N°d'ordre NNT : 2016LYSEI138

THÈSE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON
opérée au sein de
l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

École Doctorale N° ED162
MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE

Spécialité de doctorat :
Mécanique

Soutenue publiquement le 16/12/2016, par :
Damien CAMPELLO

Développement d'essais de ballonnement instrumentés pour la caractérisation et la simulation du fluage secondaire de gaines en Zr-4 dans des conditions thermo-mécaniques représentatives d'un APRP

Devant le jury composé de :

GOURGUES-LORENZON, Anne-Françoise	Professeur	Mines-ParisTech	Rapporteure
ORTEU, Jean-José	Professeur	École des Mines d'Albi	Rapporteur
CALLOCH, Sylvain	Professeur	ENSTA Bretagne	Examinateur
KYRIAKIDES, Stelios	Professor	UT-Austin	Examinateur

BAIETTO, Marie-Christine	Directrice de Recherche	INSA-Lyon	Directrice de thèse
TARDIF, Nicolas	Maître de Conférences	INSA-Lyon	Co-directeur de thèse
CORET, Michel	Professeur	EC Nantes	Co-encadrant de thèse
DESQUINES, Jean	HDR	IRSN/LE2M	Examinateur

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	**CHIMIE DE LYON** **http://www.edchimie-lyon.fr** Sec : Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3e etage secretariat@edchimie-lyon.fr Insa : R. GOURDON	M. Stéphane DANIELE Institut de Recherches sur la Catalyse et l'Environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 avenue Albert Einstein 69626 Villeurbanne cedex directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	**ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE** **http://edeea.ec-lyon.fr** Sec : M.C. HAVGOUDOUKIAN Ecole-Doctorale.eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60.97 Fax : 04 78 43 37 17 Gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	**EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION** **http://e2m2.universite-lyon.fr** Sec : Sylvie ROBERJOT Bât Atrium - UCB Lyon 1 04.72.44.83.62 Insa : H. CHARLES secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	M. Fabrice CORDEY CNRS UMR 5276 Lab. de géologie de Lyon Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Géode 2 rue Raphaël Dubois 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 06.07.53.89.13 cordey@univ-lyon1.fr
EDISS	**INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTE** **http://www.ediss-lyon.fr** Sec : Sylvie ROBERJOT Bât Atrium - UCB Lyon 1 04.72.44.83.62 Insa : M. LAGARDE secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	Mme Emmanuelle CANET-SOULAS INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1 Bâtiment IMBL 11 avenue Jean Capelle INSA de Lyon 696621 Villeurbanne Tél : 04.72.68.49.09 Fax :04 72 68 49 16 Emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr
INFOMATHS	**INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES** **http://infomaths.univ-lyon1.fr** Sec :Renée EL MELHEM Bat Blaise Pascal 3e etage infomaths@univ-lyon1.fr	Mme Sylvie CALABRETTO LIRIS – INSA de Lyon Bat Blaise Pascal 7 avenue Jean Capelle 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 43. 80. 46 Fax 04 72 43 16 87 Sylvie.calabretto@insa-lyon.fr
Matériaux	**MATERIAUX DE LYON** **http://ed34.universite-lyon.fr** Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Direction Ed.materiaux@insa-lyon.fr	M. Jean-Yves BUFFIERE INSA de Lyon MATEIS Bâtiment Saint Exupéry 7 avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 71.70 Fax 04 72 43 85 28 jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr
MEGA	**MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE** **http://mega.universite-lyon.fr** Sec : M. LABOUNE PM : 71.70 –Fax : 87.12 Bat. Direction mega@insa-lyon.fr	M. Philippe BOISSE INSA de Lyon Laboratoire LAMCOS Bâtiment Jacquard 25 bis avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72 .43.71.70 Fax : 04 72 43 72 37 Philippe.boisse@insa-lyon.fr
ScSo	**ScSo*** **http://recherche.univ-lyon2.fr/scso/** Sec : Viviane POLSINELLI Brigitte DUBOIS Insa : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04 78 69 72 76 viviane.polsinelli@univ-lyon2.fr	M. Christian MONTES Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Christian.montes@univ-lyon2.fr

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Remerciements

Il est évident que ce qui est présenté dans ce manuscrit résulte de nombreuses collaborations, discussions, rencontres, etc. Pour ces trois années passées entre le LaMCoS et l'Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire, j'ai quelques remerciements à adresser.

Tout d'abord, j'aimerai vous parler de mon encadrement de choc.

Nicolas, tu as toujours été présent pour discuter du boulot, mais pas que. Tu as sû réellement m'encadrer **quotidiennement** pendant ces trois ans, me conseiller, me faire grandir, mais aussi me laisser en complète autonomie par moments. C'est une vraie chance de t'avoir eu à mes côtés et je te suis très reconnaissant pour tout ce que tu m'as donné [1]. Ton franc-parler (tu as de qui tenir), ta générosité, ta perpétuelle motivation et ton emballement à chaque essai sont une belle leçon de savoir-être.

Michel, pour t'avoir côtoyé quelques fois en TD lors de ma formation d'ingénieur, j'avais quelques appréhensions au tout début de la thèse : tu n'avais pas l'air très commode !! Après trois ans de partage scientifique, de bières et de chambre je peux le dire : tu es formidable ! T'es un vrai puits de sciences ! Je te conseillerai quand même pour les prochains vols de vérifier **plusieurs fois** les dates !!

Jean, c'est à chaque fois avec un grand plaisir que je suis venu te voir à Cadarache. Tu m'as toujours accueilli à bras ouverts, et guidé pendant ces trois années. Tu m'as fourni les outils nécessaires au bon déroulement de mes travaux et à mon éducation et je t'en remercie. Les discussions ouvertes (parfois très ouvertes quand Serge est dans le coin !) et passionnantes auront bien rythmé mes ponctuelles venue.

Enfin, Marie je tiens à te remercier pour la confiance que tu as sû m'accorder. Tu as dû bosser dur pour obtenir ce contrat de thèse dans des délais à mon avis assez record, sans même me connaître. Tu m'as convaincu de réaliser cette thèse avec toi sur ce projet, et je ne regrette pas du tout ces trois années. Tu prends vraiment soin des gens qui t'entourent, et tu m'as toujours écouté quand j'avais besoin de parler.

Durant cette expérience, j'ai beaucoup appris à votre contact, et je sais que j'ai eu énormément de chance de tomber sur une équipe aussi humaine !

Je tiens à remercier Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon et Jean-José Orteu pour avoir rapporté mon travail. Vos remarques et propositions m'ont permis d'améliorer mon manuscrit. Je tiens aussi à remercier Thierry Sentenac pour son rapport concernant la thermographie.

Pr. Stelios Kyriakides, vous avez fait un effort considérable pour assister à ma soutenance de thèse et je tiens à vous en remercier. Merci pour la discussion et vos propositions pour améliorer ce travail.

Pr. Calloch, je vous suis reconnaissant d'avoir présidé mon jury de thèse. La discussion a été musclée, et j'en garderai un bon souvenir. Merci pour votre attention

1. Surtout le Château-Neuf !

et pour les nombreuses voies d'amélioration dont nous avons discuté.

Les moyens qui m'ont été fourni m'ont permis de réaliser ces trois années sans jamais trop me poser de questions d'ordre matériel, ce qui est vraiment très agréable. Pour cela, je tiens à remercier l'Agence Nationale de la Recherche qui a financé mes travaux au travers du projet PERFROI, Georges Repetto pour ton écoute vis-à-vis de nos besoins, Philippe March pour ton attention à l'égard de nos travaux et ton enthousiasme.

Les moments que j'ai passé à Cadarache m'ont fait découvrir une équipe très compétente et joviale. Merci Séverine de m'avoir accueilli de ton bureau lors de mes brefs passages, Pauline pour tes goûts musicaux à revoir[2], Franklin de m'avoir emmené gambader dans la pampa -et quelques arbustes piquants- environnante, Rémi et Élodie de m'avoir montré la voie à suivre, Cristina et Doris de m'avoir pris en main et d'avoir partagé votre savoir. Merci enfin à tous pour vos talents exceptionnels de pâtissiers.

Parce que les essais seul ce n'est vraiment pas très drôle, j'ai eu pas mal de compagnie ! Merci Nicolas de m'avoir guidé pour mes premiers essais, de m'avoir poussé à faire péter les tubes, et d'avoir toujours pris le risque de gérer les bouteilles d'argon ! Même si le petit « Pschhhhhh » fû décevant, je me suis bien marré pendant ces mois d'essais ! Merci Philippe pour ta disponibilité, ton aide et ton intérêt tout au long de ces trois années ; Jean Pascal et Paul pour votre aide avec le bricolage ! Merci à l'équipe de MECANIUM qui est toujours présente et m'a permis de m'aérer la tête quand les thermocouples ne voulaient pas coller !

J'en viens aux loustiques qui font une thèse dans les bureaux où j'ai passé pas mal de temps. Tout d'abord, je dois dire que j'ai été accueilli comme un roi par l'équipe de l'époque - Clem', Marto, Père Alex, Tyty, Yaya, Momo, PPino, Coco, Louis, Nico, Pipo- notamment lors de (longues) séances tarot / Kfet. Il faut dire que j'avais besoin de soutien pour mon arrivée car je délogeais Espoir de son bureau[3]. Espoir tu m'as quand même accepté, on a partagé pas mal de matins tous les deux et tu m'as bien montré comment ne rien lâcher. J'espère que tu as maintenant réussi à te faire à Melun... Merci à mes collègues de choc dans notre bureau, Mandikizinoyou, DDB [didibi], Hana, Jin, et mon petit Lv qui a aussi été un bel exemple professionnel mais aussi humain tout du long de ces trois années.

Au cours de ces années, du sang neuf est arrivé tous les ans. Manu a petit à petit pris la place d'Espoir le matin, fidèle au poste. Désolé Manu que tu n'aies qu'un casque Bose, mais on sait tous les deux que quand tu le pourras tu t'offriras un Zik 3. Merci à mes padawan Camille et Thomas de prendre la suite sur notre machine folle. Je suis sûr que vous allez bien vous amuser à rompre de nouvelles éprouvettes

2. Je modère mes propos.
3. Désolé coloc, mais il était vraiment bien ce bureau ! !

encore plus vite et plus fort avec Nicolas. Profitez-en bien !

Et au cours de ces mêmes années, certaines têtes sont restées... Comme Tyty, qui accompagne tous les doctorants jusqu'à leur soutenance ! Merci pour ton aide et ton perpétuel optimisme et sourire de pinpin, ces trois ans ont été très agréables en face de ton bureau.

Je souhaite aussi remercier les permanents avec qui j'ai partagé des conférences, des tacos, des apéros à Philadelphie, mais avant tout partagé humainement !

Évidemment, on n'arrive pas à bac +8 tout seul. Mes parents ont toujours été là pour me soutenir. Ils m'ont permis de faire ces belles études, sans jamais être dans le besoin. Vous m'avez donné la meilleure éducation qui soit. Je vous serai toujours reconnaissant pour tout ce que vous m'avez donné et ce que vous continuez de me donner. Cet aboutissement qu'est la thèse vous revient autant qu'à moi c'est pourquoi j'aimerai vous la dédier.

Enfin, j'ai eu la chance d'être soutenu (et supporté) par un petit bout de femme, même quand il fallait répéter en anglais des présentations ou bosser sur Matlab quelques soirées ! Tu m'as beaucoup aidé à supporter ces trois ans. La thèse ajoutée à cette blessure au genou, j'ai pas dû être super super gentil tout le temps !! Mais tu t'es accrochée, merci ma belle.

Grâce à vous tous les amis, explicitement cité ou non, je vais pouvoir rouler vers de nouveaux défis !

« *On a plus perdu, quand on a perdu sa passion que quand on s'est perdu dans sa passion* », écrite par Soëren Kierkegaard dans *Le Journal du Séducteur*.

Résumé

L'étude réalisée au cours de cette thèse s'intéresse au fluage secondaire de gainages de Zircaloy-4 détendu dans des conditions représentatives d'un Accident de Perte de Réfrigérant Primaire (APRP) dans le circuit primaire d'un réacteur à eau pressurisée. Elle s'intègre dans le cadre du projet ANR PERFROI. Ce travail s'articule autour de trois axes que sont la conception d'essais de fluage à haute température et en pression interne sur des gaines, leur réalisation et exploitation, la modélisation de ces essais et la caractérisation du comportement au fluage secondaire de cet alliage, et l'étude du fluage secondaire d'éprouvettes de Zr-4 pré-oxydées à 425 °C pour obtenir une couche de zircone de 10 μm en surfaces interne et externe.

Le banc d'essai développé au cours de la thèse de N. TARDIF a été modifié dans le but de réaliser des essais représentatifs d'un APRP sur des gaines de Zr-4 d'une hauteur de 90 mm. Les températures d'intérêt vont de 750 à 850 °C et les pressions internes de 1,2 à 5 MPa sur ces essais. Le système de chauffage par induction et sa géométrie sont couplés au refroidissement des mors pour obtenir un chargement thermique hétérogène sur la hauteur des éprouvettes. En réalisant plusieurs chargements en pression interne pour une gamme en température donnée, les conditions thermo-mécaniques appliquées à la gaine au cours d'un seul essai sont multiples. La géométrie de l'inducteur permettant un accès visuel à l'éprouvette sur une hauteur de 20 mm, les essais sont instrumentés de manière à mesurer les distributions cinématique et thermique dans cette région. Une mesure des déplacements (axial et circonférentiel) par Corrélation d'Images Numériques 2D est réalisée sur les tubes permettant de calculer les vitesses de fluage secondaire. Les températures sont évaluées par thermographie proche infrarouge (avec des caméras CCD) couplée à des mesures ponctuelles par thermocouple. Ces deux méthodes d'analyse d'images numériques clés du dispositif ont été validées sur des essais dédiés.

Les essais sont modélisés sous le logiciel commercial ABAQUS6.11-2. Un recalage d'une loi de fluage secondaire est réalisé, par des calculs éléments finis, de manière à en déterminer les paramètres (coefficient multiplicateur A, exposant de Norton n, et énergie d'activation Q) pour être le plus proche possible des grandeurs mesurées. Cette méthode est validée avec un essai virtuel puis appliquée à 9 essais réalisés sur des échantillons de Zr-4 vierge. Les résultats permettent de déterminer à la fois l'influence de la température et du chargement mécanique de manière fine pour la gamme de température et pression souhaitée. Les résultats mettent en évidence un changement brutal de comportement à une température de 810 °C, correspondant au début de la transition de la phase α vers un matériau biphasé $\alpha + \beta$. De plus, les exposants de Norton identifiés dans le domaine α pour des contraintes inférieures à 25 MPa sont de l'ordre de l'unité, et entre 4 et 5 pour les contraintes supérieures. Ces ordres de grandeurs sont respectivement associés dans la littérature à des mécanismes de fluage par diffusion et dislocation. Au-dessus de 810 °C,

les caractéristiques associées dans la littérature à la superplasticité sont mis en évidence : l'exposant de Norton est compris entre 2,5 et 3,5 et l'énergie d'activation est supérieure à 300 kJ/mol.

Des essais sont enfin menés sur des éprouvettes seulement pré-hydrurées, puis pré-oxydées et pré-hydrurées. Les mesures réalisées pendant ces essais sont associées à des métallographies pour mettre en évidence l'effet des couches de zircone et de $\alpha\,(O)$ sur la déformation de la gaine à 800 °C.

Mots clés: Zircaloy-4, Thermographie PIR, CIN, Fluage, Ballonnement.

Abstract

The thesis studies the steady-state creep behavior of Stress Relieved Annealed Zircaloy-4 claddings under thermal mechanical conditions simulating a Loss-Of-Coolant Accident (LOCA) in a primary loop of Pressurized Water Reactors. It is part of the PERFROI project focusing on the flow blockage within fuel rods bundle and its potential impact on the cool ability of a nuclear core reactor. The present work includes three main elements that are (a) the design, the performance and the processing of an innovative experiment, (b) the modeling of the tests and the determination of steady-state creep constitutive laws at temperatures ranging from 750 to 850 °C and (c) the preliminary study of the corrosion effect on the Zr-4 claddings creep behavior.

An experiment addressing to heterogeneous thermal conditions was designed using an induction heating device. The creep behavior of metals at high temperatures is known to be very sensitive to the temperature. Under an internal pressurization of the cladding this thermal gradient induces its heterogeneous deformation. Using this configuration and three successive internal pressure loadings with a single experiment a lot of thermal mechanical conditions are available. Both thermal and kinematics full field measurements are performed into a 20 mm gage length located between the induction coils using respectively near infra-red thermography and two dimensional digital image correlation. These two key digital image methods are assessed using dedicated experiments.

The tests are modeled using the ABAQUS commercial software. The expected creep behavior law is updated using finite element model calculations included into a Gauss-Newton solver. The method was validated using virtual experiments and then applied to the actual tests. A high consistency between the experiments is obtained and is in agreement with available literature data. Norton exponent and activation energy maps are plotted into the thermal mechanical condition range of interest. These parameters highlight changes of dominant deformation mechanisms in the α-phase domain at about $\sigma_{vM} \sim 26$ MPa and of microstructure at a 810 °C temperature (at which phase transformation is expected). In the mixed phase domain, the material parameters are similar to those associated in the literature data with super plasticity deformation mechanism.

Finally, experiments are performed on pre-oxidized samples at 800 °C. The rupture of the outer zirconia and $\alpha(O)$ layers is observed during the test at a 1.1% hoop strain.

Keywords: Zircaloy-4, NIR Thermography, DIC, Creep, Ballooning.

Table des matières

Table des matières i

Table des figures v

Liste des tableaux xi

Introduction 1

1 Démarche de l'étude 5
- 1.1 Contexte de l'étude . . . 7
  - 1.1.1 Fonctionnement d'une centrale nucléaire . . . 7
  - 1.1.2 L'accident de perte de réfrigérant primaire . . . 8
  - 1.1.3 Projet ANR PERFROI . . . 10
  - 1.1.4 Propriétés des gainages . . . 12
  - 1.1.5 Influence de l'environnement sur l'évolution des gaines en réacteur . . . 14
- 1.2 Fluage secondaire des métaux à chaud . . . 16
  - 1.2.1 Mécanismes activés dans les conditions d'APRP . . . 17
  - 1.2.2 Modélisation de la déformation à haute température . . . 18
  - 1.2.3 Superplasticité . . . 19
  - 1.2.4 Carte de mécanismes du zirconium . . . 19
- 1.3 Comportement du Zr-4 à haute température . . . 21
  - 1.3.1 Exploitations de Rosinger et Bera, et de Hayes et Kassner . . . 23
  - 1.3.2 Essais et métallographies réalisés par Garde *et al.* . . . 25
  - 1.3.3 Essais de fluage en traction . . . 27
    - 1.3.3.1 Machine du Centre des Matériaux (ENSMP) . . . 27
    - 1.3.3.2 Dispositif pour ELFE . . . 29
  - 1.3.4 Dispositif EDGAR . . . 31

2 Essais de fluage en pression interne à haute température 37
- 2.1 Introduction . . . 39
- 2.2 Dispositif expérimental . . . 40
  - 2.2.1 Éprouvettes . . . 40
  - 2.2.2 Banc d'essais . . . 41

2.2.2.1 Composants du dispositif 42
2.2.2.2 Procédure d'essai 44
2.3 Analyse d'images numériques pour la mesure de champs cinématique et thermique 45
2.3.1 Thermographie proche infra-rouge 45
2.3.1.1 Principe de la thermographie 45
2.3.1.2 Application de la thermographie PIR au banc d'essais 46
2.3.2 Corrélation d'images numériques 49
2.3.2.1 Principe 49
2.3.2.2 Application à nos essais 50
2.4 Qualification de la thermographie PIR 51
2.4.1 Incertitudes des mesures par thermocouple 52
2.4.2 Essai dédié à la thermographie PIR 53
2.4.2.1 Principe 53
2.4.2.2 Étalonnage des modèles radiométriques 54
2.4.2.3 Différences entre les mesures thermocouple et de thermographie 55
2.5 Qualification des mesures cinématiques 58
2.5.1 Principe 58
2.5.2 Étalonnage du modèle de projection optique 60
2.5.3 Calcul du déplacement hors-plan basé sur la détection de contours 61
2.5.4 Correction de la CIN 2D 62
2.6 Application sur un essai à 850°C 66
2.6.1 Conditions d'essai 66
2.6.2 Distributions axiales des températures 67
2.6.3 Distributions axiales des vitesses de fluage secondaire 69

3 Identification du comportement au fluage secondaire d'éprouvettes vierges 73
3.1 Phénoménologie des essais 75
3.2 Recalage de la loi de fluage par des calculs éléments finis 76
3.2.1 Modélisation des essais 76
3.2.1.1 Géométrie et maillage des éprouvettes 76
3.2.1.2 Conditions aux limites et chargement 76
3.2.1.3 Lois de comportement 78
3.2.1.4 Structure du calcul 78
3.2.2 Algorithme 78
3.2.2.1 Principe 78
3.2.2.2 Validation 80
3.3 Application à un essai réalisé à 850 °C 81
3.3.1 Résultats de l'identification 81
3.3.2 Calcul EF versus CIN 84
3.3.3 Conclusions sur la méthode 86

3.4 Évaluation du comportement en fluage pour une gamme étendue de contraintes et de températures . . . 87
3.4.1 Conditions des essais . . . 87
3.4.2 Résultats . . . 88
3.4.2.1 Vitesses de fluage . . . 89
3.4.2.2 Exposant de Norton . . . 90
3.4.2.3 Énergie d'activation . . . 91
3.4.3 Couplage de plusieurs essais . . . 93

4 Vers une meilleure compréhension du fluage à 800 °C de gaines pré-oxydées et soumises à une pression interne 97
4.1 Influence de la présence d'hydrogène sur le comportement au fluage . 99
4.1.1 Introduction . . . 99
4.1.2 Conditions des essais . . . 102
4.1.3 Résultats des essais . . . 104
4.2 Comportement thermo-mécanique à 800 °C d'une gaine pré-oxydée . 110
4.2.1 Introduction . . . 110
4.2.2 Fabrication des éprouvettes . . . 112
4.2.3 Comparaison du fluage à 800 °C des matériaux vierge et pré-oxydé . . . 113
4.2.4 Étude de la fissuration de la couche d'oxyde . . . 120
4.2.4.1 Résultats macroscopiques . . . 120
4.2.4.2 Étude du comportement local . . . 121
4.2.5 Vers la modélisation du comportement en fluage du Zr-4 pré-oxydé . . . 124
4.3 Conclusion . . . 125

Conclusions et perspectives 129

A Études de sensibilité liées aux mesures thermiques et à leur modélisation 135

B Configuration des essais et données relatives au post-traitement 139

C Métallographies liées à la comparaison entre le matériau vierge et le matériau pré-hydruré à 130 wppm 153

D Sablage des éprouvettes pré-oxydées 155

Bibliographie 159

Table des figures

1 Démarche globale de la détermination de lois de fluage secondaire. . . 2

1.1 Conditions thermo-mécaniques schématiques représentatives d'un APRP. 9
1.2 Courbe de dilatométrie pour du Zircaloy-4 [BRA 98]. 13
1.3 Métallographie de la zircone formée sur une gaine en Zy-4 (a) et photo de la desquamation de l'oxyde, issues des travaux [BOS 06]. 15
1.4 Schéma représentatif de la micro-structure des alliages métalliques. . 16
1.5 Représentation de la diffusion des lacunes d'un grain soumis à une sollicitation uni-axiale. 17
1.6 Cartographie des mécanismes de déformation du zirconium, pour une taille de grain de 100 μm. 20
1.7 Courbes standard de fluage. 21
1.8 Régression linéaire pour déterminer les paramètres matériau. 22
1.9 Résultats des essais présentés dans [ROS 78]. 23
1.10 Influence de σ sur $\dot{\varepsilon}^{ss}$ 24
1.11 Métallographie de la surface déformée d'une éprouvette rayée au préalable [GAR 78]. 25
1.12 Métallographies démontrant l'effet d'un maintien de 2 h sur la micro-structure de l'alliage à 850 °C [GAR 78]. 26
1.13 Représentation du chargement thermo-mécanique appliqué par S. Fréchinet [FRÉ 01]. 27
1.14 Les données de la figure III.32 [FRÉ 01] sont retracées en (a) et sont utilisées pour calculer point par point les énergies d'activation pour chacune des contraintes (b). 29
1.15 Géométrie des éprouvettes de traction uni-axiale [DOM 16]. 30
1.16 Résultats obtenus par le dispositif ELFE pour le Zr-4 vierge. 31
1.17 Comparaison des lois déterminées par Fréchinet et des résultats EDGAR. 33

2.1 Les géométries de l'éprouvette (a) et des composants de la zone utile (b) sont présentées. Le repère de l'étude est donné dans (c). 41
2.2 Dispositif d'essai : vue globale de l'enceinte (a) et vue intérieure de l'échantillon (b). 42
2.3 Schéma du dispositif. 43

2.4 Chargement thermo-mécanique typique d'une éprouvette. 44
2.5 Schéma de la chaine optique pour la thermographie. 47
2.6 Images prises au cours du chauffage d'une éprouvette de 760 à 850 °C. 48
2.7 Les mesures de température par thermocouple sont tracées en fonction des mesures d'intensité pour chaque zone. 49
2.8 (a) Déformations équivalentes de fluage en fonction du temps et (b) vitesses de déformation équivalente en fonction du temps pour 5 points de mesures. 51
2.9 Chaîne d'acquisition de la mesure par thermocouple. 52
2.10 Mesures des trois thermocouples soudés dans la zone utile. 54
2.11 Superposition des trois modèles radiométriques. 55
2.12 Comparaison des températures mesurées par thermocouple (Th) et thermographie (T_{PIR}), pour le cycle thermique 2. 57
2.13 Schéma du problème de la transformation hors-plan. 58
2.14 La configuration des caméras est représentée en (a). La CIN est effectuée dans la zone blanche en (b) et les données sont extraites sur la génératrice représentée en jaune. Le déplacement hors-plan est calculé en utilisant la détection de contours sur la ligne blanche initialement représentée en (c). 59
2.15 Les instants d'intérêt sont définis dans cet historique de la pression interne P_i pendant l'essai. 59
2.16 Schéma de la manipulation mise en place pour la détermination de d_o, x_c et y_c. 60
2.17 Déformations moyennes, induites par le déplacement hors-plan, calculées par une jauge numérique sous Ufreckles. 61
2.18 Déplacement hors-plan calculé par détection de contours aux temps d'intérêt. 62
2.19 Représentation du système optique avec les configurations initiale et déformée du tube. 63
2.20 Les déformations axiales calculées par la CIN et les déformations curvilignes corrigées par la méthode proposée sont tracées pour les quatre temps d'intérêt en fonction de la position axiale. 64
2.21 Représentation du tube dans le plan (R,θ). 64
2.22 Comparaison des déformations tangentielles brutes et corrigées. . . . 65
2.23 Erreur sur les déformations équivalentes de la CIN 2D. 66
2.24 Disposition des caméras autour de l'enceinte. 67
2.25 Pression interne pendant l'essai. 68
2.26 Températures mesurées par les thermocouples. 68
2.27 Une image thermique est affichée en (a). Les pixels situés dans le rectangle blanc sont utilisés pour calculer les trois distributions axiales de température tracées en (b). 69
2.28 Profils axiaux des vitesses de fluage secondaire. 70

3.1 Déformation du tube pendant l'essai. 75
3.2 Le modèle déterminé à partir des mesures est tracé en (a), et la différence entre la mesure et le modèle est tracée en (b) pour la zone utile. 77
3.3 Principe de l'optimisation du modèle de fluage secondaire, implémentée sous Matlab. 79
3.4 Convergence de l'algorithme sur un essai virtuel. 80
3.5 Disposition des caméras autour de l'enceinte. 81
3.6 Comparaison entre les données numériques et expérimentales. 82
3.7 Une coupe transversale de l'éprouvette a été enrobée puis photographiée. Les rayons internes et externes sont mesurés à la cote axiale du milieu de l'éprouvette. Les déformations vraies sont alors calculées sur la circonférence et tracées en fonction d'une variable angulaire ϑ en figure (a). Les profils de $\varepsilon_{\theta\theta}$ calculés par CIN à partir des caméras 1 et 2 sont tracés en (b). 83
3.8 Courbes de fluage de trois points situés en surface externe. 84
3.9 Profil axial de σ_{vM}. 85
3.10 Distributions des contraintes calculées sur la hauteur de la zone utile. 86
3.11 Profil axial de σ_{vM}. 87
3.12 Les vitesses de fluage calculées à partir des modèles recalés par les calculs EF sont tracées dans leurs domaines de validité en figure (a), et les modèles déterminés par Fréchinet sont tracés dans le domaine α en figure (b). 89
3.13 Cartographie de l'exposant de Norton dans le domaine de l'étude. . . 90
3.14 Cartographie de l'énergie d'activation dans le domaine de l'étude. . . 92
3.15 Comparaison des vitesses de fluage calculées avec les lois identifiées (a) indépendamment et (b) pour plusieurs conditions d'essai. 94

4.1 Effet de la teneur en hydrogène sur $T_{\alpha\to\alpha+\beta}$ [BRA 02]. 100
4.2 Temps à rupture en fonction de la contrainte initiale σ_0 du Zy-4 vierge et pré-hydruré ([H]=600 ppm) pour les essais EDGAR [BRA 02]. . . 100
4.3 Allongement à rupture du Zy-4 vierge et pré-hydruré ([H]=600 ppm) d'après les essais EDGAR [BRA 02] 101
4.4 Profil de la teneur en hydrogène mesurée à l'ECP sur une des éprouvettes pré-hydrurées par voie gazeuse. 102
4.5 Historiques de chargement des essais à 800 °C en (a), 825 °C en (b) et 850 °C en (c). 103
4.6 Découpe de l'éprouvette pour l'ONH 105
4.7 Comparaison des profils axiaux de vitesse de fluage (a), de température (b) et de contrainte équivalente (c) déterminés à partir du calcul par la modélisation EF, pour les essais réalisés sur les éprouvettes AR-5 et PH-129, à 800 °C. 107

4.8 Comparaison des profils axiaux de vitesse de fluage (a), de température (b) et de contrainte équivalente (c) déterminés à partir du calcul par la modélisation EF, pour les essais réalisés sur les éprouvettes AR-3 et PH-124, à 825 °C. 108
4.9 Comparaison des profils axiaux de vitesse de fluage (a), de température (b) et de contrainte équivalente (c) déterminés à partir du calcul par la modélisation EF, pour les essais réalisés sur les éprouvettes AR-2 et PH-128, à 850 °C. 109
4.10 Métallographies réalisées par Leitsikow *et al.* [LEI 87] mettant en évidence le motif différent des fissures en fonction de la contrainte appliquée. 111
4.11 Les courbes ε-σ obtenues pour des échantillons de l'alliage N1 vierge et pré-oxydés avec 20, 45 et 65 μm d'après [KOM 92] mettent en évidence une forte contrainte d'écoulement à basse déformation induite par la couche de zircone, puis la baisse très brutale de cette contrainte d'écoulement à partir d'une déformation comprise entre 1 et 4%. . . . 112
4.12 Historique du chargement en pression interne 113
4.13 Comparaison entre les profils axiaux $\dot{\varepsilon}_{ss}^{eq}(z)$ mesurés sur du Zr-4 vierge et du pré-oxydé. 114
4.14 Déformation de l'éprouvette et apparition des fissures 115
4.15 La vue d'ensemble capturée par le microscope numérique est présentée en (a). Le repère angulaire y est défini. Une vue rapprochée de l'échantillon est affichée en (b). Elle met en évidence une forme de signal créneau entre la zircone et le métal : une fois que le pré-oxyde est rompu, les lèvres de la fissure s'éloignent de manière parallèle. . . 116
4.16 Les déformations calculées en surfaces interne et externe d'après l'équation (4.5), à partir des mesures réalisées sur l'image en figure 4.15a sont tracées en (a), et la longueur des bandelettes de zircone est tracée en fonction de leur nombre sur la circonférence en (b). 117
4.17 Métallographie, obtenue sous lumière polarisée, d'une région proche de la striction. 118
4.18 Des mesures de dureté sont effectuées dans la région présentée en (a). Les lignes iso-duretés sont tracées en (b) sur le maillage des positions des zones indentées et un profil de la dureté depuis la surface interne jusqu'à la surface externe de l'éprouvette est tracé en (c). 119
4.19 Schéma représentatif des conditions d'essais 120
4.20 Historique des déformations mesurées à la surface des éprouvettes POX-1 (a) et POX-2 (b) avec une jauge numérique. 121
4.21 Schéma représentatif des conditions d'essais 121
4.22 Le champ de la déformation dans la direction X calculé par la CIN est affiché en (a), et la distribution du déplacement selon X le long de la ligne blanche représentée dans (a) est tracée dans (b) en fonction de la position X. 122

4.23 Historique des déformations axiale (a) et circonférentielle (b) mesurées localement en surface sur la zircone, et dans une des fissures apparue après t_1. 123
4.24 Les métallographies des régions fissurées présentées pour l'éprouvette POX-1 en (a) et (b) respectivement sur surfaces interne et externe, et pour l'éprouvette POX-2 en (c) et (d) respectivement pour les surfaces interne et externe. 123
4.25 Schéma représentatif des conditions d'essai. 125
4.26 Schéma représentatif de la déformation à 800 °C d'éprouvettes préoxydées, en surfaces interne et externe, et soumises à une pression interne en atmosphère argon. 127

A.1 Les profils axiaux des températures mesurées, identifiées et perturbées pour la présente étude sont tracés en (a). La différence entre le modèle perturbé et la mesure est donnée en (b) 136

B.1 Données de l'essai AR-1. 140
B.2 Données de l'essai AR-2. 141
B.3 Données de l'essai AR-3. 142
B.4 Données de l'essai AR-4. 143
B.5 Données de l'essai AR-5. 144
B.6 Données de l'essai AR-6. 145
B.7 Données de l'essai AR-7. 146
B.8 Données de l'essai AR-8. 147
B.9 Données de l'essai AR-9. 148
B.10 Données de l'essai PH-128. 149
B.11 Données de l'essai PH-124. 150
B.12 Données de l'essai PH-129. 151

C.1 Métallographies effectuées sur les six éprouvettes de l'étude. 154

D.1 Schéma des anciens (a) et nouveaux (b) trajets de sablage. 155
D.2 Profils de 8 zones sablées mesurés par un rugosimètre pour les anciens (a) et nouveaux (b) trajets de sablage. 156
D.3 Rugosité de 8 zones sablées mesurées par un rugosimètre pour les anciens (a) et nouveaux (b) trajets de sablage. 156

Liste des tableaux

1.1 Dimensions de la gaine et des pastilles. 7
1.2 Composition chimique de l'alliage Zr-4 détendu (en pourcentage massique). 12
1.3 Propriétés physiques du zirconium α et β [CHO 14]. 13

2.1 Incertitudes de mesure données par les fabricants. 52
2.2 Paramètres du modèle radiométrique et temps d'exposition pour chacun des cycles. 54
2.3 Différence entre les mesures de thermographie et par thermocouple pour chaque cyclage. 55

3.1 Paramètres pour les différentes étapes de l'algorithme. 80
3.2 Paramètres déterminés en utilisant les jeux 1 & 2. 83
3.3 Conditions des 9 essais sur le Zr-4 détendu. 87
3.4 Paramètres déterminés par le recalage de modèle. 88
3.5 Lois de comportement identifiées dans le domaine α. 93

4.1 Paramètres déterminés par le recalage EF. 104
4.2 Allongement circonférentiel (en %) 105
4.3 Teneurs moyennes en hydrogène (en wppm) 106
4.4 Longueurs mesurées sur la circonférence de l'éprouvette. 115

A.1 Paramètres obtenus par le recalage. 135
A.2 Résultats obtenus illustrant l'effet des erreurs de mesures thermiques dues à la chaîne d'acquisition par thermocouple. 137

B.1 Conditions des essais sur le Zr-4 détendu et pré-hydruré 3.3. 139

Introduction

Depuis l'accident de Fukushima Daiichi, l'amélioration des outils de simulation pour l'étude des Accidents de Perte de Réfrigérant Primaire (APRP) dans un Réacteur à Eau Pressurisée (REP), à l'échelle du cœur nucléaire, est un sujet d'actualité. Des activités de modélisation et d'expérimentation ont été mises en place pour étudier de manière découplée le comportement des différents composants du cœur nucléaire dans ces conditions accidentelles. Le projet PERFROI [4], qui finance cette thèse, s'intéresse plus particulièrement à l'effet d'un bouchage des canaux de refroidissement (dû au ballonnement des gaines contenant le combustible) sur la capacité à refroidir le cœur. Il se décompose en deux axes majeurs : l'étude thermo-mécanique de la déformation et de la rupture des crayons combustibles en conditions d'APRP, et l'étude du comportement thermo-hydraulique d'une zone de cœur partiellement bouchée.

Le premier axe s'intéresse principalement à la caractérisation du comportement en fluage des alliages de zirconium à haute température (de 600 à 1100 °C), à leur rupture, à l'influence de la corrosion sur leur comportement thermo-mécanique mais aussi au contact potentiel entre deux gaines ballonnées. Des essais de fluage (ELFE) sont réalisés par l'IRSN [5] en sollicitation de traction uni-axiale sur des éprouvettes usinées. Ces essais ont notamment pour objectif de dimensionner la campagne d'essais COCAGNE qui vise à étudier l'influence d'un contact entre des gaines ballonnées sur les lois de déformation et les critères de rupture afin d'améliorer la prédiction du bouchage des canaux. L'INSA de Lyon intervient dans ce projet en support aux essais ELFE. Le banc d'essai multi-modal développé par N. Tardif [TAR 09] lors de sa thèse au LaMCoS a été adapté pour réaliser des essais de ballonnement dans un environnement argon.

L'objectif de cette thèse est de caractériser le comportement en fluage secondaire du Zircaloy-4 détendu soumis à un chargement thermo-mécanique représentatif d'un scénario APRP. Les mécanismes de déformation des alliages de zirconium mis en jeu à haute température reposent essentiellement sur le comportement des joints de grain. De fait, le changement micro-structural de la

4. Projet n°ANR-11-RSNR-0017-01, porté par l'Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire (IRSN).

5. Dans le Laboratoire d'Expérimentation en Mécanique et Matériaux (LE2M).

phase α à la phase β qui se déroule d'environ 820 à 1000 °C induit un comportement thermo-mécanique complexe à caractériser [FRÉ 01, ROS 78]. Les montages dédiés à l'étude du comportement en fluage de ces alliages permettent d'appliquer une température supposée uniforme aux échantillons. Des mesures ponctuelles de température et d'allongement permettent d'associer à une contrainte (estimée) et à une température (mesurée et moyennée) une vitesse de déformation. Un nombre important d'essais est à effectuer pour déterminer une loi de comportement avec fiabilité.

Pour caractériser le comportement en fluage dans le domaine en température de la transformation de phase, l'approche traditionnelle admet quelques limites. Il est, par exemple, difficile de modéliser le comportement de la structure testée à partir des mesures ponctuelles effectuées.

Le ballonnement est une déformation hétérogène de la structure qui résulte (en conditions accidentelles) d'un gradient de propriétés mécanique, physique, chimique, thermique, etc. La démarche mise en place par cette thèse s'appuie sur la conception d'un essai innovant. Elle est synthétisée par le schéma en figure 1. Le ballonnement d'une éprouvette de 90 mm de long est provoqué par l'application d'un chargement thermique hétérogène et d'une pression interne constante. Les conditions thermo-mécaniques multiples générées sont capitalisées par la modélisation des essais basée sur l'exploitation des champs cinématique et thermique mesurés en surface des échantillons.

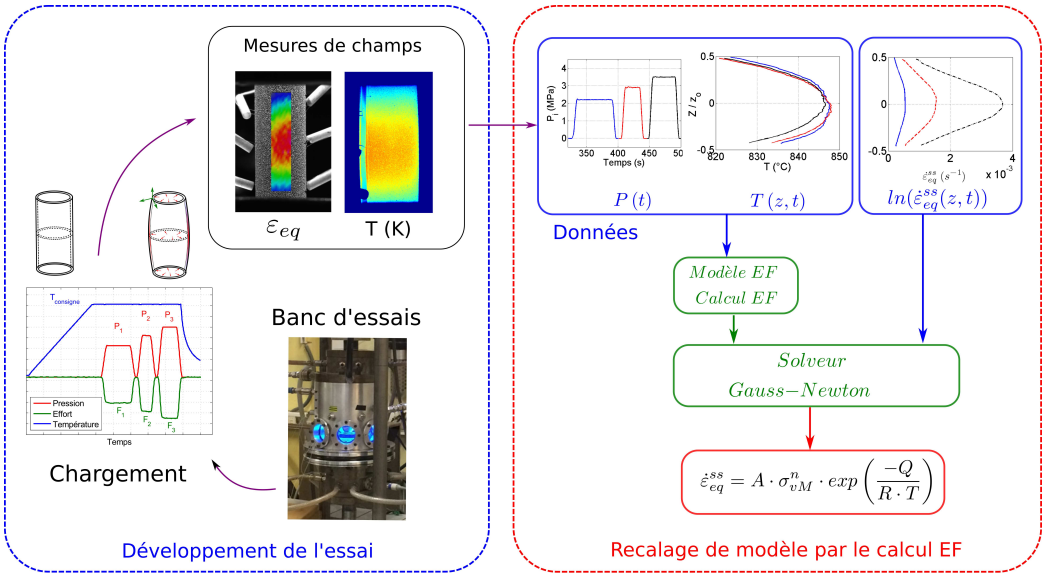


FIGURE 1 – Démarche globale de la détermination de lois de fluage secondaire.

L'instrumentation qui équipe le dispositif permet d'observer l'évolution des éprouvettes au travers de vitres en saphir depuis plusieurs points de vue répartis sur la circonférence, et sur une hauteur de 20 mm. Des mesures de champs de

déplacements par Corrélation d'Images Numérique (CIN) en 2D et de température par thermographie proche infra-rouge sont réalisées pendant l'essai. Les mesures de pression interne et de distribution de la température dans la zone utile permettent la modélisation axi-symétrique des essais sous la version commerciale du code éléments finis (EF) Abaqus. Les paramètres du modèle de fluage secondaire choisi sont recalés de façon à minimiser la différence entre les vitesses de fluage secondaire calculées par la CIN dans la zone utile, à partir des essais, et par la méthode des EF. La méthodologie permet de déterminer en un seul essai une loi de comportement sur une plage de températures de 20 °C, et pour des niveaux de contrainte dépendants des pressions internes appliquées. Des essais sont menés pour des températures de 750 à 850 °C et des pressions internes de 1 à 5 MPa.

Les travaux effectués dans le cadre de la thèse sont articulés dans ce manuscrit autour de quatre chapitres. Le contexte de l'étude et les résultats importants de la littérature concernant le fluage secondaire de l'alliage Zr-4 sont détaillés dans la première partie. Le chapitre 2 expose le dispositif de l'essai de ballonnement, les méthodes de mesures et leur qualification. La modélisation des essais et le recalage de lois de fluage secondaire sont précisés dans le chapitre 3. Les résultats obtenus y sont analysés et comparés à la littérature. Finalement, le chapitre 4 traite de l'application de la procédure d'essai et des méthodes d'exploitation des données à quelques échantillons de Zr-4 pré-oxydés sous vapeur à 425 °C [REP 15, CAM 15a, CAM 15b, CAM 16d, CAM 16a, CAM 16c, CAM 16b, CAM a, CAM b]..

Chapitre 1

Démarche de l'étude

Ce premier chapitre présente le contexte de notre étude. La phénoménologie de l'APRP, le chargement thermo-mécanique qu'il induit sur les gaines des crayons combustibles, et la problématique de leur ballonnement sont tout d'abord expliqués. L'effet de la corrosion des gaines est brièvement abordé pour introduire les modifications micro-structurales qu'elle induit. Les mécanismes de déformation mis en jeu à haute température et leur modélisation sont ensuite décrits et un modèle de fluage secondaire est sélectionné pour décrire le comportement de nos échantillons. La méthodologie à développer pour identifier les paramètres de cette loi de comportement est traitée et les dispositifs expérimentaux existants mis en place pour s'intéresser au comportement en fluage des alliages de zirconium dans nos conditions d'essais sont détaillés. Les observations et résultats importants, pour notre étude, obtenus à partir de ces dispositifs sont finalement précisés.

Sommaire

1.1 Contexte de l'étude 7
1.1.1 Fonctionnement d'une centrale nucléaire 7
1.1.2 L'accident de perte de réfrigérant primaire 8
1.1.3 Projet ANR PERFROI 10
1.1.4 Propriétés des gainages 12
1.1.5 Influence de l'environnement sur l'évolution des gaines en réacteur 14
1.2 Fluage secondaire des métaux à chaud 16
1.2.1 Mécanismes activés dans les conditions d'APRP 17
1.2.2 Modélisation de la déformation à haute température 18
1.2.3 Superplasticité 19
1.2.4 Carte de mécanismes du zirconium 19
1.3 Comportement du Zr-4 à haute température 21
1.3.1 Exploitations de Rosinger et Bera, et de Hayes et Kassner . . 23
1.3.2 Essais et métallographies réalisés par Garde *et al.* 25
1.3.3 Essais de fluage en traction 27
1.3.4 Dispositif EDGAR 31

1.1 Contexte de l'étude

1.1.1 Fonctionnement d'une centrale nucléaire

Un Réacteur à Eau Pressurisée (REP) a pour but de produire de l'énergie électrique. Ce processus peut-être décomposé en deux étapes : la création de chaleur par le circuit primaire (CP) et sa conversion en énergie électrique par le circuit secondaire (CS).

La chaleur est dans un premier temps produite au sein du cœur nucléaire, constitué des assemblages de combustible dans le CP. Selon le type de REP, 150 à 205 assemblages sont présents dans le cœur nucléaire. Un assemblage est lui-même composé de 264 crayons combustibles disposés dans un cadre métallique carré : le squelette. Cette disposition permet le passage de barres de contrôle, qui régulent la réaction nucléaire en étant plus ou moins avancées dans l'assemblage. Des barres d'arrêt d'urgence sont aussi présentes et positionnées en dehors de l'assemblage en fonctionnement normal. Elles sont abaissées dans le cas d'un arrêt d'urgence.

Un crayon combustible est l'association d'un tube de gainage (en alliage de zirconium) et du combustible où ont lieu les réactions nucléaires. Les dimensions de ces deux composants sont données dans le tableau 1.1. Un crayon combustible est rempli par environ 265 pastilles.

TABLE 1.1 – Dimensions de la gaine et des pastilles.

	Hauteur (m)	Diamètre externe (mm)	Épaisseur (mm)
Gaine	4	9,5	0,57
Pastille	$13{,}5{\cdot}10^{-3}$	8,19	

L'eau du CP arrive à l'entrée du cœur nucléaire à une température d'environ 290 °C et à une pression de 155 bar. La fission nucléaire qui se déroule dans les crayons combustibles chauffe les gaines à une température voisine de 320 °C. L'eau du CP est alors chauffée au contact des gaines, et sort du CP à 320 °C et une pression de 155 bar dans un état liquide. Elle est acheminée à un générateur de vapeur qui vaporise l'eau du CS en exploitant la chaleur de l'eau du CP.

La vapeur va ensuite entrainer une turbo-machine générant ainsi de l'énergie mécanique qui sera transformée par un alternateur en courant électrique.

Sûreté nucléaire

Trois dispositifs de sûreté participent au confinement de la radioactivité produite par la fission nucléaire. Le premier obstacle est la gaine du crayon combustible, qui contient les produits radioactifs. Deux bouchons soudés aux extrémités du tube assurent l'étanchéité du crayon. La seconde barrière est composée de la cuve et de la totalité de l'enveloppe métallique du CP, qui fonctionne en circuit fermé. Le

dernier niveau de confinement est le bâtiment en béton qui abrite le CP. Notre étude porte sur le premier niveau de sûreté : la gaine en alliage de zirconium.

Les accidents nucléaires importants sont classés en plusieurs catégories selon l'état de dégradation du cœur. L'accident grave correspond à une fusion totale ou partielle du cœur. Cette situation peut néanmoins être maitrisée *in extremis* par l'injection d'eau dans le cœur comme ce fut le cas pour l'accident de Three Miles Island aux États-Unis en 1979. Dans quelques cas la fusion du cœur a donné lieu à des rejets importants dans l'atmosphère. Ce fut le cas en 1986 sur le réacteur n°4 de Techernobyl en ex-URSS et plus récemment sur le site de Fukushima au Japon. Ce dernier accident, résulte d'une perte de refroidissement consécutive à un tsunami. Dans le but de parer à ce type d'accident, la sûreté nucléaire s'appuie sur le concept de défense en profondeur. Cette approche vise à prévenir et limiter les risques d'accidents graves, mais aussi de les gérer de la meilleure manière s'ils se déclarent. Cette démarche s'applique à tous les stades de la vie d'un REP, de sa conception jusqu'à son démantèlement, et évolue en capitalisant l'expérience acquise sur les nombreuses installations en cours d'exploitation. Actuellement, cinq niveaux structurent la défense en profondeur. À l'exception du niveau 5, qui vise à protéger l'environnement d'une installation rejetant des substances radioactives, les autres niveaux proposent des dispositions pour ne pas évoluer vers des situations plus graves. Le niveau 4 correspond au traitement de situation qui pourrait mener à une fusion du cœur nucléaire.

1.1.2 L'accident de perte de réfrigérant primaire

L'Accident de Perte de Réfrigérant Primaire (APRP, ou LOCA pour Loss-Of-Coolant Accident en anglais) fait partie de la catégorie des principaux scénarios d'accidents pouvant amener à un accident de fusion de cœur.

Le scénario d'accident de perte de réfrigérant primaire se base sur l'apparition d'une brèche dans la paroi du circuit primaire. La brèche provoque la dépressurisation de l'eau du CP, ce qui déclenche l'arrêt immédiat du réacteur par la descente des grappes de contrôle et des barres d'arrêt d'urgence dans le cœur nucléaire. La réaction en chaîne est alors arrêtée, cependant le combustible dispose d'une puissance neutronique et donc thermique résiduelle, qu'il convient d'évacuer. Du fait de sa dépressurisation, une masse importante de l'eau du CP s'évapore. Pour garantir le refroidissement du cœur nucléaire, l'inventaire en eau dans la cuve doit être conservé. Il est dans un premier temps assuré par l'injection directe d'eau à partir d'une réserve d'eau externe, puis une injection d'eau en circuit fermé est mise en place. Cette combinaison constitue le système d'injection de sécurité. Une défaillance de ce système pourrait, par exemple, mener à un accident de fusion de cœur.

Ce scénario est complexe à analyser du fait de son caractère multi-physique.

Le schéma de la figure 1.1 fait état des différents phénomènes (non-exhaustifs) rencontrés par la gaine au cours de cet accident.

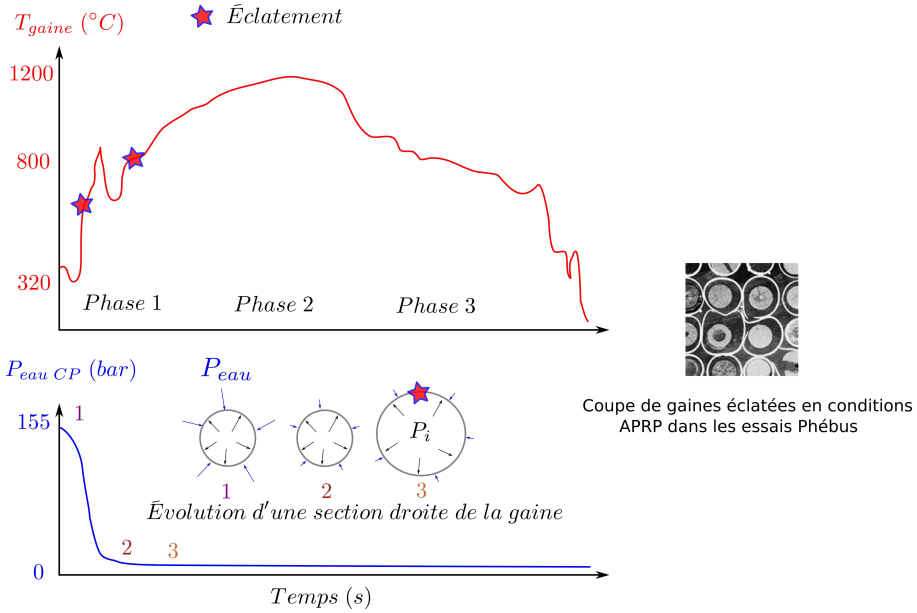


FIGURE 1.1 – Conditions thermo-mécaniques schématiques représentatives d'un APRP.

Trois phases sont identifiées : l'initiation de l'accident par la dépressurisation, l'oxydation à haute température puis le renoyage. Des phénomènes propres à chacune de ces étapes peuvent mettre en péril l'intégrité des assemblages.

Phase 1

Suite à la dépressurisation de l'eau du CP, la chaleur produite par la fission nucléaire (ou puissance résiduelle) n'est plus évacuée et la température des gaines peut monter jusqu'à 1200 °C. Comme illustré sur la figure 1.1, les gaines essentiellement soumises à une pression interne ($\Delta P = P_i - P_{eau}$ augmente jusqu'à ce que $P_{eau} \sim P_{atm}$) à haute température ce qui entraîne leur gonflement. Des gradients thermiques peuvent mener au ballonnement des gaines et à leur éclatement. Le combustible, qui se relocalise avec la déformation des gainages, peut être éjecté dans la cuve. De plus, le ballonnement peut aussi donner lieu à un contact entre un crayon et ses voisins.

Pendant l'injection d'eau du réservoir externe dans le réacteur, la température de la gaine se stabilise entre 700 et 1200 °C.

Phase 2

Au cours de cette seconde phase, l'eau du CP est à pression atmosphérique (pour le scénario « Grosse Brèche ») et à haute température entraînant son évaporation. Les gaines vont s'oxyder au contact de la vapeur d'eau à haute température

[DES 16]. Le comportement thermo-mécanique de l'alliage s'en trouve grandement affecté [NAG 04]. De plus, si la gaine est déjà éclatée, elle peut être oxydée et hydrurée en surfaces interne et externe.

Finalement la circulation d'eau en circuit fermé, assurée par les injections de secours, va permettre de refroidir le cœur nucléaire.

Phase 3

Le refroidissement s'effectue depuis le bas de la cuve et le niveau de l'eau doit monter. Le ballonnement des gaines, et leur potentiel contact peut boucher les canaux de refroidissement, empêchant la montée du front d'eau. Le flux d'eau se trouve affecté par les canaux partiellement ou complètement bouchés. De plus, la vapeur créée empêche un refroidissement des gaines par conduction. Enfin, la micro-structure des gaines est complètement modifiée par l'oxydation sous vapeur à haute température. Une part importante de l'épaisseur des gainages est transformée en oxyde, diminuant les performances mécaniques de la structure. Les gaines peuvent être rompues par la simple trempe, qui est accompagnée d'un chargement mécanique de traction dans la direction axiale. Cette traction résulterait d'une rétractation thermique empêchée par les grilles de l'assemblage.

Dans le cadre d'un APRP, les critères de sûreté nucléaire établis en 1973 par la Nuclear Regulatory Commission [Nuc 14] donnent une idée précise des conditions extrêmement endommageantes pour le combustible dans son état de réception. Ils imposent à la gaine :

- de ne pas dépasser la température de 1204 °C,
- d'avoir un taux d'oxydation totale inférieur à 17%.

L'évolution du matériau des gaines et de leur géométrie remet en question ces critères. L'accident nucléaire qui s'est déroulé à Fukushima a clairement démontré que des progrès sont à faire dans la gestion des situations d'accident grave, mais aussi dans la compréhension des mécanismes mis en jeu au cours de ces situations, dont la probabilité d'occurrence est minime mais existe. Au niveau national, l'IRSN et EDF sont très impliqués sur le sujet, notamment au travers du programme de R&D CYCLADES [1] comportant des activités expérimentales et de modélisation dans le but de développer l'outil de calcul DRACCAR [2]. Le projet PERFROI étudie la PERte de reFROIdissement dans le cas d'un APRP [REP 15].

1.1.3 Projet ANR PERFROI

Ce travail de thèse est pleinement réalisé dans le cadre du projet RSNR et a bénéficié d'une aide de l'État gérée par l'Agence Nationale de la Recherche au

1. Characterisation and Investigation for Improved Calculation of LOCA Addressing the Determination and Evaluation of Safety

2. Code de thermo-mécanique 3D : Déformation et Renoyage d'un Assemblage de Crayons Combustibles pendant un Accident de Refroidissement

titre du programme Investissements d'Avenir PIA[3]. Ce projet étudie la capacité à refroidir un cœur partiellement déformé et s'articule autour de deux axes principaux :

- l'étude de la déformation et rupture des crayons combustibles dans des conditions thermo-mécaniques représentatives d'un APRP. Les résultats expérimentaux et de modélisation (lois de comportement, critères de rupture, ...) seront intégrés dans l'outil de calcul DRACCAR. Les essais COCAGNE[4] sont prévus pour étudier l'effet du contact entre crayons et l'influence d'un gradient thermique sur le ballonnement d'un crayon d'une longueur de 60 cm (approximativement la distance entre deux grilles d'un assemblage). Pour cela, quatre gardes sont prévues autour du crayon central dans le dispositif d'essai afin de simuler la présence des crayons voisins. Ces gardes peuvent être chauffées de manières indépendantes pour simuler un gradient thermique. Pour dimensionner les conditions d'intérêt des essais COCAGNE, deux dispositifs expérimentaux s'intéressent au fluage des gaines de Zr-4 et visent à établir des lois de comportement pour modéliser le ballonnement d'une gaine dans des conditions d'APRP, et déterminer des critères de rupture. L'influence de l'hydrogène et de l'oxydation des crayons au cours de leur vie en réacteur est aussi étudiée. Les essais de fluage ELFE[5] en traction réalisés par l'IRSN sur des éprouvettes usinées sont détaillés par la suite, et le second dispositif est développé au LaMCoS dans le cadre de cette thèse.
- l'étude du comportement thermo-hydraulique d'une zone de cœur partiellement bouchée par les essais COAL[6], sur une grappe de crayons chauffés électriquement avec le dispositif SAFRAN[7], le crayon prototype déformé localement et simulateur d'une la relocalisation du combustible. Le but de cette partie est de qualifier le renoyage du cœur en fonction de la géométrie du bouchage. En parallèle, une collaboration avec le LEMTA[8] permettra de s'intéresser au tranfert de chaleur dû à l'impact de gouttes d'eau sur les gaines déformées, en amont du front de trempe.

Dans le but de comprendre les essais intégraux couplant des phénomènes thermo-hydro-mécanique, il est nécessaire d'étudier l'influence de chacun des phénomènes rencontrés. L'objectif de cette thèse est la conception d'un banc d'essai dédié à la détermination de loi de fluage de gaines soumises à des conditions représentatives d'un APRP.

3. Projet n°ANR-11-RSNR-0017-01
4. COmportement d'un Crayon en Accident de perte de réfrigérant primaire soumis à un GradieNt de températurE
5. Établissement des Lois de FluagE
6. COolability of a fuel Assembly during Loca
7. SimulAted Fuel Rod under locA conditioNs
8. Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée de l'Université de Lorraine.

1.1.4 Propriétés des gainages

Les généralités sur le Zircaloy-4 nécessaires à la bonne compréhension des choix effectués au cours de ce travail sont détaillés. Pour une bibliographie récente et plus complète sur les propriétés micro-structurales de ces alliages, le lecteur pourra se référer aux travaux de Chosson [CHO 14], et pour les propriétés mécaniques aux travaux de Le Saux [LES 08]. Le matériau d'intérêt est le Zircaloy-4 détendu, dont la composition chimique est donnée dans le tableau 1.2.

TABLE 1.2 – Composition chimique de l'alliage Zr-4 détendu (en pourcentage massique).

Sn	Fe	Cr	O	C	Zr
1,29	0,21	0,11	0,13	0,016	bal.

Fabrication des gaines en Zircaloy

Le zirconium est utilisé dans l'industrie nucléaire pour sa transparence aux neutrons (permettant la fission nucléaire en chaîne) et sa résistance à la corrosion. Des éléments d'addition comme l'étain, le chrome et le fer sont utilisés dans le but d'améliorer ses performances mécaniques et sa résistance à la corrosion.

Le matériau de base, le zircon $ZrSiO_4$, est essentiellement extrait de mines situées en Australie et Afrique du Sud. Des opérations chimiques successives permettent de séparer dans un premier temps le silicium, puis le hafnium du zirconium. Les éponges de zirconium résultants de ce processus sont ensuite fondues et alliées avec les éléments d'addition. Plusieurs étapes successives mettent en forme l'alliage, à partir de profilés massifs. Le laminage à pas de pélèrin, réalisé à froid, confère au tube sa géométrie finale et sa texture marquée, étudiée par Murty *et al.* [MUR 06]. Un traitement thermique est finalement appliqué à une température entre 450 et 500 °C pour obtenir du Zircaloy-4 détendu. Cette étape de détensionnement permet de relâcher les contraintes induites par le procédé de fabrication mais les gaines conservent leur texture. Les grains possèdent une orientation préférentielle, couramment rapportée par des figures de pôles [FRÉ 01, CHO 14]. En plus de la texture liée à son procédé de fabrication, la gaine possède aussi des propriétés mécaniques liées à la structure cristallographique du zirconium.

Transformation de phase des alliages de zirconium

Le zirconium se trouve sous deux phases allotropiques stables en fonction de sa température. Le tableeau 1.3 résume les principales propriétés de chacune des deux phases.

Le comportement mécanique de la phase α du zirconium est anisotrope du fait de sa structure cristallographique hexagonale et de l'orientation préférentielle des grains [MUR 06, RAU 14]. Pour le Zircaloy-4, la transformation $\alpha \rightarrow \alpha + \beta$

TABLE 1.3 – Propriétés physiques du zirconium α et β [CHO 14].

