



HAL
open science

Étude expérimentale et modélisation du comportement d'un tube de gainage lors d'un accident de réactivité en phase post-crise ébullition

Thomas Jailin

► **To cite this version:**

Thomas Jailin. Étude expérimentale et modélisation du comportement d'un tube de gainage lors d'un accident de réactivité en phase post-crise ébullition. Mécanique [physics.med-ph]. Université de Lyon, 2020. Français. NNT : 2020LYSEI032 . tel-03125761

HAL Id: tel-03125761

<https://theses.hal.science/tel-03125761>

Submitted on 29 Jan 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



N° d'ordre NNT : 2020LYSEI032

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

Ecole Doctorale N° ED162
Mécanique, Énergétique, Génie civil, Acoustique

Spécialité de doctorat :
Mécanique

Soutenue publiquement le 11/05/2020, par :
Thomas JAILIN

Étude expérimentale et modélisation du
comportement d'un tube de gainage
lors d'un accident de réactivité en
phase post-crise ébullition

Devant le jury composé de :

MOTTA, Arthur-Thompson	Professeur, Pennsylvania State University	Président
GOURGUES-LORENZON, Anne-Françoise	Professeure, Mines-ParisTech	Rapporteuse
VACHER, Pierre	Professeur, Université Savoie Mont-Blanc	Rapporteur
LE SAUX, Matthieu	Maître de Conférences, ENSTA Bretagne	Examineur
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
DESQUINES, Jean	HDR, IRSN	Co-encadrant
GEORGENTHUM, Vincent	Docteur, IRSN	Invité

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 Bât. Blaise PASCAL, 3e étage 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 69 626 Villeurbanne CEDEX directeur@edchimie-lyon.fr
E.E.A.	ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE http://edeea.ec-lyon.fr Sec. : M.C. HAVGOUDOUKIAN ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr	M. Gérard SCORLETTI École Centrale de Lyon 36 Avenue Guy DE COLLONGUE 69 134 Écully Tél : 04.72.18.60.97 Fax 04.78.43.37.17 gerard.scorletti@ec-lyon.fr
E2M2	ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION http://e2m2.universite-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : H. CHARLES secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr	M. Philippe NORMAND UMR 5557 Lab. d'Ecologie Microbienne Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX philippe.normand@univ-lyon1.fr
EDISS	INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ http://www.ediss-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : M. LAGARDE secretariat.ediss@univ-lyon1.fr	Mme Sylvie RICARD-BLUM Institut de Chimie et Biochimie Moléculaires et Supramoléculaires (ICBMS) - UMR 5246 CNRS - Université Lyon 1 Bâtiment Curien - 3ème étage Nord 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69622 Villeurbanne Cedex Tel : +33(0)4 72 44 82 32 sylvie.ricard-blum@univ-lyon1.fr
INFOMATHS	INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES http://edinfomaths.universite-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 infomaths@univ-lyon1.fr	M. Hamamache KHEDDOUCI Bât. Nautibus 43, Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne Cedex France Tel : 04.72.44.83.69 hamamache.kheddouci@univ-lyon1.fr
Matériaux	MATÉRIAUX DE LYON http://ed34.universite-lyon.fr Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction ed.materiaux@insa-lyon.fr	M. Jean-Yves BUFFIÈRE INSA de Lyon MATEIS - Bât. Saint-Exupéry 7 Avenue Jean CAPELLE 69 621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.85.28 jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr
MEGA	MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE http://edmega.universite-lyon.fr Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction mega@insa-lyon.fr	M. Jocelyn BONJOUR INSA de Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69 621 Villeurbanne CEDEX jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr
ScSo	ScSo* http://ed483.univ-lyon2.fr Sec. : Véronique GUICHARD INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.72.76 veronique.cervantes@univ-lyon2.fr	M. Christian MONTES Université Lyon 2 86 Rue Pasteur 69 365 Lyon CEDEX 07 christian.montes@univ-lyon2.fr

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

Remerciements

Ah ! les remerciements. . . C'est un petit peu comme la cerise sur le gâteau, la dernière chose faite, mais peut-être finalement, la plus importante. Pourquoi si importante ? Parce que c'est ici que s'ouvre le manuscrit. C'est ici aussi que peut s'exprimer pleinement et librement le style de l'auteur, sans censure linguistique d'aucune sorte... Mais c'est surtout le moment où il faut rendre à César ce qui est à César. Autour de ce travail de thèse a gravité toute une foule de personnes qui m'ont, chacune à leur façon, aidé à avancer : cette thèse est alors un peu la leur. Comme ces personnes sont nombreuses, mieux vaut couper court aux bavardages et commencer à les remercier de ce pas.

Je ne saurais entamer ces remerciements par une autre personne que Nicolas, mon principal encadrant et compagnon de péripéties ces dernières années (et il y en a eu !). Nicolas, c'est un tout formidable, rempli de gentillesse, d'optimisme et de savoir-vivre. Pour m'avoir guidé, tout en m'ayant laissé une grande autonomie pendant toutes ces années, je te dis un grand merci. Tu as su rester positif et me remotiver à chaque écueil expérimental, et vu leur nombre, tu as eu du boulot ! J'ai également pu apprendre à tes côtés que la vie est une suite de surprises renouvelées chaque jour ;). Si je n'ai qu'une petite déception, c'est de ne pas avoir trouvé le temps de faire ce petit match de squash dont nous avons parlé, mais ce n'est que partie remise, tu n'y échapperas pas !

Passons maintenant à Jean. Mi-homme, mi-zirconium, il connaît tout sur cet élément et ses alliages. Fonctionnant au café, cet adepte des calculs de coin de table va vite et sur plein de choses, il faut s'accrocher ! Que ce soit à Cadarache, à Prague, ou ailleurs, tu as toujours été disponible, prêt à te plier en huit pour trouver la réponse à chaque petite question. Je te remercie avant tout pour ton côté humain, toujours à l'écoute et ta bonne humeur. Je dois dire qu'il est difficile de passer un mauvais moment en ta compagnie. En ce qui te concerne, c'est plus autour d'un goban que l'on doit se retrouver !

Michel, un grand merci pour avoir amené ton sourire et tes connaissances à chaque réunion. Moins présent au jour le jour, tu as toujours été percutant dans tes remarques et tes réflexions. Tu sais allier bien-être personnel et travail, ce que j'apprécie beaucoup. Je te remercie également de m'avoir fait découvrir le gâteau nantais lors de mon passage. . . à Nantes. Cela fait partie des choses que je n'oublie pas :).

Vincent, je te remercie pour tous les échanges que nous avons pu avoir, à Cadarache ou à l'INSA. Tu es quelqu'un de profondément gentil, et cela mérite d'être souligné. Je ne suis pas prêt d'oublier cette invasion massive d'abeilles au SEMIA qui, ne mâchons pas nos mots, nous avait fait côtoyer la Faucheuse le temps d'une journée.

Enfin Marie, je tiens à te remercier pour l'autonomie et la confiance que tu m'as accordées. Nous avons eu assez peu d'interactions, mais tu as toujours été intéressée par mes envies, en essayant de me guider sur la thèse et l'après. Et pour cela, merci.

Sortons de l'encadrement pour passer à une personne d'une importance primordiale, j'ai nommé : Philippe. Philippe, c'est un ingénieur de génie, la clef de voûte expérimentale,

que dis-je, le MacGyver du laboratoire! Demandez-lui n'importe quoi sur une n'importe quelle machine, il saura. Philippe, c'est avec lui que j'ai passé tant de temps à bricoler, bidouiller, batailler, sur ELLIE. Mais avant d'aller plus loin, présentons un peu ELLIE. ELLIE c'est LA machine. Ou plutôt la bête! Indomptable, mais qu'il faut pourtant essayer de dompter. Ce n'est qu'une machine me direz-vous, mais sachez qu'elle a ce quelque chose de surnois qui vous rend fou. Elle sait comment vous faire croire que cette fois c'est la bonne, avant de vous faire découvrir une belle panne, pas vue depuis les années 80, et autant dire pas facile à réparer... Bref, c'est avec Philippe que nous avons eu à cajoler et améliorer cette machine infernale, au prix de beaucoup d'angoisse et de sueur. Mais comme Philippe était là, on ne pouvait que réussir! Pour tout ce temps passé ensemble et ta personnalité joviale, je t'adresse un énorme merci. Je ne sais pas ce qu'aurait été cette thèse ni ma santé mentale sans toi.

Je souhaite maintenant remercier les membres de mon jury de thèse, qui ont eu à évaluer mon travail dans des conditions si particulières. Je remercie avant tout Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon et Pierre Vacher pour avoir rapporté mon travail de thèse. J'ai sincèrement beaucoup apprécié nos échanges, qui ont tous été très constructifs et pertinents. Merci à vous, Arthur Motta, pour avoir présidé ce jury. Un grand merci pour vos retours et pour vous être levé bien plus tôt que nous pour assister à la soutenance depuis outre-Atlantique! Merci également à vous, Matthieu Le Saux, pour la justesse de vos questions lors de la séance d'échange et vos remarques sur le manuscrit. Je n'ai qu'un seul regret : ne pas avoir pu échanger avec vous de vive voix et fêter la fin de ce travail autour d'un (ou plusieurs) verre(s). Ce n'est là encore, que partie remise!

Je tiens maintenant à remercier les personnes avec lesquelles j'ai pu échanger et travailler à l'INSA au cours de ces trois années et demie.

Je ne peux passer à côté de toi, Damien, pour m'avoir transmis ton savoir, tes codes et surtout ta machine, alors que j'arrivais à peine. Merci pour le temps que tu m'as consacré, alors que tu étais en toute fin de thèse. Toujours avec le sourire en plus, et ça c'est formidable!

Merci, Thierry Breville, pour ton aide plus que précieuse sur les problématiques d'induction. On a également mis pas mal d'huile de coude ensemble avec Philippe et Nicolas sur cette fameuse machine. Tu auras aussi presque réussi à me faire comprendre les équations de Maxwell! Tout cela mérite bien, je crois, un petit côte-rôtie à notre prochaine rencontre!

Je tiens également à te remercier grandement, Julien Réthoré, pour ta gentillesse, tes nombreux conseils scientifiques et ton accueil à Nantes. L'intérêt que tu m'as porté m'a réellement motivé lors de cette thèse.

J'adresse également des sincères remerciements dans le désordre à Paul Valverde et Jean-Pascal pour leur bonne humeur et leur coup de main à l'atelier lors des diverses galères. Merci, Florian Mercier, pour les discussions autour de la SF et pour m'avoir accordé une grande confiance sur ta Gleeble adorée. Je souhaite également remercier Lionel Py

pour tous les heureux échanges et réflexions que l'on a pu avoir près des machines, à l'auditorium ou simplement autour d'un verre. Merci, Joël Lachambre, pour tes conseils, toujours empreints d'un savant dosage d'ironie et de sérieux. Merci Jérémy Marty, pour ta bonne humeur et les échanges de bad qu'on a pu avoir. Merci également à Gergely Molnar pour les discussions de fin de thèse au cours de nos diverses réunions. Enfin, un grand merci, Isabelle Comby, pour ta gaieté et ton investissement sans faille envers les doctorant·e·s. Le laboratoire n'aurait pas la même saveur sans toi !

Passons désormais aux gens du métier, celles et ceux pour qui une centrale n'a pas de secret. Merci tout d'abord à Philippe March et Emanuel Rougé pour m'avoir chaleureusement accueilli dans votre laboratoire. Chacun à votre façon, vous vous êtes profondément intéressés à mon travail, ce qui fut réellement motivant. Une mention spéciale à toi Emmanuel, pour m'avoir fait participer de façon « volontaire » à ma thèse en 180 secondes. C'est à charge de revanche ! Merci également à Alice et Stéphane pour m'avoir préparé tout une légion d'éprouvettes à chauffer, ballonner et observer. Je n'oublierai pas mes venues en salle métallo à observer des microstructures bizarres tout en écoutant de la musique de si bon goût : heureux cocktail ! Merci également à Christian, Cristina, Joseph, Pauline, Laurence et les autres pour votre accueil et votre sympathie ! Je tiens également à remercier fortement Tatiana, Antoine Ambard, Frédérique Rossillon et Christian Bernaudat pour tous les échanges que nous avons pu avoir lors de nos réunions à l'INSA ou Cadarache. Vous avez eu, mine de rien, une part importante dans les réflexions qui ont tourné dans cette thèse.

Petit à petit, on avance mais il y a encore du monde à remercier. Je n'aurais pas passé ces trois années formidables sans mes camarades de route au laboratoire. Il vous a fallu me supporter pendant plus de 3 ans pour certains, ce qui n'a pas dû être facile tous les jours ! Merci en vrac et pêle-mêle à Médériquüüie, Djoudjou, Marie, Zi, Dr. Bonetto san, Florian, Efoé, Du, Nicolas, Thibault, Sergent, Haoming, Arthur, Panico, Zahofeng, Camille, Ethel, Alexis, Karine, Yvan, Etienne et Noël. Impossible d'oublier les parties de coinche (même si je préfère en oublier quelques-unes), les soirées (même si je préfère là aussi en oublier quelques-unes), les vadrouilles à droite à gauche et les conférences, où le travail dicte le rythme de nos journées. Je quitte le labo, certes, mais ne pensez pas en avoir fini avec moi pour autant, Je reviendrai vous hanter de temps à autre ! (Pensez à ouvrir une petite Tommy's brew en cas de coup dur ;).

Passons désormais au lieu de vie, lieu magique et salvateur lorsqu'on rentre d'une journée de dur labeur en quête d'un peu de réconfort. Je ne vais pas m'essayer à décrire les qualités de mes compagnons d'appart, ce serait euphémiser leur innombrables vertus (pour cette phrase, j'attends une bière de chacun·e d'entre vous !). En vrac toujours, merci aux actuels - Félix, Carron et Merlette, aux ancienn·e·s - Pierre, Mélanie et Gus - et au ponctuel - Médé. Vous m'avez permis de penser à autre chose à peine le seuil de la porte franchie. Pour cela et pour le reste : merci !

Après presque 3 pages de remerciements, il s'agirait de conclure mais il reste encore et toujours l'irréductible famille. Celle qui sans être là est tout de même là. Merci à mon papa à moi et à ma maman à moi. Mention spéciale pour super-maman qui a relu tout

ce manuscrit, et plus ou moins tout ce que j'écris en français, depuis... tout le temps en fait ! Merci à Clément et Manon notamment pour les parallèles croisées et plus particulièrement à Clément pour cette petite virée aux US après une conférence à gambler. Merci à Pierre et Mélanie pour leur présence au refuge, les soirées passées ensemble, notamment celle de fin de thèse qui fut une belle surprise !

Merci enfin aux personnes qui ne sont pas citées ici mais qui se reconnaîtront.

Il est temps désormais de rentrer dans le vif du sujet, et d'aller découvrir la bête et ses mystères, qu'elle n'a pas fini de révéler, j'en suis sûr (bon courage d'ailleurs à Ethel et aux prochain·e·s).

Résumé

Cette thèse porte sur le comportement au fluage du tube de gainage en Zircaloy-4 en conditions représentatives de la phase post-DNB (*Departure from Nucleate Boiling*) d'un accident de réactivité (RIA). Ces conditions peuvent se résumer à une élévation brutale de la température de la gaine alors que celle-ci est intérieurement pressurisée, suivie de son ballonnement à haute température.

La transformation de phase ($\alpha \rightarrow \beta$) du Zircaloy-4 a tout d'abord été étudiée à l'aide d'essais de dilatométrie pour des vitesses de chauffe comprises entre 50 et 2000°C/s. Une attention particulière a été portée aux moyens de mesure thermiques, particulièrement délicats à mettre en place sous transitoires rapides. La microstructure du matériau a également été analysée à l'aide d'essais à la fin desquels une trempe a été appliquée. Les résultats ont permis de caractériser un modèle de changement de phase valide de l'équilibre thermique jusqu'à des vitesses de chauffe de 2000°C/s, basé sur une description de Leblond.

Dans un deuxième temps, la plateforme d'essai thermomécanique ELLIE de l'INSA Lyon a été adaptée de façon à pouvoir simuler les conditions de chargement d'un post-DNB. Des essais de fluage en ballonnement ont été réalisés avec des vitesses de chauffe de 1200°C/s. Le domaine de température étudié s'étend de 840 à 1020°C. avec des pressions internes de 7 et 11 bar. Les champs de déplacements et de températures sont mesurés en surface de l'éprouvette, respectivement par stéréo-corrélation d'images numériques et thermographie proche infrarouge. Une procédure a été développée, afin d'obtenir ces champs à l'aide des deux mêmes caméras. Les essais ont mis en évidence un comportement au fluage complexe dans le domaine biphasé, qui semble étroitement lié à la proportion de phase dans le matériau. Un fort impact de la vitesse de chauffe sur la tenue mécanique de la gaine a également été observé, avec des vitesses de déformation bien plus importantes suite à un transitoire thermique rapide.

Enfin, la méthode de recalage par éléments finis (FEMU) a été mise en place, afin d'identifier une loi de comportement en exploitant toute la richesse des essais. Le modèle éléments finis de l'éprouvette est basé sur une représentation 3D de la zone d'intérêt contrainte par une hypothèse de Love-Kirchhoff dans la section. Une loi de fluage, couplée à un modèle de changement de phase, a été identifiée, et permet de représenter le comportement de la gaine pendant les 10 premières secondes des essais sur l'ensemble des conditions testées. Une ouverture qui vise à prendre en compte l'influence de la taille des grains sur le fluage est finalement proposée en vue de modéliser les essais sur un temps supérieur à 10 secondes.

Mots clés : Fluage, Transformation de phase, Mesure de champs, Identification, Zircaloy-4

Abstract

During the post-DNB (Departure from Nucleate Boiling) phase of a reactivity initiated accident (RIA), the fuel cladding temperature may increase very steeply ($\simeq 1000$ °C/s) up to temperatures of around 900 °C while the clads are internally pressurized. All these conditions lead to the ballooning of the fuel rod until its potential burst. This work aims at characterizing the creep behavior of the Zircaloy-4 cladding under such conditions.

In a first part, the ($\alpha \rightarrow \beta$) phase transformation of the material was studied upon fast heating rates. Dilatometry tests were performed with heating rates ranging from 50 to 2000 °C/s. Special care was taken to the thermal measurements, to achieve sufficient accuracy under fast thermal transients. The material microstructure was also analyzed on quenched specimens. All these results enabled a phase transformation model to be characterized, based on a Leblond's formulation.

In a second part, the experimental device ELLIE was updated to reproduce simulated thermo-mechanical post-DNB conditions on fuel cladding sections. Creep ballooning tests were performed with well controlled thermal transients of about 1200 °C/s. Around twenty tests were carried out in simulated post-DNB conditions with internal pressures of 7 and 11 bar and for temperatures of interest ranging from 840 to 1020 °C. Kinematic and thermal full-fields were obtained on the sample surface by stereo-correlation and near infrared thermography, respectively. A method was developed to obtain these two kinds of fields using the same two cameras. The tests performed highlighted a complex creep behavior in the two-phase domain, which appears to be closely correlated to the phase fraction within the material. A strong impact of the heating rate on the creep properties was also observed, with much higher strain rates following a high thermal transient.

The finite element model updating (FEMU) method was used to identify the creep behavior of the cladding. The finite element model is based on a 3D representation of the region of interest seen by the cameras. A Love-Kirchhoff kinematic was imposed through the clad section using the kinematic field obtain by stereo-correlation. The identification method was first validated on a virtual case, and then enabled a creep law to be characterized, coupled to the phase fraction within the material. The model thus identified well reproduced the creep rates during the first ten seconds of the tests. A final study proposes to include a grain growth contribution in the creep law.

Keywords: Creep, Zircaloy-4, Phase transformation, Full-field measurements, Identification

Table des matières

Table des matières	i
Table des figures	v
Liste des tableaux	xi
Introduction générale	1
1 Présentation et état de l'art de l'étude	5
1.1 Contexte de l'étude	7
1.1.1 Le Réacteur à Eau Pressurisée	7
1.1.2 Conditions de fonctionnement normal	9
1.1.3 L'accident d'insertion de réactivité	9
1.1.3.1 La phase d'interaction pastille-gaine	10
1.1.3.2 La phase post-DNB	10
1.1.3.3 La phase de renoyage	11
1.1.4 Objectifs et démarche de l'étude	11
1.2 Éléments de métallurgie de la gaine en Zircaloy-4	12
1.2.1 Matériau et texture de la gaine	12
1.2.2 La recristallisation à haute température	15
1.2.3 Le changement de phase dans le Zircaloy-4	15
1.2.4 Le changement de phase en conditions anisothermes	17
1.2.4.1 Les méthodes de suivi de transformation	17
1.2.4.2 Impact d'un transitoire thermique sur le changement de phase	19
1.2.5 Modélisation du changement de phase	21
1.2.5.1 Le modèle de JMAK	21
1.2.5.2 Le modèle de Leblond	22
1.2.5.3 Le modèle de Forgeron	22
1.2.5.4 Le modèle de Massih	23
1.2.6 Évolution de la taille des grains	24
1.2.7 Bilan sur le Zircaloy-4	25
1.3 Comportement thermomécanique à chaud des tubes de gainage	26
1.3.1 Généralités sur le fluage des métaux	26
1.3.2 Le fluage dans le domaine α	29
1.3.3 Le fluage dans le domaine β	31
1.3.4 Le fluage dans le domaine $(\alpha + \beta)$	32

1.3.4.1	Résultats expérimentaux	32
1.3.4.2	Modélisation du comportement dans le domaine biphasé	35
1.3.5	Lois de comportement utilisées dans SCANAIR	36
1.3.6	Bilan sur le comportement thermomécanique de la gaine	36
1.4	Synthèse	37
2	Étude de la transformation de phase du Zircaloy-4 sous transitoires thermiques rapides	39
2.1	Introduction	41
2.2	Dispositif expérimental et moyens de mesure	41
2.2.1	L'éprouvette	41
2.2.2	La machine GLEEBLE-3500	42
2.2.3	Les moyens de mesure thermique	43
2.2.3.1	Le pyromètre	44
2.2.3.2	Le thermocouple	44
2.2.4	Les moyens de mesure cinématiques	45
2.2.4.1	La détection de contour	45
2.2.4.2	Le dilatomètre	46
2.2.5	Zone homogène en température	46
2.2.5.1	Impact d'une hétérogénéité thermique dans la zone d'intérêt sur l'extraction des fractions de phase	46
2.2.5.2	La thermographie Proche InfraRouge	47
2.2.5.3	Hétérogénéité thermique dans nos essais	49
2.3	Analyse des essais de dilatométrie	51
2.3.1	Procédure et matrice des essais de dilatométrie	51
2.3.2	Résultats bruts des essais	52
2.3.3	Identification d'un modèle de changement de phase	54
2.4	Analyses métallographiques	58
2.4.1	Protocole des essais	58
2.4.2	Résultats des analyses de métallographie	59
2.5	Discussion des résultats	63
2.5.1	Comparaison avec la littérature	63
2.5.2	Discussion générale	64
2.6	Synthèse	64
3	Le fluage de la gaine en conditions post-DNB	67
3.1	Introduction	69
3.2	Le dispositif de fluage ELLIE	70
3.2.1	Les éprouvettes	70
3.2.2	Le banc d'essai	71
3.2.3	Procédure des essais de fluage réalisés	72
3.2.3.1	Procédure des essais simulant les conditions thermo-mécaniques d'un post DNB	72
3.2.3.2	Procédure des essais simulant les conditions thermo-mécaniques d'un APRP	73
3.3	Les mesures de champs	73
3.3.1	La stéréo-corrélation d'images numériques	74

3.3.1.1	Principe	74
3.3.1.2	Application sur les essais du banc ELLIE	75
3.3.1.3	Analyse des champs de résidus	76
3.3.2	La mesure du champ de température	78
3.3.2.1	Rappel sur la thermographie proche infrarouge	78
3.3.2.2	Les paramètres à identifier	78
3.3.2.3	Procédure d'identification	79
3.3.2.4	Couplage avec la CIN	80
3.3.2.5	Effet de forme	81
3.4	Analyse détaillée de deux essais	83
3.4.1	Présentation des essais	83
3.4.2	Analyse des champs cinématiques et thermiques	85
3.5	Essais type RIA réalisés	88
3.5.1	Matrice d'essais type RIA réalisés	88
3.5.2	Résultats des essais RIA	90
3.5.3	Analyses métallographiques des échantillons	93
3.5.4	Discussion des résultats	94
3.5.5	Modélisation du comportement dans le domaine biphasé	95
3.6	Impact du transitoire thermique et de la microstructure initiale sur la tenue mécanique de la gaine	96
3.6.1	Essais à transitoire thermique lent (type APRP)	96
3.6.2	Essais RIA sur matériau recristallisé	97
3.6.3	Discussion des résultats	98
3.7	Synthèse générale sur les essais de fluage	99
4	Modélisation des essais de fluage & identification	101
4.1	Introduction	103
4.2	Mise en place de la méthode FEMU	104
4.2.1	Modélisation de la ROI	104
4.2.2	Chargement et conditions aux limites	104
4.2.3	La méthode FEMU	107
4.3	Application à un cas test virtuel	108
4.3.1	Description du cas virtuel	108
4.3.2	Résultats et analyses	110
4.3.2.1	Sensibilité des essais aux paramètres de la loi de compor- tement	110
4.3.2.2	Résultats de l'identification	111
4.3.3	Discussion des résultats	113
4.4	Identification d'une loi de fluage	114
4.4.1	Modélisation des essais	114
4.4.2	Initialisation du jeu de paramètres	114
4.4.3	Résultats de l'identification par la méthode FEMU	115
4.4.4	Sensibilité des paramètres de la loi	118
4.4.5	Validation sur un essai à 9 bar	118
4.4.6	Couplage de la loi de fluage au modèle de changement de phase	119
4.4.7	Discussion des résultats	122

