

# Essais mécaniques sur Zircaloy avec corrélation d'images numériques microscopiques

Q. T. VO<sup>a,b,c</sup>, C. DURIEZ<sup>a,c</sup>, Y. MONERIE<sup>a,c</sup>, S. PAGANO<sup>b,c</sup>

a. Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire (IRSN), DPAM, CE Cadarache, BP3 – 13115 St Paul-Lez-Durance Cedex, France

b. Laboratoire de Mécanique et Génie Civil, CNRS-Université Montpellier 2, case 048, Place Eugène Bataillon, F-34095 cedex 5, France

c. MIST Laboratoire, CNRS – IRSN – Université Montpellier 2

## Résumé :

*Un dispositif de traction-compression a été équipé d'un microscope optique longue distance pour l'observation de la surface d'éprouvettes pendant leurs sollicitations. Associé à une analyse des images par Corrélation d'Images Numériques (CIN), ce dispositif doit permettre de caractériser les champs de déformation à l'échelle des hétérogénéités du matériau étudié (quelques micromètres). Nous visons ici l'étude des gaines de combustible de réacteur nucléaire en alliage de zirconium, ayant subi des modifications microstructurales typiques d'une phase accidentelle à haute température. L'objectif est d'une part de faire le lien entre microstructure et champs locaux cinématiques, et d'autre part de fournir des données de validation aux modèles d'homogénéisation par champs moyens développés spécifiquement pour ce type de matériaux. La méthodologie expérimentale est présentée en détail et ses performances sont évaluées, notamment sur des essais de compression d'anneau. Des premiers résultats en traction uniaxiale sont évoqués.*

## Abstract :

*A tension-compression device has been equipped with an optical microscope for long distance observation of the specimen surface during their solicitations. Associated with image analysis by Digital Images Correlation (DIC), this device should characterize the strain fields at the scale of heterogeneity of the studied material (a few micrometers). We aim here to study the fuel zirconium alloy claddings of nuclear power plant, which undergo microstructural changes typical of an accidental high-temperature phase. The objective is firstly to make the connection between microstructure and kinematic local fields, and secondly to provide validation data for models of mean field homogenization developed specifically for this type of material. The experimental methodology is presented in detail and its performance is evaluated on tests including compression ring. First results of uniaxial tension tests are discussed.*

**Mots clefs :** corrélation d'images numériques, distorsion optique, matériau hétérogène.

## 1 Introduction

Le contexte appliqué de cette étude concerne le comportement mécanique, lors d'un Accident de Perte de Réfrigérant Primaire (APRP), des tubes en alliage de zirconium utilisés comme gaine pour les pastilles combustibles dans les Réacteurs à Eau sous Pression [1]. Au cours d'un tel accident, ces gaines subissent une oxydation sous atmosphère de vapeur d'eau à haute température (potentiellement jusqu'à 1200°C), puis subissent ensuite une trempe (renoyage du cœur par les systèmes de secours d'injection d'eau). Leur intégrité durant une telle phase accidentelle et leur tenue mécanique post-trempe sont des enjeux de sûreté importants. Après un APRP, la gaine est fortement fragilisée du fait d'une incorporation massive d'oxygène dans le métal pendant son oxydation à haute température, notamment en couche externe. La tenue mécanique résiduelle est assurée par la zone centrale dans l'épaisseur du matériau, qui s'est transformée en un matériau biphasé, constitué d'une matrice de la phase dite  $\beta$  du zirconium, pauvre en oxygène et assez ductile, contenant des inclusions de phase  $\alpha$ , fragiles car chargées en oxygène (figure 1).

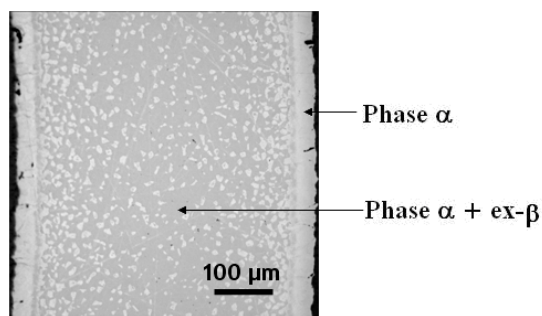


FIG. 1 – Exemple de métallographie d'une gaine de combustible REP après pré-oxydation à basse température et oxydation double face à 900°C, et refroidissement par trempe rapide.

