



**HAL**  
open science

## Approche locale de la déformation d'alliages de structure hexagonale

Michel Bornert, Thierry Bretheau, Daniel Caldemaison, Jérôme Crépin,  
Pascal Doumalin

► **To cite this version:**

Michel Bornert, Thierry Bretheau, Daniel Caldemaison, Jérôme Crépin, Pascal Doumalin. Approche locale de la déformation d'alliages de structure hexagonale. *Matériaux et Techniques*, 2002, 5-6, pp.85-90. 10.1051/mattech/200290050088 . hal-00111368

**HAL Id: hal-00111368**

**<https://hal.science/hal-00111368>**

Submitted on 11 May 2024

**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.

# Approche locale de la déformation d'alliage de structure hexagonale

**M. Bornert, T. Bretheau, D. Caldemaison, J. Crépin, P. Doumalin,**  
*Ecole Polytechnique, Laboratoire de Mécanique des Solides, Palaiseau, France*

## LOCAL APPROACH OF THE DEFORMATION OF ALLOYS WITH HEXAGONAL STRUCTURE

*ABSTRACT: This study aims to the understanding of the strain mechanisms of zirconium alloys related with the microstructure and their consequences for the damage mechanisms of the material. Thanks to a micro-mechanics approach, we will be able to identify the different activated mechanisms, to determine their critical resolved shear stress, and to put in evidence the occurrence of an interaction at "meso-scale", observed thanks to strain maps or covariograms.*

*KEYWORDS: micromechanics, crystalline plasticity, zirconium, hexagonal structure, strain heterogeneity.*

**RÉSUMÉ:** Cette étude s'intéresse à la compréhension des mécanismes de déformation d'alliages de zirconium en relation avec la microstructure et leurs conséquences vis à vis de l'endommagement du matériau. Grâce à une approche micromécanique, il a été possible d'identifier les mécanismes de déformation activés, de déterminer leur cisssion critique d'activation ainsi que de mettre en évidence l'existence d'une interaction à "mésos-échelle", observable à l'aide de cartes de déformation et de covariogrammes.

**MOTS-CLÉS:** micromécanique, plasticité cristalline, zirconium, structure hexagonale compacte, hétérogénéité de déformation.

L'optimisation des propriétés des matériaux métalliques polycristallins impose de mieux appréhender les relations entre leur microstructure et les mécanismes de déformation ou d'endommagement activés et la loi de comportement. Pour accomplir cette tâche, il est nécessaire d'utiliser une approche multi-échelles, liant celle du volume élémentaire représentatif (V.E.R.) qui correspond au domaine élémentaire vérifiant la loi de comportement du matériau qui peut lui-même être représenté, à cette échelle, par un milieu équivalent homogénéisé, et celles des mécanismes élémentaires qui régissent ce même comportement.

Si l'échelle du V.E.R. est généralement millimétrique quand le polycristal est composé de grains micrométriques, celle des mécanismes élémentaires peut être micronique (taille de grains, de phases) et plus certainement submicronique (dislocations, précipités, etc...) avec cependant une distance d'interaction pouvant être beaucoup plus importante que l'échelle de ces mêmes mécanismes (mouvements coopératifs, distribution de phases, etc.).

Afin de présenter l'intérêt d'une telle démarche, nous allons tenter de l'appliquer à l'étude d'alliages de zirconium. En effet, du fait de la forte anisotropie de leur comportement plastique, associée à l'orientation cristallographique des grains ainsi qu'à la forte dépendance des propriétés mécaniques associées à la composition chimique locale, ces matériaux sont à même de justifier une démarche de caractérisation multi-échelles.

Conférence présentée au colloque "Traitements thermomécaniques - Hommage à Claude Royard (1929-1989)" organisé à l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, du 18 au 20 mars 2002, par la section Sud-Est de la SF2M.