Propriété	Phase α à 20 °C	Phase β à 900 °C
Domaine	$T < 863$ °C	$T > 863$ °C
Type de structure	Hexagonale	Cubique centrée
Paramètre de maille (nm)	$a = 0,323$ $c = 0,515$	$a = 0,362$
Coefficient de dilatation thermique (K^{-1})	$\alpha_a = 5 \cdot 10^{-6}$ $\alpha_c = 9,5 \cdot 10^{-6}$	$\alpha_a = 5,5 \cdot 10^{-6}$

débute à une température d'environ 810 °C. La courbe de dilatométrie présentée par Brachet *et al.* dans [BRA 98] met bien en évidence le début et la fin de la transformation de phase pour le Zircaloy-4 (voir figure 1.2).

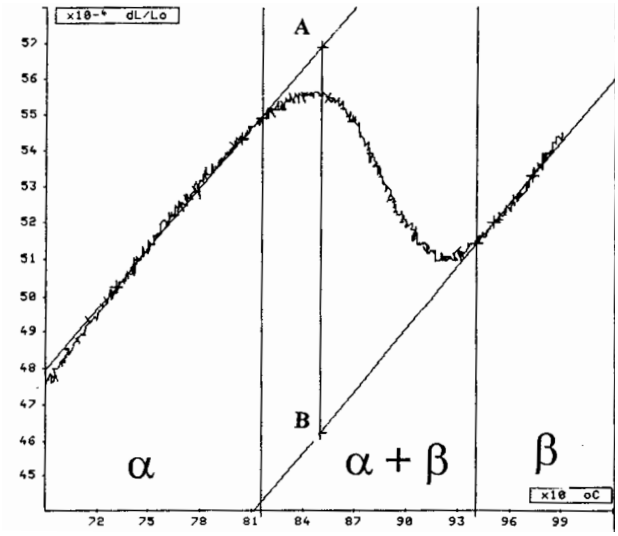


FIGURE 1.2 – Courbe de dilatométrie pour du Zircaloy-4 [BRA 98].

Cette figure met clairement en avant le changement de volume qui se produit avec la transformation de phase.

Dans le cadre de notre étude, la température d'intérêt minimale est de 720 °C. À cette température, Sills *et al.* ont démontré dans [SIL 79] que la recristallisation de la phase α se fait quasi-instantanément pour des vitesses de chauffage inférieures à 25 °C.s^{-1}. Après recristallisation, les grains α deviennent équiaxes comme le montrent les métallographies réalisées par Marple (figure 3.12 dans [MAR 05]). Le Zr-4 recristallisé est le matériau utilisé pour la fabrication des tubes guides, car sa résistance au fluage est plus importante.

1.1.5 Influence de l'environnement sur l'évolution des gaines en réacteur

Corrosion en surface externe

Les gaines en Zr-4 sont au contact de l'eau du CP à 320 °C et 155 bar au cours de leur vie en réacteur. La surface externe de la gaine est soumise à une corrosion qui se déroule en plusieurs étapes.

Dans un premier temps, l'adsorption de l'eau se produit en surface de la gaine et provoque la dissociation des molécules H_2O selon la réaction :

$$H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + O^{2-}. \tag{1.1}$$

Les anions O^{2-} diffusent tout d'abord vers les sites octaédriques du zirconium (en phase α). Lorsque la limite de solubilité de l'oxygène dans le zirconium est atteinte, la réaction $Zr + 2O^{2-} \rightarrow ZrO_2 + 4e^-$ se produit et donne naissance à la zircone. Cette couche va finalement croître par la diffusion des anions O^{2-} jusqu'à l'interface métal/zircone et leur transformation en ZrO_2 de manière itérative. Selon le taux de combustion et le matériau utilisé (Zr-4, M5, Zirlo, ...), la couche de zircone mesurée en surface externe des gaines en Zr-4 peut atteindre jusqu'à 100 μm pour des taux de combustion supérieurs à 50 GWj/t [FER].

La présence de zircone modifie le comportement thermo-mécanique des gaines. Cette influence sera abordée dans la suite. Ce revêtement d'oxyde forme aussi une couche thermique isolante qui a pour effet d'augmenter la température de la gaine.

Hydruration en surface externe

De manière plus générale, la réaction d'oxydation en surface de la gaine s'écrit d'une façon plus complète :

$$Zr + 2H_2O \rightarrow ZrO2 + 2xH_2 + 4(1-x)H. \tag{1.2}$$

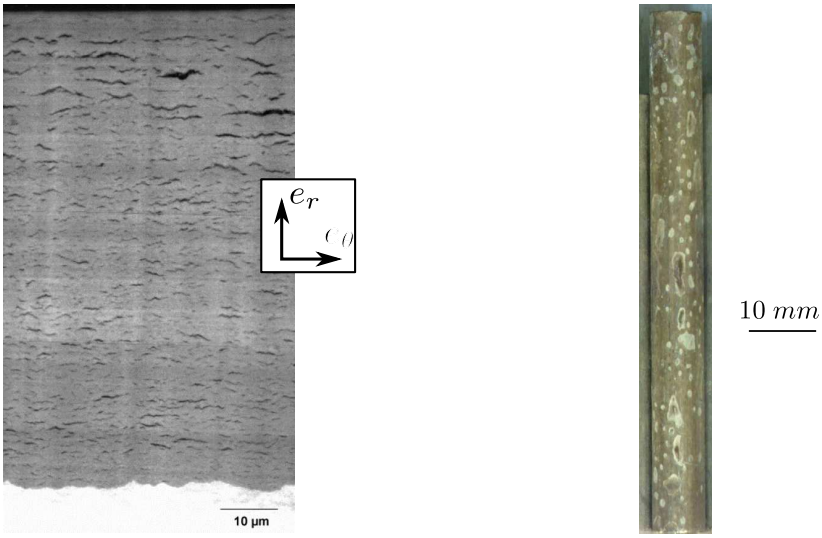
Le terme $4(1-x)H$ correspond à une faible partie de l'hydrogène libéré, qui est absorbée par le métal. Au cours de sa vie en réacteur, la gaine se charge alors en hydrogène majoritairement sous la forme d'hydrures δ, de structure cubique à faces centrées. Portier *et al.* [POR 05] rapportent des teneurs massiques en hydrogène de 50 et 433± 120 wppm pour des gaines en Zy-4 ayant subi respectivement 3 cycles à 29 GWj/t et 5 cycles à 50 GWj/t. Les travaux expérimentaux de Forgeron *et al.* [BRA 02] ont mis en évidence l'influence de la teneur en hydrogène (de 0 à 1000 wppm) sur la température de début de transformation de la phase α vers le domaine bi-phasé $\alpha+\beta$ dans les alliages de Zy-4 et M5 et à une vitesse de chauffage de 10 °C.s^{-1}. Cette température décroît d'environ 15 °C tous les 100 wt.ppm.

La géométrie du cœur nucléaire induit un gradient thermique entre le bas

et le haut des tubes. De plus, la température en surface interne de la gaine, au contact du combustible, est plus élevée qu'en surface externe en fonctionnement normal. Ces différences de température (environ 10 °C radialement) jouent sur la répartition des hydrures. Heong *et al.* [HON 98] démontrent en effet que l'hydrogène se concentre dans les zones les moins chaudes, même en présence de faibles gradients thermiques.

Desquamation de la couche de zircone

La formation de la zircone, qui s'effectue progressivement par diffusion des anions O^{2-}, se fait de façon quasi-homogène jusqu'environ 70 μm de profondeur. Pour des couches de zircone plus profondes, une desquamation a parfois été observée (voir figure 8 dans [ROM 97]). Les travaux de Bossis [BOS 06] permettent de visualiser la différence de morphologie des porosités présentes dans la couche de zircone en fonction de la distance à la surface externe (voir figure 1.3a). Cette structure hétérogène peut induire une desquamation de la zircone en surface externe, comme l'illustre la figure 1.3b.



(a) Structure de la zircone (b) Desquamation

FIGURE 1.3 – Métallographie de la zircone formée sur une gaine en Zy-4 (a) et photo de la desquamation de l'oxyde, issues des travaux [BOS 06].

La desquamation de l'oxyde permet à l'eau du CP d'être en contact avec le métal, de manière locale, formant des regroupements d'hydrures car le métal y est localement mieux refroidi. La teneur en hydrogène sous les zones desquamées est alors localement très élevée en comparaison de la teneur moyenne dans la gaine.

Irradiation

La fission nucléaire qui se produit à l'intérieur des gaines induit des collisions

élastiques entre les neutrons rapides et les atomes du métal. Ces collisions peuvent donner lieu à l'éjection d'atomes de leur site cristallin, qui eux-aussi vont impacter d'autres atomes. Dans le cadre de cette étude, l'irradiation n'a pas d'influence sur la résistance au fluage des gaines, car les essais sont effectués à haute température et les défauts induits par l'irradiation sont complètement recuits.

1.2 Fluage secondaire des métaux à chaud

Les alliages de zirconium possèdent une structure polycristalline. Cet arrangement particulier est créé lors de la fabrication des métaux, du refroidissement après la mise en forme à chaud mais aussi de la mise en forme à froid (texture liée au laminage). Au cours du refroidissement des arrangements ordonnés d'atomes se forment, les grains, qui sont séparés par des zones moins ordonnées : les joints de grains. Cet arrangement est représenté en figure 1.4.

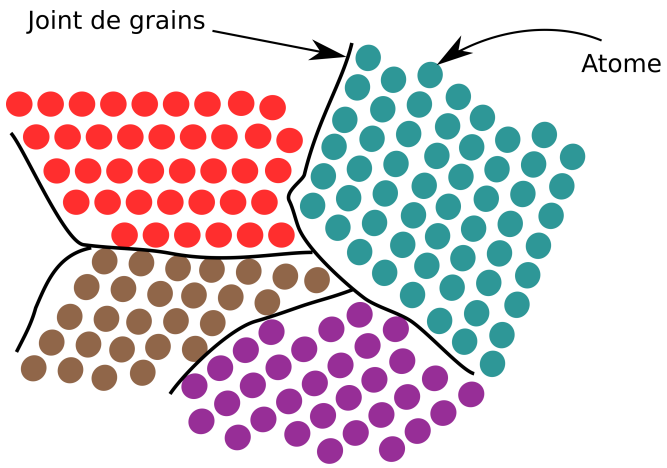


FIGURE 1.4 – Schéma représentatif de la micro-structure des alliages métalliques.

Cette micro-structure va jouer un rôle très important sur les mécanismes de déformation activés à haute température. Cette structure présente trois types de défauts : (1) les défauts ponctuels, (2) les défauts surfaciques et (3) les défauts linéaires.

(1) Le réseau cristallin peut être distordu de manière locale par des atomes de substitution, des lacunes ou encore des précipités.

(2) Les joints de mâcle, les joints de grains ou l'interface entre différentes phases sont des défauts de type surfacique.

(3) Enfin, les dislocations sont les principales protagonistes de la plasticité des métaux. Ces défauts sont présents dès la formation de la structure, et propagent de manière linéaire à l'intérieur du réseau.

Pour accommoder les sollicitations mécaniques extérieures, le réseau peut se déformer de manière réversible ou permanente. Dans notre domaine d'étude, le com-

portement visco-plastique du Zircaloy-4 gouverne la déformation des gaines.

1.2.1 Mécanismes activés dans les conditions d'APRP

La température met en jeu des mécanismes de déformation qui sont essentiellement liés à la diffusion des défauts. Les joints de grains ont un rôle important dans ce processus de déformation. Il est généralement considéré que la diffusion est thermiquement activée pour des températures de l'ordre de la moitié de la température de fusion du matériau (le zirconium fond à 1850 °C). Les trois types de défauts deviennent mobiles.

En 1948, Nabarro propose qu'un grain soumis à un champ de contrainte non hydrostatique n'aura pas la même concentration de lacunes à ses frontières. Pour une sollicitation uni-axiale, les joints de grains orientés de manière perpendiculaire à la sollicitation créent plus de lacunes que les joints orientés dans la même direction que la sollicitation. Pour maintenir un équilibre local à l'interface des grains, il faut rétablir la répartition des lacunes. La diffusion des lacunes permet de maintenir cet équilibre. Elle se fait soit en volume, comme le proposent Nabarro dans [NAB 48] et Herring [HER 50], soit le long des joints de grains, comme le propose Coble [COB 63]. Le schéma de la figure 1.5 résume les deux possibilités de diffusion.

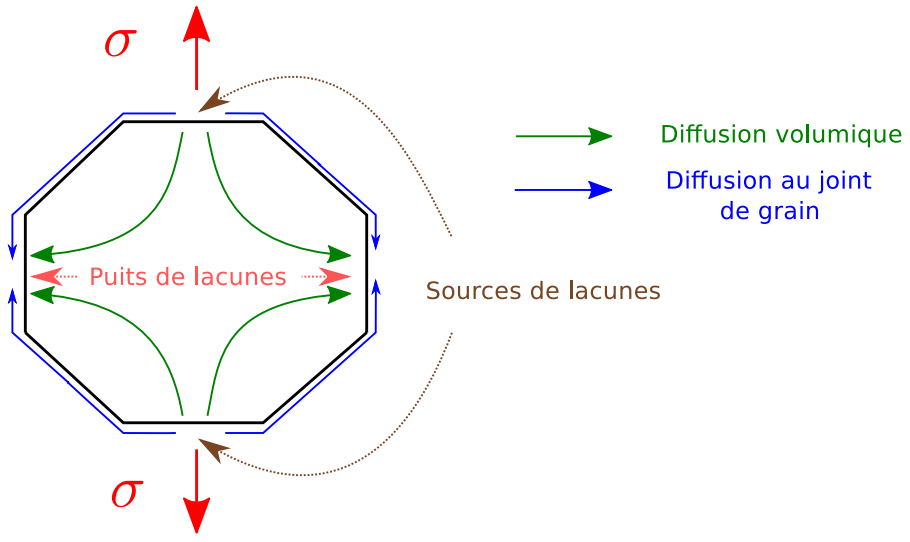


FIGURE 1.5 – Représentation de la diffusion des lacunes d'un grain soumis à une sollicitation uni-axiale.

Ces deux raisonnements, basés sur la capacité des joints à agir comme des sources/puits efficaces de défauts ponctuels [SUT 95], prédisent une déformation contrôlée par la diffusion. Dans le cas où les joints ne peuvent pas émettre ou absorber de manière assez rapide, la déformation est contrôlée par l'interface : la

diffusion n'est plus le phénomène limitant.

La diffusion des défauts ponctuels le long du joint de grains ou à travers le joint de grains peut induire un glissement entre les deux grains. Pour les mécanismes diffusionnels, l'augmentation de la concentration des lacunes au joint de grains favorise la croissance granulaire. La migration des joints de grains, et des points triples (intersection de 3 joints de grains), garantit un équilibre des tensions interfaciales. Cette migration modifie la courbure des joints et met en compression les petits grains (centre de courbure à l'intérieur des grains). Cette compression va favoriser la diffusion des atomes, au voisinage du joint de grains, des petits vers les grands grains qui croissent.

L'application d'une forte contrainte peut aussi induire le glissement intergranulaire. Dans ce cas les joints sont des sources/puits de dislocations. Les obstacles au glissement le long du joint de grains créent des concentrations de contrainte qui sont relaxées par l'émission de ces dislocations dans le grain. C'est la montée des dislocations au plan atomique supérieur qui permet de contourner ces défauts. Le glissement est alors accommodé par la déformation plastique des grains, ce qui induit un durcissement.

1.2.2 Modélisation de la déformation à haute température

Les mécanismes de déformation décrits ci-dessus prédisent que la vitesse de déformation peut-être limitée par la montée des dislocations, par la diffusion des lacunes en volume, la diffusion des lacunes le long du joint de grains, par la réaction d'interface ou encore par le glissement intergranulaire. La vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ est classiquement modélisée en fonction de la contrainte appliquée σ (en MPa)et la température T (en K) par :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{A\mu bD}{RT}\left(\frac{b}{d}\right)^{p}\left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^{n}.e^{-\frac{Q}{RT}} \quad \left[s^{-1}\right], \tag{1.3}$$

où μ est le module élastique de cisaillement, D un coefficient de diffusion, b le vecteur de Burgers, R la constante des gaz parfaits[9], d la taille de grain, A une constante, n l'exposant de Norton et p l'exposant de taille de grain. Selon les conditions thermo-mécaniques, un ou plusieurs mécanismes de déformation peuvent être activés mais il existe un mécanisme dominant imposant les paramètres matériau A, n, Q et p.

Dans le cas d'un mécanisme lié aux dislocations, la déformation est liée au glissement intergranulaire, cependant la montée des dislocations limite la vitesse de déformation [WEE 55, WEE 57]. Classiquement, ce mécanisme est modélisé par une diffusion en volume et un exposant n entre 3 et 5.

9. $R = 8.31446$ J.K^{-1}.mol^{-1}

Dans le cas de faibles contraintes, c'est la diffusion des lacunes qui gouverne la déformation. Pour les deux mécanismes de diffusion (Nabarro-Herring et Coble), l'exposant de Norton n est de l'ordre de l'unité. Les diffusions volumique et aux joints de grains se caractérisent respectivement par une dépendance de la vitesse de déformation à la taille de grain p de 2 et 3. De plus, les énergies d'activation ne sont pas les mêmes pour ces deux mécanismes. L'énergie d'activation est en général plus élevée pour la diffusion en volume.

Le mécanisme de déformation par réaction d'interface n'est pas abordé pour les alliages de zirconium.

1.2.3 Superplasticité

La superplasticité caractérise la capacité pour une structure cristallographique de se déformer de façon importante, sans rompre, à haute température. Elle s'étudie classiquement par des essais de traction à vitesse de déformation ou déplacement constante. L'exposant m qualifie la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation ($\sigma \propto \dot{\varepsilon}^m$). La superplasticité couple plusieurs des mécanismes détaillés précédemment. La rupture tardive peut être expliquée par la conservation de grains équiaxes tout au long de la déformation. Plusieurs mécanismes interviennent pour permettre ce mode de déformation : le glissement intergranulaire, la rotation des grains mise en évidence par Beere [BEE 77], un glissement de groupes de grains observé par Fionova *et al.* [FIO 94], etc. Le comportement à l'échelle microscopique est très hétérogène et difficile à modéliser à l'échelle macroscopique.

Ashby et Verall développent cependant un modèle [ASH 73] prenant en compte le glissement intergranulaire et une accommodation par diffusion de lacunes en volume et au joint de grain. La vitesse de déformation s'exprime alors :

$$\dot{\varepsilon} = 100\frac{\Omega D_V}{RTd^2}\left(\sigma - \frac{0.72\Gamma}{d}\right)\left(1 + \frac{3.3\delta_{JG}D_{JG}}{dD_V}\right) \quad \left[s^{-1}\right], \tag{1.4}$$

avec Ω le volume atomique, Γ l'énergie spécifique du joint de grains et D_{JG} le coefficient de diffusion le long des joints de grains. Cette modélisation est étendue en trois dimensions par Langdon [LAN 91]. Plus récemment, Massih [MAS 15] couple l'équation d'Ashby Verall avec une loi des mélanges dans le but de modéliser le fluage des alliages de zirconium dans le domaine bi-phasé.

1.2.4 Carte de mécanismes du zirconium

En utilisant les données disponibles à son époque et en se basant sur la procédure développée et détaillée par Frost et Ashby dans [ASH 82], Ashby et Sargent proposent la cartographie des mécanismes de déformation, tracée en figure 1.6, pour le zirconium possédant une taille de grain $d = 100$ μm [SAR 82].

Sur cette carte, les lignes iso-$\dot{\varepsilon}$ sont tracées en fonction de la température et de la contrainte de cisaillement. D'après ces travaux, la diffusion des lacunes au joint

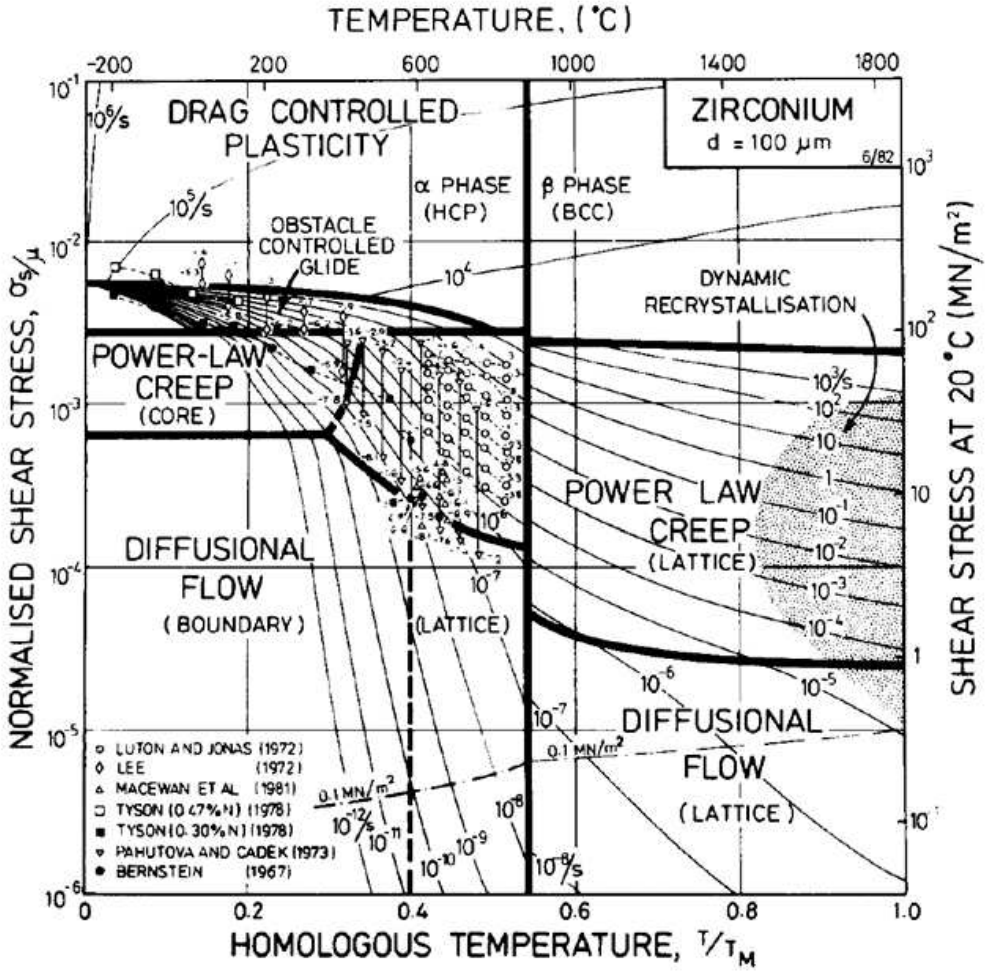


FIGURE 1.6 – Cartographie des mécanismes de déformation du zirconium, pour une taille de grain de 100 μm.

de grains du zirconium en phase α gouverne la déformation pour des températures inférieures à 600 °C et de faibles vitesses ($\dot{\varepsilon}$ comprises entre 10^{-10} et 10^{-12} s^{-1}). Pour des vitesses plus élevées, le fluage par mouvements de dislocations, contrôlé par le « pipe diffusion » dans le cœur des dislocations. Les lignes admettent une variation au moment du passage de la phase α à la phase β. Dans les alliages de zirconium, la transformation de phase se produit entre environ 810 et 900 °C. Dans le domaine bi-phasé, la micro-structure varie beaucoup. Ce domaine en température fait sûrement apparaître des mécanismes de déformation différents que ceux présents pour chacune des phases seule.

Les énergies d'activation, pour une taille de grain de 100 μm déterminées pour la déformation de type diffusion en volume et aux joints de grains sont respectivement 190 et 124 kJ/mol.

1.3 Comportement du Zr-4 à haute température

Généralement, le comportement visco-plastique est caractérisé au moyen d'essais d'écrouissage, de relaxation ou de fluage. Les essais d'écrouissage se font à vitesse de déformation constante. Ils étudient la relation entre la contrainte σ et la déformation ε. Les essais de relaxation se déroulent à déformation constante. Ils visent à étudier la viscosité des matériaux, autrement dit la relation entre la vitesse de déformation et la contrainte. Enfin, les essais de fluage étudient la déformation de la structure dans le temps pour une contrainte donnée.

Ces trois essais fournissent des données complémentaires à la caractérisation du comportement visco-plastique des matériaux. Les essais de fluage se déroulent généralement à effort constant. C'est le type d'essai le plus utilisé pour étudier le comportement des métaux à haute température, car c'est aussi le plus simple à mettre en place sur des temps longs. En effet, il ne nécessite pas de suivi de la déformation pendant l'essai. C'est ce type d'essai qui est classiquement choisi pour étudier le comportement des gaines de Zr-4 dans des conditions d'accident de perte de réfrigérant primaire. Une courbe de fluage standard est tracée dans la figure 1.7, représentant la déformation dans le temps. La courbe de $\dot{\varepsilon}$-ε est généralement utilisée pour déterminer précisément la deuxième phase du fluage.

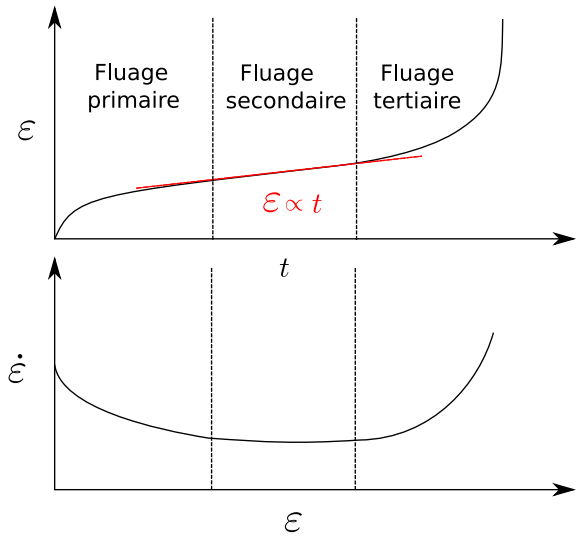


FIGURE 1.7 – Courbes standard de fluage.

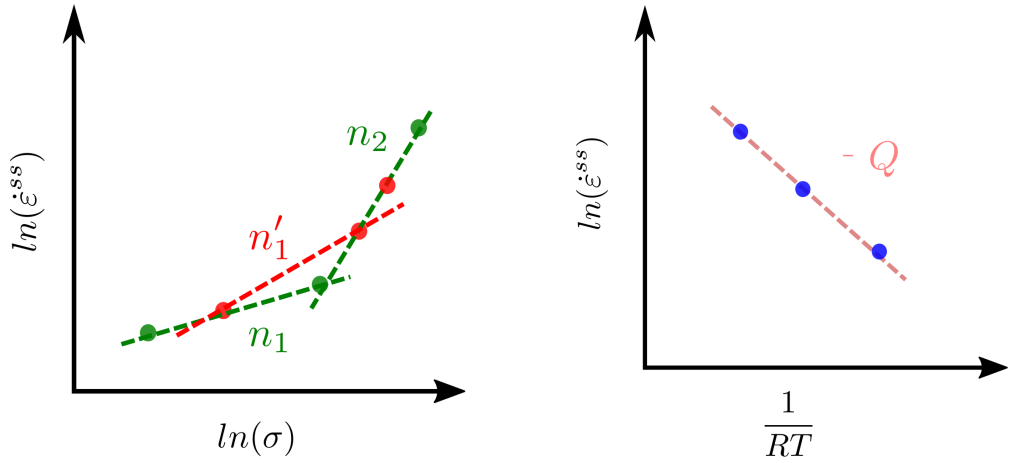
Trois phases sont mises en évidence avec ces courbes. Le fluage primaire fait apparaître une diminution de la vitesse de déformation, qui est liée à l'écrouissage du matériau. Dans un second temps, la vitesse de déformation devient constante ce qui caractérise le fluage secondaire. Finalement, le fluage tertiaire mène à la rupture de l'éprouvette. Cette rupture peut se produire par épuisement de ductilité (réduction de la section de l'éprouvette jusqu'à ce qu'il ne reste qu'un grain sur lequel s'applique toute la contrainte), soit par l'endommagement du matériau.

L'étude du comportement macroscopique en fluage des gaines vise à identifier la relation phénoménologique de l'équation (1.5), où $\dot{\varepsilon}^{ss}$ est la vitesse de fluage stationnaire exprimée en [s^{-1}], T la température en Kelvin, σ la contrainte en mégapascals, et R la constante des gaz parfaits en [$J.K^{-1}.mol^{-1}$].

$$\dot{\varepsilon}^{ss} = A \cdot \sigma^n \cdot exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad [s^{-1}] \tag{1.5}$$

$$ln\left(\dot{\varepsilon}^{ss}\right) = ln\left(A\right) + n.ln\left(\sigma\right) - \frac{Q}{RT} \tag{1.6}$$

De façon générale, les vitesses de fluage secondaire sont mesurées au moyen de plusieurs essais de fluage menés pour des températures et contraintes différentes. À partir de ces données ponctuelles, les résultats sont tracés dans les domaines présentés dans la figure 1.8 pour déterminer de façon linéaire (voir équation (1.6)) l'exposant de Norton n, l'énergie d'activation Q en [J/mol] et le cœfficient pré-exponentiel A en [$MPa^{-n}.s^{-1}$].



(a) Détermination de n (b) Détermination de Q

FIGURE 1.8 – Régression linéaire pour déterminer les paramètres matériau.

La détermination de ces paramètres modélisant le comportement en fluage est très dépendante des conditions d'essai, des mesures mises en place et du calcul de la contrainte σ. Ces essais à haute température se déroulent généralement sous vide et/ou en atmosphère non oxydante. Le montage des éprouvettes, des appareils de mesure, et la procédure d'essai sont lourds et prennent du temps. Il est difficile de faire beaucoup d'essais, ce qui amène à optimiser la matrice d'essais. Ainsi, pour le même matériau admettant deux mécanismes de déformation dépendants de la contrainte σ, la détermination de l'exposant de Norton peut donner les valeurs attendues n_1 et n_2, mais aussi n'_1 et n_2 en fonction des conditions d'essais comme l'illustre la figure 1.8a.

Les gaines des crayons combustibles évoluent beaucoup d'un point de vue microstructural au cours de leur vie en réacteur et de manière hétérogène. La présence d'hydrogène et de zircone va notamment modifier les propriétés thermo-mécaniques des gaines soumises à des conditions d'accident de perte de réfrigérant primaire. Le besoin de caractérisation du fluage des alliages de zirconium dans ce type de conditions thermo-mécaniques n'est pas récent, et plusieurs dispositifs d'essais ont été conçus dans le but de modéliser le fluage de la gaine dans ce contexte. Quatre bancs d'essais, les plus aboutis, proches du dispositif de cette étude et les mieux documentés sont présentés, ainsi que les résultats principaux.

1.3.1 Exploitations de Rosinger et Bera, et de Hayes et Kassner

Dans le cadre de leur étude expérimentale, Rosinger *et al.* [ROS 78] ont recensé les résultats obtenus par leur dispositif et par les dispositifs précédents (qui ne seront pas détaillés ici) de Busby *et al.* [BUS 74], Clendening [CLE 78, CLE 75], Chung *et al.* [CHU 77]. La figure 1.9 résume les résultats d'intérêt pour notre étude.

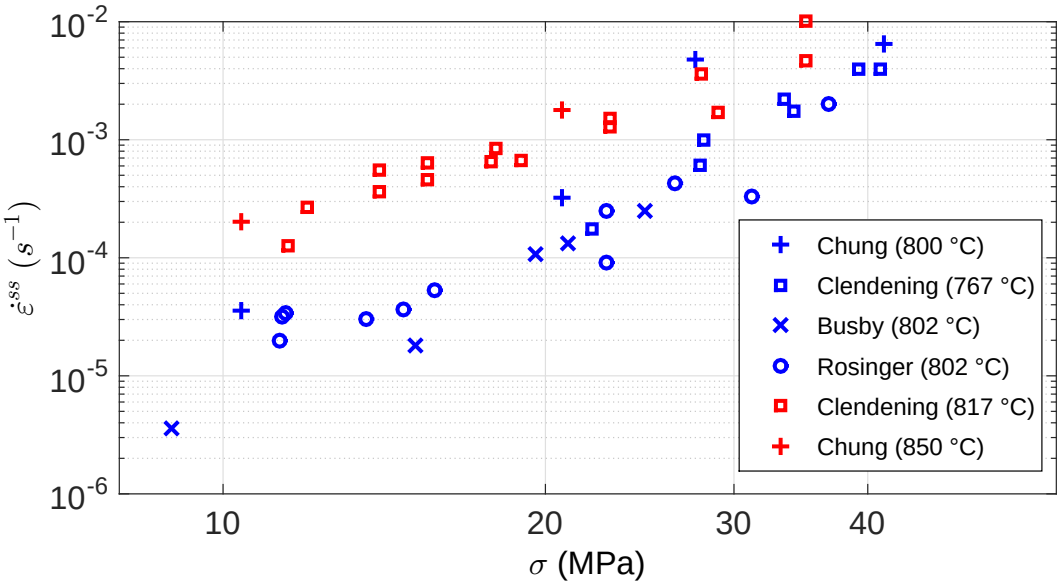


FIGURE 1.9 – Résultats des essais présentés dans [ROS 78].

Malgré les différences entre les matériaux et les sollicitations mécaniques étudiés par ces auteurs, Rosinger *et al.* cherchent à modéliser le fluage des alliages en se basant sur ces données pour des gammes en températures T (en K) et contraintes σ (en MPa) assez étendues. La loi déterminée par Rosinger *et al.* qui représente le

mieux ces résultats dans le domaine α est :

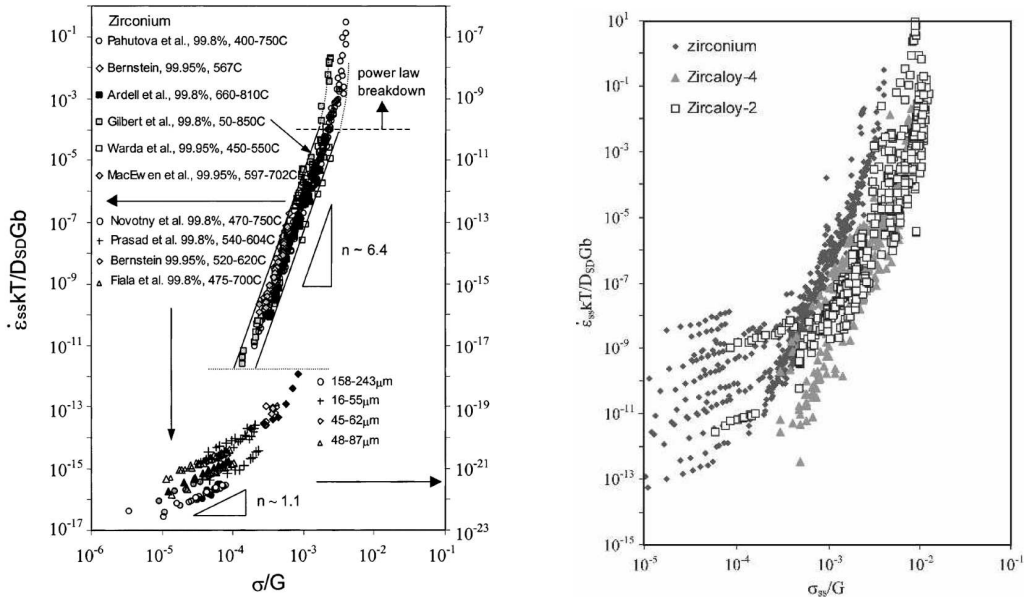
$$\dot{\varepsilon}^{ss} = 2000 \cdot \sigma^{5.32\pm0.14} \cdot exp(\frac{-284.10^3}{R \cdot T}) \quad \left[s^{-1}\right]. \tag{1.7}$$

Cette loi est en bon accord avec l'énergie d'activation donnée par Sargent [SAR 82] pour le zirconium dans le cas de déformation de type dislocation. Les auteurs attribuent au domaine bi-phasé la loi :

$$\dot{\varepsilon}^{ss} = 84 \cdot \sigma^{2.28\pm0.06} \cdot exp\left(\frac{-155.10^3}{R \cdot T}\right) \quad \left[s^{-1}\right]. \tag{1.8}$$

L'énergie d'activation est en accord avec celle de la diffusion en volume donnée par Sargent pour les domaines α et β.

Plus récemment, Hayes et Kassner capitalisent aussi les données produites par différents auteurs pour démontrer dans [KAS 04, HAY 06] que le fluage secondaire est bien modélisé dans les alliages de zirconium par cette loi puissance pour la contrainte et thermiquement activée. La figure 1.10a met en évidence le changement d'influence de la contrainte sur la vitesse de déformation pour le zirconium. La figure 1.10b compare les résultats obtenus pour le zirconium, le Zircaloy-2 et le Zircaloy-4.



(a) Zirconium [HAY 02] (b) Zirconium et alliages [HAY 06]

FIGURE 1.10 – Influence de σ sur $\dot{\varepsilon}^{ss}$

Ces résultats mettent clairement en évidence deux régimes de fluage à basse

et haute contrainte. Malgré l'absence de données pour le Zircaloy-4 à basses contraintes, on peut supposer que la tendance sera similaire à celle du zirconium et du Zircaloy-2.

1.3.2 Essais et métallographies réalisés par Garde *et al.*

Les travaux de Garde *et al.* [GAR 78] sont une référence pour le fluage des Zircaloy dans le domaine bi-phasé. Des essais d'écrouissage sont conduits sur des éprouvettes de traction dimensionnées en respect avec la spécification ASTM E8-69. Des alliages de Zircaloy-2 et 4 sont testés. Ils présentent des micro-structures recristallisées et des tailles de grain de 15 μm pour le Zircaloy-2, et 5 et 11 μm pour le Zircaloy-4. Les essais sont réalisés sous vide (environ $1,3\ 10^{-3}$ Pa), et en imposant les vitesses de déplacement de la traverse. Les résultats des éprouvettes de Zircaloy-4 recristallisé ayant une taille de grain de 11 μm sont considérés.

Les résultats mettent en évidence un pic d'allongement à rupture entre 800 et 850 °C (figure 4 de [GAR 78]). La texture des éprouvettes a une influence très faible sur ce pic. Les auteurs évoquent une superplasticité car la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de fluage est $m = \frac{1}{n} > 0,3$. La vitesse de fluage affecte, par contre, l'élongation maximale à 850 °C, et la tendance est la même pour les tailles de grains de 5 et 11 μm : l'allongement à rupture est le plus important pour $10^{-5} < \dot{\varepsilon} < 10^{-4}$ s^{-1}.

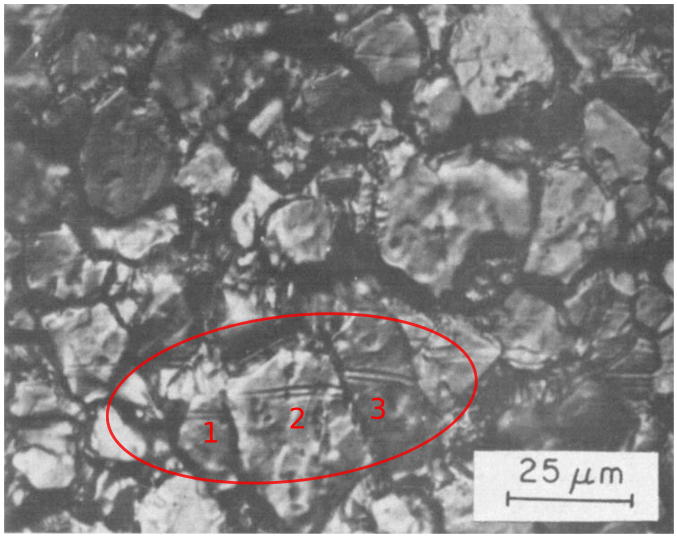
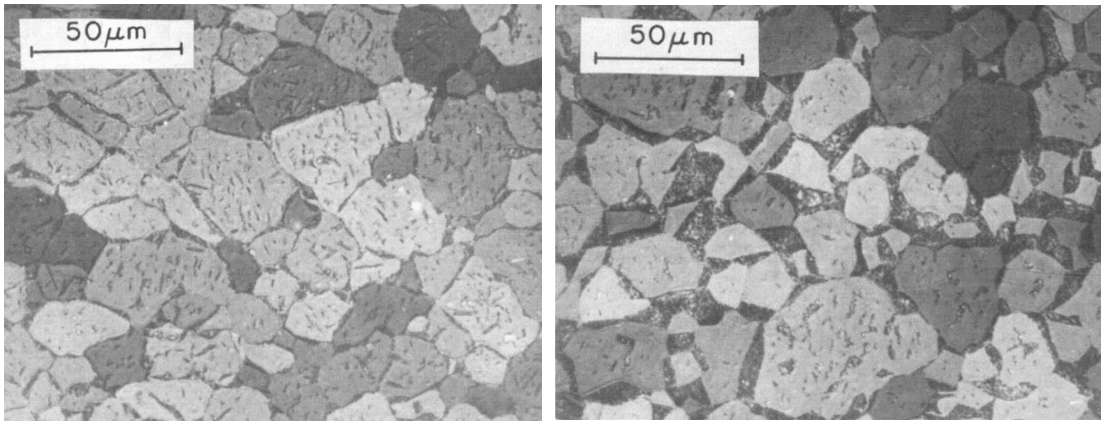


FIGURE 1.11 – Métallographie de la surface déformée d'une éprouvette rayée au préalable [GAR 78].

Une métallographie de la surface déformée d'une éprouvette Zircaloy-4 avec des grains de 5 à 20 μm, à 900 °C et une vitesse de $3.3\ 10^{-4}$ s^{-1} est présentée en figure 1.11. Cette éprouvette avait été rayée avant l'essai. La rayure *post-mortem* présente une discontinuité aux joints de grain mettant en évidence un glissement au joint de

grain et une rotation pour accommoder la déformation. De plus, la rayure semble être inclinée dans le grain 3 par rapport au grain 2.

Cette superplasticité pourrait être liée à la faible quantité de phase β formée à 850 °C pour le Zircaloy-4. Pour étudier cette hypothèse, deux séries d'essais sont réalisées sur du Zircaloy-4 avec une tenue à haute température de 0.16 et 2 h avant l'essai. Les micro-structures pour ces deux matériaux obtenues par Garde *et al.* à 850 °C sont données dans la figure 1.12.



(a) Maintien 0.16 h (b) Maintien 2 h

FIGURE 1.12 – Métallographies démontrant l'effet d'un maintien de 2 h sur la micro-structure de l'alliage à 850 °C [GAR 78].

Ces métallographies mettent en évidence des joints de grains plus épais pour un maintien à 850 °C de 2h avant l'essai. Le pic d'élongation totale est diminué pour un maintien de 2h. Il semblerait que le glissement aux joints de grain soit assisté par ce faible film de phase β qui se créée entre les grains α durs. La coalescence de la phase β se produit par contre pour des temps de maintien plus longs, ce qui mène à une couche de β plus importante qui permet un glissement moindre.

Pour que la micro-structure soit cohérente, notamment aux joints de grain, un second mécanisme de fluage est nécessairement activé. Garde *et al.* propose, d'après les observation métallographiques et les figures de sensibilité de la vitesse de déformation, que la superplasticité est accommodée par diffusion pour de faibles $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$, par le glissement des dislocations pour des faibles valeurs de m et des grains allongés sur les métallographies, et par la migration potentielle des joints de grains [GLE 69] pour des niveaux de contrainte intermédiaires.

L'effet de la température sur $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$ est finalement caractérisé par des énergies d'activation $Q \in [270,\ 352]$ kJ/mol, en fonction de la contrainte. L'exposant de Norton, calculé à partir de l'évolution de la sensibilité $m = 1/n$ vaut environ 2.8 à 850 °C, pour des grains de 5 et 11 μm.

1.3.3 Essais de fluage en traction

1.3.3.1 Machine du Centre des Matériaux (ENSMP)

Les données présentées dans cette section sont tirées du manuscrit de thèse de S. Fréchinet [FRÉ 01], et de l'article de D. Kaddour qui reprend ces résultats pour les comparer à ceux du M5 [KAD 04]. Les éprouvettes testées sur ce dispositif sont des tronçons de gaines d'une longueur de 265 mm. Les essais se déroulent sous un vide avancé de 10^{-6} mbar. Nous nous intéressons uniquement aux essais réalisés à des températures de 700, 750, 800, 825 et 850 $°C$.

Protocole d'essai et chargement thermo-mécanique

Les gaines sont fixées sur la machine en utilisant des olives à sertir. L'éprouvette est chauffée à une vitesse de 50 °C/min. Le chauffage est appliqué par 4 lampes infra-rouge d'une puissance de 1.5 kW chacune. Le refroidissement est limité par l'inertie thermique du four. Une fois que la température consigne est atteinte, la charge axiale est appliquée en 10 s par un vérin électromécanique. Pour un seul essai, plusieurs efforts sont appliqués par paliers comme le montre la figure 1.13.

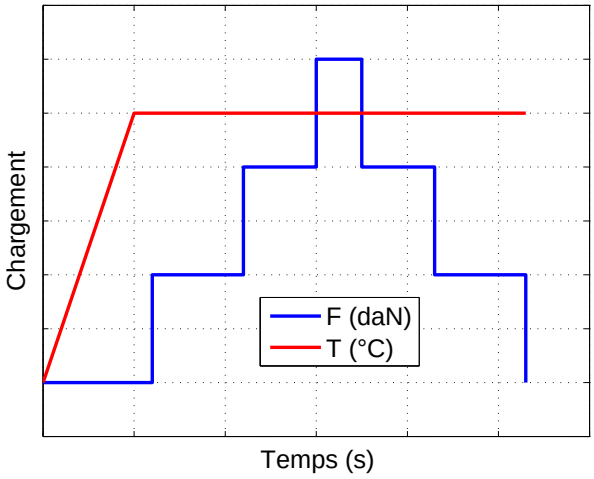


FIGURE 1.13 – Représentation du chargement thermo-mécanique appliqué par S. Fréchinet [FRÉ 01].

De cette façon, il est possible de vérifier si l'histoire du chargement a un effet sur le fluage de l'alliage.

Mesures

La température est relevée au centre de la zone de mesures par un thermocouple de type S thermosoudé directement sur l'éprouvette. Une différence en température de 5 °C est mesurée dans la zone utile. L'effort est mesuré par deux capteurs selon la contrainte souhaitée, qui ont des capacités maximales de 20 et 100 daN.

Une mesure par extensométrie LASER est mise en place à partir de deux drapeaux d'alumine collés sur la surface du tube par de la colle réfractaire. Cette méthode permet d'éviter le contact entre l'appareil de mesure et le tube, mais nécessite tout de même de coller les anneaux d'alumine. Les drapeaux servent de traceurs : un émetteur envoie une nappe LASER et le récepteur mesure la perte de signal liée à leur présence. La distance entre les deux drapeaux est suivie en temps réel. Pour l'emploi de cette technique deux hublots sont disposés de part et d'autre de l'enceinte du four.

Un suivi de résistivité permet de s'intéresser à la transformation de phase lors des chauffage et refroidissement de l'éprouvette. Ce moyen de mesure sert aussi de dilatomètre pour calculer la variation de longueur pendant l'essai mécanique. Les écrous des olives à sertir permettent aussi de conduire le courant, et deux points de mesure sont ajoutés sur l'éprouvette, à une distance de 20 mm.

Exploitation des essais

La température est supposée homogène dans la zone utile. La déformation vraie moyennée dans la zone utile est calculée à partir des mesures de résistivité et d'extensométrie. La contrainte vraie est calculée à partir de la déformation vraie sous les hypothèses de sollicitation uni-axiale et de conservation du volume. Les intervalles de temps destinés au calcul des vitesses de fluage stationnaires $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$ sont déterminés à partir de la courbe de fluage. De manière générale, les résultats présentés par Fréchinet montrent que le fluage primaire n'apparait que pour les faibles contraintes. Pour les contraintes intermédiaires, le fluage secondaire est établi dès le début du palier (l'établissement de la charge prend 10s).

Résultats pour la phase α

En utilisant un modèle exponentiel de type Norton pour la contrainte et Arrhénius pour la température, Fréchinet détermine la loi :

$$\dot{\varepsilon}^{ss} = \frac{1,63\ 10^{8}}{T} \cdot \sigma^{5\pm0,5} \cdot exp\left(\frac{-(360.10^{3} \pm 30.10^{3})}{R \cdot T}\right) \quad \left[s^{-1}\right], \tag{1.9}$$

valide pour des contraintes uni-axiales vraies σ supérieures à 10 MPa. Pour rappel, l'énergie d'activation est déterminée à partir de 3 température T (973, 1023 et 1073 K). Pour des niveaux de contraintes plus faibles, les vitesses de fluage stationnaire mesurées présentent une dispersion importante rendant difficile l'extraction de paramètres matériau. La loi 1.10 est proposée par Fréchinet, en se basant sur les travaux de Ashby et Frost [ASH 82].

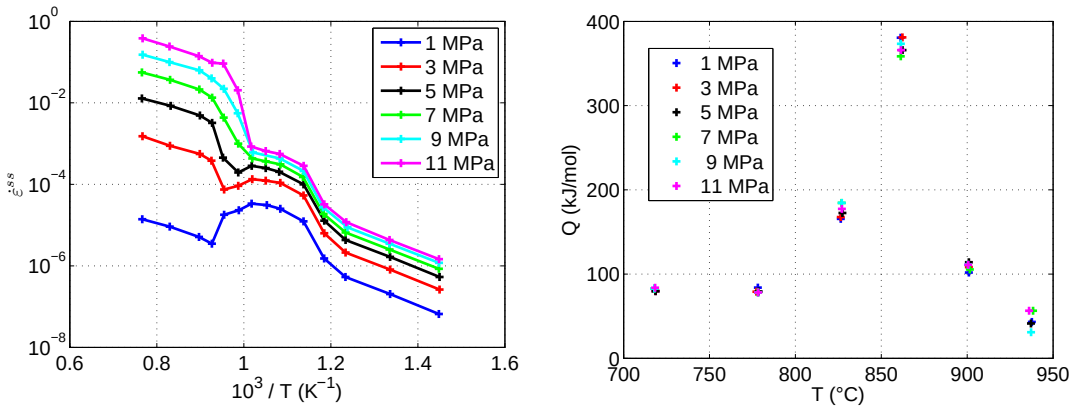
$$\dot{\varepsilon}^{ss} = \frac{10^{6}}{T} \cdot \sigma^{1,3\pm0.5} \cdot exp\left(\frac{-(190.10^{3} \pm 30.10^{3})}{R \cdot T}\right) \quad \left[s^{-1}\right] \tag{1.10}$$

Le mécanisme gouvernant la déformation par fluage à faible contrainte est alors associé à la diffusion intergranulaire, et pour des contraintes supérieures à 10 MPa

le glissement par montée des dislocations serait le mécanisme de fluage dominant.

Résultats pour la phase $\alpha + \beta$

Les essais menés pour les températures de 825 et 850 °C de manière instantanée par Fréchinet sont pris en compte. Ils sont réalisés pour $\sigma_{zz} < 12$ MPa. Pour ces deux températures, les vitesses de fluage stationnaire sont présentées en fonction de la contrainte dans un domaine log-log. Une régression linéaire semble pouvoir modéliser l'effet de la contrainte pour ces deux séries d'essais, et un mécanisme de fluage par diffusion pourrait être associé à ce domaine en température et contrainte. La figure 1.14 rend compte de l'influence de la température sur les vitesses de fluage secondaire pour les faibles contraintes. Une nette augmentation de l'énergie d'activation, calculée point par point d'après les données de [FRÉ 01], est observée dans le domaine bi-phasé, avec un pic à 850 °C.



(a) $\dot{\varepsilon}^{ss}$ VS $1/T$ (b) Énergie d'activation

FIGURE 1.14 – Les données de la figure III.32 [FRÉ 01] sont retracées en (a) et sont utilisées pour calculer point par point les énergies d'activation pour chacune des contraintes (b).

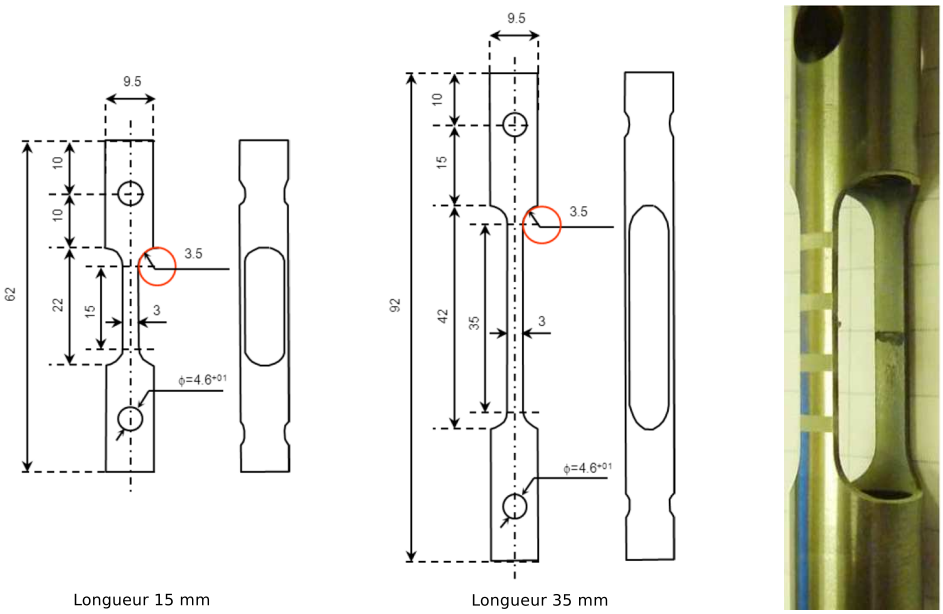
1.3.3.2 Dispositif pour ELFE

Des essais de traction sont réalisés avec le banc d'essai FIGARO sur des éprouvettes découpées dans les tubes. Deux géométries d'éprouvettes, représentées sur la figure 1.15a, sont testées. Leur géométrie permet d'éviter les effets de structure du tube.

Le matériau de l'étude est le Zr-4 bas étain vierge, pré-hydruré et pré-oxydé.

Protocole d'essai et chargement thermo-mécanique

Les essais sont conduits dans un four étanche et sous vide primaire (de 2 à 5.10^{-2} mbar), réalisé à l'argon. L'éprouvette est chauffée par le four à une vitesse de 2 °C.s^{-1}. Une fois que la température consigne est atteinte, le chargement de



(a) Plan des éprouvettes testées dans ELFE (b) Marques

FIGURE 1.15 – Géométrie des éprouvettes de traction uni-axiale [DOM 16].

traction est appliqué par un vérin électromécanique à la vitesse de 10 $N.s^{-1}$. Comme pour les essais de Fréchinet (voir figure 1.13), plusieurs chargements mécaniques sont appliqués par essai.

Mesures

La température est mesurée par un thermocouple thermosoudé sur l'intérieur d'une des pattes de l'éprouvette. L'incertitude de mesure est donnée à 6 et 2,9 °C pour les températures respectives de 660 et 960 °C. Le gradient thermique axial induit par le montage est estimé à 1 °C pour une longueur de 4 mm à 700 °C. Comme pour le dispositif précédent, un hublot permet d'utiliser un extensomètre. Quatre bandes de peinture, à base de poudre de céramique, sont déposées sur l'éprouvette (voir la figure 1.15b). Ces bandes sont les marqueurs utilisés pour l'extensométrie. La distance entre les bandes est suivie dans le temps. Les déformations peuvent être calculées en utilisant différentes bandes et moyennées sur des longueurs de référence plus ou moins grandes.

Résultats

Les déformations vraies sont calculées, et les contraintes sont estimées en actualisant la géométrie déformée ($\sigma = F/S(t)$ en MPa). Les résultats obtenus à 750, 800 et 850 °C pour le matériau vierge sont tracés dans la figure 1.16.

Pour les températures de 750 et 800 °C la dispersion des vitesses déterminées ne permet pas de distinguer une variation d'influence de la contrainte dans ce domaine d'étude. Globalement, ces résultats sont en bon accord avec les vitesses mesurées

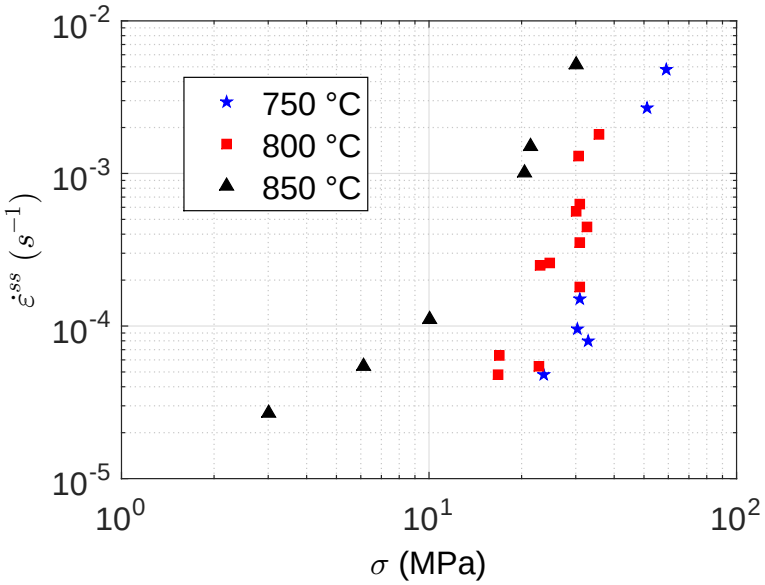


FIGURE 1.16 – Résultats obtenus par le dispositif ELFE pour le Zr-4 vierge.

dans l'étude de Fréchinet. À 850 °C, une variation de la pente $\Delta\dot{\varepsilon}^{ss}/\Delta\sigma$ est observée entre 10 et 20 MPa.

1.3.4 Dispositif EDGAR

Les dispositifs EDGAR 1 et 2 [RÉO 90] développés par le CEA, permettent de réaliser des essais en pression interne sur des tubes long de 50 cm chauffés par courant direct, et dans une atmosphère de vapeur. Ce dispositif permet des vitesses de chauffage allant jusqu'à 250 °C.s^{-1}, ce qui permet d'étudier les conditions thermo-mécaniques du début de l'APRP. Dans le cadre de notre étude, seules les données des essais de fluage isotherme seront utilisées. Les données résumées dans cette section sont tirées du manuscrit de thèse de R. Chosson [CHO 14].

Protocole d'essai et chargement thermo-mécanique

Pour les essais utilisés, la température est dans un premier temps imposées à 350 °C. Un générateur de vapeur permet alors de saturer l'enceinte en vapeur d'eau. La température d'essai est ensuite imposée par un chauffage à une vitesse imposée de 10 ou 25 °C.s^{-1}. La pression interne est ensuite imposée après un temps d'attente de 20 à 30 s. Le chargement mécanique est bi-axial, car seul le poids de la gaine est compensé tel que $\sigma_{\theta\theta} = 2.\sigma_{zz}$.

Mesures

La température de la gaine est mesurée en externe et en interne. Le dispositif ayant été amélioré dans le temps, plusieurs types de mesure en température sont

employés sur les essais exploités. Pour la température en peau externe, la mesure est effectuée au milieu de l'éprouvette soit par un pyromètre mono ou bi-chromatique, soit par un thermocouple de type S directement soudé sur la gaine. La mesure par thermocouple est locale, tandis que la mesure par pyrométrie est moyennée dans la zone du spot[10]. La température à l'intérieur du tube est mesurée par un thermocouple mis en place par un isolant en céramique. Le thermocouple n'est pas thermo-soudé sur l'éprouvette mais mesure la température ambiante dans la gaine. Les mesures de température font état d'un gradient d'environ 5 °C sur la circonférence du tube, et de 15 °C sur sa hauteur.

Une nappe LASER sert à mesurer le diamètre externe D_e au centre de l'éprouvette. Le calcul de la déformation moyenne tangentielle découle de cette mesure.

Modèle mécanique

Les essais de fluage du dispositif EDGAR (pression interne) sont dépouillés en utilisant le critère de von Mises pour calculer une déformation équivalente à partir de la seule mesure de diamètre externe 1.11. Les calculs sont effectués en considérant le diamètre moyen de l'éprouvette D_m. Pour calculer la déformation équivalente ε^*_M, ΔD_m est supposé équivalent à ΔD_e, et l'hypothèse de déformations planes est faite [LIM 00].

$$\varepsilon^*_M = \frac{2}{\sqrt{3}} |ln(\frac{D_m}{D_{m0}})| \quad \left[s^{-1}\right] \tag{1.11}$$

$$\sigma^*_M = \frac{\sqrt{3}}{2} |p_i - p_e| \frac{D_{m0}}{2e_0} exp(\sqrt{3}\varepsilon^*_M) \quad [MPa] \tag{1.12}$$

Le modèle permet de tenir compte, localement, d'un effet de structure lié au ballonnement. L'axi-symétrie est supposée, et la flexion est considérée comme négligeable pour de faibles déformations. À partir de ce modèle, la déformation équivalente est tracée en fonction de la contrainte de von Mises, et la partie quasi-linéaire de la courbe est utilisée pour calculer la vitesse de fluage secondaire $\dot{\varepsilon}^{ss}_{eq}$ (voir figure II.30 [CHO 14]).

Comparaison des essais EDGAR avec ceux de Fréchinet

Les résultats présentés par R. Chosson mettent en évidence une dispersion importante sur les vitesses de fluage secondaire dans des conditions d'essai similaires et dans le domaine d'étude 750-800 $°C$. Ces résultats sont tracés dans la figure 1.17, avec la loi déterminée par Fréchinet pour chaque température étudiée.

Du fait de l'établissement de ces résultats sur une période de 30 ans, les mesures, expérimentateurs, dépouillements, ... changent et la comparaison des résultats avec ceux obtenus par Fréchinet sur ses essais est rendue difficile. Il est difficile de conclure sur l'influence du type de sollicitation (traction ou pression interne) et

10. La taille n'est pas précisée.

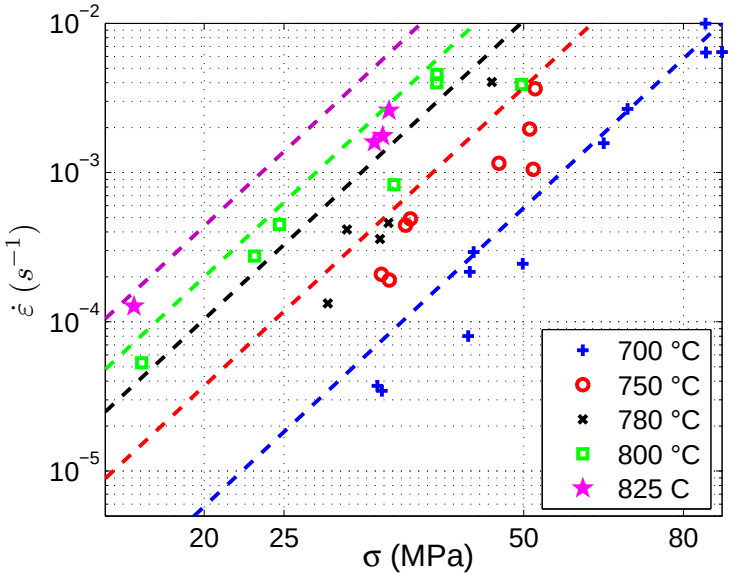


FIGURE 1.17 – Comparaison des lois déterminées par Fréchinet et des résultats EDGAR.

de l'environnement (vapeur ou vide). On peut toutefois noter que la concordance globale entre les résultats de Fréchinet et du dispositif EDGAR est bonne.

