

Caractérisation et modélisation des phénomènes de vieillissement dans les alliages de zirconium

Stéphanie Graff, Samuel Forest, Jean-Loup Strudel, Claude Prioul, J.L. Béchade

▶ **To cite this version:**

Stéphanie Graff, Samuel Forest, Jean-Loup Strudel, Claude Prioul, J.L. Béchade. Caractérisation et modélisation des phénomènes de vieillissement dans les alliages de zirconium. Matériaux 2006, 2006, Dijon, France. 5 p. hal-00144463

HAL Id: hal-00144463
https://hal.science/hal-00144463

Submitted on 3 May 2007

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.

Caractérisation et modélisation des phénomènes de vieillissement dans les alliages de zirconium

S. Graff[a], S. Forest[a], J.L. Strudel[a], C. Prioul[b], J.L. Béchade[c]

[a] Centre des Matériaux/UMR 7633, Ecole des Mines de Paris/CNRS, BP 87, 91003 Evry, France, stephanie.graff-aptus@irsn.fr, samuel.forest@mat.ensmp.fr, jean-loup.strudel@mat.ensmp.fr
[b] MSSMAT, Ecole Centrale Paris, Grande Voie des Vignes, 92295 Châtenay-Malabry, France, prioul@mssmat.ecp.fr
[c] SRMA, CEA Saclay, 91191 Gif sur Yvette, France, bechade@cea.fr

RESUME : De nombreuses manifestations mécaniques de phénomènes de vieillissement (interactions dislocations-atomes de soluté) dans le domaine de températures 20°C-600°C ont été observées dans les alliages de zirconium [1]. L'influence systématique des éléments d'addition (oxygène, niobium) et la caractérisation précise du domaine de vieillissement restent toutefois mal connues. Dans cette étude, de nouveaux alliages de zirconium ont été spécialement élaborés à partir d'une barre de zirconium 2.2% hafnium à faible teneur en oxygène (80 ppm), puis caractérisés par différents essais mécaniques. Les phénomènes de vieillissement dynamique observés sont associés à des valeurs faiblement positives de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. Ces phénomènes ont ensuite été modélisés pour l'alliage de référence nommé Zr702 (sens travers) à forte teneur en oxygène (1300 ppm): creux de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation autour de 300°C, arrêt de fluage et de relaxation à 200°C et 300°C et hétérogénéités de déformation plastique en traction le long du fût de l'éprouvette. Le modèle de comportement utilisé en éléments finis est fondé sur le modèle phénoménologique de vieillissement dynamique proposé par MacCormick [2], [3], validé sur des alliages d'aluminium et des aciers [4], [5], [6] et appliqué ici à l'alliage Zr702 dans le domaine de températures 20°C-400°C [7].

MOTS-CLES : vieillissement statique et dynamique, alliages de zirconium, modélisation.

Introduction

Un comportement souvent qualifié d'« anormal », observé dans les alliages de zirconium, dans le domaine de température 20°C-600°C a été rapporté dans la littérature [1]. Deux principaux effets macroscopiques peuvent être directement observés : le vieillissement statique (SSA, Static Strain Ageing) et le vieillissement dynamique (DSA, Dynamic Strain Ageing). Le premier correspond à l'existence d'un pic de contrainte et/ou d'un plateau de Lüders, observé sur la courbe de traction contrainte-déformation. Le second est associé à la diminution du coefficient de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation, SRS (Strain Rate Sensitivity) qui peut tendre vers zéro et/ou atteindre des valeurs négatives en association avec le phénomène de Portevin-Le Chatelier. La plupart de ces manifestations macroscopiques sont la conséquence des phénomènes physiques de vieillissement, qui se manifestent à l'échelle microscopique par des interactions dislocations-atomes de soluté. Bien que de nombreux mécanismes microscopiques aient été proposés, l'influence systématique des éléments d'addition et la caractérisation précise du domaine de vieillissement restent mal appréhendées à ce jour. Cette étude a pour objectif une telle caractérisation et sa modélisation par des lois de comportement adaptées. Dans le cadre du « Contrat de Programme de Recherche CEA-CNRS-EDF » sur la « Simulation des Métaux des Installations et Réacteurs Nucléaires » (CPR SMIRN), de nouveaux alliages de zirconium ont été spécialement élaborés à partir d'une barre en zirconium 2.2% hafnium à faible teneur en oxygène (80 ppm) et comparés à un alliage de référence, nommé Zr702 à forte teneur en oxygène (1300 ppm). Des alliages enrichis en oxygène d'une part et en niobium d'autre part ont été caractérisés sur une large gamme de sollicitations mécaniques (traction simple, sauts de vitesse, relaxation et mesures de champs de déformation) entre 20°C et 400°C afin d'explorer les modes de déformation présents dans les différents alliages de zirconium testés. Le modèle de comportement identifié pour l'alliage Zr702 (sens travers) est issu du modèle phénoménologique de vieillissement dynamique d'alliages métalliques, proposé par MacCormick [2], [3]. Il comporte une variable interne caractérisant le temps de vieillissement global du matériau, ce qui le rend facile à programmer dans un code de calcul en éléments finis. Auparavant ce modèle a été testé sur des alliages en aluminium et sur un acier doux [4], [5], [7].

I. Etude expérimentale

I.1 Caractérisation microstructurale des alliages de zirconium

Différents alliages de zirconium ont été élaborés à partir d'un alliage de zirconium avec 2.2% hafnium à faible teneur en oxygène (80 ppm), nommé ZrHf. Le premier contient 1% niobium (élément d'addition substitutionnel), nommé ZrHf-Nb. Le second contient 1100 ppm oxygène (élément d'addition interstitiel), nommé ZrHf-O. Le troisième contient 1% niobium et 1200 ppm oxygène, nommé ZrHf-Nb-O. Ces alliages de zirconium ont été comparés à un alliage de zirconium dit de référence, Zr702 étudié pendant la thèse de Pujol [11]. La composition chimique de ces alliages de zirconium est donnée dans le tableau suivant.

Matériau/Elément (% poids)	C	S	O	N	H	Fe	Si	Hf	Nb	Ni	Sn
ZrHf	0.008	0.001	0.0084	0.0007	0.00033	0.05	< 0.01	2.2	-	-	-
ZrHf-Nb	0.008	0.001	0.0084	0.0007	0.00033	0.05	< 0.01	2.2	1	-	-
ZrHf-O	0.008	0.001	0.1100	0.0007	0.00033	0.05	< 0.01	2.2	-	-	-
ZrHf-Nb-O	0.008	0.001	0.1200	0.0007	0.00033	0.05	< 0.01	2.2	1	-	-
Zr702	0.0058	-	0.1300	0.0033	0.0004	0.076	-	-	-	0.005	0.223

L'alliage polycristallin Zr702 (plaque de 8 mm) présente des grains equiaxes de taille moyenne 15 µm-30 µm. L'alliage ZrHf possède une microstructure similaire au précédent, avec une taille de grain comprise entre 5 µm et 30 µm. Les alliages ZrHf-Nb, ZrHf-O et ZrHf-Nb-O présentent des microstructures plus hétérogènes, spécialement dans le cas d'addition d'oxygène. Une texture classique relative à une plaque laminée à froid a été observée pour ces 5 alliages de zirconium. Les axes <c> sont concentrés dans le plan (DN, DT) à environ 30°-40° de DN et les directions [11.0] sont majoritairement suivant DL (DN : direction normale au plan de la tôle, DT direction transverse, DL : direction de laminage).

