach Koehler sur un segment de la dislocation

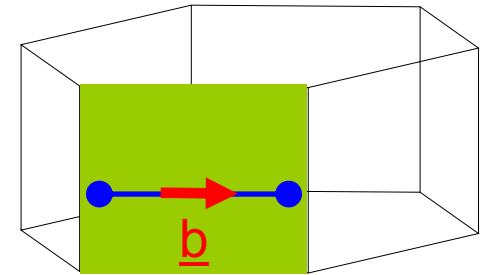
Calcul de la vitesse d'un segment de la dislocation (loi de mobilité)

$$\underline{v} = \frac{\tau^* b}{B(\theta)} \underline{g} \quad \text{with} \quad B(\theta) = B_{screw} \cos^2(\theta) + B_{edge} \sin^2(\theta) \quad [6]$$

Intégration temporelle pour calculer la nouvelle position d'un segment de la dislocation

## Effet de la mobilité des dislocations vis et coins (source de Frank et Read)

Simulation d'une source de Frank et Read (initialement vis avec une longueur de 2000 Å) dans un plan prismatique avec différents rapports de mobilité vis/coin



$$\underline{v} = \frac{\tau^* b}{B(\theta)} \underline{g} \quad \text{avec} \quad B(\theta) = B_{screw} \cos^2(\theta) + B_{edge} \sin^2(\theta) \quad [6]$$