On vise ici à étudier la réponse mécanique locale de ce matériau composite à l'échelle de sa microstructure. Pour ce faire, une technique de Corrélation d'Images Numériques (CIN) est utilisée : une machine de traction-compression est équipée d'un microscope longue distance et d'une caméra haute résolution. En plus de chercher à établir le lien entre la microstructure composite et la réponse mécanique du matériau, cette étude devrait permettre de contribuer au développement et à la validation des méthodes de changement d'échelle et des modèles afférents qui ont été développés d'une manière générique pour la classe des matériaux à matrice métallique et inclusions fragiles.

Dans cet article, les étapes de mise au point du dispositif expérimental, d'amélioration et de qualification de ses performances sont décrites. La géométrie des éprouvettes et le travail de préparation métallographique nécessaire à la mise en œuvre de la CIN à l'échelle de la microscopie optique sont présentés. Des premiers résultats de mesure de champ de déformation obtenus sur des essais de compression d'anneau ainsi que des essais de traction uniaxiale sont analysés.

## 2 Dispositif expérimental et éprouvettes

La machine d'essai mécanique est une machine de traction-compression INSTRON 5566 à double colonne. La traverse inférieure est fixe, la traverse supérieure est équipée d'une cellule de force de 5 kN. Le microscope longue distance est une optique LEICA à grandissement variable (figure 2). Au grandissement maximum, le champ est de 590 x 494  $\mu\text{m}^2$  sur la camera, parfaitement adaptée à l'observation de l'épaisseur des gainages de Zircaloy (voisine de 500  $\mu\text{m}$ ). Le CCD 2448x2050 pixel<sup>2</sup> conduit à une résolution numérique de 0.241  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . La résolution optique est d'environ 1  $\mu\text{m}$ , la distance de travail est de 39 mm. Les essais expérimentaux sont réalisés par paliers : chargement, réajustement de la visée / refocalisation (faible dimension de la zone visée, imperfections d'alignement des éprouvettes, limitation des déplacements hors plan, asymétrie du chargement), acquisition d'image.



FIG. 2 – Microscope optique longue distance en visée sur une éprouvette de traction.

Différents usinages sont réalisés dans des tronçons de tube de gainage ayant subi un traitement d'oxydation sous vapeur d'eau à haute température : découpe en demi-tubes dans le sens axial avec ajouement pour les éprouvettes de traction (figure 3), découpe en cylindres de 10 mm de haut environ pour les éprouvettes de compression d'anneaux (figure 4). Après découpe, une préparation métallographique (polissage puis attaque chimique) permet d'obtenir des images de la microstructure du matériau sur l'épaisseur de la gaine. Ces éprouvettes usinées dans des tubes provenant de lots industriels offrent une bonne représentativité du matériau de gainage utilisé en réacteur. Cependant, des éprouvettes normalisées découpées dans des plaques de Zircaloy-4 sont aussi utilisées.