I.2 Caractérisation mécanique des alliages de zirconium

1. Les essais de traction avec sauts de vitesse ont été menés sur des éprouvettes cylindriques, initialement élaborées pour les essais de relaxation avec déchargement et prélevées en sens travers. La précision des mesures est : $\Delta\sigma = \pm$ 0.5 MPa, $\Delta\varepsilon = \pm 1.7\ 10^{-5}$, $\Delta T = \pm$ 1°C. L'objectif de ces essais est de comparer le coefficient SRS pour les 5 alliages de zirconium en fonction de la température :

$$SRS = \left(\frac{\Delta\sigma}{\Delta \log \dot{\varepsilon}}\right)_{T,\varepsilon_p}$$

2. Les essais de traction simple ont été menés à 100°C, 200°C et 300°C à différentes vitesses de déformation imposées (10^{-3} s^{-1}, 10^{-4} s^{-1}, 10^{-5} s^{-1}) sur des éprouvettes planes testées en sens travers. La précision des mesures est : $\Delta\sigma/\sigma = \pm 3.4\ 10^{-2}$, $\Delta\varepsilon/\varepsilon = \pm 6\ 10^{-3}$, $\Delta T = \pm$ 10°C. Le principal objectif de ces essais est d'obtenir les courbes macroscopiques contrainte-déformation aux différentes températures pour l'alliage Zr702.

3. Les essais de relaxation à différentes températures (100°C, 200°C, 300°C et 400°C) avec déchargement, appelé cycles de relaxation ont été choisis dans le but d'explorer les modes de déformation présents dans l'alliage Zr702 (sens travers). Bien que les essais de relaxation soient peu utilisés, leur grand intérêt est de laisser le matériau choisir son propre mode de déformation plastique dans une large gamme de contrainte et de vitesse de déformation (de 10^{-4} s^{-1} à 10^{-9} s^{-1} pour notre équipement), contrairement aux essais de traction simple qui imposent la vitesse de déformation macroscopique ou aux essais de fluage qui imposent un chargement en contrainte constante pendant des périodes de temps généralement longues. Un cycle de relaxation est divisé en 4 étapes : *le chargement* (l'éprouvette est déformée à vitesse de déformation imposée de 10^{-4} s^{-1} jusqu'à un niveau de déformation plastique donné, puis le chargement est stoppé), *la relaxation « proprement dite »* (la déformation totale de l'éprouvette obtenue à la fin du chargement est maintenue constante pendant 20 heures à 100°C, 200°C, 300°C et uniquement pendant 4 heures à 400°C pour limiter les risques d'oxydation des alliages et donc la diffusion de l'oxygène dans le métal), *le déchargement* (l'éprouvette est déchargée à la même vitesse de déformation imposée qu'au cours du chargement), *une deuxième relaxation* (menée pendant 4 heures à 100°C, 200°C, 300°C et pendant 30 minutes à 400°C pour les mêmes raisons que l'étape 2). Ce cycle est répété à différents niveaux de déformation plastique et pour les petites déformations (< 3%), afin de négliger l'effet de l'écrouissage. La précision des mesures est : $\Delta\sigma = \pm$ 2 MPa/24 heures, $\Delta\varepsilon = \pm 1.7\ 10^{-5}$, $\Delta T = \pm$ 1°C. L'avantage de ces cycles est de pouvoir déterminer les mécanismes de déformation et de comparer les volumes d'activation, V_a aux différentes températures pour l'alliage Zr702 :

$$V_a = k_B T \left(\frac{\Delta \log \dot{\varepsilon}_p}{\Delta\sigma}\right)_{T,\varepsilon_p}$$

I.2 Résultats expérimentaux

Essais de traction avec sauts de vitesse

Il n'est pas nécessaire d'introduire une grande quantité d'atomes d'oxygène (80 ppm ici) pour observer une faible sensibilité à la vitesse de déformation [12]. Celle-ci peut même devenir négative à 400°C comme pour les alliages ZrHf, ZrHf-Nb, ZrHf-Nb-O (figure 1). Le coefficient SRS est maximal à 200°C pour l'alliage Zr702 et à 300°C pour l'alliage ZrHf. Une augmentation de la teneur en niobium ne change pas les valeurs de SRS (alliage ZrHf-Nb). Une augmentation de la teneur en oxygène est associée à une augmentation des valeurs de SRS (alliage ZrHf-O). Après des sauts de vitesse, des pics de contraintes, caractérisés par le paramètre $\Delta\sigma_{pic}$ ont été observés à 10^{-3} s^{-1} et non à 10^{-4} s^{-1} aux différentes températures pour tous les alliages de zirconium. Les valeurs de $\Delta\sigma_{pic}$ augmentent lorsque la température augmente et sont deux fois plus importantes pour l'alliage Zr702 que pour l'alliage ZrHf. Une augmentation de la teneur en niobium ne change pratiquement pas la valeur de $\Delta\sigma_{pic}$, alors qu'une augmentation de la teneur en oxygène est associée à de plus grandes valeurs de $\Delta\sigma_{pic}$ (comparaison entre les alliages ZrHf, ZrHf-Nb et ZrHf-O). L'effet Portevin-Le Chatelier (PLC), caractérisé par la présence de « serrations » sur la courbe macroscopique a été observé à la fois à 10^{-3} s^{-1} et à 10^{-4} s^{-1} à 200°C, 300°C et 400°C. L'effet PLC est actif à des vitesses de déformation plus grandes pour l'alliage ZrHf que pour l'alliage Zr702 à la même température d'essai. Une augmentation de la teneur en niobium conduit à observer l'effet PLC pour des températures légèrement plus faibles. Une teneur en oxygène plus élevée s'accompagne d'une légère augmentation de l'amplitude des « serrations », observées à des vitesses de déformation plus grandes pour l'alliage ZrHf-O.

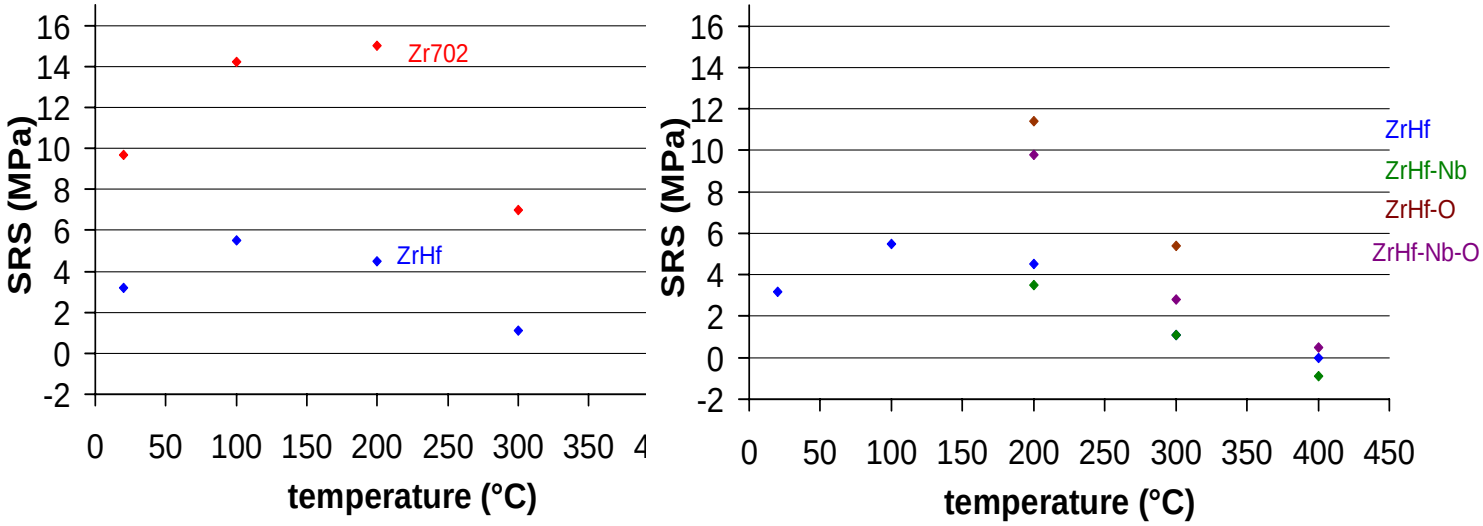


Figure 1 : Influence de la température sur le coefficient SRS à environ 1.5% de déformation plastique (sauts de vitesse 10^{-4} s^{-1} et 10^{-3} s^{-1}) pour : (a) Zr702 et ZrHf, (b) ZrHf, ZrHf-Nb, ZrHf-O et ZrHf-Nb-O.