R. Chosson détermine finalement la loi de comportement :

$$\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss} = \frac{1,85.10^6}{T} \cdot \sigma_{vM}^{5\pm0,1} \cdot exp(\frac{-(267.10^3 \pm 10.10^3)}{R \cdot T}) \quad \left[s^{-1}\right], \tag{1.13}$$

dans le domaine de validité en température de 873 à 993 K et en contrainte 20 à 80 MPa. Un mécanisme de fluage par montée des dislocations est associé à ce domaine.

Du fait de la complexité de ces essais et des seules mesures locales de diamètre et température, l'analyse ne semble pas tout à fait suffisante d'un point de vue mécanique pour déterminer une loi de comportement. Le banc d'essais EDGAR est le plus proche de celui conçu à l'INSA de Lyon, cependant les mesures très adaptées pour établir des critères de rupture semblent moins adaptées à l'analyse du comportement en fluage des éprouvettes.

Les essais EDGAR sont menés jusqu'à l'éclatement de la gaine. Une information intéressante concerne l'absence d'endommagement dans la phase de fluage tertiaire. En effet, cette phase de localisation de la déformation est alors directement liée au changement de la géométrie de gaine et à sa striction.

Conclusions

Les gaines en alliage de zirconium, qui constituent la première barrière de confinement des déchets radioactifs, sont soumises a une pression interne à haute température dans le cas hypothétique d'un APRP. Ces sollicitations thermo-mécaniques mènent au fluage des crayons. Aux températures d'intérêt, les mécanismes de diffusion des défauts sont thermiquement activés, et les joints de grains jouent un rôle important dans leur diffusion.

Pour de faibles contraintes, la diffusion de lacunes en volume ou aux joints de grains provoque un glissement intergranulaire. Ce mécanisme induit la déformation macroscopique de la structure. Pour des contraintes assez élevées, la diffusion des dislocations aux joints de grains et leur émission dans les grains permet de déformer plastiquement les grains et de les allonger dans le sens de la sollicitation.

Le phénomène de superplasticité a aussi été introduit. Dans les conditions propices (taille de grain, vitesse de déformation, contrainte, température, etc), les grains peuvent accommoder une déformation macroscopique très importante sans modifier leur forme équiaxe. Plusieurs mécanismes sont activés en même temps aux joints de grains pour permettre ce phénomène.

En considérant une approche phénoménologique et macroscopique, la loi $\dot{\varepsilon}^{ss} = A\sigma^n e^{-\frac{Q}{RT}}$ semble être très adaptée pour modéliser le comportement en fluage des alliages de zirconium. Avec cette formulation, les mécanismes de fluage par diffusion de lacunes se traduisent par un exposant de Norton de l'ordre de l'unité. Un fluage de type dislocation est mis en évidence par un exposant compris entre 3 et 5. La superplasticité se caractérise par un exposant $m = 1/n \sim 0,3 - 0,4$.

Enfin, les paramètres de la loi de fluage sont facilement identifiables.

Plusieurs bancs d'essais destinés à la caractérisation de fluage des Zircaloy, dans les conditions thermo-mécaniques de notre étude, ont été présentés avec leurs résultats. De manière générale, on constate une dispersion assez importante entre les résultats des différents bancs d'essai, mais parfois aussi pour un même montage. Pour chacun de ces dispositifs, un essai de fluage est réalisé à une température supposée uniforme dans toute l'éprouvette. Une ou plusieurs sollicitations mécaniques sont alors imposées. La déformation au cours du temps est mesurée de manière ponctuelle en surface de l'échantillon. La déformation vraie est utilisée pour actualiser la contrainte. Les paramètres du modèle sont ensuite déterminés en utilisant les résultats obtenus pour différentes conditions thermo-mécaniques.

Dans le domaine α, les études présentées mettent en évidence deux mécanismes de déformation caractérisés par un exposant $n \sim 1$ pour les basses contraintes et un exposant $n \sim 5$ pour des contraintes plus élevées. Les énergies d'activation sont un peu plus dispersées entre 190 et 360 kJ/mol. Ces études n'utilisent généralement que trois à quatre points pour déterminer les énergies d'activation (soit 3 ou 4 conditions de température testées).

Dans le domaine biphasé, l'étude de Garde *et al.* [GAR 78] met en évidence des phénomènes différents, notamment la superplasticité de l'alliage entre 800 et 900 °C. Les grains conservent leur forme équiaxe et la translation intergranulaire accompagnée d'une rotation des grains est observée. Les auteurs déterminent un exposant $0,3 < m < 0,35$ dans le domaine d'intérêt, soit un exposant de Norton $2.8 < n < 3.4$. Cette superplasticité est intimement liée à l'apparition d'un film de phase β dans les joints de grains. Lorsque la phase β est présente en plus grandes proportions, l'allongement à rupture est moins important. Du fait de l'apparition de la phase β, la micro-structure est modifiée. Les données de Fréchinet sont utilisées pour tracer l'évolution de l'énergie d'activation Q entre 800 et 900 °C. Cette courbe met en évidence un pic d'énergie d'activation de l'ordre de 400 kJ/mol à 850 °C. Dans le domaine biphasé, il est important de ne pas attendre trop longtemps à haute température avant l'application du chargement mécanique pour être représentatif du cas accidentel. En effet, la micro-structure évolue dans le temps à température constante en formant de la phase β aux joints de grains ce qui modifie le comportement en fluage des alliages de zirconium [GAR 78].

Cet état de l'art réalisé dans le domaine de températures 750-850 °C servira de référence pour comparer résultats obtenus par notre étude avec la littérature. Dans le contexte d'un APRP, il est aisé d'imaginer que la température de la gaine n'est homogène ni axialement, ni circonférentiellement. Connaissant l'influence de la température sur le fluage de cet alliage, ce gradient de température peut certainement mener à la localisation de la déformation. Il paraît alors intéressant de mettre en place un essai qui vise à appliquer un chargement thermique non-uniforme à la gaine pour en étudier le fluage. Cet essai permettra d'étudier le comportement de la structure mécanique. Mettre en place un essai n'est pas suffisant, il faudra avoir en face les mesures qui aideront à son analyse.

Dans le but d'identifier une loi de comportement (influence de la contrainte et de la température sur la vitesse de déformation) à partir d'un seul essai, il faut que l'essai se réfère à des températures et contraintes différentes. La mesure des champs de déformation et de température est le point clé de la démarche. C'est tout l'enjeu du chapitre 2.

Chapitre 2

Essais de fluage en pression interne à haute température

Ce chapitre présente la conception d'un essai de ballonnement couvrant une gamme étendue de conditions thermo-mécaniques. Le dispositif, les essais et les mesures sont détaillés. Dans le but de modéliser et d'analyser les essais, des mesures cinématiques et thermiques de champs sont adaptées au montage. Les choix des instruments et des méthodes de mesure par analyse d'images numériques, en deux dimensions, ne sont pas conventionnels pour notre application. Les deux méthodes principales, de corrélation d'images numériques et de thermographie proche infra-rouge sont détaillées, et qualifiées sur le banc d'essai avec des essais dédiés. L'analyse d'un essai démontre que le montage garantit une différence de température d'environ 15 à 25 °C entre le milieu et la frontière de la zone observée. Une distribution des vitesses de fluage secondaire similaire à celle du profil thermique est mesurée, mettant en évidence l'effet important de la température sur le fluage du tube. Les déformations et températures mesurées en surface dans une zone de longueur axiale de 20 mm au cours de l'essai assurent des conditions thermo-mécaniques riches qui pourront être capitalisées par la modélisation des essais.

Sommaire

2.1 Introduction 39
2.2 Dispositif expérimental 40
2.2.1 Éprouvettes 40
2.2.2 Banc d'essais 41
2.3 Analyse d'images numériques pour la mesure de champs cinématique et thermique 45
2.3.1 Thermographie proche infra-rouge 45
2.3.2 Corrélation d'images numériques 49
2.4 Qualification de la thermographie PIR 51
2.4.1 Incertitudes des mesures par thermocouple 52
2.4.2 Essai dédié à la thermographie PIR 53
2.5 Qualification des mesures cinématiques 58
2.5.1 Principe 58
2.5.2 Étalonnage du modèle de projection optique 60
2.5.3 Calcul du déplacement hors-plan basé sur la détection de contours 61
2.5.4 Correction de la CIN 2D 62
2.6 Application sur un essai à 850°C 66
2.6.1 Conditions d'essai 66
2.6.2 Distributions axiales des températures 67
2.6.3 Distributions axiales des vitesses de fluage secondaire 69

2.1 Introduction

La caractérisation des matériaux connaît un essor depuis une vingtaine d'années, expliqué par l'amélioration des machines d'essai, des technologies de mesure, mais aussi par les avancées de la modélisation et du calcul numérique (éléments finis, NURBS, parallélisation, ...). L'analyse dite inverse permet de déterminer une loi de comportement supposée, ou non, en modélisant les essais à partir de données mesurées. Le couplage expérimental/numérique permet des analyses mécaniques complexes, comme notamment l'optimisation de la géométrie d'éprouvettes de traction bi-axiale [AVA 16] pour la caractérisation d'une loi de comportement. Dans la démarche proposée ici, les essais sont optimisés pour déterminer la loi de comportement décrite en équation (**??**), avec une analyse inverse utilisant la modélisation par éléments finis des essais.

N. Tardif *et al.* ont développé un banc d'essai permettant de réaliser des essais bi-axiaux en appliquant un chargement en traction/compression et en pression interne [TAR 11]. Grâce à ce dispositif et dans le contexte d'une rupture par fluage du fond de cuve de centrale nucléaire, l'initiation et la propagation de fissure dans les aciers de fond de cuve soumis à des conditions thermo-mécaniques représentatives d'un accident grave en centrale nucléaire sont étudiées. En termes d'instrumentation, une caméra infra-rouge permet de faire de l'imagerie thermique et une caméra rapide permet de calculer la vitesse de propagation de la fissure. La température est supposée homogène dans la zone utile, et les essais sont réalisés à 900 et 1000 °C. Ce dispositif a constitué le point de départ pour concevoir les nouveaux essais. Son adaptation aux essais de ballonnement par fluage sur les gaines a nécessité :

- le changement de la technique de raccord entre l'éprouvette et les mors qui se fait avec des olives à sertir pour les tubes de Zr-4,
- la re conception de l'enceinte de manière à augmenter le nombre de points de vue sur la circonférence du tube,
- le changement de la solution d'étanchéité entre les parties inférieure et supérieure de l'enceinte,
- l'ajout d'un deuxième circuit pneumatique argon pour rendre indépendants le balayage de l'enceinte et la pressurisation interne,
- l'ajout d'une sonde de pression pour l'atmosphère de l'enceinte.

Contrairement aux essais réalisés par N. Tardif, qui sont isothermes et à une contrainte fixée, l'essai à développer devra tirer profit de l'hétérogénéité de la température dans la zone utile et référer à plusieurs niveaux de contrainte. Les verrous techniques reposent essentiellement sur les mesures de champs cinématiques et thermiques sur des tubes qui gonflent à haute température, dans une enceinte étanche. De plus, les deux mesures doivent être réalisées sur des zones proches de manière à coupler les deux informations et pouvoir modéliser par la suite les essais.

Lyons *et al.* et Liu *et al.* démontrent que la corrélation d'images numériques

induit peu d'erreurs jusqu'à 704 °C [LYO 96, LIU 98], le rayonnement étant trop élevé aux températures supérieures. Le couplage de lampes LED bleues avec un filtre passe-bande centré sur la même longueur d'onde proposé par Grant *et al.* [GRA 09] permet de s'affranchir du rayonnement des surfaces à haute température. Des dispositifs sont maintenant accessibles, à un coût raisonnable, pour permettre la mesure à haute température des champs cinématiques [PAN 12, BEA 14], mais nécessite un éclairage uniforme, délicat à mettre en place sur un tube. De plus le couplage de la thermographie avec cette méthode est rendu encore plus difficile car la CIN utilise des motifs répartis aléatoirement en surface alors que la thermographie nécessite une surface ayant une émissivité uniforme.

Le dispositif, la procédure et l'instrumentation optique sont dans un premier temps présentés, puis les solutions pour s'affranchir des verrous techniques sont détaillées. La qualification de ces solutions est faite sur des essais dédiés, et le dépouillement d'un essai est finalement présenté.

2.2 Dispositif expérimental

2.2.1 Éprouvettes

Le matériau d'intérêt est l'alliage Zircaloy-4 détendu dont la composition chimique est donnée dans le tableau 1.2. L'étude de Sills *et al.* [SIL 79] a montré que la recristallisation se fait rapidement à des températures supérieures à 700 °C. Les tubes sont toujours texturés, mais les grains sont équiaxes.

Les tubes, fabriqués par l'entreprise CEZUS, sont découpés par électroérosion en tronçons de 90 mm de long. Les valeurs nominales du diamètre externe Φ_e et de l'épaisseur e sont 9,5 mm et 0,57 mm. Des mesures d'épaisseur sur les tubes testés ont mis en évidence des excentricités Ξ, définies par la relation (2.1), comprises entre 1 et 3%. Ces mesures mettent en évidence que l'épaisseur ne varie pas dans la direction axiale du tube. Ce résultat résulte du procédé de fabrication par laminage à pas de pélerin des tubes. Des mesures similaires ont été rapportées par Link *et. al.* [LIN 98].

$$\Xi = \frac{e_{max} - e_{min}}{e_{max} + e_{min}} \tag{2.1}$$

La géométrie et les composants de la zone utile sont présentés dans la figure 2.1. La zone entre les spires de l'inducteur, longue de 20 mm, permet de visualiser l'évolution du tube pendant l'essai par des moyens optiques. Des raccords [1] sont sertis sur les tubes, réduisant la longueur entre les mors à 58 mm. Ces raccords font la liaison entre les mors conçus par N. Tardif [TAR 09] et les gaines, permettant l'application d'un effort de traction / compression dans la direction axiale mais aussi la pressurisation des tubes.

1. SS-10M2-1, SS-10M3-1, SS-10M2-4-1, Swagelok.

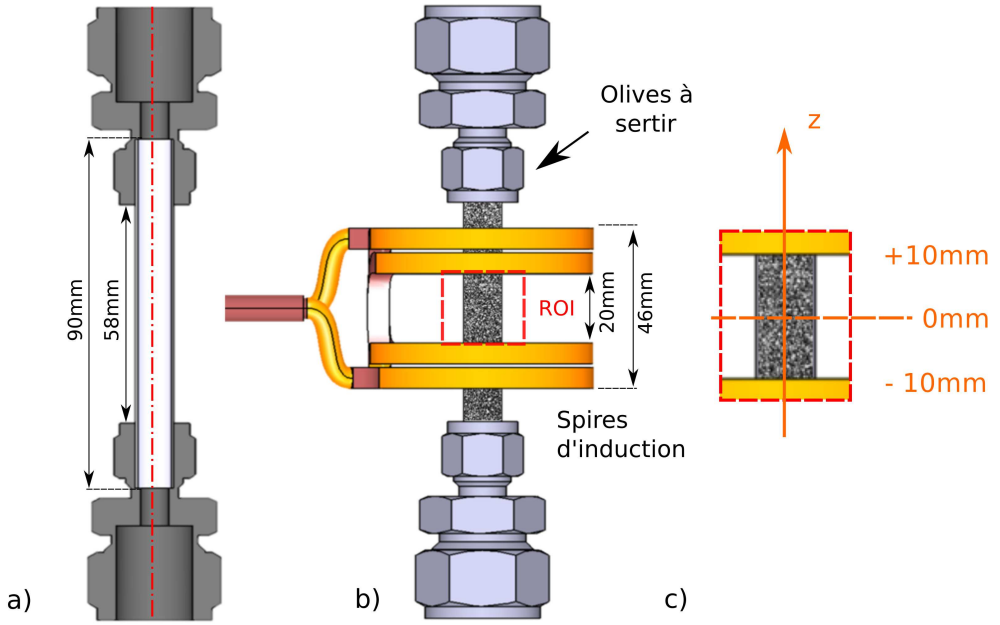


FIGURE 2.1 – Les géométries de l'éprouvette (a) et des composants de la zone utile (b) sont présentées. Le repère de l'étude est donné dans (c).

La CIN nécessite la dépose d'un mouchetis en surface de l'éprouvette. Une peinture [2] noire est utilisée pour appliquer la sous-couche et des particules de BND sont déposées sur ce revêtement noir. La taille des motifs du mouchetis varie entre 10 et 120 μm.

Trois thermocouples sont soudés dans la hauteur de la zone utile (la peinture est localement enlevée avec du dégraissant de surfaces), permettant de mesurer localement la température en surface du tube. Les deux câbles du thermocouple sont séparés par une bague en céramique [3] pour éviter tout contact autre que celui avec le tube. Le diamètre des fils du thermocouple [4] est 0,078 mm. Il a été choisi le plus petit possible pour minimiser l'apport de matière (lié à la soudure par point) en comparaison à la faible épaisseur du tube.

2.2.2 Banc d'essais

Deux clichés du montage sont donnés sur la figure 2.2.

2. Thermo-coating 1200 °C - ULFALUX
3. SH-1-124
4. CAB KX 04

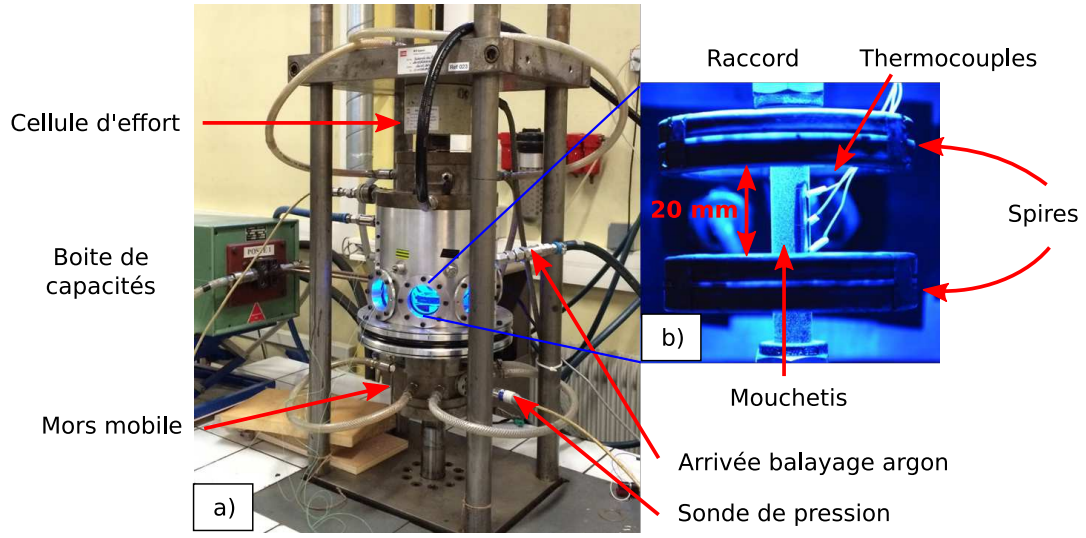


FIGURE 2.2 – Dispositif d'essai : vue globale de l'enceinte (a) et vue intérieure de l'échantillon (b).

2.2.2.1 Composants du dispositif

L'éprouvette est montée par le biais des connecteurs, et d'une conception utilisant des manchons expansibles [5] détaillée dans [TAR 11], sur une machine servo-hydraulique Schenck 10kN. Les essais se déroulent à l'intérieur d'une enceinte, représentée schématiquement sur la figure 2.3, dans laquelle de l'argon circule à un débit contrôlé, et à pression atmosphérique P_a. Ce balayage est assuré par une légère surpression d'argon en amont de l'enceinte couplée à un clapet anti-retour taré à P_a. Le même système en aval de l'enceinte permet d'évacuer le gaz à l'intérieur de l'enceinte.

Le dispositif permet d'appliquer trois chargements (température, traction et pression interne) indépendamment les uns des autres.

Les tubes sont chauffés par un système inductif. Un générateur de puissance [6] de 6kW est couplé à l'inducteur présenté sur la figure 2.1, et au refroidissement des mors de manière à obtenir un profil thermique axialement non-uniforme dans la zone observée. La température est asservie [7] sur la mesure fournie par un thermocouple thermosoudé dans la zone utile.

Un circuit pneumatique (argon) dédié au chargement en pression interne est dimensionné pour une pression maximale de 110 bar. La pression est asservie par un détendeur et est mesurée dans les mors supérieur et inférieur. L'application de la pression interne P_i sur les mors induit un effort axial F_z (effet de fond).

Un effort de compression $-F_z$ (voir équation (2.2), où R_i est le rayon interne

5. ETP Techno 30
6. CELES
7. Eurotherm

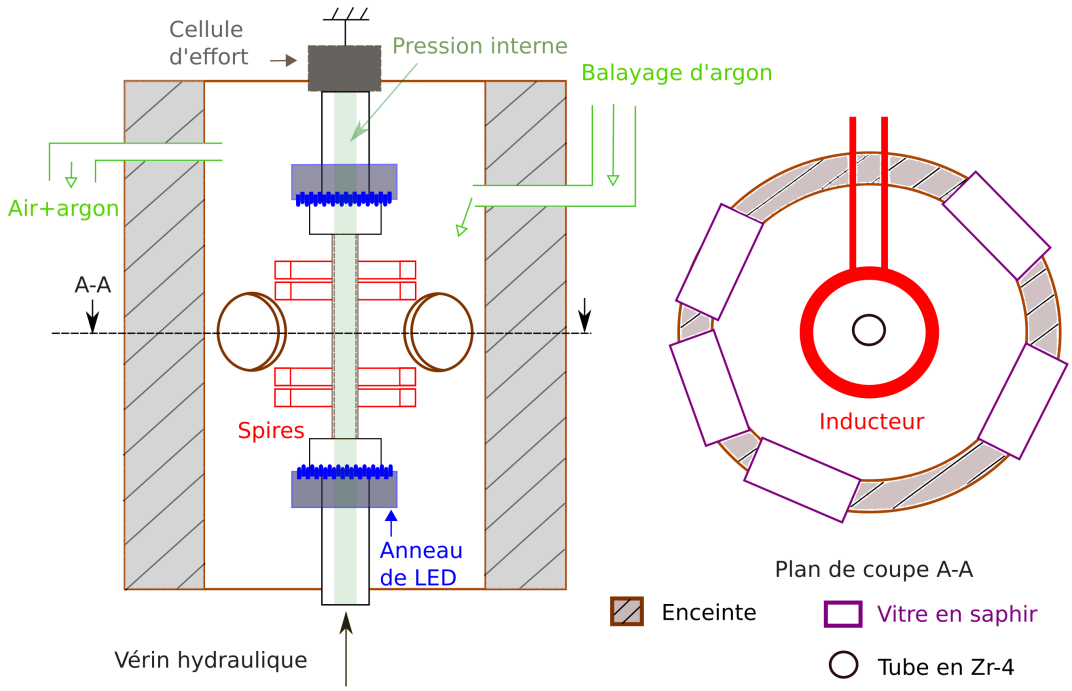


FIGURE 2.3 – Schéma du dispositif.

de la géométrie initiale du tube) est appliqué par le déplacement du vérin hydraulique, et mesuré par la cellule d'effort, pour se placer en moyenne dans l'épaisseur de l'éprouvette dans le cas d'une sollicitation uni-axiale.

$$F_z = P_i \cdot \pi \cdot R_i^2 \tag{2.2}$$

Cinq vitres en saphir ont été réparties sur la circonférence de l'enceinte et offrent un accès visuel à la zone utile du tube. Du fait de l'encombrement de la zone utile (fils des thermocouples), et du dispositif d'essai, quatre caméras sont généralement utilisées. Elles sont toutes équipées d'optiques [8] 200 mm macro. On cherche à conserver le flux optique en cours d'essai pour réaliser un calcul de CIN précis. Le rayonnement du tube à haute température met à mal cette condition. Le couplage de lumières [GRA 09] (ou laser pour l'interférométrie [PRA 10]) monochromatiques, éloignées du domaine infra-rouge, et d'une caméra équipée d'un filtre passe-bande permet de s'affranchir de ce problème. Deux anneaux de LED [9] sont mis en place au-dessus et en-dessous du tube de manière à obtenir un éclairage uniforme. Ces lampes possèdent un mode d'éclairage flash fournissant une intensité lumineuse puissante, jusqu'à 500% de la puissance nominale, sur des temps courts.

Deux de ces caméras [10] sont équipées d'un filtre passe-bande [11] centré sur la lon-

8. NIK AF MICRO-NIKKOR 200MM F/4 D IF-ED
9. CCS LDR2-70-BL2
10. VC-12MC-M65E0-FM
11. MIDOPT FIL BP470/62

gueur d'onde $\lambda = 470$ nm des LED. Les deux autres caméras [12] n'ont pas de filtre et assureront la mesure dans le domaine spectral proche infra-rouge.

2.2.2.2 Procédure d'essai

L'atmosphère de l'enceinte est balayée par de l'argon avant chaque essai. De plus, un flux d'argon persiste pendant l'essai afin de minimiser la prise d'oxygène par le métal à haute température. Les métallographies réalisées après les essais permettront de qualifier le caractère peu oxydant de l'environnement. Le chargement thermo-mécanique que subissent les éprouvettes au cours d'un essai est représenté sur la figure 2.4.

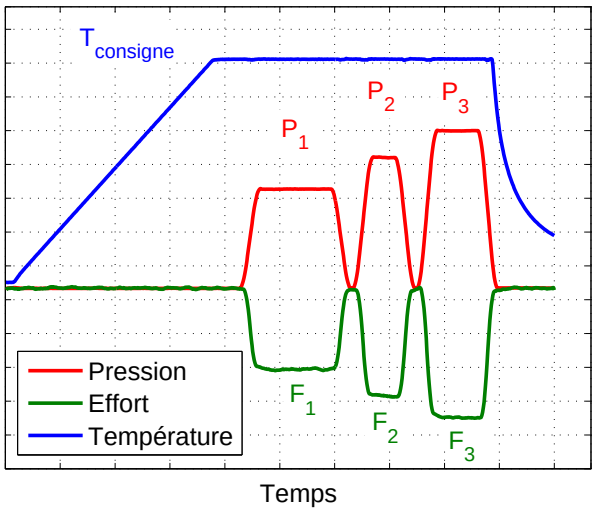


FIGURE 2.4 – Chargement thermo-mécanique typique d'une éprouvette.

La vitesse de chauffage des échantillons est imposée à 3 °C.s^{-1}. La machine de traction est pilotée en effort imposé. Une fois la température de consigne atteinte, trois étapes de fluage sont appliquées successivement à des niveaux de pression P_i (et d'effort F_i) différents. Le but est de mesurer, pour chacun de ces chargements mécaniques, les vitesses de fluage secondaire $\dot{\varepsilon}^{ss}$ sur toute la hauteur observée du tube. La durée de chaque palier mécanique est choisie de manière à ne pas dépasser $\varepsilon_{eq} = 4\%$ par chargement. Les déformations ne sont pas calculées pendant l'essai, mais il est tout de même possible d'écourter les paliers par une intervention manuelle.

Un signal analogique est déclenché au début du chauffage et est utilisé pour enregistrer les données d'intérêt. Le front montant du signal déclenche le flash des lampes, la capture des images utilisées pour la CIN, l'enregistrement de la pression dans les mors, dans l'enceinte et de l'effort mesuré par la cellule de la

12. Prosilica GE4900, ALLIED

Schenck. Ce sont les grandeurs d'intérêt pour l'aspect mécanique de l'essai. Le front descendant du signal déclenche la capture des images sans éclairage pour les mesures dans le proche infra-rouge et l'enregistrement des températures mesurées par les thermocouples.

À la fin de l'essai, la consigne en température est imposée à la température ambiante. Le refroidissement du tube est assuré par conduction (les mors sont refroidis à l'eau) et par convection (balayage d'argon). La température en surface externe du tube passe ainsi de 800 à 400 °C en 10 s environ.

Le banc et la procédure d'essai, présentés ci-dessus, permettent d'obtenir un chargement thermo-mécanique hétérogène en surface externe de l'échantillon. Des mesures de champs, à la fois cinématiques et thermiques, sont alors nécessaires pour analyser le comportement au fluage des tubes de Zr-4.

2.3 Analyse d'images numériques pour la mesure de champs cinématique et thermique

Deux méthodes d'analyse d'images numériques sont adaptées au banc d'essai de manière à mesurer les distributions axiales de la température, et de la vitesse de fluage secondaire $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$.

2.3.1 Thermographie proche infra-rouge

Pour rappel, un mouchetis est appliqué sur la surface externe des tubes dans le but de déterminer, par corrélation d'images numériques, les déplacements axial et circonférentiel dans la région observée. Les motifs sont des taille variables, 10 à 120 μm, et réalisés avec deux peintures d'émissivités différentes. La thermographie est basée sur le rayonnement d'une surface, caractérisée par son émissivité. Pour pouvoir utiliser cette méthode, il est nécessaire de distinguer le mouchetis sur la surface du tube. La faible résolution des capteurs de caméras infra-rouge ne permet pas de faire ce travail, et le choix de l'instrumentation s'est porté sur les caméras CCD standards. Le principe de la thermographie est brièvement détaillé, et le focus est ensuite fait sur l'application de la thermographie Proche Infra-Rouge (PIR) aux essais mis en place.

2.3.1.1 Principe de la thermographie

Toute surface, définie par son émissivité $\varepsilon \in [0, 1]$ et sa température $T > 0$ K, émet une énergie électromagnétique sous la forme d'un rayonnement, dans un intervalle de longueurs d'ondes $[\lambda_1, \lambda_2]$.

La loi de Planck décrit le flux total monochromatique Φ_e^0 émis par un

corps noir comme une fonction de sa température T et de la longueur d'onde λ de l'énergie électromagnétique. Le flux total monochromatique Φ_e émis par un élément de surface ΔS d'émissivité ε uniforme et observé sous l'angle solide Ω peut s'écrire :

$$\Phi_e(\lambda, T) = \int_{\Delta S} \int_{\Omega} \varepsilon(\lambda) \cdot L^0(\lambda, T, dS, d\Omega) \cdot dS \cdot d\Omega \quad \left[\text{photon} \cdot \text{s}^{-1}\right] \tag{2.3}$$

$$L^0(\lambda, T) = \frac{2 \cdot h \cdot c^2 \cdot \lambda^{-5}}{exp\left(\frac{h \cdot c}{k \cdot \lambda \cdot T}\right) - 1} \qquad \left[\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{sr}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}\right], \tag{2.4}$$

où L^0 est la luminance monochromatique caractérisée pour un corps noir par la loi de Planck (voir l'équation (2.4)), h est la constante de Planck, c la célérité de la lumière et k la constante de Boltzmann. Cette expression intègre le fait que le rayonnement émis par un corps noir hémisphérique ne dépende pas de la direction d'émission.

La mesure d'un flux émis par une surface est difficile à réaliser car la réflexion d'un flux reçu Φ_{rec} par cette surface y est souvent superposée. Le flux reçu Φ_{tot} par un radiomètre est donc :

$$\begin{aligned} \Phi_{tot}(\lambda, T) &= \Phi_e(\lambda, T) + \Phi_{ref}(\lambda, T) \\ &= \varepsilon(\lambda) \cdot \Phi_e^0(\lambda, T) + [1 - \varepsilon(\lambda)] \cdot \Phi_{rec}. \end{aligned} \tag{2.5}$$

Les capteurs quantiques des radiomètres utilisent l'effet photoélectrique pour créer des électrons à partir des photons reçus. Le flux d'électrons est mesuré pendant le temps d'exposition t_i pour chaque pixel. La tension mesurée pour chacun des pixels est finalement convertie sous la forme de niveaux numériques I. La modélisation de la chaîne de mesure étudiée par Cabannes1996 permet d'écrire I comme une fonction de la réponse spectrale de la chaîne $W(\lambda)$ et du flux reçu par le détecteur Φ_{tot} :

$$I = t_i \cdot \int W(\lambda) \cdot \Phi_{tot}(\lambda, T)\, d\lambda. \tag{2.6}$$

C'est ce modèle radiométrique, fournissant la relation recherchée entre la température T de la surface étudiée et le niveau numérique I, qu'il faudra étalonner dans le but de mesurer la distribution thermique dans la zone utile de nos essais.

2.3.1.2 Application de la thermographie PIR au banc d'essais

Les essais sont réalisés dans une enceinte fermée, et le tube n'est pas éclairé au moment des prises d'images dédiées à la thermographie. On suppose par ailleurs que l'environnement ne réfléchit pas le rayonnement émis par le tube sur ce dernier. Le

flux total se résume uniquement au rayonnement émis par la surface du tube. La chaîne de mesure optique, depuis le rayonnement émis par le tube jusqu'au nombre de photo-électrons N_{pe} capturés par pixel, est représentée sur la figure 2.5.

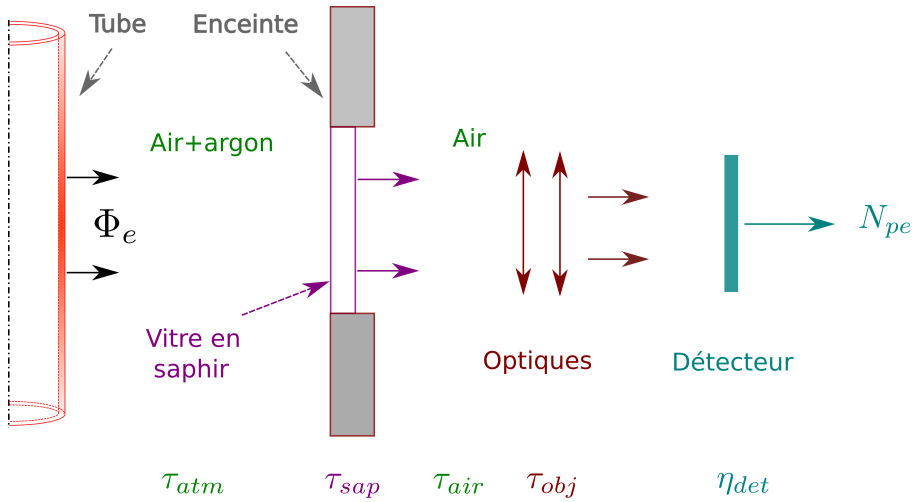


FIGURE 2.5 – Schéma de la chaine optique pour la thermographie.

Plusieurs composants disposés entre le tube et le détecteur vont influer sur le flux de photons reçu par un pixel. La réponse spectrale de notre chaîne d'acquisition est donnée par l'équation (2.7), où les $\tau_{atm,\,sap,\,air,\,obj}$ sont les transmissivités des composants impliqués, et η_{det} l'efficacité quantique du capteur $(e^-/photons)$.

$$W(\lambda) = \tau_{atm}(\lambda) \cdot \tau_{sap}(\lambda) \cdot \tau_{air}(\lambda) \cdot \tau_{obj}(\lambda) \cdot \eta_{det}(\lambda) \tag{2.7}$$

Pour une étude plus détaillée des paramètres influents, et des limites de cette modélisation, le lecteur pourra se référer à [SEN 03].

L'étalonnage de la loi radiométrique peut se faire par (a) l'évaluation de la réponse spectrale de la chaîne de mesure et du dispositif de conversion de N_{pe} en niveaux numériques, ou (b) l'identification d'un modèle radiométrique simplifié nécessitant uniquement des points de mesures en température T_{mes} et en niveaux numériques I. Dans le premier cas, il s'agit de déterminer les caractéristiques de chacun des composants indépendamment les uns des autres [SEN 03, MER 96]. C'est un étalonnage long, mais indispensable, qui doit être effectué avant chaque utilisation du système de mesure.

La deuxième méthode d'étalonnage paraît être la plus adaptée à nos essais. En effet, les données du chauffage du tube sont un bon support à l'étalonnage de la loi radiométrique. La notion de longueur d'onde effective λ_e [SEN 13, SAU 97] est ici employée avec la loi de Planck dans le but d'identifier un modèle radiométrique simplifié. L'intensité du signal numérique I est définie dans l'équation (2.8), où K_{int} est une constante d'intégration, et L^0 la luminance monochromatique caractérisée

pour un corps noir.

$$I = t_i \cdot \varepsilon(\lambda_e) \cdot W(\lambda_e) \cdot L^0(\lambda_e, T) \cdot K_{int} \tag{2.8}$$

En utilisant l'équation (2.3), le modèle radiométrique peut être inversé et exprimé par l'expression :

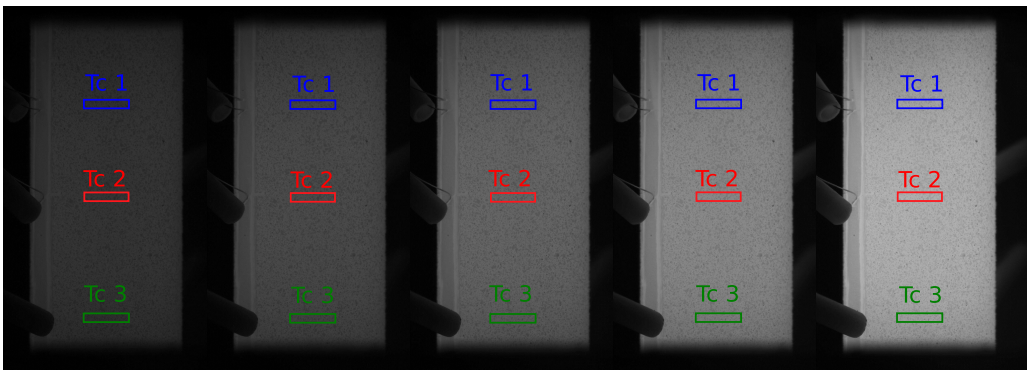
$$T_{mes} = \frac{K_1}{ln\left(\frac{K_2}{I} + 1\right)}, \tag{2.9}$$

où les constantes K_1 et K_2 sont définies dans les équations (2.10).

$$K_1 = \frac{h \cdot c}{k \cdot \lambda_e}, \qquad K_2 = 2 \cdot \varepsilon(\lambda_e) \cdot c \cdot \lambda_e^{-4} \cdot W(\lambda_e) \cdot t_i \cdot K_{int} \tag{2.10}$$

La caméra Prosilica GE4900, utilisée pour réaliser la thermographie PIR, encode les données sur 8 bits et possède un capteur de 4872x3248 px^2. La notion de niveaux de gris (ndg) est substituée à celle des niveaux numériques. La dynamique maximale est donc de 2^8 =256 ndg.

La loi radiométrique (2.9) est étalonnée, pour chacun des essais, en utilisant les données mesurées pendant le chauffage du tube. Une gamme en température d'environ 150 °C est considérée pour étalonner le modèle radiométrique. Les mesures de température T_{mes} des thermocouples, thermosoudés dans la zone observée, sont corrélées avec les niveaux de gris I de thermocouples numériques construits à côté des réels. On suppose ici que la température admet une distribution axi-symétrique. La figure 2.6 illustre que l'intensité lumineuse, mesurée en surface du tube, augmente avec la température.



(a) 760 °C (b) 780 °C (c) 800 °C (d) 820 °C (e) 840 °C

FIGURE 2.6 – Images prises au cours du chauffage d'une éprouvette de 760 à 850 °C.

Dans chacune des zones de thermocouples numériques, l'émissivité n'est pas uniforme. Même si l'émissivité est moins influente sur la mesure d'intensité lumineuse

(et donc sur la température estimée) dans le domaine PIR que dans l'IR [MER 96], il est nécessaire de distinguer le mouchetis. La haute résolution des caméras CCD donne accès à cette information, permettant de sélectionner les données d'intérêt dans les thermocouples numériques. Pour notre application, les niveaux de gris les 30% les plus élevés de l'histogramme dans chaque thermocouple numérique sont moyennés, pour chaque temps de mesure.

Avec l'aide de ce seuillage, l'émissivité est supposée uniforme dans la zone observée et constante sur la gamme en température étudiée. Les mesures de température par thermocouple sont tracées en fonction des mesures de niveaux de gris sur la figure 2.7. Le modèle identifié est tracé sur cette même figure.

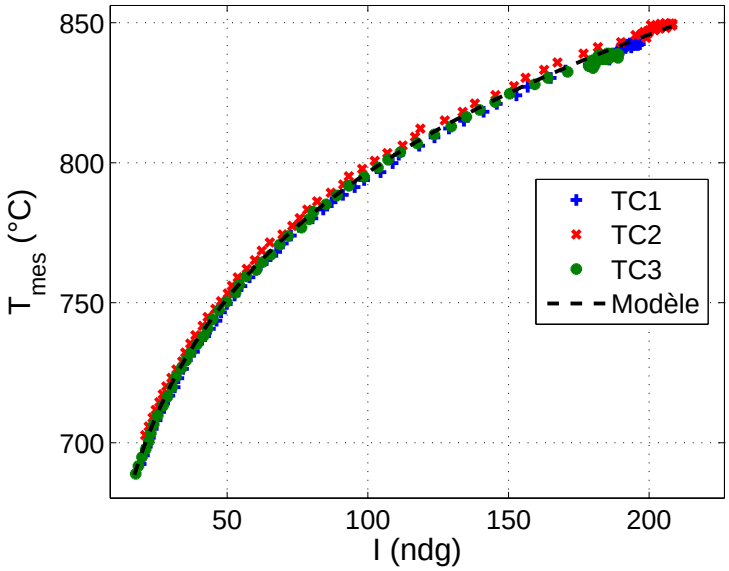


FIGURE 2.7 – Les mesures de température par thermocouple sont tracées en fonction des mesures d'intensité pour chaque zone.

Les trois courbes $T_{mes}(I)$, relevées pour des positions axiales distribuées dans la hauteur de la zone utile, se superposent. Ce résultat permet de valider les hypothèses décrites ci-dessus au sujet de l'émissivité. Les hypothèses sous-jacentes à la simplification de la loi de Planck sont elles aussi validées par la bonne corrélation entre les mesures et le modèle étalonné.

2.3.2 Corrélation d'images numériques

2.3.2.1 Principe

La corrélation d'images numériques (CIN) est une technique utilisée pour de nombreuses applications dans le domaine de la mécanique expérimentale. Cette méthode repose sur la comparaison d'une image f d'un état déformé d'un objet étudié

à une image g de son état de référence. La transformation apparente $\Phi_a(\underline{x})$ subie par le point matériel $\underline{x}$ entre l'état de référence et l'état déformé est alors recherchée. Le champ de déplacement $\underline{u}$, représentant cette transformation, est solution de l'équation de la conservation du flux optique :

$$f(\underline{x}) = g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})). \tag{2.11}$$

Dans le but de déterminer cette solution de manière précise, la surface à analyser doit présenter des motifs aléatoires, qu'ils soient naturels (texture) ou bien déposés avec un revêtement. De plus, l'éclairage doit être constant dans le temps de manière à ce que l'intensité lumineuse des motifs reste inchangée au cours de la déformation de la surface.

La CIN a été initialement développée par Sutton *et al.* [SUT 83] en utilisant une méthode, dite locale. Dans cette approche, l'image est découpée en imagettes de taille et recouvrement variables. Le champ de déplacement $\underline{u}$ est calculé dans chacune des imagettes de manière indépendante.

Une seconde approche, dite globale, maille la zone d'intérêt avec des éléments connectés les uns aux autres par des nœuds [BES 06]. Le champ de déplacement est alors recherché sous la forme $\underline{u} = \sum_i u_i \underline{N_i}(\underline{x})$, avec $\underline{N_i}$ la base des fonctions de forme utilisées. On peut trouver dans la littérature des bases éléments finis, éléments finis enrichis [RÉT 07], NURBS [RÉT 10], etc.

2.3.2.2 Application à nos essais

La stéréo-corrélation aurait pu être choisie pour obtenir des champs de déplacements 3D, cependant deux caméras sont requises pour cette méthode par point de mesures. Il est prévu sur ce banc d'avoir deux positions azimuthales pour mesurer les champs thermiques et cinématiques. L'emploi de deux caméras pour un point de mesures cinématiques est donc exclu. La CIN 2D est alors choisie pour nos essais dans le but de mesurer les déplacements axial et circonférentiel sur la génératrice du tube en vis-à-vis avec la caméra. Ce choix peut paraître surprenant de par le caractètre 3D des essais de ballonnement de tubes. Il est évident que des erreurs liées au mouvement hors-plan de la surface observée affecteront la précision des distributions axiales de vitesses de fluage mesurées. La partie 2.5 est dédiée à l'étude de ces erreurs.

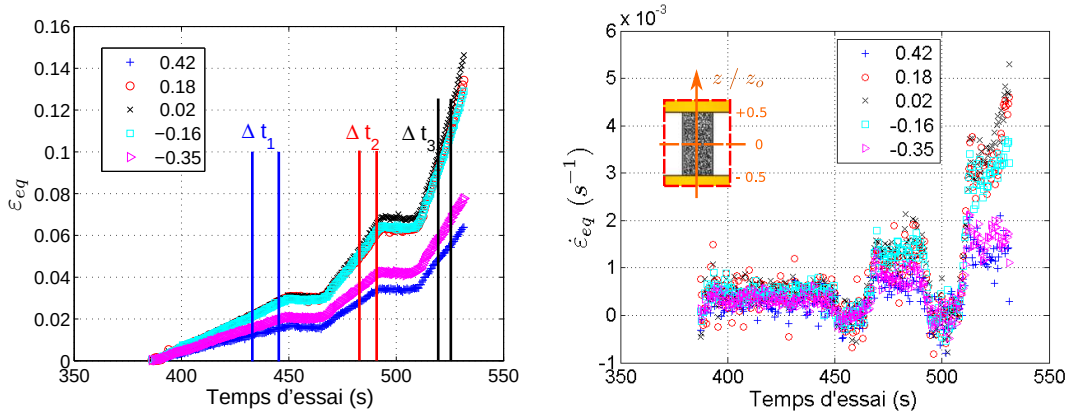
Le logiciel Ufreckles, développé par J. Réthoré, est utilisé pour calculer les champs de déplacements dans la zone d'intérêt. Le problème de la conservation du flux optique est résolu par un algorithme utilisant la méthode non linéaire des moindres carrés et en choisissant une base de projection éléments finis. L'élément Q4 est choisi et la taille des éléments est de 30*30 px^2, la taille du pixel pouvant varier entre 6 et 10μm. Les mesures sont extraites sur la génératrice en vis-à-vis de la caméra en utilisant les fonctions d'interpolation de la base élément finis. Les déformations vraies sont couramment utilisées dans les problèmes de visco-plasticité,

c'est pourquoi $\varepsilon_{\theta\theta}$ et ε_{zz} sont calculées. La déformation radiale ε_{rr} est déduite sous hypothèse d'incompressibilité du matériau rappelée dans l'équation (2.12), et généralement respectée à haute température. Le critère isotrope de von Mises est choisi pour calculer les déformations vraies équivalentes ε_{eq} (voir équation (2.13)).

$$\epsilon_{zz}^{vp} + \epsilon_{\theta\theta}^{vp} + \epsilon_{rr}^{vp} = 0 \tag{2.12}$$

$$\varepsilon_{eq}^{vp} = \left[\tfrac{2}{3}(\varepsilon_{zz}^2 + \varepsilon_{\theta\theta}^2 + \varepsilon_{rr}^2)\right]^{\frac{1}{2}} \tag{2.13}$$

La figure 2.8a présente les courbes de fluage de cinq points distribués sur la hauteur de la zone utile, et la figure 2.8b les vitesses de fluage associées.



(a) Courbes de fluage (b) Vitesses de fluage

FIGURE 2.8 – (a) Déformations équivalentes de fluage en fonction du temps et (b) vitesses de déformation équivalente en fonction du temps pour 5 points de mesures.

Une période temporelle Δt_i d'évaluation des vitesses de déformation est ensuite sélectionnée pour chacun des paliers de pression interne de manière à ce que le fluage secondaire soit atteint par chacun des points matériels de mesure. La distribution axiale des vitesses de fluage secondaire résulte finalement du calcul de la pente des courbes de fluage. Elle est finalement estimée dans les intervalles Δt_i, pour chacun des points matériels étudiés.

2.4 Qualification de la thermographie PIR

La méthode d'étalonnage du modèle radiométrique (2.9) a été présentée en partie 2.3.1.2. On cherche dans cette partie à caractériser les incertitudes sur les températures mesurées et les différences entre les mesures par thermocouple et par thermographie.

2.4.1 Incertitudes des mesures par thermocouple

La figure 2.9 schématise la chaîne d'acquisition des mesures par thermocouple.

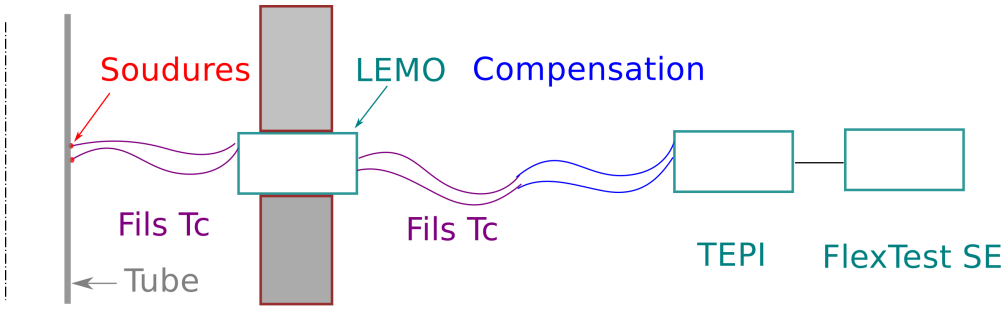


FIGURE 2.9 – Chaîne d'acquisition de la mesure par thermocouple.

Les câbles du thermocouple (catégorie 1) sont connectés à un passe-cloison [13]. Les câbles de thermocouple font la liaison (faible distance) entre le LEMO et les câbles de compensation (catégorie 2). Ces derniers sont branchés sur un convertisseur et amplificateur (TEPI BEP304), lui-même relié au contrôleur FlexTest SE. Chacun de ces composants induit des erreurs dans la transmission du signal, et donc sur la température mesurée en sortie de la chaîne d'acquisition. Le tableau 2.1 résume les incertitudes de mesures données par les fabricants des composants.

TABLE 2.1 – Incertitudes de mesure données par les fabricants.

Fils Cat 1	Fils Cat 2	BEP304	FlexTest
$0,004 \mid T \mid$	$\pm 2,5$ °C	± 6 °C	$< 3 \cdot 10^{-5} \mid T \mid$

Le BEP304 induit la plus grande incertitude (annoncée par le fabricant) sur la chaîne de mesure. Cette incertitude vient principalement de la compensation de soudure froide. Si la soudure froide n'est pas à la température à laquelle le système a été étalonné, la conversion de la tension mesurée vers la température est erronée. Pour réduire cette incertitude, le BEP304 est allumé *a minima* 2 h avant de faire des acquisitions.

La précision de la chaîne de mesure est aussi en lien avec les thermosoudures, et les câbles utilisés. Les erreurs liées à la thermosoudure sont très difficiles à estimer, et rarement prises en compte (ni même mentionnées)... Dans le cas du système à induction, l'environnement du tube n'est pas porté à haute température. L'atmosphère a donc tendance à refroidir le tube en surface. Dans le but de minimiser la convection entre le tube et l'atmosphère de l'enceinte, les fils de thermocouple les plus fins possible ont été sélectionnés. Cette caractéristique permet de diminuer l'apport de matière de la thermosoudure, mais aussi de garder un ratio convenable entre le diamètre des câbles et l'épaisseur de la gaine.

13. HGP.2S.903..CLKPV et FFA.2S.903.KC, LEMO.

Dans le but d'estimer de manière plus réaliste l'incertitude de la chaîne de mesure (à partir des câbles de compensation), un calibreur[14] est placé en amont des fils de compensation. Il sert à simuler la température mesurée par un thermocouple K. Une fois que le comportement du convertisseur est stabilisé, 5 voies de mesures sont évaluées pour des températures de 720 à 880 °C avec un pas de 20 °C. L'erreur maximale entre la mesure et la consigne est de 0,4% et l'erreur moyenne est 0,18%.

L'erreur liée à la chaîne d'acquisition est bien dans la gamme d'incertitudes donnée par le fabricant, et bien inférieure à ce qui est annoncé. La mesure par thermographie PIR mise en place repose sur cette mesure car les thermocouples étalonnent le modèle radiométrique (équation (2.9)).

2.4.2 Essai dédié à la thermographie PIR

Maintenant que les incertitudes sur les mesures par thermocouple sont précisées, au moins pour une partie de la chaîne d'acquisition, un essai dédié à la comparaison des mesures par thermocouple et par thermographie PIR a été mis en place.

2.4.2.1 Principe

Au cours de cet essai, un chargement uniquement thermique est appliqué (sous effort nul). Trois thermocouples sont thermosoudés dans la zone utile. Une caméra Prosilica GE4900 observe cette zone. Les images sont prises à une fréquence de 1 Hz et une ouverture de $f/11$. Les mesures des trois thermocouples sont tracées sur la figure 2.10.

Trois cycles thermiques triangulaire d'amplitude 25 °C sont appliqués à des consignes statiques de 755, 830 et 880 °C, et des vitesses de chauffage et refroidissement de 2,2 °C.s^{-1}. Un modèle radiométrique est déterminé pour chacune des étapes de chauffage précédant les cycles thermiques. Les modèles radiométriques sont appliqués à leur cycle thermique respectifs, et les températures mesurées par les thermocouples numériques sont comparées à celles mesurées par les thermocouples.

L'essai mis en place va permettre d'évaluer la précision de la mesure de thermographie PIR sur nos essais. Il faut tout de même noter que cet essai est plus discriminant que les essais de ballonnement, pour lesquels la température à une position axiale donnée varie très peu. De plus, une différence de seulement 15 à 25 °C est observée entre les points chaud et froid de la zone où la sensibilité du modèle radiométrique est la meilleure (c'est-à-dire un faible $\delta T/\delta I$ sur la figure 2.7).

14. Fluke 725 Multifunction Process Calibrator

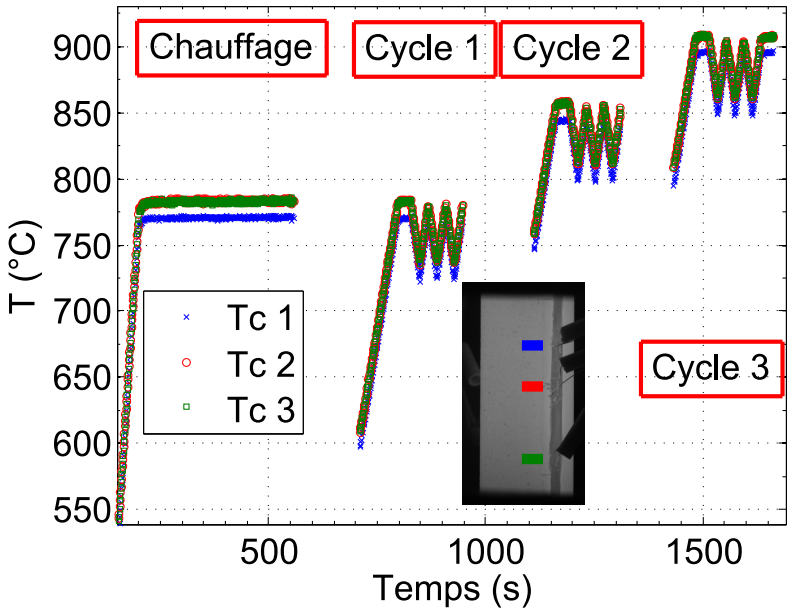


FIGURE 2.10 – Mesures des trois thermocouples soudés dans la zone utile.

2.4.2.2 Étalonnage des modèles radiométriques

Les paramètres des modèles radiométriques déterminés à partir de chacun des niveaux de chauffage sont donnés dans le tableau 2.2. Le temps d'exposition t_i et la longueur d'onde équivalente λ_e sont aussi présentés pour chacun des modèles dans ce tableau.

TABLE 2.2 – Paramètres du modèle radiométrique et temps d'exposition pour chacun des cycles.

	Cycle 1	Cycle 2	Cycle 3
t_i (ms)	70	30	14,2
K_1 (K)	$1{,}60{\cdot}10^4$	$1{,}66{\cdot}10^4$	$1{,}67.10^4$
K_2 (ndg)	$5{,}96{\cdot}10^8$	$4{,}34{\cdot}10^8$	$2{,}4{\cdot}10^8$
λ (nm)	897	869	862

K_2 est le paramètre le plus sensible à la variation de la consigne statique. On peut observer la diminution de λ_e avec l'augmentation du niveau de la consigne statique. Cette tendance est attendue : le spectre du rayonnement se déplace vers le domaine visible (400-800 nm) avec l'augmentation de la température.

Disposant de trois modèles étalonnés pour des plages de températures différentes, avec des temps d'exposition t_i connus, il est possible de tracer sur une même figure la température en fonction des niveaux de gris normalisés par t_i. Le résultat est présenté sur la figure 2.11.

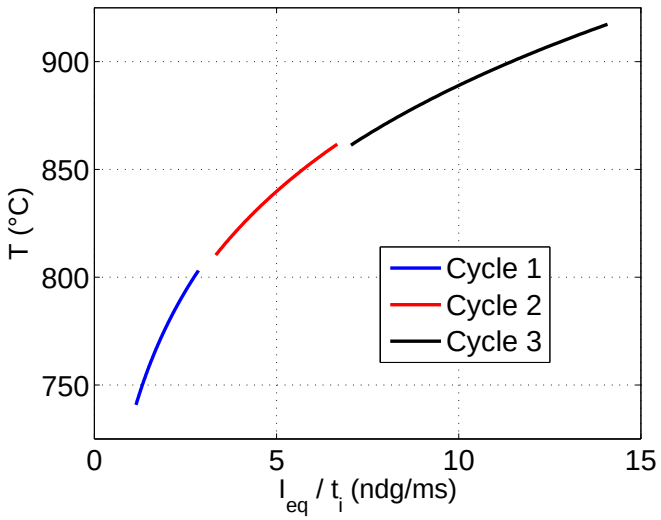


FIGURE 2.11 – Superposition des trois modèles radiométriques.

La continuité entre les trois modèles valide le comportement linéaire $I_{eq} \propto t_i$. Cette courbe est intéressante puisqu'elle va permettre de dimensionner le temps d'exposition des caméras dédiées à la thermographie, en prenant en compte la valeur maximale souhaitée en niveau de gris pour une consigne en température donnée.

2.4.2.3 Différences entre les mesures thermocouple et de thermographie

La figure 2.12a présente les mesures par thermocouple et thermographie PIR (thermocouples numériques T_{PIR}) au cours du cycle thermique 2. On observe que le signal triangulaire est bien capté par la méthode de thermographie, et que les niveaux de température sont bien respectés. La différence entre les mesures de thermographie et par thermocouple est tracée sur la figure 2.12b.

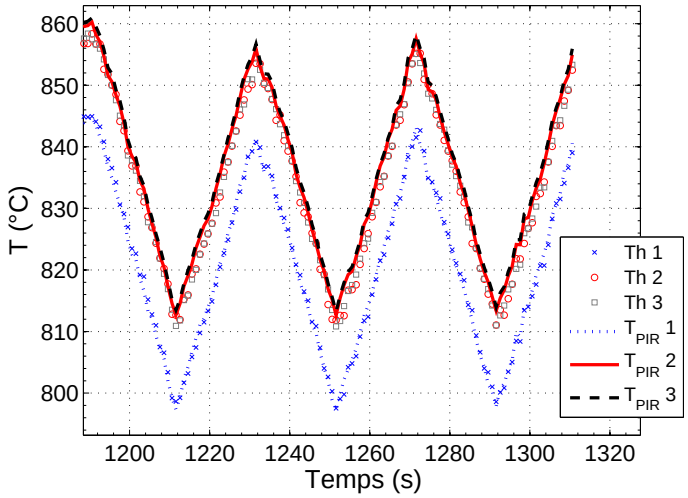
Les différences moyennes et maximales calculées pour chacun des cycles sont présentées dans le tableau 2.3.

TABLE 2.3 – Différence entre les mesures de thermographie et par thermocouple pour chaque cyclage.

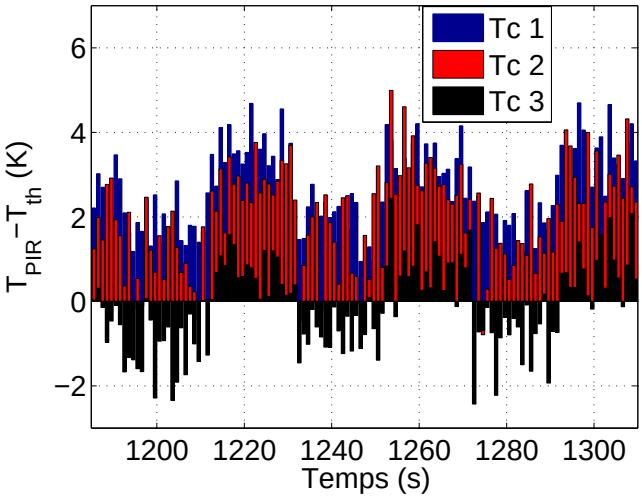
Cycle	$\lvert\Delta T\rvert_{mean}(°C)$	$\lvert\Delta T\rvert_{max}(°C)$	$\lvert\Delta T/T\rvert_{mean}(\%)$	$\lvert\Delta T/T\rvert_{max}(\%)$
1	$1,7$	$5,3$	$0,25$	$0,7$
2	$1,16$	$4,35$	$0,14$	$0,54$
3	$1,1$	$5,11$	$0,12$	$0,6$

L'erreur moyenne de la thermographie PIR par rapport à la mesure thermocouple est inférieure à 0,25%. Pour rappel, l'incertitude moyenne sur la chaîne

de mesure thermocouple est d'au moins 0,18% de la valeur mesurée. On considère que les erreurs de la thermographie PIR mise en place sur le dispositif sont dans l'incertitude de mesure des thermocouples, ce qui est acceptable. En réalité, l'utilisation de la thermographie permet même de minimiser l'influence des incertitudes de mesure des thermocouple en déterminant un modèle radiométrique unique satisfaisant au mieux les mesures des trois thermocouples pendant le chauffage.