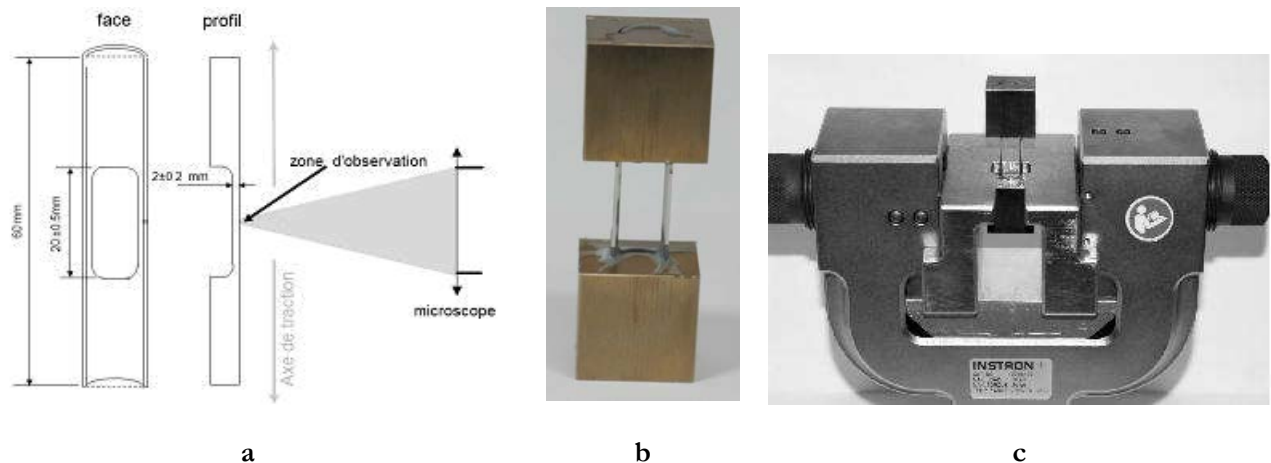


FIG. 3 – Schéma d'une éprouvette de traction en demi-tube (a), éprouvette collée sur les pièces d'interface (b), et partie inférieure du dispositif d'ancrage (c). La partie supérieure est symétrique. La forme des mors et des éprouvettes est optimisée pour limiter les mouvements hors plan (« tilt » et flexion notamment)

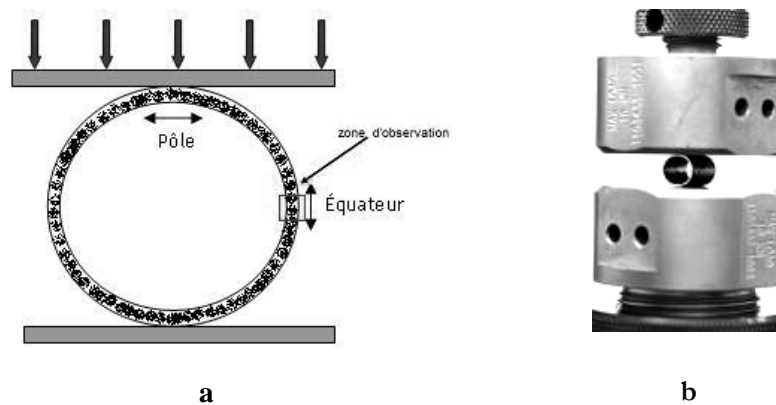


FIG. 4 – Schéma et photo d'un essai de compression d'anneau.

### 3 Création de motifs

La mise en œuvre d'une analyse par CIN requiert l'existence de motifs observables à la surface des échantillons répondant aux critères suivants : distribution spatiale uniforme (pas de biais « granulométrique »), taille caractéristique faible (bonne résolution spatiale). Après polissage métallographique, les surfaces étudiées présentent peu de source de contraste naturel : des motifs artificiels doivent être créés. La méthode de projection dosée de peinture aérosol couramment utilisées en CIN pour créer des mouchetis n'est que peu applicable à l'échelle considérée ici, différentes alternatives ont été proposées : création de rayures ou d'empreintes avec un abrasif SiC de granulométrie fine, dépôt de poussières fines, attaque chimique. Cette dernière méthode s'avère la plus satisfaisante du point de vue des critères CIN et peut permettre par ailleurs de révéler la microstructure de l'alliage.

L'attaque chimique des alliages à base zirconium requiert l'utilisation de solutions contenant de l'acide fluorhydrique et de l'acide nitrique. Quelques exemples d'images sont présentés sur la figure 5. La figure 5(a) illustre que le contraste naturel est insuffisant pour la CIN sans attaque chimique. L'image 5(b), obtenue sur une gaine oxydée à 900°C, montre que l'attaque chimique a révélé dans la zone centrale la microstructure de l'alliage oxydé. Près des peaux externes, une couche durcie par la présence d'oxygène en solution dans le métal n'est pas attaquée. Dans cette zone, le contraste reste insuffisant pour la CIN. L'image 5(c) est un exemple de mouchetis créé par attaque chimique sur le métal brut, c'est-à-dire non oxydé. Le motif est très fin, uniformément réparti, et offre un bon contraste. La qualité du mouchetis créé par attaque chimique dépend ainsi étroitement de l'état du matériau. Pour la qualification des performances du dispositif de microscopie, des configurations de type 5(c) sont utilisées, en faisant l'hypothèse que l'état de surface engendré ne perturbe pas le comportement du matériau.