L'interprétation de l'effet de la teneur en oxygène sur le coefficient SRS est résumée par la figure 2. Pour les faibles températures, la courbes SRS-température présente un pic dans le domaine 100°C-200°C, des valeurs de SRS positives et croissantes avec la température sont classiquement mesurées. Le mécanisme de multiplication des longueurs de segments des dislocations, présentant du vieillissement augmente les effets de durcissement par vieillissement et ainsi la contrainte d'écoulement. Un terme supplémentaire de durcissement par vieillissement est donc ajouté au SRS. Il est plus prononcé dans les matériaux à plus forte teneur en oxygène, comme les alliages Zr702, ZrHf-O ou ZrHf-Nb-O (1300 ppm) que dans les alliages ZrHf et ZrHf-Nb (80 ppm). Pour les plus fortes températures, autour de 350°C-450°C, les courbes SRS-température décroissent notablement, pouvant atteindre des valeurs faibles voire négatives de SRS. En effet, dans cette gamme de températures, la mobilité croissante des atomes de soluté est telle que la plupart des dislocations deviennent rapidement saturées et/ou « traînent » leur nuage d'impuretés. Toute manifestation de vieillissement disparaît après 500°C pour les vitesses de déformation explorées.

Par la suite, au vu des résultats et pour cette étude, nous nous sommes intéressés à l'alliage de référence, Zr702 (1300 ppm d'oxygène), testé en sens travers puisque les phénomènes de vieillissement observés sont plus marqués.

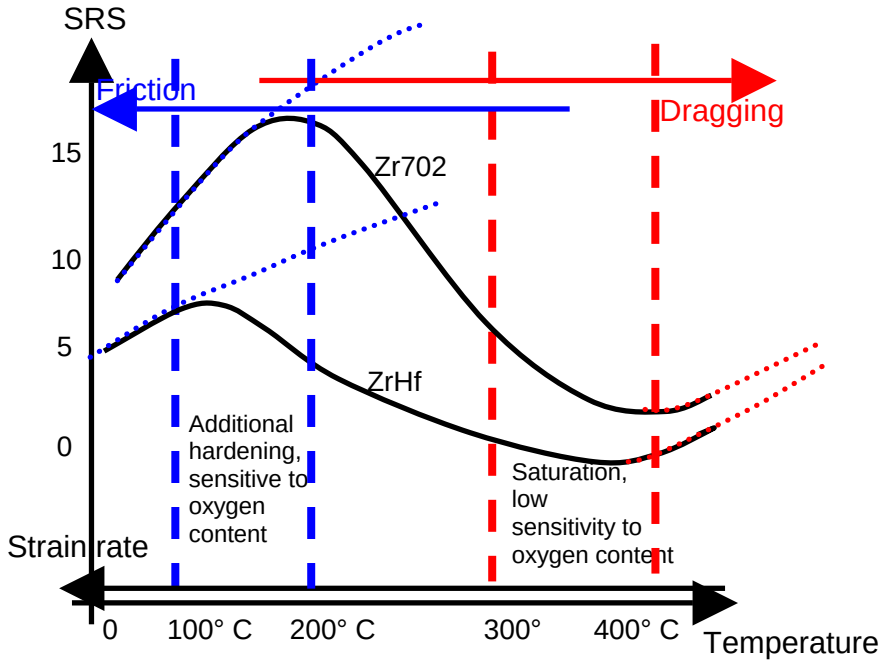


Figure 2 : Schéma décrivant les différents domaines où les phénomènes de vieillissement sont observés en présence d'atomes d'oxygène

Essais de traction simple

La figure 3 présente la comparaison entre les courbes contrainte-déformation des éprouvettes testées en sens travers en alliage Zr702 en fonction de la vitesse de déformation imposée à 300°C. Une sensibilité négative à la vitesse de déformation est observée pour l'alliage Zr702 testé en sens travers entre 10^{-5} s^{-1} et 10^{-4} s^{-1}/10^{-3} s^{-1} à 300°C. Le plateau en contrainte observé entre 200°C et 300°C à 10^{-5} s^{-1} et dénommé « plateau athermique » par Derep [13] pour l'alliage Zircaloy-4 a aussi été observé par Naka [9] dans le titane (avec environ 500 ppm d'oxygène). Il est correctement interprété comme la signature du vieillissement dynamique, phénomène physique thermiquement activé. A noter que les éprouvettes de traction ont été conçues pour un équipement spécifique, utilisé pour les essais relatifs aux mesures de champ de déformation [10]. Elles n'ont donc pas été normalisées, pouvant être parfois sujettes à un mauvais alignement le long de l'axe de traction au cours de l'essai de traction. En conséquence, le pic initial de traction et le petit plateau de Lüders, initialement rapportés par Pujol [11] dans le même matériau Zr702 testé en sens travers n'ont pas été observés au cours de cette étude. Toutefois, les courbes sont en accord avec celles rapportées dans la littérature.

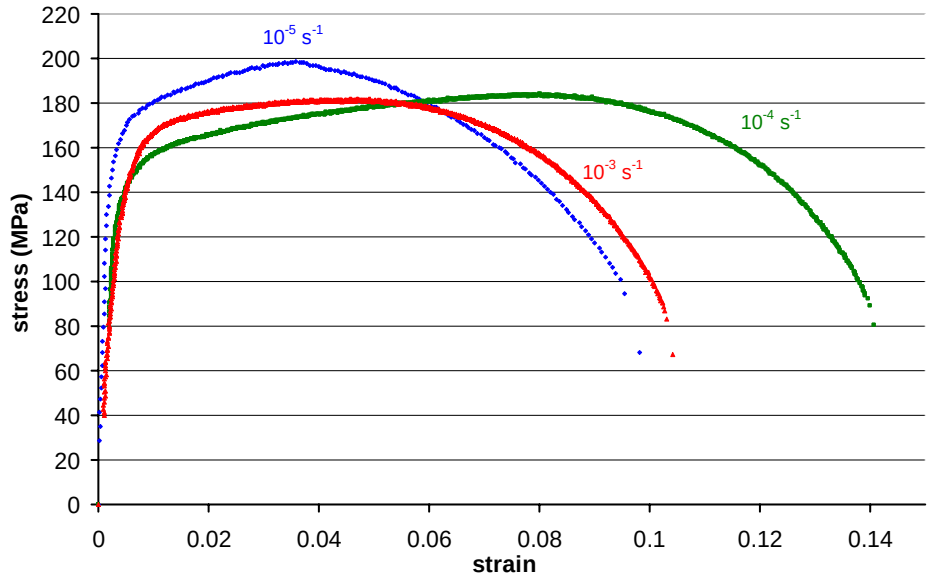


Figure 3 : Influence de la vitesse de déformation sur la courbe macroscopique de traction à 300°C pour l'alliage Zr02

Essais de relaxation avec déchargement

Au cours des cycles de relaxation, la décroissance de la contrainte peut être stoppée en raison des phénomènes de vieillissement. Nous avons appelé cet effet « l'arrêt de relaxation ». L'arrêt de relaxation est observé pour l'alliage Zr702 à 200°C au cours de tous les cycles et à 300°C durant le second et le troisième cycle. Ces effets peuvent être observés à la figure 4.