# Influence de la variation locale de composition chimique sur le comportement mécanique du zirconium grade 702 traité $\beta$

## Caractérisation de la microstructure

La composition chimique du zirconium grade 702 est donnée dans le tableau I. Le traitement  $\beta$  consiste à faire un recuit au-delà de la température de transition allotropique  $\alpha/\beta$  (865°C) puis un refroidissement à une vitesse relativement lente (15°/s). Il a pour effet de rendre la texture isotrope mais aussi d'obtenir une microstructure, issue de la transformation de phases, constituée de colonies équiaxes de dimensions de l'ordre de la centaine de micromètres, elles-mêmes constituées de lattes parallèles entre elles et de même orientation cristallographique dont le grand axe est de l'ordre de la centaine de microns et le petit axe de l'ordre de la dizaine de microns (fig. 1) [1].

Les éléments d'addition de type alphagène tels que O, Sn se retrouvent en solution solide au sein des lattes alors que les éléments bêtagènes (Fe, Cr, Ni) sont localisés au niveau des

Tableau I - Composition chimique du zirconium grade 702.

Table I - Chemical composition of grade 702 zirconium.

Éléments	C	H	O	N	Cr	Fe	Ni	Sn
Concentration en poids (ppm)	58	4-7	1400	33	240	760	50	2280

Tableau II - Valeur de cisssion critique d'activation pour le zirconium grade 702 traité  $\beta$  à la température ambiante.

Table II - Critical resolved shear stress for " $\beta$  treated" grade 702 zirconium at room temperature.

$\sigma_{crss}$ (10-12) <10-1-1>	60-70 MPa
$\sigma_{crss}$ (11-21) <11-2-6>	120 MPa
$\sigma_{crss}$ (10-10) <1-210> glissement prismatique localisé	80 MPa
$\sigma_{crss}$ (10-10) <1-210> glissement prismatique homogène	100MPa

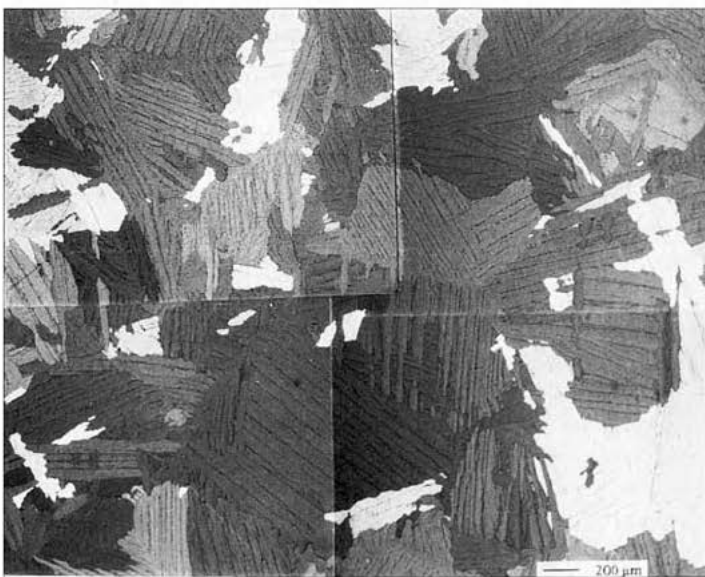


Fig. 1 - Microscopie optique en lumière polarisée de la microstructure du zirconium 702 traité  $\beta$  après polissage électrolytique.

Fig. 1 - Microstructure of " $\beta$  treated" grade 702 zirconium after electrolytic polishing observed under polarized light in optical microscopy.

jointes de lattes (dernier lieu de la transformation  $\beta/\alpha$ ) sous la forme de précipités de type  $Zr_3(Cr,Fe_2)_{1-1}$  [2, 3]. D'autre part, la transformation de phase a pour effet d'orienter les joints de lattes parallèlement à un plan prismatique.

## Mécanisme de déformation

A la température ambiante, les mécanismes activés correspondent soit au glissement prismatique (fig. 2) soit au maclage de type {10-12} ou de type {11-21} (fig. 3). Une fois déterminée leur cisssion critique d'activation (tableau II), ces mécanismes obéissent, tout du moins en première analyse, à la loi de Schmid [1]. Par contre nous constatons une activation préférentielle du glissement prismatique le long des joints de lattes, malgré une orientation cristallographique parfois défavorable.