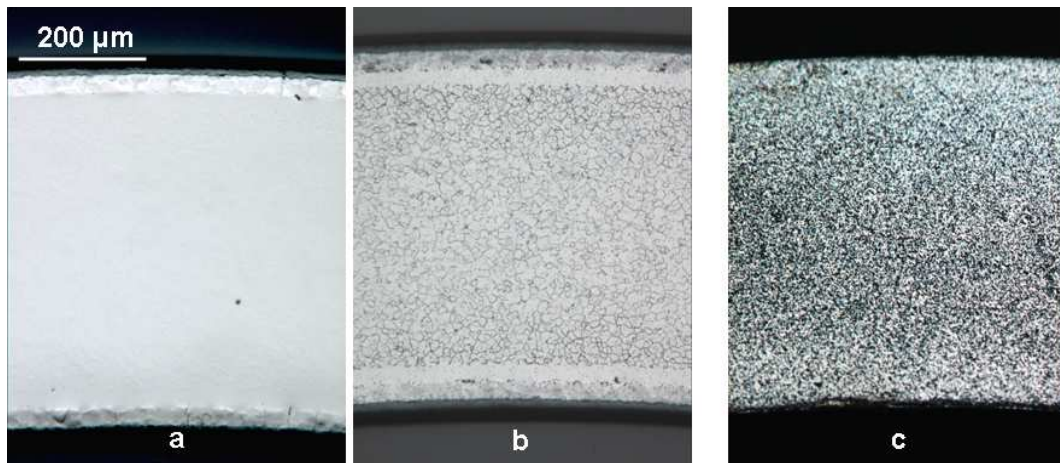


FIG. 5 – Exemple d’images métallographiques de gaines Zircaloy-4. (a) et (b) - pré-oxydée à 500°C pendant 12 jours + oxydé à 900°C pendant 100 minutes sous vapeur d’eau ; (a) avant attaque chimique, (b) après attaque chimique. (c) vierge (sans traitement d’oxydation) et attaque chimique.

#### 4 Correction de distorsion optique

La distorsion des images de microscopie due aux aberrations de l’optique introduit des erreurs sur la mesure des champs de déformation. L’aberration sphérique est la principale source de distorsion et une procédure de correction est nécessaire. Cette distorsion est radiale et peut être décrite par une approximation polynomiale du type [4] :

$$\begin{cases} x_d = (x - x_0) + k_1(x - x_0)[(x - x_0)^2 + (y - y_0)^2] \\ y_d = (y - y_0) + k_1(y - y_0)[(x - x_0)^2 + (y - y_0)^2] \end{cases} \quad (1)$$

$(x_d, y_d)$  représentant les coordonnées d’un point de l’image distordue,  $(x, y)$  ses coordonnées en l’absence de distorsion, et  $(x_0, y_0)$  les coordonnées du centre de distorsion.