(a) Température des thermocouples et PIR



(b) Différence entre les mesures

FIGURE 2.12 – Comparaison des températures mesurées par thermocouple (Th) et thermographie (T_{PIR}), pour le cycle thermique 2.

2.5 Qualification des mesures cinématiques

L'utilisation de la corrélation d'images numériques en deux dimensions a été choisie pour mesurer les vitesses de fluage secondaire de la génératrice en vis-à-vis avec la caméra. Elle est généralement appliquée sur des objets plans subissant des transformations dans ce même plan (par exemple un essai de traction uni-axiale). Dans le cadre de notre étude, l'objet est tubulaire et la transformation se fait dans la direction radiale (hors-plan). Il est évident que ces paramètres vont induire des erreurs systématiques dans le calcul des déplacements. La figure 2.13 illustre bien le problème que représente le ballonnement pour mesurer la distance entre les points M' et Q' dans l'état déformé. L'utilisation de la CIN en 2D ne donne accès qu'à la mesure de h'_2, alors que c'est la distance h_2 qui permet de calculer la déformation à la surface du tube en connaissant la distance initiale h_1.

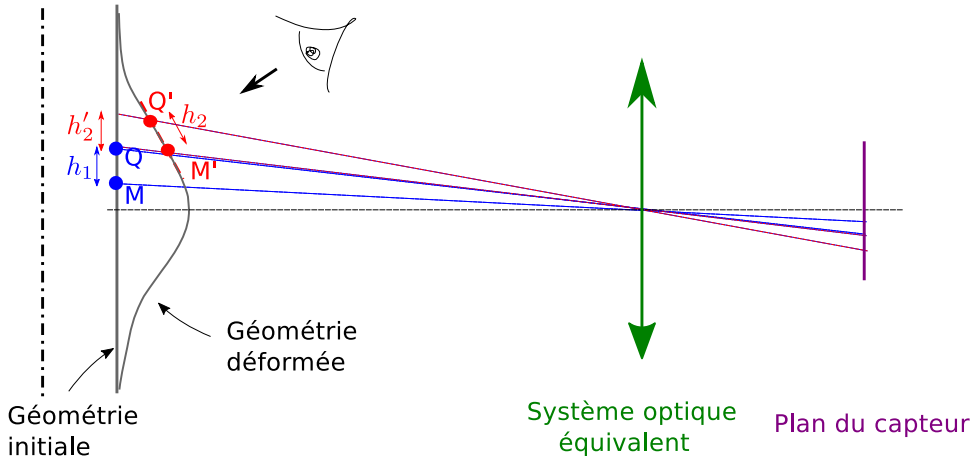


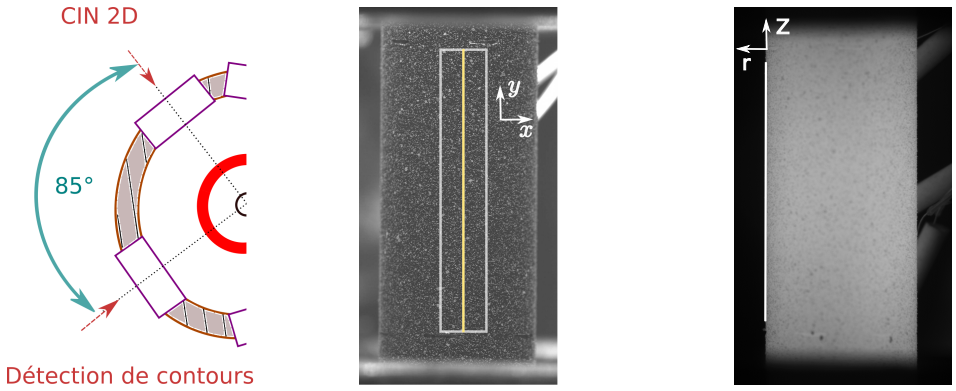
FIGURE 2.13 – Schéma du problème de la transformation hors-plan.

Le déplacement hors-plan d'une surface induit des erreurs systématiques, qui peuvent être corrigées comme l'ont démontré plusieurs études [SUT 08, RÉT 14b, PAN 13, FEL 14].

2.5.1 Principe

Deux points clés sont nécessaires à la correction du déplacement hors-plan : (a) la mesure du déplacement hors-plan, et (b) une modélisation du système optique. La détermination du modèle optique se fait dans la configuration d'essai. La mesure du déplacement hors-plan est basée sur la méthode de détection de contours. La configuration des caméras sur cet essai est représentée sur la figure 2.14a. La caméra utilisée pour la détection de contours est placée à 85 ° de la caméra dédiée à la CIN. Un essai de ballonnement avec trois chargements en pression interne est appliqué à l'éprouvette. La figure 2.15 représente la pression au cours de l'essai.

Seules les mesures cinématiques sont présentées par la suite. Les données sont



(a) Test configuration (b) CIN 2D (c) Détection de contours

FIGURE 2.14 – La configuration des caméras est représentée en (a). La CIN est effectuée dans la zone blanche en (b) et les données sont extraites sur la génératrice représentée en jaune. Le déplacement hors-plan est calculé en utilisant la détection de contours sur la ligne blanche initialement représentée en (c).

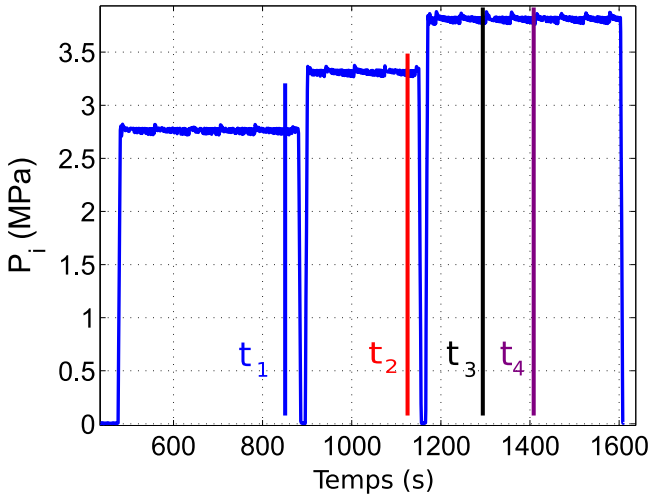


FIGURE 2.15 – Les instants d'intérêt sont définis dans cet historique de la pression interne P_i pendant l'essai.

extraites aux temps t_1, t_2, t_3 et t_4. Les trois premiers temps correspondent aux instants où les profils de vitesse de fluage secondaire sont calculés dans le cadre d'une identification. Au temps t_4 l'éprouvette présente un ballonnement important, ce qui devrait induire des erreurs de mesure non négligeables.

2.5.2 Étalonnage du modèle de projection optique

Dans le but de caractériser le bruit sur ce montage, 30 images sont prises dans la configuration d'essai (pilotage en effort). Le bruit moyen, calculé dans la zone où est appliquée la CIN (voir figure 2.14b), est inférieur à 3% de la dynamique pour chaque image. En appliquant la CIN à cette zone, le déplacement maximum calculé est de 0,1 px, soit un déplacement inférieur à 1 μm sur la surface du tube. Ce bruit (qui peut être lié au pilotage en effort) est acceptable pour notre étude.

La caractérisation de la projection de l'objet dans le plan image du système est effectuée sur la base des travaux de Felipe-Sesé *et al.* [FEL 14]. Au lieu de translater l'objet (le tube est maintenu sous effort nul dans les raccords), c'est la caméra qui est mobile. La caméra est montée sur une platine équipée d'un pied à coulisse. Le schéma de la figure 2.16 représente la manipulation. Le déplacement u_r du système optique va induire des déplacements $(x_2 - x_1)\bar{x}$ et $(y_2 - y_1)\bar{y}$ dans le plan du capteur, alors que l'objet n'a subi aucune transformation dans ce plan.

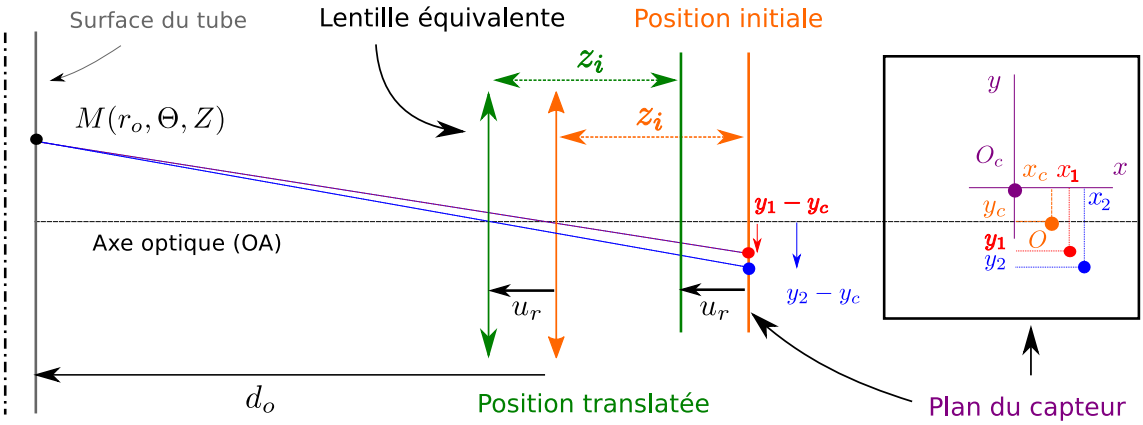


FIGURE 2.16 – Schéma de la manipulation mise en place pour la détermination de d_o, x_c et y_c.

Le but de cette étape est de déterminer la distance initiale d_o entre la génératrice en vis-à-vis avec la caméra et la lentille équivalente (prenant en compte le jeu de lentilles dans l'optique 200 mm macro), ainsi que l'intersection O $(-d_i, x_c, y_c)$ entre l'axe optique et le plan du capteur. Le déplacement u_r est appliqué au système optique jusqu'à $u_r = 1$ mm avec un pas de 0,1 mm, puis ramené à l'état initial. La machine hydraulique est pilotée en effort nul durant cette expérience. La corrélation d'images est appliquée dans la zone blanche représentée sur la figure 2.14b. Le modèle linéarisé d'optique géométrique permet d'écrire les déplacements virtuels en fonction des paramètres d_o, x_c et y_c :

$$\begin{aligned} d_o \cdot (x_1 - x_c) &= (d_o - u) \cdot (x_2 - x_c)\,, \\ d_o \cdot (y_1 - y_c) &= (d_o - u) \cdot (y_2 - y_c)\,. \end{aligned} \tag{2.14}$$

Ces trois paramètres sont obtenus en minimisant, au sens des moindres carrés, l'erreur entre le modèle et les mesures de CIN 2D, sur les 19 images prises. Une distance initiale d_o de 613 mm est déterminée, ce qui est cohérent avec le montage. Le centre O est déterminé à la position (-122 px,-62 px) dans le plan du capteur. Les déformations axiale ε_y, tangentielle ε_x et de cisaillement γ sont calculées et moyennées à l'aide d'une jauge numérique avec Ufreckles. Elles sont tracées en fonction du déplacement normalisé par le rayon externe initial ($r_o = 4.75$ mm) sur la figure 2.17.

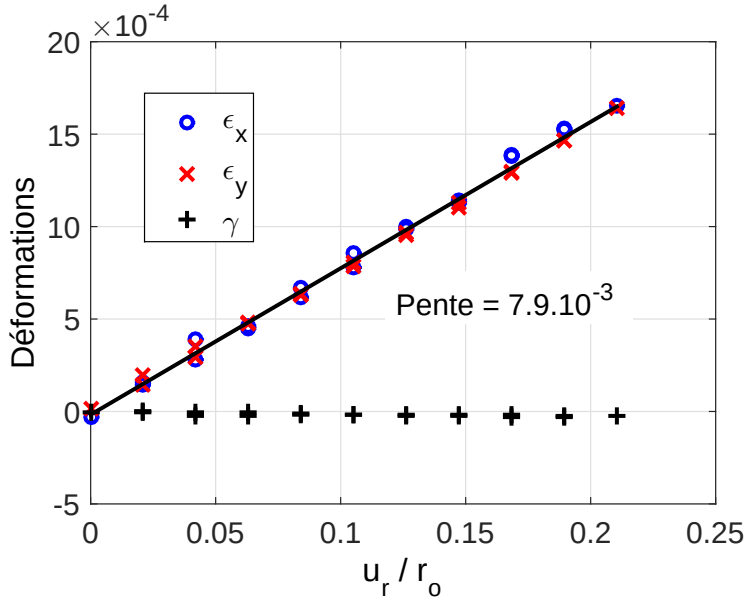


FIGURE 2.17 – Déformations moyennes, induites par le déplacement hors-plan, calculées par une jauge numérique sous Ufreckles.

Les déformations axiale et tangentielle sont superposées, et le cisaillement est très faible. La linéarité entre les déformations induites par le déplacement hors-plan et le déplacement lui-même est au minimum respectée jusqu'à u_r =1 mm.

Le modèle ainsi déterminé permet de faire le lien entre la position eulérienne d'un point M, et sa projection dans le plan du capteur. Il faut maintenant avoir connaissance du déplacement hors-plan u_r d'un point matériel pour corriger la position réelle axiale à partir du calcul de CIN.

2.5.3 Calcul du déplacement hors-plan basé sur la détection de contours

La mesure du déplacement hors-plan est réalisée par l'application de la méthode de détection de contours entre le tube et le fond de l'image. Cette méthode est basée sur l'analyse du gradient des niveaux de gris dans l'image. Pour assister cette

méthode, il faut amplifier le contraste entre le tube et le fond. C'est dans ce but que les images sont prises sans éclairage et en tirant profit du rayonnement du tube. La détection de contours est appliquée en utilisant la méthode détaillée par Réthoré *et al.* dans [RÉT 14a] et implémentée dans le logiciel Ufreckles. Le champ de déplacements est décomposé dans une base B-spline. Le calcul se fait sur le contour initial représenté sur la figure 2.14c. Le déplacement normé par r_o est tracé en fonction de la position axiale eulérienne normée par z_o sur la figure 2.18.

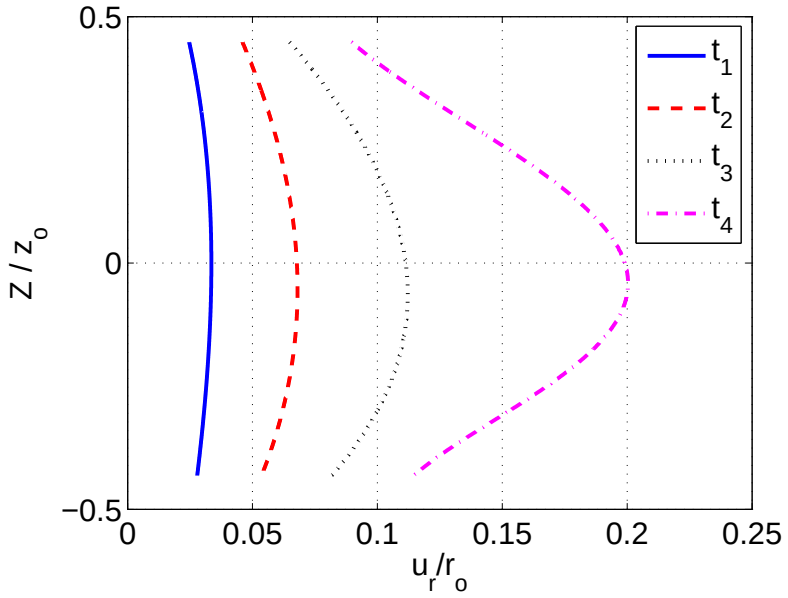


FIGURE 2.18 – Déplacement hors-plan calculé par détection de contours aux temps d'intérêt.

Pour rappel, le modèle de projection déterminé est étalonné jusqu'à un déplacement hors-plan de 1 mm. Le déplacement maximal à l'instant t_4 reste inférieur à 1 mm, ce qui permet d'appliquer le modèle du système optique dans son domaine de validité.

2.5.4 Correction de la CIN 2D

L'ensemble des données est traité par la suite. Les déplacements u_r et ceux calculés selon les directions axiale u_y et tangentielle u_x aux nœuds du maillage EF sont interpolés sur la génératrice en vis-a-vis avec la caméra. Les déplacements axiaux mesurés par la CIN sont corrigés dans le but de calculer les déformations curvilignes en surface externe du tube. Le schéma représenté sur la figure 2.19 sert de support à la méthode présentée par la suite. L'unité des grandeurs calculées dans le repère du capteur (x_c, u_x,...) est le millimètre pour les calculs détaillés ci-après.

La détection de contours donne accès au déplacement radial u_r du point M' de la géométrie déformée, dans le repère eulérien. Le point image Q' est déterminé en

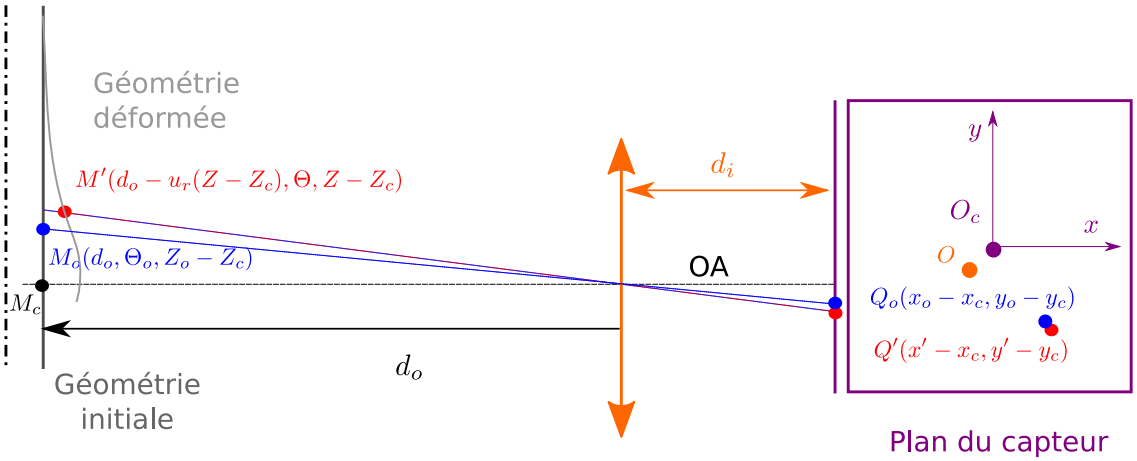


FIGURE 2.19 – Représentation du système optique avec les configurations initiale et déformée du tube.

appliquant le modèle optique (défini dans l'équation (2.14)) au point objet M', dont le déplacement hors-plan u_r par rapport à la géométrie initiale est connu :

$$y' - y_c = \frac{M \cdot d_o}{d_o - u_r(Z - Z_c)} \cdot (Z - Z_c)\,. \tag{2.15}$$

La position Q_o de Q' dans l'état initial est directement donné par la CIN 2D :

$$y_o - y_c + u_y(Q_o) = y' - y_c. \tag{2.16}$$

La position axiale initiale $Z_o - Z_c$ du point M' de la configuration déformée est finalement calculée en utilisant le modèle optique :

$$Z_o - Z_c = \frac{d_o}{d_i} \cdot (y_o - y_c) \tag{2.17}$$

Cette méthodologie est appliquée, de manière discrète, à des positions eulériennes $(Z - Z_c) \,/\, z_o \in [-0.4,\ 0.4]$, donnant à la fois accès au déplacement axial et au déplacement radial. Les déformations curvilignes vraies ε_{curv} sont alors calculées. Elles sont tracées au quatre temps d'intérêt sur la figure 2.20. Les déformations vraies calculées uniquement par la CIN 2D sont aussi tracées sur cette figure.

Pour les trois premiers temps, la correction n'a pas une très grande influence. C'est un résultat important car les profils de vitesse de fluage secondaire sont calculés pour ces instants dans l'exploitation des essais. Cependant, comme l'illustre la comparaison des déformations curvilignes et axiales à l'instant t_4, la correction apportée par cette méthode devient non négligeable à un stade plus avancé du ballonnement. La forme ondulée de $\varepsilon_{yy}(z/z_o)$, essentiellement liée aux changements de courbure de la surface externe du tube, n'est pas observée sur la courbe $\varepsilon_{curv}(z/z_o)$.

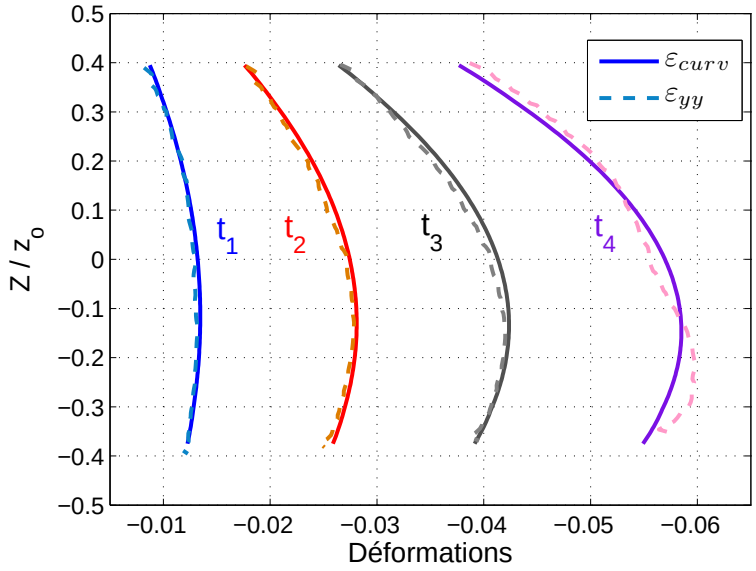


FIGURE 2.20 – Les déformations axiales calculées par la CIN et les déformations curvilignes corrigées par la méthode proposée sont tracées pour les quatre temps d'intérêt en fonction de la position axiale.

Seule l'erreur sur la déformation curviligne a été traitée à ce stade. La forme du tube engendre elle aussi des erreurs sur le calcul des déplacements dans le plan. Dans le but de limiter cette erreur, les déplacements et déformations sont extraits le long de la génératrice en vis-à-vis avec la caméra. L'erreur de corde liée à la géométrie du tube peut néanmoins être estimée en considérant que les données sont extraites en interpolant les grandeurs calculées aux nœuds du maillage EF.

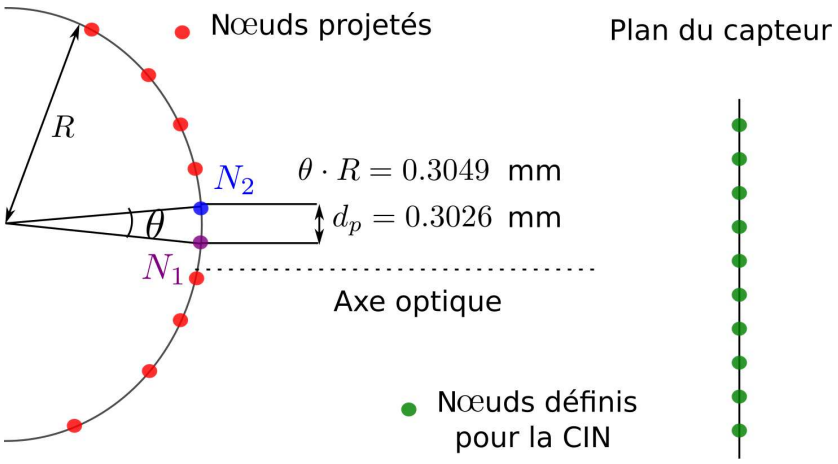


FIGURE 2.21 – Représentation du tube dans le plan (R,θ).

Le modèle optique déterminé au préalable donne la possibilité de projeter en trois dimensions l'image initiale, sous l'hypothèse que la gaine est parfaitement cylindrique. Avec cette projection, les positions réelles des nœuds du maillage EF sont obtenues en surface du tube. Le schéma de la figure 2.21, qui n'est pas à l'échelle, permet de rendre compte de l'erreur liée à la géométrie du tube. Dans notre étude, les pixels situés entre les points N_1 et N_2 sont considérés comme étant dans un plan perpendiculaire à l'axe optique. La distance dans ce plan entre les deux points est $d_p = 0.3026$ mm. La corde entre ces deux points est calculée par l'opération $\pi \cdot R = 0.3049$ mm. L'erreur, liée à la géométrie tubulaire, sur la corde est donc de 0.75%.

Finalement, le voisinage de la génératrice est supposé plan, négligeant l'erreur de corde. Les déformations circonférentielles sont alors uniquement corrigées en utilisant la relation de proportionnalité définie sur figure 2.17 entre la déformation virtuelle et le déplacement hors-plan associé. Les distributions dans la hauteur utile des déformations corrigées et brutes sont tracées sur la figure 2.22.

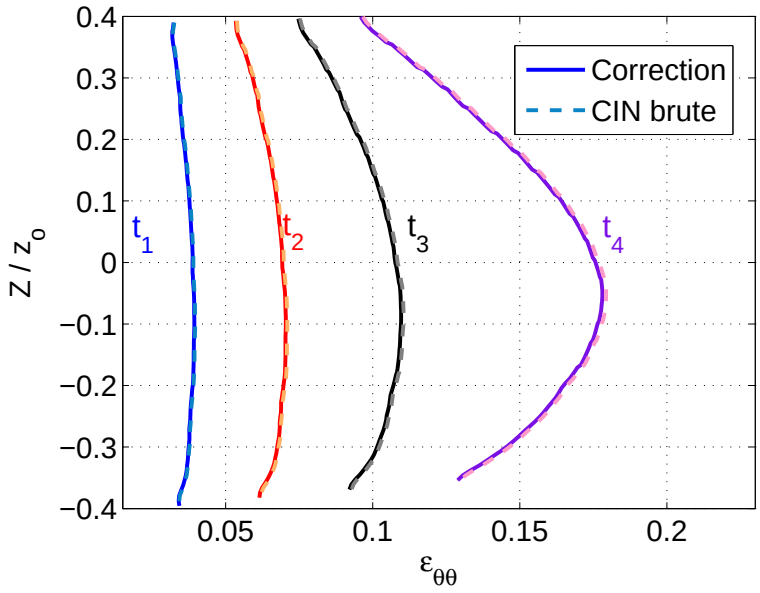


FIGURE 2.22 – Comparaison des déformations tangentielles brutes et corrigées.

La différence entre les déformations brute et corrigée est très faible et l'amplitude des déformations tangentielles est plus importante que celle des déformations curvilignes (du fait du chargement mécanique des éprouvettes). Les déformations équivalentes sont finalement calculées. Les quatre profils d'erreur de la CIN brute par rapport à la CIN corrigée sont tracés dans la figure 2.23.

Malgré les erreurs non négligeables sur le profil de déformation curviligne dans l'état le plus ballonné, il apparaît que l'erreur entre les données brutes et corrigées reste inférieur à 1% de la valeur de la déformation corrigée.

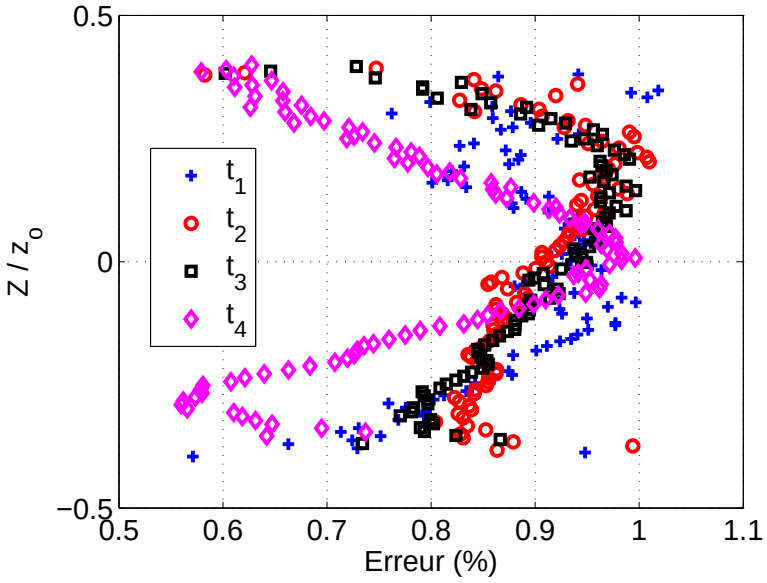


FIGURE 2.23 – Erreur sur les déformations équivalentes de la CIN 2D.

Cet essai dédié à la qualification des mesures cinématiques met en évidence que la CIN 2D est suffisante pour notre application. Elle induit une erreur inférieure à 1% sur les déformations équivalentes calculées. De plus, en s'intéressant uniquement au fluage secondaire sur chacun des essais, la distribution axiale de l'erreur est presque constante. Le calcul de vitesses de fluage minimise ainsi l'erreur ($\dot{\varepsilon}_{1\to 2} = \frac{\varepsilon_{t_2} - \varepsilon_{t_1}}{t_2 - t_1}$).

2.6 Application sur un essai à 850°C

Les méthodes de thermographie PIR et de CIN 2D ont été respectivement qualifiées dans les sections 2.4 et 2.5. Les erreurs sont tout à fait acceptables dans le cadre de notre application. Cette section est dédiée à l'application des méthodes d'imagerie numérique à l'exploitation d'un essai dans le but de comparer les distributions axiales thermique et cinématique sur la hauteur de la zone utile.

2.6.1 Conditions d'essai

La disposition des deux caméras pour cet essai est donnée dans la figure 2.24. L'ouverture du diaphragme de chacun des objectifs est de $f/11$.

La consigne en température est imposée à 848 °C, et des pressions internes de 22, 29 et 35 bar sont successivement imposées. L'historique du chargement en pression est tracé dans la figure 2.25. Les intervalles de temps sur lesquels sont calculés les profils cinématiques sont aussi représentés sur cette figure.

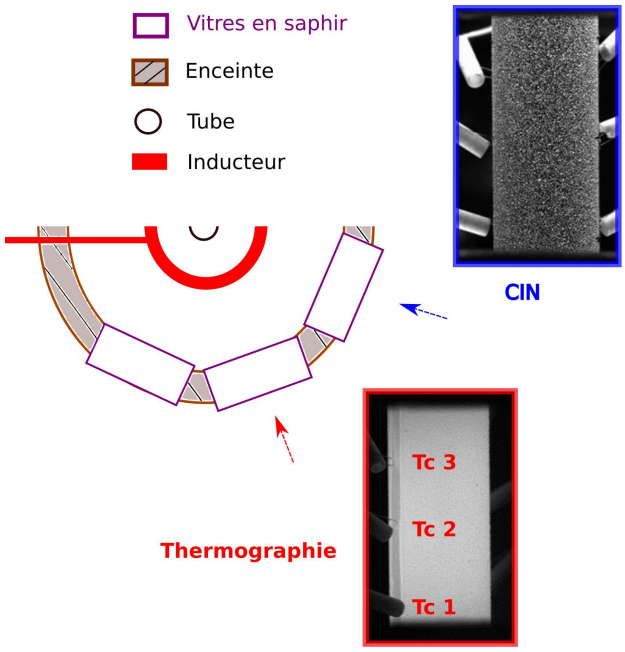


FIGURE 2.24 – Disposition des caméras autour de l'enceinte.

2.6.2 Distributions axiales des températures

Les températures mesurées par les thermocouples sont tracées en fonction du temps d'essai pour la période de fluage dans la figure 2.26. Les thermocouples 4, 5 et la consigne sont placés à 180 ° des trois autres.

Des fluctuations des signaux thermocouples sont observées. Elles correspondent aux pressurisations et dépressurisations de l'éprouvette. Le thermocouple sur lequel est asservie la consigne en température est thermosoudé au centre de l'éprouvette. La température mesurée par le thermocouple 2, qui est initialement placé au centre de l'éprouvette, est constante dans le temps. Au contraire, les températures mesurées sur l'extérieur de la zone utile diminuent au cours de l'essai. Cette observation s'explique par l'évolution de la géométrie de l'éprouvette : le ballonnement est de plus en plus prononcé dans le temps. Le centre du ballon (sur lequel est piloté la température) est plus proche des spires de l'inducteur que les parties les plus axialement excentrées de la ZU.

Le modèle radiométrique est déterminé en utilisant les mesures des thermocouples entre 750 et 850 °C. La longueur d'onde équivalente déterminée est λ_e =853 nm. Une image thermique est donnée dans la figure 2.27a.

Les pixels localisés dans le rectangle blanc sont utilisés pour calculer la température en fonction de la position axiale. Ce rectangle est centré sur la génératrice en vis-à-vis avec la caméra. Le rectangle est discrétisé en pavés de 15 pixels de haut. Une température moyenne est calculée dans chacun de ces pavés en utilisant le modèle radiométrique, et en seuillant de la même manière que pour

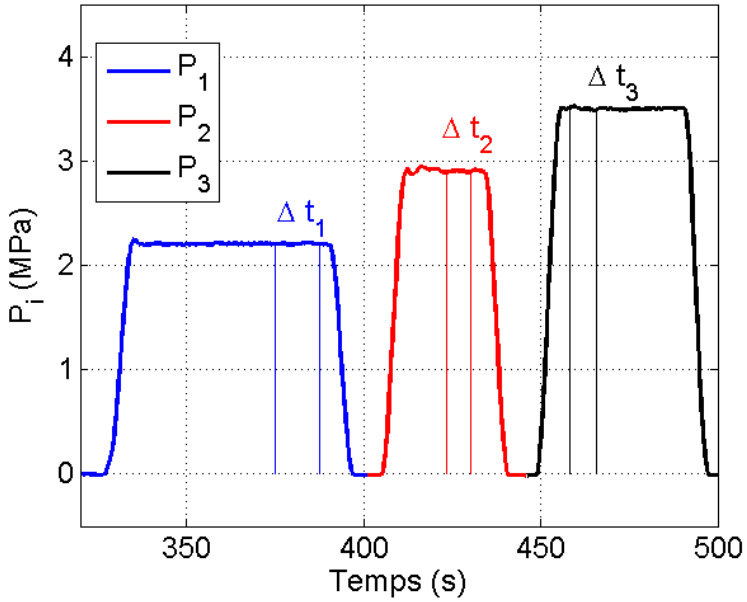


FIGURE 2.25 – Pression interne pendant l'essai.

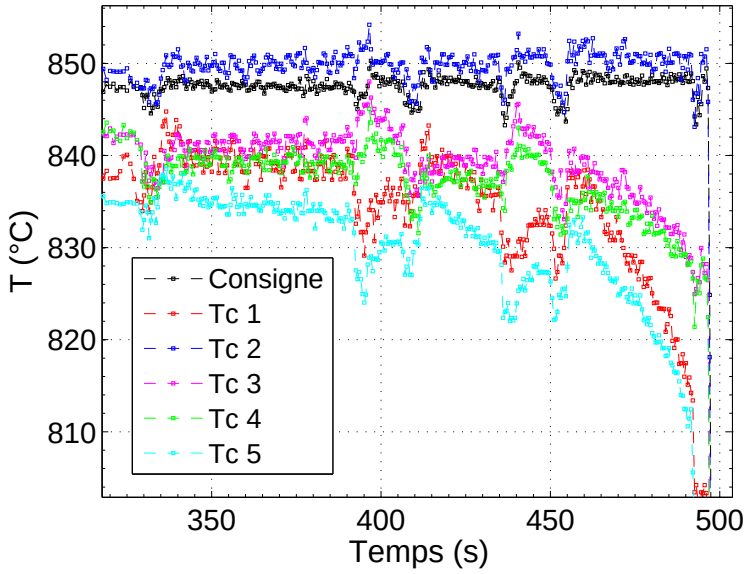
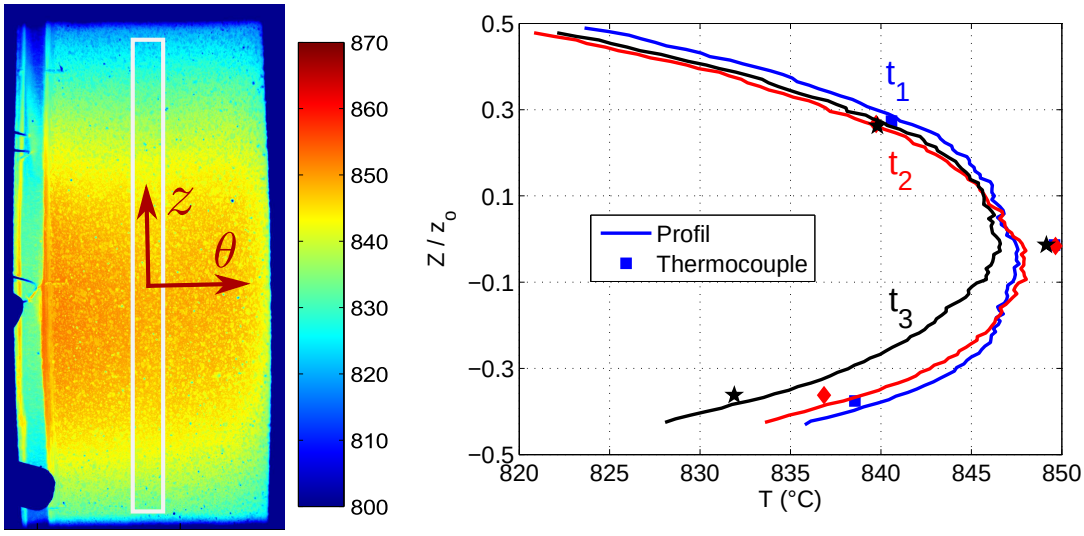


FIGURE 2.26 – Températures mesurées par les thermocouples.

la détermination du modèle 2.3.1.2. Finalement, les distributions thermiques dans la zone utile sont tracées pour les trois temps d'intérêt dans la figure 2.27b. Les températures mesurées par les thermocouples sont aussi représentées dans cette figure.

Pour chacun des temps d'intérêt, un degré de liberté est laissé sur le paramètre



(a) Image thermique

(b) Profils axiaux des températures

FIGURE 2.27 – Une image thermique est affichée en (a). Les pixels situés dans le rectangle blanc sont utilisés pour calculer les trois distributions axiales de température tracées en (b).

K_2 du modèle radiométrique (2.9). Il permet de prendre en compte un possible changement d'émissivité, et n'influe pas sur la forme du profil thermique. Il agit comme un offset.

Le profil mesuré par la thermographie est en accord avec les trois mesures ponctuelles (thermocouple). Les distributions présentées ne sont pas lissées (en dehors de la moyenne effectuée par pavé de 15 px de haut). Elles sont finement résolues et sont utilisées sous cette forme dans la suite.

2.6.3 Distributions axiales des vitesses de fluage secondaire

Les données cinématiques sont extraites sur la génératrice en vis-à-vis avec la caméra CIN représentée en figure 2.24. Les vitesses de fluage sont calculées en utilisant la fonction robustfit [DUM 91], implémentée dans l'environnement de Matlab, pour les intervalles de temps définis dans la figure 2.25. Les profils axiaux des vitesses de fluage secondaire sont tracés dans la figure 2.28.

L'effet de la pression ($\sigma_{\theta\theta}$) sur les vitesses de fluage est très important. L'effet de la température est aussi mis en évidence pour chacune des distributions : $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$ est plus importante au centre qu'aux extrémités de la zone utile, en total accord avec la distribution thermique.

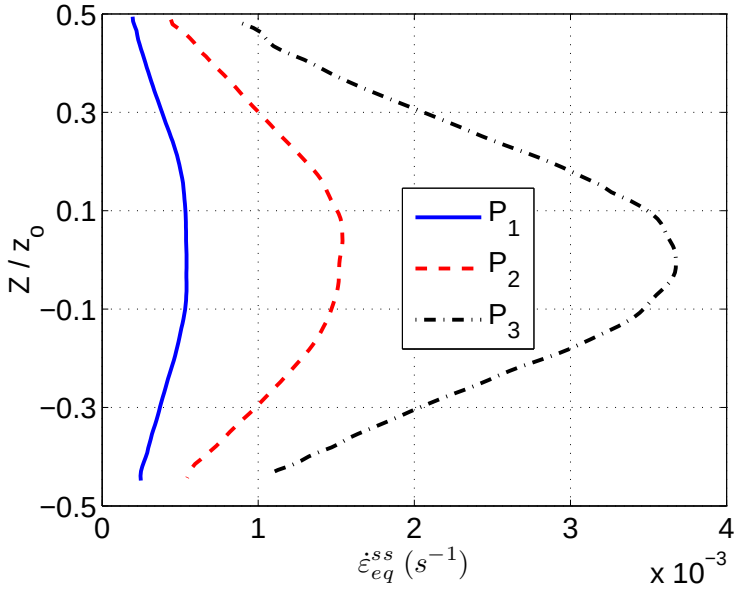


FIGURE 2.28 – Profils axiaux des vitesses de fluage secondaire.

Conclusion

Les essais mis en place pour l'étude du ballonnement de tubes à haute température ont été présentés. Les essais sont dimensionnés pour acquérir des informations sur le fluage secondaire de l'alliage Zr-4 en considérant une distribution thermique non-uniforme dans la zone utile, et plusieurs conditions mécaniques.

La géométrie de l'inducteur couplée au refroidissement des mors produit cette hétérogénéité thermique axiale. Trois chargements en pression interne sont appliqués par essai pour solliciter le tube à plusieurs niveaux de contrainte.

Pour analyser le comportement thermo-mécanique des ces tubes, il est nécessaire de mesurer finement les distributions thermique et cinématique en surface du tube tout au long de l'essai. Deux méthodes d'analyse d'images numériques sont adaptées aux essais et permettent de mesurer les profils axiaux de température et de vitesse de fluage secondaire dans la zone utile. La thermographie proche infra-rouge est qualifiée par rapport aux mesures thermocouples sur un essai thermique. La différence de température entre la thermographie et les mesures par thermocouple est dans l'incertitude de mesure des thermocouples. Les mesures cinématiques, effectuées par corrélation d'images numériques en deux dimensions, sont elles aussi qualifiées par un essai dédié. Une mesure du déplacement hors-plan est mise en place en utilisant la détection de contours, permettant de corriger les erreurs systématiques liées au mouvement hors-plan. Finalement, l'erreur entre les mesures brute et corrigée est inférieure à 1%, justifiant l'emploi de la CIN en 2D.

L'utilisation de ces deux méthodes sur la même surface est rendue possible par un système de lampes annulaires à LED. Le rayonnement est important aux tem-

pératures d'intérêt et la corrélation d'images numériques repose sur la conservation du flot optique. Pour s'affranchir du rayonnement la longueur d'onde des LED est choisie dans le bleu, et les caméras associées à la CIN sont équipées d'un filtre passe-bande centré sur la même longueur d'onde. *A contrario*, la thermographie utilise des images prises lorsque les LED sont éteintes.

L'exploitation d'un essai met en évidence la distribution thermique dans la zone utile. Un gradient thermique de 20 °C est observé dans la zone utile, avec une température plus importante au centre du tube. Cette plage de température de 20 °C valide une des conditions nécessaire à la bonne identification du modèle de fluage sur un essai. Le gradient thermique est accentué lorsque le ballonnement devient important du fait de la disposition de la surface externe du tube par rapport aux spires de l'inducteur. Les distributions axiales des vitesses de fluage stationnaire présentent la même forme que la distribution thermique, ce qui met en évidence l'influence de la température sur le fluage.

Le niveau des vitesses de fluage mesurées pour les trois chargements en pression interne et pour une position axiale donnée (c'est-à-dire une température donnée), sont très différents. L'effet de la contrainte est observé de cette façon.

Finalement, un seul essai met en jeu une plage de température de 20 °C et plusieurs niveaux de contraintes. La distribution thermique induit un fluage plus important au centre de l'éprouvette. La forme tubulaire initiale évolue pour former un ballon pour de grandes déformations. Cette modification de la géométrie de l'éprouvette affecte son comportement mécanique. Ces essais sont instrumentés de manière à être modélisés, sous certaines hypothèses. La modélisation, et l'identification d'une loi de comportement à partir d'un essai sont détaillées dans le chapitre 3.

Chapitre 3

Identification du comportement au fluage secondaire d'éprouvettes vierges

Les essais développés sont complexes et leur analyse ne peut se restreindre à un calcul simple pour déterminer l'état de contraintes en surface externe du tube. Un recalage par éléments finis est adapté au problème. La modélisation, et ses hypothèses, des essais thermo-mécaniques est présentée dans ce chapitre. Cette étape est un point clé dans l'identification du comportement en fluage secondaire de l'alliage. Le procédé de recalage est validé sur un essai virtuel, puis appliqué sur l'essai présenté dans le chapitre précédent. Les résultats sont analysés, et comparés aux grandeurs mesurées. La méthodologie est ensuite appliquée à 9 essais et la carte des vitesses de fluage résultante est présentée. Les paramètres déterminés pour les conditions thermo-mécaniques des essais sont affichés dans leurs domaines de validité. Le lien entre ces paramètres et les mécanismes contrôlant le fluage dans les conditions d'essai est ensuite fait. Une tentative d'unification des essais, pré-sélectionnés à partir de l'étape précédente, est finalement réalisée.

Sommaire

3.1 Phénoménologie des essais 75
3.2 Recalage de la loi de fluage par des calculs éléments finis . 76
3.2.1 Modélisation des essais 76
3.2.2 Algorithme 78
3.3 Application à un essai réalisé à 850 °C 81
3.3.1 Résultats de l'identification 81
3.3.2 Calcul EF versus CIN 84
3.3.3 Conclusions sur la méthode 86
3.4 Évaluation du comportement en fluage pour une gamme étendue de contraintes et de températures 87
3.4.1 Conditions des essais 87
3.4.2 Résultats 88
3.4.3 Couplage de plusieurs essais 93

3.1 Phénoménologie des essais

Le chauffage de l'éprouvette induit une dilatation du tube. De plus, comme les propriétés mécaniques du tube sont fonction de la température, la raideur de la structure est plus importante au niveau des raccords qu'au centre. En utilisant les résultats obtenus lors de l'analyse de l'essai présenté dans la section 2.6, la déformation du tube au cours de l'essai peut être représentée par le schéma de la figure 3.1.

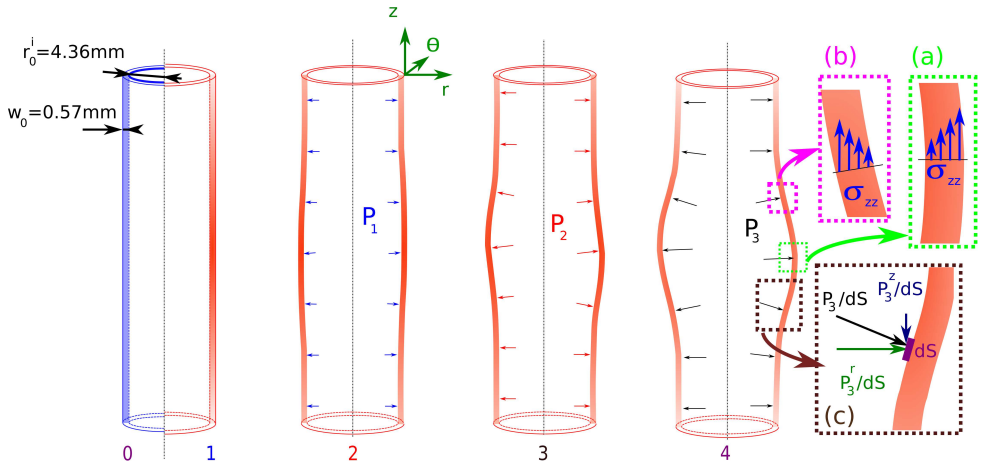


FIGURE 3.1 – Déformation du tube pendant l'essai.

Lors du premier palier en pression interne réalisé à basse contrainte, la distribution thermique (donnée dans la figure 2.27b) induit une légère non-linéarité dans la géométrie du tube, mais aussi la variation de la contrainte axiale σ_{zz} dans l'épaisseur de la gaine directement liée à la flexion. Pour rappel, les mesures de champs sont réalisées en surface externe du tube où l'état de contrainte n'est pas uni-axial. L'effet couplé de la distribution thermique et de la flexion va s'accentuer avec le niveau de pression interne, menant à un ballon de plus en plus prononcé dans la zone utile, et à un état de contraintes de plus en plus complexe. Ce changement de géométrie induit de manière intuitive des contraintes (a) de traction et (b) de compression en surface externe respectivement au centre de l'éprouvette, et dans la courbure entre le ballon et les raccords. En plus de cet effet de structure, une traction est ajoutée au centre de l'éprouvette du fait du changement de géométrie de la surface interne du tube (c), sur laquelle est appliquée la pression du gaz. La contribution de la contrainte axiale grandit alors avec le ballonnement, tout comme la différence de température entre le centre du ballon et les parties les moins ballonnées.

En conclusion, l'évolution de la distribution thermique et la non-linéarité géométrique induisent d'importants effets de structure qui doivent être pris en compte dans le calcul des contraintes en surface du tube. La modélisation par les éléments finis des essais va permettre de tenir compte des conséquences de

ce changement de rayon de courbure axial et plus généralement des évolutions géométriques de l'éprouvette, sous les hypothèses qui seront détaillées dans la suite.

3.2 Recalage de la loi de fluage par des calculs éléments finis

Pour rappel, les essais donnent accès aux distributions thermiques, aux vitesses de fluage secondaire, et à la pression interne. La loi de comportement choisie pour modéliser le fluage secondaire de l'alliage s'écrit sous la forme d'une loi puissance (voir l'équation 1.5). Pour l'obtenir, les essais sont modélisés en tirant profit des mesures de pression et de température couvrant une gamme suffisamment large au cours de chaque essai. Les paramètres A, n, et Q du modèle sont ensuite ajustés pour que les vitesses de fluage calculées par la simulation EF correspondent au mieux à celles mesurées en se basant le principe du recalage de modèle initialement introduit par Kavanagh *et al.* [KAV 71].

Les essais mécaniques posent généralement le problème de la modélisation des conditions aux limites (cinématique, thermique, mécanique,...). Certains essais, visant l'identification de lois de comportement, permettent la mesure des déplacements loin de la zone observée qui serviront alors à modéliser les conditions aux limites cinématiques [RÉT 13]. Pour les autres, des hypothèses simplificatrices sont faites dans le but d'être le plus représentatif des conditions réelles des essais.

3.2.1 Modélisation des essais

3.2.1.1 Géométrie et maillage des éprouvettes

Les essais sont modélisés avec la version commerciale du code éléments finis Abaqus Standard 6.11.2 [HIB 98]. Une modélisation axi-symétrique est retenue. Ce choix sera discuté par la suite, notamment en comparant les données mesurées sur un essai depuis différents points de vue. Seule la partie située entre les deux raccords est modélisée (voir figure 2.1). Des éléments CAX4I [1] sont choisis. La formulation « incompatible mode » de cet élément permet une meilleure sensibilité à la flexion en ajoutant des degrés de liberté. Après avoir étudié la sensibilité du maillage, six éléments ont été choisis pour modéliser l'épaisseur de la gaine. Les dimensions des éléments dans les directions axiale et radiale sont respectivement 190 et 100 μm.

3.2.1.2 Conditions aux limites et chargement

Les déplacements radiaux des nœuds situés en surface extérieure et aux extrémités axiales du modèle sont bloqués pour représenter les raccords sertis sur le tube.

1. Éléments quadrangles axi-symétriques.

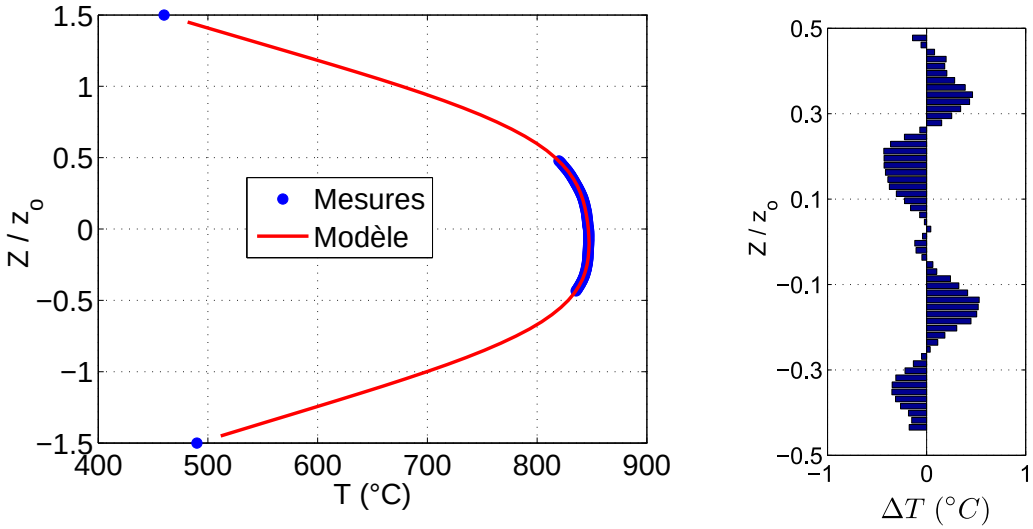
Le déplacement axial du nœud au centre de l'éprouvette est bloqué. Ce choix permet d'avoir une référence commune entre la mesure des déplacements et températures, et respectivement leur calcul et modélisation. On minimise aussi l'influence de la réponse hors ZU où les conditions cinématiques et thermiques sont moins bien connues.

La pression interne moyenne mesurée par les sondes de pression montées dans les mors est imposée comme une pression suiveuse sur la surface interne du modèle.

Les conditions de chargement thermique sont basées sur la mesure de thermographie PIR. Comme présenté dans le chapitre 2, la distribution axiale de la température dans la zone utile est mesurée. Des mesures additionnelles effectuées par des thermocouples ont permis de déterminer que la température au voisinage des raccords est d'environ 500 °C. En utilisant ces deux informations, une interpolation en somme de sinus (voir équation (3.1)) est déterminée.

$$T(z) = a_1 \cdot sin(b_1 \cdot z + c_1) + a_2 \cdot sin(b_2 \cdot z + c_2) \quad [K] \tag{3.1}$$

Le modèle et les données expérimentales sont tracés sur la figure 3.2a. La différence entre les mesures et le modèle est affichée dans la figure 3.2b. Elle est inférieure à 0,5 °C.



(a) Tracé des modèle et mesure thermiques

(b) Différence

FIGURE 3.2 – Le modèle déterminé à partir des mesures est tracé en (a), et la différence entre la mesure et le modèle est tracée en (b) pour la zone utile.

Au moins trois profils axiaux sont mesurés par chargement en pression interne[2]. Une interpolation linéaire est ensuite effectuée entre chacun des temps de mesure. Le chargement thermique est imposé par la subroutine UTEMP.

2. Le modèle de superposition de sinus est calculé pour chacun de ces profils axiaux. Il existe alors plusieurs équations de distributions thermiques correspondant à différents temps de l'essai.

3.2.1.3 Lois de comportement

Le comportement élastique est modélisé par la loi décrite dans l'équation (3.2), tirée de [HAG 79], où le module d'Young E dépend de la température. La dilatation thermique α_{th} est modélisée par le coefficient $6{\cdot}10^{-6} \cdot C^{-1}$. Pour rappel, l'influence du comportement thermoélastique dans la caractérisation du fluage pour des températures voisines de 800 °C est très faible.

$$E(T) = 116,1 \cdot 10^9 - 59 \cdot 10^6 \cdot T \quad [Pa] \qquad \nu = 0,342 \tag{3.2}$$

Le comportement visco-plastique est modélisé par la loi de fluage secondaire (3.3) dont les paramètres A, n et Q sont à déterminer, et qui dépend de la contrainte équivalente au sens de von Mises σ_{vM} (exprimée en [MPa]) et de la température (exprimée en [K]). Cette loi est implémentée en utilisant la subroutine CREEP.

$$\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss} = A \cdot \sigma_{vM}^{n} \cdot exp(-\frac{Q}{R \cdot T}) \quad \left[s^{-1}\right] \tag{3.3}$$

3.2.1.4 Structure du calcul

Deux étapes de calculs distinctes sont appliquées :

- Un calcul statique est réalisé jusqu'au début du chargement mécanique. Il ne prend en compte que le chargement thermique.
- Un calcul visco-plastique dépendant du temps, activant le comportement en fluage.

Les effets non linéaires géométriques sont pris en compte, et le calcul est réalisé avec le solveur Abaqus/Standard. Un calcul dure 5 à 15 minutes.

3.2.2 Algorithme

3.2.2.1 Principe

Cette étude recherche les paramètres du modèle de fluage secondaire présenté dans l'équation 3.3 qui permettent à la simulation par éléments finis d'être la plus fidèle possible aux mesures réalisées par corrélation d'images numériques. La figure 3.3 détaille le principe de l'optimisation. Le jeu de paramètres initial est arbitrairement choisi (en prenant en compte les résultats d'autres essais). La fonction erreur er, détaillée sur la figure 3.3, quantifie la corrélation entre les données issues du calcul EF et les mesures.

Les données (températures, contraintes, déformations, positions, grandeurs équivalentes) des simulations EF sont extraites aux nœuds de la surface externe du tube (dans la zone utile), par interpolation des grandeurs calculées aux points d'intégration. Le calcul des distributions des vitesses de fluage secondaire est réalisé

pour les simulations de manière identique aux essais. Les intervalles de temps expérimentalement choisis sont utilisés pour effectuer le robustfit sur les déformations vraies équivalentes. Un script Python permet de faire ce post-traitement de manière automatique.

Pour garantir la convergence du recalage de modèle et en augmenter sa vitesse, le problème est exprimé en logarithme népérien ce qui permet de le linéariser. La solution unique de ce problème est alors le jeu de paramètres $ln(A)$, n et Q.

La fonction erreur choisie tient uniquement compte des vitesses de fluage secondaire, calculées sur chacun des chargements en pression interne. Dans le but de donner autant d'influence aux faibles vitesses de fluage qu'aux plus importantes, un poids est appliqué à la différence entre les données numériques et expérimentales.

Le calcul des directions de minimisation de l'erreur er se fait à l'aide d'un algorithme de Gauss-Newton [BJÖ 96]. Quatre calculs sont nécessaires à chaque nouvelle itération : trois pour évaluer la matrice Jacobienne et déterminer les nouveaux paramètres, et le calcul avec les paramètres actualisés β_k.

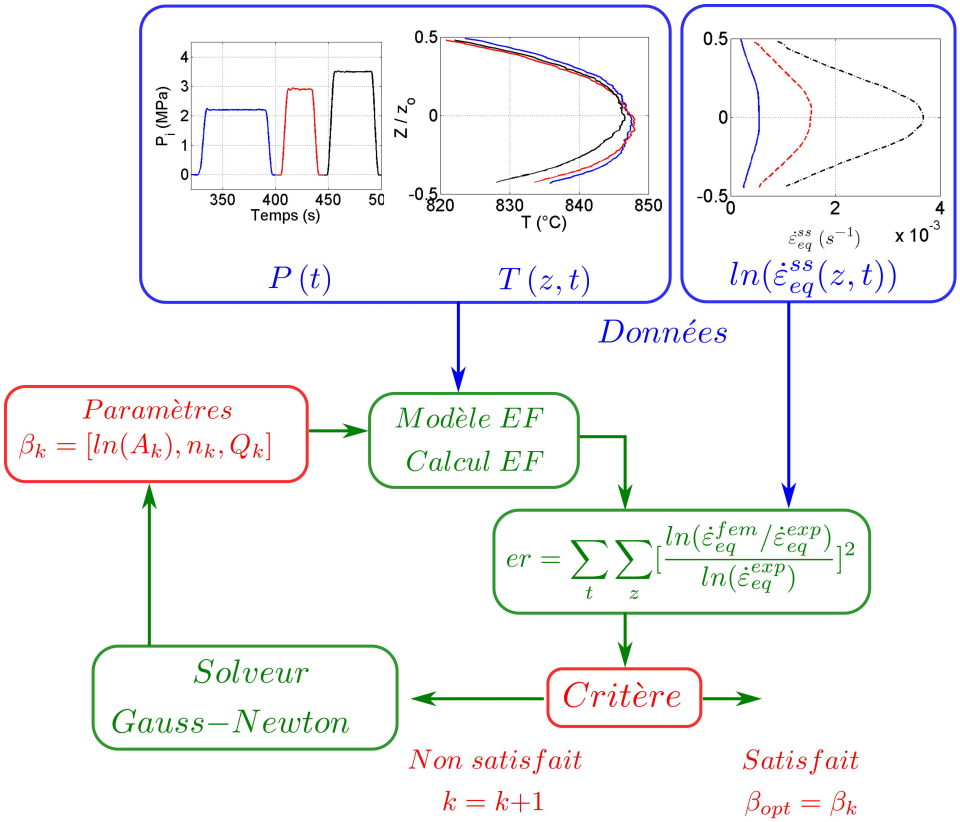


FIGURE 3.3 – Principe de l'optimisation du modèle de fluage secondaire, implémentée sous Matlab.

Avant d'appliquer l'algorithme aux essais, la procédure est qualifiée avec un

essai virtuel.