4.5	Prise en compte de la taille des grains	124
4.5.1	Impact de la taille des grains sur le fluage du Zircaloy-4	124
4.5.2	Identification & résultats	125
4.5.3	Discussion des résultats	128
4.6	Synthèse générale sur le comportement au fluage de la gaine	128
	Conclusion générale & perspectives	131
A	Plan des mors conçu pour les essais de dilatométrie	139
B	Modélisation EF des essais de dilatométrie	141
C	Calculs couplés Sysweld-Abaqus	147
D	Calibration du système de stéréo-corrélation	153
	Bibliographie	163

Table des figures

1	Schéma présentant les travaux de cette thèse.	2
1.1	(a) Vue éclatée d'un crayon combustible ; (b) Schéma d'un assemblage combustible.	7
1.2	Schéma de principe d'un réacteur à eau pressurisée.	8
1.3	Schéma du déroulement d'un accident RIA indiquant les historiques de puissance et de température.	10
1.4	Figures de pôle du Zircaloy-4 détendu.	13
1.5	Microstructure du Zircaloy-4 détendu.	13
1.6	Microstructure du Zircaloy-4 recristallisé.	14
1.7	Cinétique de recristallisation du Zircaloy-4 détendu (expériences et modèle).	15
1.8	Les 12 variants possibles lors de la transformation ($\beta \rightarrow \alpha$) dans le zirconium suivant la relation de Burgers.	16
1.9	Schéma de principe de : (a) la méthode de calorimétrie, et (b) la méthode de résistivité, pour déterminer la fraction de phase f_β	17
1.10	Schéma de principe de la méthode de dilatométrie.	18
1.11	Courbes de fraction de phase f_β à vitesse de chauffe constante. Comparaison entre les résultats expérimentaux de la littérature.	19
1.12	Fraction de β obtenue pour le Zircaloy-4 détendu en conditions d'équilibre, en chauffe à 10°C/s et au refroidissement à -10°C/s.	20
1.13	Microstructure de type Widmanstätten : (a) en "lamelles parallèles" et (b) en "panier tressé".	21
1.14	Tailles des grains α et β du M5 obtenues par analyse métallographique après des essais de fluage isothermes.	25
1.15	Courbe théorique de fluage à contrainte constante.	27
1.16	Cartographie de l'exposant de Norton.	31
1.17	Comportement expérimental en fluage du M5 aux faibles contraintes.	34
1.18	Évolution de la déformation axiale d'éprouvettes en Zr-2,5%Nb soumises à un chargement uniaxial de 0,79MPa.	34
2.1	(a) Photo d'une éprouvette préparée en vue d'un essai GLEEBLE ; (b) Coupe radiale d'une éprouvette observée au microscope optique (lumière polarisée).	42
2.2	Photo de l'éprouvette montée dans la machine GLEEBLE-3500.	43
2.3	Schéma du montage GLEEBLE et des moyens de mesure.	43

2.4	Comparaison des mesures de température entre le pyromètre Metis M322 et un thermocouple (type K, diamètre 0,18mm) pour un essai réalisé à 100°C/s jusqu'à un plateau à 1100°C. La température est ici contrôlée par le pyromètre.	45
2.5	Schéma de principe pour la mesure de la dilatation par détection de contour.	46
2.6	Impact d'une hétérogénéité thermique dans la zone d'intérêt sur le résultat des fractions de phase.	47
2.7	Comparaison entre les mesures obtenues par thermographie PIR, le pyromètre et le thermocouple. Essai réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de 1000°C/s. Température contrôlée par le pyromètre.	48
2.8	(a) Exemple d'image obtenue par la caméra rapide, (b) profil thermique axial extrait de l'axe Z de la figure (a).	49
2.9	(a) Schéma de l'éprouvette; (b) Niveaux de gris obtenus par la caméra rapide au centre de l'éprouvette sur la zone oxydée et sur le métal (zone sablée) lors d'un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de 1000°C/s.	50
2.10	Consigne en température lors des essais de dilatométrie.	51
2.11	(a) Évolution de la température mesurée par le pyromètre pour un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de 2000°C/s; (b) évolution de la vitesse de chauffe au cours des essais de dilatométrie pour différentes consignes.	53
2.12	Exemples de courbes de dilatométrie.	53
2.13	(a) Résultats des essais de dilatométrie (expériences et modèle); (b) évolution de la fraction de phase obtenue par le modèle sur le chargement réel des essais (les valeurs de dT/dt correspondent à la consigne). La ligne en pointillés correspond à la fonction d'équilibre de Forgeron, la ligne en trait plein correspond à la fonction d'équilibre obtenue dans cette étude.	56
2.14	Fraction de phase obtenue à l'aide de la loi des leviers sur les essais réalisés avec une vitesse de chauffe de consigne supérieure à 500°C/s, et fonction $F_{500}(T)$	57
2.15	Évolution de la fraction de phase obtenue avec le modèle décrit en Équation (2.9).	57
2.16	Exemple de la réponse thermique obtenue lors d'un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de 100°C/s et une température de trempe de 910°C.	58
2.17	Microstructures du matériau observées au microscope optique pour les essais réalisés à 50°C/s (coupe radiale, lumière polarisée).	60
2.18	Microstructures du matériau observées au microscope optique pour les essais réalisés à 100°C/s (coupe radiale, lumière polarisée).	61
2.19	Microstructures du matériau observées au microscope optique pour les essais réalisés à 1200°C/s (coupe radiale, grossissement $\times 2000$, lumière polarisée).	62
2.20	Comparaison des résultats du changement de phase du Zircaloy-4 détendu obtenus dans cette étude avec ceux de la littérature.	63
3.1	Éprouvette avec les raccords sertis et le mouchetis.	70
3.2	Photo de la plateforme ELLIE.	71

3.3	(a) Photo de l'échantillon monté sur le banc; (b) Schéma de l'éprouvette et des conditions de chargement.	72
3.4	Protocole des essais ELLIE : (a) Essais type post-DNB (T_{pyro} et T_{target} représentent respectivement la température du pyromètre et la température de consigne du plateau); (b) Essais type APRP.	73
3.5	Schéma d'une vue de dessus du montage ELLIE.	74
3.6	Zone d'intérêt observée par les caméras CMOS : (a) vue schématique de la ROI; (b) Exemple d'une image et du maillage de corrélation.	75
3.7	Analyse des champs de résidu de corrélation d'images.	77
3.8	Résultats de la thermographie après le processus d'identification pour un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de $1260^{\circ}\text{C}/\text{s}$ et une température de maintien de 972°C	80
3.9	Exemple de champs obtenus au cours d'un essai de fluage : (a) Norme du déplacement obtenu par 3D-CIN; (b) Champ thermique associé obtenu par thermographie PIR.	81
3.10	Essai réalisé à 1000°C sur une éprouvette peinte en noir. (a) Photo de l'éprouvette à 1000°C ; (b) évolution de l'émissivité suivant l'angle d'observation, extraite suivant le trait bleu de la photo. L'émissivité à 0° est ici posée arbitrairement à 0,9.	82
3.11	Écart en température entre les résultats obtenus par thermographie PIR réalisée par les deux caméras.	82
3.12	Évolution des chargements en pression et en température pour : (a) un essai α réalisé à 850°C avec une pression interne de 20 bar; (b) un essai $(\alpha + \beta)$ réalisé à 940°C et une pression interne de 11 bar.	83
3.13	Réponse standard du pyromètre en fin de transitoire.	84
3.14	Évolution de la vitesse de chauffe pour les essais α et $(\alpha + \beta)$, ainsi que pour un essai réalisé dans le domaine β pur.	85
3.15	Champs cinématiques et thermiques obtenus aux temps $\{t_1 = 50\text{s}; t_2 = 150\text{s}; t_3 = 350\text{s}\}$ pour un essai réalisé dans à une température de régulation de 850°C et une pression interne de 20 bar.	86
3.16	Champs cinématiques et thermiques obtenus aux temps $\{t_1 = 50\text{s}; t_2 = 150\text{s}; t_3 = 350\text{s}\}$ pour un essai réalisé dans à une température de régulation de 940°C et une pression interne de 11 bar	86
3.17	Données thermiques et cinématiques extraites des génératrices tracées en rouge sur les Figures 3.15 et 3.16. (a) Essai α ; (b) essai $(\alpha + \beta)$	87
3.18	Évolution du déplacement radial normalisé par le rayon extérieur initial R_0 pour (a) l'essai α ; et (b) l'essai biphasé. La température est obtenue par thermographie PIR.	87
3.19	Photo des éprouvettes en fin d'essai. t_f correspond à la durée de l'essai.	88
3.20	Évolution du déplacement radial normalisé par le rayon obtenu au centre de la ROI. (a) Résultats des réalisés à 7 bar pendant les 500 premières secondes; (b) résultats des réalisés à 11 bar pendant les 500 premières secondes; (c) résultats des réalisés à 7 bar pendant les 10 premières secondes; (d) résultats des réalisés à 11 bar pendant les 10 premières secondes. La température est obtenue à chaque image par thermographie PIR.	90

3.21	Vitesse de déplacement radial moyenne sur les 10 premières secondes, normalisée par le rayon initial.	91
3.22	Photos d'éprouvettes obtenues suite aux essais labellisés en Figure 3.21. . .	92
3.23	Microstructures observées au microscope suite à une coupe axiale réalisée le long du trait rouge de l'éprouvette "RIA 25".	93
3.24	Microstructure observée au microscope optique pour l'essai RIA 24 (coupe axiale). La température maximale atteinte est d'environ 1010°C.	94
3.25	Vitesse de déplacement radial moyenne sur les 10 premières secondes, normalisée par le rayon initial. Les essais "RIA" sont réalisés le matériau détendu ; les essais "RCX RIA" sont réalisés sur le matériau recristallisé. . . .	97
4.1	Extrusion du maillage de corrélation pour obtenir le maillage éléments finis (EF).	104
4.2	Application des conditions aux limites sur le pourtour de la zone maillée : (a) conditions aux limites dans la section : U_r , U_θ et U_z sont imposés sur le nœud maître, les nœuds esclaves sont contraints par une cinématique de Love-Kirchhoff à rester sur la normale \vec{n} ; (b) calcul de la normale.	105
4.3	Lissage des déplacements par une surface polynomiale : (a) exemple d'application sur le déplacement radial U_r , les points rouges correspondent aux données expérimentales; (b) cartographie de l'erreur, entre les déplacements radiaux expérimentaux U_r^{exp} et les déplacements radiaux lissés U_r^{fit} , normalisée par l'écart-type du bruit γ	106
4.4	Conditions appliquées lors de la modélisation des essais. Le champ de couleur sur la ROI représente un exemple de champ thermique obtenu par thermographie PIR.	106
4.5	Principe général de la méthode FEMU.	107
4.6	Modèle d'essai virtuel.	108
4.7	Résumé des différentes étapes de l'étude de validation de la méthode. . . .	110
4.8	(a) Surface de sensibilité moyenne à $t = 10s$ issue de l'essai 4; (b) évolution temporelle de la sensibilité moyenne au centre de la ROI (point rouge du graphe (a)).	111
4.9	Résultats de la FEMU : (a) évolution du résidu (Équation 4.2); (b) évolution de A/A_{ref} ; (c) évolution de n/n_{ref} ; (d) évolution de Q/Q_{ref}	112
4.10	Déplacement radial extrait d'une génératrice au centre de la ROI issu de l'essai 2 à $t = 10s$ (essai réalisé 950°C et 11 bar).	113
4.11	Évolution du résidu, et des paramètres normalisés par les paramètres initiaux. 116	
4.12	Comparaison entre les essais et les calculs éléments finis (EF) réalisés avec le jeu de paramètres final λ_1 . La fraction de phase utilisée dans les calcul correspond à la fraction de phase présente dans le matériau lors d'un transitoire rapide.	117
4.13	Extraction des déplacements et de la température à $t = 10s$ le long de la génératrice centrale de la ROI, pour l'essai RIA 32 réalisé à une pression interne de 9 bar. Comparaison entre les résultats expérimentaux et le calcul réalisé avec le jeu de paramètres final λ_1 (cf. Tableau 4.4).	119

4.14	Comparaison entre les essais et les calculs éléments finis (EF) réalisés avec le jeu de paramètres λ_2 . L'évolution de la fraction de phase est modélisée à l'aide du modèle de changement de phase décrit en Équation (2.9).	121
4.15	Algorithme du calcul des déformations avec prise en compte de l'évolution de la fraction de phase et de la taille des grains.	126
4.16	Évolution du déplacement radial obtenu au centre de la ROI normalisé par le rayon initial (données issues des 100 premières secondes des essais du Tableau 4.8).	127
4.17	Évolution de la taille des grains α et β calculée par l'Équation 4.15 à une température de 930°C.	127
A.1	Mise en plan des mors conçu pour les essais de dilatométrie réalisés sur la machine GLEEBLE-3500.	139
B.1	Résultats de la simulation EF de l'inertie des thermocouples à $t = 10s$. Vitesse de chauffe de 100°C/s.	143
B.2	Évolution de l'écart de température ΔT , entre la température de la gaine au niveau du thermocouple et la température au point diamétralement opposé à la soudure pour une vitesse de chauffe de 100°C/s.	143
B.3	(a) Schéma de la section d'une éprouvette où Ξ est l'excentricité, w_{min} est l'épaisseur minimale de la gaine, et w_{max} est l'épaisseur maximale. (b) Température obtenue dans la section pour une vitesse de chauffe de 100°C/s avec une excentricité de 3%.	144
B.4	(a) Schéma du modèle axisymétrique; (b) chargement thermique axial imposé sur la gaine. Les points expérimentaux sont obtenus par thermographie PIR, une fonction polynomiale est utilisée pour interpoler entre les points.	145
C.1	Schéma de la modélisation électromagnétique réalisée sur Sysweld (échelles non respectées).	149
C.2	Schéma de la modélisation réalisée sur Abaqus (échelles non respectées).	150
C.3	Profil thermique axial obtenu avec un inducteur théorique non-optimisé pour une vitesse de chauffe de 1020°C/s.	151
C.4	Profil thermique axial obtenu avec l'inducteur optimisé pour une vitesse de chauffe de 1208°C/s.	152
D.1	Les trois transformations qui permettent de passer du repère monde R_W au repère de l'image.	154
D.2	Effet d'une composante géométrique hors plan sur la position de l'objet sur l'image.	158
D.3	Effet d'une composante géométrique hors plan sur la position de l'objet sur l'image.	160

Liste des tableaux

1.1	Composition chimique du Zircaloy-4 détendu (wt%).	12
1.2	Propriétés générales du Zircaloy-4.	14
1.3	Paramètres des Équations (1.6), (1.7) et (1.8) pour le Zircaloy-4 en conditions de chauffage.	23
1.4	Paramètres du modèle de Massih.	24
1.5	Littérature non exhaustive sur le fluage du Zircaloy-4 en conditions isothermes dans le domaine α à haute température.	30
1.6	Littérature non exhaustive sur le fluage du Zircaloy-4 en conditions isothermes dans le domaine β à haute température.	32
1.7	Littérature non exhaustive sur le fluage du Zircaloy-4 en conditions isothermes dans le domaine $(\alpha + \beta)$ à haute température.	33
2.1	Essais de dilatométrie réalisés avec des vitesses de chauffe supérieures ou égales à 50°C/s	52
2.2	Paramètres du modèle de transformation de phase.	55
2.3	Paramètres de la fonction $F_{500}(T)$	55
2.4	Essais réalisés pour les analyses métallographiques	59
3.1	Essais réalisés en conditions représentatives de la phase post-DNB sur des gaines en Zircaloy-4 détendu.	89
3.2	Essais réalisés en conditions de type APRP. T_{ROI} est la température au centre de la ROI à $t = 10s$; ΔT est la distribution en température dans la ROI à $t = 10s$	96
3.3	Essais réalisés en conditions représentatives d'un post-DNB sur des gaines en Zircaloy-4 recristallisé.	97
4.1	Paramètres de référence (λ_{ref}) et paramètres perturbés initiaux (λ_0).	109
4.2	Conditions de chargement des essais virtuels.	109
4.3	Valeurs des paramètres convergés. Les erreurs relatives sur les paramètres et sur la vitesse de fluage équivalente sont données par rapport au jeu de référence λ_{ref}	111
4.4	Valeurs des paramètres à l'initialisation (λ_0) et à la fin de processus d'identification (λ_1).	115
4.5	Impact d'une perturbation de 1% d'un paramètre sur le résidu pour l'essai RIA 07. Le pourtour de la ROI est entièrement contraint.	118
4.6	Caractéristiques de l'essai de validation.	119
4.7	Valeurs des paramètres des jeux λ_1 et λ_2	120

4.8	Essais utilisés pour identifier le modèle de fluage décrit par les Équations (4.14) et (4.15). Ils ont été réalisés en conditions représentatives de la phase post-DNB sur des gaines en Zircaloy-4 détendu. T_{ROI} représente la température moyenne de la ROI à $t = 10s$. dT/dt est la valeur moyenne du transitoire obtenu, OS^+ est l'écart entre la température maximale atteinte en fin de transitoire et la température de régulation (cf. Figure 3.13), ΔT est la distribution thermique dans la ROI à $t = 10s$	125
4.9	Valeurs des paramètres des Équations (4.14) et (4.15) avec $i = \{\alpha; \beta\}$	128
B.1	Propriétés des matériaux utilisées lors de la simulation.	142
C.1	Propriétés des matériaux utilisées lors de la simulation.	148
C.2	Propriétés physiques utilisées pour modéliser le Zircaloy-4 lors du calcul thermique.	150

Introduction générale

L'industrie nucléaire occupe de loin la première place sur l'échiquier énergétique français, avec environ 70% de la production d'électricité du pays. Les enjeux économiques et sociétaux qui y règnent sont très importants, à la fois en matière de compétitivité et de maîtrise du risque. Lors de leur conception, la longévité des centrales françaises était prévue à 40 ans. Certains réacteurs, construits dans les années 70, commencent donc à dépasser cette durée de vie initiale. Leur mise à l'arrêt, puis leur démantèlement, nécessitent la mise en place de moyens importants qui motivent la prolongation de leur activité. Celle-ci impose de respecter un cahier des charges strict, visant à prouver la sûreté des installations. Pour ce faire, les différents acteurs du nucléaire (EdF¹, IRSN², CEA³, etc) font de nombreuses recherches, afin d'étudier le comportement des différents composants de la centrale en situations normales et accidentelles.

La gaine en alliage de zirconium, unique barrière en contact avec le combustible nucléaire, fait l'objet d'une attention particulière. Celle-ci joue un rôle majeur tant au niveau de la production énergétique, puisqu'elle participe directement au transfert de chaleur entre le combustible et le fluide caloporteur, qu'en matière de sûreté, dans la mesure où sa tenue mécanique doit être maîtrisée, de façon à assurer le confinement du combustible en situations extrêmes. L'un des accidents de dimensionnement étudiés pour les réacteurs à eau pressurisée est l'accident de réactivité (RIA⁴). Dans sa phase post-DNB⁵, la température de la gaine peut augmenter brutalement (de l'ordre de 1000°C/s) jusqu'à des températures pouvant dépasser 1000°C, alors que la gaine est intérieurement pressurisée. Sous de tels chargements, le tube de gainage peut se mettre à ballonner, entravant ainsi le passage du réfrigérant et pouvant mener à sa rupture.

Le gaine combustible est composée d'un alliage de zirconium qui présente une transformation de phase ($\alpha \rightarrow \beta$), située entre 800 et 1000°C environ [1]. Cette modification dans l'agencement cristallin est dépendante de l'histoire thermique du matériau et peut avoir d'importantes répercussions sur les propriétés mécaniques du tube. Étudier les conséquences d'un transitoire thermique rapide sur le changement de phase du matériau de la gaine est donc indispensable pour une meilleure compréhension de la sûreté en situations accidentelles. Du fait des difficultés expérimentales à reproduire des transitoires thermiques rapides bien contrôlés, peu de données sont disponibles dans la littérature sur le comportement des tubes de gainage sous de fortes vitesses de chauffe.

-
1. EDF : Électricité De France
 2. IRSN : Institut de Radioprotection et de Sûreté Nucléaire
 3. CEA : Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
 4. RIA : *Reactivity Initiated Accident*
 5. DNB : *Departure from Nucleate Boiling*

Portés par l'IRSN, ces travaux visent à développer des moyens expérimentaux et numériques, afin d'apporter des informations sur le comportement des tubes de gainage en Zircaloy-4 détendu en situation de post-DNB. Il est à noter que l'environnement présent dans le cœur du réacteur est très complexe et difficilement reproductible en laboratoire. De nombreux phénomènes couplés ont lieu à différentes échelles de temps et d'espace, et compliquent l'exploitation des données issues des réacteurs expérimentaux (*e.g.* CABRI, NSRR). De façon à pouvoir analyser de manière spécifique les effets d'un transitoire thermique sur la tenue mécanique de la gaine, seul le comportement du tube en Zircaloy-4 vierge et sous environnement inerte est étudié dans ce travail.

Afin de présenter plus en détail le contexte de la thèse et les bases sur lesquelles elle s'appuie, **le chapitre 1** commence par dresser un état de l'art de la littérature, portant notamment sur le comportement métallurgique et thermomécanique du Zircaloy-4 à haute température. Les travaux de cette thèse peuvent ensuite se scinder en trois parties présentées sur la Figure 1. Un lien étroit entre le monde expérimental et les développements numériques a été souhaité au cours de cette étude. L'ensemble des résultats d'essais sont analysés et consolidés par des méthodes et des calculs numériques, qui eux-mêmes sont enrichis et mis en place par les expériences.

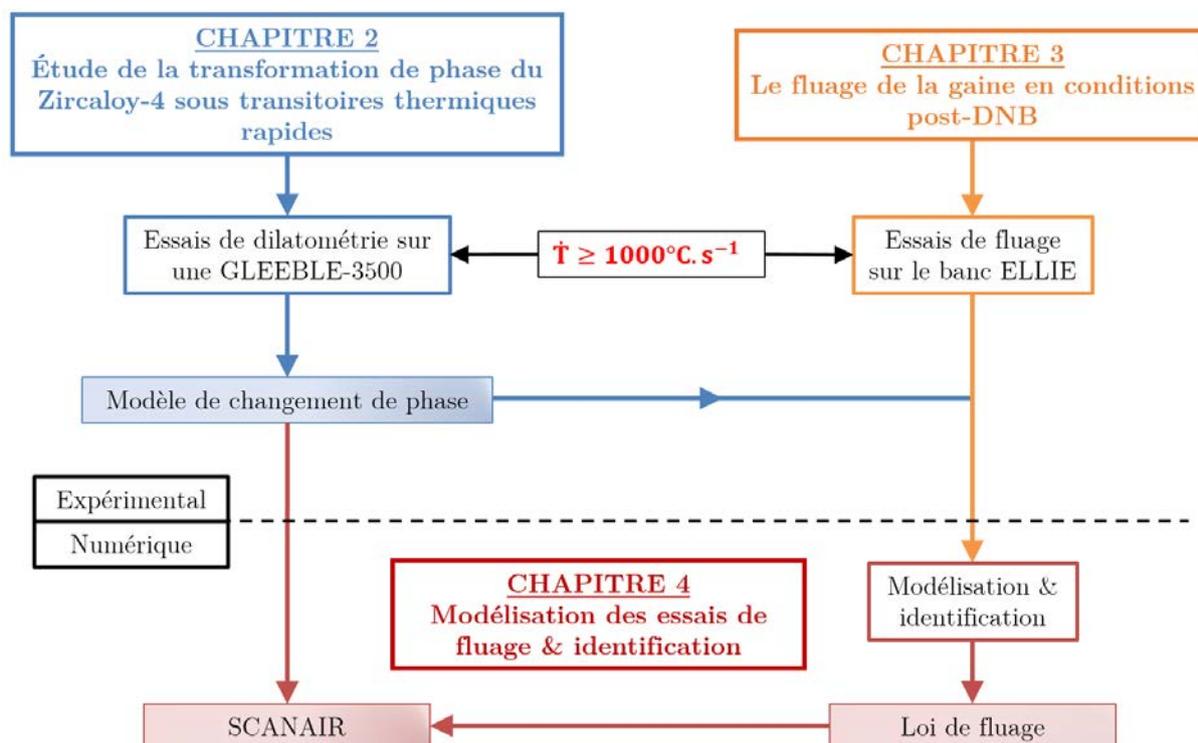


Figure 1 : Schéma présentant les travaux de cette thèse.