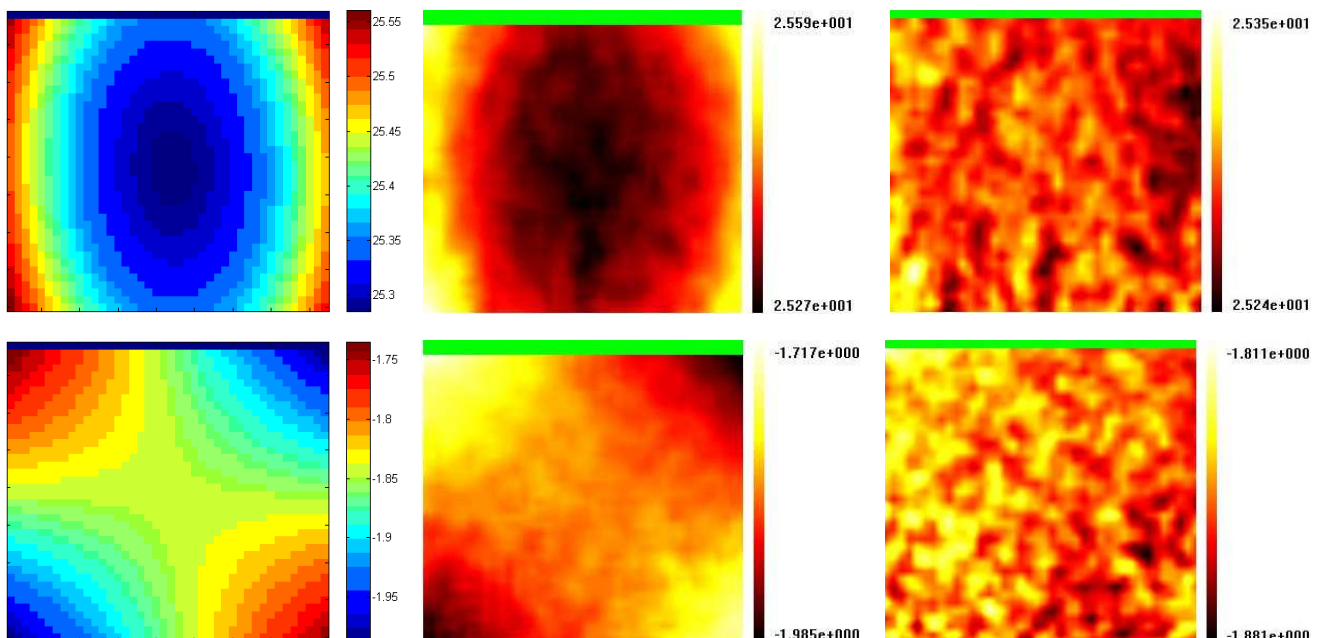


FIG. 6 – Composantes horizontale (en haut) et verticale (en bas) des champs de déplacement en pixels dus à la distorsion sphérique des images, obtenus pour un déplacement en translation suivant l’axe horizontal  $x$  de 25 pixels (soit 6 µm). A gauche : champ calculé numériquement avec  $k_1 = 2,531.10^{-9}$ ; au milieu : champ expérimental obtenu par CIN avant correction de la distorsion sphérique; à droite : champ expérimental obtenu par CIN après correction de la distorsion sphérique.



Pour déterminer les paramètres du modèle de distorsion, la démarche proposée dans [2] est utilisée : détermination par CIN du champ de déplacement entre deux images séparées par une translation connue de l'échantillon et soustraction de la composante de mouvement de solide rigide ; le champ de déplacement résiduel est dû à la distorsion (figure 6, au centre). Par ailleurs, un champ de déplacement est calculé numériquement en prenant en compte la translation connue et la fonction polynomiale de distorsion proposée en (1) (figure 6 à gauche). Le paramètre  $k_l$  et les coordonnées  $(x_0, y_0)$  du centre de distorsion sont alors déterminés en minimisant la différence entre champ CIN expérimental et champ numérique. Le logiciel utilisé pour la corrélation d'images a été développé au LMGc [3].

Les résultats du calcul CIN sur les deux images translatées en x de 25 pixels l'une par rapport à l'autre, après correction de distorsion, sont présentés à droite sur la figure 6. Il subsiste sur ces cartes de déplacement le bruit résultant du calcul CIN et une légère dérive qui peut être due à une composante de distorsion prismatique non corrigée. L'effet de la distorsion sphérique a été correctement supprimé, ce qui se traduit par des cartes de déplacements relativement uniformes. Cette uniformité peut être caractérisée par l'écart type des déplacements, qui passe de 0,06 pixels du déplacement imposé avant correction, à 0,01 pixels après correction.

Les champs de déformations calculés après correction de la distorsion sphérique, c'est-à-dire par dérivation des cartes de déplacement de droite sur la figure 6, présentent une amplitude de l'ordre de quelques  $10^{-5}$  (pour une translation simple : fenêtre de corrélation  $24,1 \times 24,1 \mu\text{m}^2$ , pas de la grille  $12 \mu\text{m}$ ). Ceci fournit un ordre de grandeur de la limite de déformation mesurable dans nos conditions d'observation. Une fois déterminé l'optimum des paramètres de correction, les images réelles des essais mécaniques peuvent être corrigées avant de procéder à leur CIN.