Cette différence nous a conduit à déterminer une cisssion critique d'activation du glissement prismatique, appelé localisé, lorsque ce dernier était parallèle au joint de lattes et une autre valeur lorsque le système prismatique activé était homogène dans la colonie (tableau II). Cet écart de cisssion critique ne

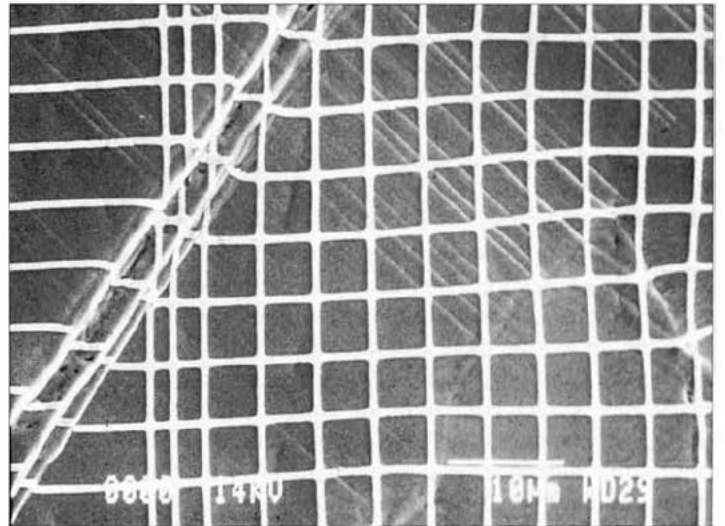


Fig. 2 - Observation de deux systèmes prismatiques : l'un est localisé le long des joints de lattes, l'autre est intralattes et homogène. L'axe de traction est vertical.

Fig. 2 - Observation of two prismatic slip systems : one is localized along a lath boundary, the other is homogeneous throughout the laths. Tensile axis is vertical.

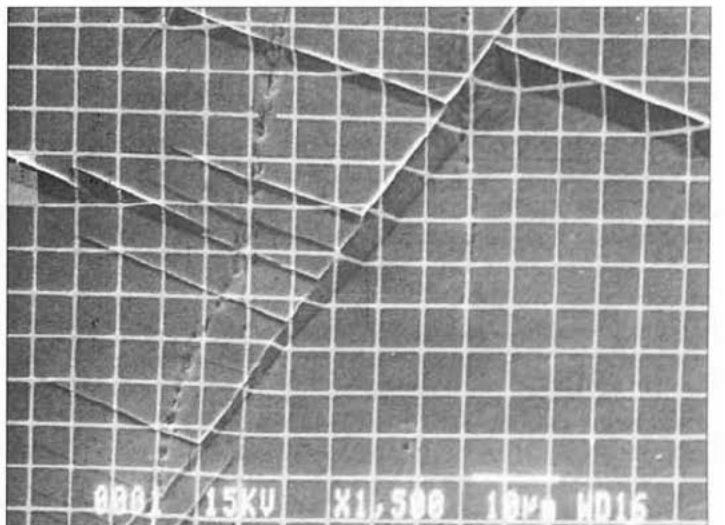


Fig. 3 - Maclage (11-21) <11-2-6>. L'axe de traction est vertical.

Fig. 3 - {11-21} <11-2-6> twinning systems. Tensile axis is vertical

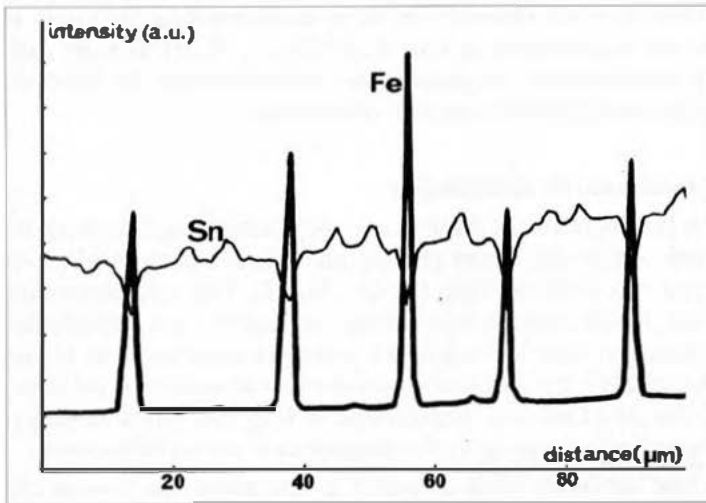


Fig. 4 - Profil de concentration en fer et en étain à travers 6 lattes réalisé par analyse WDS en microscopie électronique à balayage (analyse Onera Chatillon). Le fer est localisé aux joints de lattes et l'étain est localisé aux centres des lattes. Conditions expérimentales: 20 KeV, 0,5 μm de pas; 30 s par point.