Le chapitre 2 étudie la transformation de phase du Zircaloy-4 détendu sous des vitesses de chauffe comprises entre 50 et 2000°C/s. Pour ce faire, des essais de dilatométrie libre ont été réalisés sur une machine GLEEBLE-3500 de l'INSA de Lyon. Un soin particulier a été apporté aux dispositifs de mesure thermique, délicats à mettre en place lors de transitoires thermiques rapides. En s'appuyant sur les résultats des essais de dilatométrie et les données de la littérature, un modèle de changement de phase a été identifié et permet de reproduire la transformation de phase du Zircaloy-4 détendu de l'équilibre à 2000°C/s. Des analyses métallographiques ont également été menées, afin d'analyser la microstructure du matériau à haute température et valider les résultats issus des essais de dilatométrie.

Le chapitre 3 porte sur la réalisation d'essais de fluage en conditions représentatives d'un post-DNB. Pour ce faire, la plateforme d'essai ELLIE, initialement prévue pour réaliser des essais de fluage en ballonnement sous transitoires thermiques lents [2–5], a été considérablement modifiée. Des moyens de mesure de champ 3D-surfaciques ont notamment été mis en place, afin de récupérer les champs thermiques et cinématiques en surface externe de l'éprouvette lors des essais. Le domaine de température exploré dans ces travaux s'étend de 840 à 1020°C, de façon à couvrir l'ensemble du domaine biphasé sous de fortes vitesses de chauffe, et deux niveaux de pression de 7 et 11 bar ont été testés. Les essais réalisés ont mis en évidence un comportement au fluage complexe dans le domaine biphasé, ainsi qu'un fort impact de la vitesse de chauffe sur les propriétés mécaniques de la gaine.

Le chapitre 4 présente la procédure mise au point afin de caractériser le comportement thermomécanique de la gaine dans les domaines de températures et de pressions étudiés. Une loi de fluage, couplée à la fraction de phase présente dans le matériau, est identifiée par la méthode de recalage par éléments finis (FEMU¹) à l'aide d'une hypothèse des phases agencées en série dans le matériau. Les essais étant non axisymétriques, seule la zone observée par les caméras (ROI²) est modélisée. Cette modélisation est basée sur la mise en place d'une cinématique de Love–Kirchhoff dans la section de la gaine. La loi identifiée a finalement été implémentée dans le logiciel de calcul SCANAIR développé à l'IRSN, qui permet de simuler de façon plus intégrale les conditions que subissent la gaine lors d'un accident RIA.

1. FEMU : *Finite Element Model Updating*
2. ROI : *Region Of Interest*

Chapitre 1

Présentation et état de l'art de l'étude

Ce premier chapitre expose les points nécessaires à la bonne compréhension de ces travaux. Le contexte scientifique et économique de l'étude est tout d'abord présenté. Y sont décrits le fonctionnement en conditions normales d'une centrale nucléaire et le déroulement d'un accident de réactivité. Les caractéristiques de la gaine en Zircaloy-4 aux hautes températures sont ensuite détaillées. Les notions de recristallisation et de changement de phase sont notamment abordées en conditions isothermes et anisothermes. Plusieurs modèles de changement de phase sont approfondis. Les mécanismes de déformations à hautes températures et le comportement thermomécanique de la gaine en Zircaloy-4 sont finalement présentés.

Sommaire

1.1	Contexte de l'étude	7
1.1.1	Le Réacteur à Eau Pressurisée	7
1.1.2	Conditions de fonctionnement normal	9
1.1.3	L'accident d'insertion de réactivité	9
1.1.4	Objectifs et démarche de l'étude	11
1.2	Éléments de métallurgie de la gaine en Zircaloy-4	12
1.2.1	Matériau et texture de la gaine	12
1.2.2	La recristallisation à haute température	15
1.2.3	Le changement de phase dans le Zircaloy-4	15
1.2.4	Le changement de phase en conditions anisothermes	17

1.2.5	Modélisation du changement de phase	21
1.2.6	Évolution de la taille des grains	24
1.2.7	Bilan sur le Zircaloy-4	25
1.3	Comportement thermomécanique à chaud des tubes de gainage	26
1.3.1	Généralités sur le fluage des métaux	26
1.3.2	Le fluage dans le domaine α	29
1.3.3	Le fluage dans le domaine β	31
1.3.4	Le fluage dans le domaine $(\alpha + \beta)$	32
1.3.5	Lois de comportement utilisées dans SCANAIR	36
1.3.6	Bilan sur le comportement thermomécanique de la gaine	36
1.4	Synthèse	37

1.1 Contexte de l'étude

1.1.1 Le Réacteur à Eau Pressurisée

Avec près de 400TWh produits chaque année [6], l'industrie nucléaire française se situe à la deuxième place au niveau mondial, derrière les États-Unis. Elle contribue à environ 70% de la production d'électricité du pays, avec un total de 58 réacteurs en activité mis en service à partir de 1977. Seul un type de réacteur est actuellement exploité dans le parc français : le Réacteur à Eau Pressurisée (REP).

Le REP peut être décomposé en deux sous-ensembles : le circuit primaire, qui a pour fonction la création de chaleur, et le circuit secondaire, qui transforme l'énergie calorifique créée par le circuit primaire en énergie électrique. Le circuit primaire est notamment composé du cœur du réacteur, où la réaction de fission du combustible a lieu. Ce combustible se présente sous la forme de pastilles d'uranium enrichi placées à l'intérieur de tubes de gainage qui ont une longueur d'environ 4 mètres, un diamètre extérieur de 9,5 millimètres et une épaisseur de 0,57 millimètre. Cet ensemble tube-pastilles forme un crayon combustible qui est disposé sous forme d'assemblages carrés composés de 264 crayons. Un schéma d'un crayon et d'un assemblage est donné en Figure 1.1.

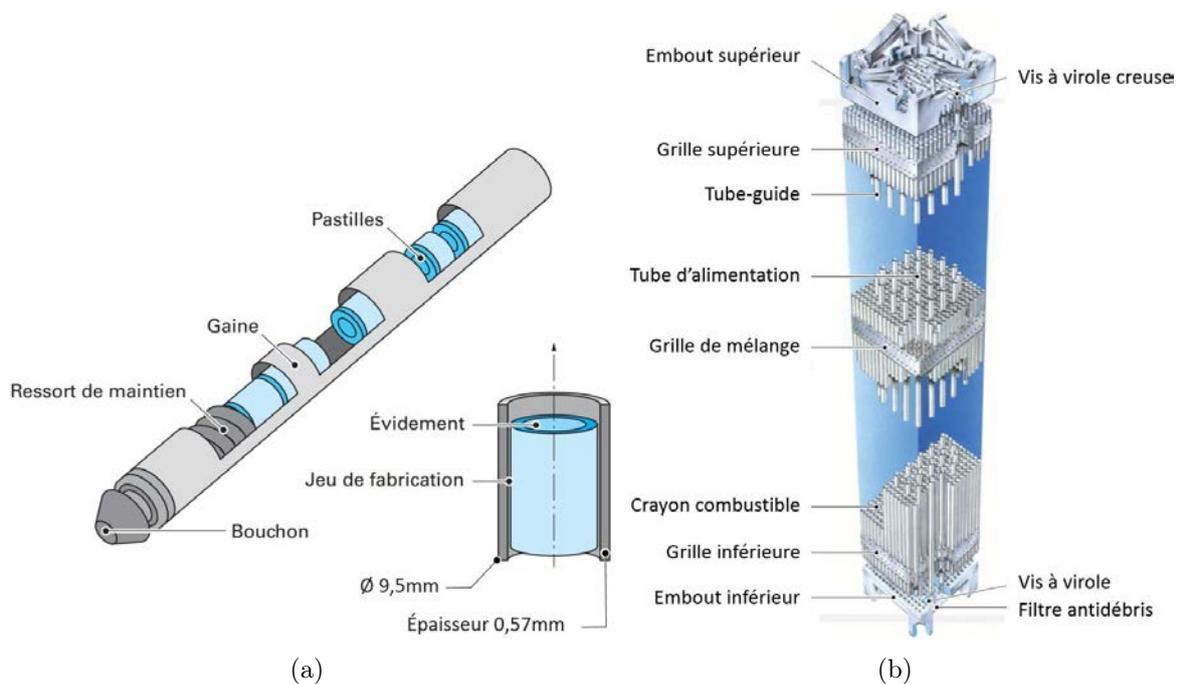


Figure 1.1 : (a) Vue éclatée d'un crayon combustible ; (b) Schéma d'un assemblage combustible [7].

Suivant le type de REP, le nombre d'assemblages dans le cœur peut varier de 150 à 250. Leur durée de vie dans le cœur est d'environ 4 ans et demi. La disposition des crayons permet le passage de barres de contrôle dans l'assemblage à l'intérieur de tubes-guides. Ces barres, faites d'un matériau neutrophage, permettent de réguler la réaction de fission selon qu'elles sont insérées plus ou moins profondément dans le cœur.

Le principe de fonctionnement d'un REP est décrit en Figure 1.2. L'eau est injectée dans le bas du cœur à une température de 280°C et une pression de 155 bar. Cette eau remonte ensuite à une vitesse de 4m/s le long des gaines de combustibles, ce qui augmente sa température en sortie à 320°C environ. Elle est enfin acheminée jusqu'à un générateur de vapeur ; vapeur qui est utilisée pour entraîner un ensemble de turbines et d'alternateurs qui produisent de l'électricité.

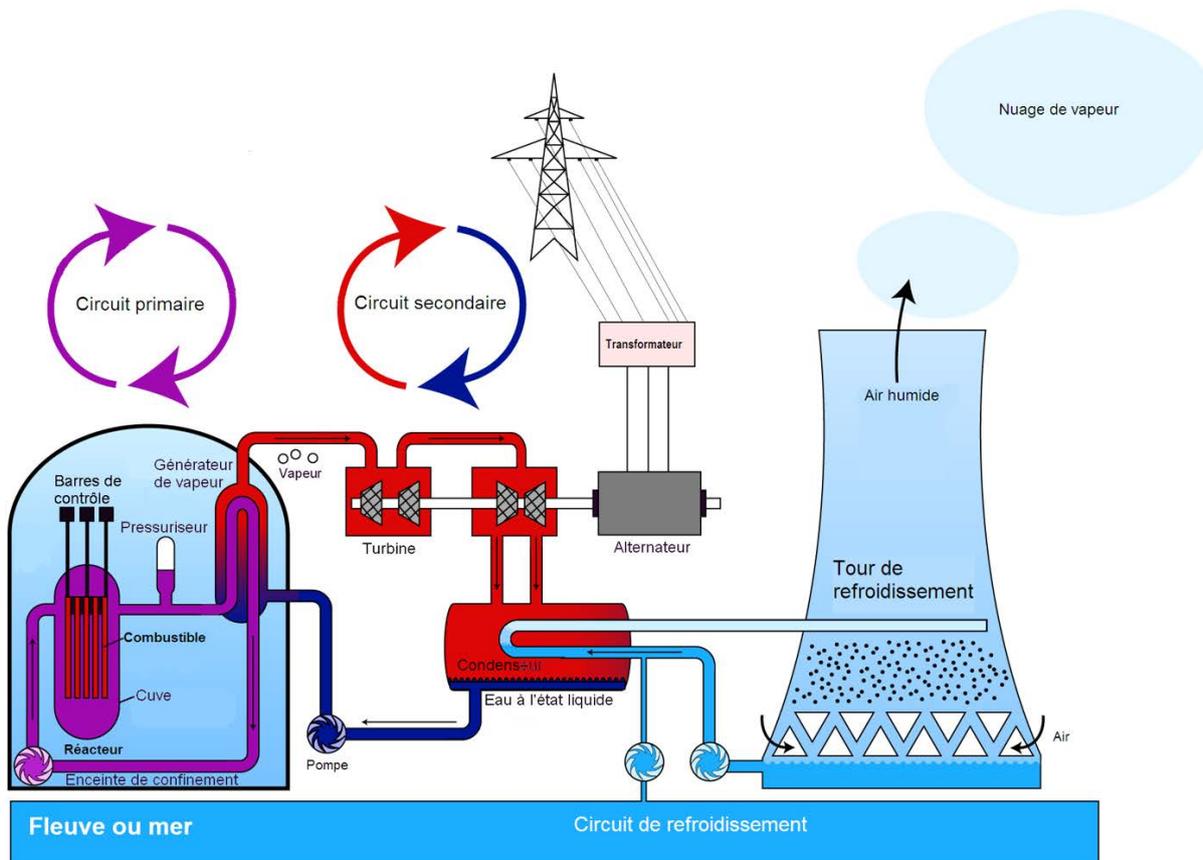


Figure 1.2 : Schéma de principe d'un réacteur à eau pressurisée [8].

La sûreté de l'installation s'établit autour de trois barrières qui s'interposent entre le combustible radioactif et l'environnement extérieur. La gaine en alliage de zirconium constitue la première barrière. La deuxième barrière est assurée par la cuve en acier qui contient l'ensemble du cœur. Le tout est ensuite entouré de la troisième barrière : l'enceinte de confinement en béton. L'étude de la microstructure et du comportement mécanique de chacune de ces barrières sous diverses sollicitations est sujette à de nombreuses recherches, afin d'assurer le confinement du combustible en situations normales et accidentelles. Cela est d'autant plus vrai pour le tube de gainage, qui est la seule barrière en contact direct avec le combustible.

1.1.2 Conditions de fonctionnement normal

En fonctionnement normal, la température de la gaine est comprise entre 280 et 320°C en surface externe, et peut être localement plus importante en face interne jusqu'à 360°C. D'un point de vue mécanique, la gaine subit une pression extérieure de 155 bar de la part du réfrigérant. Elle est également soumise à une pression interne due à l'hélium initialement introduit (environ 20 bar à 20°C), et les gaz de fission relâchés. D'autre part, le gonflement de la pastille ainsi que le fluage de la gaine, résultant de la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du crayon, peuvent entraîner la fermeture du jeu initial entre la pastille et la gaine et ainsi mener à une interaction pastille-gaine (IPG) qui induit des déformations axiales et radiales de cette dernière.

La face externe du tube de gainage en contact avec l'eau du circuit primaire mène à une réaction d'oxydation [9]. Une couche d'oxyde ZrO_2 , qui peut atteindre quelques dizaines de micromètres en fin de vie (pour du Zircaloy-4), se crée progressivement en surface externe de la gaine. Cette réaction d'oxydation est également responsable de la libération d'hydrogène qui va être partiellement absorbé par la gaine puis transporté par diffusion dans le métal. Il y a alors apparition d'hydrures qui peuvent fragiliser le matériau [10, 11]. S'ajoutent à ces phénomènes la réaction de fission et le flux de neutrons dans le cœur qui provoquent l'irradiation du tube. Cela a pour effet de modifier la microstructure du matériau et de faire apparaître des défauts dans les agencements cristallins [12]. Ces défauts d'irradiation sont la cause d'un durcissement du matériau et d'une perte de ductilité. Un phénomène de restauration des défauts se produit à haute température [13, 14].

Davantage d'informations sur les évolutions microstructurales de la gaine au cours de sa vie en réacteur sont disponibles dans [15].

1.1.3 L'accident d'insertion de réactivité

L'accident d'insertion de réactivité (RIA : *Reactivity Initiated Accident*) est l'un des deux accidents de dimensionnement¹ étudiés pour les réacteurs à eau pressurisée. Il se déclenche suite à une insertion de réactivité rapide (quelques dizaines de millisecondes [16]) et locale à l'intérieur du cœur du réacteur. Plusieurs scénarios peuvent en être la source, le plus probable d'entre eux étant l'accident d'éjection d'une barre de contrôle (REA : *control Rod Ejection Accident*) [17]. Ce scénario est dû à la rupture du système de maintien d'une barre de contrôle, causée par la différence de pression entre le circuit primaire et l'extérieur du cœur du réacteur (environ 150 bar). Il s'ensuit une augmentation brutale de la puissance dans les crayons voisins de la barre éjectée, augmentation d'autant plus importante que la barre était insérée profondément dans le cœur. Ce pic de puissance est toutefois limité de façon naturelle par l'effet Doppler², conséquence de la montée en température du combustible.

1. Le deuxième accident de dimensionnement est l'accident de perte de réfrigérant primaire (APRP) (en anglais *LOCA : Loss of Coolant Accident*).

2. L'effet Doppler correspond à une augmentation de la capacité d'absorption des neutrons avec la température. Cet effet limite naturellement les conséquences d'un RIA.

L'accident RIA peut se décomposer en trois phases : une première phase d'interaction pastille-gaine (PCMI : *Pellet Cladding Mechanical Interaction*), potentiellement suivie de la phase post-DNB (*Departure from Nucleate Boiling*) et de la phase de renoyage. Un schéma du déroulement d'un accident RIA est présenté en Figure 1.3.

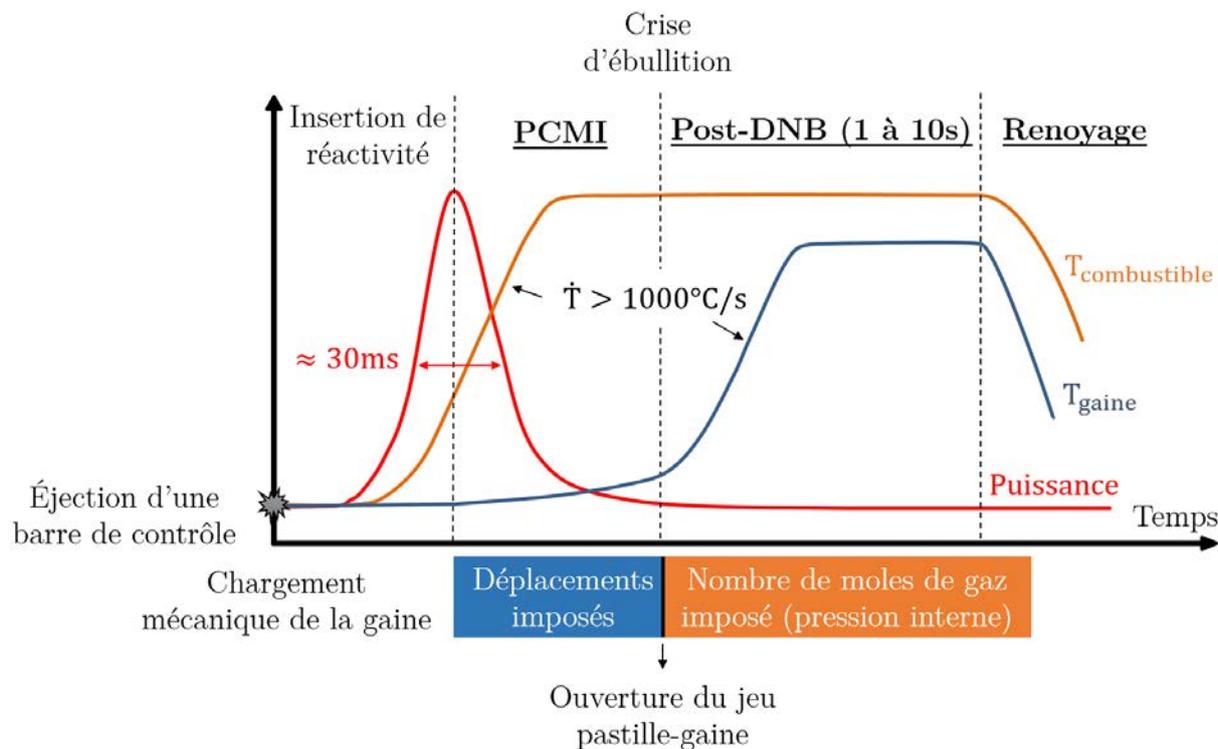


Figure 1.3 : Schéma du déroulement d'un accident RIA indiquant les historiques de puissance et de température.

1.1.3.1 La phase d'interaction pastille-gaine

Face à la montée brutale de la température du combustible ($1\,000$ à $10\,000^{\circ}\text{C/s}$, jusqu'à des températures pouvant dépasser $2\,000^{\circ}\text{C}$), celui-ci se dilate de façon quasi-instantanée. Ce phénomène est en outre accentué par l'expansion des gaz de fission à l'intérieur des porosités de la pastille [18, 19]. Celle-ci vient alors imposer un chargement mécanique en déplacements imposés sur la gaine, qui est encore à des températures modérées (inférieures à 600°C) et a une ductilité relativement faible. La compréhension et la modélisation de cette première phase de l'accident sont relativement bien maîtrisées de nos jours [20–24].

1.1.3.2 La phase post-DNB

Si la gaine est suffisamment ductile et ne rompt pas lors de la phase PCMI, une deuxième phase de l'accident peut potentiellement se produire : la phase post-DNB [25, 26]. L'augmentation progressive de la température de la gaine lors de la phase PCMI peut mener à la crise d'ébullition du réfrigérant. Il se crée ainsi un film de vapeur autour la gaine, qui a pour effet une dégradation immédiate de la capacité de transfert thermique entre la gaine et le réfrigérant. La température de la gaine augmente

alors très rapidement (les transitoires peuvent être supérieurs à $1\,000^\circ\text{C}/\text{s}$) jusqu'à des températures pouvant atteindre plus de $1\,000^\circ\text{C}$. Sa ductilité va alors augmenter et sa résistance mécanique diminuer, avec l'augmentation de la température.

Dans le même laps de temps, les gaz de fission relâchés par le combustible, alliés aux gaz de remplissage, conduisent à une déformation de la gaine et à une réouverture du jeu pastille-gaine. Le mécanisme de déformation passe d'un chargement en déplacements imposés à un chargement en pression interne à nombre de moles de gaz imposé. Deux étapes sont alors attendues. Dans une première étape, la gaine va se déformer de façon quasi-instantanée afin d'accommoder la contrainte avec la limite élastique décroissante du matériau. Puis, une phase de fluage intervient, où d'importantes déformations et un ballonnement peuvent se produire jusqu'à une potentielle rupture de la gaine. À noter que le fluage de la gaine est peu impacté par la couche d'oxyde initialement présente car celle-ci est complètement fracturée à la fin de la phase PCMI [27, 28], son impact mécanique est alors négligeable.

1.1.3.3 La phase de renoyage

Suite à la phase post-DNB (d'une durée d'environ 1 à 10 secondes [29]), une phase de renoyage peut intervenir. La température de la gaine chute alors brutalement par l'effet de la trempe. Cette trempe peut mener à la rupture fragile du tube, qui de surcroît provoquerait une éjection du combustible dans le réfrigérant.

1.1.4 Objectifs et démarche de l'étude

Afin d'éviter un relâchement de produits de fission dans le réfrigérant, il est fortement souhaité que la gaine combustible ne rompe pas en cas d'accident RIA. D'autre part, la gaine ne doit pas trop se déformer avant la phase de renoyage pour ne pas entraver le passage du réfrigérant et donc le refroidissement du cœur. De nombreux travaux ont alors été menés, afin d'étudier le comportement mécanique de la gaine combustible sous diverses sollicitations. De façon à avoir une représentativité proche d'un accident en situation réelle, des programmes d'essais sur des dispositifs expérimentaux quasi-intégraux ont été développés [30] : NSRR [26, 31], CABRI [27, 32], PATRICIA [33]... L'avantage de ces programmes est que l'ensemble, ou presque, des phénomènes physiques se déroulant en situation réelle sont reproduits (irradiation, PCMI, fluage...). Cet avantage est aussi l'un des inconvénients, puisque les couplages entre tous les phénomènes rendent les essais très complexes à analyser. D'autre part, chaque expérience coûte cher et demande un temps de développement important.

Des plateformes expérimentales moins intégrales, comme les bancs ELFE [34, 35], EDGAR [1, 36], ELLIE [3–5], ou ceux décrits dans [37–40] ont alors été développées, afin d'étudier le comportement thermomécanique de la gaine en situations normales et accidentelles. Du fait des difficultés expérimentales à réaliser et analyser des essais sous de fortes vitesses de chauffe, peu de données sont disponibles dans la littérature sur le comportement au fluage de la gaine en conditions post-DNB. L'accident le plus étudié est l'accident de perte de réfrigérant primaire (APRP), où la température de la gaine

monte à des vitesses modérées (inférieures à 100°C/s).

Il est bien connu que les propriétés mécaniques du matériau sont intimement liées à sa microstructure. Or, de nombreuses transformations métallurgiques sont thermiquement activées dans les alliages de zirconium aux hautes températures (*e.g.* changement de phase, recristallisation, croissance de grains, dissolution des précipités...) et sont bien souvent dépendantes de la cinétique thermique. Les lois de comportement employées actuellement dans les codes de calculs simulant un RIA n'ont pas été caractérisées au moyen d'essais reproduisant parfaitement des vitesses de chauffe représentatives de l'accident, leur utilisation pour représenter le comportement de la gaine en phase post-DNB est donc discutable.