## 5 Essais de compression d'anneau

Ces essais ont été réalisés pour tester les performances du dispositif de CIN microscopiques dans des situations de déformation réelles. Ce type d'essai d'écrasement est d'une part simple à mettre en œuvre et d'autre part génère de forts gradients de déformation, notamment dans la région équatoriale de l'anneau, où la peau externe du tube est en traction tandis que la zone interne se trouve en compression. Les essais de compression sont réalisés par paliers de  $50 \mu\text{m}$ , avec une vitesse de déplacement de la traverse de  $25 \mu\text{m/s}$ . Une image de la région équatoriale est prise à chaque palier. Les champs de déformation obtenus par CIN sont comparés aux champs de déformation calculés par modélisation par éléments finis (figure 7). L'accord expérience/calcul est satisfaisant du point de vue de la répartition globale et de l'intensité des déformations. Sur le résultat expérimental, la courbure des lignes d'isovaleurs de déformation au centre peut révéler l'existence d'une composante de déformation hors plan [4]. Les deux zones sombres sur la gauche du champ expérimental révèlent probablement une perturbation de l'analyse CIN à cause d'un effet de bord. Ces résultats prouvent que le dispositif mis en place permet la mesure locale de faibles déformations, dans la gamme  $10^{-3}$ .

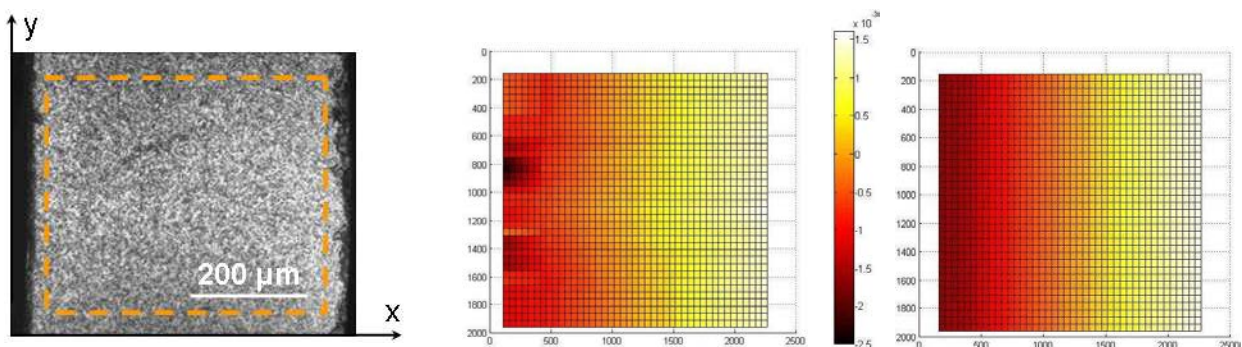


FIG. 7 – Zoom sur la zone équatoriale lors d'un essai de compression d'anneau : mouchetis (à gauche), cartes d'isovaleurs de la composante  $\varepsilon_{yy}$  de déformation pour un écrasement de l'anneau de  $100 \mu\text{m}$  (soit  $\Delta\varnothing/\varnothing = 1\%$ ), déterminées expérimentalement par CIN (au milieu) sur la zone d'étude délimitée en pointillés oranges ( $520 \times 430 \mu\text{m}^2$ ) et par calcul aux éléments finis où tout l'essai de compression d'anneau est modélisé (à droite).

## 6 Essais de traction uniaxiale

Des essais de traction uniaxiale ont été réalisés sur éprouvette semi-tubulaire de gaine oxydée sous vapeur d'eau à 1100°C. Ils nous ont permis de mettre au point et de tester le dispositif de collage et d'ancrage avec cette géométrie d'éprouvette. Ce type d'éprouvette oxydée à haute température présente une rigidité importante et casse pour de faibles déformations. Les résultats obtenus confirment du point de vue de la mesure des faibles déformations les bonnes performances du dispositif de CIN microscopiques mis en place. Par ailleurs, les champs de déformation mesurés révèlent une hétérogénéité spatiale cohérente avec la microstructure du matériau, dont la taille de grain après le traitement à haute température est de l'ordre de la centaine de  $\mu\text{m}$  (figure 8). L'analyse doit être poursuivie pour corrélérer déformation et microstructure.