Fig. 4 - Tin and Iron profil across six laths obtained by WDS analysis (Onera Chatillon). Iron is localized in the lath boundaries. On the other hand, tin is missing in the lath boundaries and is present in the center of the laths. Experimental conditions: 20 KeV, 0.5 μm pitch; 30 s per data.

peut cependant pas s'expliquer par un argument de type effet Hall Petch. En effet, les joints de lattes au sein d'une même colonie ne constituent pas une barrière suffisante pouvant être considérée comme joint de grains, car les lattes de part et d'autre de ce joint, qui ne forme pas une phase continue, ont la même orientation cristallographique. L'explication de ce phénomène se trouve dans l'hétérogénéité de composition chimique des lattes (fig. 4). En effet la cinétique de transformation de phases permet la création de zone enrichies en Sn et O et des zones appauvries en ces mêmes éléments. Or ces derniers ont un rôle durcissant et c'est donc naturellement que le glissement prismatique va se localiser dans les régions du matériau où la concentration est la plus faible. Cette hétérogénéité de déformation (qui peut atteindre plusieurs dizaines de % localement) visible sur la figure 2 entraîne une localisation de l'endommagement (fig. 5), conduisant à la ruine du matériau.

Tableau III - Composition chimique de l'alliage zirconium-nobium.

Éléments	C	S	O	Cr	H	Nb	Fe	N	Si	Sn
Concentration en poids (ppm)	40	22	1300	50	15-22	10000	350	24-34	<10	<30

Table III - Chemical composition of zirconium-nobium alloy.

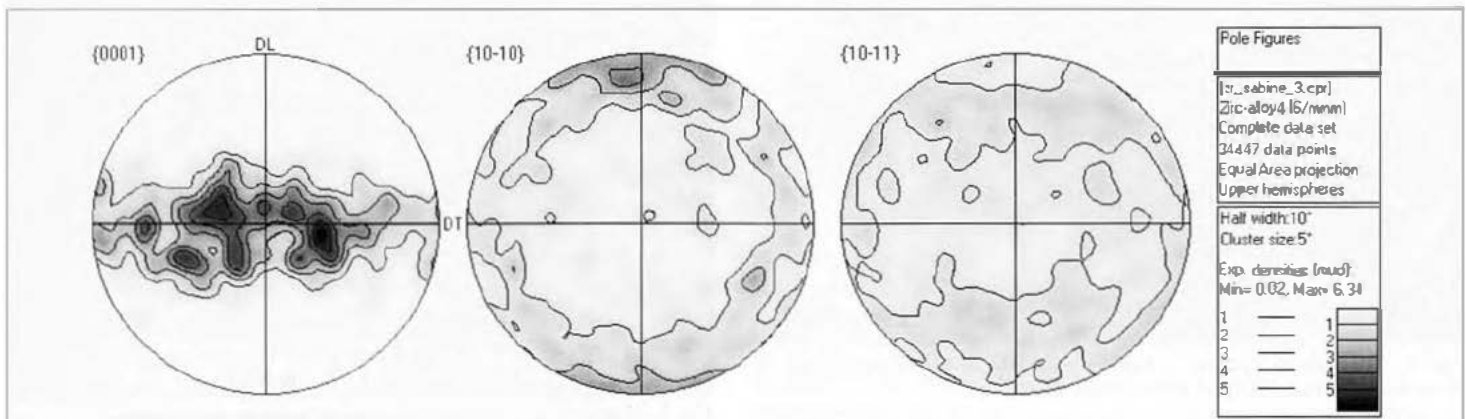


Fig. 6 - Texture du zirconium-nobium. Direction de laminage suivant DL.