Ces travaux de thèse visent à apporter une meilleure compréhension du comportement au fluage de la gaine en Zircaloy-4 en conditions simulant la phase post-DNB, *i.e.* un fluage en pression interne, suite à un transitoire thermique de l'ordre de 1000°C/s. Dans la suite de ce chapitre, les principales caractéristiques du matériau et de la gaine sont présentées pour les hautes températures. Il y est notamment décrit le changement de phase du Zircaloy-4, et le comportement mécanique de la gaine en conditions de quasi-équilibre.

1.2 Éléments de métallurgie de la gaine en Zircaloy-4

1.2.1 Matériau et texture de la gaine

Le Zircaloy-4 est l'un des principaux alliages utilisés pour la réalisation des tubes de gainage de combustible. Il est essentiellement constitué de zirconium, en raison de sa faible section efficace de capture aux neutrons thermiques (0,185 barns [41]). Il est également composé de différents éléments d'addition, afin de lui conférer des caractéristiques physiques plus intéressantes (cf. Tableau 1.1). La lectrice ou le lecteur souhaitant avoir plus d'informations sur le rôle des éléments d'alliage pourra se référer à [42, 43]. Il est toutefois important de noter que le fer et le chrome sont des éléments bêtagènes pratiquement insolubles en phase α . Ils se manifestent sous la forme de précipités intermétalliques $Zr(Fe, Cr)_2$ qui se solubilisent lorsque le matériau est chauffé à haute température [44, 45].

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

Tableau 1.1 : Composition chimique du Zircaloy-4 détendu (wt%).

Suite à leur mise en forme par laminage à froid au pas de pèlerin, les tubes de gainage sont fortement écrouis. Un traitement de détensionnement est donc réalisé, afin de relaxer une partie des contraintes résiduelles de fabrication. Le matériau est recuit pendant une durée approximative de 4-5 heures à 475°C menant à l'état dit "détendu" (SRA : *Stress Relieved Annealed*). La gaine obtient alors sa géométrie finale (tube de 9,5mm de diamètre extérieur, épaisseur de 0,57mm), et une texture cristallographique marquée. L'axe $\langle c \rangle$ des mailles hexagonales est majoritairement compris dans le plan radial-circonférentiel,

incliné à $\pm 30-40^\circ$ de la direction radiale. La Figure 1.4 présente les figures de pôle pour le Zircaloy-4 détendu [46].

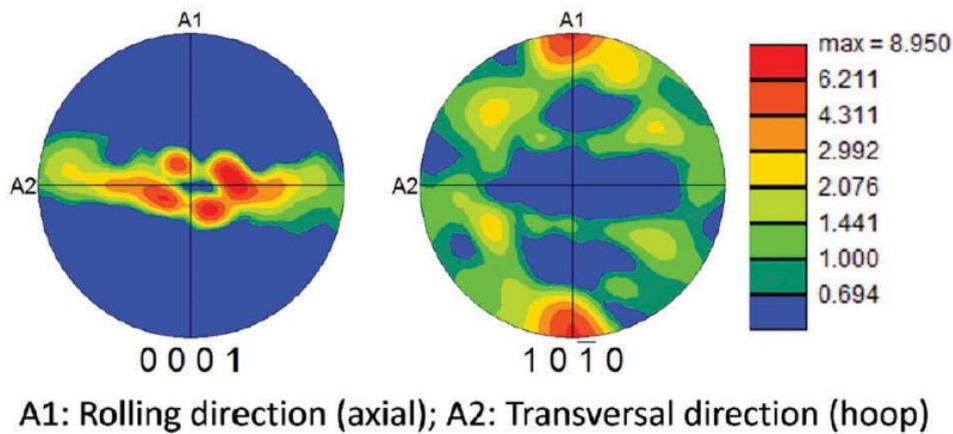
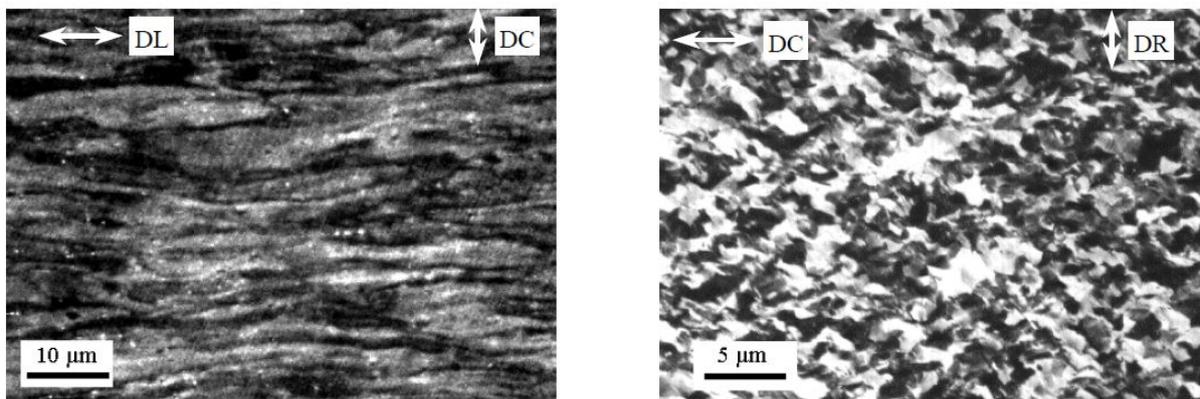


Figure 1.4 : Figures de pôle du Zircaloy-4 détendu [46].

D'autre part, les grains de la gaine présentent une longueur axiale d'environ $10\mu\text{m}$ pour une longueur radiale et circonférentielle de l'ordre de $3\mu\text{m}$ (Figure 1.5). L'orientation et la forme des grains, ainsi que la texture cristallographique, se traduisent par une anisotropie plastique et thermique de la gaine dans sa phase α aux basses températures [47]. Le Tableau 1.2 résume quelques propriétés générales du Zircaloy-4 à 800 et 1 000°C.



DL : direction de laminage (axe du tube), DC : direction circonférentielle, DR : direction radiale

Figure 1.5 : Microstructure du Zircaloy-4 détendu [48].

Un autre type de détensionnement des contraintes peut être réalisé pour mener à l'état dit "recristallisé" (RCX ou RXA) du matériau, suite à un recuit de 1h à 715°C . Les grains α sont alors équiaxes avec une taille comprise entre 5 et $7\mu\text{m}$ (cf. Figure 1.6). Seul le Zircaloy-4 détendu, utilisé pour les tubes combustibles en REP, est étudié dans ces travaux. Le Zircaloy-4 recristallisé est quant à lui utilisé comme matériau des tubes-guides, contenant les barres de contrôle.

Propriété	800°C	1000°C
Chaleur massique ($\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	373 ± 10	350 ± 25
Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	25,2	26,4
Coefficient de dilatation thermique (K^{-1})	Axial : $4,4.10^{-6}$ Diamétral : $6,72.10^{-6}$	$9,7.10^{-6}$
Module de Young (GPa)	52	40
Coefficient de Poisson	0,34 - 0,38	0,34 - 0,38
Limite d'élasticité (MPa)	35	9

Tableau 1.2 : Propriétés générales du Zircaloy-4 (données issues de [49, 50]).

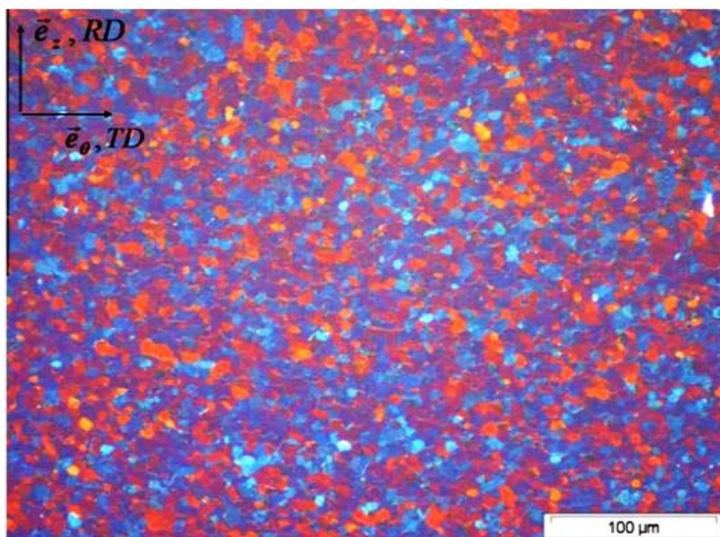


Figure 1.6 : Microstructure du Zircaloy-4 recristallisé [51].

1.2.2 La recristallisation à haute température

La taille et la forme des grains sont susceptibles d'avoir un impact important sur les propriétés mécaniques du matériau [52]. Des études se sont alors intéressées à la recristallisation du Zircaloy-4 détendu en conditions isothermes et anisothermes [53–56].

La Figure 1.7 présente les effets de la vitesse de chauffe sur la recristallisation du Zircaloy-4 détendu, jusqu'à des transitoires de $430^{\circ}\text{C}/\text{s}$. Les points expérimentaux ont été obtenus par des tests de microdureté. Il est observé que la recristallisation se décale vers les hautes températures à mesure que la vitesse de chauffe augmente. À partir de $225^{\circ}\text{C}/\text{s}$, il semble que la vitesse de chauffe n'ait plus ou peu d'impact. À $430^{\circ}\text{C}/\text{s}$, la recristallisation est très rapide. Si la vitesse de chauffe est inférieure à $430^{\circ}\text{C}/\text{s}$, le matériau est complètement recristallisé à partir de 800°C .

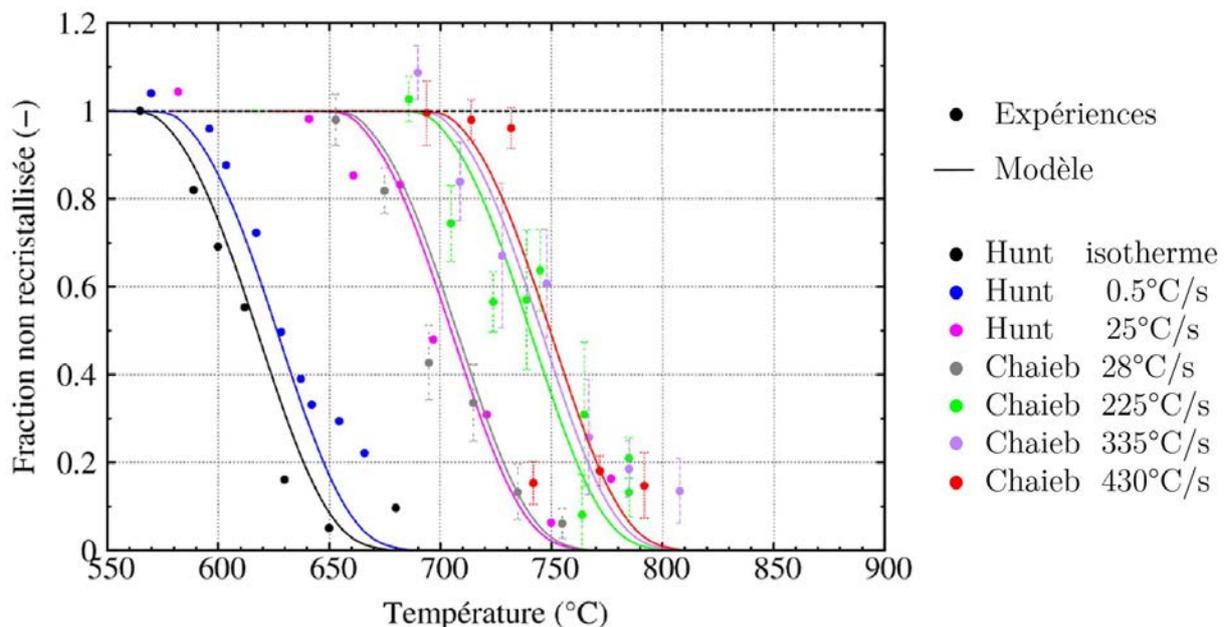


Figure 1.7 : Cinétique de recristallisation du Zircaloy-4 détendu (expériences et modèle) [56].

1.2.3 Le changement de phase dans le Zircaloy-4

Les propriétés physiques d'un matériau sont étroitement liées à sa structure cristalline. Dans une démarche d'analyse de la sûreté des réacteurs, il convient d'étudier la transformation de phase du matériau de la gaine, qui peut survenir en situations accidentelles.

Le Zircaloy-4 présente deux phases allotropiques stables, chacune sur un domaine de température bien distinct [57]. Pour des températures inférieures à 800°C , à l'équilibre et sous pression atmosphérique, le Zircaloy-4 est présent sous sa phase α hexagonale compacte. Au-delà de 1000°C environ, le matériau présente une structure β cubique centrée [58]. Entre 800 et 1000°C , les deux phases coexistent pour former le domaine biphasé.

Le passage d'une phase à l'autre suit la relation de Burgers écrite pour le zirconium [59] :

$$\begin{aligned} (1\ 1\ 0)_\beta & \parallel (0\ 0\ 0\ 1)_\alpha \\ [1\ 1\ \bar{1}]_\beta & \parallel [1\ 1\ \bar{2}\ 0]_\alpha \end{aligned} \tag{1.1}$$

Celle-ci stipule que lors de la transformation, les plans denses de la phase α restent parallèles aux plans denses de la phase β et que, de la même façon, les directions denses de la phase α restent parallèles aux directions denses de la phase β . Plusieurs variants sont alors possibles lors de la transformation. De par la symétrie des cristaux, il existe 6 variants possibles lors de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ et 12 lors de la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, ces derniers sont illustrés sur la Figure 1.8.

L'état initial du matériau, l'état de contrainte, ou encore la cinétique thermique, peuvent être responsables de la sélection d'un (ou plusieurs) variant(s) privilégié(s) lors de la transformation [60–63]. Le matériau obtient alors une orientation cristalline dépendante de cette sélection. Le phénomène de sélection de variants peut mener deux gaines à avoir la même proportion de phase, mais avec des microstructures et donc des propriétés physiques différentes. La lectrice ou le lecteur souhaitant davantage d'informations sur le sujet pourra se référer aux travaux de Tran [63].

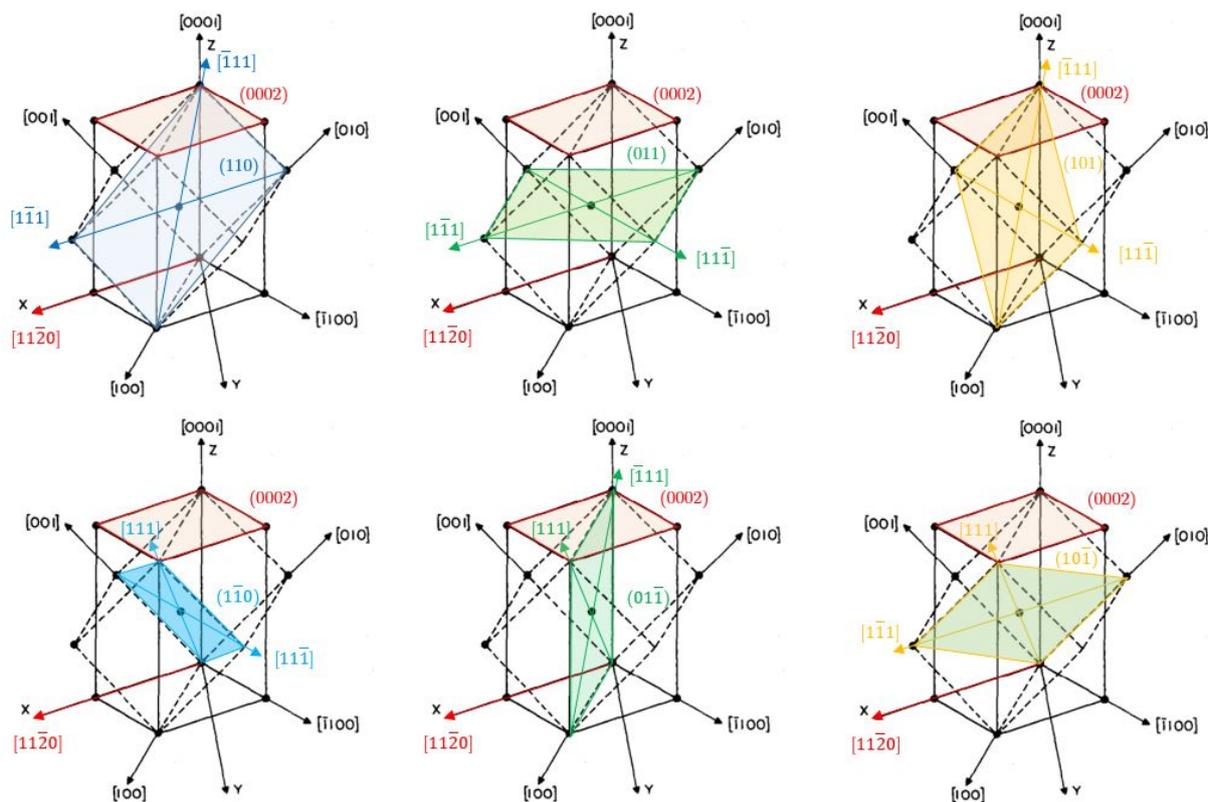


Figure 1.8 : Les 12 variants possibles lors de la transformation ($\beta \rightarrow \alpha$) dans le zirconium suivant la relation de Burgers. Les plans denses et les directions denses sont détaillés en couleur. 1/3 de la maille hexagonale est représentée en traits pleins noirs ; la maille cubique est représentée en pointillés.

1.2.4 Le changement de phase en conditions anisothermes

En conditions anisothermes, les bornes du domaine biphasé sont différentes [1,64–67]. Il est alors nécessaire d'étudier le changement de phase du Zircaloy-4 sous divers transitoires, afin de mieux comprendre le comportement du matériau en situations accidentelles.

1.2.4.1 Les méthodes de suivi de transformation

Quatre techniques permettant de suivre l'évolution de la transformation en conditions anisothermes sont ici brièvement décrites : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC : *Differential Scanning Calorimetry*), le suivi par résistivité, la dilatométrie et la diffraction aux rayons X (SXRD : *Synchrotron X-Ray Diffraction*). Dans la suite de ce manuscrit, f_β symbolise la fraction de phase β .

La calorimétrie différentielle à balayage [1,64,67–69] consiste à mesurer le flux de chaleur nécessaire à la chauffe - ou au refroidissement - d'un matériau. Une forte rupture de pente de l'évolution du flux est observée lors du passage dans le domaine biphasé. Un rapport des aires, comme illustré en Figure 1.9.a, permet de remonter à la proportion de phase dans le matériau. Cette technique présente l'avantage d'être particulièrement précise pour les transitoires thermiques lents, mais elle ne permet pas d'atteindre des vitesses de chauffe importantes.

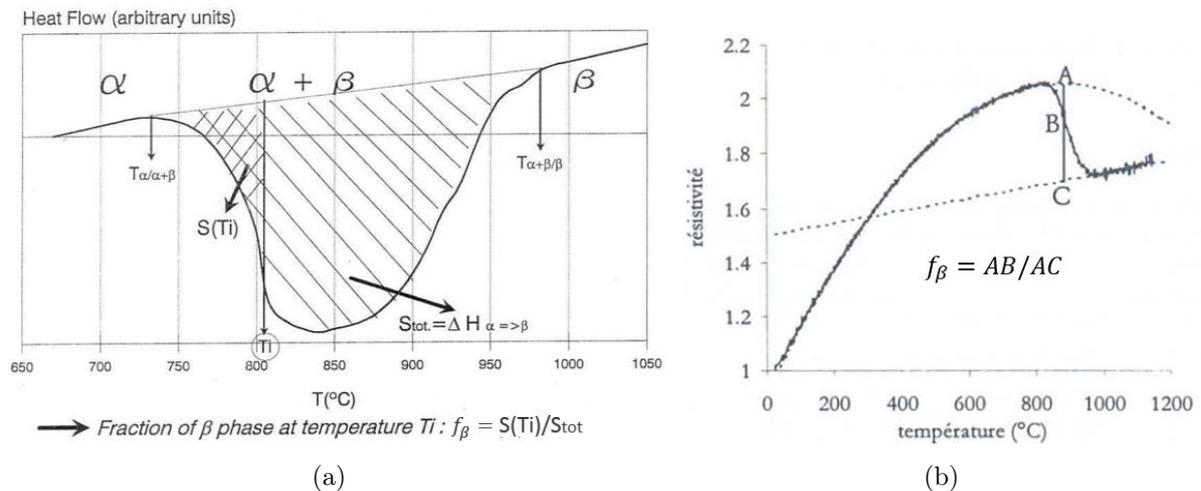


Figure 1.9 : Schéma de principe de : (a) la méthode de calorimétrie [1], et (b) la méthode de résistivité [64], pour déterminer la fraction de phase f_β .

Le suivi par résistivité [60, 64, 65, 68, 70] mesure le changement de résistivité du matériau pendant la transformation. Il est alors possible de remonter à la proportion des phases à l'aide de la méthode des leviers (Figure 1.9.b). Cette technique n'est pas la plus adaptée pour les alliages de zirconium car le comportement résistif de la phase α n'est pas linéaire avec la température. Des méthodes d'extrapolations polynomiales sont cependant possibles afin d'exploiter les résultats [65, 71]. Il convient de souligner que cette méthode nécessite la soudure de deux prises de potentiel sur l'échantillon chauffé,

ce qui peut engendrer une hétérogénéité thermique dans la zone d'intérêt, hétérogénéité d'autant plus importante que le transitoire thermique est rapide.

Le suivi par dilatométrie [1, 60, 64, 68, 72] est basé sur la différence de densité entre la phase mère et la phase fille. Cette méthode consiste à chauffer un matériau libre de toutes contraintes; la déformation totale observée est alors la déformation thermique, supposée linéaire avec la température. Dans le cas du Zircaloy-4, la maille β est plus dense que la maille α ($V_\beta/V_\alpha = 0,987$ à 862°C [64]). Cette différence de compacité entre la phase fille et la phase mère entraîne une perte de linéarité de la déformation avec la température pendant la transformation (Figure 1.10). En utilisant une règle des leviers, il est alors possible de remonter à la fraction de phase présente dans le matériau. Cette méthode permet d'explorer des cinétiques thermiques très élevées sous réserve de mettre en place des techniques de mesure rigoureuses adaptées aux forts transitoires. Ceci fera l'objet d'une étude dédiée lors de ce travail. Il est à noter que l'orientation des mailles par rapport à l'observateur (dilatomètre, caméra...) peut complexifier le post-traitement des résultats expérimentaux [73]. D'autre part, la nature même de la méthode ne permet pas une connaissance précise de la fraction de phase aux bornes du domaine biphasé (*i.e.* entre 0 et 10% et entre 90 et 100% de phase β).

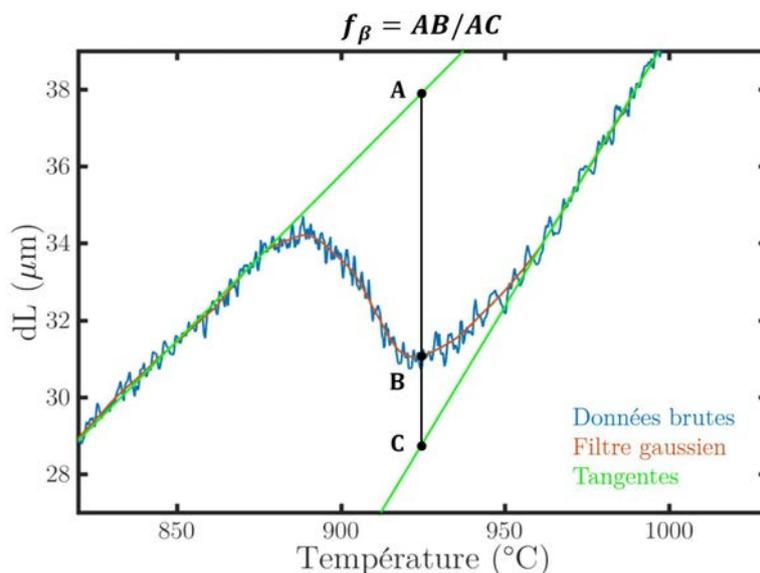


Figure 1.10 : Schéma de principe de la méthode de dilatométrie [74].

La diffraction aux rayons X par transmission [65, 66, 75, 76] sous rayonnement synchrotron permet d'analyser les schémas de diffraction obtenus à différentes températures et pour différents transitoires. Il est alors possible de remonter à la proportion de phase présente dans le matériau. La lectrice ou le lecteur souhaitant plus de détails sur cette méthode pourra se référer à [65].

Il convient de souligner que pour l'ensemble de ces méthodes, la maîtrise de l'atmosphère est primordiale, afin de contrôler des phénomènes comme l'oxydation du matériau.