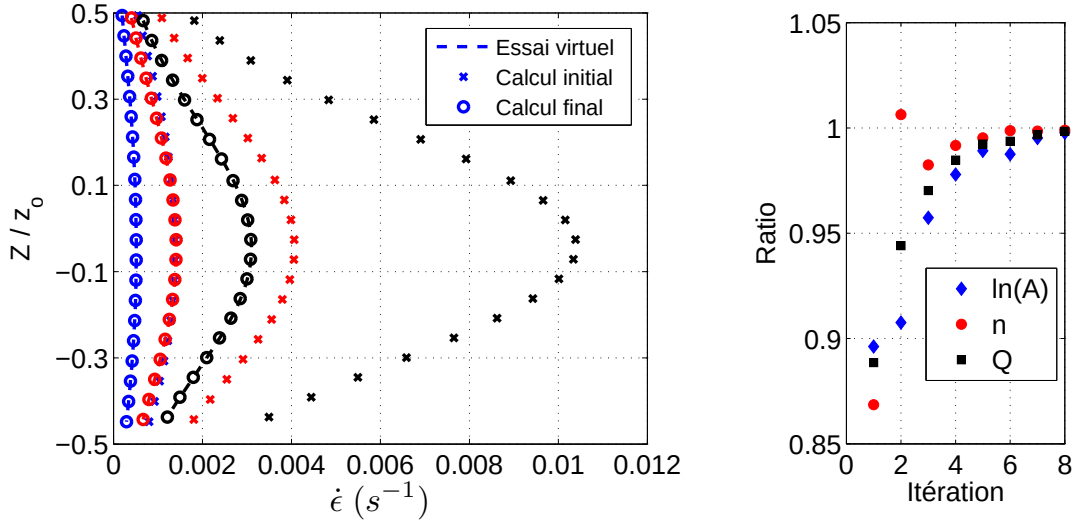
3.2.2.2 Validation

Le chargement thermo-mécanique utilisé correspond à l'essai présenté dans le chapitre 2 (section 2.6). Les paramètres des modèles de l'essai virtuel, du calcul initial et du calcul final sont rapportés dans le tableau 3.1.

TABLE 3.1 – Paramètres pour les différentes étapes de l'algorithme.

Étape	$ln(A)$ A en $MPa^{-n}.s^{-1}$	n	Q (kJ/mol)
Essai virtuel	26,80	3,22	405,1
Calcul initial	24,06	2,80	360
Calcul final	26,74	3,22	404,4

Les profils axiaux des vitesses de fluage secondaire calculés pour l'essai virtuel, les simulations EF initiale et finale sont tracées dans la figure 3.4a. Les profils axiaux correspondants à l'essai virtuel et à la simulation EF finale sont superposés. Cependant, cette information n'est pas suffisante, il faut comparer les paramètres obtenus pour la simulation finale et ceux imposés pour l'essai virtuel. Les paramètres normés par les paramètres de l'essai virtuel sont tracés en fonction des itérations sur la figure 3.4b. Les ratios convergent bien vers l'unité. Finalement, l'erreur sur les paramètres est inférieure à 0,2%, une fois que l'algorithme a convergé.



(a) Profils de $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$

(b) Ratio des paramètres

FIGURE 3.4 – Convergence de l'algorithme sur un essai virtuel.

La méthode de recalage du modèle de fluage secondaire par le calcul EF étant présentée et validée, elle est à présent applicable à l'essai réalisé à la consigne de 850 °C.

3.3 Application à un essai réalisé à 850 °C

À ce stade, la méthode du recalage de modèle de fluage secondaire par le calcul EF est présentée et validée. Elle est appliquée sur l'essai réalisé à la consigne de 850 °C (voir la section 2.6). La configuration complète, avec les quatre caméras, pour cet essai est donnée dans la figure 3.5.

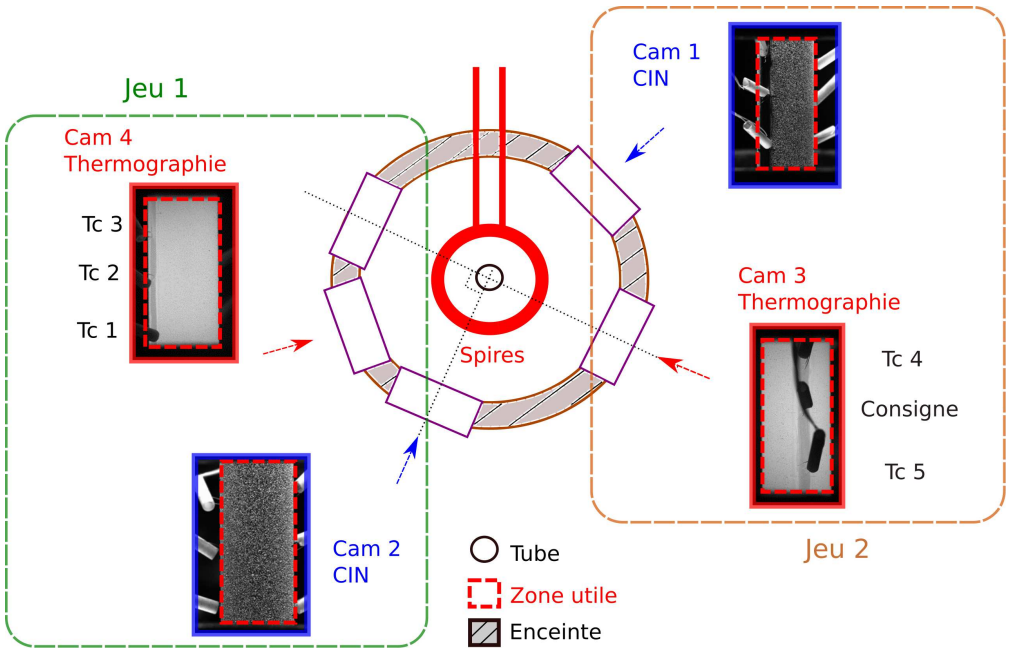


FIGURE 3.5 – Disposition des caméras autour de l'enceinte.

Deux jeux distincts de caméras sont définis sur cette figure. Le jeu 1 contient les caméras 4 et 2 respectivement dédiées à la thermographie et la CIN. Le jeu 2 contient les caméras 3 et 1 respectivement dédiées à la thermographie et la CIN.

3.3.1 Résultats de l'identification

Le jeu 1 est dans un premier temps considéré. Le modèle minimisant l'erreur *er* pour cet essai est :

$$\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss} = e^{32,8} \cdot \sigma^{3,41} \cdot exp(-\frac{466.10^3}{R \cdot T}) \quad \left[s^{-1}\right]. \tag{3.4}$$

Les profils axiaux des vitesses de fluage mesurés par CIN et calculés par la modélisation EF sont tracés sur la figure 3.6.

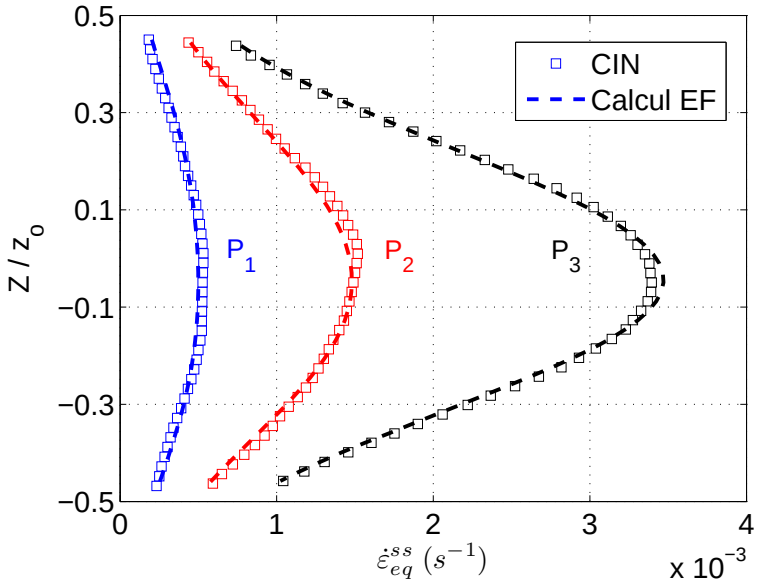


FIGURE 3.6 – Comparaison entre les données numériques et expérimentales.

L'écart entre les profils calculés et mesurés est très faible. La forme des distributions, directement liée à la distribution thermique, est bien respectée. L'écart quadratique moyen $< S_n >$ détaillé dans l'équation (3.5) est de 0,048.

$$< S_n >= \sqrt{\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{\dot{\varepsilon}_{eq}^{fem} - \dot{\varepsilon}_{eq}^{exp}}{\dot{\varepsilon}_{eq}^{exp}}\right)^2} \tag{3.5}$$

La méthodologie mise en place est composée d'un grand nombre d'étapes indépendantes (fabrication de l'éprouvette, montage du dispositif, des systèmes de mesures, traitement des données, modélisation, etc). Chacune de ces étapes est une source d'erreurs affectant la détermination des paramètres de la loi de comportement. Pour estimer cette erreur potentielle, le deuxième jeu de caméras est utilisé pour déterminer les paramètres de la loi, de manière indépendante.

Remarque

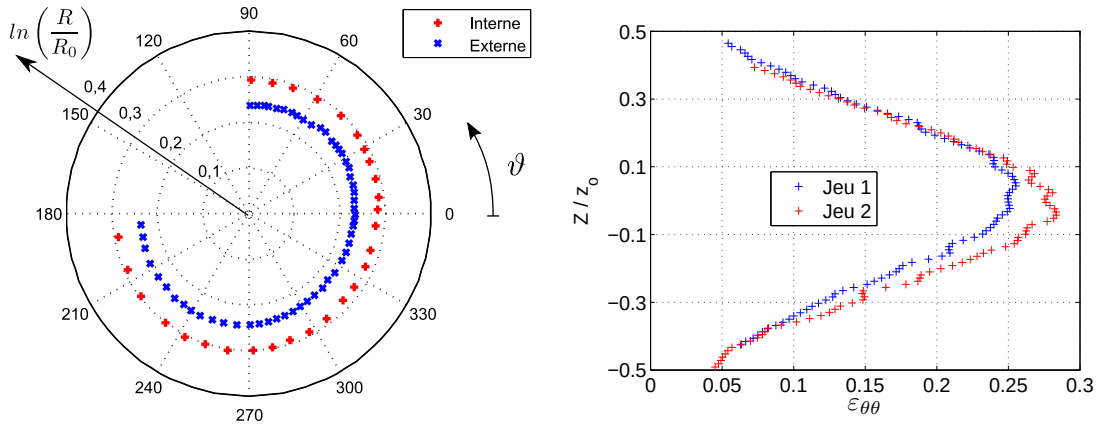
La caméra 3, du jeu 2, est dédiée à la thermographie. Comme la figure 3.5 l'illustre bien, la génératrice en vis-à-vis avec la caméra 3 n'est pas disponible pour réaliser la thermographie de manière satisfaisante. La zone à gauche la plus proche possible de la génératrice est donc utilisée, générant une erreur dans le calcul de la distribution thermique, du fait de l'angle entre l'axe optique du système et la normale à la surface.

Les résultats déterminés pour chacun des deux jeux de caméras sont rapportés dans le tableau 3.2.

TABLE 3.2 – Paramètres déterminés en utilisant les jeux 1 & 2.

Set	$ln(A)$ A en $MPa^{-n}.s^{-1}$	n	Q kJ/mol	$< Sn >$
1	32,8	3,41	466	0,048
2	26,80	3,57	404	0,10

Une différence maximale de 15% sur les paramètres est obtenue. La cohérence entre les deux jeux est bonne, d'autant plus que la thermographie n'est pas correctement appliquée pour le jeu 2. L'écart quadratique moyen pour le jeu 2 est de 0,1, indiquant que le modèle utilisé pour le jeu 2 corrèle moins bien les mesures que pour le jeu 1. À la vue de ces résultats, la modélisation axi-symétrique des essais semble être une hypothèse acceptable. Pour aller plus loin dans la critique du modèle axi-symétrique, une coupe transversale de la partie la plus ballonnée de l'éprouvette a été faite post-mortem. L'image de cette coupe est donnée en figure 3.7a.



(a) $\varepsilon_{\theta\theta}$ calculées d'après les rayons mesurés sur une métallographie de l'échantillon. (b) $\varepsilon_{\theta\theta}$ mesurés par la CIN avec les jeux 1 et 2.

FIGURE 3.7 – Une coupe transversale de l'éprouvette a été enrobée puis photographiée. Les rayons internes et externes sont mesurés à la cote axiale du milieu de l'éprouvette. Les déformations vraies sont alors calculées sur la circonférence et tracées en fonction d'une variable angulaire ϑ en figure (a). Les profils de $\varepsilon_{\theta\theta}$ calculés par CIN à partir des caméras 1 et 2 sont tracés en (b).

La section de l'éprouvette est annulaire en très bonne approximation, malgré une déformation circonférentielle macroscopique de l'ordre de $ln(\frac{D}{D_o}) = 0,23$. La distribution axiale des déformations circonférentielles mesurées par la CIN est tracée en figure 3.7b. L'observation post-mortem est en bon accord avec les mesures réalisées pendant l'essai. Pour rappel, le biais sur la dilatation dû au déplacement hors-plan n'a pas été enlevé dans cette figure, ce qui approximativement surestime

les déformations de 1%.

Les résultats présentés ci-dessus ont permis de valider le choix de la modélisation axi-symétrique. Ils permettent aussi de valider la qualité du montage et de la préparation des essais.

La loi déterminée à partir du jeu 1, donnée dans l'équation (3.4), est considérée comme validée.

3.3.2 Calcul EF versus CIN

L'optimisation de la loi de comportement est réalisée uniquement pour trois intervalles de temps, et sur des vitesses de fluage. Le modèle de fluage secondaire est-il suffisant pour que les déformations équivalentes calculées par la simulation et mesurées par la CIN soient comparables pour tout l'essai ?

Les courbes de déformation de trois points, situés dans la zone utile en surface externe du tube, calculées à partir des données d'essai et du calcul EF sont tracées dans la figure 3.8.

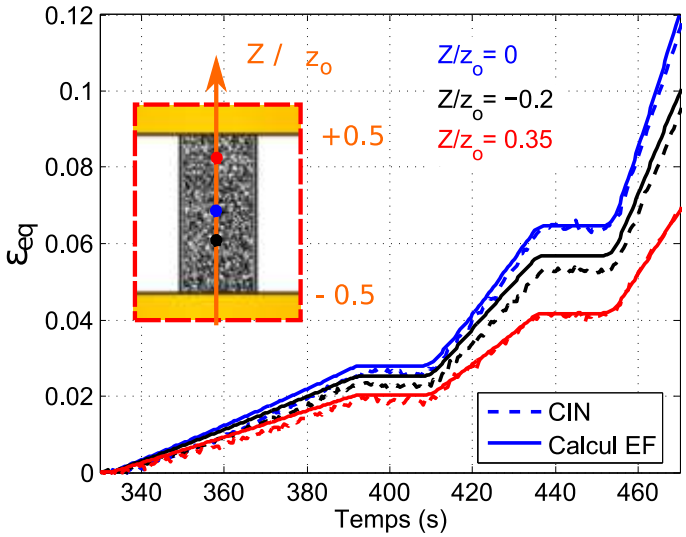


FIGURE 3.8 – Courbes de fluage de trois points situés en surface externe.

Les déformations équivalentes pour chacune des courbes sont comparables, validant la modélisation du fluage secondaire et sa capacité à décrire les déformations mesurées, pour ces conditions d'essai. Comme Hayes et Kassner [HAY 06, KAS 04] l'ont écrit à plusieurs reprises, les lois de type Norton sont une modélisation bien adaptée à la description du fluage des alliages de zirconium à haute température.

Les hypothèses et critères de modélisation étant validés, les résultats du recalage de modèle EF peuvent être exploités. Il est important de connaître le domaine de validité, en température et contrainte, de la loi de comportement

déterminée. Les mesures par thermographie sont utilisées pour déterminer le domaine de validité en température, correspondant à la plage de mesures dans la zone utile. Le calcul EF est analysé pour déterminer la plage de contraintes dans laquelle la loi est valide.

Les profils axiaux des contraintes sont calculés en surfaces interne et externe. Les contraintes équivalentes au sens de von Mises sont tracées dans la figure 3.9.

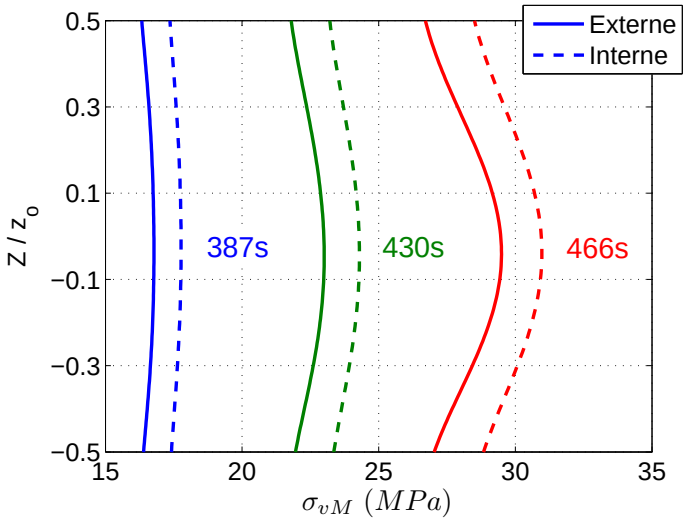


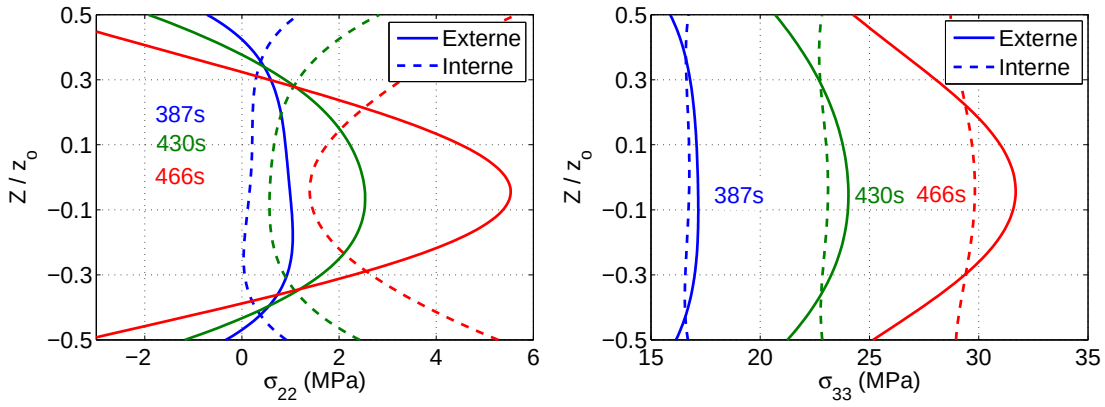
FIGURE 3.9 – Profil axial de σ_{vM}.

Comme la figure 3.8 l'illustre bien, la loi déterminée est valide jusqu'au temps d'essai de 470 s. Les profils axiaux des contraintes équivalentes, pour chacun des trois chargements, permettent de valider la loi de fluage déterminée pour des contraintes équivalentes de 16 à 31 MPa. Les profils axiaux des contraintes axiale et tangentielle sont respectivement tracés dans les figures 3.10a et 3.10b.

Les profils axiaux de σ_{22} et σ_{33} mettent bien en évidence que l'état de contrainte sur la hauteur et dans l'épaisseur de la gaine est très hétérogène. On retrouve bien les tendances attendues et schématisées dans la figure 3.1. Du fait de la formation du ballon, l'état de contrainte dévie du cas uni-axial $\sigma_{22} = 0$ MPa, surtout respecté au cours du premier chargement en pression interne. Ces résultats justifient bien l'utilisation du recalage de modèle par calcul élément finis.

Études de sensibilité

L'influence de l'extrapolation du profil thermique, mesuré dans la zone utile, par la somme de sinus jusqu'aux extrémités du modèle EF est étudiée dans l'annexe A. L'effet mineur de l'incertitude de la mesure par thermocouple y est aussi abordé.



(a) Profil axial de σ_{22}.

(b) Profil axial de σ_{33}.

FIGURE 3.10 – Distributions des contraintes calculées sur la hauteur de la zone utile.

3.3.3 Conclusions sur la méthode

Un essai réalisé à 850 °C a servi d'exemple pour comparer les données calculées par une simulation par éléments finis de l'essai à celles des mesures expérimentales. Les choix de modélisation axi-symétrique, du critère isotrope et de la loi de comportement se révèlent justifiés par l'accord entre les résultats du calcul numérique et les mesures. Le domaine de validité en température de la loi identifiée est déterminé d'après les profils axiaux mesurés par thermographie, et pour les contraintes à partir du traitement des calculs EF. La robustesse de la mesure par thermographie PIR couplée à la mesure par thermocouple a été démontrée par des études de sensibilités sur les paramètres déterminés de l'extrapolation des profils thermiques et de l'incertitude de la mesure par thermocouples (voir l'annexe A).

Pour l'essai présenté, une seule loi de comportement a suffi à modéliser le comportement en fluage du tube pour les trois chargements en pression interne. Pour les prochains essais présentés, l'identification de loi de comportement est généralement découpée en 2 sous-étapes illustrées dans la figure 3.11 :

- Les deux premiers chargements aux pressions internes P_1 et P_2 sont considérés. Les paramètres $ln(A_1)$, n_1 et Q_1 sont déterminés par le recalage de modèle.

- La loi déterminée à l'étape précédente permet de modéliser le fluage du tube jusqu'à t_1. Un deuxième recalage de modèle de fluage secondaire est alors réalisé pour déterminer la loi de comportement modélisant les deux derniers chargements aux pressions internes P_2 et P_3.

Ce découplage des essais permet d'étudier finement l'influence de la contrainte σ_{vM} sur la vitesse de fluage secondaire $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$.

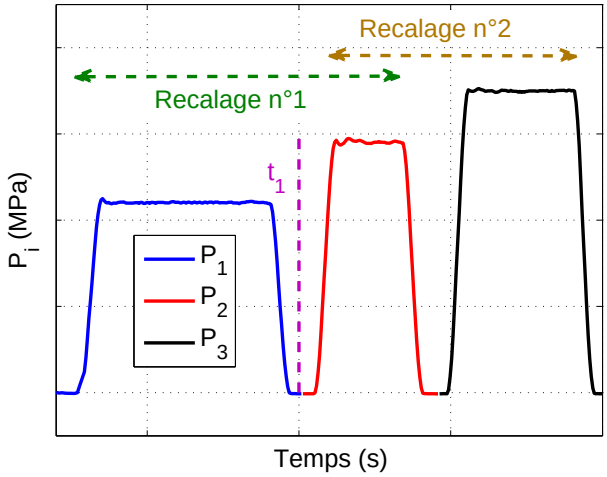


FIGURE 3.11 – Profil axial de σ_{vM}.

3.4 Évaluation du comportement en fluage pour une gamme étendue de contraintes et de températures

3.4.1 Conditions des essais

Neuf essais de ballonnement ont été réalisés sur des éprouvettes vierges à des températures de 750 à 850 °C et des pressions internes de 1 à 5 MPa. Les conditions de chargement thermique et mécanique sont détaillés dans le tableau 3.3.

TABLE 3.3 – Conditions des 9 essais sur le Zr-4 détendu.

Éprouvette	T (°C) [min, max]	P_i (MPa) P_1	P_2	P_3	Nombre d'étapes de recalage
AR-1	[831, 848]	1,04	1,65	2,24	2
AR-2	[831, 848]	2,17	2,89	3,51	1
AR-3	[810, 828]	2,75	3,33	3,86	2
AR-4	[781, 799]	1,48	2,66	⊘	1
AR-5	[778, 798]	2,75	3,33	3,86	2
AR-6	[780, 800]	4,03	4,52	5,04	2
AR-7	[747, 767]	3,05	3,70	4,89	2
AR-8	[755, 775]	2,60	3,35	4,25	2
AR-9	[785, 810]	3,90	4,30	⊘	1

Remarques et observations :

La durée de chacun des paliers en pression est estimée de manière à déformer au maximum le tube de 4% par chargement. Certains chargements ont induit des déformations allant jusqu'à 6%. De ce cas, deux profils de vitesse de fluage sont pris en compte par pression interne.

Pour chacun de ces essais, les mesures par thermographie et corrélation d'images numériques sont réalisées sur la génératrice en vis-à-vis avec les caméras concernées. La disposition des caméras, la loi radiométrique déterminée et les images prises par les caméras sont rapportées dans l'annexe B.

Les éprouvettes AR-4 et AR-9 ne sont soumises qu'à deux niveaux de pression interne, et AR-2 est le seul essai avec 3 chargements en pression interne pour lequel une seule étape d'identification est réalisée.

3.4.2 Résultats

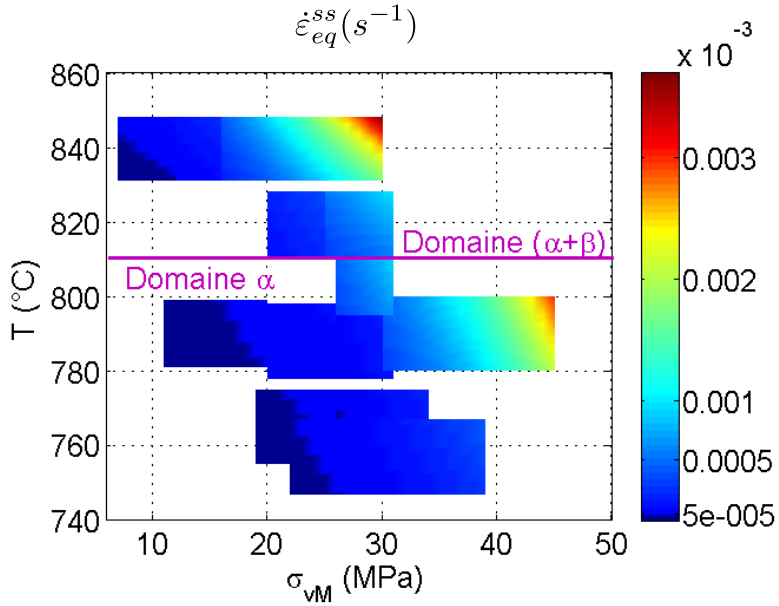
TABLE 3.4 – Paramètres déterminés par le recalage de modèle.

Éprouvette	Chargements	$ln(A)$ A in $MPa^{-n}.s^{-1}$	n	Q kJ/mol	$< S_n >$
AR-1	1 & 2	46,6	1,08	543	0,079
-	2 & 3	47,5	2,15	576	0,051
AR-2	1 & 3	32,8	3,41	466	0,048
AR-3	1 & 2	14,2	2,77	283	0,062
-	2 & 3	17,8	2,89	317	0,062
AR-4	1 & 2	6,60	1,87	192	0,058
AR-5	1 & 2	9,48	1,16	198	0,024
-	2 & 3	-1,33	4,69	206	0,029
AR-6	1 & 2	-1,19	4,42	192	0,028
-	2 & 3	-5,18	5,08	178	0,040
AR-7	1 & 2	3,01	2,52	178	0,0341
-	2 & 3	-3,45	4,71	186	0,027
AR-8	1 & 2	0,47	1,27	123	0,032
-	2 & 3	-7,68	4,39	142	0,062
AR-9	1 & 2	6,16	3,98	223	0,056

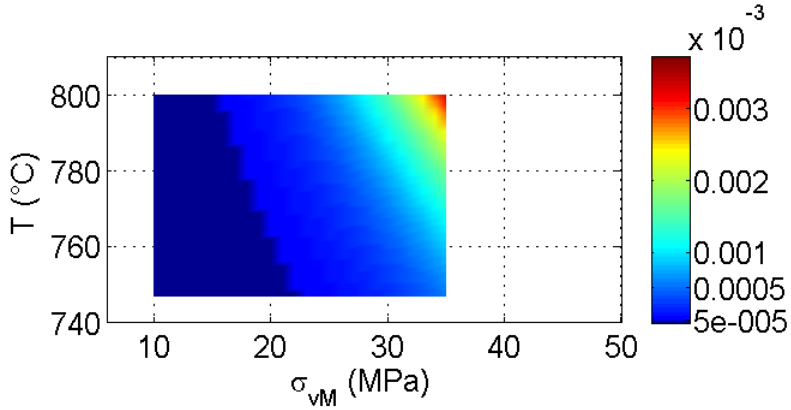
Le tableau 3.4 rassemble les paramètres de la loi de fluage secondaire déterminés pour chacune des étapes d'identification. L'écart quadratique moyen $< S_n >$ est déterminé pour chaque recalage, avec un maximum de 7,9%, pour la première étape associée à l'éprouvette AR-1, qui reste acceptable.

3.4.2.1 Vitesses de fluage

En utilisant les lois déterminées par le recalage de modèle par calcul EF, $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$ peut être calculée en tout point de son domaine de validité. La cartographie des vitesses de fluage secondaire présentée en figure 3.12a dans le domaine (T, σ_{vM}) est basée sur ce calcul.



(a) Cartographie de $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}(T, \sigma_{vM})$ dans le domaine de notre étude.



(b) Cartographie de $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}(T, \sigma_{vM})$ d'après S. Fréchinet [FRÉ 01].

FIGURE 3.12 – Les vitesses de fluage calculées à partir des modèles recalés par les calculs EF sont tracées dans leurs domaines de validité en figure (a), et les modèles déterminés par Fréchinet sont tracés dans le domaine α en figure (b).

Les lignes iso-$\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$ sont cohérentes entre les différents essais. La ligne violette représentée sur cette figure et les suivantes correspond à la température de transition $T_{\alpha+\beta}$ de 810 °C entre le domaine α et le domaine biphasé ($\alpha + \beta$) pour du Zr-4

vierge. La loi déterminée par Fréchinet (voir l'équation (1.9)) est tracée de la même manière dans 3.12b, le domaine de validité tiré de la figure III-18 du manuscrit de thèse de S. Fréchinet. Les vitesses de fluage secondaire sont cohérentes pour les basses contraintes, mais les vitesses de fluage déterminées par nos essais pour des contraintes de l'ordre de 30 MPa sont moins importantes.

La méthode mise en place permet aussi d'obtenir les cartographies $n(T, \sigma_{vM})$ et $Q(T, \sigma_{vM})$ respectivement représentées en figures 3.13 et 3.14. Pour rappel, les études présentées dans l'état de l'art exploitent des essais menés à une contrainte (ou plusieurs pour Fréchinet) et une température. Les essais (qui nous intéressent) sont réalisés à des température de 750, 800, et 850 °C. Les points résultants de ces essais sont ensuite utilisés pour déterminer les paramètres d'une loi de comportement de manière homogène sur des domaines étendus en température. La comparaison des résultats présentés dans la suite avec la littérature est difficile, et à prendre avec recul, car le domaine de notre étude est petit et les résultats sont donnés de manière « locale ».

3.4.2.2 Exposant de Norton

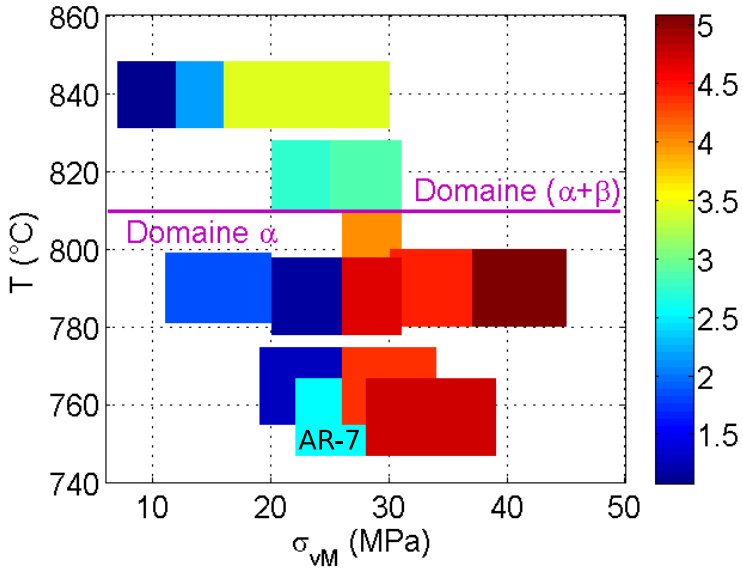


FIGURE 3.13 – Cartographie de l'exposant de Norton dans le domaine de l'étude.

Dans le domaine $\alpha + \beta$

L'exposant de Norton le plus élevé dans le domaine biphasé est $n = 3,41$, déterminé pour l'essai AR-2 et valide pour des contraintes équivalentes de 16 à 31 MPa. Le mécanisme de fluage associé à cette plage de température et contrainte est donc établi de manière fiable. Pour l'essai AR-3, bien que la caractérisation du

comportement soit effectuée en deux étapes, les exposants de Norton sont égaux à 2,77 et 2,89. Si on s'intéresse plutôt au paramètre de sensibilité à la vitesse de fluage $m = \frac{1}{n}$, il est très proche de celui déterminé par Garde *et al.* [GAR 78], pour une température de 850 °C (voir la section 1.3.2).

Les travaux numériques récemment proposés par Massih *et al.* [MAS 15] visent à coupler cette diffusion à la modélisation du mélange des phases dans le domaine biphasé et à unifier les données expérimentales disponibles liée aux essais sur des gaines en Zr-1wt%Nb et en Zircaloy-4. Les exposants de Norton résultants de cette étude sont $n_\alpha = 3,45$ et $n_\beta = 3,35$, où notre approche phénoménologique permet de déterminer $n = 3,41$.

Les exposants de Norton déterminés pour AR-1 sont 1.08 et 2.05. L'exposant de Norton proche de l'unité est généralement associé à un mécanisme de fluage par diffusion. D'après ces résultats, la transition entre les supposés mécanismes de diffusion et de glissement aux joints de grains se produit entre 12 et 16 MPa pour des températures de 830 à 850 °C.

Dans le domaine α

Une transition très nette est constatée sur les exposants de Norton de l'ordre de l'unité puis brutalement entre 4 et 5. La contrainte équivalente critique se situe entre 24 et 26 MPa. Dans le domaine α, la littérature fait état de deux mécanismes de fluage à basses et hautes contraintes. Le fluage par diffusion est associé aux faibles contraintes [HAY 02, FIA 91] et le fluage par montée des dislocations est associé aux contraintes plus élevées [KAD 04, ROS 78]. L'analyse donnée dans [KAD 04] des essais sur des éprouvettes de traction en Zr-4 fait état d'une transition d'un mécanisme de fluage à l'autre vers 15 MPa.

L'exposant de Norton déterminé à partir des deux premiers chargements appliqués à l'éprouvette AR-7 semble ne pas être cohérent avec le mécanisme de fluage par diffusion. Cependant, il est très probable que les conditions en contrainte soient dans le cas de la figure 1.8a : les pressions internes appliquées P_1 et P_2 n'induisent pas le même mécanisme de déformation. On peut supposer que la frontière entre les mécanismes dominants de fluage par diffusion et dislocation se situe entre 22 et 28 MPa pour des températures comprises entre 747 et 767 °C.

3.4.2.3 Énergie d'activation

La figure 3.14, qui représente l'énergie d'activation déterminée pour chacune des étapes d'identification, montre une frontière très marquée à la température 810 °C. Les résultats des essais de Garde *et al* tracés dans la figure 22 de [GAR 78] montrent aussi cette frontière pour les trois températures 700, 800 et 850 °C explorées pour les deux contraintes supérieures à 10 MPa, bien que leur interpolation soit faite linéairement pour déterminer l'énergie d'activation correspondante.

Dans le domaine α

Les énergies d'activation sont très homogènes et vont de 123 à 206 kJ/mol pour les températures inférieures à 800 °C. C'est bien l'ordre de grandeur qui est donné par la littérature. Cependant la littérature associe souvent une énergie d'activation par mécanisme de fluage (diffusion et dislocation) [KAD 04, MAS 13], ce qui n'est pas obtenu par ces résultats.

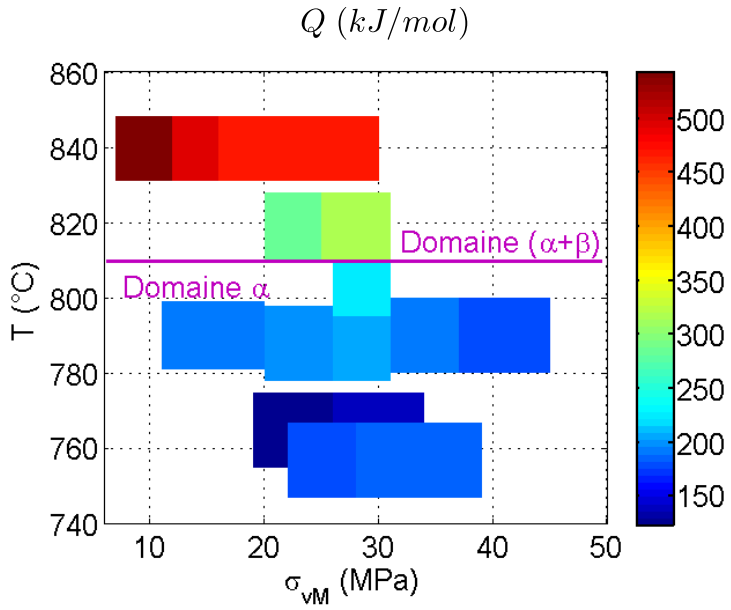


FIGURE 3.14 – Cartographie de l'énergie d'activation dans le domaine de l'étude.

Dans le domaine $\alpha + \beta$

De 800 à 850 °C, l'énergie d'activation augmente avec la température. L'ordre de grandeur est environ le double de celle déterminée dans le domaine α. La littérature rapporte des ordres de grandeur d'environ 350 kJ/mol, toujours sur 3 à 4 points de mesures. Pour rappel, l'interprétation des données de Fréchinet par la figure 1.14b montre bien une augmentation de l'énergie d'activation entre 750 et 850 °C, jusqu'à atteindre environ 400 kJ/mol. À ces températures, les joints de grains donnent naissance à un film de phase β ce qui permet un glissement aux joints de grains et induit une superplasticité. Dans nos essais, le chargement mécanique est appliqué une fois que la consigne en température est atteinte, garantissant une faible quantité de phase β aux joints de grains.

L'analyse des essais indépendamment les uns des autres a permis de mettre en évidence :

- la différence entre le comportement en fluage dans les domaines α et biphasé,
- une contrainte limite $\sigma \sim 25$ MPa entre un exposant de Norton proche de l'unité et de l'ordre de 4-5 dans le domaine α. D'après la littérature, un mécanisme de fluage par diffusion est dominant à faible contrainte, et un mécanisme de fluage

par montée des dislocations contrôle le fluage pour des contraintes plus élevées, ce qui est cohérent avec les résultats des essais.

Pour implémenter les lois de comportement modélisant le fluage dans le domaine α dans le code de calcul DRACCAR, il est intéressant d'homogénéiser le comportement des essais sur des plages en contraintes et températures plus importantes que celles des essais.

3.4.3 Couplage de plusieurs essais

Les essais réalisés dans le domaine α sont séparés en trois jeux de données en fonction de la contrainte, et de la vitesse de fluage secondaire. Les références des éprouvettes utilisées pour chacune des identifications sont aussi rapportées dans le tableau, tout comme l'écart quadratique moyen et les paramètres déterminés. Les conditions thermo-mécaniques dans lesquelles les lois sont valides sont données dans le tableau 3.5.

TABLE 3.5 – Lois de comportement identifiées dans le domaine α.

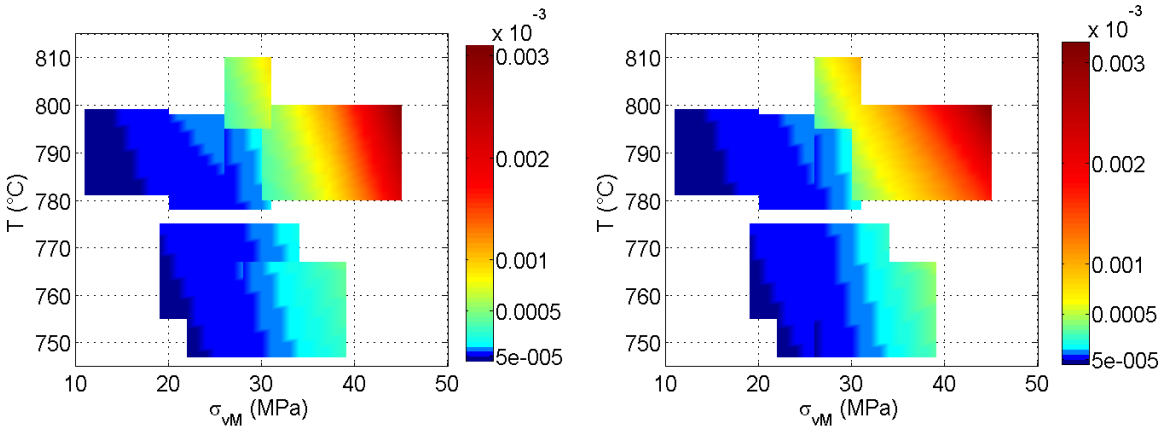
T °C	σ_{vM} MPa	$\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$ s^{-1}	Éprouvettes	A $MPa^{-n}.s^{-1}$	n	Q kJ/mol	$< S_n >$
748-798	12-26		4 5 7 8	$e^{2,46}$	1,66	150	0,095
748-798	26-38	$< 4,10^{-4}$	5 7 8	$e^{-6,95}$	4,9	168	0,094
780-809	30-47	$> 4,10^{-4}$	6 9	$e^{12,2}$	3,92	293	0,19

$< S_n >$ reste inférieur à 20% pour chacun des recalages de modèle, ce qui est acceptable. Les vitesses de fluage calculées à partir des modèles déterminés par des recalages indépendants et communs sont respectivement tracés dans les figures 3.15a et 3.15b dans les domaines de validité respectifs. Les lois déterminées respectent bien les tendances préalablement obtenues.

En utilisant les données d'essais menés à des températures entre 748 et 798 °C, les énergies d'activation moyennes déterminées sont comprises entre 150 et 168 kJ/mol. Elle sont moins importantes que celles recalant le modèle de fluage pour chacun des essais comprises, pour la plupart, entre 170 et 206 kJ/mol.

Pour $\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss} > 4.10^{-4}$ s^{-1}, l'énergie d'activation déterminée est de 293 kJ/mol, alors que les paramètres Q précédemment déterminés sont entre 178 et 223 kJ/mol. On voit apparaître les ordres de grandeurs donnés par S. Fréchinet ($Q = 316$ kJ/mol pour des contraintes élevées, et des températures entre 700 et 800 °C).

Les paramètres moyens permettent de modéliser le fluage secondaire sur des plages de température et contrainte plus étendues, mais s'éloignent des paramètres représentant le plus fidèlement les essais. L'énergie d'activation est le paramètre le plus impacté par ce constat.



(a) Identification indépendantes (b) Unification

FIGURE 3.15 – Comparaison des vitesses de fluage calculées avec les lois identifiées (a) indépendamment et (b) pour plusieurs conditions d'essai.

Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'optimisation des essais pour la détermination de loi de comportement. Les essais et mesures sont couplés à un recalage de modèle de fluage secondaire par des calculs EF dans le but de déterminer le comportement au fluage des gaines de Zr-4 dans des conditions thermo-mécaniques représentatives d'un APRP. Cette approche permet de réduire très significativement le nombre d'essais à réaliser pour obtenir une loi de comportement représentative du fluage du matériau dans une gamme de températures de 20 °C. En jouant sur le niveau de pression interne appliquée au tube et sur la durée du chargement mécanique, il est possible de s'intéresser à des zones plus ou moins étendues en contrainte équivalente et de modéliser le fluage secondaire de la gaine dans ce domaine.

Une représentation axi-symétrique du problème est choisie, et seule la partie du tube entre les raccords est modélisée. Les résultats des mesures cinématiques et les mesures *post-mortem* de diamètre dans la section droite du ballon confirment cette hypothèse. Les températures mesurées dans la zone utile sont approchées par une somme de sinus et extrapolées jusqu'aux raccords. L'influence de cette extrapolation a été étudiée et est négligeable sur la détermination des paramètres de la loi de comportement. Les vitesses de fluage secondaire de la simulation sont calculées de la même manière que pour les essais. Le modèle de fluage est mis à jour pour minimiser l'écart entre les profils axiaux des vitesses de fluage calculés à partir du calcul EF et des mesures. Ce choix de la fonction erreur, qui tient compte uniquement du fluage secondaire pour les différents chargements mécaniques, permet de modéliser la déformation de la gaine dans toute la zone utile et au cours de tout l'essai de manière fiable. Cette méthodologie est dans un premier

temps validée par l'application à un essai virtuel, puis appliquée à 9 essais réalisés pour des températures entre 750 et 850 °C et des contraintes entre 7 et 47 MPa.

Les résultats d'un essai réalisé à une consigne en température de 850 °C mettent en évidence la bonne concordance entre les essais et la modélisation. La loi de comportement choisie représente bien le fluage anisotherme de la gaine. Au cours de l'essai, une flexion de plus en plus prononcée s'installe produisant un état de contraintes hétérogène dans la zone utile. De plus, plusieurs pressions internes sont appliquées au tube, ce qui permet de valider la loi de comportement sur une plage de contraintes étendue. Les cartographies des vitesses de fluage secondaire, de l'exposant de Norton et de l'énergie d'activation en fonction des conditions thermo-mécaniques de chacun des essais sont le résultat principal de cette méthodologie. Les cartographies mettent en évidence l'influence de la transformation de phase $\alpha \rightarrow \alpha + \beta$ (et donc de la micro-structure) sur l'énergie d'activation. Dans le domaine biphasé, les ordres de grandeurs de Q et n sont en bon accord avec les mécanismes de fluage par diffusion et glissement aux joints de grains respectivement associés dans la littérature [GAR 78] aux faibles et moyennes contraintes.

Dans le domaine α, deux sous-domaines se distinguent sur la cartographie de $n(T, \sigma_{vM})$: les exposants de Norton au voisinage de l'unité et les exposants entre 4 et 5. Ces deux domaines sont observés dans la littérature et généralement associés respectivement à des mécanismes de fluage par diffusion et montée des dislocations. La cartographie des vitesses de fluage met en évidence un comportement différent pour des vitesses de fluage supérieures à 4.10^{-4} s^{-1}.

En se basant sur ces trois observations, trois lois de comportement sont déterminées dans le domaine α en fonction de la contrainte et de la vitesse de fluage. Les paramètres moyens obtenus sont plus éloignés du comportement mesuré pour chacun des essais mais ont le mérite de pouvoir être implémentés dans le code de calcul DRACCAR.

Au cours de leur vie en réacteur les gaines de Zr-4 absorbent de l'hydrogène et s'oxydent en surface externe au contact de l'eau pressurisée. La présence d'hydrogène est connue pour fragiliser les métaux, et l'oxyde pour augmenter la résistance au fluage. Prédire le comportement d'une gaine oxydée et hydrurée est d'un grand intérêt dans le but de modéliser et analyser les scénarios accidentels des combustibles nucléaires.

Chapitre 4

Vers une meilleure compréhension du fluage à 800 °C de gaines pré-oxydées et soumises à une pression interne

Pendant le fonctionnement normal en réacteur, les gaines de Zr-4 s'oxydent a minima en surface externe et se chargent en hydrogène. Les effets sur le comportement en fluage du Zr-4 de ces deux modifications sont étudiés dans ce dernier chapitre. Les échantillons sont pré-oxydés en surfaces interne et externe. L'épaisseur des couches de ZrO_2 des éprouvettes testées est de 10 μm. Cette pré-oxydation induit aussi un chargement en hydrogène de l'ordre de [H]=130 wppm. Des essais sont dans un premier temps réalisés sur des éprouvettes seulement pré-hydrurées par voie gazeuse et sont comparés à leur essai jumeau réalisé sur du Zr-4 vierge. La présence d'hydrogène ne semble pas affecter de manière importante le comportement en fluage dans le domaine d'étude, mais induit une rupture prématurée de la gaine à 825 °C.

Le comportement au fluage d'une éprouvette pré-oxydée (POX) est ensuite comparé à celui du matériau vierge pour un essai à 800 °C. Une forte résistance au fluage est observée à basse contrainte pour le matériau POX. Pour mieux comprendre cette observation, un essai à pression interne constante de 3,65 MPa est mené sur une éprouvette POX à 800 °C. Le comportement en fluage de l'échantillon POX est modifié à une déformation d'environ $\varepsilon_{\theta\theta} = 1.1\%$, pour laquelle les couches de ZrO_2 et de $\alpha(O)$ se fissurent. La déformation est alors localisée dans les zones où le métal est « à nu ».

Sommaire

4.1 Influence de la présence d'hydrogène sur le comportement au fluage 99
4.1.1 Introduction 99
4.1.2 Conditions des essais 102
4.1.3 Résultats des essais 104
4.2 Comportement thermo-mécanique à 800 °C d'une gaine pré-oxydée 110
4.2.1 Introduction 110
4.2.2 Fabrication des éprouvettes 112
4.2.3 Comparaison du fluage à 800 °C des matériaux vierge et pré-oxydé 113
4.2.4 Étude de la fissuration de la couche d'oxyde 120
4.2.5 Vers la modélisation du comportement en fluage du Zr-4 pré-oxydé 124
4.3 Conclusion 125

4.1 Influence de la présence d'hydrogène sur le comportement au fluage

Les éprouvettes pré-oxydées et pré-hydrurées utilisées pour étudier l'influence de la zircone sur le fluage secondaire des gaines possèdent une teneur en hydrogène moyenne initiale $[H]_0 \simeq 130$ wppm. Pour mieux comprendre le comportement des gaines pré-oxydées, les études de l'influence d'une teneur en hydrogène de 130 wppm et des couches de ZrO_2+$\alpha\,(O)$ sur le fluage du Zr-4 sont découplées.

4.1.1 Introduction

Brachet *et al.* ont évalué l'effet de la teneur en hydrogène sur la transformation de phase, le comportement au fluage et l'éclatement de gaines en Zr-4 en réalisant des essais de fluage, des rampes thermiques à pression interne constante et des essais uniquement thermiques avec le dispositif EDGAR [BRA 02].

La mesure par calorimétrie mise en place sur ce dispositif et détaillée par Forgeron *et al.* [FOR 00] donne, entre autres, accès à la cinétique de transformation de phase $\alpha \rightarrow \alpha + \beta$. À partir de cette cinétique, qui dépend de la vitesse de chauffage, il est possible de déterminer à quelle température $T_{\alpha\rightarrow\alpha+\beta}$ débute la transformation. Des essais ont été dédiés à l'étude de l'influence de la teneur en hydrogène dans le Zy-4 sur la température $T_{\alpha\rightarrow\alpha+\beta}$. La figure 4.1, extraite de [BRA 02], rapporte les températures déterminées pour des vitesses de chauffage et de refroidissement de $|\dot{T}| = 10$ °C.min^{-1}. La ligne noire représentée sur ce graphique correspond à la température $T_{\alpha\rightarrow\alpha+\beta}$ à l'équilibre estimée d'après les valeurs mesurées au chauffage et au refroidissement.

$T_{\alpha\rightarrow\alpha+\beta}$ diminue d'environ 16 °C tous les 100 wppm. La présence d'hydrogène favorise la transformation de phase, ce qui modifie la micro-structure. Comme les phénomènes thermiquement activés sont très dépendants de la micro-structure, la réponse du matériau hydruré à une sollicitation thermo-mécanique représentative de l'APRP risque d'être modifiée par la teneur en hydrogène. Brachet *et al.* évaluent les performances en fluage du matériau pré-hydruré en analysant les temps à rupture pour des essais de fluage à température et pression interne constantes. Sous l'hypothèse que le comportement du matériau s'écrit sous la forme d'une loi de Norton et que le gonflement est uniforme, les auteurs supposent que le temps à rupture t_{rup} s'exprime selon l'équation (4.1) en fonction de la contrainte initiale σ_0 exprimée en MPa et de la déformation ε.

$$ln\,(t_{rup}) = K\,(\varepsilon) - n \cdot ln\,(\sigma_0) \tag{4.1}$$

Cette formulation suppose aussi que le matériau rompt par épuisement de ductilité. Les logarithmes des temps à rupture obtenus par Brachet *et al.* sont tracés en fonction de $ln\,(\sigma_0)$ dans la figure 4.2 pour du matériau vierge et pré-hydruré

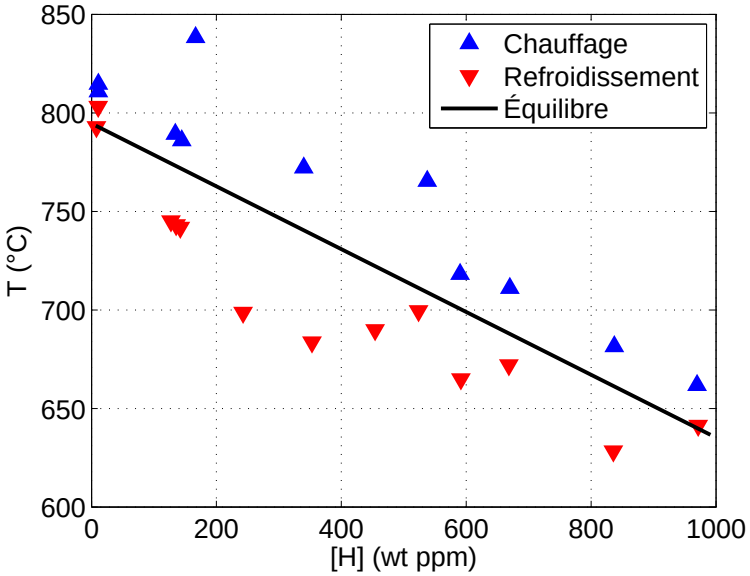


FIGURE 4.1 – Effet de la teneur en hydrogène sur $T_{\alpha\rightarrow\alpha+\beta}$ [BRA 02].

à 600 wppm, et des températures de 700, 800 et 850 °C. Une simple régression linéaire sur chaque jeu de données permet d'extraire l'exposant de Norton, annoté pour chaque courbe sur la figure.

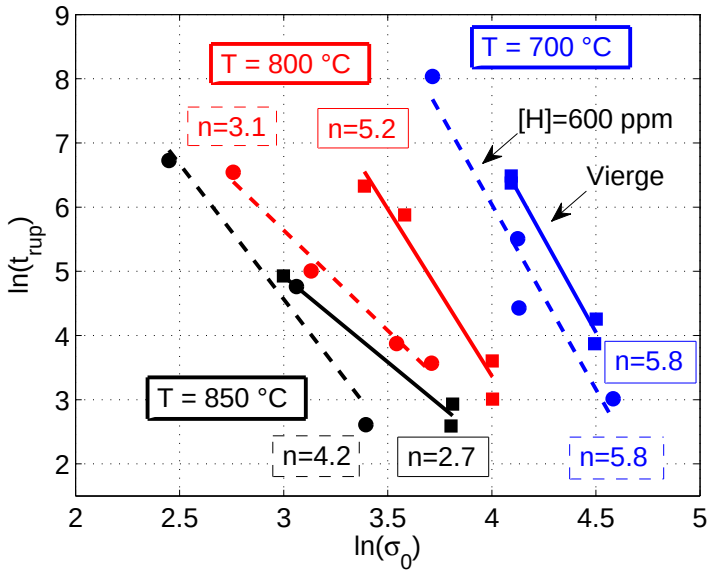


FIGURE 4.2 – Temps à rupture en fonction de la contrainte initiale σ_0 du Zy-4 vierge et pré-hydruré ([H]=600 ppm) pour les essais EDGAR [BRA 02].

En utilisant les résultats obtenus sur la cinétique de transformation de phase,

on peut supposer que le Zr se trouve en phase α pour les deux matériaux à 700 °C. Les exposants de Norton déterminés d'après les données de Brachet *et al.* sont identiques. Pour la température de 800 °C, les éprouvettes pré-hydrurées se trouvent dans le domaine bi-phasé. L'ordre de grandeur de n déterminé à cette température pour les éprouvettes pré-hydrurées est moins élevé que pour les éprouvettes vierges. Il est proche de celui déterminé dans le cas de la superplasticité supposée dans le domaine bi-phasé pour le matériau vierge. Les courbes $ln\left(t_{rup}\right) = f\left(ln\left(\sigma_0\right)\right)$ à 850 °C du Zy-4 et à 800 °C du matériau pré-hydruré à 600 wppm sont assez similaires.

Les auteurs ont réalisé des mesures *post-mortem* de l'allongement circonférentiel A_t (voir équation (4.2), avec L la distance curviligne entre les lèvres de la fissure et D_0 le diamètre initial) à rupture des éprouvettes.

$$A_t = 100 \cdot \frac{L - \pi D_0}{\pi D_0} \tag{4.2}$$

Les résultats importants pour notre étude sont tracés dans la figure 4.3.

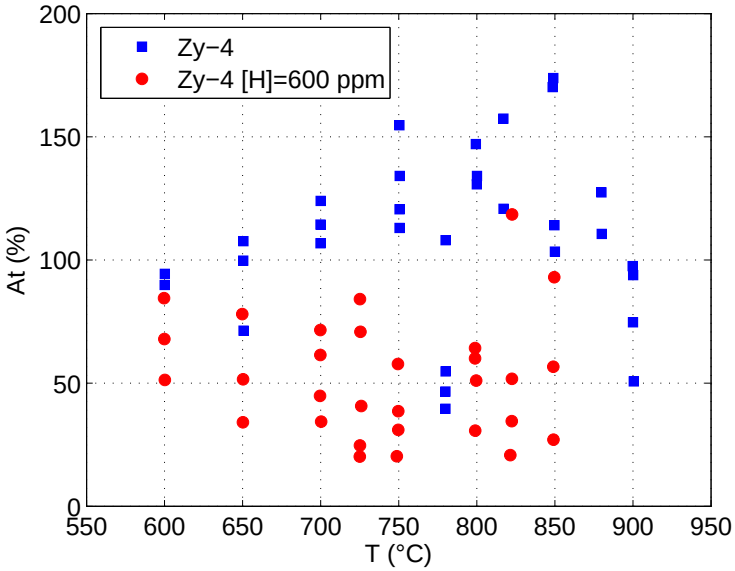


FIGURE 4.3 – Allongement à rupture du Zy-4 vierge et pré-hydruré ([H]=600 ppm) d'après les essais EDGAR [BRA 02]

La présence d'hydrogène diminue clairement l'allongement circonférentiel At à rupture du Zy-4, notamment entre 800 et 850 °C où le Zy-4 présente les caractéristiques de la superplasticité.

Quelques essais de fluage sur des éprouvettes pré-hydrurées à 100 wppm ont aussi été réalisés par C. Dominguez [DOM 16]. Ces essais montrent que le

comportement au fluage secondaire du Zy-4 vierge et pré-hydruré à 850 °C pour une contrainte de 20 MPa est similaire, et que le matériau pré-hydruré se déforme plus rapidement pour une contrainte de 10 MPa.

4.1.2 Conditions des essais

Éprouvettes

Trois essais sont réalisés pour comparer le comportement thermo-mécanique du Zr-4 vierge et pré-hydruré à 130 wppm. Les tubes sont chargés par voie gazeuse sous ultra-vide à l'École Centrale de Paris à une température de 420 °C. Le procédé permet d'obtenir une zone homogène en teneur en hydrogène longue de 70 mm à partir d'une des extrémités de l'éprouvette. Dans notre étude, la zone qui se déforme est située à $Z = \pm 25$ mm, et la zone *inter*-mors se situe entre -29 et 29 mm. La longueur des tubes chargés par le dispositif de l'ECP est limitée à 90 mm. La teneur en hydrogène initiale ne peut être mesurée sur les éprouvettes testées car elle nécessite la découpe d'une partie de l'échantillon. Un des tubes chargés a été dédié à cette analyse. Le profil est tracé dans la figure 4.4.

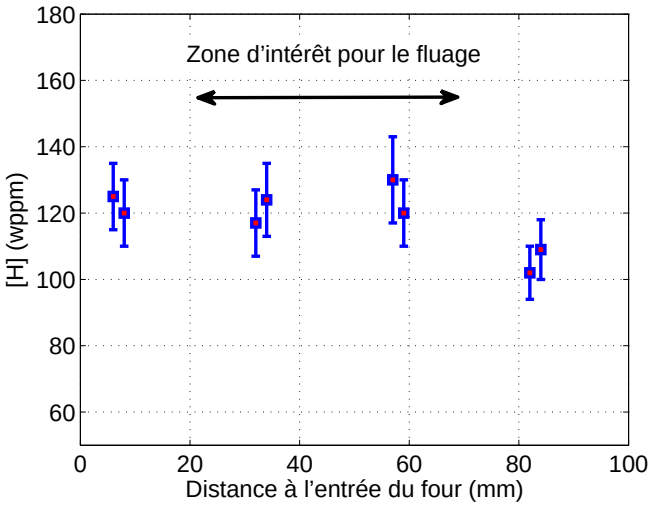
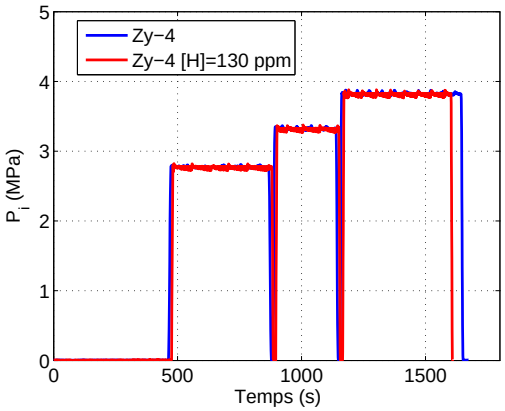


FIGURE 4.4 – Profil de la teneur en hydrogène mesurée à l'ECP sur une des éprouvettes pré-hydrurées par voie gazeuse.

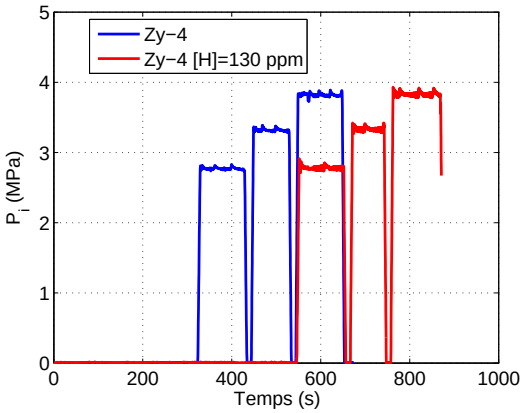
La teneur moyenne en hydrogène est assez homogène (compte tenu de l'incertitude de mesure) sur la hauteur de la zone d'intérêt représentée dans la figure.

Chargements thermo-mécaniques

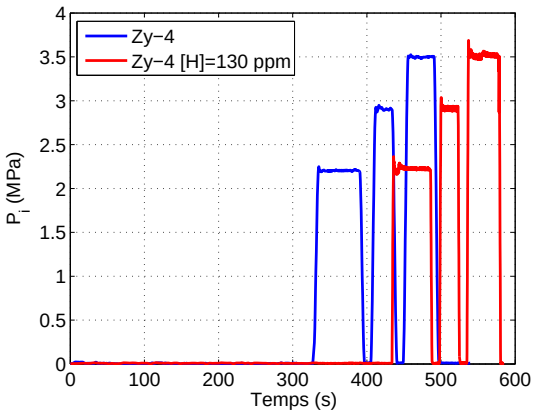
Les essais AR-2, AR-3 et AR-5 constituent les références pour le matériau vierge. Des essais similaires sont réalisés pour le matériau pré-hydruré. L'historique des chargements en pression interne est tracé dans la figure 4.5, pour chacun des essais.