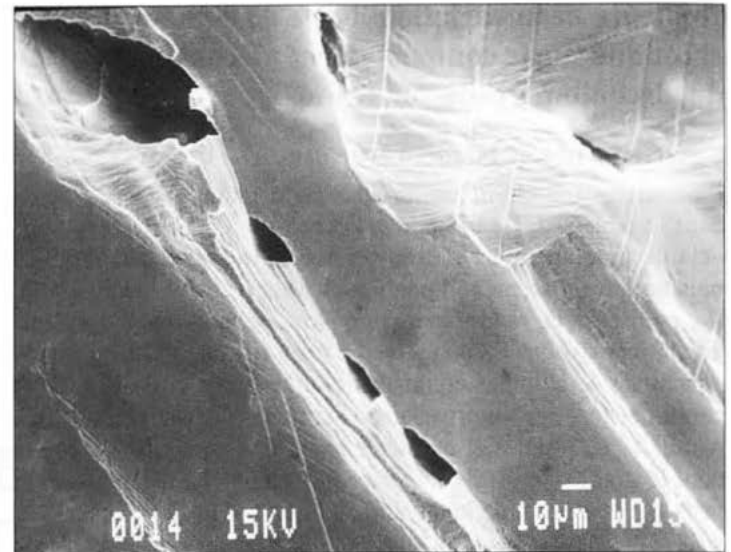


Fig. 5 - Localisation de l'endommagement au niveau des bandes de glissement intenses.

Fig. 5 - Observation of damage in the localized prismatic slip bands.

### Influence de l'hétérogénéité de déformation au sein d'un alliage de zirconium-nobium

La composition chimique du zirconium-nobium est donnée dans le tableau III. Les échantillons sont issus de tôles laminées présentant une texture de mise en forme classique, correspondant à la figure 6. Les grains sont équiaxes et leur taille est de l'ordre de 5 μm. Au moyen d'une technique de micro-extensométrie [4-5], nous allons nous intéresser à la répartition de la déformation au sein du matériau ainsi qu'à son évolution avec le chargement macroscopique imposé (5 et 10% de déformation) pour une sollicitation de traction à température ambiante, à la vitesse de sollicitation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

La figure 7, obtenue à 5% de déformation axiale, représente une cartographie de la répartition de la déformation équivalente au sens de Von Mises. La surface analysée représente  $190 \times 284 \mu\text{m}$  et la base de mesure est de 5 μm. Nous y constatons l'existence d'un double réseau de bandes d'une portée supérieure à la taille de grains (5 μm) et orienté à environ  $\pm 45^\circ$  vis-

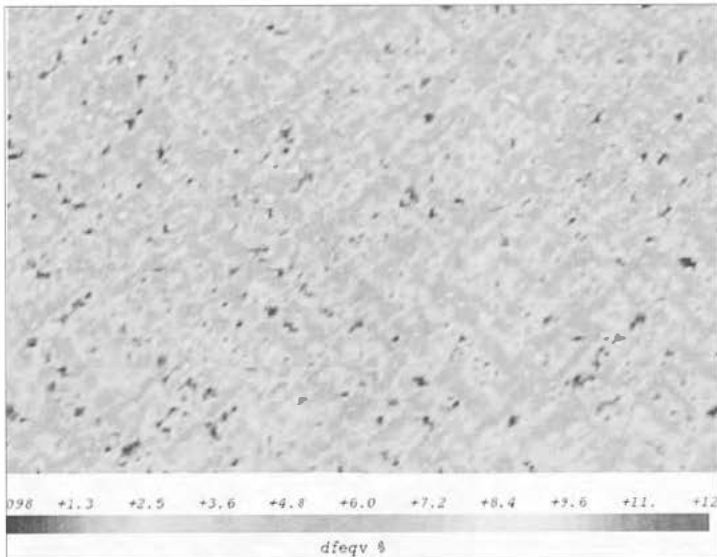


Fig. 7 - Hétérogénéité de la déformation plastique équivalente de Von Mises; la déformation macroscopique est de 5%, l'axe de sollicitation est vertical.