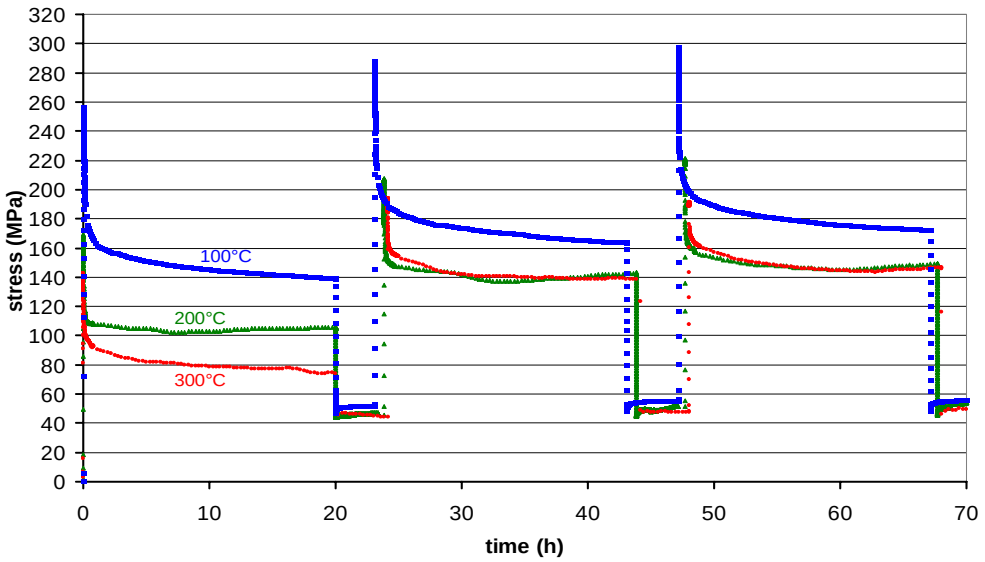


Figure 4 : Cycles de relaxation dans le plan contrainte-temps à 100°C, 200°C et 300°C pour l'alliage Zr702

L'amplitude de relaxation, caractérisée par la décroissance totale de la contrainte à la fin de la relaxation, $\Delta\sigma^{relax}$ est minimale entre 200°C et 300°C et ce, quel que soit le niveau de déformation plastique, comme le montre la figure 5. Au cours de la relaxation, 99% de la relaxation de la contrainte s'effectue au cours de la première heure, alors qu'à 200°C et 300°C la relaxation de la contrainte s'effectue au cours des premières minutes.

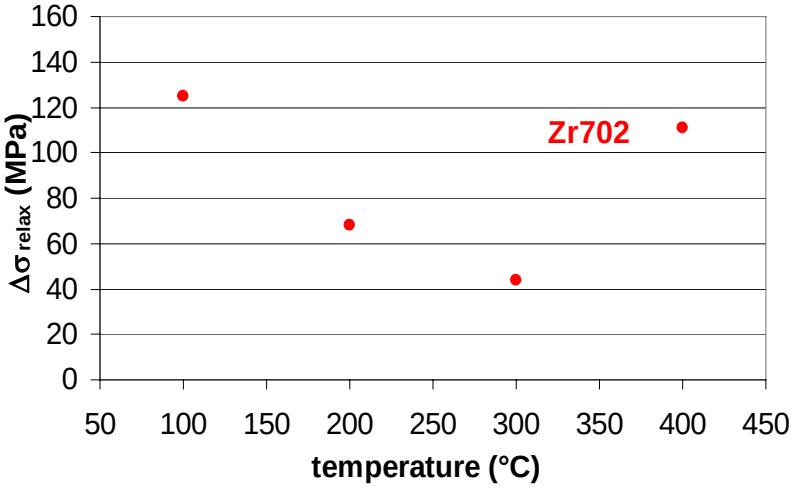


Figure 5 : Variation de $\Delta\sigma^{relax}$ en fonction de la température à différents niveaux de déformation plastique pour l'alliage Zr702

Lorsque les cycles de relaxation incluent une séquence de relaxation après déchargement à environ 48 MPa, un rechargement spontané de l'éprouvette a été observé, prouvant qu'une forte contrainte interne, estimée à 100°C à environ 110 MPa pour l'alliage Zr702 (appelée aussi contrainte cinématique X) est présente dans l'éprouvette au cours de la relaxation. Comparativement un petit domaine élastique a été détecté (figure 6). Les valeurs de X diminuent de façon continue avec la température pour atteindre à 300°C la valeur d'environ 90 MPa.

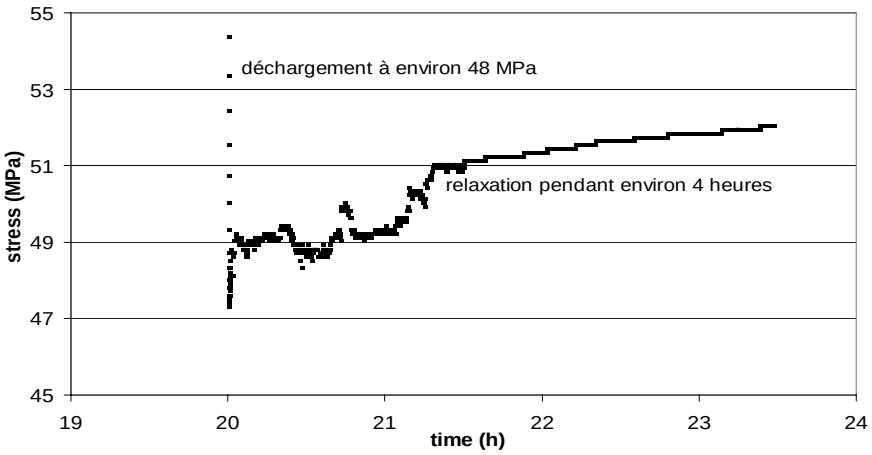


Figure 6 : Mise en évidence d'une forte contrainte interne à 100°C au cours de la seconde relaxation après un déchargement à environ 48 MPa pour l'alliage Zr702

I.3 Interprétation des résultats expérimentaux

Analogie entre modèles microscopiques et macroscopiques

Le but des essais mécaniques menés dans cette étude est d'examiner et de clarifier les différents modèles qui proposent une extension de l'approche microscopique basée sur les phénomènes physiques d'interaction dislocations-atomes de soluté à l'approche macroscopique basée sur les essais mécaniques pour lesquels les vitesses globales de déformation sont mesurées et enregistrées. Deux principaux mécanismes de durcissement peuvent être actifs simultanément sous une contrainte donnée dans un matériau présentant du vieillissement, comme le montre la figure 7. Aux faibles vitesses, la dislocation est en mode de traînage et subit la force de traînage des atomes de soluté (partie (2)). Aux fortes vitesses, la dislocation est en mode de friction et subit une force de friction due aux atomes d'impuretés présents en solution solide, dispersés ou immobiles, créant des points de durcissement (partie (1)). Les modèles microscopiques de SSA et DSA prennent en compte ces deux modes de glissement des dislocations. Les vitesses intermédiaires sont strictement transitoires parce qu'instables.