1.2.4.2 Impact d'un transitoire thermique sur le changement de phase

Au chauffage

La naissance de la phase β est davantage due au phénomène de germination qu'au phénomène de croissance [61], et cette tendance est accentuée sous de fortes cinétiques thermiques. Garde [50, 77] montre que la phase β apparaît majoritairement aux joints de grains et aux points triples. Il observe, en comparant deux échantillons maintenus à 850°C pendant 9,6 et 120 minutes, que le temps de maintien favorise ce phénomène. Lorsque le temps de maintien est plus faible (9,6 min) une proportion non négligeable de phase β est obtenue au cœur des grains α . L'application d'un transitoire thermique rapide favoriserait donc une germination répartie de façon plus équilibrée et un transitoire thermique lent favoriserait une germination et une croissance aux joints de grains et aux points triples. La transformation de phase est alors directement impactée par la microstructure initiale et la géométrie des échantillons.

La Figure 1.11 montre l'évolution de la fraction de phase β obtenue pour différentes vitesses de chauffe, à l'aide de différentes méthodes. Il peut être observé que le changement de phase se décale vers les hautes températures lorsque la vitesse de chauffe augmente. Une dispersion relativement importante est observée entre les différents auteurs à 10°C/s. Peu de données sont disponibles pour des cinétiques de chauffe plus élevées. Du fait de la grande difficulté de reproduire des transitoires thermiques rapides bien contrôlés, la transformation de phase des alliages de zirconium n'est pas connue pour des vitesses de chauffe supérieures à 100°C/s. Cela fera l'objet d'une étude dans ce travail.

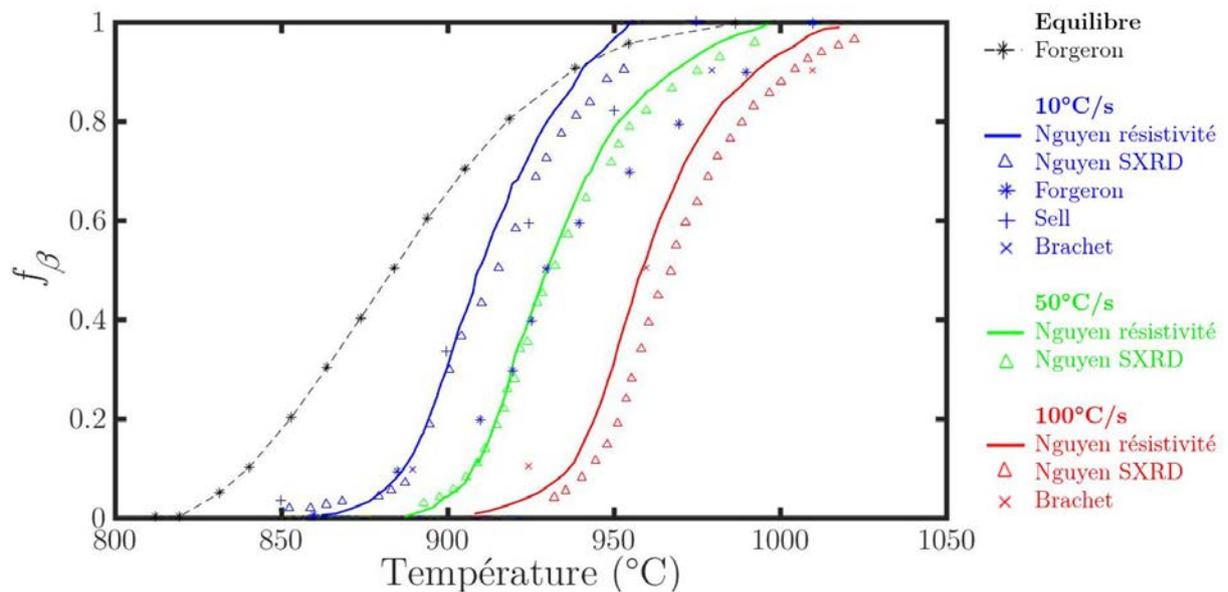


Figure 1.11 : Courbes de fraction de phase f_β à vitesse de chauffe constante. Comparaison entre les résultats expérimentaux de [1, 65–67].

Au refroidissement

Inversement, au refroidissement, la transformation de phase se décale vers les basses températures à mesure que la vitesse augmente. La Figure 1.12 compare la transition de phase du Zircaloy-4 obtenue à l'équilibre, en chauffe à 10°C/s et au refroidissement à -10°C/s .

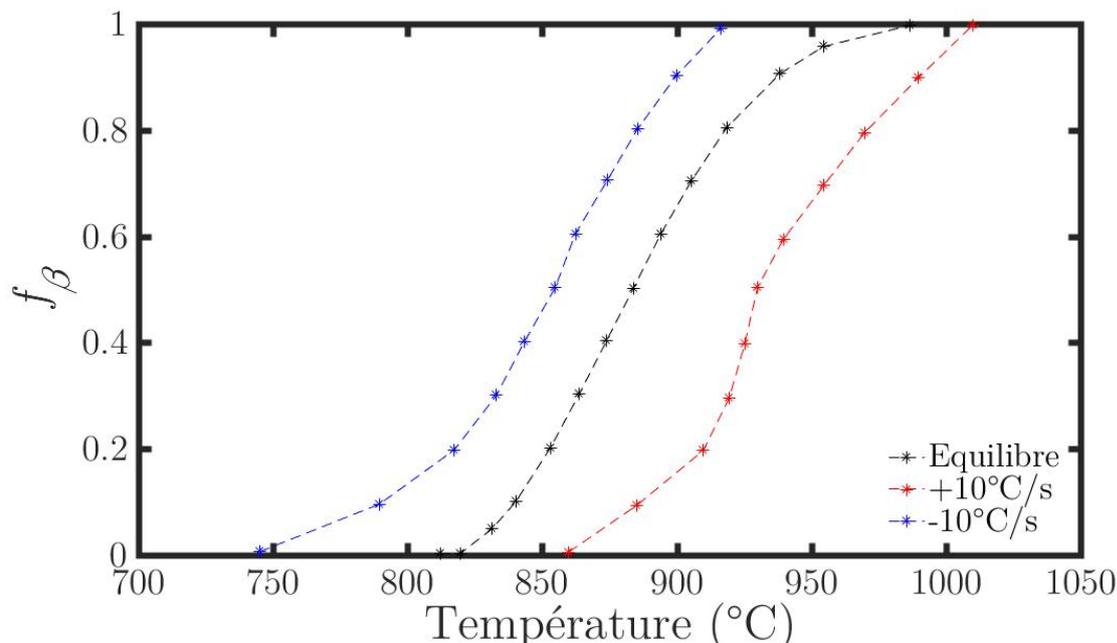


Figure 1.12 : Fraction de β obtenue pour le Zircaloy-4 détendu en conditions d'équilibre, en chauffe à 10°C/s et au refroidissement à -10°C/s (données expérimentales issues de [1]).

La vitesse de refroidissement a également un impact sur la microstructure finale α et sur la taille et la localisation des précipités [78–83]. Pour des vitesses de refroidissement élevées (supérieures à 1500°C/s), la transformation est de type martensitique. Pour des vitesses de refroidissement plus faibles, comprises environ entre 10 et 1500°C/s , la germination de la phase α est contrôlée par la diffusion des éléments d'addition. La microstructure alors obtenue est dite de type Widmanstätten, constituée d'aiguilles α présentant une forte concentration en éléments alphagènes [84]. Deux types de microstructures sont différenciées suivant l'agencement des aiguilles. Pour des vitesses de refroidissement de l'ordre de 10°C/s la germination de α se déroule principalement aux points triples et aux joints de grains β . Une microstructure constituée de "lamelles parallèles" est alors obtenue (cf. Figure 1.13.a) Pour des vitesses de refroidissement comprises environ entre 10 et 1500°C/s , une germination intragranulaire est favorisée et mène à une microstructure de type "panier tressé" (cf. Figure 1.13.b). Woo *et al.* [79] notent que plus la vitesse de refroidissement est importante, plus la taille des précipités est faible.

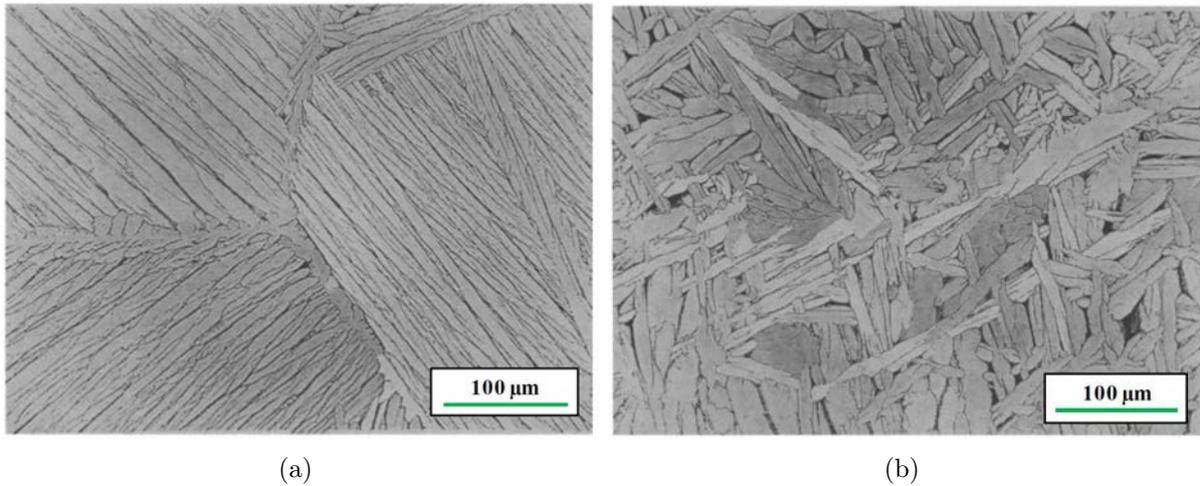


Figure 1.13 : Microstructure de type Widmanstätten : (a) en "lamelles parallèles" et (b) en "panier tressé" [80].

1.2.5 Modélisation du changement de phase

De nombreuses formulations ont été proposées dans la littérature afin de modéliser les transformations de phase solide-solide. Deux modèles généraux sont ici présentés, suivis de deux modèles appliqués au cas du Zircaloy-4. La lectrice ou le lecteur intéressé-e trouvera davantage de modèles dans [85].

1.2.5.1 Le modèle de JMAK

Le modèle le plus couramment utilisé pour décrire les changements de phase solide-solide est certainement celui issu des travaux de Johnson, Mehl, Avrami et Kolmogorov [86–90], qui se formule tel que :

$$f = 1 - \exp[-(k(T).t)^m], \quad (1.2)$$

où t décrit le temps, f est la fraction de phase transformée, $k(T)$ est une constante cinétique fonction de la température T , et m est l'exposant d'Avrami.

L'Équation (1.2) peut se présenter sous sa forme différentielle telle que :

$$\frac{df}{dt} = m.k(T).(1 - f).[-\ln(1 - f)]^{(m-1)/m}. \quad (1.3)$$

Ces formulations permettent de modéliser les transformations hétérogènes en conditions isothermes. Elles constituent néanmoins une base qui peut être utilisée pour l'analyse des transformations en conditions anisothermes [91, 92].

1.2.5.2 Le modèle de Leblond

Leblond et Devaux proposent dans [93] un modèle qui permet de décrire les transformations anisothermes contrôlées par la diffusion, ainsi que les transformations anisothermes martensitiques. L'équation d'évolution de Leblond est basée sur un retour à l'état d'équilibre et est définie telle que :

$$\frac{df}{dt} = \frac{f_{eq}(T) - f}{\tau(T)}, \quad (1.4)$$

où $f_{eq}(T)$ est la fraction de phase à l'équilibre pour une température T et $\tau(T)$ représente le temps caractéristique de transformation. $\tau(T)$ peut être décrit par une équation de type Arrhenius telle que :

$$\tau(T) = \left[k_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R.T}\right) \right]^{-1}, \quad (1.5)$$

où k_0 est une constante cinétique, Q est une énergie d'activation et R est la constante des gaz parfaits.

1.2.5.3 Le modèle de Forgeron

Se basant sur les travaux de Holt [94], Forgeron *et al.* [1] mettent en place un modèle de changement de phase pour le Zircaloy-4 défini tel que :

$$\frac{df}{dt} = \pm (T_{eq} - T) \cdot K \cdot \exp\left(\frac{-Q}{R.T}\right) \cdot |T_{eq} - T|^m, \quad (1.6)$$

où f est la fraction de phase transformée, T est la température, T_{eq} est la température d'équilibre pour une fraction de phase f et R est la constante des gaz parfaits. K , Q et m sont trois constantes.

La fraction de phase β à l'équilibre $f_{eq}(T)$ est définie telle que :

$$f_{eq}(T) = 1 - \exp[-[C \cdot (T - T_0)]^n], \quad (1.7)$$

avec $C = 1/(T_{63,2\%} - T_0)$, $T_{63,2\%}$ est la température correspondant à 63,2% de phase β à l'équilibre, T_0 est la température de début de transformation à l'équilibre et n est un exposant à ajuster.

Afin de prendre en compte le décalage de la transformation avec la cinétique thermique, Forgeron *et al.* proposent de modéliser la température de début de transformation telle que :

$$T_0 = A + B \cdot \ln\left(\frac{dT}{dt}\right), \quad (1.8)$$

où A et B sont deux constantes.

Le Tableau 1.3 présente les valeurs des paramètres des Équations (1.6), (1.7) et (1.8) pour le Zircaloy-4 en conditions de chauffage. La fraction de phase à l'équilibre a été

identifiée par des essais de DSC. Le modèle cinétique a été identifié par des essais de dilatométrie jusqu'à des vitesses de 100°C/s.

K (s^{-1})	Q/R (K)	m	C (K^{-1})	T_0 ($^{\circ}C$)	n	A ($^{\circ}C$)	B ($^{\circ}C$)
130	18 750	2,5	$1,135 \cdot 10^{-2}$	809	2,187	831	15,5

Tableau 1.3 : Paramètres des Équations (1.6), (1.7) et (1.8) pour le Zircaloy-4 en conditions de chauffage [1, 64].

Les auteurs proposent également une version légèrement modifiée du modèle pour représenter la transformation au refroidissement.

1.2.5.4 Le modèle de Massih

Massih [95, 96] propose de représenter la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ dans le Zircaloy-4 à l'aide d'une description de type Leblond (Équations (1.4) et (1.5)). Il décrit la fonction d'équilibre $f_{eq}(T)$ telle que :

$$f_{eq}(T) = \frac{1}{2} \left[1 - \tanh \left(\frac{T - T_{cent}}{T_{span}} \right) \right], \quad (1.9)$$

avec :

$$T_{cent} = \frac{T_{\alpha} + T_{\beta}}{2}, \quad (1.10)$$

et

$$T_{span} = \frac{T_{\beta} - T_{cent}}{2,3}. \quad (1.11)$$

Ici, T_{α} et T_{β} définissent les températures qui correspondent respectivement à 99% de phase α et β . Massih décrit le paramètre k_0 du modèle de Leblond (Équation (1.5)) de façon dépendante de la cinétique thermique tel que :

$$k_0 = A + B.V, \quad (1.12)$$

où A et B sont deux constantes et $V = \frac{dT}{dt}$.

Il modélise le décalage de la transformation avec le transitoire thermique en déclenchant la transformation aux températures $T_{\alpha \rightarrow (\alpha+\beta)}$ et $T_{\beta \rightarrow (\alpha+\beta)}$, respectivement pour le chauffage et le refroidissement. Ces deux températures sont définies avec des lois puissances telles que :

$$T_{\alpha \rightarrow (\alpha+\beta)} = \begin{cases} 1083 \text{ (K)} & \text{si } 0 \leq V < 0,1 \text{ K/s} \\ 1113.V^{0,0118} \text{ (K)} & \text{si } 0,1 \leq V \leq 100 \text{ K/s} \end{cases} \quad (1.13)$$

et

$$T_{\beta \rightarrow (\alpha+\beta)} = \begin{cases} 1300 \text{ (K)} & \text{si } -0,1 < V \leq 0 \text{ K/s} \\ 1302,8 - 8,333 \cdot |V|^{0,477} \text{ (K)} & \text{si } -100 \leq V \leq -0,1 \text{ K/s.} \end{cases} \quad (1.14)$$

Une dépendance à la concentration en hydrogène peut être rajoutée dans la formulation de $T_{\alpha \rightarrow (\alpha+\beta)}$. Les valeurs des paramètres du modèle de Massih sont présentés dans le Tableau 1.4 pour le Zircaloy-4.

T_α (K)	T_β (K)	A (s^{-1})	B (K^{-1})	Q/R (K)
1 079	1 273	60 457	18 129	16 650

Tableau 1.4 : Paramètres du modèle de Massih.

1.2.6 Évolution de la taille des grains

Ainsi que déjà mentionné, la taille des grains est susceptible d'avoir un impact sur la tenue mécanique de la gaine. Une fois le matériau recristallisé, la taille des grains dans le domaine α et le bas du domaine ($\alpha + \beta$) évolue peu au cours du temps et conserve une valeur d'environ $10\mu\text{m}$ [97–99]. Une augmentation rapide de la taille des grains est en revanche observée lors du passage du domaine biphasé au domaine β sur des échantillons en Zircaloy-4 [53, 64], en M5 [99] et en Zircaloy-2 [76].

La Figure 1.14 montre l'évolution de la taille des grains d'un alliage M5, obtenue suite à des essais de fluage isotherme [99]. La taille des grains α reste stable, autour de $8\mu\text{m}$, alors que la taille des grains β augmente fortement dans le haut du domaine biphasé. Trégo justifie cette évolution par la transformation totale de la phase α résiduelle aux joints de grains, qui empêchait une libre croissance des grains β .

Hunt *et al.* [100] proposent que l'augmentation de la taille des grains, observée lors du passage du domaine biphasé au domaine β , serait due à la dissolution complète des précipités qui empêchaient la libre croissance des grains β .

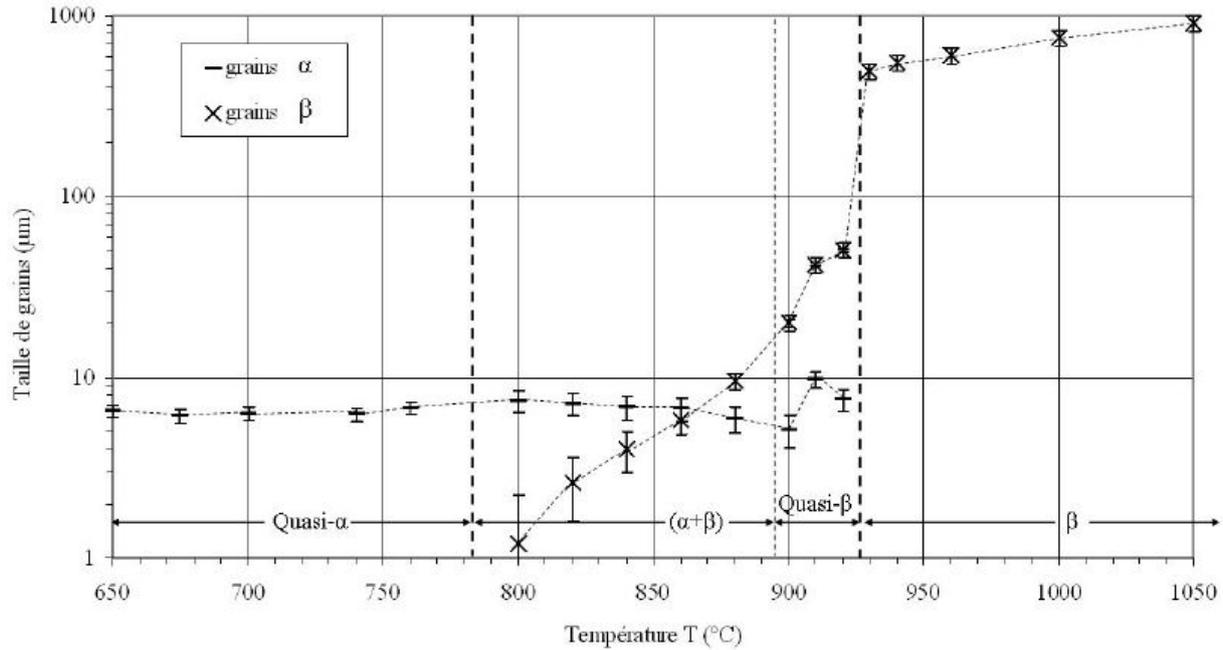


Figure 1.14 : Tailles des grains α et β du M5 obtenues par analyse métallographique après des essais de fluage isothermes [99].

1.2.7 Bilan sur le Zircaloy-4

Le Zircaloy-4 présente un comportement métallurgique complexe à haute température, où de nombreux phénomènes physiques ont lieu (changement de phase, oxydation, sélection de variants, recristallisation...). Ces phénomènes, souvent couplés, ont un impact direct sur la tenue mécanique du matériau. Étudier ces différents mécanismes et leurs interactions est donc nécessaire à la meilleure compréhension du comportement des tubes de gainage en situations normales et accidentelles.

Du fait de difficultés expérimentales, la transformation de phase dans les alliages de zirconium est inconnue pour des vitesses de chauffe supérieures à $100^\circ\text{C}/\text{s}$. Une partie de ces travaux va porter sur les effets d'un transitoire représentatif de la phase post-DNB d'un RIA ($\simeq 1000^\circ\text{C}/\text{s}$) sur le changement de phase du Zircaloy-4 détendu. Le chapitre 2 de ce manuscrit traite de cette étude.

1.3 Comportement thermomécanique à chaud des tubes de gainage

Afin de s'assurer du confinement du combustible y compris en situations accidentelles, il convient d'étudier le comportement mécanique de la gaine sous diverses sollicitations. Les couplages entre la métallurgie et les lois de comportement mécaniques sont souvent difficiles à mettre en place, du fait de leur complexité et du manque de données expérimentales. Les modèles mécaniques visent donc à décrire, au mieux, le comportement macroscopique de la gaine, en prenant parfois en compte des données métallurgiques, comme la proportion de phase ou la taille des grains. Une revue non exhaustive de la littérature est ici proposée pour le comportement du Zircaloy-4 à haute température.

1.3.1 Généralités sur le fluage des métaux

Le comportement thermomécanique des tubes de gainage à haute température est habituellement décrit à l'aide d'une partie élastique, d'une partie thermique et d'une partie visco-plastique [101]. La partition des déformations est alors définie telle que :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^{th} + \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}, \quad (1.15)$$

où $\underline{\underline{\varepsilon}}$, $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$, $\underline{\underline{\varepsilon}}^{th}$ et $\underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}$ représentent respectivement les tenseurs des déformations totales, élastiques, thermiques et visco-plastiques.

Le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ est défini à l'aide du tenseur de Hooke $\underline{\underline{E}}$ tel que :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{E}} : (\underline{\underline{\varepsilon}} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{th} - \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp}), \quad (1.16)$$

et le domaine élastique est défini à l'aide d'un critère de von Mises tel que :

$$f^p = J_2(\underline{\underline{\sigma}}') - \sigma_y, \quad (1.17)$$

où $\underline{\underline{\sigma}}'$ est le déviateur du tenseur des contraintes, σ_y est la limite d'élasticité, et J_2 représente le second invariant des contraintes défini tel que :

$$J_2(\underline{\underline{\sigma}}) = \sqrt{\frac{3}{2} \text{tr}(\underline{\underline{\sigma}}' \cdot \underline{\underline{\sigma}}')}, \quad (1.18)$$

où $\text{tr}(\underline{\underline{\sigma}})$ est la trace de $\underline{\underline{\sigma}}$.

Dans les alliages de zirconium à haute température, la contrainte seuil au fluage est habituellement supposée négligeable. Le tenseur des vitesses de déformation visco-plastiques $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp}$ peut alors être défini tel que :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{vp} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{\underline{\sigma}}'}{\sigma_{vM}}, \quad (1.19)$$

où \dot{p} est la vitesse de déformation plastique cumulée et σ_{vM} est la contrainte de von Mises, définie telle que $\sigma_{vM} = J_2(\underline{\underline{\sigma}}')$.

Un critère des contraintes de Hill peut également être utilisé afin de prendre en compte l'anisotropie de matériau à basse température. Étant donné sa recristallisation très rapide à haute température [55, 56] le matériau devient pratiquement isotrope [102] ; un critère de von Mises est alors plus couramment utilisé.

À l'équilibre, trois domaines de fluage se distinguent habituellement dans le comportement des métaux à chaud [103], schématisés sur la Figure 1.15.

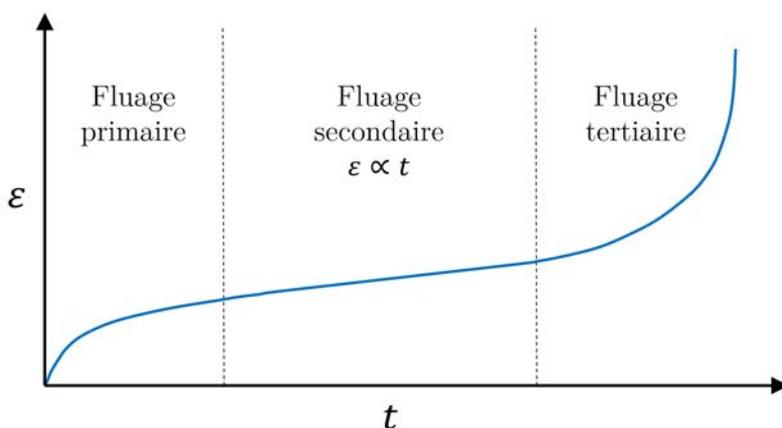


Figure 1.15 : Courbe théorique de fluage à contrainte constante.