1st film :  $\beta = \frac{B_{screw}}{B_{edge}} = 1$

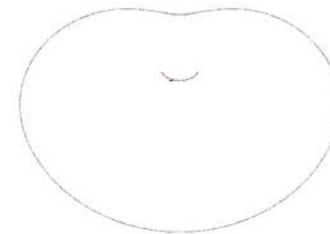


Image: 6300

2nd film :  $\beta = \frac{B_{screw}}{B_{edge}} = 10$

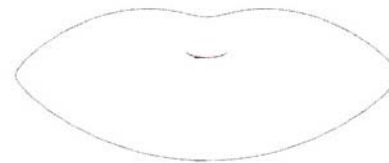


Image: 1554

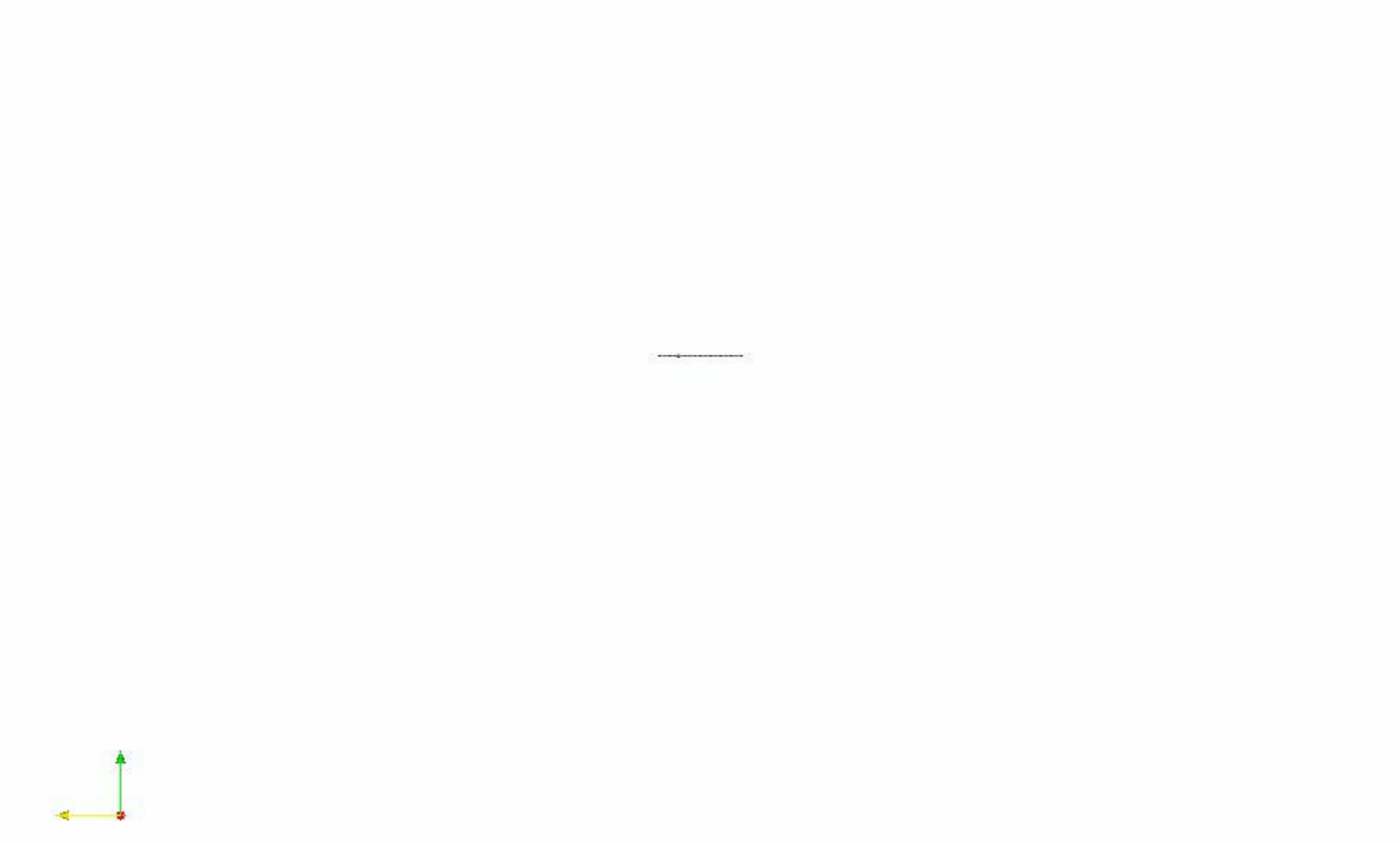


Image: 0

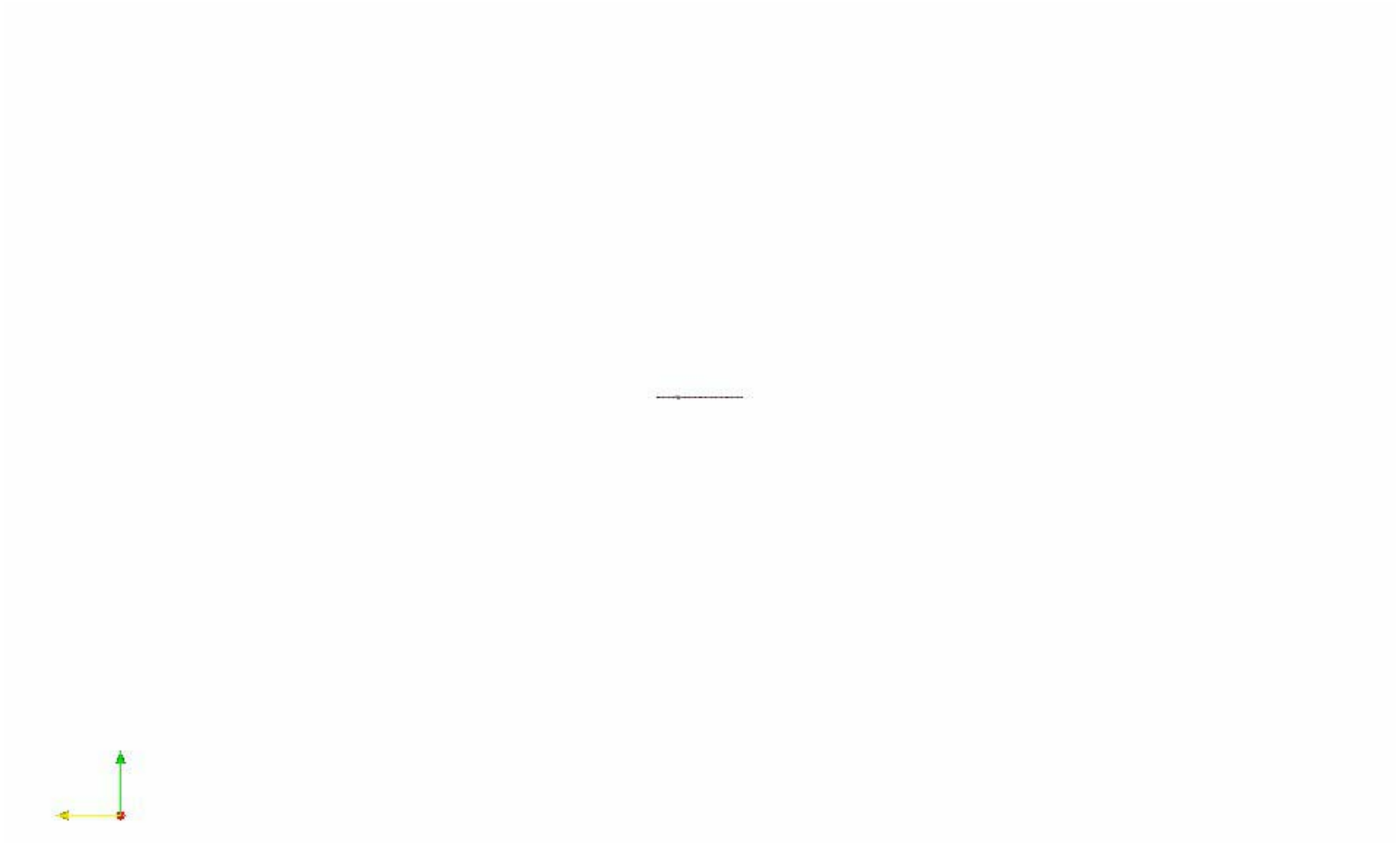


Image: 0

## Conclusions :

- Détermination de l'activité des différents systèmes de glissement à l'aide de la projection du tenseur de déformation
- Première détermination d'une loi de comportement monocristalline pour le zirconium
- Bon accord entre la simulation par éléments finis et les données expérimentales
- Premiers résultats d'une modélisation multi-échelle avec un code nodal de dynamique des dislocations

## Dans le futur :

- Vers une nouvelle loi de comportement pour le zirconium basée sur des nouveaux résultats expérimentaux (MET, essai de relaxation, ...) et des simulations de dynamique des dislocations

- [1] E.S. Fisher and C.J. Renken « *Single-Crystal Elastic Moduli and the hcp → bcc Transformation in Ti, Zr, and Hf* (Physical review, vol. 135, no. 2A, 20 July 1964)
- [2] D. Caillard and J.L. Martin « *Thermally activated mechanisms in crystal plasticity* » (Pergamon Materials Series, Elsevier, 2003)
- [3] D.L. Douglass « *The metallurgy of zirconium* » (Atomic energy review 1971)
- [4] U. Essmann and H. Mughrabi « *Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities* (Phil. Mag. A, Vol. 40, n°6, pp. 731-756, 1979)
- [5] A. Akhtar and A. Teghtsoonian, « *Plastic deformation of zirconium single crystals* » (Acta Metallurgica, vol. 19, no. 7, pp. 633-655, July 1971)
- [6] W. Cai and V. Bulatov, « *Mobility laws in dislocation dynamics simulation* » (Materials Science and Engineering A, vol. 387-389, pp. 277-281, 2004)

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