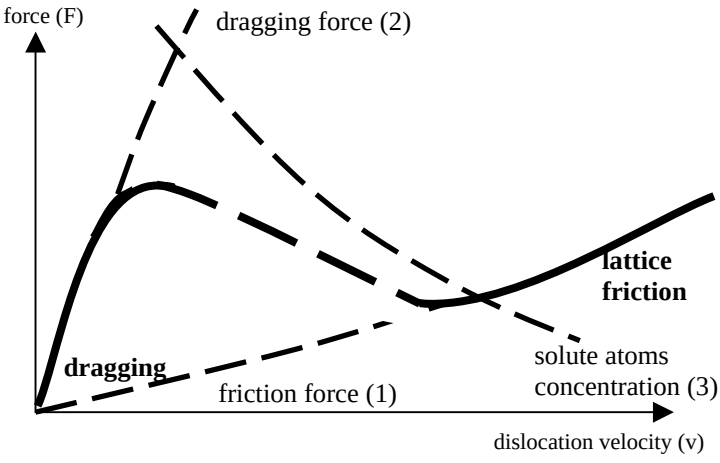


Figure 7 : Courbe « microscopique » force-vitesse d'une dislocation

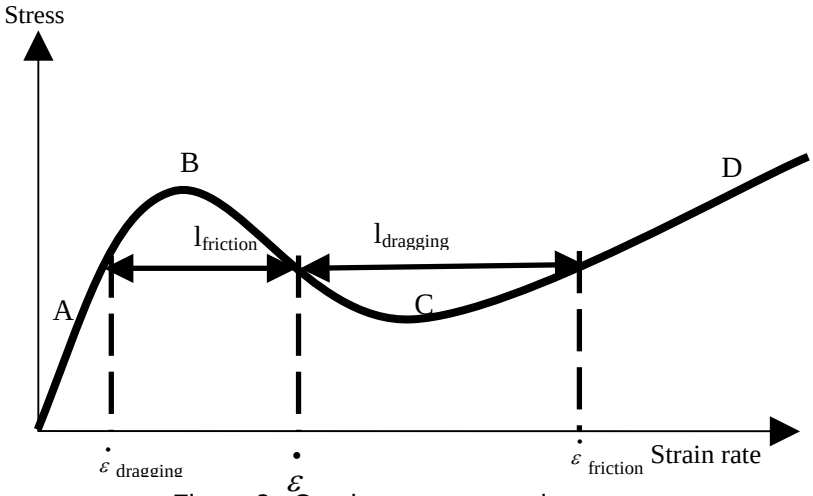


Figure 8 : Courbe « macroscopique » contrainte-vitesse de déformation

Les modèles macroscopiques qui prennent en compte l'effet PLC sont basés sur le coefficient SRS négatif, comme le montre la figure 8 (partie BC). Par analogie à la courbe « microscopique », deux régimes limites peuvent être définis sur la courbe « macroscopique » : le mode de friction et le mode de traînage. Lorsque la vitesse de déformation appliquée $\dot{\varepsilon}$, est choisie dans la zone BC, une localisation en bandes de déformation à forte vitesse $\dot{\varepsilon}_{friction}$ apparaît tandis que le reste de l'éprouvette se déforme lentement suivant le mode de traînage $\dot{\varepsilon}_{dragging}$. Les mécanismes de traînage et de friction peuvent être décrits par la théorie

des catastrophes, développée en premier par les mathématiciens Thom en France [13] et Zeeman aux USA [14]. La théorie des catastrophes permet de générer différentes surfaces associées à des « fronces » utilisant en particulier les 3 variables : température, contrainte et vitesse de déformation. Ce sont les différentes courbes limites de ce diagramme 3D que nous allons étudier ci-dessous, appliquées à l'alliage Zr702 (sens travers).

Courbes limites dans la représentation contrainte-vitesse de déformation

La figure 9 met en relation les mécanismes de déformation avec le comportement macroscopique dans la représentation vitesse de déformation-contrainte. Les pentes des deux courbes limites sont reliées aux volumes d'activation du mode de déformation plastique : Va_1 associé au mode de friction et Va_2 au mode de traînage.

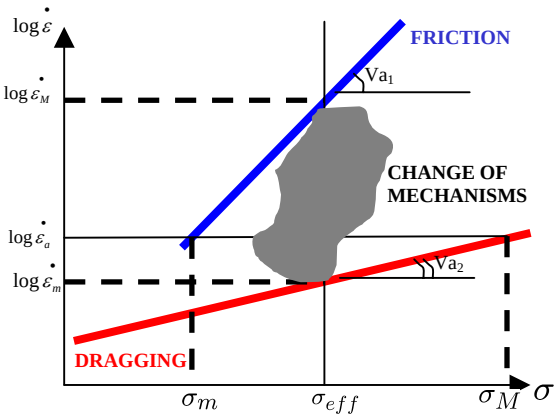


Figure 9 : Diagramme schématique des différents mécanismes de déformation dans la représentation vitesse de déformation-contrainte

Pour obtenir un tel diagramme, il est nécessaire d'explorer une large gamme de températures. Les essais de relaxation à température constante se révèlent être le meilleur moyen d'accéder à ces deux branches. Lorsque la branche inférieure ou supérieure est explorée, un des deux modes (friction ou traînage) devient dominant et fixe la vitesse de déformation de l'éprouvette testée. En revanche, dans le domaine transitoire (en gris), appelé « domaine de vieillissement » aucun mécanisme ne prévaut et le comportement du matériau est erratique en raison des processus de déformation instables et des vitesses de déformation locales qui peuvent changer d'une manière qui n'est pas toujours reproductible d'une éprouvette à l'autre. La figure 10 est un exemple d'essais de relaxation à différentes températures pour l'alliage Zr702 à environ 0.8% de déformation plastique. A 100°C, une seule pente est observée, associée au mode de friction. A 200°C et 300°C, les pentes sont « mal définies » (Va quasi infini), associé à un changement de mécanisme. A 400°C, le régime correspond à des vitesses inférieures à 10^{-6} s^{-1} est associé au mode de traînage.

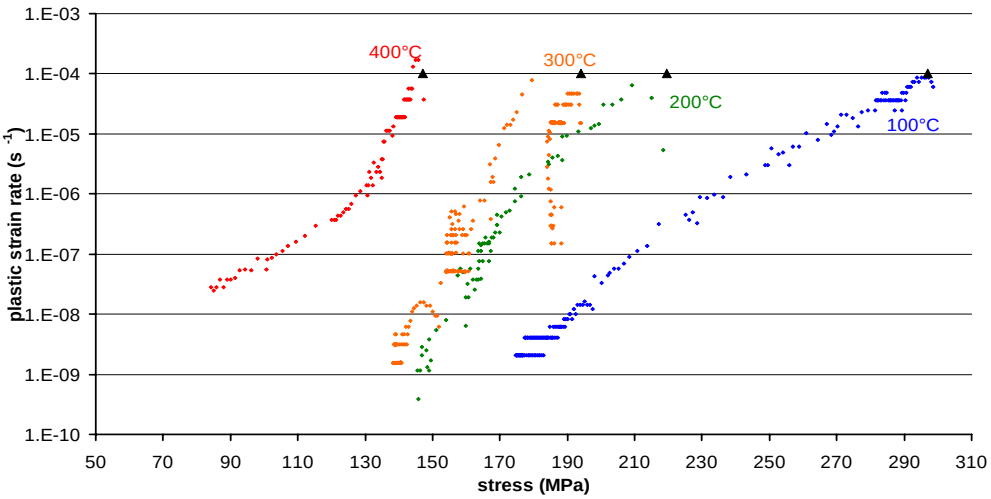


Figure 10 : Effet de la température sur les courbes vitesse de déformation-contrainte pour l'alliage Zr702

La figure 11 montre l'évolution du volume d'activation apparent en fonction de la température pour l'alliage Zr702 (sens travers) et ce pour différents niveaux de déformation.