- **Le fluage primaire** se caractérise par une diminution de la vitesse de déformation en fonction du temps. Dans des conditions d'équilibre, le fluage primaire est dû à une montée des dislocations, qui entraîne un écrouissage du matériau. Sous vide, ou atmosphère inerte, peu de fluage primaire se produit dans les alliages de zirconium [104, 105].
- **Le fluage secondaire** présente une vitesse de déformation constante au cours du temps (à contrainte constante). Lors de cette phase, la création de dislocations est égale à son annihilation par restauration.
- **Le fluage tertiaire** est caractérisé par une augmentation de la vitesse de déformation jusqu'à la rupture du matériau. Il peut être causé par endommagement ou localisation des déformations.

Les études de fluage des gaines de combustible ont pour but d'identifier leur comportement au fluage secondaire [103], qui se modélise généralement sous la forme :

$$\dot{\rho} = \frac{K\mu bD}{RT} \left(\frac{b}{d}\right)^g \left(\frac{\sigma_{vM}}{\mu}\right)^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right), \quad (1.20)$$

où $\dot{\rho}$ est la vitesse de déformation plastique cumulée (assimilable à la vitesse de fluage), K est une constante, μ est le module élastique de cisaillement, b est le vecteur de Burgers, D est un coefficient de diffusion, R est la constante des gaz parfaits, T est la température, d est la taille des grains, g est l'exposant de la taille des grains, σ est la contrainte appliquée, n est l'exposant de Norton et Q est une énergie d'activation.

Les données sur la microstructure du matériau étant bien souvent difficiles à obtenir, l'équation (1.20) est généralement simplifiée sous la forme :

$$\dot{p} = A \sigma_{vM}^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right), \quad (1.21)$$

ou

$$\dot{p} = \frac{A}{T} \sigma_{vM}^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right), \quad (1.22)$$

où seuls trois paramètres, A , n et Q , permettent de modéliser, de façon macroscopique, le fluage secondaire.

Plusieurs grandes familles de mécanismes sont responsables du comportement viscoplastique des métaux à chaud :

- Les fluages de type **diffusion** se caractérisent par un régime linéaire, où la diffusion des défauts permet l'accommodation de la déformation. Des sous-catégories existent (Nabarro-Herring [106,107] ou Coble [108]) qui différencient une diffusion des défauts en volume ou aux joints de grains. Le fluage diffusionnel est particulièrement sensible à la taille des grains et est limité lorsque la taille des grains est importante. Les valeurs de l'exposant n sont proches de l'unité et les valeurs d'énergie d'activation Q sont comprises entre 50 et 150kJ/mol.
- Les fluages de type **dislocation** sont liés à la montée et au glissement dévié des dislocations dans le matériau. Ce type de fluage est moins sensible à la taille des grains et plus sensible à la contrainte. Les valeurs de n dans ce régime sont comprises entre 4 et 7 et l'énergie d'activation est de l'ordre de 250kJ/mol. Un fluage dislocation linéaire a également été mis en évidence par Harper et Dorn [109], où de grandes vitesses de déformation ont été observées. Les phénomènes physiques expliquant ce type de fluage linéaire sont encore très discutés aujourd'hui [110].
- La **superplasticité** définit la capacité d'un agencement cristallin à se déformer de façon très importante sans provoquer sa rupture. Deux types de superplasticité peuvent être différenciés [111] : la superplasticité microstructurale, liée à un phénomène de glissement intergranulaire aux joints de grains et la superplasticité de transformation, liée à un phénomène de plasticité de transformation. Mukherjee [112,113] souligne trois conditions principales pour obtenir de la superplasticité microstructurale : (i) une petite taille de grains ($< 10\mu\text{m}$) équiaxes ; (ii) une température supérieure à la moitié de la température de fusion ; (iii) une vitesse de déformation comprise entre 10^{-6} et 10^{-2}s^{-1} . Kassner [103] fait néanmoins mention de récents travaux prouvant l'existence d'une superplasticité à haute vitesse de déformation pour des tailles de grains inférieures à $1\mu\text{m}$. Un des modèles de superplasticité les plus répandus est celui de Ashby et Verrall [114]. C'est un modèle à contrainte seuil avec accommodation par diffusion de la déformation de glissement. Il est proche d'un modèle couplé Coble-Nabarro-Herring mais diffère notamment pour deux raisons : les voisins des grains peuvent changer et les grains ne présentent pas de déformation importante.

- La **plasticité de transformation** est une déformation irréversible qui résulte d'un couplage métallurgique-mécanique se produisant pendant un changement de phase allotropique. Elle est due à la fois à la différence de volume entre la phase mère et la phase fille et à la présence d'une contrainte externe, qui peut être bien inférieure à la limite élastique du matériau [115–117]. Deux principaux mécanismes ont été identifiés pour expliquer la plasticité de transformation :
- Greenwood et Johnson [118] expliquent que la différence de volume entre la phase mère et la phase fille engendre un champ de contrainte interne lors de la transformation. La présence d'une contrainte externe vient se superposer à la contrainte interne et orienter l'écoulement plastique.
 - Magee [119] propose que la plasticité de transformation est due à l'orientation de la nouvelle phase par la contrainte externe.

À noter que plusieurs mécanismes peuvent coexister dans le matériau. Une carte d'Ashby des différents mécanismes se déroulant dans le zirconium, avec une taille de grains de $100\mu\text{m}$, est disponible dans [120]. La lectrice ou le lecteur intéressé-e trouvera plus de détails dans [121], ainsi qu'une littérature beaucoup plus étendue dans [103].

1.3.2 Le fluage dans le domaine α

Le comportement au fluage des gaines de combustible, en conditions isothermes dans le domaine α , a été étudié par de nombreux auteurs, pour différents alliages et sous différentes sollicitations mécaniques. Le Tableau 1.5 regroupe des résultats de la littérature obtenus sur le Zircaloy-4 à haute température dans le domaine α . Une bibliographie étendue à d'autres alliages peut être trouvée dans [99, 122–124].

Il ressort de ces travaux un fluage de type diffusion dans le domaine des basses contraintes et un régime dislocation dans le domaine des hautes contraintes. Campello situe la transition entre les deux domaines autour de 25MPa [4]. Cette transition est mise en évidence sur la Figure 1.16, où l'exposant de Norton passe d'une valeur proche de l'unité pour les basses contraintes à plus de 4 pour les fortes contraintes.

Référence	Type d'essais	Conditions	Résultats
Hunt, 1978 [125]	Pressurisation interne	580 - 800°C 7 - 138 bar	n = 5,3 Q = 288 kJ/mol
Rosinger, 1979 [37]	Traction sur gaine	670 - 800°C 3 - 50 MPa	n = 5,32 Q = 284,6 kJ/mol
Sills, 1979 [53,97]	Uniaxial et ballonnement	600 - 800°C > 8 MPa	n = 5,3 Q = 290 kJ/mol
Donaldson, 1985 [98]	Traction sur tôles découpées de tubes	700 - 800 15 MPa	n < 2 Q = 120 kJ/mol
		700 - 800 50 MPa	n ≈ 5 Q = 270 kJ/mol
Ortlieb, 1987 [126]	Pressurisation interne	600 - 800°C 45 - 160 bar	n = 4,57 Q = 250 kJ/mol
Fréchet, 2001 [64] Kaddour, 2004 [68, 71]	Traction sur gaine	700 - 800 < 15 MPa	n = 1,3 Q = 190 kJ/mol
		700 - 800 > 15 MPa	n = 5 Q = 316 kJ/mol
Campello, 2016 [4]	Pressurisation interne	750 - 800°C 12 - 26 MPa	n = 1,66 Q = 150 kJ/mol
		750 - 800°C 26 - 38 MPa	n = 4,9 Q = 168 kJ/mol
		780 - 809°C 30 - 47 MPa	n = 3,92 Q = 293 kJ/mol

Tableau 1.5 : Littérature non exhaustive sur le fluage du Zircaloy-4 en conditions isothermes dans le domaine α à haute température.

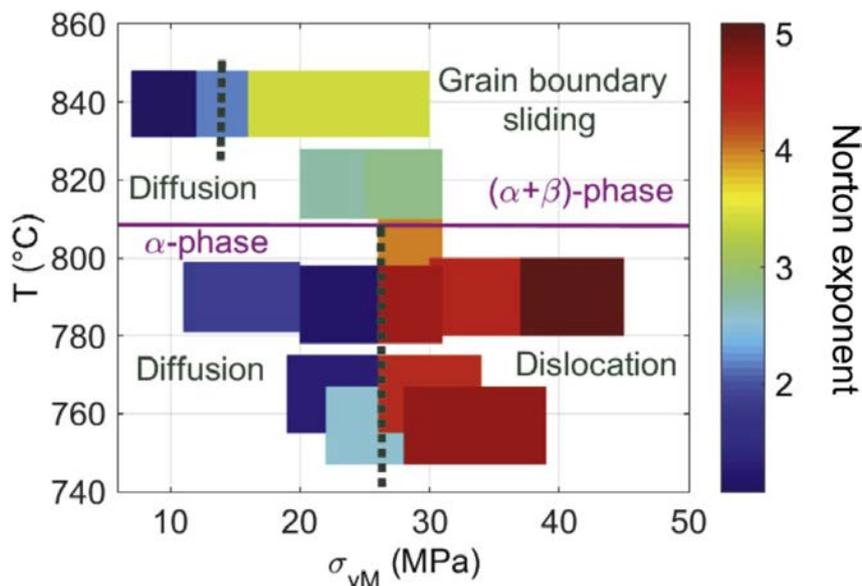


Figure 1.16 : Cartographie de l'exposant de Norton issue de [4].

Afin de prendre en compte la coexistence d'un régime diffusionnel et d'un régime dislocation, Trégo [99], qui travaille sur le M5, propose de modéliser le fluage dans la phase α en sommant une composante diffusionnelle et une composante de type dislocation (Équation (1.23)). Il note également que la prise en compte de la taille des grains n'apporte pas d'améliorations notables dans ce domaine.

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{diffusion} + \dot{\epsilon}_{dislocation}. \quad (1.23)$$

Moins de travaux ont été menés sur le fluage des gaines en conditions anisothermes, et ceux-ci sont principalement orientés sur l'étude de la rupture des gaines [38, 127–130]. D'autre part, les transitoires thermiques mis en place ne sont pas assez rapides pour être représentatifs de la phase post-DNB d'un accident RIA, où les transitoires thermiques peuvent atteindre plus de 1000°C/s.

Chaieb *et al.* [56, 131] ont néanmoins réalisé des essais anisothermes uniaxiés et biaxiés sur des tubes et tôles de Zircaloy-4 détendu, avec des vitesses de chauffe jusqu'à 560°C/s. Ces essais, effectués à des vitesses de déformation de $5 \cdot 10^{-1} \text{s}^{-1}$ et 5s^{-1} , ont mis en évidence une augmentation importante de la contrainte d'écoulement du matériau avec la vitesse de chauffe, pour des vitesses de déformation de $5 \cdot 10^{-1} \text{s}^{-1}$ et des températures supérieures à 650°C.

1.3.3 Le fluage dans le domaine β

Le domaine β s'étend au-delà de 970-980°C à l'équilibre (cf. Figure 1.11). Le Tableau 1.6 fait état des résultats de la littérature obtenus sur le Zircaloy-4 dans ce domaine. Le fluage de type dislocation y prédomine. Cela peut être dû à l'augmentation importante de la taille des grains β , qui peut dépasser 100 μm , lors du passage dans le domaine β [53, 64, 99, 132], une taille de grains importante limitant le fluage diffusionnel. Un fluage tertiaire est observé par certains auteurs [37, 133, 134] dans ce domaine.

Référence	Type d'essais	Conditions	Résultats
Hunt, 1977 [100]	Pressurisation interne	1000 - 1400°C 4 - 10 MPa	n = 4 Q = 130 kJ/mol
Rosinger, 1979 [37]	Traction sur gaine	1000 - 1600°C 1 - 10 MPa	n = 3,79 Q = 142,3 kJ/mol
Sills, 1979 [53,97]	Uniaxial et ballonnement	1000 - 1300°C > 1 MPa	n = 3,6 Q = 130 kJ/mol
Fréchet, 2001 [64] Kaddour, 2004 [68,71]	Traction sur gaine	1000 - 1100°C 0,7 - 3 MPa	n = 4,25 Q = 150 kJ/mol

Tableau 1.6 : Littérature non exhaustive sur le fluage du Zircaloy-4 en conditions isothermes dans le domaine β à haute température.

1.3.4 Le fluage dans le domaine ($\alpha + \beta$)

1.3.4.1 Résultats expérimentaux

Le comportement dans le domaine biphasé est plus complexe à étudier du fait de la variété des phénomènes physiques présents : coexistence de deux phases différentes, transformation de phase, croissance des grains... Une vue d'ensemble des résultats de la littérature sur le comportement du Zircaloy-4 dans le domaine biphasé est proposée dans le Tableau 1.7. Un fluage diffusionnel est souvent identifié dans ce domaine. Campello [4] trouve néanmoins des exposants de Norton et des énergies d'activation plus importants dans le bas du domaine biphasé.

Trégo [99] montre sur l'alliage M5 que le comportement au fluage dans le domaine biphasé n'est pas borné par les comportements de α et β . Un mécanisme supplémentaire, spécifique au domaine biphasé, doit donc intervenir. Le comportement expérimental au fluage du M5, issu des travaux de Trego, est présenté en Figure 1.17. Une diminution de la vitesse de déformation est observée dans le haut du domaine biphasé (le domaine quasi- β , où $f_\beta > 92\%$). Kaddour et Fréchet parviennent à des observations identiques sur des échantillons en Zircaloy-4 et en Zr-1%Nb [64,68]. Hunt *et al.* [100], observent également sur du Zircaloy-4 une rupture de comportement au passage dans le domaine β pur. Ils expliquent cette transition par un grossissement rapide des grains β , une fois quitté le domaine biphasé.

Référence	Type d'essais	Conditions	Résultats
Hunt, 1977 [100]	Pressurisation intere	900°C 4 - 10 MPa	n = 2,2
Rosinger, 1979 [37]	Traction sur gaine	822 - 972°C 3 - 30 MPa	n = 1,8 Q = 56,6 kJ/mol
Fréchet, 2001 [64] Kaddour, 2004 [68, 71]	Traction sur gaine	825 - 920°C 1 - 40 MPa	n = 1,3
Campello, 2016 [4]	Pressurisation interne	831 - 848°C 10,4 - 16,5 bar	n = 1,08 Q = 543 kJ/mol
		831 - 848°C 16,5 - 22,4 bar	n = 2,15 Q = 576 kJ/mol
		831 - 848°C 21,7 - 35,5 bar	n = 3,41 Q = 466 kJ/mol
		810 - 828°C 27,5 - 33,3 bar	n = 2,77 Q = 283 kJ/mol
		810 - 828°C 33,3 - 38,6 bar	n = 2,89 Q = 317 kJ/mol

Tableau 1.7 : Littérature non exhaustive sur le fluage du Zircaloy-4 en conditions isothermes dans le domaine ($\alpha + \beta$) à haute température.

Shewfelt *et al.* [135] ont observé un fluage primaire important pour des essais réalisés entre 800 et 875°C, à faibles contraintes (< 1,2 MPa), sur un alliage Zr-2,5%Nb. La Figure 1.18 montre l'évolution de la déformation pour un chargement uniaxial de 0,79 MPa. En plus du fluage primaire, une diminution de la vitesse de fluage est observée entre 850 et 950°C alors que la température augmente. Les auteurs expliquent les déformations obtenues par la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ qui produit un changement de volume, qui lui même génère un état de contrainte interne dans le matériau. Cette analyse peut être assimilée à un mécanisme de plasticité de transformation de type Greenwood-Johnson [118]. Fréchet note également le phénomène de plasticité de transformation sur du Zircaloy-4 à faibles contraintes (< 2,4 MPa).

Garde met en évidence du glissement intergranulaire dans le Zircaloy-4 dans le domaine biphasé, et fait apparaître un pic de ductilité entre 800 et 850°C [77]. Massih [136] propose de modéliser ce comportement sur la base des résultats expérimentaux de Kaddour, en ajoutant une composante de glissement aux joints de grains, à l'aide d'un modèle de Ashby-Verrall [114] modifié. Cette modélisation nécessite toutefois la connaissance de paramètres métallurgiques difficiles à obtenir et d'effet d'ordre 1 sur les résultats.

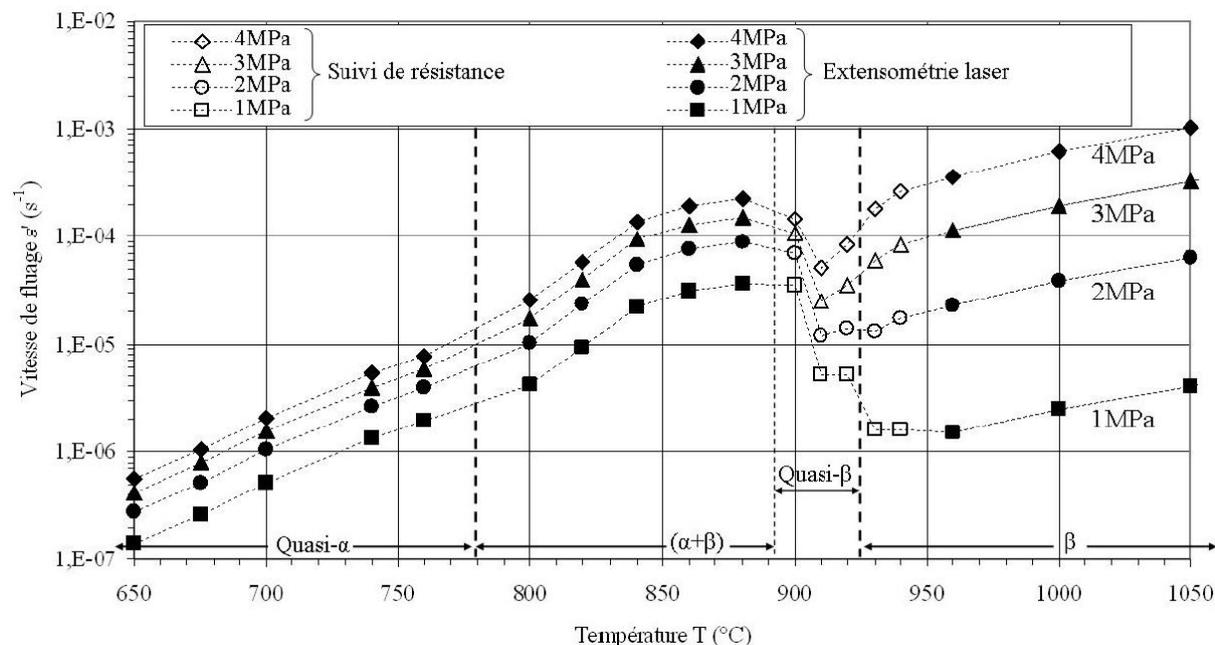


Figure 1.17 : Comportement expérimental en fluage du M5 aux faibles contraintes [99].

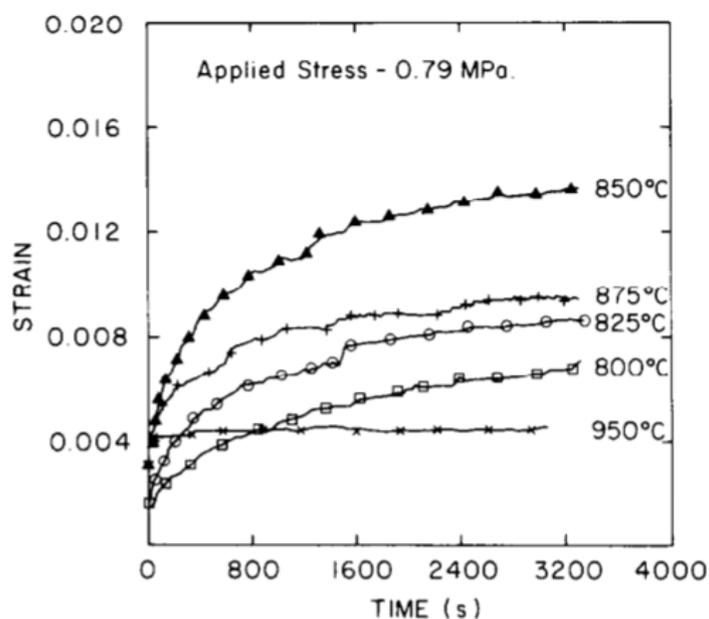


Figure 1.18 : Évolution de la déformation axiale d'éprouvettes en Zr-2,5%Nb soumises à un chargement uniaxial de 0,79MPa [135].

Le domaine biphasé est le siège de nombreux mécanismes, intrinsèquement liés à l'histoire thermique du matériau : changement de phase, plasticité de transformation, croissance des grains... Il est alors généralement nécessaire de mettre en place des hypothèses simplificatrices, afin de pouvoir modéliser macroscopiquement le comportement mécanique de la gaine.

1.3.4.2 Modélisation du comportement dans le domaine biphasé

Plusieurs modélisations sont possibles pour décrire le comportement de la gaine dans le domaine biphasé : mise en place d'un nouveau modèle spécifique au domaine biphasé [37,67,68,100], homogénéisation macroscopique du comportement des phases α et β [104,136–138], méthodes des volumes élémentaires statistiques [71,99]... Homogénéiser macroscopiquement les phases présente plusieurs avantages : continuité du comportement du domaine α au domaine β , simplicité d'implémentation dans les codes de calculs, bien adapté pour une identification des paramètres par méthodes inverses. Les deux modèles les plus simples, qui supposent une disposition des phases en série ou en parallèle, sont ici succinctement décrits.

Homogénéisation sur les déformations

Il est tout d'abord supposé que les phases sont agencées en série dans le matériau. Il s'agit de l'hypothèse de Reuss. En 1D il s'ensuit :

$$E = \varepsilon_\alpha \cdot (1 - f_\beta) + \varepsilon_\beta \cdot f_\beta, \quad (1.24)$$

et

$$\Sigma = \sigma_\alpha = \sigma_\beta, \quad (1.25)$$

où E et Σ représentent respectivement la déformation homogène et la contrainte homogène, ε_α et ε_β représentent respectivement les déformations des phases α et β , σ_α et σ_β représentent respectivement les contraintes dans les phases α et β et f_β représente la fraction de phase β .

D'autres lois des mélanges ont été proposées pour remplacer l'Équation (1.24) [99,137], toujours associées à une contrainte homogène définie en série (Équation (1.25)). Une loi des mélanges inverse et une loi des mélanges géométrique sont présentées respectivement dans les Équations (1.26) et (1.27). À noter que ces deux lois peuvent permettre une représentation macroscopique du comportement homogène, mais que leur représentation physique n'est plus apparentée à un agencement des phases en série.

$$\frac{1}{E} = \frac{1 - f_\beta}{\varepsilon_\alpha} + \frac{f_\beta}{\varepsilon_\beta}, \quad (1.26)$$

$$E = \varepsilon_\alpha^{(1-f_\beta)} \times \varepsilon_\beta^{f_\beta}. \quad (1.27)$$

Homogénéisation sur les contraintes

Il est également possible de supposer un agencement des phases en parallèle (hypothèse de Voigt), ce qui mène en 1D à :

$$\Sigma = \sigma_\alpha \cdot (1 - f_\beta) + \sigma_\beta \cdot f_\beta, \quad (1.28)$$

et

$$E = \varepsilon_\alpha = \varepsilon_\beta. \quad (1.29)$$

Ces méthodes d'homogénéisation ne permettent pas de représenter des phénomènes de petites échelles comme une localisation des contraintes dans l'une des phases, causée, par exemple, par une compacité différente des phases, ou des coefficients de dilatation différents. D'autres modélisations peuvent envisagées pour prendre en compte des agencements des phases plus complexes, ou des phénomènes comme la percolation d'une phase.

1.3.5 Lois de comportement utilisées dans SCANAIR

Afin de simuler la tenue des crayons combustibles en situation de RIA, l'IRSN a développé le code de calcul SCANAIR [28, 139]. Deux modèles de comportement de la gaine y sont principalement utilisés : le modèle EDGAR développé par le CEA et le modèle CROCODILE développé par EDF.