Fig. 7 - Heterogeneity of Von Mises equivalent plastic strain. The macroscopic strain is equal to 5% . tensile axis is vertical.

à-vis de l'axe vertical de sollicitation. Afin de mieux caractériser ce schéma de localisation, nous avons recours à une analyse statistique basée sur le calcul de covariogramme  $C(h)$ , nous permettant de déterminer la morphologie ainsi que les dimensions caractéristiques de ces bandes [6]. Cet outil statistique permet de calculer la probabilité de trouver la même valeur de déformation à une distance  $h$  d'un point considéré.

La figure 8 correspond aux covariogrammes obtenus à partir de la figure 7, chaque courbe représentant l'évolution de  $C(h)$  dans une direction particulière vis à vis de l'axe de sollicitation (0, 45, 90 et 135°). Pour les grandes valeurs de  $h$  et à condition de s'intéresser à une surface statistiquement représentative du phénomène,  $C(h)$  correspond à la valeur décorrélée, appelée  $C_{\infty}$  de la variable observée (valeur de déformation dans notre cas); cette valeur correspond à une mesure de l'hétérogénéité moyenne observée sur la zone d'analyse. Plus cette valeur est élevée et plus la déformation est homogène. D'autre part, les dimensions caractéristiques des bandes (domaines où la valeur de la corrélation est supérieure à la valeur de  $C_{\infty}$ ) sont déterminées par l'intersection de chaque courbe  $C(h)$  avec la droite portée par  $C_{\infty}$ . Il apparaît donc que les bandes ont une portée de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$ , c'est à dire bien au-delà de la taille de grains. Par contre la définition de la largeur du phénomène est plus délicate, du fait que la dimension caractéristique estimée à 5  $\mu\text{m}$  est du même ordre de grandeur que la taille de grains mais surtout de la base de mesure considérée.

La figure 9 représente la superposition des covariogrammes normalisés obtenus à 5% et 10%. Si l'on ne constate pas d'évolution de la portée des bandes de localisation, nous constatons cependant une croissance de  $C_{\infty}$ , traduisant une diminution statistique de l'hétérogénéité de déformation de la plage observée. Le fait que l'hétérogénéité statistique diminue peut être interprétée comme étant liée aux mécanismes d'écroutissage activés au cours de la déformation du matériau. En effet cet écroutissage intervenant dans les grains déjà sollicités, il se traduit par une augmentation de la contrainte macroscopique appliquée, et donc de la contrainte locale permettant ainsi d'atteindre le niveau de cisssion résolue nécessaire à l'acti-

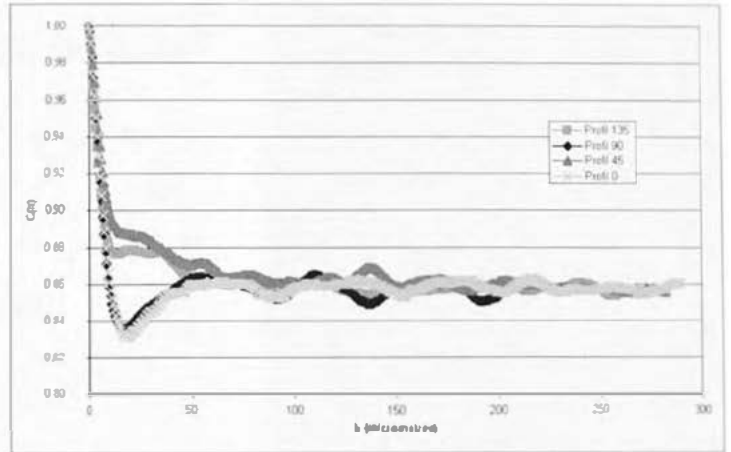


Fig. 8 - Covariogramme normalisé, représentant l'évolution de  $C$  en fonction de  $h$ .

Fig. 8 - Normalized covariogram, which represents the evolution of the  $C$  factor with  $h$ .