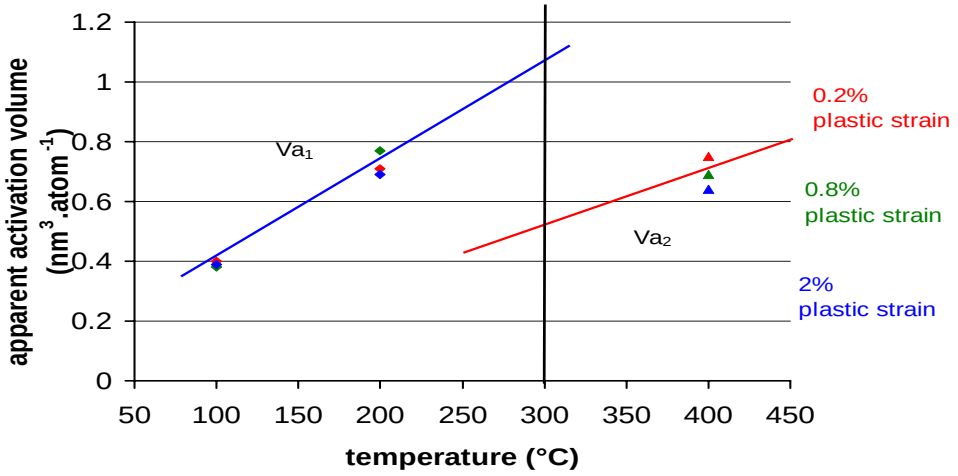
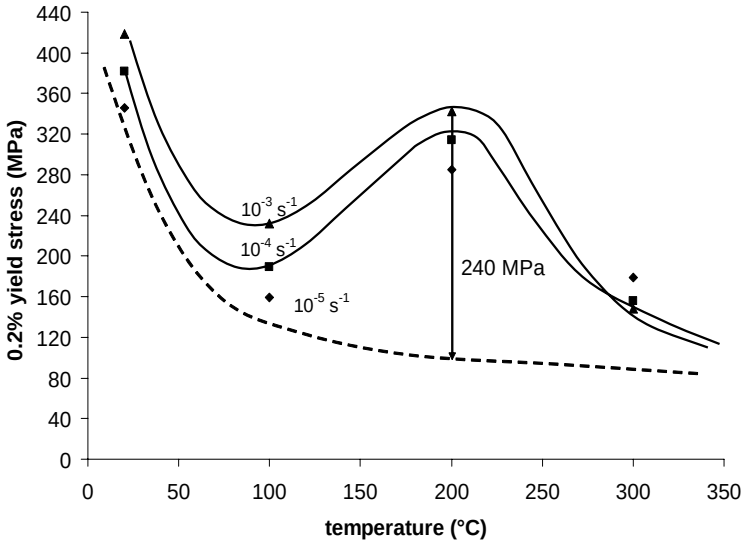


Figure 11 : Evolution du volume d'activation apparent en fonction de la température pour différents niveaux de déformation plastique pour l'alliage Zr702

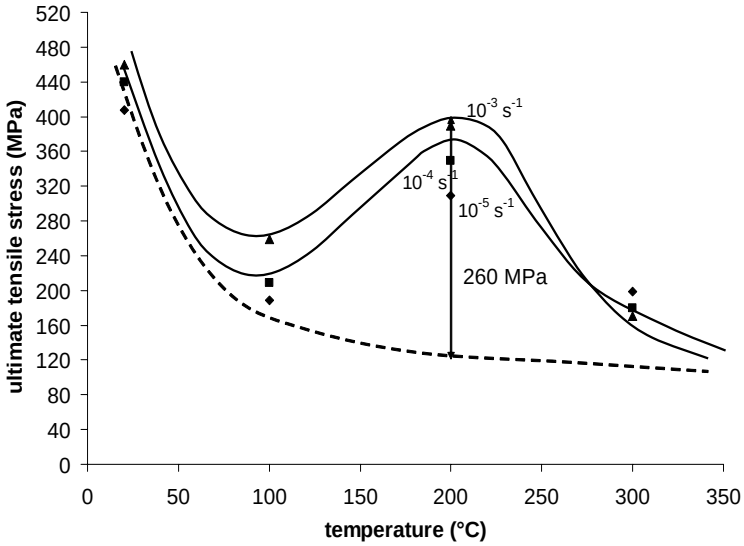
Les courbes limites dans la représentation contrainte-vitesse de déformation ont ensuite été reconstruites à partir des résultats des essais de relaxation à température donnée, puisqu'il n'est pas possible d'observer directement au cours d'un unique cycle de relaxation à température constante la courbe entière de relaxation avec les trois domaines de mécanismes. Une estimation du nombre total de décades de vitesse de déformation (7 décades) est proposée lorsque le domaine de vieillissement est exploré vers 300°C. A cette température, pour l'alliage Zr702 (sens travers), les valeurs Va_1 et Va_2 sont extrapolées, respectivement à 1.1 nm^3.atom^{-1} et 0.5 nm^3.atom^{-1}. La contrainte de traînage est alors estimée à environ 250 MPa pour l'alliage Zr702 à forte teneur en oxygène (1300 ppm).

Courbes limites dans la représentation contrainte-température

Les courbes $Rp_{0.2\%}$ et R_m en fonction de la température sont données en figure 12 pour l'alliage Zr702 testé en sens travers. Les courbes expérimentales sont confondues aux hautes températures vers 300°C-350°C à la courbe pour un matériau qui ne présente pas de phénomènes de vieillissement. Un ordre de grandeur de l'amplitude des phénomènes de vieillissement, fonction de la température et difficilement détectable à 100°C peut être estimé. Aux fortes vitesses de déformation, cet ordre de grandeur est de 240 MPa-260 MPa autour de 200°C-250°C, centre du domaine de vieillissement qui s'estompe vers 400°C. Ceci s'explique par le fait que le durcissement d'écrouissage se substitue au durcissement de vieillissement, en raison du fait que la plasticité se localise dans la bande où se situe le désancrage.



(a)



(b)

Figure 12 : Courbes représentant $Rp_{0.2\%}$ (a) et R_m (b) en fonction de la température pour l'alliage Zr702 à différentes vitesses de déformation

Courbes limites dans la représentation vitesse de déformation-température

Les essais de traction avec sauts de vitesse ont permis de tracer les courbes limites associées au mode de friction et de traînage dans la représentation vitesse de déformation-température pour l'alliage Zr702 (sens travers) (figure 13). Le domaine de vieillissement est défini par les deux courbes limites associées au mode de friction et de traînage. En particulier l'effet PLC a pu être observé dans la zone située près de la courbe limite aux hautes températures du mode de friction. Même si le durcissement par vieillissement est absent ou disparaît, celui-ci est immédiatement remplacé par le durcissement d'écrouissage, ce qui maintient localement un niveau de contrainte comparable. Cependant, le matériau n'est pas toujours capable de pouvoir le faire et la contrainte d'écoulement peut alors diminuer, même si la vitesse de déformation locale augmente, ce qui conduit à la région où SRS < 0. A noter toutefois, que la figure 13 reste une proposition schématique car requiert une campagne d'essais systématique, qui n'a pas été totalement réalisée au cours de cette étude.

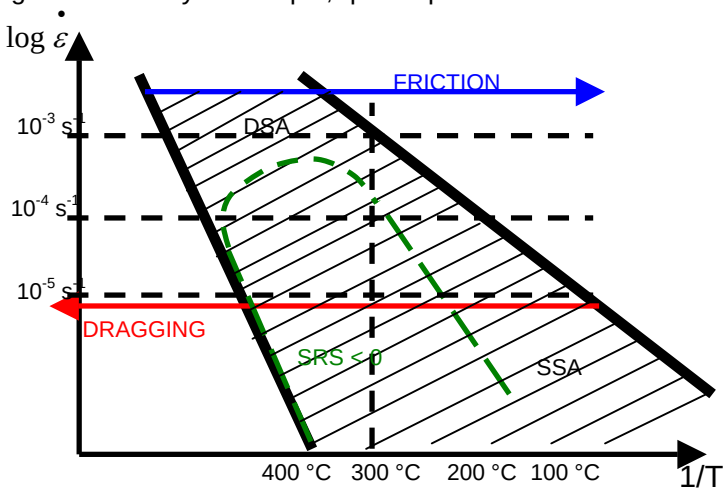


Figure 13 : Domaine de vieillissement dans le plan vitesse de déformation-température pour l'alliage Zr702

II. Modélisation du comportement viscoplastique des alliages de zirconium

II.1 Modèle macroscopique de vieillissement

Le modèle macroscopique retenu pour simuler les phénomènes de vieillissement a été proposé par MacCormick [1], [3]. En effet, ce modèle phénoménologique, basé sur la sensibilité à la vitesse négative utilise une variable interne t_a, appelé le temps de vieillissement qui peut être facilement implémentée et intégrée dans un code en éléments finis. Avant l'identification des paramètres matériaux relatifs à l'alliage Zr702, les possibilités et les limites de ce modèle ont été testés en réalisant d'une part une étude paramétrique et d'autre part en simulant la déformation d'éprouvettes entaillées et CT en alliages d'aluminium (effet PLC) et en acier doux (bandes de Lüders) [4], [5], [6]. Les équations de comportement sont les suivantes. Critère de von Mises :

$$f(\underset{\sim}{\sigma}) = J_2(\underset{\sim}{\sigma}) - R$$

L'écoulement plastique est défini par :

$$\dot{p} = \dot{\gamma}_0 \sinh(< f > /K)$$

où K est un paramètre de viscosité. R est le terme de durcissement supposé isotropique qui inclut le terme de vieillissement :

$$R = R_0 + Q[1 - \exp(-bp)] + P_1 C_s \quad ; \quad C_s = C_m \left[1 - \exp(-P_2 p^{\alpha} t_a^n)\right]$$