(a) AR-5 et PH-129



(b) AR-3 et PH-124



(c) AR-2 et PH-128

FIGURE 4.5 – Historiques de chargement des essais à 800 °C en (a), 825 °C en (b) et 850 °C en (c).

Les niveaux de pression interne P_i et la durée des paliers sont similaires pour les essais jumeaux. Les historiques des chargements mécaniques pour les essais à 825 et 850 °C sont décalés. Ce décalage est induit par un plateau en température réalisé en fonction du besoin à 500 °C pour évacuer la fumée, qui gênerait le dispositif de mesures optiques. À cette température le plateau ne va pas induire de changement micro-structural important. De plus, la durée du palier reste inférieure à 250 s. Cette fumée est en grande partie liée au revêtement déposé sur les filets des écrous Swagelok. Une fois que la fumée est évacuée (par le balayage à l'argon), le chauffage de l'éprouvette reprend. Les essais réalisés sur le matériau pré-hydruré sont post-traités de la même manière que les essais effectués sur le matériau vierge.

4.1.3 Résultats des essais

Le recalage par éléments finis a permis de déterminer les paramètres de la loi de fluage secondaire, présentée dans l'équation (3.3), affichés dans le tableau 4.1. Pour rappel, la méthode utilisée repose sur des hypothèses de matériau isotrope, homogène, de la conservation de volume durant le travail visco-plastique, de modélisation axi-symétrique et de géométrie parfaite. Les erreurs de mesures cinématiques et thermiques, quantifiées dans le chapitre 2, sont considérées comme acceptables.

TABLE 4.1 – Paramètres déterminés par le recalage EF.

T °C	Éprouvette	Chargements	$ln(A)$ A in $MPa^{-n}.s^{-1}$	n	Q kJ/mol	$< S_n >$
800	AR-5	1 & 2	9,48	1,16	198	0,024
	-	2 & 3	-1,33	4,69	206	0,029
	PH-129	1 & 2	7,5	1,6	194	0,014
	-	2 & 3	5,60	3,9	245	0,038
825	AR-3	1 & 2	14,2	2,77	283	0,062
	-	2 & 3	17,8	2,89	317	0,062
	PH-124	1 & 2	14,39	3,89	317	0,078
	-	2 & 3	7,40	4,17	262	0,024
850	AR-2	1 & 3	32,8	3.41	466	0,048
	PH-128	1 & 2	32,1	2,76	441	0,075
	-	2 & 3	19,9	3,52	350	0,066

La différence entre les paramètres du fluage secondaire obtenus pour les Zr-4 vierge et pré-hydruré n'est pas très élevée. Par contre, les éprouvettes pré-hydrurées PH-124 et PH-128 respectivement testées à 825 et 850 °C se sont rompues, alors qu'aucune éprouvette vierge n'a conduit à un éclatement. Les éprouvettes sont découpées en tronçons avec une scie à fil diamanté et la partie la plus déformée est enrobée. Le microscope optique numérique [1] disponible au LE2M [2] est ensuite utilisé pour réaliser des mesures géométriques. Le tableau 4.2 rapporte les allongements circonférentiels At et radiaux $|\mathrm{Ar}|_{max}$ (réduction d'épaisseur e maxiale définie dans l'équation (4.3)) en fin d'essai pour les éprouvettes intègres et à rupture pour les deux éprouvettes rompues.

$$|Ar_{max}| = max\left(\frac{e - e_o}{e_o}\right) \tag{4.3}$$

Les excentricités initiales Ξ_0 (pour les éprouvettes pré-hydrurées) et finales Ξ

1. Keyence-VHX5000
2. Laboratoire d'expérimentation en mécanique et matériaux.

calculées d'après l'équation (2.1) et mesurées avec le microscope numérique sont données dans ce même tableau.

TABLE 4.2 – Allongement circonférentiel (en %)

Type	800 °C		825 °C		850 °C	
	Vierge	Hydruré	Vierge	Hydruré	Vierge	Hydruré
At (%)	42,9	50,3	52,3	39,5	29,9	44.6
$\|Ar\|_{max}$ (%)	36,5	50	53	Rup	23	Rup
Ξ_0 (%)	-	2,46	-	1,3	-	1,7
Ξ (%)	11,5	21	20	Rup	3,4	Rup

L'épaisseur du métal en pointe de fissure est inférieure à 5 μm pour ces deux éprouvettes, soit une réduction de l'épaisseur supérieure à 99%. C'est une rupture par épuisement de ductilité. Il est difficile de comparer le comportement à rupture des éprouvettes vierge et pré-hydrurées, à part pour l'essai à 825 °C. À cette température, l'éprouvette vierge a subi un allongement de 20% plus important sans rompre. L'excentricité initiale était assez faible ce qui rend les résultats comparables. La striction à rupture étant importante, il semblerait que l'hydrogène favorise la localisation des déformations sans perte de ductilité. Ces résultats restent à confirmer par une campagne d'essais plus importante.

Des mesures de teneur en hydrogène globale ont été réalisées, pour chacun de ces échantillons, par une analyse de fusion sous gaz inerte [3]. Le schéma de la figure 4.6 représente les positions auxquelles les teneurs sont mesurées. Les tronçons a et b sont dans un premier temps découpés avec une scie à fil diamanté. Chaque tronçon est ensuite découpé en plusieurs parties, qui sont analysées.

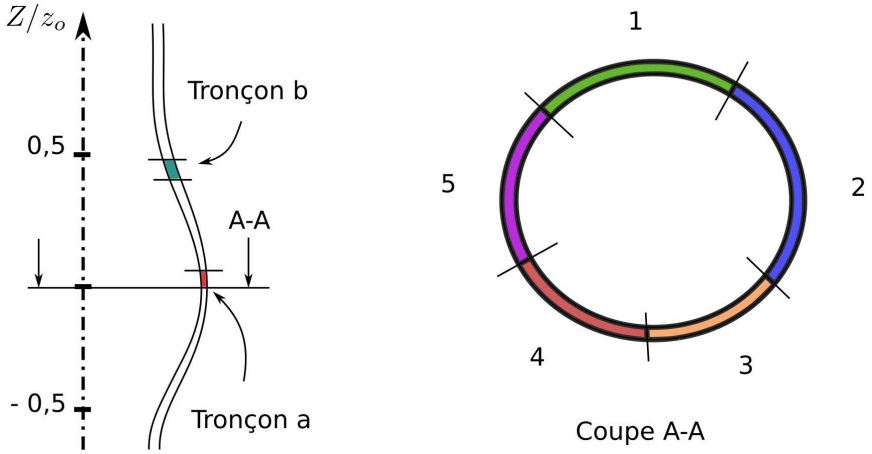


FIGURE 4.6 – Découpe de l'éprouvette pour l'ONH

3. Brücker mat 286

Les mesures sont ensuite moyennées par tronçon et les incertitudes sont calculées à partir de l'écart-type sur le tronçon u_{ech}, et celui de l'étalon u_t (voir équation (4.4)).

$$u_{tot} = 2\sqrt{u_{ech}^2 + u_t^2} \tag{4.4}$$

Les surfaces internes et externes ont été sablées de manière à enlever les traces de peinture et d'oxyde. Le tableau 4.3 rapporte les teneurs mesurées et les incertitudes associées.

TABLE 4.3 – Teneurs moyennes en hydrogène (en wppm)

Tronçon	800 °C	825 °C	850 °C
Vierge (a)	63±19	40±12	
Vierge (b)	45.5±17	18±17	38±17
Pré-hydruré (a)	162±27	165±32	191±21
Pré-hydruré (b)	127±20	114±17	158±20

Le dispositif ne garantit pas une atmosphère totalement inerte. En effet, les échantillons se chargent en hydrogène pendant les essais. La teneur en hydrogène est plus élevée dans les zones les plus chaudes et déformées. Les échantillons vierges présentent néanmoins environ 100-130 wppm de moins que les éprouvettes pré-hydrurées en fin d'essai.

Les vitesses de fluage mesurées, les températures imposées au modèle EF et les contraintes équivalentes calculées avec le modèle de fluage recalé sont comparées pour chaque gamme en température.

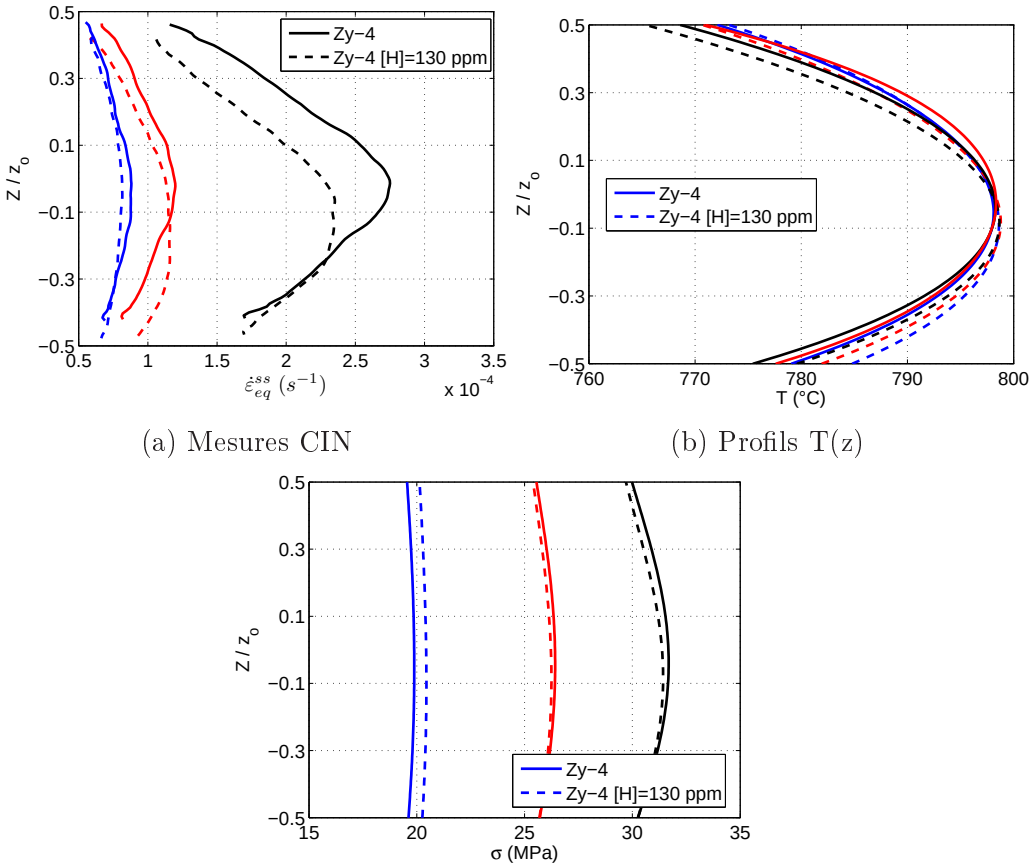
Résultats à 800 °C : AR-5 et PH-129.

Les profils de température imposés à ces deux éprouvettes sont superposables (voir figure 4.7b).

Les profils des contraintes de von Mises sont aussi superposables. On peut observer que les courbes $\dot{\varepsilon}_{ss}^{eq}(z)$ pour les deux premiers chargements sont similaires. Sur le dernier chargement en pression interne, une différence de 17% entre les deux distributions est observée. Dans le processus d'optimisation, c'est essentiellement l'exposant de Norton qui accommode cette différence. Le mécanisme de déformation par les dislocations n'est peut-être plus dominant en présence de l'hydrogène, favorisant à 800 °C l'apparition de la phase β aux joints de grains.

Résultats à 825 °C : AR-3 et PH-124.

Les distributions thermiques imposées à ces deux éprouvettes sont superposables (voir figure 4.8b) au début de l'essai puis un décalage d'environ -5 °C est observé entre les deux profils.



(a) Mesures CIN

(b) Profils T(z)

(c) Profils σ_{vM}(z)

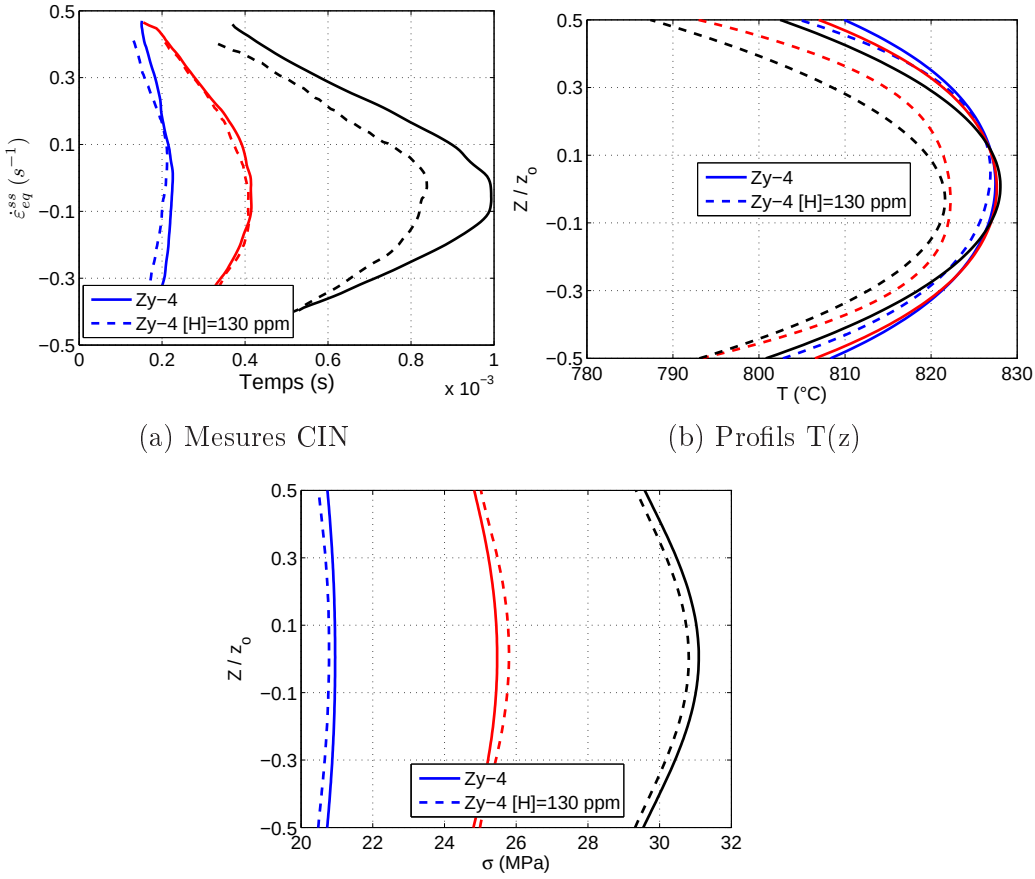
FIGURE 4.7 – Comparaison des profils axiaux de vitesse de fluage (a), de température (b) et de contrainte équivalente (c) déterminés à partir du calcul par la modélisation EF, pour les essais réalisés sur les éprouvettes AR-5 et PH-129, à 800 °C.

Une différence d'environ 18% est aussi observée entre les profils de vitesse du troisième chargement en pression interne. La différence de température de 5 °C est en grande partie responsable de cet écart. En calculant analytiquement la loi de comportement déterminée pour le matériau pré-hydruré aux distributions mécaniques et thermiques respectivement calculées et mesurées, la différence devient inférieure à 4%. Finalement, le comportement thermo-mécanique est similaire dans ces conditions d'essai.

Résultats à 850 °C : AR-2 et PH-128.

Les distributions thermiques mesurées sur les essais réalisés à 850 °C sont comparables, tout comme les profils des contraintes équivalentes calculées.

Pour le chargement mécanique à 16 MPa, les deux profils présentent une différence d'environ 25% : le matériau pré-hydruré se déforme plus rapidement



(a) Mesures CIN

(b) Profils T(z)

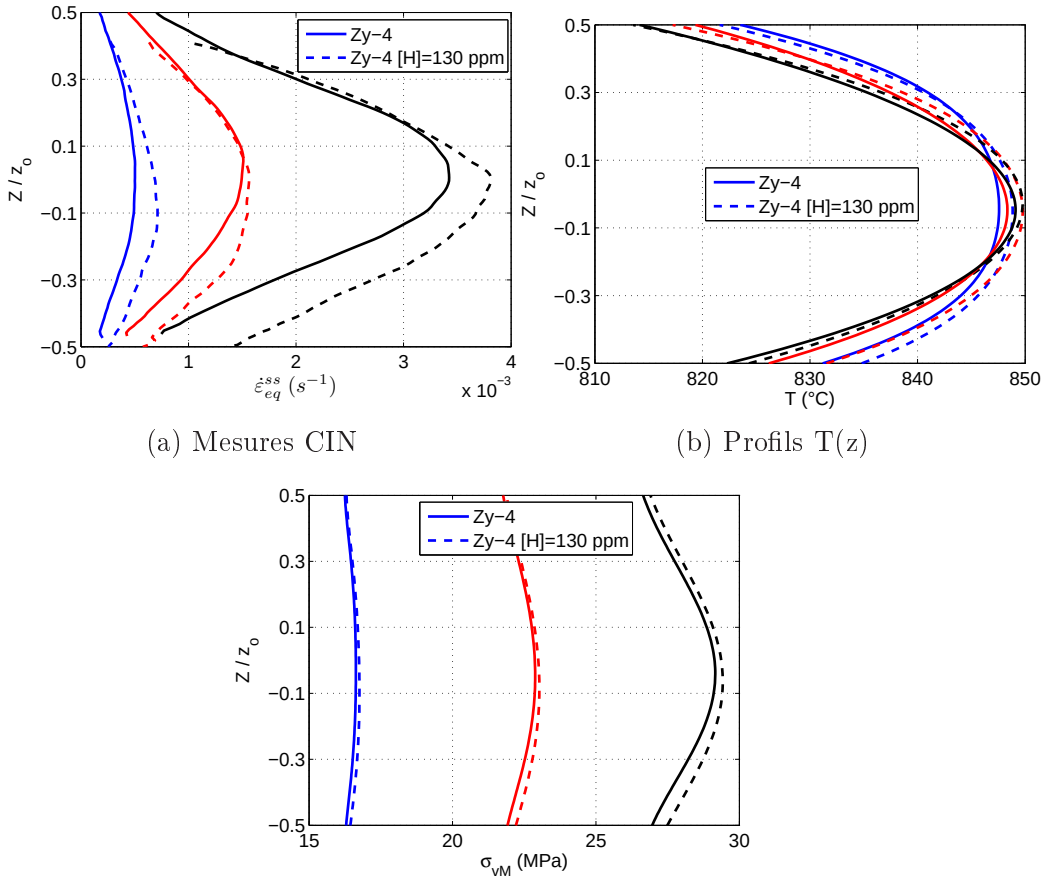
(c) Profils σ_{vM}(z)

FIGURE 4.8 – Comparaison des profils axiaux de vitesse de fluage (a), de température (b) et de contrainte équivalente (c) déterminés à partir du calcul par la modélisation EF, pour les essais réalisés sur les éprouvettes AR-3 et PH-124, à 825 °C.

que le vierge. Pour les contraintes supérieures à $\sigma_{vM} = 20$ MPa, les profils $\dot{\varepsilon}_{ss}^{eq}(z)$ mesurés sur les éprouvettes en Zr-4 détendu et en Zr-4 pré-hydruré admettent une différence d'environ 10%. Ces observations rejoignent les résultats obtenus par C. Dominguez à 850 °C.

Des métallographies réalisées dans le ballon de chacun des échantillons sont présentées en annexe C. On n'observe pas de différence sensible sur la morphologie des grains entre les éprouvettes en Zr-4 et en Zr-4 pré-hydruré.

Les résultats obtenus sur ces trois essais, couplés aux mesures et observations métallographiques, sont en cohérence avec la littérature disponible. Une teneur en hydrogène d'environ 150 wppm affecte légèrement les propriétés thermo-mécaniques du Zr-4 au voisinage de la température de début de la transformation



(a) Mesures CIN

(b) Profils T(z)

(c) Profils σ_{vM}(z)

FIGURE 4.9 – Comparaison des profils axiaux de vitesse de fluage (a), de température (b) et de contrainte équivalente (c) déterminés à partir du calcul par la modélisation EF, pour les essais réalisés sur les éprouvettes AR-2 et PH-128, à 850 °C.

$\alpha \rightarrow \alpha + \beta$. Le comportement à 850 °C semble inchangé pour les contraintes supérieures à 20 MPa.

Pour les essais réalisés à 825 et 850 °C, les deux éprouvettes ont rompu. Les allongements à rupture ont un ordre de grandeur comparable à ceux obtenus par Brachet *et al.* pour un matériau pré-hydruré à 600 wppm. L'hydrogène induit donc une rupture prématurée de la gaine, à 825 °C tout du moins. Aucune perte de ductilité n'est cependant constatée. Ces résultats restent à nuancer du fait du faible nombre d'échantillons testés.

4.2 Comportement thermo-mécanique à 800 °C d'une gaine pré-oxydée

On propose dans cette dernière partie d'utiliser le banc d'essai développé dans le cadre de la caractérisation du fluage secondaire des gaines pour s'intéresser à la déformation d'éprouvettes de Zr-4 pré-oxydées en surfaces interne et externe.

4.2.1 Introduction

Le comportement thermo-mécanique de la zircone est étudié pour de nombreuses raisons : corrosion pendant la vie en réacteur, transport des crayons en sortie de centrale, oxydation haute température sous vapeur dans le cas d'un APRP, etc. Mais peu d'études réfèrent à l'effet de la couche de ZrO_2 sur le comportement mécanique des gaines dans les conditions thermo-mécaniques de notre étude.

Pendant le fonctionnement normal d'un REP, une couche de zircone se forme en surface externe des gaines de Zircaloy. Une couche de zirconium - en phase α enrichie en oxygène (qui est absorbé depuis l'environnement du CP puis diffuse) se trouve sous la zircone. L'alliage est en phase α dans l'intérieur de la gaine. Chacune des couches possède des propriétés mécaniques bien distinctes, et on pourra considérer la gaine comme un matériau stratifié.

Leistikow *et al.* étudient le comportement thermo-mécanique du Zr-4 dans des environnements vapeur, air et argon à haute température, notamment lors d'essais de fluage sur des tubes soumis à une pression interne et température constantes. Ils réalisent aussi des essais sur des éprouvettes pré-oxydées à 800 °C. En dessous de 900 °C, les essais menés sous des atmosphères vapeur et inerte fournissent des résultats similaires. Ce constat est aussi dressé par R. Chosson avec la comparaison des résultats des essais de Fréchinet (sous vide) et des essais EDGAR (atmosphère vapeur).

Leitsikow *et al.* réalisent des essais sous atmosphère vapeur sur des éprouvettes pré-oxydées. Pour les températures supérieures à 950 °C, la résistance au fluage des éprouvettes pré-oxydées est nettement supérieure à celle du matériau vierge. De plus, les auteurs observent que l'oxydation des éprouvettes augmente avec leur déformation. L'oxyde qui est pré-formé ou créé pendant l'essai est fissuré après l'essai. Des métallographies, présentées en figure 4.10, permettent de visualiser ces fissures pour trois différents essais menés à 900 °C et à des pression internes de 10, 16 et 23 bar [4].

Le motif des fissures est très différent en fonction de la pression interne imposée. Pour une contrainte assez importante, un écaillage régulier et fin de la couche de zircone est observé. Pour une contrainte plus faible, des fissures plus larges et

4. Les échantillons ont initialement un diamètre externe et une épaisseur de 10,75 mm et 0,725 mm.

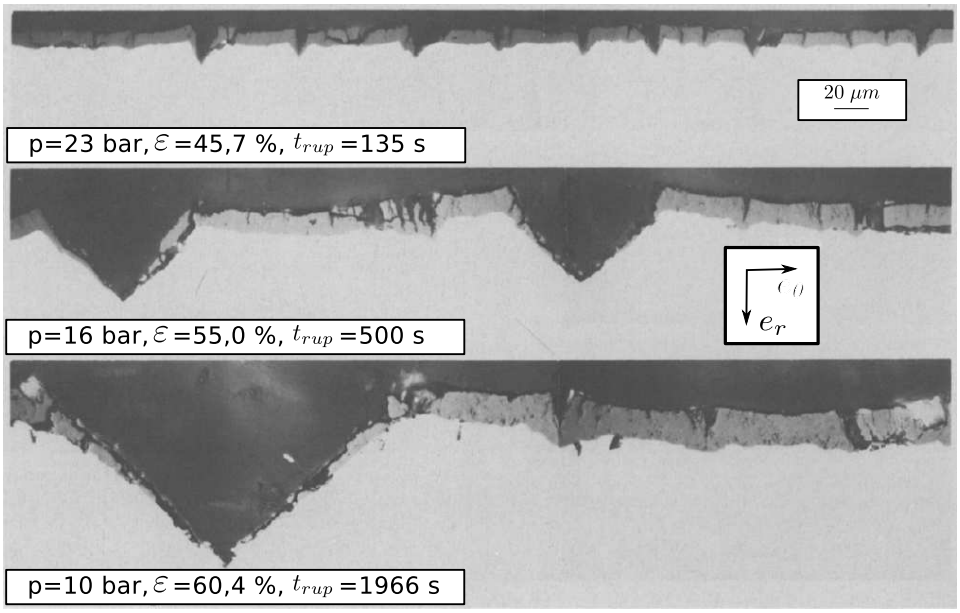


FIGURE 4.10 – Métallographies réalisées par Leitsikow *et al.* [LEI 87] mettant en évidence le motif différent des fissures en fonction de la contrainte appliquée.

profondes sont observées en nombre moins important.

L'effet de la fissuration de la couche de zircone seule, ou avec un effet conjugué de l'$\alpha(O)$, sur le comportement mécanique de la gaine fait débat. Sagat *et al.* [SAG 84] ont réalisé des essais en atmosphère vapeur, et observent l'apparition de fissures à partir d'une déformation de 2%. Ils n'observent pas de discontinuité sur les courbes de fluage à ce niveau de déformation. Contrairement à Sagat *et al.*, Komarov *et al.* [KOM 92] démontrent une importante perte de résistance au fluage pour des déformations de 1 à 4%, à 800 °C et $\dot{\varepsilon} = 8.10^{-3}$ s^{-1} lors d'essais d'écrouissage sur un alliage N1 (Zr - 1%Nb). Les courbes ε-σ obtenues pour des échantillons vierge, pré-oxydés avec 20, 45 et 65 μm sont tracées dans la figure 4.11.

La résistance au fluage à basses déformations augmente avec l'épaisseur de la couche de zircone, mais la ductilité est amoindrie.

Le dispositif développé au cours de cette thèse permet de simuler les conditions thermo-mécaniques d'un APRP dans une atmosphère argon. L'atmosphère oxydante a un effet non-négligeable sur la déformation des gaines pour des températures supérieures à 900 °C. Mais l'atmosphère argon permet d'être assez représentatif du scénario APRP dans nos conditions d'essais.

Pour rappel, la fissuration de la zircone est observée après les essais pour les études citées ci-dessus. Une récente étude menée par C. Dominguez [DOM 16] sur le dispositif ELFE a permis d'affirmer que les fissures apparaissent pendant l'essai. En effet, l'extensométrie LASER utilisée sur ce montage permet de visualiser

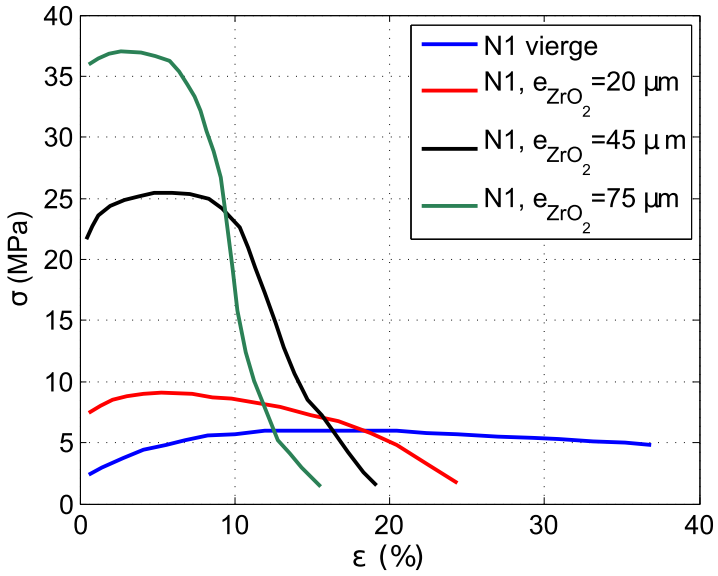


FIGURE 4.11 – Les courbes ε-σ obtenues pour des échantillons de l'alliage N1 vierge et pré-oxydés avec 20, 45 et 65 μm d'après [KOM 92] mettent en évidence une forte contrainte d'écoulement à basse déformation induite par la couche de zircone, puis la baisse très brutale de cette contrainte d'écoulement à partir d'une déformation comprise entre 1 et 4%.

pendant l'essai des bandes de peinture déposées en surface de l'éprouvette. À la fin du chauffage de l'éprouvette, les bandes de peinture relevées par l'extensomètre sont pleines. Après le chargement mécanique, des pertes d'intensité à l'intérieur des zones des marqueurs sont observées. Elles sont directement liées à un changement d'émissivité dans la bande de peinture initialement déposée. Cette discontinuité est probablement liée à la fissuration de la couche de pré-oxyde. Dans cette étude, il n'est cependant pas fait mention d'une différence de comportement en fluage au moment de l'apparition de la fissure. C. Dominguez a réalisé des essais à 850 °C sur des éprouvettes pré-oxydées avec des épaisseurs de zircone de 12, 30 et 42 μm. Les résultats montrent que la résistance au fluage augmente à basses contraintes avec l'épaisseur de la zircone. L'influence de l'épaisseur de la couche initiale de zircone est négligeable pour des contraintes plus élevées.

4.2.2 Fabrication des éprouvettes

Les pastilles d'UO_2 possèdent un caractère oxydant. Pour des taux de combustion élevés, elles entrent en contact avec la gaine. Une couche de zircone d'épaisseur inférieure à 10 μm est mesurée en surface interne des gaines après 5 cycles d'irradiation [BES 14].

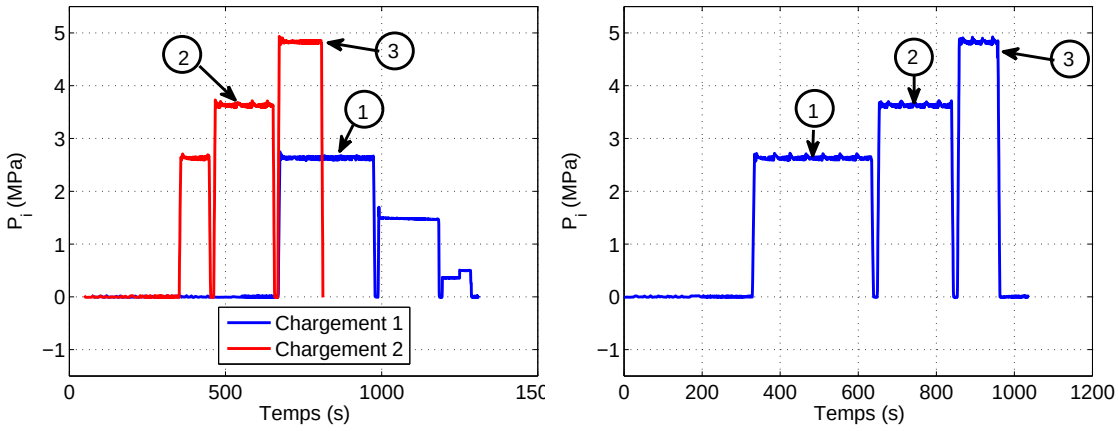
Compte tenu des résultats de C. Dominguez concernant l'effet de l'épaisseur de la zircone sur le comportement en fluage et pour être représentatif de la corrosion

interne des gaines, on vise une épaisseur de zircone de 10 μm en surfaces interne et externe. Les éprouvettes testées dans notre étude sont pré-oxydées dans un four tubulaire horizontal résistif[5]. Les échantillons ont été pré-oxydés en surfaces interne et externe à 425 °C pendant 71 jours sous flux d'oxygène 0,05 L/min et de vapeur d'eau saturée à 95%. Les teneurs initiales en hydrogène ont été mesurées aux extrémités des éprouvettes. À la fin de cette étape, les éprouvettes possèdent une épaisseur de zircone de 10 μm homogène en surfaces interne et externe[6].

Les couches de zircone et de $\alpha(O)$ sont localement sablées en surface externe pour permettre la thermosoudure des thermocouples. Plusieurs passes de polissage sont ensuite réalisées à la main dans les zones sablées avec des tailles de grains décroissantes pour améliorer l'état de surface après sablage. Cette étape s'avère cruciale pour que la thermosoudure tienne pendant le montage de l'éprouvette (le diamètre des fils thermocoupules est de 0,078 mm). L'annexe D rend compte de ces différentes étapes.

4.2.3 Comparaison du fluage à 800 °C des matériaux vierge et pré-oxydé

Un premier essai visant la comparaison entre le comportement du Zr-4 vierge et pré-oxydé est réalisé à 800 °C. L'historique de la pression interne est donné pour les deux éprouvettes dans la figure 4.12.



(a) Éprouvette vierge (b) Éprouvette pré-oxydée

FIGURE 4.12 – Historique du chargement en pression interne

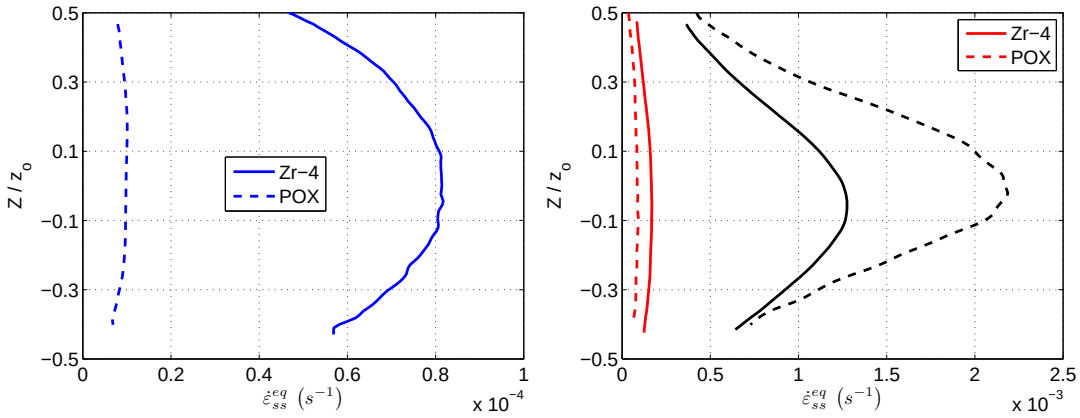
La pressurisation interne du tube en Zr-4 vierge n'a pas été bien effectuée lors du premier essai. Un deuxième essai a alors été réalisé sur la même éprouvette

5. Modèle RS 80/750/11 de Naberther, dispositif FOXY qui est sur le site de Cadarache.
6. Les épaisseurs sont caractérisées par des observations au microscope numérique.

(courbes bleue et rouge de la figure 4.12a).

Mesures

Les vitesses de fluage mesurées sur les chargements 1, 2 et 3 annotées sur la figure 4.12a sont comparées à celles du matériau pré-oxydé. Les figures 4.13a et 4.13b comparent respectivement les profils de $\dot{\varepsilon}_{ss}^{eq}(z)$ pour le chargement à la pression interne de 2,6 MPa, et pour les pressions de 3,6 et 4,85 MPa.



(a) Chargement à 2,6 MPa (b) Chargements à 3,6 et 4,85 MPa

FIGURE 4.13 – Comparaison entre les profils axiaux $\dot{\varepsilon}_{ss}^{eq}(z)$ mesurés sur du Zr-4 vierge et du pré-oxydé.

Le matériau pré-oxydé présente une très grande résistance au fluage à basse contrainte (on observe un facteur proche de 10 entre les deux profils). À plus haute contrainte, le matériau pré-oxydé se déforme plus vite.

La résistance au fluage observée à basse contrainte est directement liée à la présence de la zircone, car les résultats sur les éprouvettes seulement pré-hydrurées n'ont pas mis en évidence ce comportement. L'allongement à rupture est faible par rapport à ce que l'on pourrait attendre d'une gaine en Zr-4 dans son état de réception à 800 °C.

Observations

Les images prises dans le domaine proche-IR sont présentées dans la figure 4.14. Elles font état d'un réseau de fissures longitudinales en peau externe. Les fissures s'ouvrent et leurs lèvres s'écartent. La rupture est apparue sur la zone sablée la plus chaude, ce qui est un indicateur quant au bon déroulement de l'essai. La fissure s'est ensuite propagée jusqu'aux limites de la zone sablée.

L'éprouvette pré-oxydée a rompu pour un allongement circonférentiel d'environ 41%.

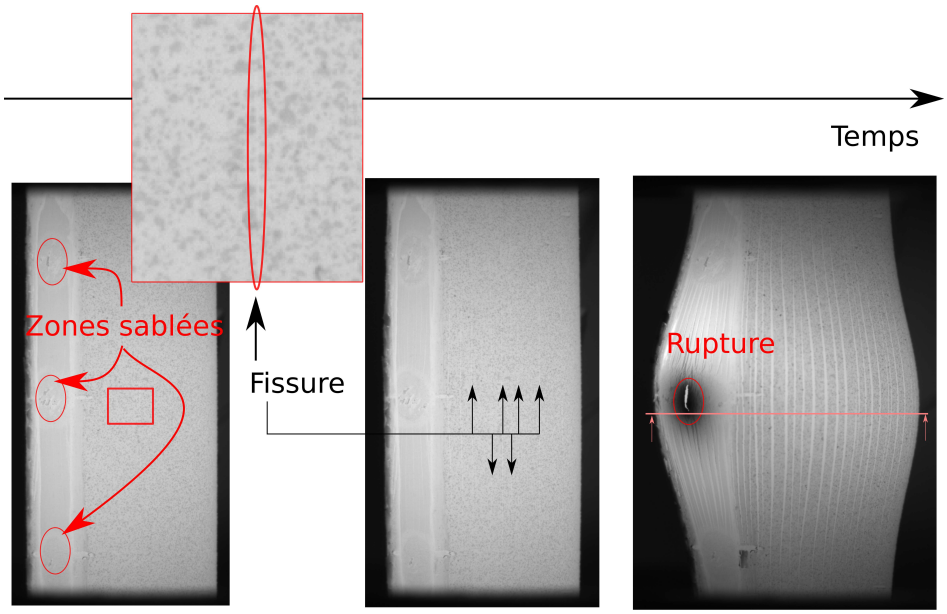


FIGURE 4.14 – Déformation de l'éprouvette et apparition des fissures

Observations microscopiques

Un tronçon découpé à la limite inférieure de la fissure est dans un premier temps analysé (voir le tracé rose en figure 4.14).

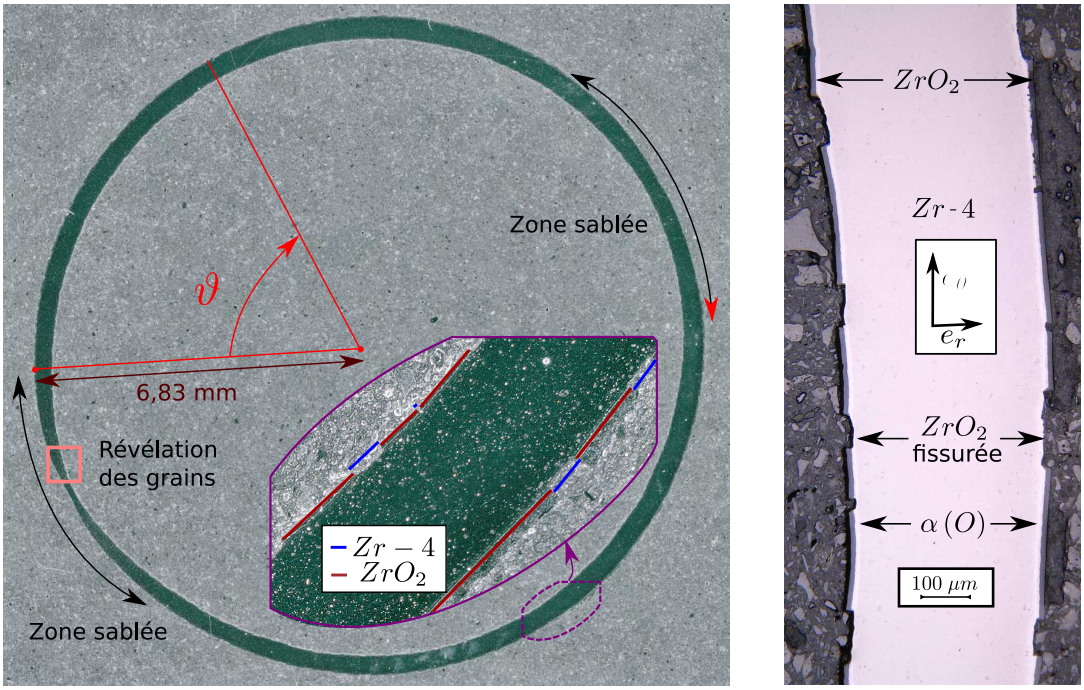
L'image de la totalité du tronçon présentée en figure 4.15a est utilisée pour mesurer les longueurs des zones oxydées et des zones *inter*-bandelettes (voir le zoom en figure 4.15a) en surfaces interne et externe. Le tableau 4.4 rapporte les longueurs totales L^{tot} et longueurs de zircone L^{zirc} mesurées, et les longueurs initiales théoriques de zircone $L^{zirc}_{0,th}$. Les valeurs théoriques ne tiennent pas compte de la longueur sablée, qui est d'environ 2 à 3 mm par zone sablée (avant l'essai).

TABLE 4.4 – Longueurs mesurées sur la circonférence de l'éprouvette.

Surface	L^{tot} (mm)	L^{zirc} (mm)	$L^{zirc}_{0,th}$ (mm)
Interne	39,6	25,4	26,3
Externe	42,0	24,2	29,8

Les longueurs de zircone mesurées $post-mortem$ sont très proches de celles calculées théoriquement [7] au début de l'essai. Les mesures effectuées sur les images ont une incertitude difficile à quantifier, mais on peut conclure que la déformation de la zircone est très faible. La déformation circonférentielle $\varepsilon_{\theta\theta}$ est calculée pour chacune des zones *inter*-bandelettes à partir des longueurs des bandelettes adjacentes l^{zirc}_1 et

7. Basées sur les rayons interne et externe initiaux.



(a) Vue d'ensemble (b) Fissures

FIGURE 4.15 – La vue d'ensemble capturée par le microscope numérique est présentée en (a). Le repère angulaire y est défini. Une vue rapprochée de l'échantillon est affichée en (b). Elle met en évidence une forme de signal créneau entre la zircone et le métal : une fois que le pré-oxyde est rompu, les lèvres de la fissure s'éloignent de manière parallèle.

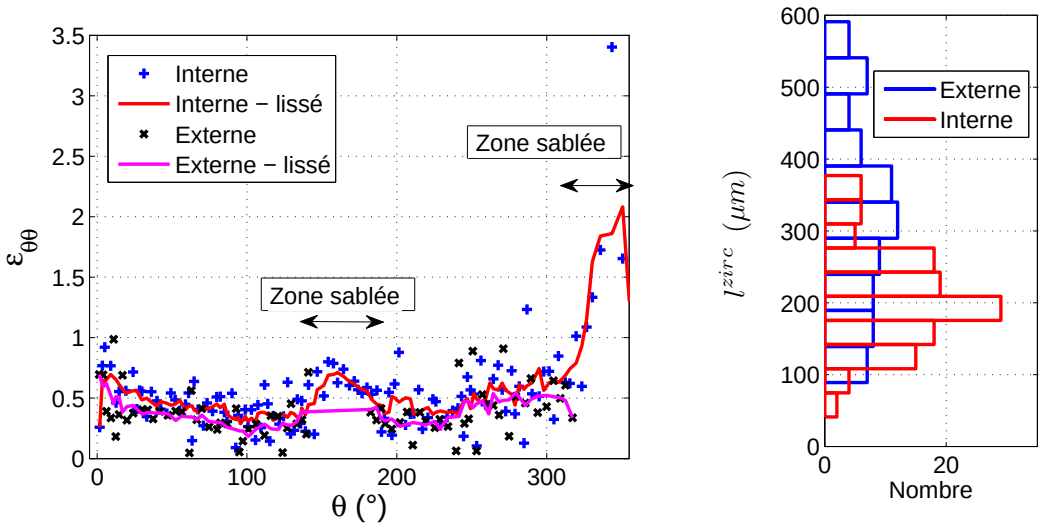
L_2^{zirc}, et de la longueur du métal dans la zone concernée l_{Zr-4} (voir équation 4.5).

$$\varepsilon_{\theta\theta} = 2 \cdot \frac{l_{Zr-4}}{l_1^{zirc} + l_2^{zirc}} \tag{4.5}$$

Les déformations calculées en surfaces interne et externes sont tracées en figure 4.16a en fonction de la position angulaire ϑ définie en figure 4.15a.

Les déformations ne sont pas calculées dans les zones sablées (ce qui explique le palier sur la courbe de la déformation externe lissée). On observe que la déformation calculée en surface interne au niveau des zones sablées est plus élevée que sur le reste de la circonférence. Une déformation locale de l'ordre de 350% est mesurée à l'endroit où la striction est la plus prononcée (voir figure 4.15a). Les courbes lissée (en utilisant une moyenne mobile d'ordre 5) mettent en évidence une déformation plus élevée en surface interne qu'en surface externe, ce qui est attendu pour un matériau homogène.

On peut cependant observer une différence sur la longueur des bandelettes de zircone l^{zirc} entre les surfaces interne et externe. Les répartitions de ces longueurs



(a) Déformations sur la circonférence (b) Longueurs de zircone

FIGURE 4.16 – Les déformations calculées en surfaces interne et externe d'après l'équation (4.5), à partir des mesures réalisées sur l'image en figure 4.15a sont tracées en (a), et la longueur des bandelettes de zircone est tracée en fonction de leur nombre sur la circonférence en (b).

sur la circonférence sont tracées en figure 4.16b. En surface interne de la gaine, on observe presque une gaussienne centrée sur une longueur de 195 μm. En surface externe, les longueurs des zones pré-oxydées sont réparties entre 100 et 550 μm, sans longueur préférentielle.

On pourra noter qu'une fois que les couches de $\alpha\,(O)$ sont fissurées, les lèvres s'éloignent parallèlement l'une de l'autre et il n'y a pas formation d'oxyde dans les zones où le métal est en contact avec l'atmosphère argon. La forme des fissures triangulaires observées par Leistikow *et al.* [LEI 87] (voir figure 4.10) n'est pas observée.

Des clichés ont aussi été pris avec une lumière polarisée de manière à observer les grains[8]. La métallographie présentée en figure 4.17 est prise dans une zone, encadrée en rose en figure 4.15a, proche de la striction.

L'écoulement lié au fluage est très visible. L'épaisseur restante à cette position angulaire est d'environ 150 μm. Les grains révélés sont très allongés en surface externe (absence de zircone liée au sablage). Au contraire, sous la zircone intègre (annotée sur la figure 4.17), les grains sont quasiment équiaxes. Ce comportement est observé sur toute la gaine. Cette observation peut-être généralisée sur toute la circonférence : les grains sont de petite taille et équiaxes sous les zones de zircone

8. Tous les polissages et attaques chimiques des tronçons enrobés ont été effectués par P. LACOTE, technicienne dans le laboratoire LE2M, à Cadarache.

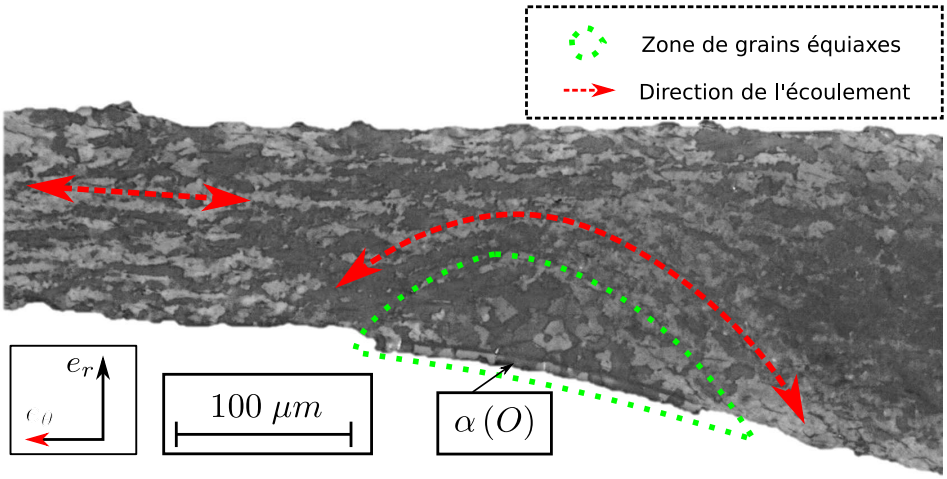


FIGURE 4.17 – Métallographie, obtenue sous lumière polarisée, d'une région proche de la striction.

intègres (ou récemment rompues), alors qu'ils sont plus allongés au voisinage de l'épaisseur moyenne de la gaine. Les couches de zircone et d'$\alpha\,(O)$ semblent constituer un renfort mécanique à la déformation des grains.

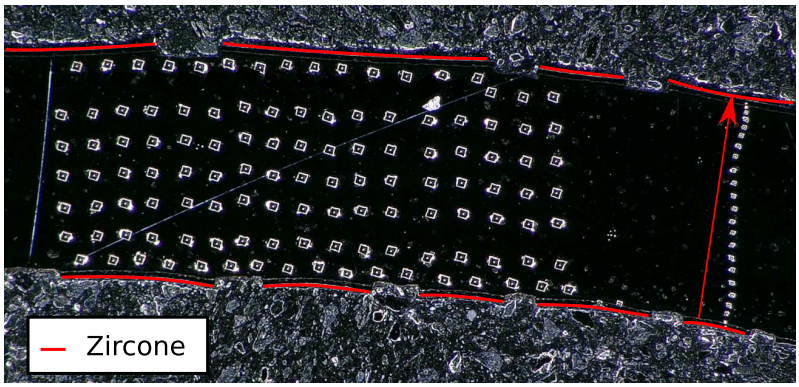
Une région représentative du reste de l'éprouvette a subi des mesures de dureté sur le microduromètre [9] disponible au LE2M, à une charge de 50 g. Sept points de mesure sont retenus dans l'épaisseur. La figure 4.18a présente la position des indentations, et les iso-duretés (normées) sont tracées en figure 4.18b.

Les lignes iso-dureté mettent en évidence une dureté plus importante sous les zones oxydées. En surface, les zones les moins dures sont systématiquement les régions métalliques nées de la fissuration des couches de ZrO_2 et d'$\alpha\,(O)$. Il est difficile de donner un sens aux lignes d'iso-dureté dans l'épaisseur de la gaine. Un profil de dureté de la surface interne à la surface externe est tracé sur la figure 4.18c, aux positions situées à côté de la flèche rouge représentée figure 4.18a. Les duretés de la zircone et de la phase $\alpha\,(O)$ sont nettement plus élevées que celle du Zr-4. On note toutefois que la dureté est plus élevée sous la couche de Zr enrichie en oxygène qu'au niveau de l'épaisseur moyenne de la gaine.

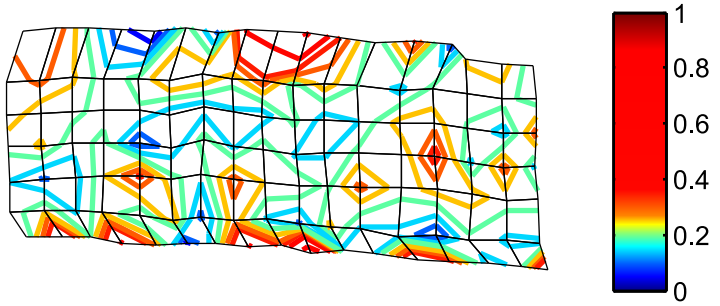
Conclusions

Ce premier essai met en évidence une résistance accrue au fluage à basse contrainte. Pour des contraintes plus élevées, l'effet d'une pré-oxydation n'est pas très marqué. Les observations réalisées sur la base de métallographies montrent que les couches de zircone et d'$\alpha\,(O)$ sont fissurées sur la circonférence de l'éprouvette. La zircone n'est pas reformée dans les zones où le Zr-4 est en contact avec l'environnement de l'enceinte. La distribution des déformations calculées sur la circonférence

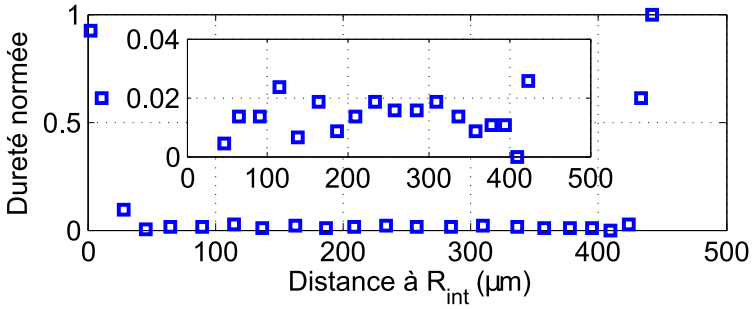
9. BUEHLER MICRONET 5100 SERIES



(a) Image prise au microscope numérique de la région analysée.



(b) Iso-dureté sur le maillage des positions des indentations.



(c) Évolution de la dureté dans l'épaisseur de l'éprouvette.

FIGURE 4.18 – Des mesures de dureté sont effectuées dans la région présentée en (a). Les lignes iso-duretés sont tracées en (b) sur le maillage des positions des zones indentées et un profil de la dureté depuis la surface interne jusqu'à la surface externe de l'éprouvette est tracé en (c).

montre que seules les zones sablées (en surface extérieure) sont sujettes à une striction. En surface interne, les longueurs des bandelettes de zircone sont distribuées autour de 195 μm alors qu'on n'observe pas de longueur préférentielle en surface externe. La morphologie des grains révèle un caractère protecteur du pré-oxyde vis-à-vis des grains de Zr disposés sous le $\alpha\,(O)$. De plus, des mesures de micro-dureté ont mis en évidence un matériau plus dur sous le pré-oxyde que dans les zones métalliques en surface.

La rupture de cette éprouvette résulte à la fois de la présence d'hydrogène, mais aussi du comportement mécanique de la couche de zircone qui se fissure pendant l'essai. Pour bien comprendre la meilleure résistance au fluage à basse contrainte du matériau pré-oxydé, deux essais sont réalisés à un niveau de pression interne P_i =3,65 MPa.

4.2.4 Étude de la fissuration de la couche d'oxyde

Pour étudier cette meilleure résistance au fluage à basse contrainte du Zr-4 pré-oxydé, deux essais similaires sont réalisés avec les conditions représentées sur la figure 4.19.

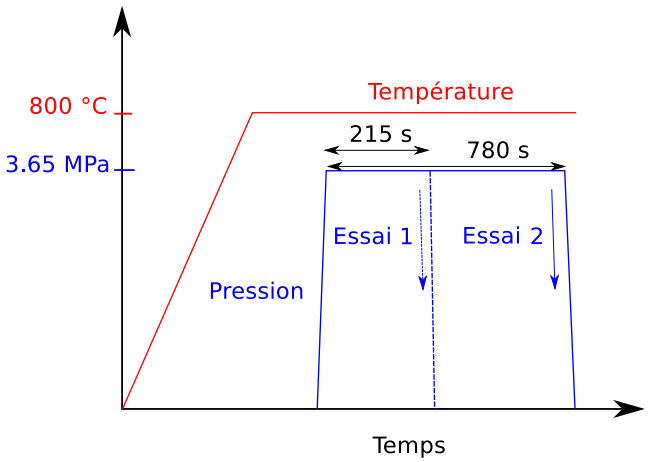


FIGURE 4.19 – Schéma représentatif des conditions d'essais

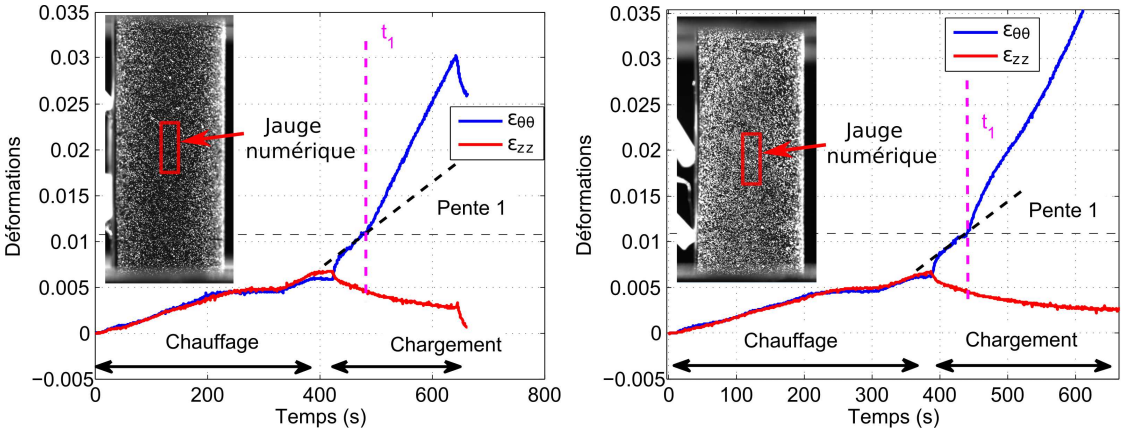
Le premier essai est arrêté après 215 s de fluage, et le deuxième est arrêté dans un état très déformé.

4.2.4.1 Résultats macroscopiques

Dans un premier temps, les images de l'essai sont post-traitées de manière grossière (avec une taille d'élément de 30×30 pixels). Les historiques des déformations circonférentielle et axiale, calculées en moyenne dans une jauge numérique, des essais POX-1 et POX-2 sont respectivement tracés dans les figures 4.20a et 4.20b.

Pour les deux essais, un changement de comportement brutal est observé après environ 70 s de fluage. Plus précisément, ce changement s'opère lorsque la surface est déformée dans la direction tangentielle de 1,1 %. À partir de cet instant (t_1), la résistance au fluage est fortement diminuée. La figure 4.21 présente les distributions axiales $\dot{\varepsilon}_{ss}^{eq}(z)$ avant et après t_1 mesurées sur l'éprouvette POX-1.

Les vitesses de fluage mesurées avant t_1 sont cinq fois moins importantes que celles mesurées après t_1. Ce ratio rappelle la différence observée entre les matériaux



(a) Éprouvette POX-1 (b) Éprouvette POX-2

FIGURE 4.20 – Historique des déformations mesurées à la surface des éprouvettes POX-1 (a) et POX-2 (b) avec une jauge numérique.

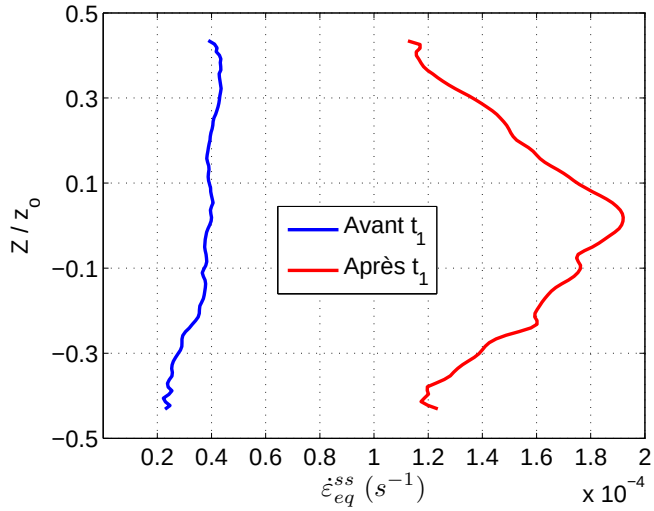


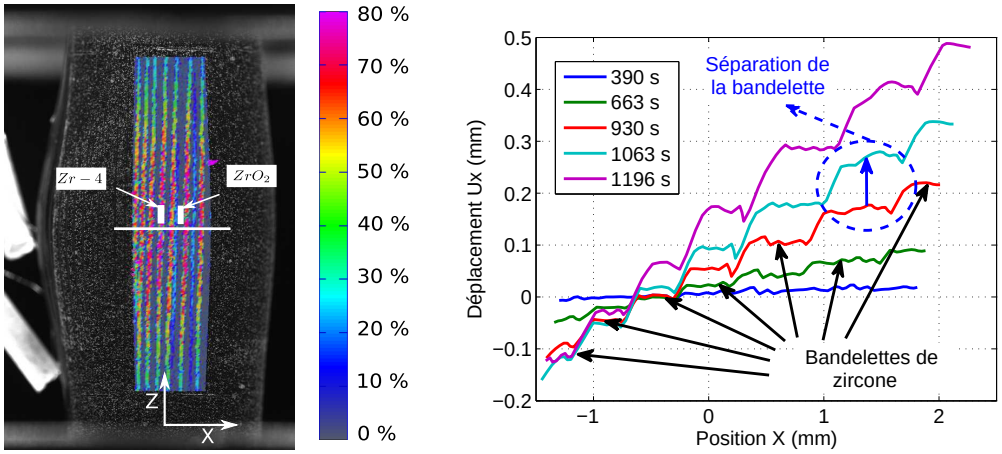
FIGURE 4.21 – Schéma représentatif des conditions d'essais

vierge et pré-oxydé dans la partie précédente. Pour expliquer ce changement de comportement, on peut supposer que la couche de zircone (*a minima*) s'est fissurée. La grande résistance observée à basse contrainte est alors représentative d'une couche de zircone intègre.