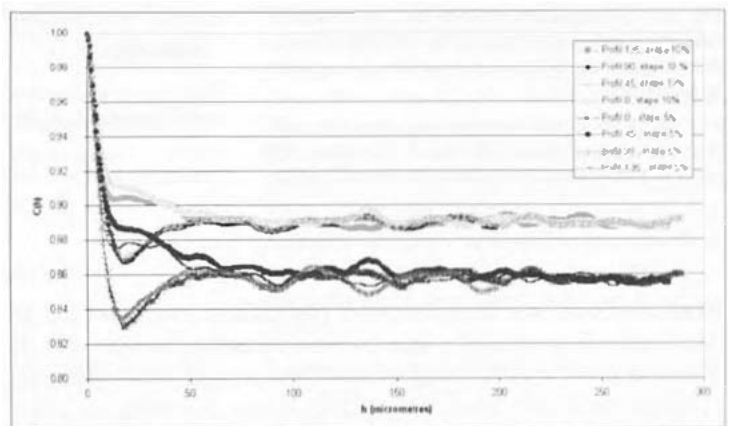


Fig. 9 - Superposition des covariogrammes normalisés pour 5 et 10% de déformation macroscopique.

Fig. 9 - Superimposed of normalized covariograms for 5 and 10 % of macroscopic strain.

vation des systèmes de glissement dans les grains a priori moins bien orientés initialement.

Ces bandes de localisation étant caractérisées, est-il possible de corréler leur existence avec une information provenant de la microstructure? Le fait que leur portée soit nettement supérieure à la taille de grains signifie qu'elle ne pourrait dépendre que d'une grandeur de taille caractéristique supérieure, telle que la distribution des grains au sein de la microstructure. L'EBSD parce qu'il permet à la fois l'obtention de grandeurs statistiques comme la texture mais aussi de tracer des cartes d'orientations cristallines est l'outil adapté pour ce type d'étude. La figure 10 représente, pour un polycristal laminé de zirconium grade 702 de taille de grains de 25 microns, la façon dont les grains sont répartis au sein de la microstructure. Cette représentation en niveau de gris des angles d'Euler n'est pas très parlante. Mais si l'on représente maintenant la distribution des facteurs de Schmid (en niveau de gris) pour l'activation du glissement prismatique (mécanisme de plasticité principalement observé) pour un essai sens long (fig. 11a) ou sens travers (fig. 11b), on constate immédiatement que cette distribution évolue entre les deux configurations. Cette évolution de la répartition des facteurs de Schmid peut se traduire du point de vue mécanique par une évolution de la surface représentative de la microstructure, mais devrait aussi avoir pour conséquence une évolution de la géométrie des bandes de localisation.

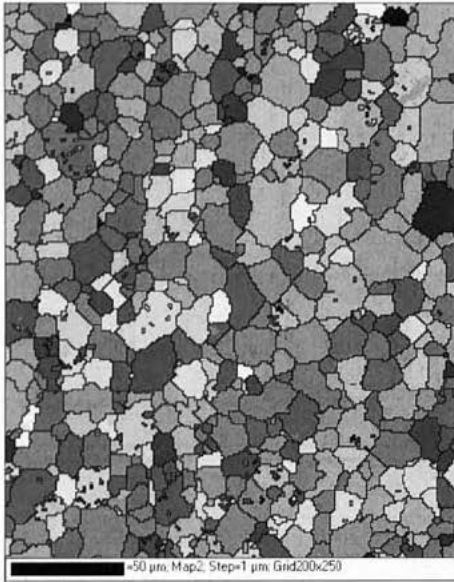


Fig. 10 - Cartographie EBSD de la microstructure d'un polycristal laminé de zirconium grade 702. Les points noirs correspondent aux points non indexés.

Fig 10 - EBSD map representing the polycrystal microstructure of grade 702 rolled zirconium. The black points correspond to the non indexed points.