C_s est la concentration en atomes de soluté diffusant au voisinage des dislocations mobiles temporairement arrêtés par les obstacles extrinsèques comme les arbres de la forêt. La dépendance temporelle de ce processus de ségrégation peut être décrite par la cinétique de « relaxation-saturation » suivante :

$$\dot{t}_a = \frac{t_w - t_a}{t_w} \quad ; \quad t_w = \frac{\omega}{\dot{p}}$$

où t_w représente le temps d'attente moyen des dislocations stoppées par les obstacles extrinsèques et ω est l'incrément de déformation plastique produit lorsque toutes les dislocations provisoirement stoppées surmontent leurs obstacles.

II.2 Prédiction du comportement « anormal » de l'alliage Zr702

Le modèle de vieillissement a été identifié pour l'alliage Zr702 testé en sens travers (11 paramètres) à partir des essais de traction simple à vitesses de déformation imposées à 100°C, 200°C et 300°C [7]. Il a été utilisé pour prédire le comportement observé au cours des différents essais mécaniques. En particulier, le domaine où SRS < 0 à 300°C peut être correctement identifié, comme le montre la figure 14.

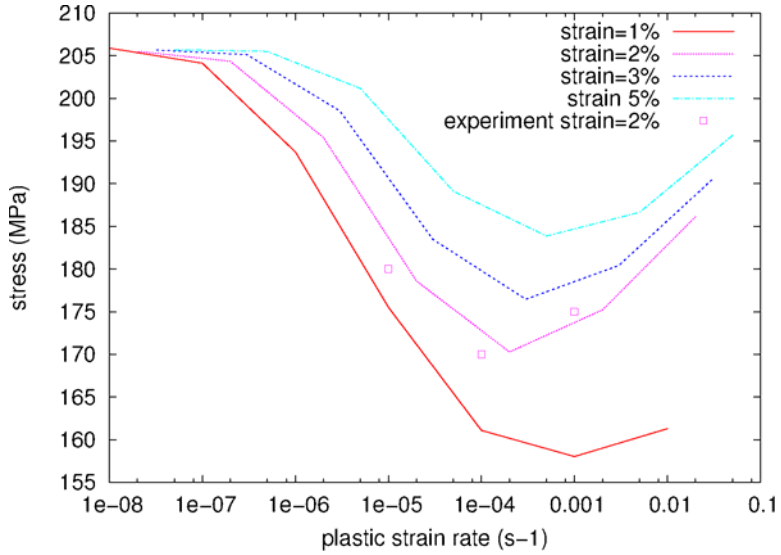


Figure 14 : Simulation de la courbe intrinsèque contrainte-vitesse de déformation à 300°C pour l'alliage Zr702 et comparaison avec l'expérience

Prédiction de l'arrêt de fluage

La figure 15 montre la comparaison entre les résultats expérimentaux des essais de fluage de Pujol [11] et les simulations à 200°C. Une contrainte critique de 195 MPa associé à l'arrêt de fluage (saturation de la déformation) est prédite par le modèle à 200°C pour l'alliage Zr702 (195-210 MPa), du même ordre de grandeur que l'expérience (190 MPa).

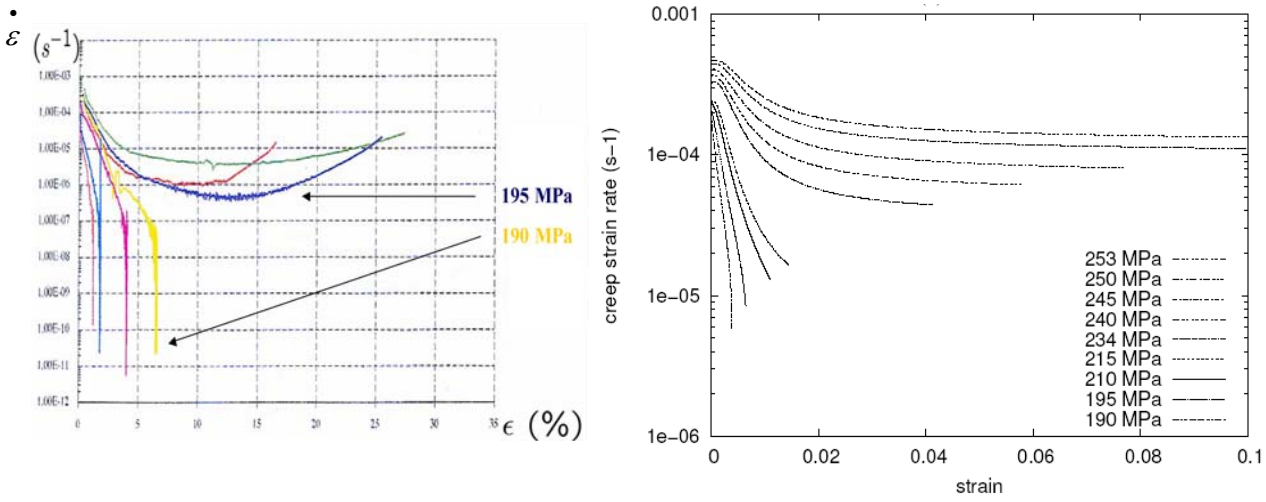


Figure 15 : Simulation du fluage à 200°C pour l'alliage Zr702: (a) expériences Pujol [11], (b) simulations à partir du modèle mis en oeuvre

Prédiction de l'arrêt de relaxation

En introduisant un terme d'écrouissage cinématique X, mis en évidence expérimentalement par les essais de relaxation avec déchargement, une nouvelle identification des paramètres matériau a été proposée, permettant de décrire correctement l'arrêt de relaxation à 200°C et l'écrouissage cinématique comme le montre la figure 16. Toutefois, cette identification peut être améliorée, en particulier en introduisant un terme de restauration statique.