Le modèle EDGAR est décrit dans [67]. Trois domaines, α , β et $(\alpha + \beta)$, sont définis respectivement dans les intervalles de fraction de phase β suivant : $\{0-1\}\%$, $\{99-100\}\%$ et $\{10-90\}\%$. Le comportement au fluage de la gaine dans chacun de ces domaines est défini par une loi de Norton spécifique (Équation (1.21)). Entre $\{1-10\}\%$ et $\{90-99\}\%$ de phase β , il est considéré que les deux domaines adjacents se comportent comme deux phases agencées en parallèle. Un comportement homogénéisé est alors obtenu à l'aide d'une loi des mélanges sur les contraintes.

Le modèle CROCODILE est basé sur une formulation de Lemaitre [101]. Il est détaillé dans [28, 56]. Il a la spécificité de prendre en compte l'anisotropie du matériau à l'aide d'un critère de Hill [140]. En revanche, le changement de phase n'est pas pris en compte. Ce modèle est plutôt dédié à la description du comportement mécanique de la gaine lors de la phase PCMI, tout du moins dans le domaine α .

1.3.6 Bilan sur le comportement thermomécanique de la gaine

Le comportement thermomécanique au fluage de la gaine est relativement bien connu en conditions d'équilibre. Réaliser des essais expérimentaux en conditions hors-équilibre nécessite la mise en place de moyens beaucoup plus conséquents, autant pour la mise en place des essais (asservissement, moyens de mesure riches, répétabilité...) que pour leur compréhension, où un dialogue essais-calcul devient souvent nécessaire. Il s'ensuit que le

comportement thermomécanique de la gaine en conditions hors équilibre demeure encore mal connu, a fortiori dans le domaine biphasé et le domaine β , où un transitoire thermique rapide est susceptible d'avoir un fort impact sur la microstructure du matériau et donc son comportement mécanique.

1.4 Synthèse

Dans le cas d'un accident de réactivité, les conditions de chargement que subit le tube de gainage peuvent être très intenses. Si une crise d'ébullition du réfrigérant intervient, la température de la gaine peut augmenter très rapidement ($\simeq 1000^\circ\text{C/s}$) jusqu'à des températures pouvant atteindre plus de 1000°C . Cela peut conduire à de fortes déformations en fluage de la gaine, du fait de la montée de la pression interne, causée notamment par un relâchement de gaz de fission par la pastille de combustible. Afin d'assurer le confinement du combustible en toutes circonstances, le comportement thermomécanique de la gaine doit être connu en conditions accidentelles.

Les réacteurs nucléaires expérimentaux (NSRR, CABRI...), développés pour l'étude du comportement des gaines en situation de RIA, permettent de réaliser des essais avec une bonne représentativité des conditions de l'accident. Mais le fait est que ces essais sont coûteux et nécessitent un temps de développement important. D'autre part, les phénomènes physiques se déroulant dans le matériau à haute température sont légions (oxydation, hydruration, recristallisation, irradiation...) et les moyens de mesure présents dans ce type d'installations sont souvent ponctuels. Il est alors difficile d'analyser les essais en vue de la mise en place d'une modélisation numérique. Afin d'étudier plus en détail le comportement mécanique du matériau à haute température, des bancs d'essais moins intégraux ont été développés (EDGAR, ELFE...) pour simuler des conditions représentatives d'un APRP. Ces dispositifs permettent de réaliser un nombre d'expériences plus important, à moindre coût et avec une instrumentation plus précise et plus riche. En contrepartie, ils nécessitent l'utilisation d'hypothèses simplificatrices sur l'effet de certains phénomènes (et de leurs couplages).

Le Zircaloy-4 détendu fut l'un des alliages les plus utilisés comme matériau des gaines combustibles dans les centrales nucléaires françaises. Sa structure, voisine de celle des nouveaux alliages utilisés actuellement dans les réacteurs français, en fait toujours un matériau sujet à de nombreuses recherches. À l'équilibre et sous pression atmosphérique, le Zircaloy-4 détendu passe d'une structure hexagonale compacte à une structure cubique centrée, entre 800 et 1000°C environ. Entre ces deux températures, les deux phases coexistent dans le matériau : c'est le domaine biphasé. La transformation de phase se décale vers les hautes températures à mesure que la vitesse de chauffe augmente. Cet effet est connu jusqu'à des cinétiques de 100°C/s . L'extrapolation des modèles existants à des transitoires plus rapides est alors délicate.

Le comportement thermomécanique des gaines en situation d'équilibre a fait l'objet de beaucoup d'études. Bien moins de données sont en revanche disponibles en conditions anisothermes, et plus spécifiquement en conditions représentatives de la phase post-DNB. La réalisation d'essais à fortes vitesses de chauffe nécessite la mise en place d'un système

de chauffage performant, d'un asservissement en température très réactif, et de moyens de mesure adaptés, pour avoir suffisamment d'informations lors du transitoire. Ces difficultés expliquent en partie pourquoi peu de données existent sur le comportement mécanique des alliages de zirconium soumis à de forts transitoires thermiques. Il s'ensuit que le comportement des gaines en Zircaloy-4 en conditions de post-DNB demeure mal connu. Pour pouvoir consolider les évaluations de sûreté, il convient donc d'étudier les conséquences d'un transitoire thermique rapide sur la tenue mécanique du matériau, d'autant que les phénomènes thermiquement activés sont nombreux aux hautes températures : changement de phase, recristallisation, croissance de grains, sélection de variants... Deux gaines à l'équilibre et à la même température sont susceptibles d'avoir une microstructure complètement différente, dépendante de leur histoire thermique.

Ces travaux visent à étudier l'impact transitoire thermique rapide sur les propriétés thermomécaniques d'une gaine en Zircaloy-4 détendu. Couvrir l'ensemble des domaines contraintes - températures, et prendre en compte la totalité des phénomènes physiques n'est malheureusement pas possible ; la mise en place d'hypothèses simplificatrices est nécessaire¹. Cette étude se focalise sur le fluage en ballonnement de gaines vierges en Zircaloy-4 détendu suite à un transitoire représentatif d'une crise d'ébullition. Le domaine de température étudié s'étend de 840 à 1020°C afin de couvrir l'ensemble du domaine biphasé, où les effets d'un transitoire thermique sont susceptibles d'être importants. Le changement de phase du matériau sous de fortes vitesses de chauffe est également étudié. Un premier axe expérimental, présenté dans le chapitre 2, porte sur l'effet d'un transitoire thermique rapide sur le changement de phase du Zircaloy-4 détendu, vierge, et libre de toute contrainte. Un deuxième volet expérimental, développé dans le chapitre 3, vise à apporter des données sur le comportement thermomécanique de la gaine en conditions de post-DNB (*i.e.* fluage en ballonnement suite à un transitoire thermique rapide). Enfin, le chapitre 4 présente l'identification d'une loi de fluage effectuée sur la base des essais réalisés.

1. L'auteur présente ses excuses à la lectrice ou au lecteur frustré-e par le champ d'étude de ces travaux.

Chapitre 2

Étude de la transformation de phase du Zircaloy-4 sous transitoires thermiques rapides

Ce chapitre traite des cinétiques de transformations cristallographiques des gaines en Zircaloy-4 détendu, soumises à de fortes vitesses de chauffe. Des essais de dilatométrie libre ont été menés sur un dispositif GLEEBLE-3500 jusqu'à des vitesses de 2000 °C/s. Un soin particulier a été apporté aux moyens de mesure et à l'homogénéité thermique dans la zone d'intérêt. Des analyses métallographiques d'échantillons trempés depuis le domaine biphasé et le domaine β corroborent les résultats obtenus par dilatométrie. Un modèle de changement de phase est finalement identifié pour modéliser la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ de l'équilibre à 2000 °C/s.

Sommaire

2.1	Introduction	41
2.2	Dispositif expérimental et moyens de mesure	41
2.2.1	L'éprouvette	41
2.2.2	La machine GLEEBLE-3500	42
2.2.3	Les moyens de mesure thermique	43
2.2.4	Les moyens de mesure cinématiques	45
2.2.5	Zone homogène en température	46
2.3	Analyse des essais de dilatométrie	51

2.3.1	Procédure et matrice des essais de dilatométrie	51
2.3.2	Résultats bruts des essais	52
2.3.3	Identification d'un modèle de changement de phase	54
2.4	Analyses métallographiques	58
2.4.1	Protocole des essais	58
2.4.2	Résultats des analyses de métallographie	59
2.5	Discussion des résultats	63
2.5.1	Comparaison avec la littérature	63
2.5.2	Discussion générale	64
2.6	Synthèse	64

2.1 Introduction

Il est bien établi que le comportement mécanique d'un matériau est intimement lié à sa microstructure. Afin de prédire la tenue des gaines en situations accidentelles, il convient d'étudier le changement de phase des alliages de zirconium en conditions anisothermes. La cinétique de transformation $\alpha \rightarrow \beta$ dans le Zircaloy-4 n'est pas connue pour des vitesses de chauffe supérieures à 100°C/s. Extrapoler les modèles de changement de phase actuels à des transitoires thermiques rapides, comme ceux que peuvent rencontrer les gaines des assemblages de combustible en situation de post-DNB, se révèle donc quelque peu aventureux.

Ce chapitre vise à apporter davantage d'informations sur la transformation de phase du Zircaloy-4 détendu sous de fortes vitesses de chauffe. Cette transformation est influencée par de nombreux paramètres : état métallurgique initial, cinétique thermique, oxydation, état de contrainte, etc. Traiter l'impact de l'ensemble de ces paramètres n'est malheureusement pas possible. L'enjeu de ces travaux de thèse est d'apporter des éléments d'informations sur le comportement mécanique d'une gaine en Zircaloy-4 détendu vierge suite à un transitoire thermique rapide. Seuls les effets de la vitesse de chauffe sur le transitoire sont donc ici étudiés. Il serait néanmoins très intéressant d'étendre cette étude, afin de caractériser les effets combinés des autres paramètres susceptibles d'influencer la transformation et se rapprocher ainsi des conditions réelles présentes dans le réacteur.

Des essais de dilatométrie ont été réalisés sur une machine GLEEBLE-3500 à l'INSA de Lyon jusqu'à des vitesses de 2000°C/s. Atteindre des vitesses de chauffe aussi importantes nécessite un soin particulier pour ne pas obtenir des résultats biaisés. Une instrumentation adaptée a alors été mise en place afin de pouvoir s'assurer de la qualité des résultats. Afin de corroborer les données obtenues par dilatométrie, des examens métallographiques ont également été menés à l'aide d'essais interrompus par une trempe. Un modèle de changement de phase, basé sur une description de Leblond, est finalement identifié pour modéliser la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ de l'équilibre à 2000°C/s. Ces travaux sont présentés dans [74].

Le banc d'essai et les moyens de mesure sont décrits dans la première partie de ce chapitre. Sont ensuite détaillés les résultats des essais de dilatométrie et le modèle de changement de phase identifié. Enfin, les analyses métallographiques sont discutées.

2.2 Dispositif expérimental et moyens de mesure

2.2.1 L'éprouvette

Les échantillons testés sont des tronçons de gaine en Zircaloy-4 détendu de 100mm de long. Ils ont un diamètre extérieur de 9,5mm avec une épaisseur de 0,57mm. Afin d'avoir une émissivité constante en surface lors des essais, les échantillons sont pré-oxydés pendant 2 jours à 470°C sous air. Une couche uniforme d'oxyde de $2,5 \pm 0,3\mu\text{m}$ est alors obtenue en faces interne et externe de la gaine, sans altérer l'état métallurgique

du matériau (vérifié par mesures de microdureté). Une zone de 30mm est ensuite sablée aux extrémités de l'éprouvette pour permettre une bonne conduction électrique avec les mors. Une zone de $2 \times 2\text{mm}^2$ est également sablée au centre de l'échantillon afin de pouvoir souder un thermocouple. Une photo d'une éprouvette est donnée en Figure 2.1.a. Les gaines présentent une excentricité comprise entre 1 et 3% [4]. La microstructure initiale d'un matériau, obtenue suite à une coupe métallographique radiale de l'éprouvette, réalisée selon une section droite dans le plan $(r\theta)$, est présentée en Figure 2.1.b. On observe des grains fins et légèrement allongés, ce qui est usuellement constaté dans la littérature [46, 48].

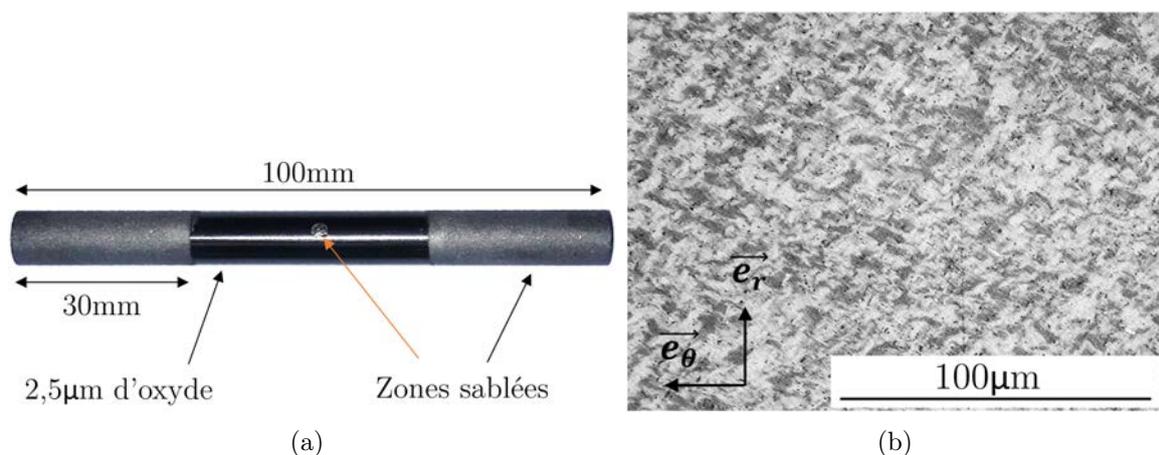


Figure 2.1 : (a) Photo d'une éprouvette préparée en vue d'un essai GLEEBLE; (b) Coupe radiale d'une éprouvette observée au microscope optique (lumière polarisée).

2.2.2 La machine GLEEBLE-3500

La machine GLEEBLE-3500 de l'INSA de Lyon a été utilisée lors des essais de dilatométrie. Des mors, adaptés à la géométrie de la gaine, ont été usinés afin de permettre un chauffage par effet Joule parfaitement axisymétrique jusqu'à des vitesses de chauffe de 2800°C/s (plan des mors disponible dans l'Annexe A). L'éprouvette est maintenue sur 30mm de chaque côté par les mors, réduisant la distance entre ceux-ci à 40mm. Le déplacement d'un mors est laissé libre afin de réduire les efforts mécaniques lors de la dilatation (montage horizontal et glissière lubrifiée pour minimiser le frottement). Une photo de l'éprouvette montée sur le dispositif est donnée en Figure 2.2. Différentes atmosphères peuvent être contrôlées lors des essais : vide primaire ou secondaire, argon, air...

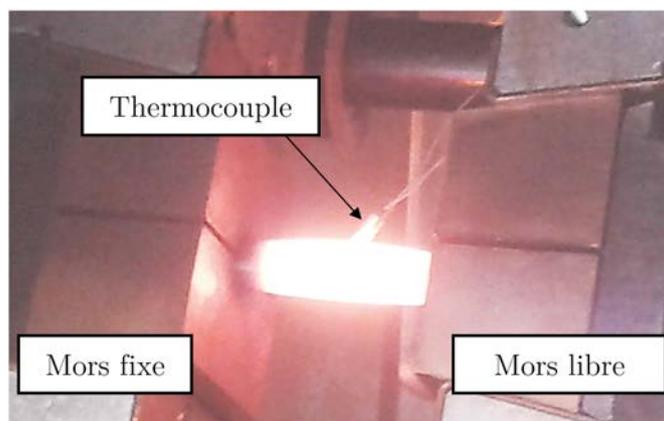


Figure 2.2 : Photo de l'éprouvette montée dans la machine GLEEBLE-3500.

2.2.3 Les moyens de mesure thermique

Différents dispositifs de mesure ont été mis en place afin de récupérer la température et l'expansion diamétrale au centre de l'échantillon. Le schéma de la Figure 2.3 présente les moyens de mesure autour de l'éprouvette.

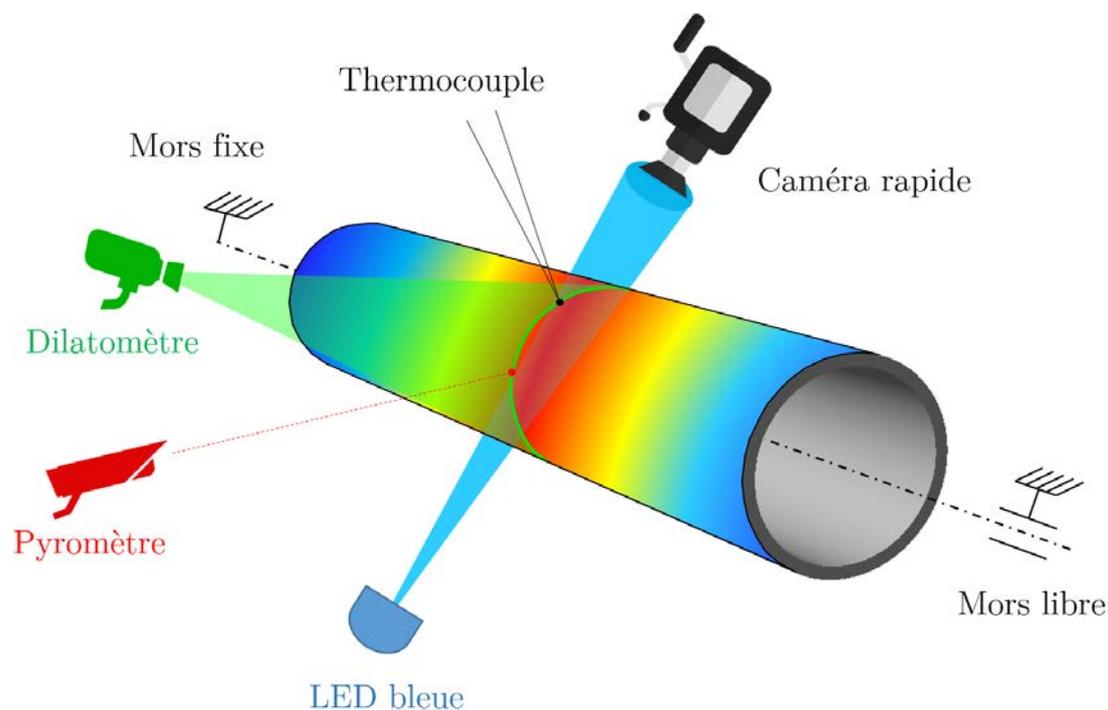


Figure 2.3 : Schéma du montage GLEEBLE et des moyens de mesure.

2.2.3.1 Le pyromètre

Au cours des essais, la température est contrôlée au centre des éprouvettes à l'aide d'un pyromètre Metis M322 de longueur d'onde $\lambda = [1,45 - 1,65]\mu\text{m}$. La mesure par pyrométrie est sensible à l'émissivité de la surface observée [141]. Celle-ci doit être connue et constante tout le long de l'essai. Si tel est le cas, la température est mesurée avec une précision d'environ 0,7%, soit 7°C à 1000°C. Cette valeur sera prise comme incertitude de référence par la suite, la transformation de phase se terminant vers 960°C.

Même sous vide secondaire ($\simeq 10^{-3}\text{mbar}$), une fine couche d'oxyde se crée en surface à haute température. Sur une éprouvette vierge, cela mène à d'importants changements d'émissivité; la température mesurée par le pyromètre est alors biaisée. L'ajout d'une couche de peinture noire à haute émissivité en surface externe de l'échantillon réduit ce biais mais une erreur est toujours présente. Afin de stabiliser l'émissivité lors des essais, les éprouvettes ont été pré-oxydés. Plusieurs épaisseurs de couches d'oxyde ont été testées. Une couche de 2,5 μm permet de ne pas enregistrer de changement d'émissivité pendant 20min à 1100°C sous vide primaire ($\simeq 0,6\text{mbar}$). Sous vide secondaire, une réduction d'oxyde est observée sur les gaines pré-oxydées. Ce phénomène, déjà observé dans [142], fait passer la surface de l'éprouvette d'une couleur noire à une couleur cuivrée, ce qui modifie de façon importante son émissivité. Les essais de cette étude ont donc été réalisés sous vide primaire, permettant une régénération de la couche d'oxyde au cours de l'essai. L'émissivité de la surface des échantillons, à la longueur d'onde du pyromètre, est comprise entre [0,94 - 0,97]. Cette valeur est identifiée à l'aide du thermocouple, une fois la température stabilisée.

2.2.3.2 Le thermocouple

Un thermocouple (TC) de type K et de diamètre 0,18mm est thermosoudé au centre de l'éprouvette. Pour éviter la formation prévisible d'un eutectique entre le nickel et le zirconium, aux alentours de 950°C, une fine feuille de tantale (épaisseur de 0,025mm) est placée entre l'échantillon et le thermocouple. La température est mesurée au point de soudure avec une précision de 0,4%.

Le thermocouple est un moyen de mesure intrusif [143, 144]. Un apport de matière est ajouté localement sur l'échantillon par les 2 fils, les points de soudure et la feuille de tantale. Cet ajout de matière est la source d'une inertie thermique plus importante dans la zone de soudure. Cet effet d'inertie est favorisé par des thermocouples de diamètre important et par des transitoires thermiques rapides. Il se caractérise au chauffage par une zone localement plus froide au niveau de la soudure. La Figure 2.4 met en évidence l'effet d'inertie du thermocouple par rapport au pyromètre pour un essai réalisé à 100°C/s jusqu'à un plateau à 1100°C. Le thermocouple mesure une valeur d'environ 25°C plus faible que le pyromètre lors du transitoire. Une fois la température stabilisée, la mesure par thermocouple "rattrape son retard" par conduction en 2,5 secondes environ. C'est après cela que l'émissivité du pyromètre peut être identifiée. L'effet d'inertie des thermocouples peut être estimé au premier ordre à l'aide de simulations éléments finis comme détaillé en Annexe B.

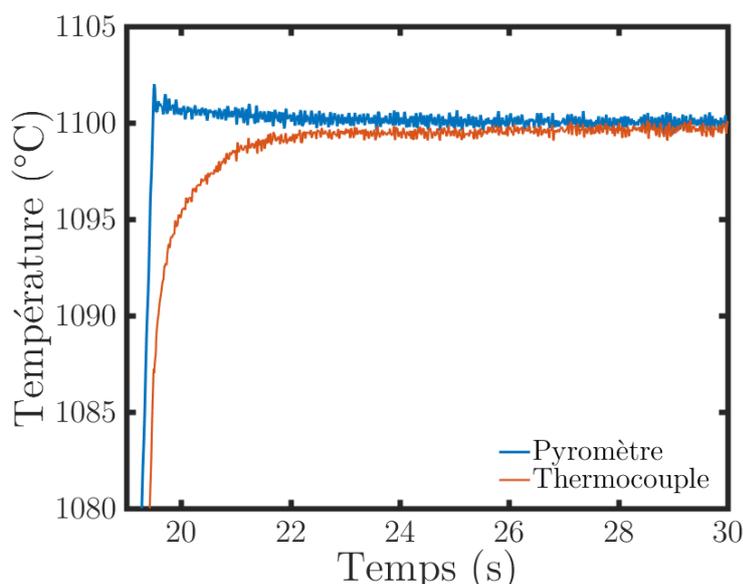


Figure 2.4 : Comparaison des mesures de température entre le pyromètre Metis M322 et un thermocouple (type K, diamètre 0,18mm) pour un essai réalisé à $100^{\circ}\text{C}/\text{s}$ jusqu'à un plateau à 1100°C . La température est ici contrôlée par le pyromètre.

2.2.4 Les moyens de mesure cinématiques

2.2.4.1 La détection de contour

La dilatation est mesurée au centre de l'échantillon par détection de contour [145]. Une caméra rapide Phantom V710 1 MPx ($1 \text{ px} \simeq 23\mu\text{m}$) équipée d'un objectif "Nikon AF Micro-Nikkor 200mm f/4D IF-ED" est utilisée pour enregistrer des images jusqu'à 7500Hz lors des essais. Afin de ne pas être affecté par le rayonnement à hautes températures, l'échantillon est éclairé par une LED bleue de longueur d'onde $\lambda = 470\text{nm}$. Un filtre passe-bande, à cette même longueur d'onde, est monté sur l'objectif afin de garantir un flot optique constant pendant toute la durée des essais [146]. La mesure est effectuée sur une zone de 3mm de long. Un schéma du montage et un exemple d'image sont donnés en Figure 2.5. La détection de contour est réalisée avec le logiciel UFreckles [147] et permet une précision subpixel sur le déplacement inférieure à $1\mu\text{m}$.