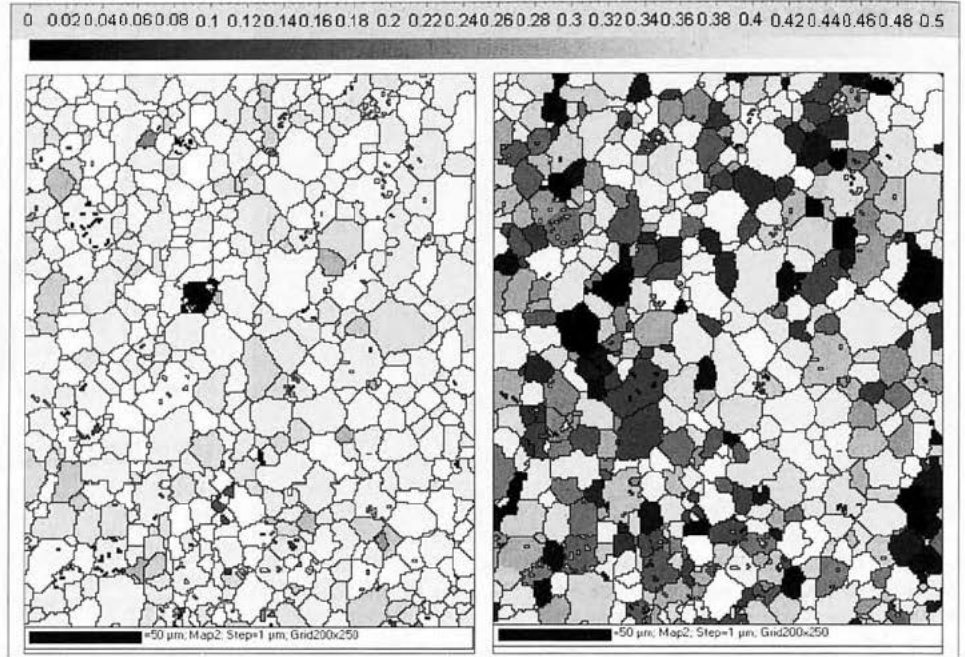


Fig. 11 - Représentation en facteur de Schmid de la microstructure de la figure 10 ; seuls les systèmes prismatiques sont considérés. a) axe de traction // DL ; b) axe de traction // DT.

Fig 11 - Schmid factor maps of the microstructure obtained from fig 10. Only prismatic slip systems are taken into account. a) tensile axis // DL ; b) tensile axis // DT.

## Conclusion

Nous avons vu, sur deux exemples particuliers, pourquoi il était nécessaire de procéder à une analyse micromécanique afin de mieux appréhender le comportement mécanique des matériaux, et notamment des matériaux hexagonaux. La mise en place d'outils statistiques de caractérisation des cartes de déformation couplés avec une analyse microstructurale basée sur des

cartes d'orientations cristallines obtenues par EBSD permettra de tenter de trouver des corrélations entre microstructure et comportement local. Cet outil en cours de développement au laboratoire sera notamment appliqué à l'étude du comportement du zirconium polycristallin pour un essai sens long et sens travers, pour différents taux de chargement. ■

## RÉFÉRENCES

- [1] J. CREPIN, T. BRETHERAU, D. CALDEMAISON, "Plastic deformation mechanism of  $\beta$  treated zirconium". *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 43, 10, pp. 3709-3719, 1995.
- [2] J. CREPIN, T. BRETHERAU, D. CALDEMAISON, A. BARBU, G. JAZKIEWITCZ, "Microstructural study of  $\beta$  treated grade 702 zirconium. Scanning electron microscopy and transmission electron microscopy, complementary of two observation scales". *Journal of Materials Sciences*, 32, pp. 4841-4846, 1997.
- [3] C. LEMAIGNAN, A.T. MOTTA, in *Nuclear applications, nuclear materials*, 10A, edited by R.T. Frost, Materials Sciences and Technology series edited by R.W. Cahn, P. Haasen and E. J. Kramer (VCH, Weinheim, 1994).
- [4] L. ALLAIS, M. BORNERT, T. BRETHERAU, D. CALDEMAISON, "Experimental characterization of the local strain field in a heterogeneous elastoplastic material", *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 42, 11, pp. 3865-3880, 1994.
- [5] P. DOUMALIN, "Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques : application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage", Thèse, Ecole Polytechnique, France, 2000.
- [6] P. DOUMALIN, M. BORNERT, "Détermination de la portée des bandes de localisation de la déformation dans les matériaux hétérogènes", 8<sup>ème</sup> Colloque Franco-Polonais, Villetaneuse, 10-12 octobre 2001.