4.2.4.2 Étude du comportement local

Pour mieux comprendre la déformation de ces éprouvettes, le maillage utilisé pour la CIN est raffiné avec une taille d'élément de 10×10 pixels. Un lissage sur les déformations d'une fenêtre de 3 pixels est aussi ajouté (pour assurer la bonne convergence du calcul). Le champ de déformations tangentielles calculé pour le

dernier temps de mesure est affiché dans la figure 4.22a.



(a) Champs $\varepsilon_{\theta\theta}(X, Z)$ (b) U_x en fonction de X

FIGURE 4.22 – Le champ de la déformation dans la direction X calculé par la CIN est affiché en (a), et la distribution du déplacement selon X le long de la ligne blanche représentée dans (a) est tracée dans (b) en fonction de la position X.

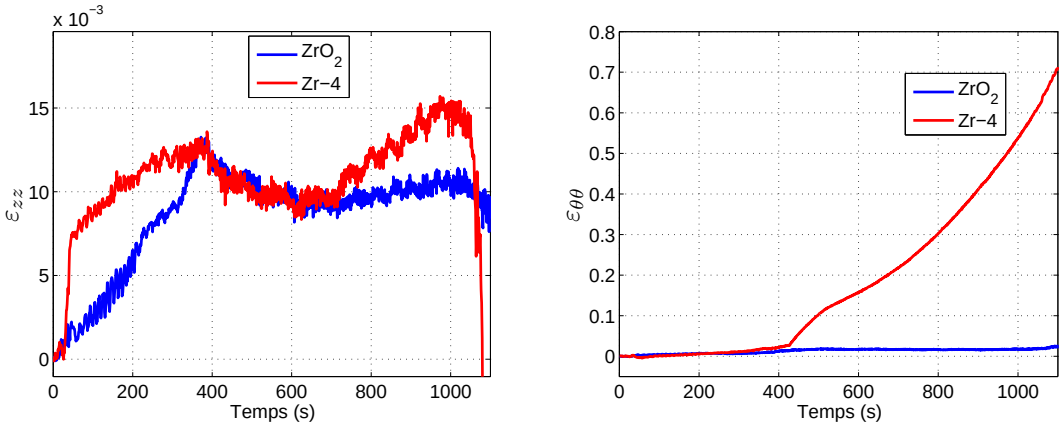
Les déplacements selon X calculés par la CIN le long de la ligne blanche représentée en figure 4.22a sont tracés en fonction de la position en X dans la figure 4.22b. Des plateaux de déplacement sont observés, et coïncident avec les zones faiblement déformées affichées sur la figure 4.22a. Ces zones, qui semblent simplement subir une translation de corps rigide, correspondent aux bandelettes de zircone. La localisation de la déformation entre les bandelettes est mesurée à partir de l'instant t_1 et il semblerait que ces zones fissurées, où le métal est « à nu », accommodent la totalité du ballonnement de la gaine. Les bandelettes formées à l'instant t_1 rompent elles aussi, mais la déformation est localisée dans les premières fissures créées.

Deux jauges numériques sont disposées respectivement sur des zones assimilées à une zircone intacte, et à une fissure de la couche de zircone (voir figure 4.22a). Les déformations moyennes calculées dans ces deux jauges sont reportées dans la figure 4.23.

À partir du début du chargement mécanique, la déformation axiale évolue jusqu'à la rupture de la couche de zircone. Ensuite, l'évolution de ε_{zz} est très faible. L'oxyde ne travaille pas en compression, et il modifie les conditions aux limites des régions de Zr-4 en surface.

Une fois rompues, les bandelettes de zircone restante ne se déforment plus circonférentiellement. C'est la partie métallique de la gaine qui se déforme. Localement, la déformation atteint $\varepsilon_{\theta\theta}^{Zr-4} \simeq 80\%$.

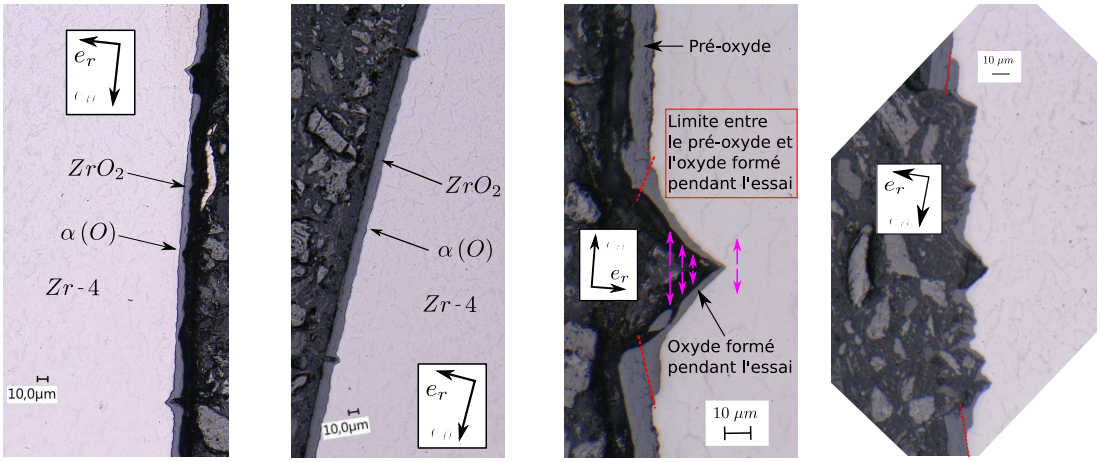
La contrainte appliquée au cours de ces deux essais est plus faible que



(a) Déformation axiale (b) Déformation circonférentielle

FIGURE 4.23 – Historique des déformations axiale (a) et circonférentielle (b) mesurées localement en surface sur la zircone, et dans une des fissures apparue après t_1.

celle appliqué à l'essai présenté en section 4.2.3, et les vitesses de fluage secondaire mesurée sur cet essai sont environ dix fois moins élevées. La figure 4.24 présentent la forme des régions *inter*-bandelettes pour l'essai arrêté à 215 s de fluage, et pour le second essai au cours duquel l'éprouvette a ballonné.



(a) POX-1 (b) POX-1 (c) POX-2 (d) POX-2

FIGURE 4.24 – Les métallographies des régions fissurées présentées pour l'éprouvette POX-1 en (a) et (b) respectivement sur surfaces interne et externe, et pour l'éprouvette POX-2 en (c) et (d) respectivement pour les surfaces interne et externe.

Les métallographies affichées figure 4.24a et 4.24b montrent un profil légèrement triangulaire en surface interne de la fissure. On observe une ré-oxydation du métal dans les zones fissurées : le liseré $\alpha(O)$ et la zircone sont identifiables en surfaces

interne et externe.

Les formes observées sur l'éprouvette POX-1 sont accentuées sur les métallographies réalisées sur l'éprouvette POX-2. En interne, la forme triangulaire observée ressemble à celle relevée par Leistikow *et al* [LEI 87] lors d'essais réalisés sous atmosphère vapeur. La frontière entre la zircone formée pendant l'essai et le Zr-4 pré-oxydé est très nette. L'évolution de l'épaisseur de la couche de zircone le long du triangle est indicative de l'ouverture de la fissure. Une couche de zircone formée pendant l'essai et multi-fissurée est présente en surface externe. La forme en « V » n'est pas observée. On peut aussi récupérer l'historique de la fissuration de la jeune zircone à partir de son épaisseur. Ce motif semble indiquer une fragilisation par oxydation sous contrainte en pointe d'entaille.

Pour rappel, l'oxydation à haute température des zones métalliques en surface n'avait pas été observée lors de l'essai considéré en section 4.2.3. L'atmosphère argon est pourtant identique, mais les vitesses de déformation mesurées pour les éprouvettes POX-1 et POX-2 sont moins élevées que pour l'essai précédent.

La modélisation du Zr-4 pré-oxydé (et pré-hydruré) par un matériau homogène semble compromise. Néanmoins, avec une volonté de comparer le comportement du matériau pré-hydruré à celui de l'éprouvette pré-oxydée, on modélise dans la section suivante l'essai de l'éprouvette POX-2.

4.2.5 Vers la modélisation du comportement en fluage du Zr-4 pré-oxydé

Pour simuler le ballonnement d'un tube de Zr-4 pré-hydruré, dans les mêmes conditions d'essai que celles qu'a subi l'éprouvette pré-oxydée, les couches de ZrO_2 et de $\alpha\,(O)$ ne sont pas modélisées. Elles représentent à elles deux 20 μm en couches interne et externe. La loi de comportement, déterminée pour le matériau pré-hydruré à 130 wppm et testé à 800 °C et aux pressions internes de 3,3 et 3,76 MPa, modélise le fluage secondaire de l'éprouvette. Elle est rappelée dans l'équation (4.6).

$$\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss} = e^{5,6} \cdot \sigma_{vM}^{3,9} \cdot exp\left(-\frac{245.10^3}{R \cdot T}\right) \quad \left[s^{-1}\right] \tag{4.6}$$

Le chargement thermo-mécanique est modélisé de la manière détaillée dans le chapitre 3.

Les déformations axiale et tangentielle calculées par la modélisation EF d'une éprouvette pré-hydrurée sont comparées à celles mesurées à l'échelle macroscopique en surface de l'échantillon pré-oxydé et pré-hydruré pour deux positions axiales dans la figure 4.25.

Comme on pouvait s'y attendre, la loi de comportement homogène et isotrope du Zr-4 pré-hydruré ne permet pas de modéliser le comportement mécanique dans

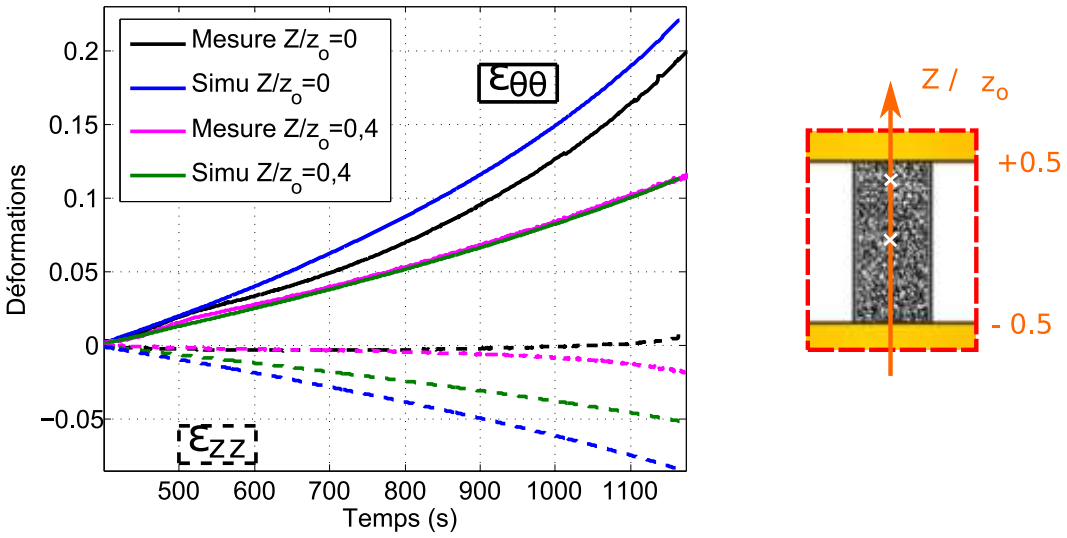


FIGURE 4.25 – Schéma représentatif des conditions d'essai.

la direction axiale. Cependant, dans la direction tangentielle, les déformations calculées ont une tendance similaire à celles mesurées sur l'éprouvette pré-oxydée (après la première fissuration de la couche de zircone).

Ces résultats montrent que le comportement sous les couches de zircone et de $\alpha\,(O)$ pourrait être modélisé par la loi de fluage secondaire déterminée sur le matériau pré-hydruré. Cette modélisation reste à ce stade insuffisante pour tenir compte de la déformation d'un matériau pré-oxydé. La modélisation de ces éprouvettes par un matériau stratifié semble plus appropriée.

4.3 Conclusion

Plusieurs points ont été abordés pour mieux observer et comprendre les mécanismes de déformation d'une gaine pré-oxydée. L'oxydation du Zircaloy dans les REP induit aussi une diffusion de l'hydrogène libéré pendant la réaction. Pour étudier à la fois l'influence de la présence d'hydrogène et du pré-oxyde (zircone et couche de $\alpha\,(O)$), des éprouvettes ont été pré-hydrurées par voie gazeuse. D'autres échantillons ont été pré-oxydés à 425 °C sous vapeur d'eau saturée à 95%, induisant une teneur en hydrogène moyenne de 130 wppm.

Les comportements en fluage des gaines en Zr-4 vierge et pré-hydruré à une teneur initiale de $[H] \simeq$130 wppm sont comparés sur trois essais dans la plage en température de 780 à 850 °C. À 800 °C, le comportement en fluage secondaire à basses contraintes est similaire, mais le matériau pré-hydruré se déforme plus lentement que le vierge pour $\sigma_{vM} \geq 25$ MPa. Dans le processus d'identification de la loi de fluage secondaire du matériau pré-hydruré, cette observation se traduit

par un exposant de Norton n plus faible. Comme l'ont démontré Brachet *et al.*, la température du début de la transition $\alpha \rightarrow \alpha + \beta$ diminue avec la teneur en hydrogène dans le matériau. Ainsi, pour la température de 800 °C, on peut supposer que le matériau pré-hydruré ait formé un film de phase β aux joints de grains. Garde *et al.* ont démontré sur le matériau vierge à 850 °C que ce film de β induit une superplasticité caractérisée par un exposant $m = 1/n$ plus élevé que pour un mécanisme de déformation de type dislocation. À 825 °C, le comportement au fluage entre les deux matériaux est comparable, et à 850 °C on observe une vitesse de fluage plus élevée du matériau pré-hydruré que du vierge, pour une contrainte de 17 MPa. Le comportement thermo-mécanique est par contre comparable pour les contraintes $\sigma_{vM} \geq 25$ MPa. Ces résultats sont en cohérence avec ceux obtenus par C. Dominguez, dont les essai sont réalisés sur le même matériau vierge et des éprouvettes pré-hydrurées à 100 wppm.

Les allongements circonférentiels à rupture mesurés pour les éprouvettes pré-hydrurées testées à 825 et 850 °C sont en bon accord avec ceux mesurés par Brachet *et al.* sur du Zy-4 pré-hydruré à 600 wppm. L'allongement circonférentiel à rupture est diminué à 825 °C par la présence d'hydrogène, sans perte de ductilité. Un grand nombre d'essais est nécessaire pour une généralisation de cette observation.

Ayant connaissance de l'influence d'une teneur en hydrogène $[H] \simeq 130$ wppm sur le comportement au fluage de la gaine, un essai est réalisé à 800 °C pour comparer le fluage d'un matériau vierge à celui d'un échantillon pré-oxydé en couches interne et externe (la zircone possède ici une épaisseur de 10 μm). L'éprouvette pré-oxydée se déforme environ 8 fois plus lentement que l'éprouvette vierge lors du chargement à la pression interne de 2,6 MPa. Pour les pressions internes plus élevées, les vitesses de fluage mesurées restent comparables. L'apparition de fissures en surface de la gaine et leur agrandissement sont observés sur les images prises pendant l'essai. Pour mieux comprendre la différence de résistance au fluage observée à basse et haute contraintes, un essai est mené à une pression interne constante de 3,65 MPa.

Le schéma présenté dans la figure 4.26 résume les phénomènes observés lors de la déformation de l'échantillon pré-oxydé à 800 °C . Ces illustrations tiennent compte du comportement observé à des vitesses de déformation de l'ordre de $2{\cdot}10^{-4}$ s^{-1} et de $2{\cdot}10^{-3}$ s^{-1} sous atmosphère argon à pression atmosphérique.

Une importante perte de résistance au fluage est brutalement observée à un niveau de déformation tangentielle $\varepsilon_{\theta\theta} \simeq 1{,}1\%$. Cette perte de résistance au fluage est associée à l'apparition de fissures observées en surface externe. D'après les métallographies, réalisées après les essais, les couches de ZrO_2 et de $\alpha(O)$ sont rompues en surfaces interne et externe. Le renfort mécanique de l'oxyde n'étant plus présent dans les zones fissurées, le métal se déforme localement. En surface, la déformation macroscopique est entièrement accommodée par la déformation dans ces zones fissurées, qui s'agrandissent. Les métallographies de l'éprouvette rompue mettent en évidence que les grains positionnés sous les zones intègres de zircone

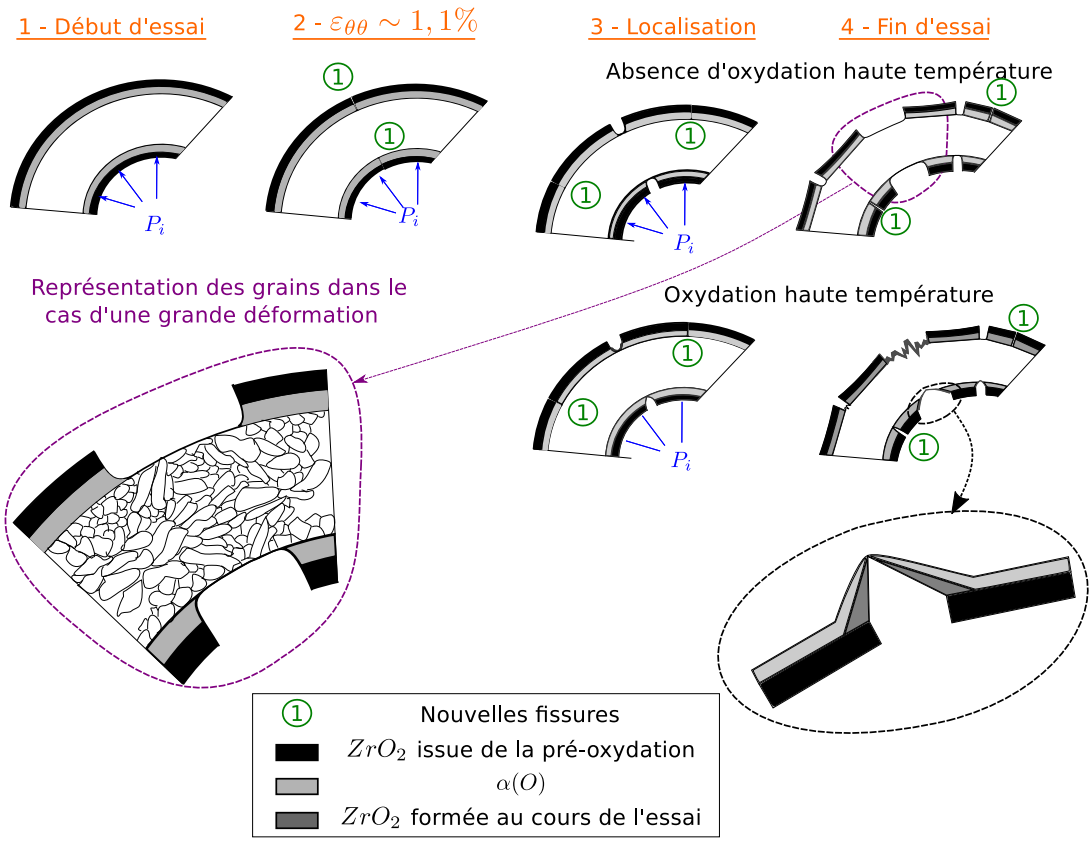


FIGURE 4.26 – Schéma représentatif de la déformation à 800 °C d'éprouvettes pré-oxydées, en surfaces interne et externe, et soumises à une pression interne en atmosphère argon.

restent équiaxes et ne se déforment quasiment pas (même pour des niveaux de déformation macroscopique importants). *A contrario*, les grains à l'intérieur de la gaine sont très allongés. Les mécanismes permettant cette transition restent à investiguer (glissement au joint de grain, endommagement, etc).

Le rôle des couches de ZrO_2 et de $\alpha(O)$ est donc encore très important sur le fluage de la gaine, même une fois l'oxyde fissuré. Dans le but d'être toujours plus représentatif du scénario de l'APRP, l'étude du fluage de gaines pré-oxydées est nécessaire.

Une différence notable est observée sur la capacité du Zr-4 à s'oxyder à haute température en atmosphère argon en fonction de la vitesse de fluage. Pour l'essai mené à la pression interne de 3,65 MPa et la température de 800 °C, la vitesse de fluage secondaire de $2{\cdot}10^{-4}$ s^{-1} du Zr-4 estimée permet une oxydation pendant tout l'essai (les jeunes fissures présentent une couche de $\alpha(O)$ et de zircone). Les images acquises au microscope numérique sur l'éprouvette testée jusqu'à 4,85 MPa ne présentent aucun signe d'oxydation au cours de l'essai. Il semblerait qu'il y ait une compétition entre la cinétique d'oxydation sous contrainte à haute température

et la vitesse de déformation dans les zones où le Zr-4 est en contact avec l'environnement (faiblement) oxydant de l'enceinte. L'oxydation sous contrainte du métal change nettement la forme des zones fissurées et favorise, en couche interne, un comportement à rupture fragilisé.

La modélisation de ce matériau nécessite de prendre en compte le comportement thermo-mécanique de chacune des couches constitutives. Les différents mécanismes de déformation mis en évidence dans notre étude permettent de faire des premiers choix de modélisation pour le comportement de ce matériau :

- La zircone et la couche de $\alpha(O)$ se fissurent pour une déformation d'environ 1,1%. Pour modéliser ce comportement, on pourra se reporter à l'état de l'art réalisé par V. Busser [BUS 11] dans son étude du comportement de la couche d'oxyde dans le contexte d'un accident de réactivité.

- Le fluage secondaire du métal peut-être modélisé par celui déterminé, avec les essais de caractérisation mis en place, sur un matériau pré-hydruré à une teneur [H] équivalente.

- La cinétique d'oxydation sous contrainte du Zr-4 doit être intégrée dans le modèle. La forme des entailles est en effet modifiée lorsque l'oxydation se produit, ce qui confère un comportement fragile en pointe de fissure.

Conclusions et perspectives

Le scénario accidentel de perte de réfrigérant primaire dans un réacteur à eau pressurisée soumet les gaines des crayons combustibles à un chargement mécanique en pression interne à haute température et dans un environnement vapeur. Plusieurs phases de cet accident sont critiques pour conserver l'intégrité de la gaine. Notre étude s'est focalisée sur le ballonnement des gaines en Zr-4 à des températures de 750 à 850 °C et des pressions internes de 1 à 5 MPa.

À ces températures, la diffusion des défauts ponctuels est activée. Le rôle des joints de grains dans la déformation des Zircaloys à chaud est très important. Différents modèles découlent de l'étude des mécanismes de fluage à haute température, en prenant en compte des phénomènes à plusieurs échelles. La modélisation d'une vitesse de fluage secondaire à partir d'une loi puissance sur la contrainte et d'une énergie d'activation, représentative des mécanismes de diffusion, semble être acceptée [KAS 04, KAD 04, ROS 78] pour travailler à l'échelle de la structure de la gaine. C'est cette loi, rappelée ci-dessous, qui est retenue pour caractériser le fluage secondaire du Zr-4 dans notre étude. Cette loi de comportement est facilement identifiable à partir d'essais à différentes contraintes et températures.

$$\dot{\varepsilon}^{ss} = A\sigma^n \cdot e^{-\frac{Q}{RT}}$$

Plusieurs bancs d'essai dédiés à l'étude des propriétés en fluage du Zr-4 ont été présentés. Ces dispositifs permettent des mesures ponctuelles de température et déformation en surface des échantillons. Le comportement de la structure peut difficilement être modélisé avec les mesures mises en place. Les résultats de ces essais associent généralement à une température et une (ou plusieurs) contrainte(s), uni-axiale(s) ou équivalente(s), une (des) vitesse(s) de fluage secondaire. Ces essais sont longs à mettre en place (atmosphère neutre, sous vide, préparation et montage des échantillons, etc) ce qui impose de faire des choix dans les conditions thermo-mécaniques. Ce faisant, l'évaluation des paramètres de la loi de fluage secondaire est approximative car la micro-structure du Zr-4 évolue rapidement avec la température. Les mécanismes de déformation à haute température sont étroitement liés aux joints de grain, ce qui nécessite de prendre quelques précautions dans les plages de températures testées [LEM 09] pour caractériser une énergie

d'activation. Ces mêmes précautions sont indispensables pour l'évaluation d'un exposant de Norton selon les niveaux de contraintes étudiés.

Dans le domaine thermo-mécanique de notre étude, la littérature a mis en évidence différents mécanismes de déformation. Dans le domaine α, un régime de fluage par diffusion est attendu à basse contrainte et par dislocations à des contraintes plus élevées, ce qui se caractérise respectivement par des exposants de Norton de l'ordre de l'unité, et de 4 à 5. Il semblerait que plusieurs mécanismes permettent d'accommoder un allongement très important pour une température de 850 °C [GAR 78]. Ce mode de déformation est caractérisé par un exposant de Norton d'environ 2 à 3, et des énergies d'activation supérieures à 350 kJ/mol.

Pour optimiser le processus de caractérisation du comportement en fluage secondaire du Zr-4 nous avons proposé dans ce travail un essai conçu pour obtenir un chargement thermique hétérogène sur la hauteur du tube sur des éprouvettes de 90 mm de long chargées en pression interne. Le lien fort entre la température et la vitesse de fluage va induire une déformation localisée aux points chauds. Le but est alors de mesurer les champs cinématique et thermique en surface externe des échantillons pour modéliser par la suite les essais.

Le banc d'essai développé dans la thèse de N. Tardif [TAR 09] a été adapté pour les essais sur des gaines en Zr-4, et instrumenté pour permettre à la fois la mesure du champ de déplacements par CIN 2D et du champ thermique par thermographie PIR. Les essais sont menés à pression interne imposée avec une compensation de l'effet de fond ce qui favorise le gonflement de l'éprouvette. Le couplage d'un chauffage par induction, de la géométrie des spires, et du refroidissement des mors permet d'obtenir une distribution thermique axialement hétérogène avec une différence d'environ 20 °C entre les points chaud et froid de la zone observée. Plusieurs chargements en pression interne sont appliqués par essai, générant des données à plusieurs niveaux de contrainte.

Le rayonnement de la surface externe de l'échantillon à haute température est un élément perturbateur pour la CIN. La solution retenue pour s'en affranchir est d'utiliser un éclairage tubulaire, ce qui évite les gradients d'intensité lumineuse, à LED d'une longueur d'onde de 470 nm couplé à un filtre passe-bande [GRA 09]. Le mode d'éclairage en flash lumineux permet aussi l'acquisition des données relatives au rayonnement de la surface en opposition de phase. La CIN 2D permet d'extraire les profils de déformations axiale et circonférentielle le long de la génératrice en vis-à-vis avec la caméra, dans une hauteur utile de 20 mm. Le point faible de cette méthode est qu'un biais est généré par le déplacement hors-plan de l'éprouvette lié à son ballonnement. L'erreur sur le calcul de la déformation équivalente est estimée à 1% de la déformation mesurée, ce qui est acceptable pour notre étude. La thermographie PIR est adaptée au montage en tirant profit des mesures ponctuelles par thermocouples en surface externe de l'éprouvette pour étalonner un modèle radiométrique à partir des données enregistrées pendant la phase de chauffage précédant l'application du chargement mécanique. La différence entre les

températures calculées à partir du modèle radiométrique étalonné et celles mesurées par les thermocouples sont inférieures à l'incertitude de mesure par thermocouple.

L'application de ces deux techniques a révélé des distributions axiales des vitesses de fluage secondaire et des températures corrélées dans la zone utile. Le chargement thermique est donc suffisamment hétérogène pour induire un gonflement non-uniforme du tube.

La richesse des données recueillies permet la modélisation des essais par la méthode des éléments finis avec la version commerciale du code Abaqus. Un modèle axi-symétrique de l'éprouvette est utilisé en se basant sur les résultats de mesures cinématiques et les observations *post-mortem*. Un critère isotrope de von Mises est utilisé pour calculer une déformation équivalente. La loi de comportement est recalée de façon itérative en minimisant la différence entre les vitesses de fluage mesurées (CIN) et celles calculées numériquement (EF). Cette procédure est validée sur la base d'un essai virtuel puis appliquée à 9 essais réalisés sur des échantillons en Zr-4 détendu.

En plus des différents niveaux de contrainte σ_{vM}, l'état de contrainte est modifié pendant l'essai par les effets de structure liés au ballonnement de plus en plus prononcé de l'éprouvette. La loi de comportement semble adaptée à la modélisation du fluage du Zr-4 dans nos conditions d'essai. L'écart quadratique moyen entre les mesures et le calcul reste inférieur à 8% pour chacun des recalages. Les vitesses de fluage mesurées sur les différents essais sont cohérentes entre elles. Les domaines de validité des lois de fluage sont obtenus pour les températures avec les mesures par thermographie et pour les contraintes avec le calcul EF. Des cartographies des paramètres dans le domaine (σ_{vM},T) sont présentées. Elles mettent en évidence dans le domaine α une contrainte limite de 25 MPa entre un exposant de Norton de l'unité et d'environ 4 à 5 respectivement pour de plus basses et plus importants contraintes. La littérature associe à ces ordres de grandeur des mécanismes de fluage par diffusion et dislocation. Pour les températures de 810 à 850 °C l'exposant de Norton est compris entre 2,5 et 3,5 pour des contraintes élevées. De plus l'énergie d'activation est supérieure à 300 kJ/mol alors qu'en dessous de 810 °C son ordre de grandeur est de 150 à 200 kJ/mol. Ces résultats sont associés dans la littérature à un mécanisme de superplasticité [GAR 78, PRI 11].

Dans le domaine α et pour des températures de 747 à 810 °C, trois lois de fluage sont proposées en fonction des niveaux de contrainte et des vitesses de déformation. Elles sont rappelées ci-dessous.

T °C	σ_{vM} MPa	$\dot{\varepsilon}_{eq}^{ss}$ s^{-1}	A $MPa^{-n}.s^{-1}$	n	Q kJ/mol
748-798	12-26		$e^{2,46}$	1,66	150
748-798	26-38	$< 4,10^{-4}$	$e^{-6,95}$	4,9	168
780-809	30-47	$> 4,10^{-4}$	$e^{12,2}$	3,92	293

Ce travail a permis de considérablement optimiser la détermination de lois de fluage sous atmosphère argon en termes de temps, de matière et d'analyse. Les résultats obtenus sont comparables à ceux présentés par S. Fréchinet [FRÉ 01] et Garde *et al.* [GAR 78], ce qui valide l'ensemble de la méthodologie.

Les gaines de Zr-4 sont corrodées lors de leur vie dans le circuit primaire des REP. Un oxyde se forme en surface externe du crayon du fait de l'adsorption de l'eau. Une faible quantité d'hydrogène est aussi diffusée dans le métal lors de cette réaction. De plus, la mise en contact de combustible avec la gaine induit aussi une corrosion en surface interne (jusqu'à 10 μm d'oxyde). Les essais menés par C. Dominguez [DOM 16] ont mis en évidence que des échantillons de Zr-4 présentant une épaisseur de zircone supérieure ou égale 12 μm se déforment de manière similaire, pour des contraintes supérieures à 20 MPa.

Dans le but d'être toujours plus représentatif des conditions représentatives de l'APRP, une étude du comportement en fluage à 800 °C d'une éprouvette pré-oxydée sous vapeur est menée à titre exploratoire. Un échantillon pré-oxydé en faces interne et externe avec une épaisseur de zircone de 10 μm est sélectionné. Le procédé de fabrication induit une hydruration de l'éprouvette caractérisée par une teneur massique en hydrogène de 130 wppm. On s'intéresse dans un premier temps à l'influence de cette quantité d'hydrogène dans le Zr-4 sur son comportement en fluage.

Trois essais sont réalisés à 800, 825 et 850 °C sur du Zr-4 détendu et sur des échantillons pré-hydrurés par voie gazeuse à 130 wppm. Les vitesses de fluage mesurées pour ces trois essais sur chacun des deux matériaux sont comparables, avec une différence maximale de 20%. On observe à 825 °C une rupture de l'échantillon alors que le tube en Zr-4 vierge s'allonge de 20% de plus. Il semblerait que la présence d'hydrogène induise une rupture précoce de la gaine *a minima* à cette température. C'est un résultat en accord avec l'étude de Brachet *et al.* [BRA 02].

Pour des épaisseurs de zircone de 10 μm, les couches de ZrO_2 et d'$\alpha\,(O)$ se fissurent à une déformation circonférentielle de 1,1% à 800 °C. La résistance au fluage est très importante tant que l'oxyde est intègre mais chute brutalement dès qu'il se fissure. Cette résistance est néanmoins conservée de manière locale : les fragments de la zircone protègent les grains de Zr qui sont situés en-dessous ce qui favorise la déformation du Zr dans les régions de zircone fissurée. En surface la quasi-totalité de la déformation est accommodée par ces zones *inter*-zircone.

Même pour le cas de notre atmosphère peu oxydante, il semble qu'il existe une compétition entre la vitesse de déformation et la cinétique d'oxydation du Zr en surface. Cette oxydation sous contrainte potentielle met en jeu un mécanisme de déformation différent et favorise un comportement à rupture fragilisé.

Dans le contexte de l'amélioration des connaissances sur le comportement thermo-mécanique du Zr-4 dans des conditions représentatives d'un APRP, il reste encore de nombreuses pistes à explorer. Le travail présenté dans ce manuscrit

pourrait-être poursuivi selon trois grands axes pour participer à cet effort :

- Le fluage secondaire du Zr-4 a été caractérisé pour une sollicitation principale en pression interne. C'est le domaine de validité des lois de comportement identifiées sur la base d'un critère isotrope de von Mises. Ce critère est admis dans la plupart des études [CHO 14, ROS 78]. Il paraît important de délimiter la validité de ce critère sur la base d'essais bi-axiaux. L'outil expérimental mis en place permet d'effectuer un chargement en pression interne indépendamment du chargement axial, et l'instrumentation permet la mesure des déformations axiales et circonférentielles dans la zone utile. Il semble envisageable de réaliser une campagne d'essai dédiée à la caractérisation d'un critère anisotrope, et d'en qualifier les résultats par rapport au critère de von Mises.

Dans le but de déterminer le domaine de validité de cette loi de fluage secondaire, les essais pourraient-être exploités à des niveaux de déformation élevés. En effet, l'endommagement du matériau n'a pas été observé par les métallographies et les faciès de rupture laissent présager une rupture par épuisement de ductilité. On peut se demander jusqu'à quel point la mise à jour de la géométrie par le calcul EF permet de prédire sa déformation sur la base d'un modèle de fluage secondaire. Plusieurs verrous sont tout de même à lever. Les peintures utilisées pour la haute température ne permettent pas de très grandes déformations. Les codes de CIN peuvent néanmoins analyser les images indépendamment les unes des autres. L'erreur de mesure est alors propagée mais permet de tenir compte d'une dégradation du mouchetis. La mesure par détection de contours permet *a minima* de travailler sur la déformation circonférentielle dans un repère eulérien. L'asservissement de la température sur une mesure par thermocouple admet aussi des limites. Lorsque la déformation est importante, les deux câbles thermosoudés s'éloignent, entraînant la perte de la régulation. Il faudrait prévoir une système d'asservissement secondaire de type pyromètre.

- Le deuxième axe est dans la continuité du chapitre 4 et concerne la modélisation du comportement thermo-mécanique d'un matériau plus représentatif des conditions de vie en REP. L'étude menée à titre exploratoire et présentée dans le chapitre 4 a mis en évidence des phénomènes caractéristiques de la déformation à 800 °C d'un matériau pré-oxydé en double face avec des épaisseurs de zircone de 10 μm. Le mode de déformation induit la fissuration des couches de zircone et de Zr enrichi en oxygène. De plus, l'environnement de l'essai est susceptible d'influer sur la cinétique d'oxydation du métal dans les régions de zircone fissurées. Cette cinétique d'oxydation semble en compétition avec la vitesse de déformation, et la formation d'une couche de zircone en face interne ne permet plus l'émoussement de la fissure. Il parait alors important de réaliser les futurs essais dans un environnement représentatif des conditions d'oxydation sous vapeur dans le scénario de l'APRP.

Si l'enjeu expérimental est important, il n'est pas moindre pour la modélisation du comportement en fluage de ce matériau. Un modèle de matériau sandwich

semble bien se prêter à la description des phénomènes observés [BUS 11], ce qui nécessite de modéliser le comportement de chacune des strates du matériau. La multi-fissuration des couches oxydées est à prendre en considération (redistribution des contraintes). En plus de ces phénomènes mécaniques, la modélisation de phénomènes couplés chimique et mécanique comme la corrosion sous contrainte est à implémenter. Une dernière partie du modèle devra tenir compte de la diffusion des espèces (hydrogène et oxygène essentiellement) dans les différentes couches [ELO 16].

- Des chargements thermo-mécaniques plus représentatifs de l'accident pourraient enfin être appliqués. Une première étape est la réalisation de rampes thermiques à pression constante et des cinétiques de chargement à température constante. Ces essais sont généralement menés jusqu'à l'éclatement des gaines et avec l'ambition de déterminer un critère de rupture [RÉO 90, KIM 04]. Des phénomènes comme la plasticité de transformation sont par exemple observés à faible contrainte [FRÉ 01] et impactent le comportement visco-plastique du Zr-4. Une fois ces effets quantifiés, des cinétiques de montée en température et pression interne issues d'un scénario potentiel pourraient être simulées. Il convient néanmoins d'avoir des modèles multi-physiques robustes pour analyser un essai thermo-mécanique représentatif : les comportements élasto-visco-plastique du métal et des couches corrodées sont mis en jeu, mais la cinétique de transformation de phase joue aussi un rôle important [FOR 00].

Annexe A

Études de sensibilité liées aux mesures thermiques et à leur modélisation

Extrapolation des mesures thermiques

La température au niveau des raccords n'est pas mesurée à chaque essai. Les profils axiaux de température, mesurés par thermographie dans la zone utile, sont extrapolés par un modèle de somme de sinus (3.1) pour modéliser le chargement thermique sous Abaqus. L'influence de l'extrapolation des profils sur la détermination du paramètre Q est déterminée ci-dessous.

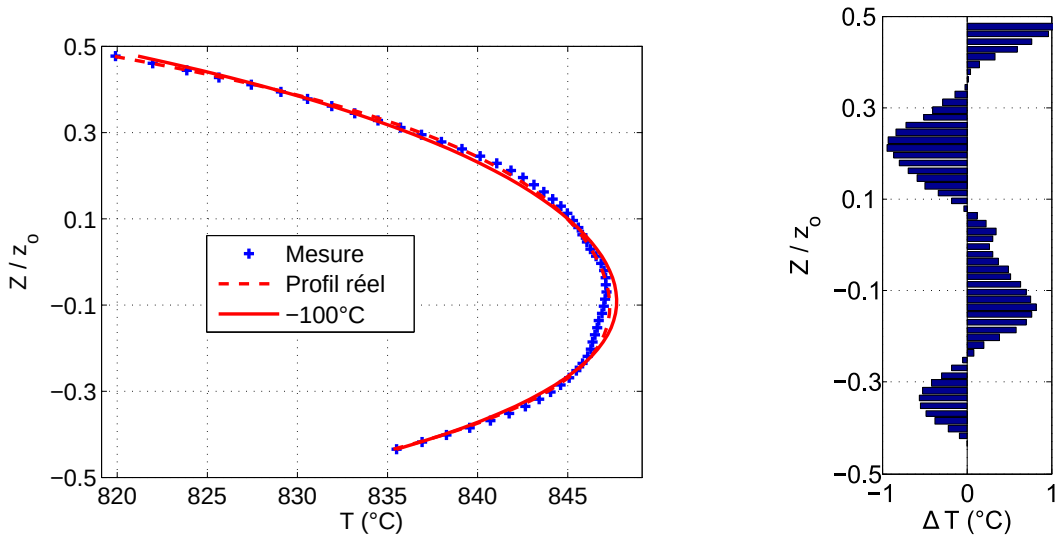
Dans ce but la température aux extrémités du tube modélisé est abaissée de 100 °C. Le modèle de somme de sinus est déterminé à partir de ce nouveau jeu de données, ce qui modifie très légèrement la forme de la distribution thermique dans la zone utile. Les profils axiaux thermiques de la mesure, des modèles réels et modifiés sont tracés sur la figure A.1a. La différence entre les données mesurées dans la zone utile et le modèle est tracée dans la figure A.1b. Cette différence reste inférieure à 1 °C.

Le recalage du modèle de fluage secondaire est réalisé à partir de cette distribution thermique perturbée. Les paramètres obtenus sont rapportés dans la table A.1.

Table A.1 – Paramètres obtenus par le recalage.

Modification	$ln(A)$ A in $MPa^{-n}.s^{-1}$	n	Q (kJ/mol)
$\oslash$	32,8	3,41	466
-100°C	32,3	3,41	462

L'influence de cette extrapolation sur la détermination des paramètres est infé-



(a) Distributions thermiques (b) Différence

FIGURE A.1 – Les profils axiaux des températures mesurées, identifiées et perturbées pour la présente étude sont tracés en (a). La différence entre le modèle perturbé et la mesure est donnée en (b)

rieure à 1% de la valeur des paramètres.

La thermo-soudure des thermocouples est une étape critique dans la préparation des essais. Il n'est pas rare qu'un thermocouple se détache lors du montage de l'éprouvette sur le dispositif, et que les mesures associées ne soient donc inexploitables. La réduction du nombre de thermocouples à préparer permet un gain de temps considérable.

L'étude de sensibilité sur l'extrapolation du modèle thermique dispense de réaliser la mesure par thermocouple au niveau des raccords pour chaque essai. Comme la précision sur la mesure en température n'est pas très importante au niveau des raccords, une solution alternative au thermocouple pourrait être la thermographie PIR. En effet, il est possible de visualiser la zone utile et la zone proche des raccords avec une caméra dédiée à la thermographie. Le temps d'exposition du capteur est dimensionné pour obtenir des mesures précises dans la zone utile, et la différence entre la température dans la zone utile et celle au niveau des raccords est d'environ 300 °C. La précision de la température évaluée par le modèle radiométrique sera donc bien moins élevée au niveau des raccords que dans la zone utile.

Incertitude de mesure

Les erreurs de mesures liées aux différents moyens d'acquisition et au traitement des données induit des incertitudes sur les paramètres déterminés par le recalage de modèle par calcul EF. L'erreur de mesure liée aux thermocouples pourrait

avoir un effet non négligeable sur la détermination des paramètres matériau. La section 2.4.1 met en évidence une incertitude minimale moyenne de 1,5 °C à 850 °C sur la mesure de température par thermocouples. Pour évaluer la sensibilité de la détermination de la loi de comportement à cette incertitude, deux jeux de données sont construits à partir de l'essai à 850 °C. Les mesures des thermocouples sont perturbées en (1) accentuant la différence entre les température mesurées au centre et à l'extérieur, et en (2) diminuant cette différence sur les deux jeux de données différents. Un décalage d'une amplitude de 2 °C est appliqué à chaque fois pour chaque point de mesure. La modification des données est visible sur la courbe $T = f(I_{eq})$, représentant la fonction de transfert entre les températures et les niveaux de gris moyens mesurés. Un décalage d'une amplitude plus élevée mène à un écart important entre les courbes des trois thermocouples et met à mal l'hypothèse d'une émissivité uniforme dans la zone utile.

Pour chacun des deux jeux de données, les modèles radiométriques sont déterminés, les profils thermiques sont construits et l'identification de la loi matériau est ensuite réalisée. Les résultats obtenus pour les deux jeux sont rapportés dans la table A.2.

TABLE A.2 – Résultats obtenus illustrant l'effet des erreurs de mesures thermiques dues à la chaîne d'acquisition par thermocouple.

Modification	K_1 K	K_2 GL	$< S_n^{rad} >$ %	A $\mathrm{MPa}^{-n}.\mathrm{s}^{-1}$	n	Q kJ/mol
$\oslash$	$1{,}6.10^4$	$7{,}2.10^8$	0,23	$e^{32,8}$	3,41	466
1	$1{,}7.10^4$	$7{,}010^8$	0,43	$e^{33,1}$	3,37	467
2	$1{,}7.10^4$	$7{,}8.10^8$	0,11	$e^{32,6}$	3,41	465

La différence entre les paramètres obtenus avec les jeux de données modifiés et avec les données de l'essai est inférieure à 1% de la valeur des paramètres. La chaîne d'acquisition des mesures de température par thermocouple a finalement une influence négligeable sur la détermination des paramètres du modèle de fluage secondaire. La combinaison entre la mesure par thermocouple et la thermographie PIR est la raison pour laquelle cette erreur de mesure n'a pas d'impact.

Un facteur pourrait avoir plus d'effet sur la méthode proposée : l'émissivité de la surface externe du tube. En effet, si l'émissivité n'est pas uniforme dans la zone utile, l'utilisation d'un modèle radiométrique homogène sur la zone utile entière est une source d'erreur. L'écart quadratique moyen $< S_n^{rad} >$ entre le modèle radiométrique et les données expérimentales est alors un bon indicateur de la validité de la thermographie, intégrant les erreurs de mesure et d'uniformité de l'émissivité. Les écarts quadratiques moyens sont donnés dans la table A.2 pour chaque jeu de données. Ils sont pour les trois jeux inférieurs à 0,5%, et le plus faible est obtenu pour le jeu modifié n°2.

Annexe B

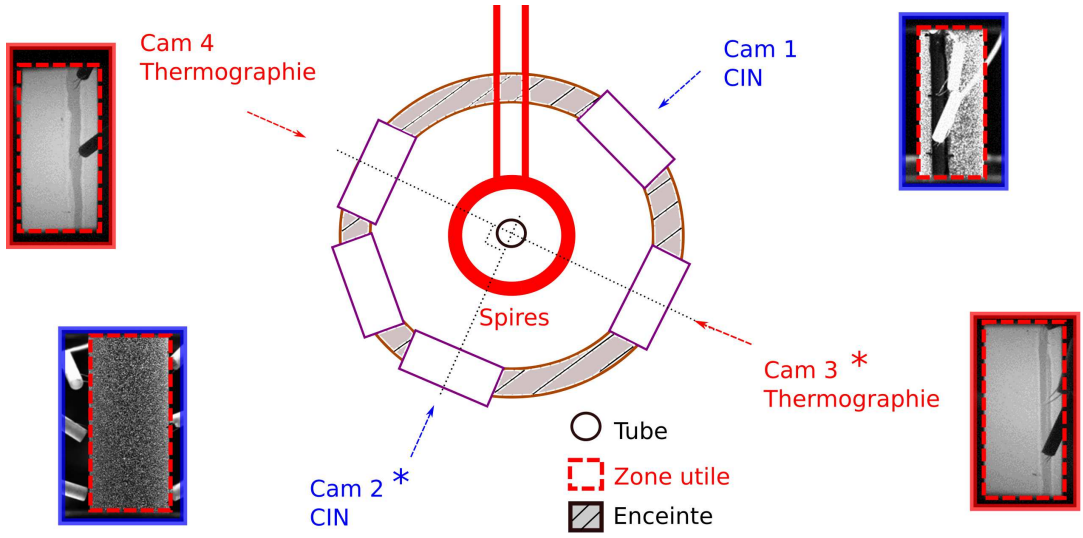
Configuration des essais et données relatives au post-traitement

Les détails des étapes importantes des essais et de leur post-traitement pour déterminer les lois de comportement sont donnés sur les figures suivantes. La disposition des caméras est donnée pour chaque essai [1], ainsi que la superposition du modèle radiométrique avec les données de l'essai. Finalement les comparaisons des vitesses de fluage calculées en fin de recalage de modèle sont tracées avec les vitesses déterminées sur la base de la CIN. Le tableau des conditions des essais est rappelé ci-dessous.

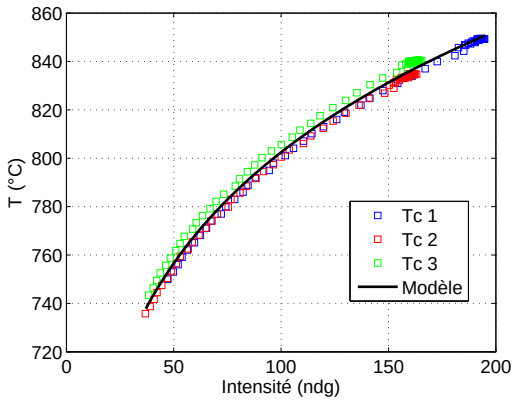
TABLE B.1 – Conditions des essais sur le Zr-4 détendu et pré-hydruré 3.3.

Éprouvette	T (°C) [min, max]	P_i (MPa) P_1	P_2	P_3	Nombre d'étapes de recalage
AR-1	[831, 848]	1,04	1,65	2,24	2
AR-2	[831, 848]	2,17	2,89	3,51	1
PH-128	[831, 848]	2,17	2,89	3,51	2
AR-3	[810, 828]	2,75	3,33	3,86	2
PH-124	[810, 828]	2,75	3,33	3,86	2
AR-4	[781, 799]	1,48	2,66	⊘	1
AR-5	[778, 798]	2,75	3,33	3,86	2
PH-129	[778, 798]	2,75	3,33	3,86	2
AR-6	[780, 800]	4,03	4,52	5,04	2
AR-7	[747, 767]	3,05	3,70	4,89	2
AR-8	[755, 775]	2,60	3,35	4,25	2
AR-9	[785, 810]	3,90	4,30	⊘	1

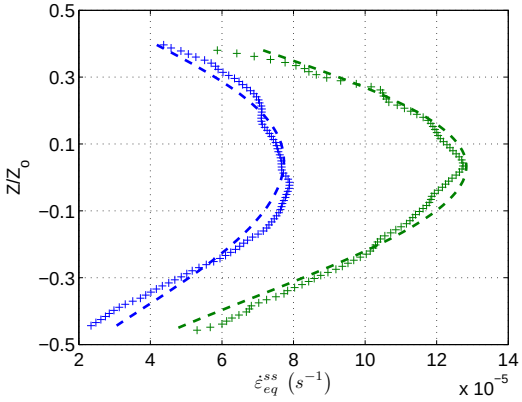
1. Les caméras annotées d'une étoile sont celles utilisées pour la modélisation du chargement thermique et pour la mesure des vitesses de fluage secondaire.



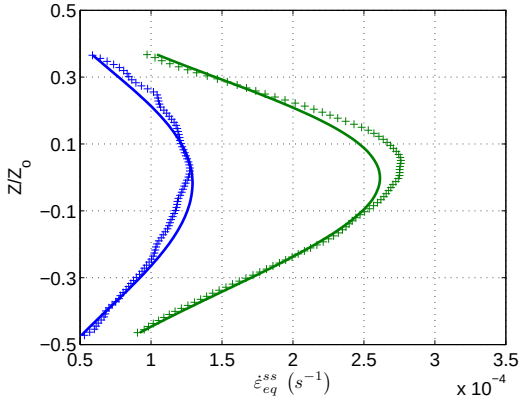
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique

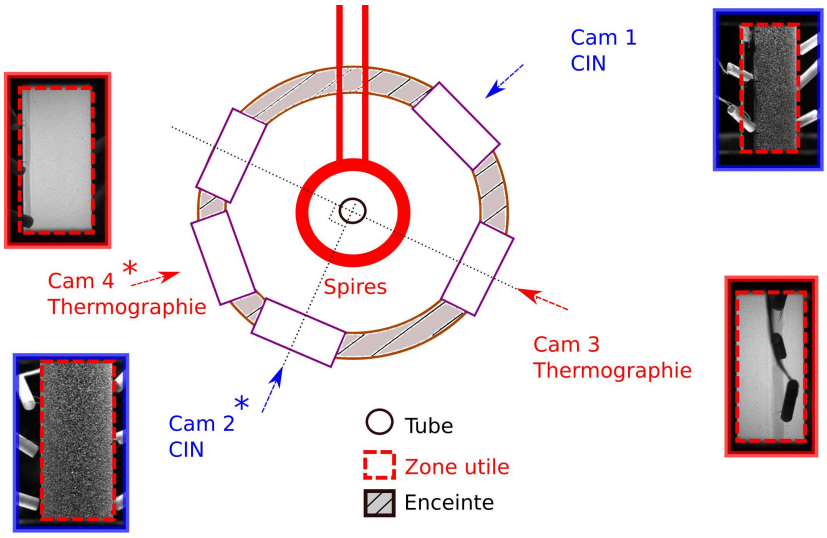


(c) Recalage n°1

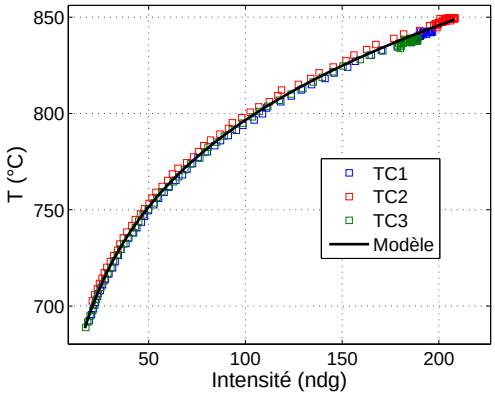


(d) Recalage n°2

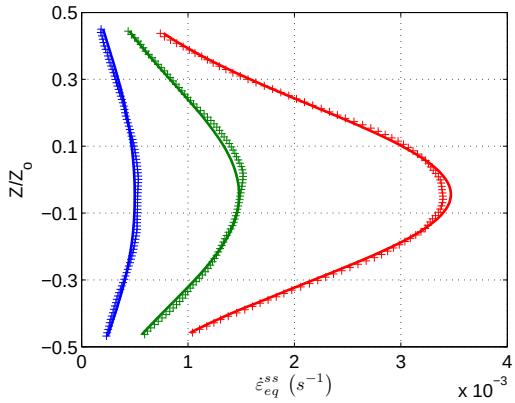
FIGURE B.1 – Données de l'essai AR-1.



(a) Disposition des caméras

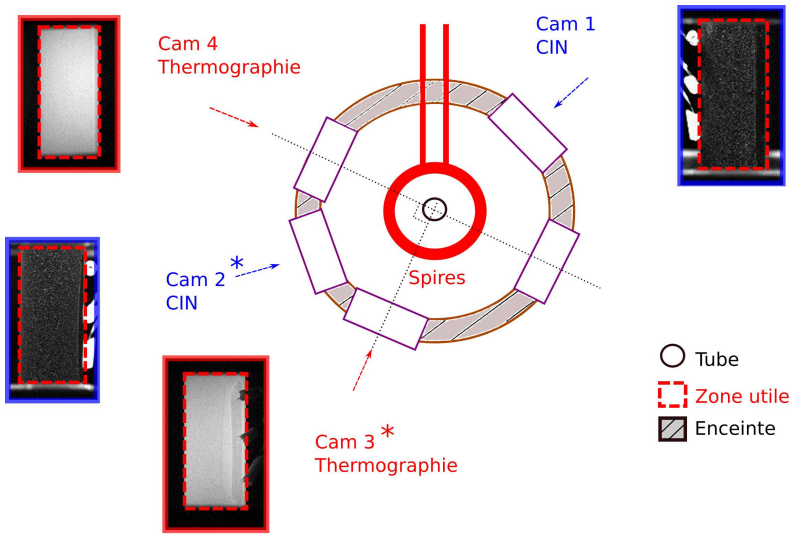


(b) Étalonnage du modèle radiométrique

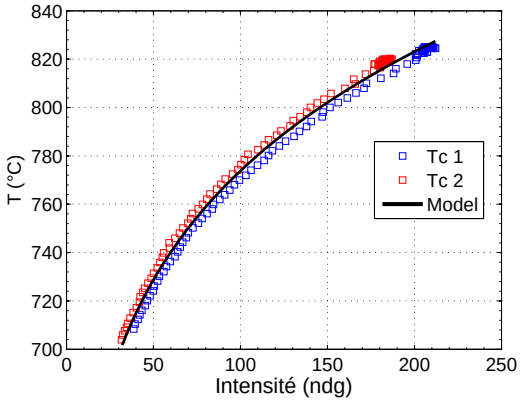


(c) Recalage à partir des trois chargements

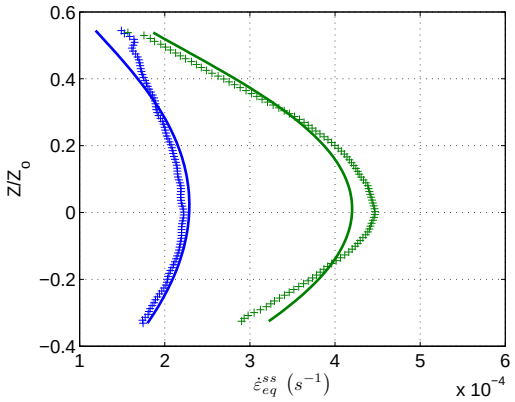
FIGURE B.2 – Données de l'essai AR-2.



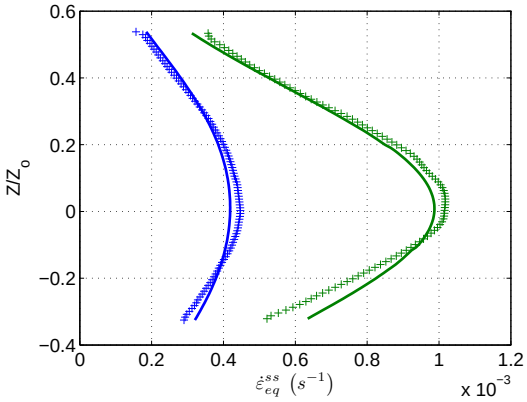
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique

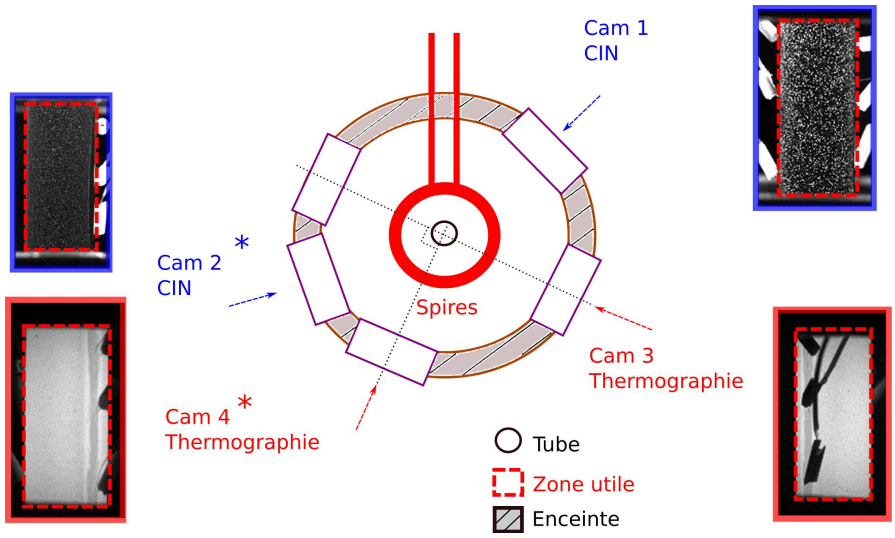


(c) Recalage n°1

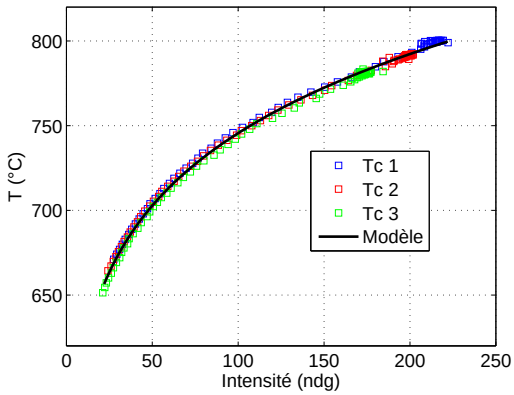


(d) Recalage n°2

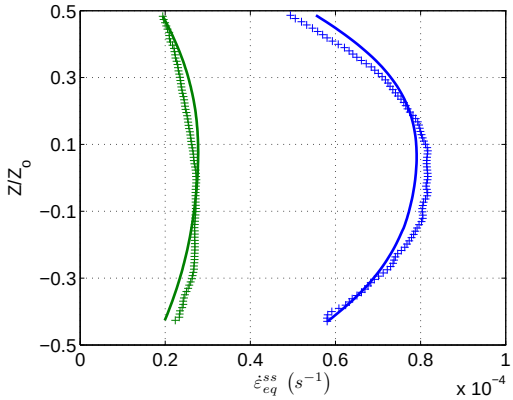
FIGURE B.3 – Données de l'essai AR-3.



(a) Disposition des caméras

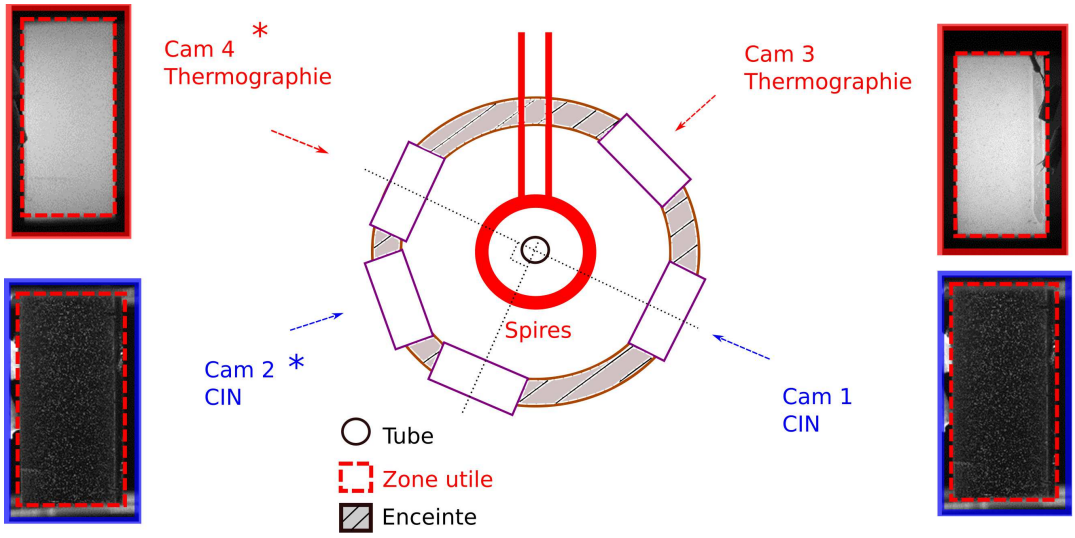


(b) Étalonnage du modèle radiométrique

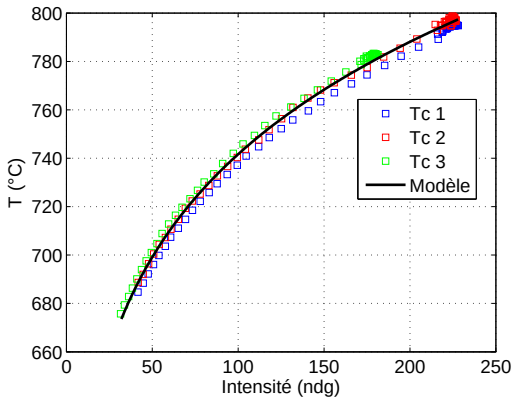


(c) Recalage à partir des trois chargements

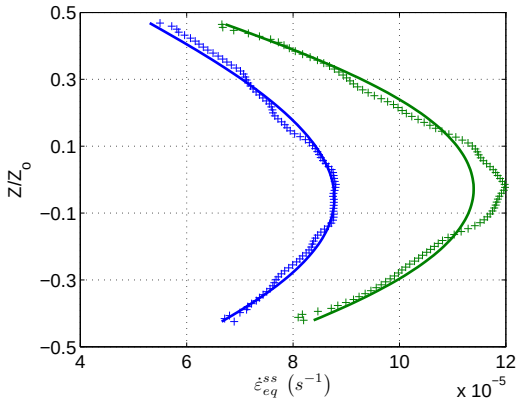
FIGURE B.4 – Données de l'essai AR-4.