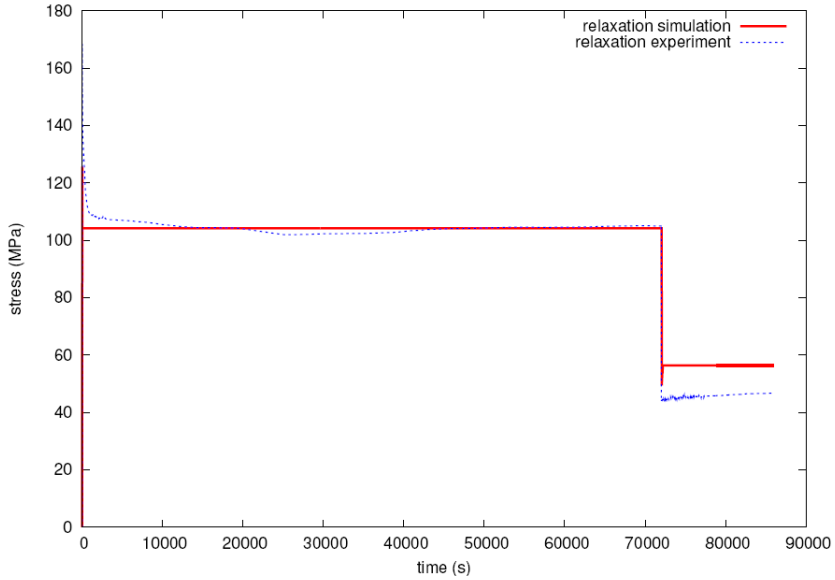
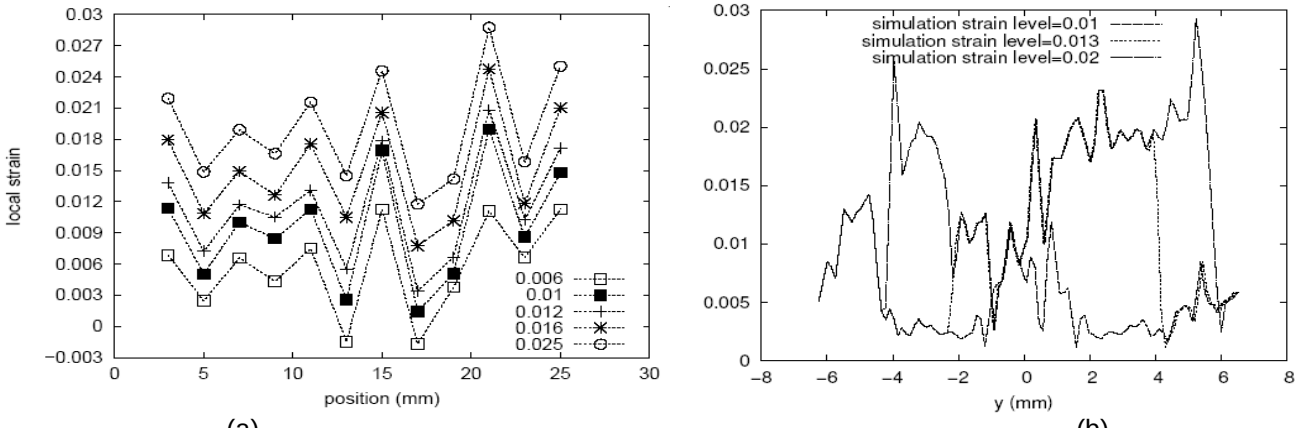


Figure 16 : Essai de relaxation à 200°C à deux niveaux de déformation avec le modèle de vieillissement incluant la variable cinématique X. Comparaison expérience-simulations

Prédiction des hétérogénéités de déformation

Des essais d'extensométrie laser, réalisés à Braunschweig [7] ont permis d'identifier les hétérogénéités de déformation plastique à l'échelle millimétrique dans l'alliage Zr702. Celles-ci ne sont peu marquées et ne ressemblent ni à des bandes PLC ni à des bandes de Lüders. Leur mode de propagation est complexe [7]. La figure 17 présente la déformation locale détectée par extensométrie laser au cours d'un essai de traction à 250°C et à 10^{-4} s^{-1}, qui peut être comparée à celle calculée lors d'un essai de traction simulé à 300°C et à 10^{-5} s^{-1} et ce pour différents niveaux de déformation. Les amplitudes de déformation locale simulées et expérimentales sont du même ordre de grandeur.



(a) (b)

Figure 17 : Comparaison entre la déformation locale (a) détectée par extensométrie laser à 250°C et à 10^{-4} s^{-1}, (b) simulée à 300°C et à 10^{-5} s^{-1} et ce pour différents niveaux de déformation : 0.01, 0.013, 0.02

Conclusion et perspectives

Cette étude menée dans le cadre du CPR SMIRN permet de caractériser le domaine de températures et de vitesses de déformation pour lesquels les phénomènes de vieillissement ont pu être observés à l'échelle macroscopique, en particulier pour l'alliage Zr702 (sens travers). Ce domaine d'étude n'a pas été étudié

jusqu'à présent et les résultats sont nouveaux : les phénomènes de vieillissement dynamique observés sont associés à des valeurs faiblement positives de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. En particulier, les essais de traction avec sauts de vitesse (10^{-3} s^{-1}, 10^{-4} s^{-1}) ont montré que le coefficient SRS est maximal à 200°C pour l'alliage Zr702 (1300 ppm d'oxygène). Les essais de relaxation ont permis de mettre en évidence les deux principaux mécanismes de déformation plastique dans l'alliage Zr702 : mode de friction (faible température) et mode de traînage (forte température). Nous avons choisi d'utiliser les lois de comportement du modèle proposé par MacCormick [2], [3], validé sur des alliages d'aluminium et des aciers [4], [5], [6] pour prédire le comportement viscoplastique de l'alliage Zr702. La sensibilité à la vitesse faible voire négative peut être simulée à 200°C et 300°C. L'arrêt de fluage et l'arrêt de relaxation peuvent également être décrits par le modèle, ainsi que le développement d'hétérogénéités de déformation plastique et de vitesse de déformation, observé par extensométrie laser à 250°C-300°C. A long terme il serait intéressant de tenir compte d'une modélisation multi-échelle (échelle du grain et de la dislocation) des phénomènes de vieillissement dans les alliages de zirconium. Des transitions nécessaires du monocristal au polycristal devraient être étudiées. Les phénomènes de localisation de la déformation plastique observés dans les alliages de zirconium à l'échelle millimétrique et prédits par le modèle de vieillissement, bien que non visibles sur les courbes macroscopiques semblent jouer un rôle important dans les processus de rupture. Ce point devrait être étudié par la suite dans le domaine de températures 20°C-600°C.

Références :

[1] Prioul C., Le zirconium, volume Le vieillissement dynamique dans les alliages de zirconium-Conséquences sur les propriétés mécaniques, p25, Les éditions de physique, 1995.

[2] MacCormick P., Theory of flow localization due to dynamic strain ageing, Acta Met., 36:3061-3067, 1988.

[3] Zhang S., MacCormick P., Estrin Y., The morphology of Portevin-Le Chatelier bands: finite element simulation for Al-Mg-Si, Acta Materialia, 49:1087-1094, 2000.

[4] Graff S., Forest S., Strudel J.L., Prioul C., Pilvin P., Béchade J.L., Finite element simulations of dynamic strain ageing effects at V-notches and crack tips, Scripta Materialia, 52:1181-1186, 2005.

[5] Graff S., Forest S., Strudel J.L., Prioul C., Pilvin P., Béchade J.L., Strain localization phenomena associated with static and dynamic strain ageing in notched specimens: experiments and finite element simulations, Material Science and Engineering A, 387:181-185.

[6] Dierke H., Krowehl F., Graff S., Forest S., Sachl J., Neuhäuser H., Portevin-Le Chatelier effect in Al-Mg alloy: influence of obstacle-experiments and modelling, Computational Materials Science, in press 2006.

[7] Graff S., Viscoplastic behaviour of zirconium alloys in the temperatures range 20°C-400°C: characterization and modelling of strain ageing phenomena, soutenance de thèse Ecole des Mines de Paris prévue le 13 Octobre 2006.

[8] Derep J., Ibrahim S., Rouby R., Fantozzi G., Deformation behaviour of Zircaloy-4 between 77K and 900K, Acta Met., 28:607-619, 1980.

[9] Naka S., Lasalmonie A., Costa P., Kubin L., The low temperature plastic deformation of alpha titanium and the core structure of a type screw dislocations, Philos. Mag. A, 57:717-740, 1988.

[10] Klose F., Ziegenbein A., Weidenmüller J., Neuhäuser H., Hähner P., Portevin-Le Chatelier effect in strain and stress controlled tensile tests, Computational Materials Science, 26:80-86, 2003.

[11] Pujol C., Etude des mécanismes de déformation en traction et en fluage du zirconium alpha entre 20°C et 300°C, thèse Ecole des Mines de Paris, 1970.

[12] Gacougnolle J., Sarrazin S., de Fouquet J., Pics de frottement intérieur au voisinage de 420°C dans les alliages zirconium-hafnium-oxygène, C.R. Acad. Sc. Paris, t.270, Série C :158-161, 1970.

[13] Thom R., Stabilité structurelle et morphogénèse, Benjamin, 1972.

[14] Zeeman E., Catastrophe theory, Addison-Wesley, 1977.