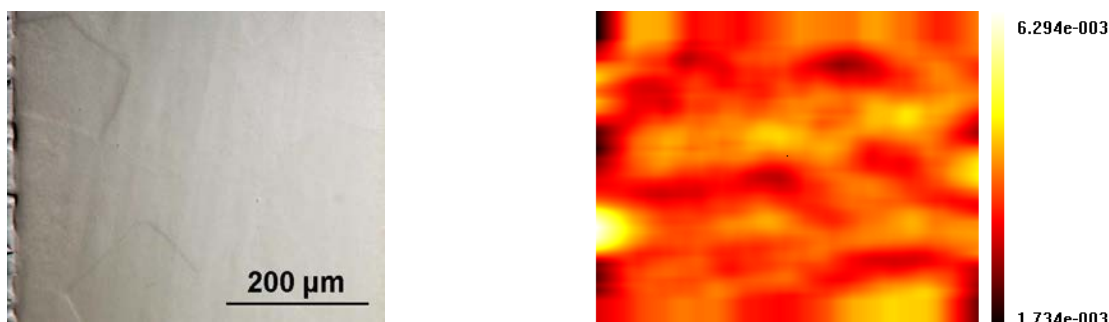


FIG. 8 – Microstructure à gros grains d'une éprouvette de Zircaloy-4 oxydée à 1100 °C (à gauche) et composante  $\varepsilon_{yy}$  du champ de déformation mesuré en traction uniaxiale sur ce type d'éprouvette, pour une déformation macroscopique suivant l'axe y de 0.5%. La taille de la zone d'étude est  $540 \times 430 \mu\text{m}^2$ , la taille des fenêtres de corrélation est de  $24,1 \times 24,1 \mu\text{m}^2$ , et leur espacement est de  $4,8 \mu\text{m}$ .

## 7 Conclusion

La mise en place d'une optique de microscope longue distance sur une machine d'essai en compression ou traction a permis d'obtenir des images métallographiques des éprouvettes pendant leur déformation, avec une résolution de l'ordre du micron. Des techniques de préparation métallographique et d'attaque chimique ont été adaptées pour obtenir des images dont la qualité et la morphologie des motifs sont adaptées à la mise en œuvre de la corrélation d'images numériques à cette échelle. Après correction des aberrations introduites par l'optique, des déformations locales aussi faibles que quelques  $10^{-4}$  deviennent mesurables, avec une résolution latérale estimée à une dizaine de  $\mu\text{m}$  dans les conditions optimales pour une acquisition située à 40 mm de l'échantillon. Cette résolution dépend en fait des caractéristiques du mouchetis créé par attaque chimique, qui elles-mêmes dépendent de l'état initial du matériau constituant l'éprouvette. Des essais de compression d'anneau avec du matériau brut ont permis de tester le dispositif d'imagerie sur des zones à gradient de déformation. Des premiers résultats en traction uniaxiale ont confirmé les bonnes performances sur gaines oxydées à haute température. L'analyse mécanique débutera avec du matériau de gainage oxydé dans le domaine biphasé du diagramme Zr-O, pour générer des microstructures composites du type inclusions fragiles dans une matrice ductile.

## Références

- [1] Brachet, J.C., et al. Hydrogen Content, Preoxidation, and Cooling Scenario Effects on Post-Quench Microstructure and Mechanical Properties of Zircaloy-4 and M5 Alloys in LOCA conditions. in Zirconium in Nuclear Industry: 15th International Symposium, ASTM STP 1505. 2008. Sunriver, Oregon: ASTM International.
- [2] Vigneron S., Analyse thermomécanique multi-échelle de la transformation de phase dans les alliages à mémoire de forme, Thèse de l'Université de Montpellier 2, 2009.
- [3] Wattrisse B., Étude cinématique des phénomènes de localisation dans des aciers par intercorrélation d'image, Thèse de l'Université de Montpellier 2, 1999.
- [4] Busser V., Analyse des mécanismes d'endommagement de la zirconite et de réorientation des hydrures dans les gaines de crayons de combustible en situation accidentelle, Thèse de l'INSA Lyon, 2008.
- [5] Chen Y.Q., Ma L., Moore K. L., Rational radial distortion models of camera lenses with analytical solution for distortion correction, International Journal of Information Acquisition (IJIA), 1(2), pp 135-147, 2004.