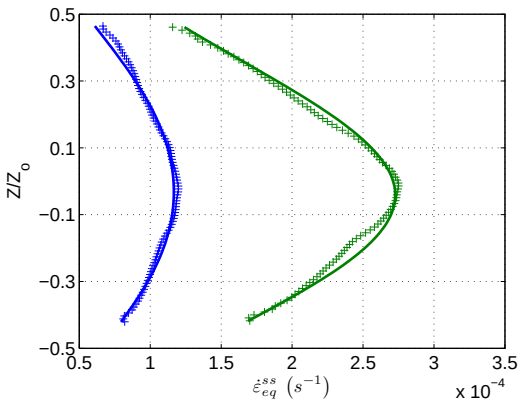
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique

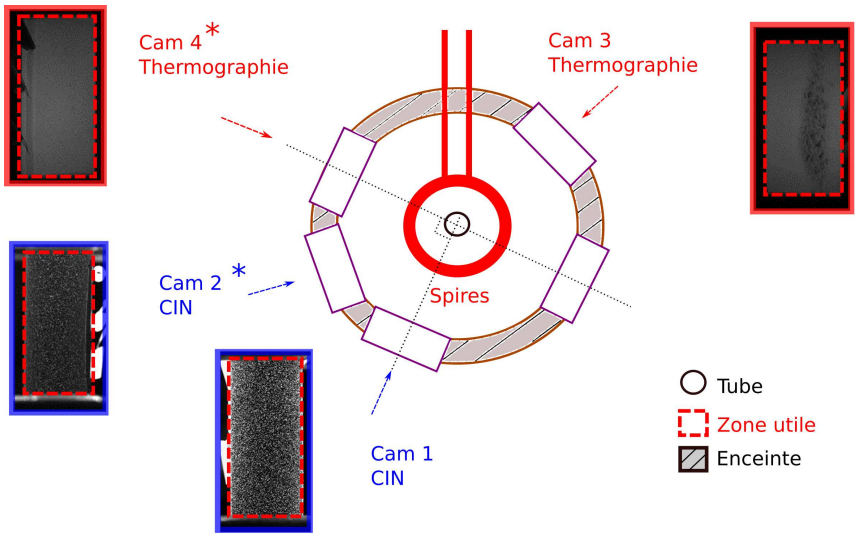


(c) Recalage n°1

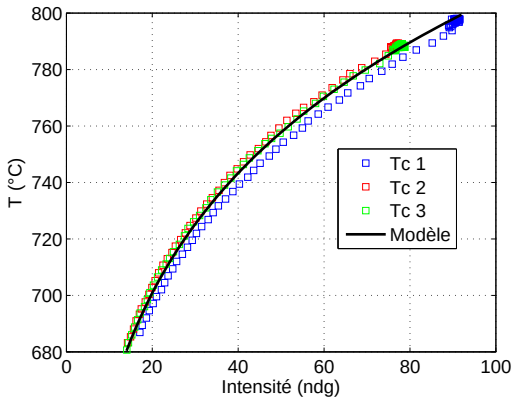


(d) Recalage n°2

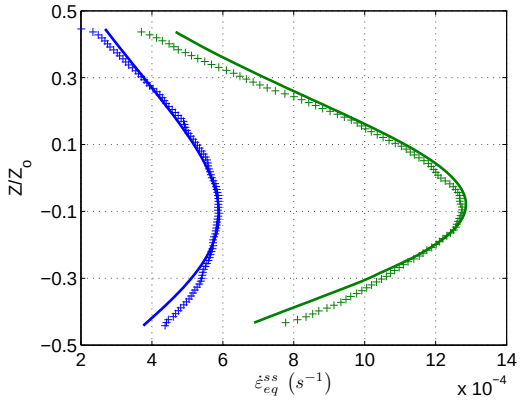
FIGURE B.5 – Données de l'essai AR-5.



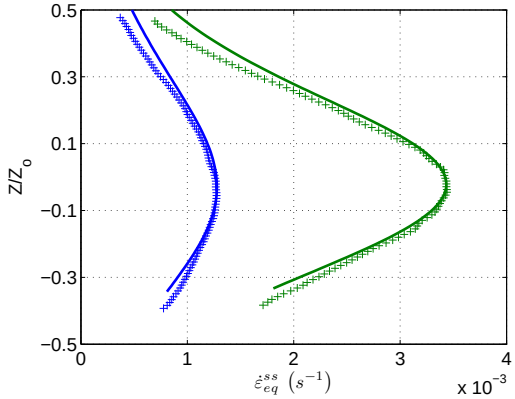
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique

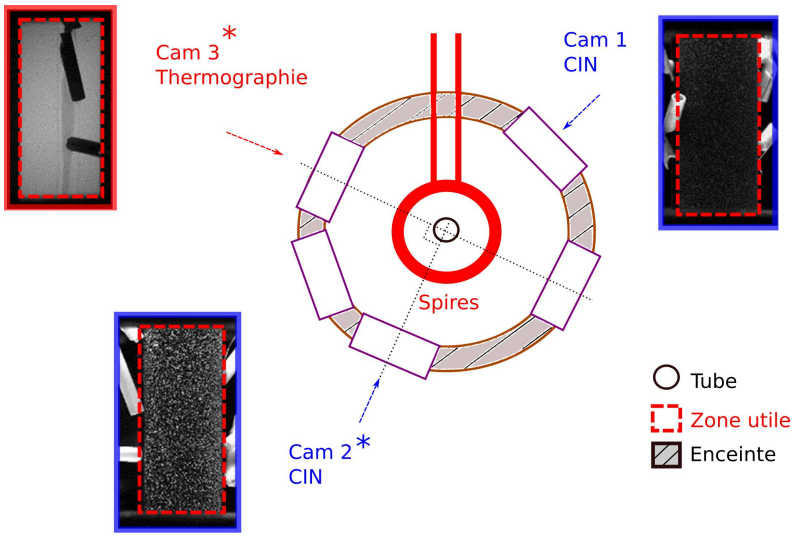


(c) Recalage n°1

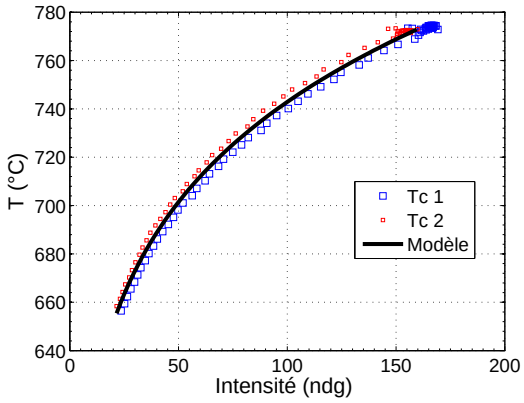


(d) Recalage n°2

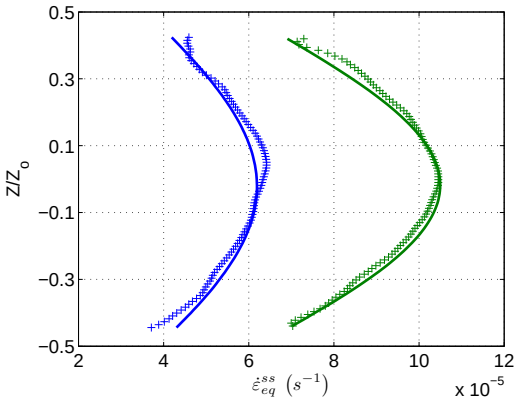
FIGURE B.6 – Données de l'essai AR-6.



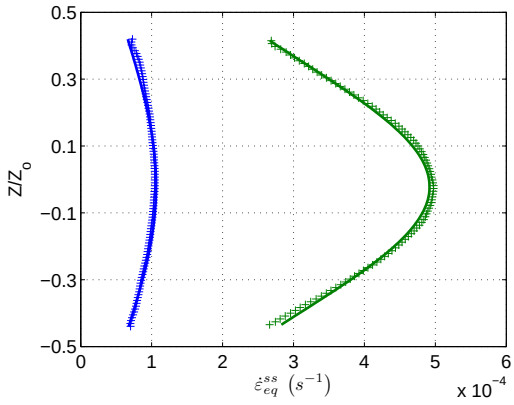
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique

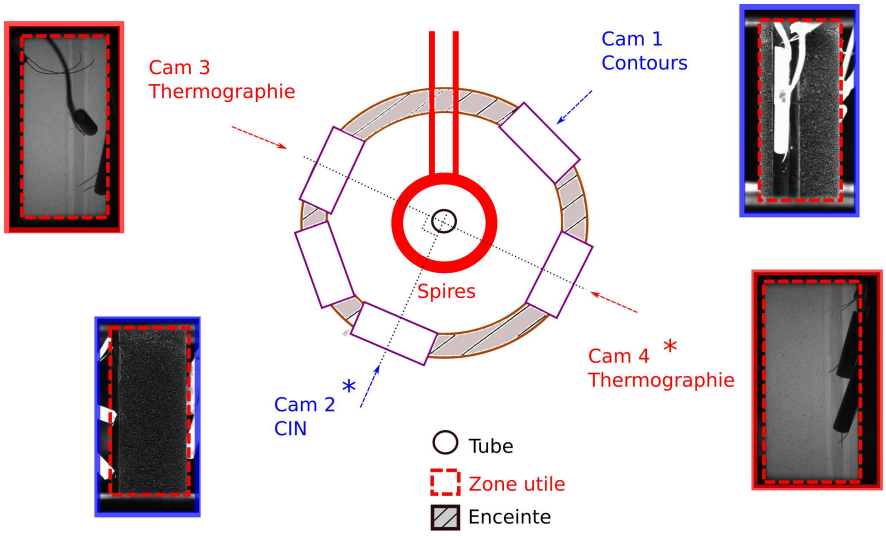


(c) Recalage n°1

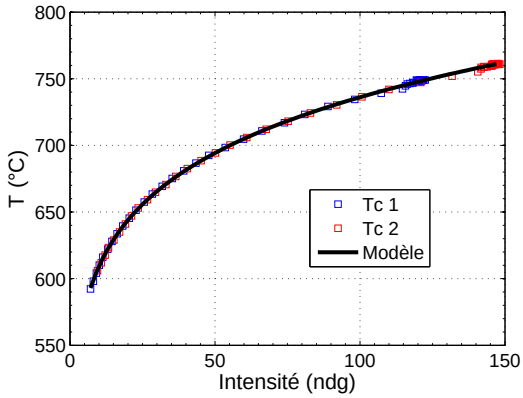


(d) Recalage n°2

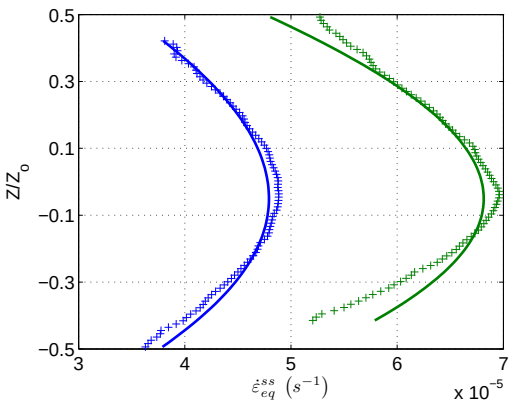
FIGURE B.7 – Données de l'essai AR-7.



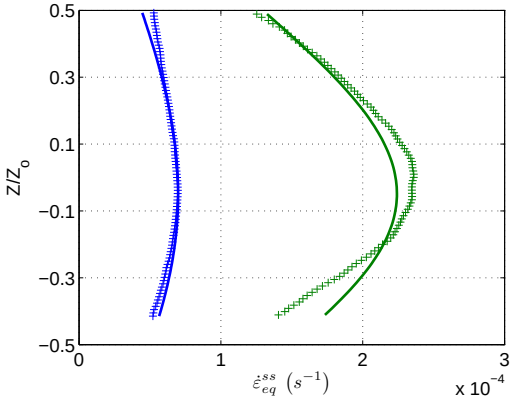
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique

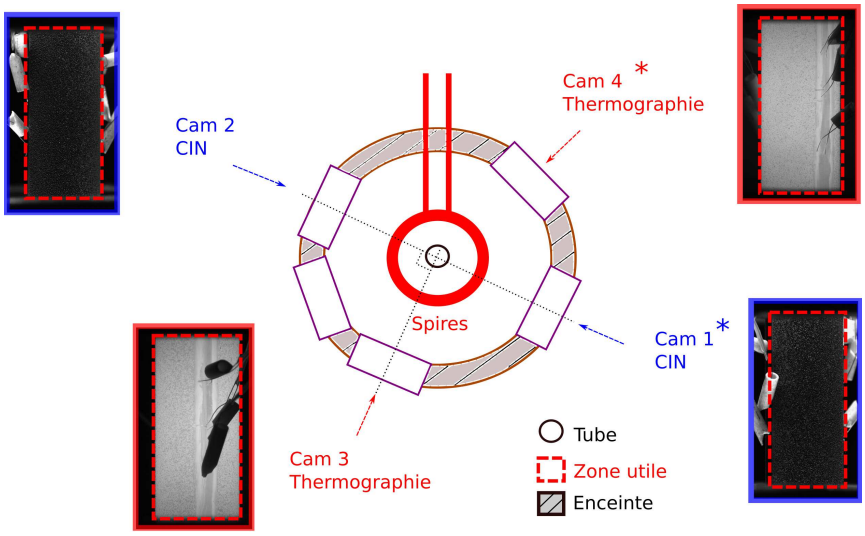


(c) Recalage n°1

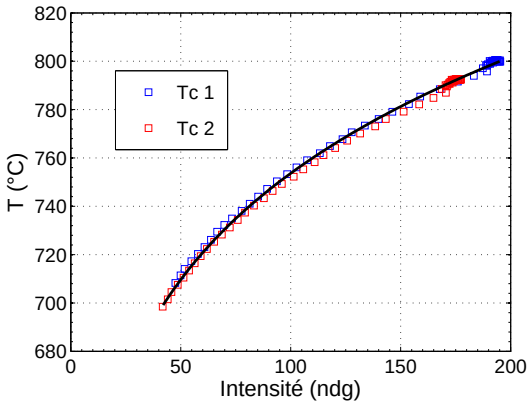


(d) Recalage n°2

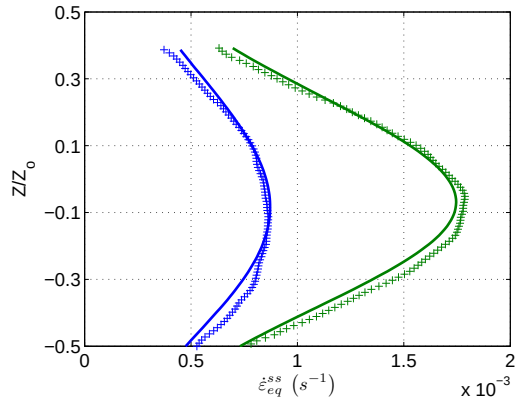
FIGURE B.8 – Données de l'essai AR-8.



(a) Disposition des caméras

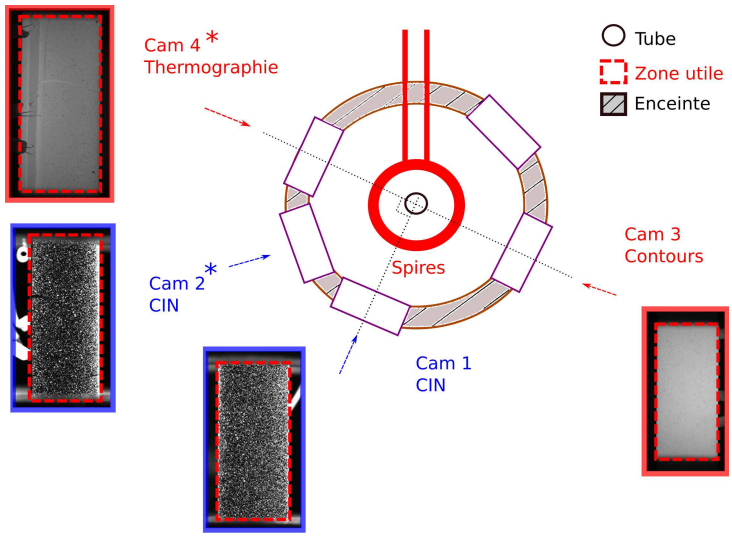


(b) Étalonnage du modèle radiométrique

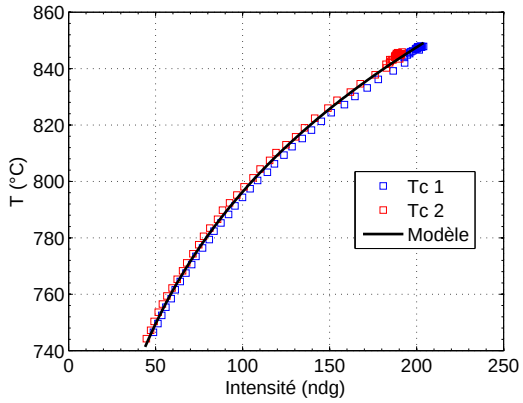


(c) Recalage à partir des trois chargements

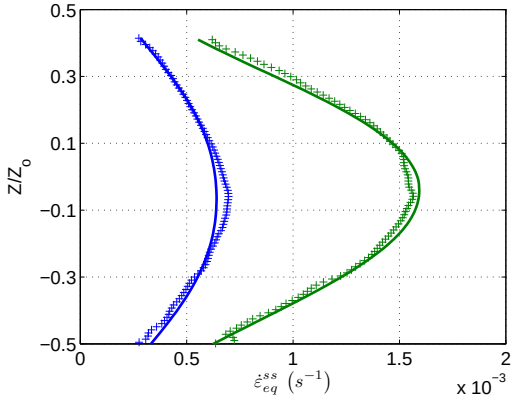
FIGURE B.9 – Données de l'essai AR-9.



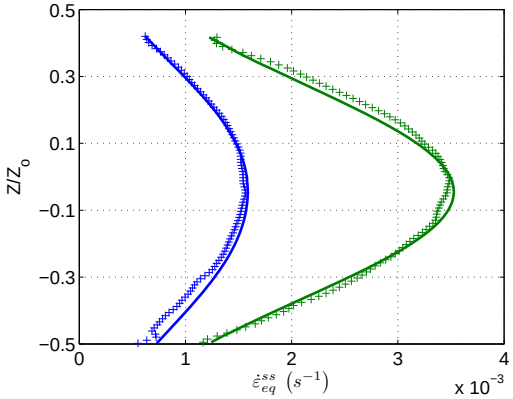
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique

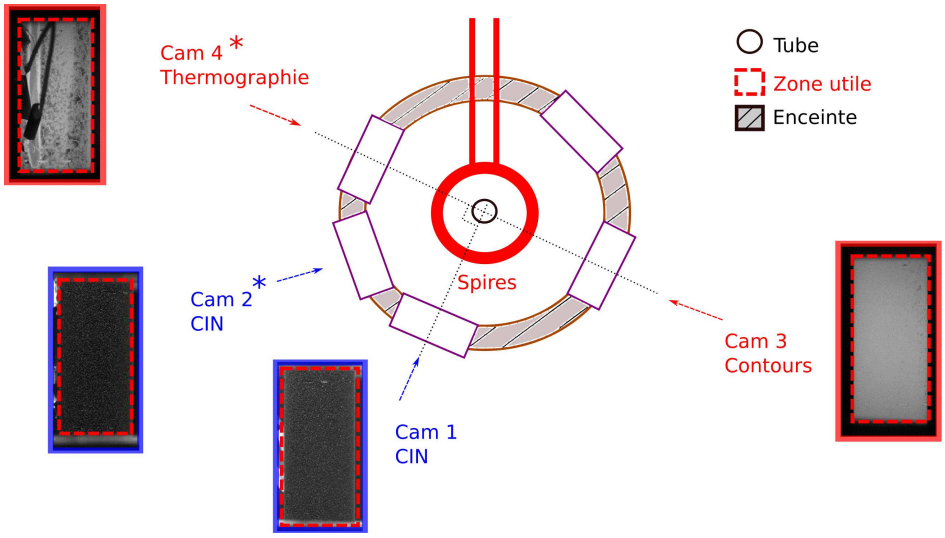


(c) Recalage n°1

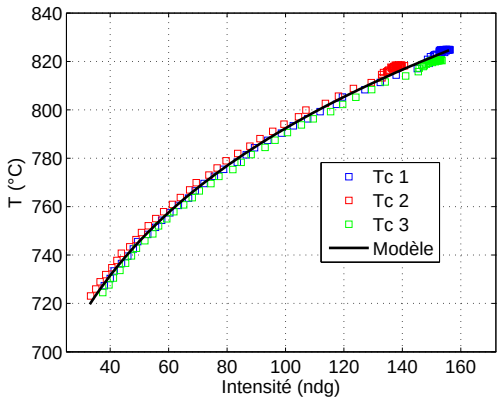


(d) Recalage n°2

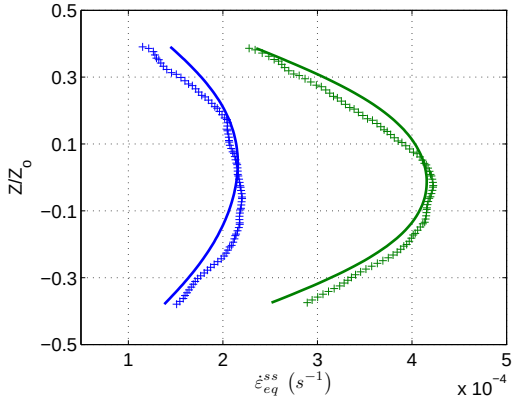
FIGURE B.10 – Données de l'essai PH-128.



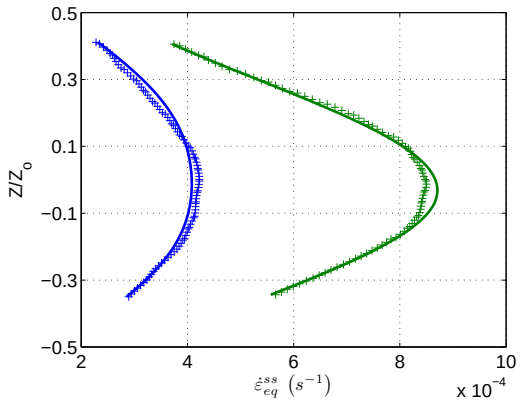
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique

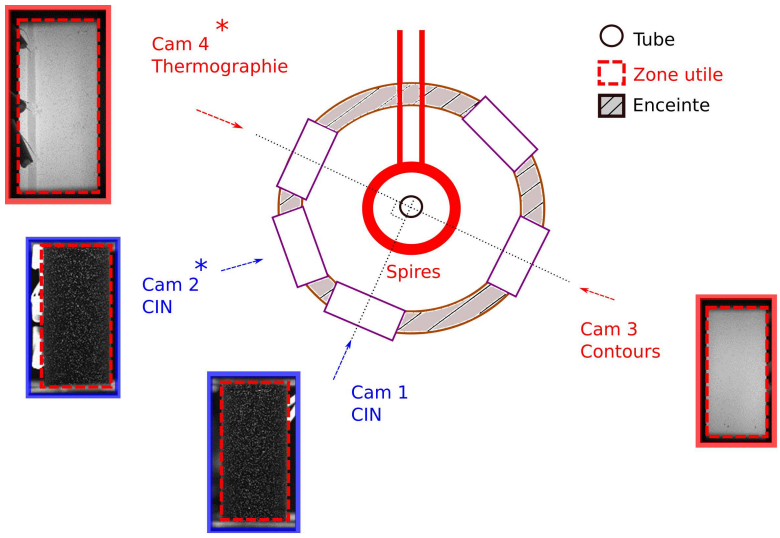


(c) Recalage n°1

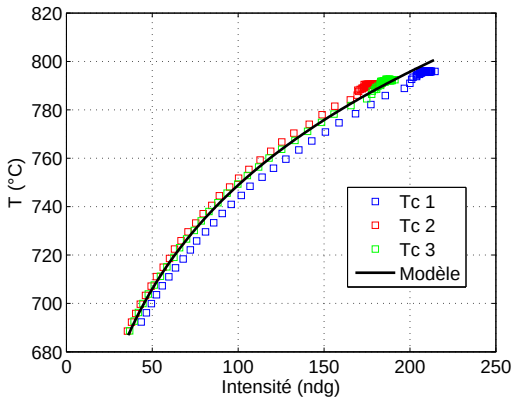


(d) Recalage n°2

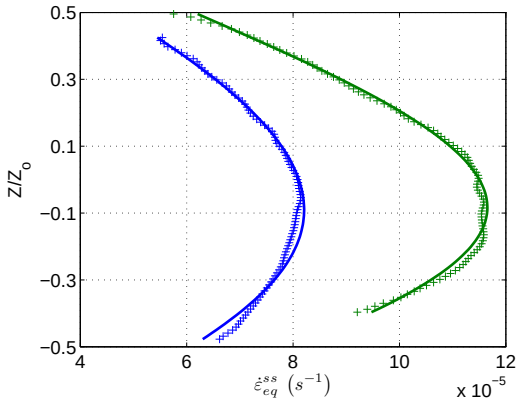
FIGURE B.11 – Données de l'essai PH-124.



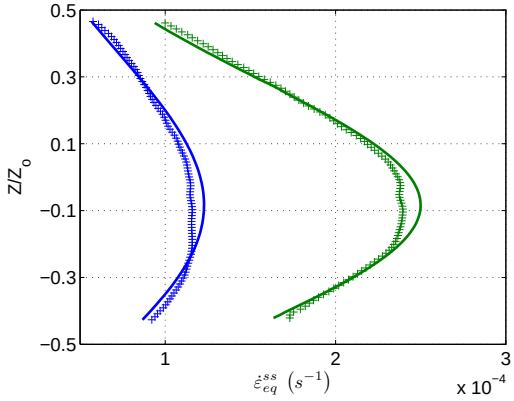
(a) Disposition des caméras



(b) Étalonnage du modèle radiométrique



(c) Recalage n°1



(d) Recalage n°2

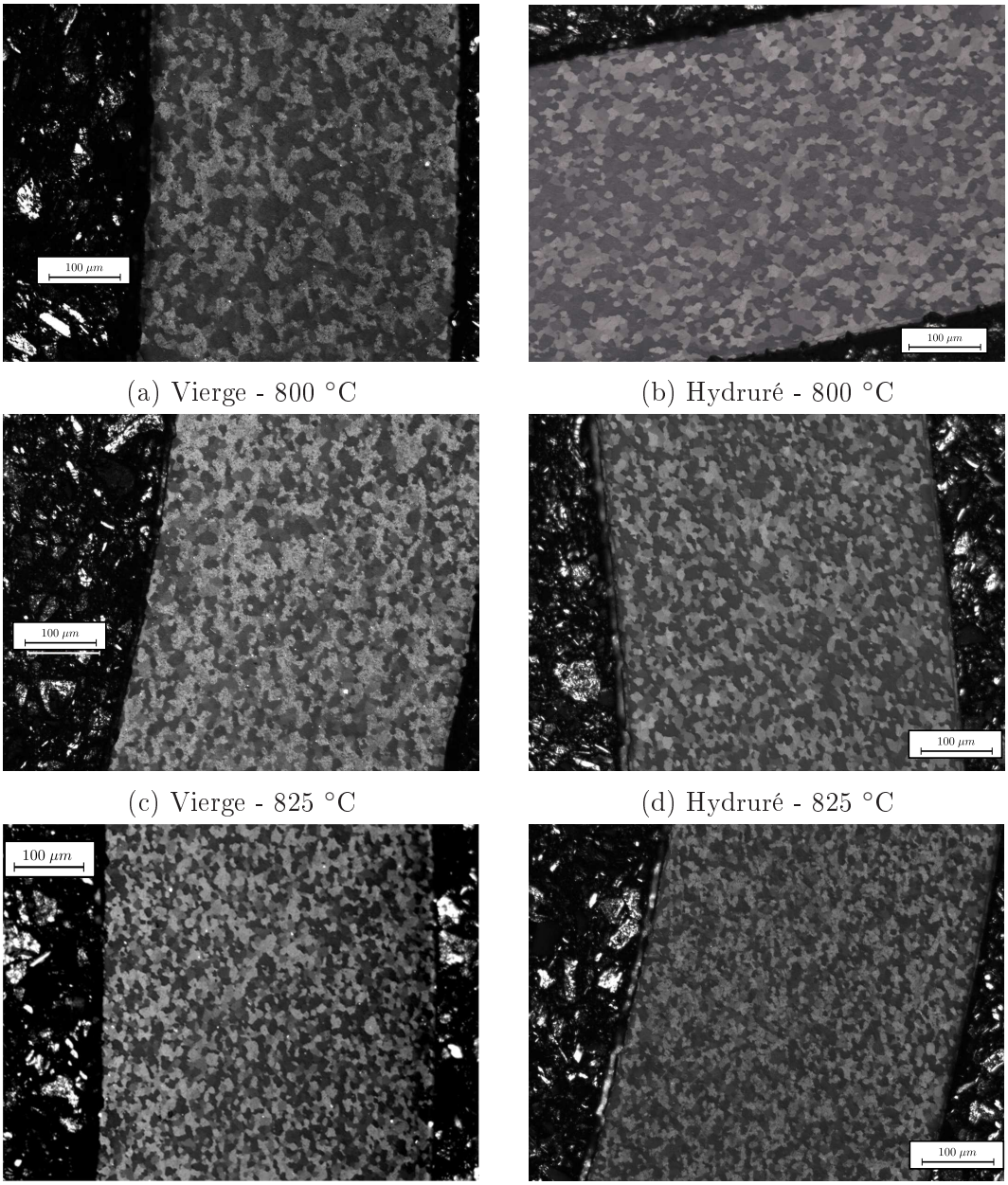
FIGURE B.12 – Données de l'essai PH-129.

Annexe C

Métallographies liées à la comparaison entre le matériau vierge et le matériau pré-hydruré à 130 wppm

Pour rappel, une étude comparative du comportement en fluage d'éprouvettes en Zr-4 vierge et pré-hydruré est effectuée dans le chapitre 4. Les vitesses de fluage observées et les paramètres de la loi de fluage déterminés sont très similaires. Des métallographies ont été réalisées, en support à cette analyse, pour chacune des éprouvettes testées. L'épaisseur de l'éprouvette est comprise entre 425 et 455 μm à l'endroit où les clichés affichés sur la figure C.1 sont pris.

On n'observe pas de différence significative entre les métallographies réalisées sur les éprouvettes vierges et pré-hydrurées testées aux mêmes chargements thermo-mécaniques.



(a) Vierge - 800 °C

(b) Hydruré - 800 °C

(c) Vierge - 825 °C

(d) Hydruré - 825 °C

(e) Vierge - 850 °C

(f) Hydruré - 850 °C

FIGURE C.1 – Métallographies effectuées sur les six éprouvettes de l'étude.

Annexe D

Sablage des éprouvettes pré-oxydées

La zircone formée par l'oxydation sous vapeur est une couche fragile qui est électriquement isolante. Pour permettre la soudure à l'arc électrique par point [1] des thermocouples, le métal doit être accessible. L'oxyde est alors sablé de manière locale. Plusieurs méthodes ont été testées. Le processus optimisé est décrit ci-dessous.

Les photos et schémas des anciens et nouveaux trajets de sablage sont respectivement affichés figures D.1a et D.1b.



(a) Trajet en spirale



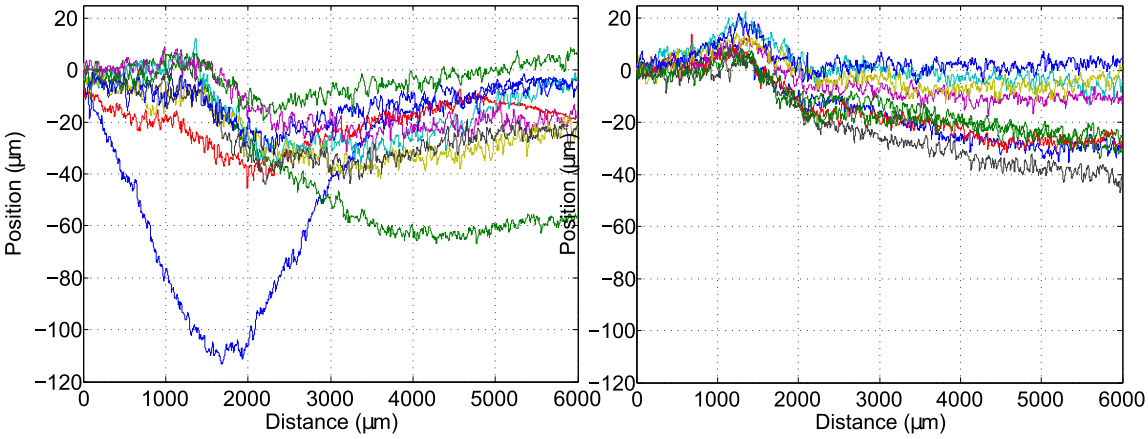
(b) Trajet rectiligne

FIGURE D.1 – Schéma des anciens (a) et nouveaux (b) trajets de sablage.

Une fois que le sablage est effectué, plusieurs passes de polissage à la main (du fait de la courbure du tube) sont appliquées sur les surfaces métalliques avec des tailles de grain dégressives et une pâte diamantée. Des tailles de grain de 9, 6 et 3 μm sont utilisées. À la fin de ce processus, le profil de plusieurs zones sablées a

1. Portable Strain Gage Welding and Soldering Unit (Modèle 700), Vishay.

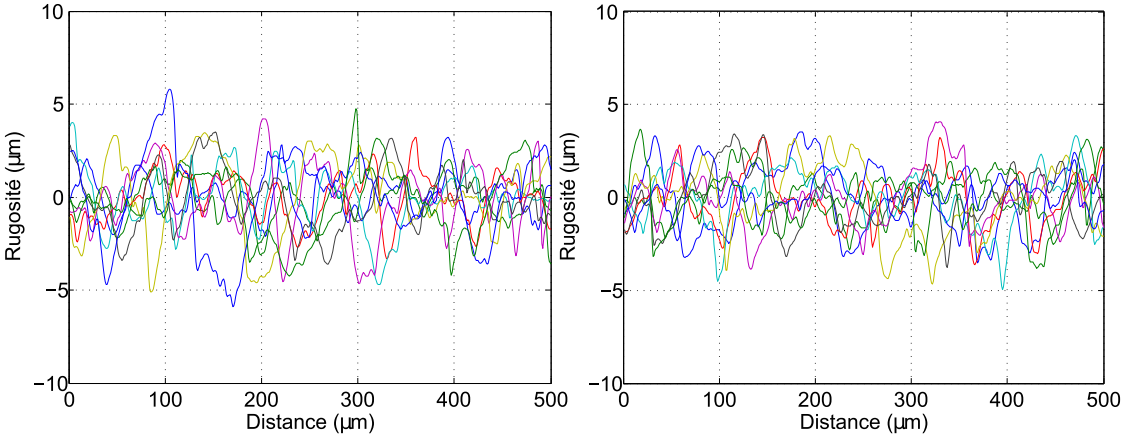
été mesuré avec un rugosimètre [2]. Ces profils bruts sont tracés figure D.1b.



(a) Trajet en spirale (b) Trajet rectiligne

FIGURE D.2 – Profils de 8 zones sablées mesurés par un rugosimètre pour les anciens (a) et nouveaux (b) trajets de sablage.

Le profil mesuré à partir des zones sablées avec un trajet en spirale n'est pas répétable. Il induit en plus un enlèvement de matière parfois très important. Le profil mesuré pour le motif de sablage rectiligne présente une ondulation moins marquée, qui va faciliter l'application de l'effort par le porte-électrode de la thermosoudeuse. Les profils de rugosité mesurés en fin de processus sont présentés figure D.3.



(a) Trajet en spirale (b) Trajet rectiligne

FIGURE D.3 – Rugosité de 8 zones sablées mesurées par un rugosimètre pour les anciens (a) et nouveaux (b) trajets de sablage.

La rugosité, après polissage, est finalement assez similaire pour les deux façons

2. Portable Surface Roughness Tester, SJ-210 Series, Mitutoyo

motifs de sablages. Il semblerait donc que l'ondulation de la surface soit le paramètre influant sur la réussite de la thermosoudure.

Bibliographie

[ASH 73] Ashby M., Verrall R.
Diffusion-accommodated flow and superplasticity. *Acta Metallurgica*, vol. 21, n° 2, 1973, p. 149–163, Elsevier.

[ASH 82] Ashby M., Frost H.
Deformation-mechanism maps. Pergamon Press Oxford, 1982.

[AVA 16] Avanzini A., Battini D.
Integrated experimental and numerical comparison of different approaches for planar biaxial testing of a hyperelastic material. *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2016, 2016, Hindawi Publishing Corporation.

[BEA 14] Beaubier B.
Étude physique et modélisation numérique de procédés d'assemblage par soudo-brasage de sous-ensembles en carrosserie automobile. Thèse de doctorat, Paris 6, 2014.

[BEE 77] Beere W.
Grain-boundary sliding controlled creep : its relevance to grain rolling and superplasticity. *Journal of Materials Science*, vol. 12, n° 10, 1977, p. 2093–2098, Springer.

[BES 06] Besnard G., Hild F., Roux S.
Finite-element displacement fields analysis from digital images : application to Portevin-Le Châtelier bands. *Experimental Mechanics*, vol. 46, n° 6, 2006, p. 789–803, Springer.

[BES 14] Beslu P.
Corrosion des circuits primaires dans les réacteurs à eaux sous pression : Analyse historique. EDP Sciences, 2014.

[BJÖ 96] Björck A.
Numerical methods for least squares problems. Siam, 1996.

[BOS 06] Bossis P., Pecheur D., Hanifi K., Thomazet J., Blat M.
Comparison of the high burn-up corrosion on M5 and low tin Zircaloy-4. *14th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry*, vol. 3 ASTM International, 2006, p. 494–525.

[BRA 98] Brachet J., Béchade J. L., Castaing A., Le Blanc L., Jouen T.
Relationship between crystallographic texture and dilatometric behaviour of a

hexagonal polycrystalline material. *Materials science forum*, vol. 273 Trans Tech Publ, 1998, p. 529–534.

[BRA 02] Brachet J.-C., Portier L., Forgeron T., Hivroz J., Hamon D., Guilbert T., Bredel T., Yvon P., Mardon J.-P., Jacques P.
Influence of Hydrogen Content on the α/β Phase Transformation Temperatures and on the Thermal-Mechanical Behavior of Zy-4, M4 (ZrSnFeV), and M5 (ZrNbO) Alloys During the First Phase of LOCA Transient. *Zirconium in the nuclear industry : Thirteenth International Symposium* ASTM International, 2002, p. 673–701.

[BUS 74] Busby C., Marsh K.
High temperature, time-dependent deformation in internally pressurized Zircaloy-4 tubing (LWBR Development Program). rapport, 1974, Colorado Cooperative Wildlife Research Unit, Fort Collins (USA).

[BUS 11] Busser V., Baietto M.-C., Desquines J., Duriez C., Mardon J.-P.
Mécanismes d´endommagement de la couche d´oxyde des gaines de crayons de combustible en situation accidentelle de type RIA. *Matériaux & Techniques*, vol. 99, n° 1, 2011, p. 127–130, EDP Sciences.

[CAM a] Campello D., Tardif N., Maynadier A., Baietto M.-C., Coret M., Desquines J.
Identification of the secondary creep behavior of Zircaloy-4 claddings under LOCA conditions. Part 1 : experimental setup and methods. *submitted to International Journal of Solids and Structures.*

[CAM b] Campello D., Tardif N., Moula M., Baietto M.-C., Coret M., Desquines J.
Identification of the secondary creep behavior of Zircaloy-4 claddings under LOCA conditions. Part 2 : constitutive law identification. *submitted to International Journal of Solids and Structures.*

[CAM 15a] Campello D., Tardif N., Baietto M.-C., Coret M., Desquines J.
Thermo mechanical behavior of fresh Zircaloy-4 under LOCA conditions. *13th International Conf. on Creep and Fracture of Engineering Materials and structures*, 2015.

[CAM 15b] Campello D., Tardif N., Baietto M.-C., Coret M., Desquines J., Réthoré J., Maynadier A.
Thermo mechanical behavior of fresh Zircaloy-4 under LOCA conditions. *PhotoMechanics*, 2015.

[CAM 16a] Campello D., Moula M., Tardif N., Baietto M.-C., Coret M., Desquines J.
FEMU base on Levenberg-Marquardt algorithm to identify creep behavior of Zr-4 fuel rods under LOCA conditions. *ICEM17*, 2016.

[CAM 16b] Campello D., Tardif N., Baietto M.-C., Coret M., Desquines J.
Coupled Experimental / Numerical Approach to Determine the Creep Behavior of Zr-4 Cladding Under LOCA Condition. *iDics*, 2016.

[CAM 16c] Campello D., Tardif N., Baietto M.-C., Coret M., Desquines J.
Secondary creep behavior of Zr-4 claddings under LOCA conditions. *Top Fuel 2016*, 2016.

[CAM 16d] Campello D., Tardif N., Maynadier A., Baietto M.-C., Coret M., Desquines J.
A new experimental setup for high temperature creep test on Zircaloy-4 fuel rods internally pressurized. *ICEM17*, 2016.

[CHO 14] Chosson R.
Étude expérimentale et modélisation du comportement en fluage sous pression interne d'une gaine en alliage de zirconium oxydée en atmosphère vapeur. Thèse de doctorat, Paris, ENSMP, 2014.

[CHU 77] Chung H., Garde A., Kassner T. et al.
Mechanical Properties of Zircaloy Containing Oxygen. *Light-Water-Reactor Safety Research Program : Quarterly Progress Report*, , 1977.

[CLE 75] Clendening W.
Primary and secondary creep properties for zircaloy cladding at elevated temperatures of interest in accident analyses. rapport, 1975.

[CLE 78] Clendening W. R.
. 1974-1978.

[COB 63] Coble R.
A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. *Journal of Applied Physics (US)*, vol. 34, 1963, p. 1679–1682, Massachusetts Inst. of Tech., Cambridge.

[DES 16] Desquines J., Drouan D., Guilbert S., Lacote P.
Embrittlement of pre-hydrided Zircaloy-4 by steam oxidation under simulated LOCA transients. *Journal of Nuclear Materials*, vol. 469, 2016, p. 20–31, Elsevier.

[DOM 16] Dominguez C., Drouan D., Lacote P., Taraud G.
ELFE-HT Preliminary experimental report : creep of bare, pre-oxidized and pre-hydrided low tin Zircaloy-4. rapport n° PLEIADE PSN-RES/SEREX/2016-00373, 2016, IRSN.

[DUM 91] Dumouchel W., O'Brien F.
Integrating a robust option into a multiple regression computing environment. *Institute for Mathematics and Its Applications*, vol. 36, 1991, page 41.

[ELO 16] Elodie T., Jean D., Séverine G., M-Christine B., Michel C., Berger P., Martine B., Antoine A.

Hydrogen motion in Zircaloy-4 cladding during a LOCA transient. *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering*, vol. 123 IOP Publishing, 2016, page 012020.

[FEL 14] Felipe-Sesé L., Siegmann P., Díaz F. A., Patterson E. A.
Simultaneous in-and-out-of-plane displacement measurements using fringe projection and digital image correlation. *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 52, 2014, p. 66–74, Elsevier.

[FER] Feron D., Richet C., Bonin B.
La corrosion et lŠaltération des matériaux du nucléaire.

[FIA 91] Fiala J., Kloc L., Čadek J.
Creep in metals at intermediate temperatures and low stresses : a review. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 137, 1991, p. 163–172, Elsevier.

[FIO 94] Fionova L., Konokenko O., Matveev V., Priester L., Lartigue S., Dupau F.
Heterogeneities of grain boundary arrangement in polycrystals. *Interface Science*, vol. 1, n° 3, 1994, p. 207–211, Springer.

[FOR 00] Forgeron T., Brachet J., Barcelo F., Castaing A., Hivroz J., Mardon J., Bernaudat C.
Experiment and modeling of advanced fuel rod cladding behavior under LOCA conditions : Alpha-beta phase transformation kinetics and EDGAR methodology. *ASTM Special Technical Publication*, vol. 1354, 2000, p. 256–278, AMERICAN TECHNICAL PUBLISHERS LTD.

[FRÉ 01] Fréchinet S.
Transformations et comportements du Zy-4 en conditions anisothermes. Thèse de doctorat, École des Mines de Paris, 2001.

[GAR 78] Garde A., Chung H., Kassner T.
Micrograin superplasticity in Zircaloy at 850 C. *Acta Metallurgica*, vol. 26, n° 1, 1978, p. 153–166, Elsevier.

[GLE 69] Gleiter H.
The mechanism of grain boundary migration. *Acta Metallurgica*, vol. 17, n° 5, 1969, p. 565–573, Elsevier.

[GRA 09] Grant B., Stone H., Withers P., Preuss M.
High-temperature strain field measurement using Digital Image Correlation. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 44, n° 4, 2009, p. 263–271, SAGE Publications.

[HAG 79] Hagrman D. L., Reymann G. A.
MATPRO-VERSION 11 : a handbook of materials properties for use in the analysis of light water reactor fuel rod behavior. rapport, 1979, Idaho National Engineering Lab., Idaho Falls (USA).

[HAY 02] Hayes T. A., Kassner M., Rosen R. S.
Steady-state creep of α-zirconium at temperatures up to 850 C. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, n° 2, 2002, p. 337–343, Springer.

[HAY 06] Hayes T. A., Kassner M.
Creep of zirconium and zirconium alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 37A, n° 8, 2006, p. 2389-2396, Springer-Verlag.

[HER 50] Herring C.
Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. *Journal of applied physics*, vol. 21, n° 5, 1950, p. 437–445, AIP Publishing.

[HIB 98] Hibbett, Karlsson, Sorensen
ABAQUS/standard : User's Manual, vol. 1. Hibbitt, Karlsson & Sorensen, 1998.

[HON 98] Hong H. S., Kim S. J., Lee K. S.
Thermotransport of hydrogen in Zircaloy-4 and modified Zircaloy-4. *Journal of Nuclear Materials*, vol. 257, n° 1, 1998, p. 15–20, Elsevier.

[KAD 04] Kaddour D., Frechinet S., Gourgues A., Brachet J., Portier L., Pineau A.
Experimental determination of creep properties of zirconium alloys together with phase transformation. *Scripta Materialia*, vol. 51, n° 6, 2004, p. 515 - 519.

[KAS 04] Kassner M. E., Pérez Prado M. T.
Fundamental of creep in metals and alloys (First edition). 2004.

[KAV 71] Kavanagh K. T., Clough R. W.
Finite element applications in the characterization of elastic solids. *International Journal of Solids and Structures*, vol. 7, n° 1, 1971, p. 11 - 23.

[KIM 04] Kim J. H., Lee M. H., Choi B. K., Jeong Y. H.
Deformation of Zircaloy-4 cladding during a LOCA transient up to 1200 °C. *Nucluclear Engineering and Design*, vol. 234, 2004, p. 157–164, Elsevier.

[KOM 92] Komarov O., Pirogov E.
Effect of oxidation on the deformation of the N-1 alloy in the 1070-1770 °K range. *Atomic Energy*, vol. 72, n° 1, 1992, p. 83–85, Springer.

[LAN 91] Langdon T. G.
The physics of superplastic deformation. *Materials Science and Engineering : A*, vol. 137, 1991, p. 1–11, Elsevier.

[LEI 87] Leistikow S., Schanz G.
Oxidation kinetics and related phenomena of Zircaloy-4 fuel cladding exposed to high temperature steam and hydrogen-steam mixtures under PWR accident conditions. *Nuclear engineering and design*, vol. 103, n° 1, 1987, p. 65–84, Elsevier.

[LEM 09] Lemaitre J., Chaboche J.-L., Benallal A., Desmorat R.
Mécanique des matériaux solides-3eme édition. Dunod, 2009.

[LES 08] Le Saux M.
Comportement et rupture de gaines en Zircaloy-4 détendu vierges, hydrurées ou irradiées en situation accidentelle de type RIA. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2008.

[LIM 00] Limon R., Cappelaere C., Bredel T., Bouffioux P.
A Formulation of the spent fuel cladding creep behavior for long term storage. *LWR Fuel Performance Meeting, Park City, Utah*, 2000.

[LIN 98] Link T., Koss D., Motta A.
Failure of Zircaloy cladding under transverse plane-strain deformation. *Nuclear Engineering and Design*, vol. 186, n° 3, 1998, p. 379–394, Elsevier.

[LIU 98] Liu J., Lyons J., Sutton M., Reynolds A.
Experimental characterization of crack tip deformation fields in alloy 718 at high temperatures. *Journal of engineering materials and technology*, vol. 120, n° 1, 1998, p. 71–78, American Society of Mechanical Engineers.

[LYO 96] Lyons J., Liu J., Sutton M.
High-temperature deformation measurements using digital-image correlation. *Experimental mechanics*, vol. 36, n° 1, 1996, p. 64–70, Springer.

[MAR 05] Marple B. W.
Creep-Rupture Study of Annealed Zircaloy 4 : Stress and Temperature Effects. Master's thesis, Graduate Faculty of North Carolina State University, 2005.

[MAS 13] Massih A.
High-temperature creep and superplasticity in zirconium alloys. *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 50, n° 1, 2013, p. 21–34, Taylor & Francis.

[MAS 15] Massih A. R., Jernkvist L.-O.
Assessment of data and criteria for cladding burst in loss-of-coolant accidents. rapport, 2015, Quantum Technologies AB, Uppsala, Sweden.

[MER 96] Meriaudeau F., Renier E., Truchetet F.
Temperature imaging and image processing in the steel industry. *Optical Engineering*, vol. 35, n° 12, 1996, p. 3470–3481, International Society for Optics and Photonics.

[MUR 06] Murty K. L., Charit I.
Texture development and anisotropic deformation of Zircaloys. *Progress in Nuclear Energy*, vol. 48, n° 4, 2006, p. 325–359, Elsevier.

[NAB 48] Nabarro F.
Deformation of crystals by the motion of single ions. *Report of a Conference on Strength of Solids*, 1948, p. 75–90.

[NAG 04] Nagase F., Fuketa T.
Effect of pre-hydriding on thermal shock resistance of Zircaloy-4 cladding under simulated loss-of-coolant accident conditions. *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 41, n° 7, 2004, p. 723–730, Taylor & Francis.

[Nuc 14] Nuclear Regulatory Commission
U.S. Nuclear Regulatory Commission regulations : Title 10, code of federal regulations. 2014.

[PAN 12] Pan B., Wu D., Xia Y.
An active imaging digital image correlation method for deformation measurement insensitive to ambient light. *Optics & Laser Technology*, vol. 44, n° 1, 2012, p. 204 - 209.

[PAN 13] Pan B., Yu L., Wu D.
High-accuracy 2D digital image correlation measurements with bilateral telecentric lenses : error analysis and experimental verification. *Experimental Mechanics*, vol. 53, n° 9, 2013, p. 1719–1733, Springer.

[POR 05] Portier L., Bredel T., Brachet J.-C., Maillot V., Mardon J.-P., Lesbros A.
Influence of Long Service Exposures on the Thermal-Mechanical Behavior of Zy-4 and M5 Alloys in LOCA Conditions. *Zirconium in the Nuclear Industry : Fourteenth International Symposium*, vol. 2 ASTM International, 2005, p. 1-24.

[PRA 10] Pradille C., Bellet M., Chastel Y.
A Laser speckle method for measuring displacement field. Application to resistance heating tensile test on steel. *Applied Mechanics and Materials*, vol. 24 Trans Tech Publ, 2010, p. 135–140.

[PRI 11] Priester L.
Joints de grains et plasticité cristalline. Lavoisier, 2011.

[RAU 14] Rautenberg M., Poquillon D., Pilvin P., Grosjean C., Cloué J., Feaugas X.
Thermal isocreep curves obtained during multi-axial creep tests on recrystallized Zircaloy-4 and M5 alloy. *Nuclear Engineering and Design*, vol. 269, 2014, p. 33–37, Elsevier.

[RÉO 90] Réocreux M., de Martinville E. S.
A study of fuel behavior in PWR design basis accident : an analysis of results from the PHEBUS and EDGAR experiments. *Nuclear Engineering and Design*, vol. 124, n° 3, 1990, p. 363–378, Elsevier.

[REP 15] Repetto G., Dominguez C., Durville B., Carnemolla S., Campello D., Tardif N., Gradeck M.
The R&D PERFROI project on thermal mechanical and thermal hydraulics behaviors of a fuel rod assembly during a Loss Of Coolant Accident. *16th International Topical Meeting on Nuclear Reactor Thermalhydraulics*, 2015.

[RÉT 07] Réthoré J., Hild F., Roux S.
Shear-band capturing using a multiscale extended digital image correlation technique. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 196, n° 49, 2007, p. 5016–5030, Elsevier.

[RÉT 10] Réthoré J., Elguedj T., Simon P., Coret M.
On the use of NURBS functions for displacement derivatives measurement by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, vol. 50, n° 7, 2010, p. 1099–1116, Springer.

[RÉT 13] Réthoré J., Muhibullah, Elguedj T., Coret M., Chaudet P., Combescure A.
Robust identification of elasto-plastic constitutive law parameters from digital images using 3D kinematics. *International Journal of Solids and Structures*, vol. 50, n° 1, 2013, p. 73–85, Elsevier.

[RÉT 14a] Réthoré J., François M.
Curve and boundaries measurement using B-splines and virtual images. *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 52, 2014, p. 145–155, Elsevier.

[RÉT 14b] Réthoré J., Morestin F., Lafarge L., Valverde P.
3D displacement measurements using a single camera. *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 57, 2014, p. 20–27, Elsevier.

[ROM 97] Romary H., Deydier D.
Corrosion behaviour of Zircaloy-4 fuel rod cladding in EDF power plants. rapport, 1997.

[ROS 78] Rosinger H. E., Bera P. C., Ciendening W. R.
The steady-state creep of Zircaloy-4 fuel cladding from 940 to 1873 K. rapport n° AECL-6193, 1978, Atomic Energy of Canada Limited.

[SAG 84] Sagat S., Sills H. E., Walsworth J. A.
Deformation and failure of Zircaloy fuel sheaths under LOCA conditions. *Zirconium in the Nuclear Industry* ASTM International, 1984.

[SAR 82] Sargent P., Ashby M.
Deformation maps for titanium and zirconium. *Scripta Metallurgica*, vol. 16, n° 12, 1982, p. 1415–1422, Elsevier.

[SAU 97] Saunders P.
General interpolation equations for the calibration of radiation thermometers. *Metrologia*, vol. 34, n° 3, 1997, p. 201–210, IOP Publishing.

[SEN 03] Sentenac T., Le Maoultt Y., Rolland G., Devy M.
Temperature correction of radiometric and geometric models for an uncooled CCD camera in the near infrared. *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, vol. 52, n° 1, 2003, p. 46–60, IEEE.

[SEN 13] Sentenac T., Gilblas R.
Noise effect on the interpolation equation for near infrared thermography. *Metrologia*, vol. 50, n° 3, 2013, page 208, IOP Publishing.

[SIL 79] Sills H., Holt R.
Predicting high-temperature transient deformation from microstructural models. *Zirconium in the Nuclear Industry* ASTM International, 1979.

[SUT 83] Sutton M., Wolters W., Peters W., Ranson W., McNeill S.
Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and vision computing*, vol. 1, n° 3, 1983, p. 133–139, Elsevier.

[SUT 95] Sutton A. P., Balluffi R. W.
Interfaces in crystalline materials. Clarendon Press, 1995.

[SUT 08] Sutton M., Yan J., Tiwari V., Schreier H., Orteu J.
The effect of out-of-plane motion on 2D and 3D digital image correlation measurements. *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 46, n° 10, 2008, p. 746–757, Elsevier.

[TAR 09] Tardif N.
Étude du comportement à haute température d´une fissuration instable dans l´acier 16MND5 et application au calcul de la rupture d´un fond de cuve en cas d'accident grave. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2009.

[TAR 11] Tardif N., Coret M., Combescure A.
Experimental study of the fracture kinetics of a tubular 16MnNiMo5 steel specimen under biaxial loading at 900 and 1000°C. Application to the rupture of a vessel bottom head during a core meltdown accident in a pressurized water reactor. *Nuclear Engineering and Design*, vol. 241, n° 3, 2011, p. 755 - 766.

[WEE 55] Weertman J.
Theory of Steady-State Creep Based on Dislocation Climb. *Journal of Applied Physics*, vol. 26, n° 10, 1955, p. 1213–1217, AIP Publishing.

[WEE 57] Weertman J.
Steady-state creep through dislocation climb. *Journal of Applied Physics*, vol. 28, 1957, p. 362–364.

FOLIO ADMINISTRATIF

THÈSE DE L'UNIVERSITÉ DE LYON OPÉRÉE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : CAMPELLO — DATE de SOUTENANCE : 16/12/2016

Prénoms : Damien Robert René

TITRE : Développement d'essais de ballonnement instrumentés pour la caractérisation et la simulation du fluage secondaire de gaines en Zr-4 dans des conditions thermo-mécaniques représentatives d'un APRP

NATURE : Doctorat — Numéro d'ordre : 2016LYSEI138

École doctorale : MEGA N° ED162

Spécialité : Mécanique

RÉSUMÉ :
L'étude réalisée au cours de cette thèse s'intéresse au fluage secondaire de gainages de Zircaloy-4 détendu dans des conditions représentatives d'un Accident de Perte de Réfrigérant Primaire (APRP) dans le circuit primaire d'un réacteur à eau pressurisée. Elle s'intègre dans le cadre du projet AnR PERFROI et s'articule autour de 3 axes.
Le banc d'essai développé au cours de la thèse de N. TARDIF a été modifié dans le but de réaliser des essais représentatifs d'un APRP sur des gaines de Zr-4 d'une hauteur de 90mm. Les températures d'intérêt vont de 750 à 850°C et les pressions internes de 1,2 à 5 MPa sur ces essais. Le système de chauffage par induction et sa géométrie sont couplés au refroidissement des mors pour obtenir un chargement thermique hétérogène sur la hauteur des éprouvettes. En réalisant plusieurs chargements en pression interne pour une gamme en température donnée, les conditions thermo-mécaniques appliquées à la gaine au cours d'un seul essai sont multiples. La géométrie de l'inducteur permettant un accès visuel à l'éprouvette sur une hauteur de 20 mm, les essais sont instrumentés de manière à mesurer les distributions cinématique et thermique dans cette région. Une mesure des déplacements (axial et circonférentiel) par Corrélation d'Images Numériques 2D est réalisée sur les tubes permettant de calculer les vitesses de fluage secondaire. Les températures sont évaluées par thermographie proche infrarouge (avec des caméras CCD) couplée à des mesures ponctuelles par thermocouple. Ces deux méthodes d'analyse d'images numériques clés du dispositif ont été validées sur des essais dédiés.
Les essais sont modélisés sous le logiciel commercial ABAQUS6.11-2. Un recalage d'une loi de fluage secondaire est réalisé, par des calculs éléments finis, de manière à en déterminer les paramètres (coefficient multiplicateur A, exposant de Norton n, et énergie d'activation Q) pour être le plus proche possible des grandeurs mesurées. Cette méthode est validée avec un essai virtuel puis appliquée à 9 essais réalisés sur des échantillons de Zr-4 vierge. Les résultats permettent de déterminer à la fois l'influence de la température et du chargement mécanique de manière fine pour la gamme de température et pression souhaitée. Les résultats mettent en évidence un changement brutal de comportement à une température de 810 °C, correspondant au début de la transition de la phase α vers un matériau biphasé α+β. De plus, les exposants de Norton identifiés dans le domaine α pour des contraintes inférieures à 25 MPa sont de l'ordre de l'unité, et entre 4 et 5 pour les contraintes supérieures. Ces ordres de grandeurs sont respectivement associés dans la littérature à des mécanismes de fluage par diffusion et dislocation. Au-dessus de 810 °C, les caractéristiques associées dans la littérature à la superplasticité sont mis en évidence : l'exposant de Norton est compris entre 2,5 et 3,5 et l'énergie d'activation est supérieure à 300 kJ/mol.
Des essais sont enfin menés sur des éprouvettes seulement pré-hydrurées, puis pré-oxydées sous vapeur à 425 °C. Les mesures réalisées pendant ces essais sont associées à des métallographies pour mettre en évidence l'effet des couches de zircone et de α(O) sur la déformation de la gaine à 800 °C.

MOTS-CLÉS : Thermographie PIR, CIN, Fluage, Ballonnement, Zircaloy-4.

Laboratoire (s) de recherche : Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures (UMR 5259)
2ème étage, Bâtiment Jacquard
27 avenue Jean Capelle
F69621 VILLEURBANNE CEDEX, FRANCE

Directrice de thèse: Marie-Christine BAIETTO

Composition du jury : Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON — Marie-Christine BAIETTO
Jean-José ORTEU — Nicolas TARDIF
Sylvain CALLOCH — Michel CORET
Stelios KYRIAKIDES — Jean DESQUINES