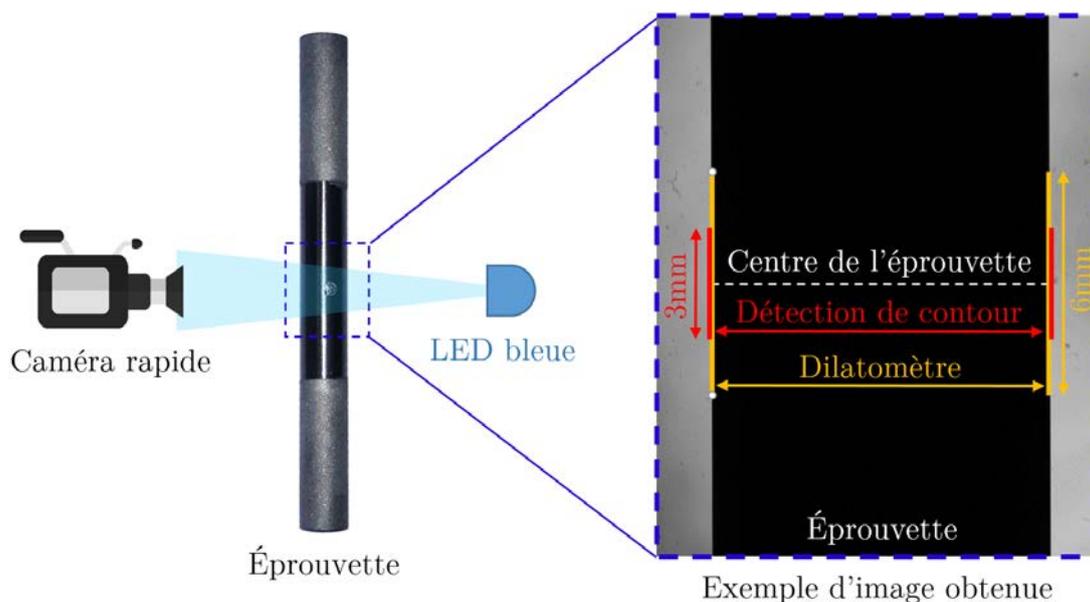


Figure 2.5 : Schéma de principe pour la mesure de la dilatation par détection de contour.

2.2.4.2 Le dilatomètre

Un dilatomètre optique (KEYENCE LS-7600) est également utilisé pour mesurer l'expansion diamétrale de l'échantillon sur une zone de 6mm au centre de l'échantillon (cf. Figure 2.5). Le dilatomètre a une fréquence d'acquisition maximale de 2000Hz et une précision d'environ $5\mu\text{m}$. Il a une fréquence d'acquisition plus faible que la caméra rapide et à une précision inférieure à la détection de contour. Il a été utilisé afin de valider les mesures obtenues par analyse d'images. Seules les données obtenues par détection de contour sont présentées par la suite.

2.2.5 Zone homogène en température

La mesure thermique (via un pyromètre ou un thermocouple) est souvent ponctuelle. À l'inverse, la mesure cinématique est réalisée sur une zone plus ou moins importante où la mesure est moyennée (cf. Figure 2.5). En conséquence, une hétérogénéité thermique dans la zone de mesure cinématique induit un biais, puisque la température mesurée ne peut pas être mise en lien avec la dilatation mesurée.

2.2.5.1 Impact d'une hétérogénéité thermique dans la zone d'intérêt sur l'extraction des fractions de phase

Une étude de sensibilité a été réalisée afin d'estimer l'impact d'une hétérogénéité thermique dans la zone d'intérêt sur le calcul des fractions de phase. Une barre en Zircaloy-4 de longueur L est modélisée. Les coefficients de dilatation thermique en phases α et β sont respectivement posés à $9,6 \cdot 10^{-6} \text{C}^{-1}$ et $1,33 \cdot 10^{-5} \text{C}^{-1}$. L'équation de Forgeron à l'équilibre (Équation (1.7)) est utilisée pour simuler la transformation de phase du matériau. La barre est ensuite chauffée de la température ambiante jusqu'à

1200°C avec une distribution axiale parabolique de la température. L'évolution de la fraction de phase sur l'ensemble de la barre est ensuite calculée avec la loi des leviers en utilisant la dilatation moyenne de la barre.

La Figure 2.6 montre les résultats pour 5 valeurs d'hétérogénéité thermique ΔT de $\{5; 10; 20; 50; 100\}$ °C. Des écarts jusqu'à $\{1,5; 3; 7; 18; 32\}$ % sur la fraction de phase sont obtenus pour ces 5 valeurs d'hétérogénéité, par rapport à la référence ($\Delta T = 0$ °C). L'estimation de l'hétérogénéité thermique dans la zone de mesure cinématique est donc nécessaire, pour s'assurer de ne pas générer des erreurs liées au moyennage des moyens de mesure de dilatation. Dans le cas d'un changement de phase, la transformation ne va pas se produire au même moment dans toute la zone d'intérêt si celle-ci présente une distribution de température hétérogène; le domaine de transition de phase obtenu par la loi des leviers va donc être vu comme plus important. À noter qu'un raisonnement analogue peut être fait pour la méthode de mesure par résistivité.

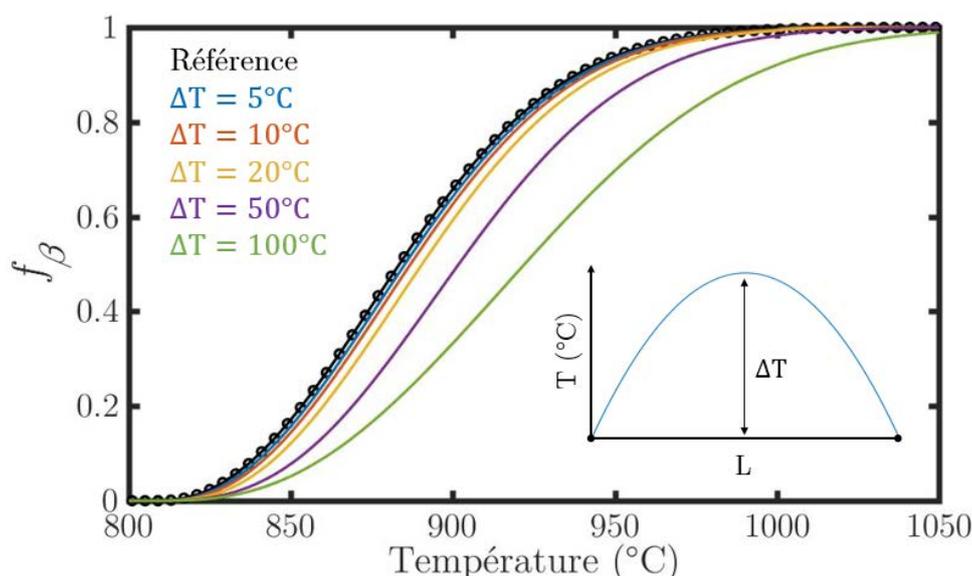


Figure 2.6 : Impact d'une hétérogénéité thermique dans la zone d'intérêt sur le résultat des fractions de phase.

2.2.5.2 La thermographie Proche InfraRouge

La thermographie proche infrarouge (PIR) est utilisée pour estimer le profil thermique axial sur les échantillons lors des essais [5, 148, 149]. Cette technique de mesure de champ, basée sur la loi de Planck, repose sur le rayonnement du matériau à haute température. Elle permet de lier l'intensité lumineuse I d'une image (*i.e.* le niveau de gris de chaque pixel) à la température T à l'aide du modèle radiométrique suivant :

$$T = \frac{K_1}{\ln\left(\frac{K_2}{I} + 1\right)}, \quad (2.1)$$

où K_1 et K_2 sont deux constantes définies en Équation (2.2).

$$K_1 = \frac{h \cdot c}{k_B \cdot \lambda_e} \quad \text{et} \quad K_2 = 2 \cdot h \cdot \varepsilon(\lambda_e) \cdot c^2 \cdot \lambda_e^{-5} \cdot W(\lambda_e) \cdot K_{int}, \quad (2.2)$$

où h est la constante de Planck, c est la célérité de la lumière, k_B est la constante de Boltzmann, λ_e est la longueur d'onde effective, ε est l'émissivité, W est la réponse spectrale de la chaîne d'acquisition et K_{int} est une constante d'intégration.

La notion de longueur d'onde effective est utilisée dans ce modèle. Si de grandes amplitudes de température sont étudiées, une longueur d'onde dite "étendue" peut être adoptée, en fonction de la température [148, 150]. L'utilisation d'une longueur d'onde étendue n'apporte pas d'amélioration notable dans notre application.

Les deux constantes du modèle décrit en Équation (2.1) sont identifiées pendant le transitoire thermique à l'aide des données du pyromètre. Une fois identifié, et sous l'hypothèse d'une émissivité constante, le modèle radiométrique mène à une précision comparable à celle du moyen de mesure étalon, le pyromètre dans notre cas. La Figure 2.7 compare les résultats obtenus avec le pyromètre, le thermocouple et la thermographie PIR, pour un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de 1000°C/s. La thermographie PIR donne des résultats similaires à ceux du pyromètre. L'effet d'inertie du thermocouple est également observé pendant les premières secondes de l'essai.

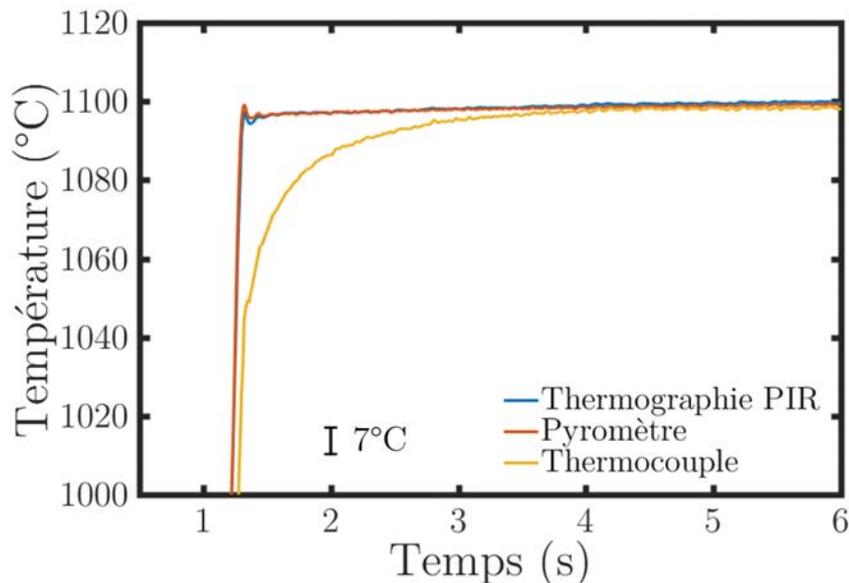


Figure 2.7 : Comparaison entre les mesures obtenues par thermographie PIR, le pyromètre et le thermocouple. Essai réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de 1000°C/s. Température contrôlée par le pyromètre.

2.2.5.3 Hétérogénéité thermique dans nos essais

Le profil thermique axial a été obtenu pendant les essais par thermographie PIR en utilisant la caméra Phantom V710 sans filtre. La Figure 2.8 montre un exemple d'image obtenue avec le profil thermique associé. Une zone de 7mm est obtenue au centre de l'éprouvette, où la variation maximale de température est de 5°C. Cette distribution conduit à une erreur sur la fraction de phase d'environ 1,5%.

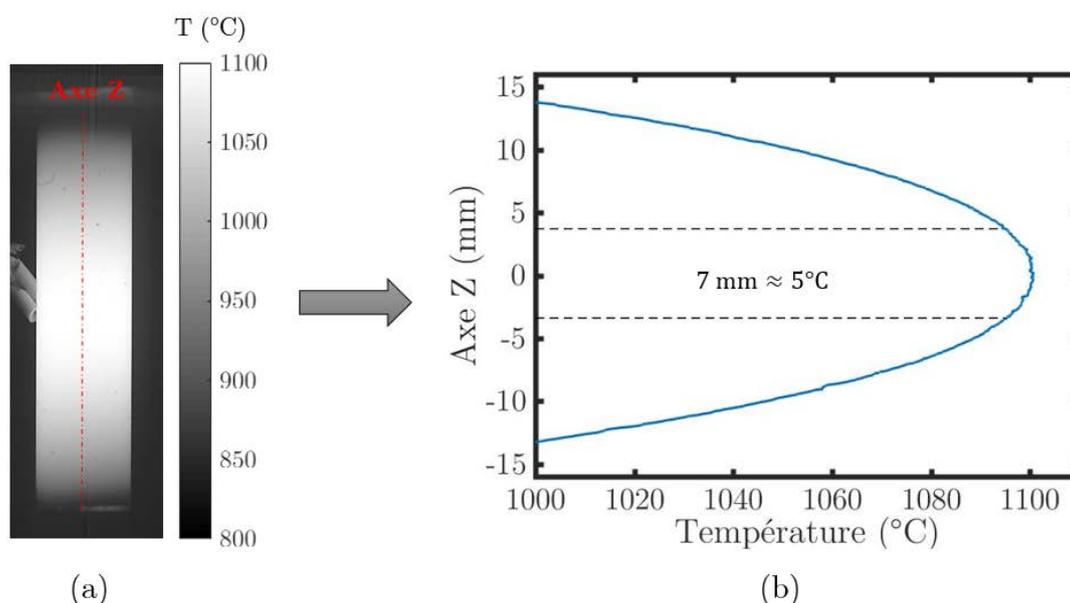
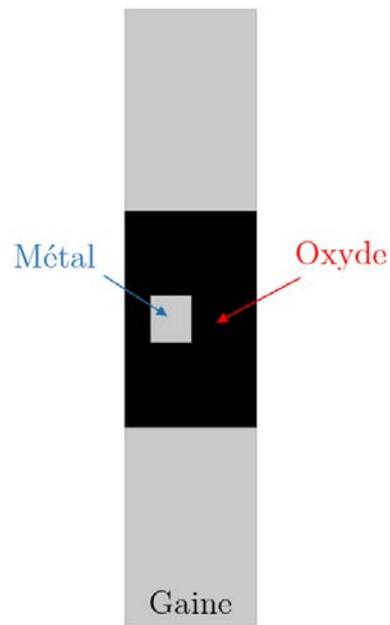


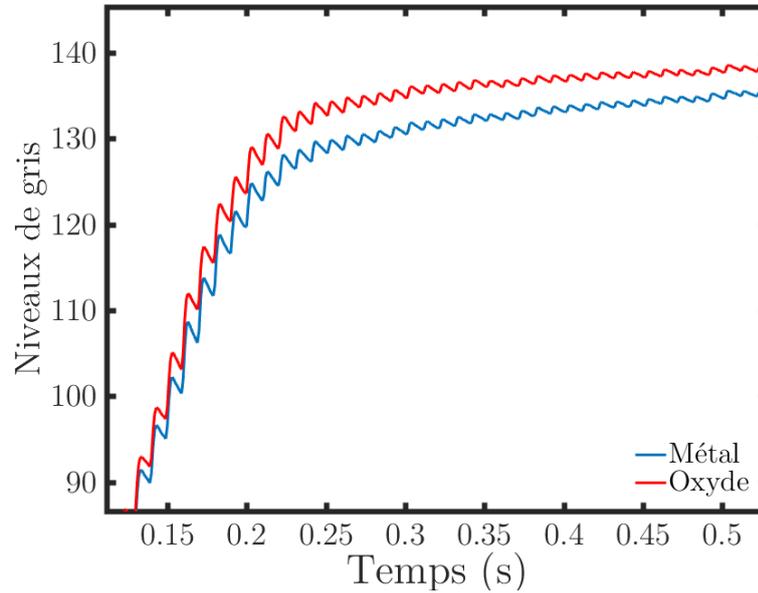
Figure 2.8 : (a) Exemple d'image obtenue par la caméra rapide, (b) profil thermique axial extrait de l'axe Z de la figure (a).

La distribution thermique dans l'épaisseur de l'échantillon a été estimée à moins de 4°C à l'aide de simulations éléments finis détaillées dans l'Annexe B. L'impact sur le calcul de la fraction de phase de la distribution en température axiale et dans l'épaisseur est finalement évalué à environ 3%.

Comme précédemment spécifié, une couche d'oxyde de $2,5\mu\text{m}$ est présente sur l'échantillon. Puisque l'oxyde n'a pas les mêmes propriétés thermiques et électriques que le métal, il a été vérifié que l'oxyde et le métal sont à la même température lors d'un transitoire thermique rapide. Pour ce faire, un essai a été réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de $1000^\circ\text{C}/\text{s}$. La zone sablée au centre de l'échantillon a été positionnée devant la caméra. Il est alors possible de comparer l'évolution de la température obtenue sur le métal (la zone sablée) et celle obtenue sur une zone oxydée adjacente. Cela revient finalement à comparer l'évolution des niveaux de gris des images, comme présenté sur la Figure 2.9. Un décalage suivant l'axe des ordonnées (niveaux de gris) est observé. Il est dû à une émissivité de l'oxyde plus importante que celle du métal. Aucun décalage temporel (axe des abscisses) n'est en revanche obtenu. Il n'y a donc pas de "retard" de la température de l'oxyde par rapport à celle du métal.



(a)



(b)

Figure 2.9 : (a) Schéma de l'éprouvette ; (b) Niveaux de gris obtenus par la caméra rapide au centre de l'éprouvette sur la zone oxydée et sur le métal (zone sablée) lors d'un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de 1000°C/s .

2.3 Analyse des essais de dilatométrie

2.3.1 Procédure et matrice des essais de dilatométrie

Les essais de dilatométrie ont suivi le chargement schématisé en Figure 2.10. Les échantillons sont d'abord chauffés jusqu'à 400°C . Puis, après un palier de 10 secondes, le transitoire thermique est appliqué jusqu'à 1100°C . La température est ensuite maintenue pendant 60 secondes, avant refroidissement en coupant la puissance électrique. Il est rappelé que la température est contrôlée par le pyromètre, et que les essais se déroulent sous vide primaire ($\simeq 0,6$ mbar).

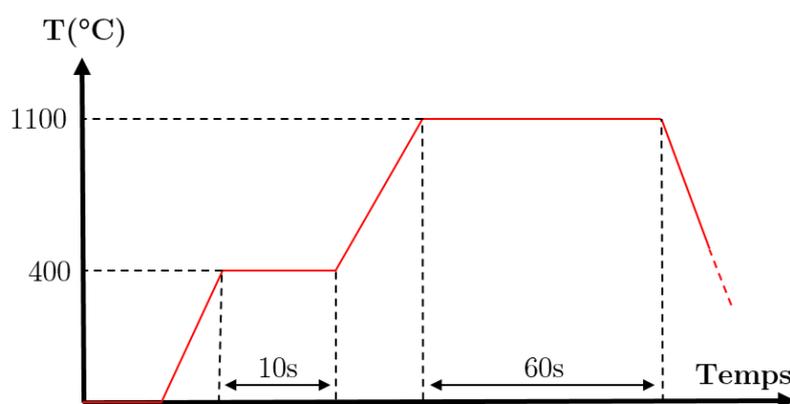


Figure 2.10 : Consigne en température lors des essais de dilatométrie.

Une vingtaine d'essais ont été réalisés avec des vitesses de chauffe allant de 50 à $2000^{\circ}\text{C}/\text{s}$. La liste des essais est donnée dans le Tableau 2.1. Les coefficients de dilatation obtenus pour chaque essai dans les domaines α et β sont donnés. Le coefficient de la phase α est trouvé égal à $9,6 \cdot 10^{-6} \pm 0,9 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ (coefficient obtenu entre 500 et 600°C , approximation par l'écart-type), et celui de la phase β est trouvé égal à $13,2 \cdot 10^{-6} \pm 1,5 \cdot 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ (coefficient obtenu entre 1000 et 1100°C , approximation par l'écart-type). Aucune dépendance entre les coefficients de dilatation et la vitesse de chauffe n'a été relevée, ce qui indique une émissivité constante avec la température lors du transitoire.

Pour des vitesses de chauffe inférieures à $20^{\circ}\text{C}/\text{s}$, une fine couche de phase α enrichie en oxygène $\alpha(\text{O})$ a le temps de se créer en surface des éprouvettes, ce qui rend l'exploitation des données cinématiques délicate. Seuls les essais réalisés à plus de $50^{\circ}\text{C}/\text{s}$ sont donc exploités par la suite.

Il convient de souligner que les éprouvettes sont soumises à un fort gradient thermique axial entre le centre et les mors. D'autre part, la dilatation diamétrale est bloquée aux extrémités de l'éprouvette par les mors. Ces conditions peuvent être la source de déformations mécaniques parasites liées à l'apparition d'une flexion dans l'éprouvette. Ces déformations ont été estimées par des calculs éléments finis détaillés en Annexe B. Dans nos conditions d'essais, les déformations induites par la flexion sont négligeables par rapport à la déformation totale et n'ont pas d'impact sur le calcul de la fraction de phase.

Exp. no.	dT/dt (°C/s)	dT/dt _{min} (°C/s)	CTE α (10 ⁻⁶ °C ⁻¹)	CTE β (10 ⁻⁶ °C ⁻¹)
D1	50	46	12	13
D2	50	48	9,7	13
D3	75	69	8,5	12
D4	75	69	9,5	13
D5	100	93	8,7	14
D6	100	90	9,2	16
D7	150	130	8,8	17
D8	200	166	9,6	14
D9	200	164	10	13
D10	350	251	10	15
D11	500	359	8,0	12
D12	600	407	10	12
D13	600	357	9,6	12
D14	800	463	9,3	12
D15	1000	561	8,2	13
D16	1000	578	9,5	12
D17	1200	561	9,9	11
D18	1400	673	11	12
D19	1400	659	9,9	15
D20	2000	780	9,7	13

Tableau 2.1 : Essais de dilatométrie réalisés avec des vitesses de chauffe supérieures ou égales à 50°C/s. dT/dt correspond au transitoire de consigne, dT/dt_{min} correspond à la valeur minimale de la vitesse de chauffe obtenue pendant la transformation de phase, CTE α et CTE β correspondent respectivement aux coefficients de dilatation obtenus en phase α et β .

2.3.2 Résultats bruts des essais

Pendant la transformation de phase, la vitesse de chauffe diminue et ne suit plus parfaitement la consigne. La Figure 2.11.a montre l'évolution de la température mesurée par le pyromètre, pour un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de 2000°C/s. La vitesse de chauffe réelle atteint un minimum de 780°C/s pendant la transformation de phase. L'évolution de la vitesse de chauffe obtenue pour différents essais est donnée en Figure 2.11.b. On observe que pour l'ensemble des expériences, la vitesse de chauffe diminue entre 870 et 950°C, *i.e.* pendant la transformation de phase qui est endothermique. La vitesse minimale dT/dt_{min} atteinte lors de chaque essai est donnée dans le Tableau 2.1.

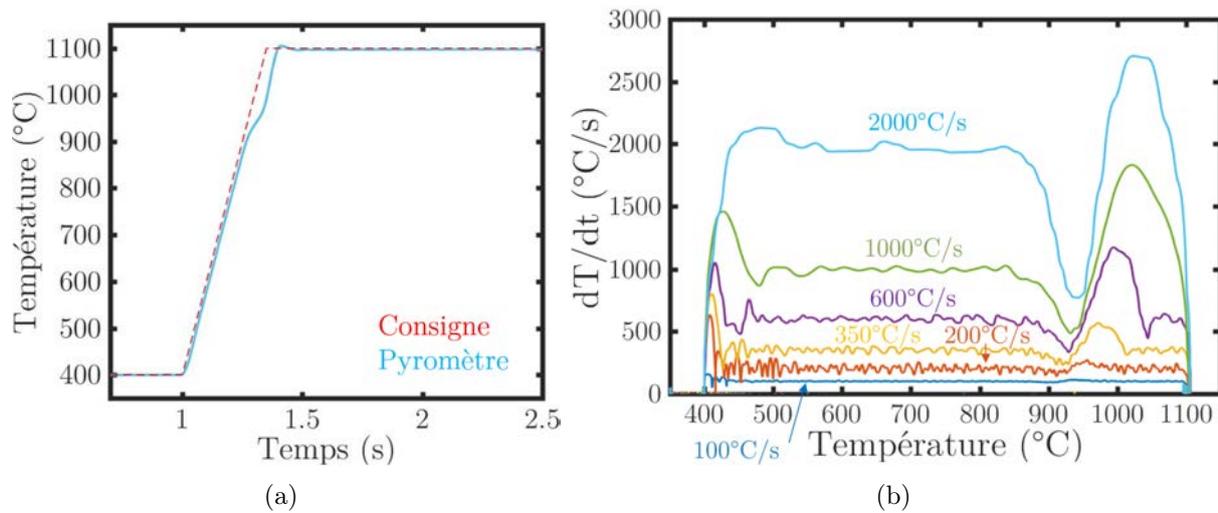


Figure 2.11 : (a) Évolution de la température mesurée par le pyromètre pour un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de consigne de 2000°C/s ; (b) évolution de la vitesse de chauffe au cours des essais de dilatométrie pour différentes consignes.

La Figure 2.12 présente les résultats de dilatométrie obtenus pour quelques essais. Un "offset" suivant l'axe des ordonnées est ajouté sur chaque courbe pour plus de lisibilité. La courbe à l'équilibre est obtenue à l'aide de l'équation de Forgeron (cf. Équation (1.7)).

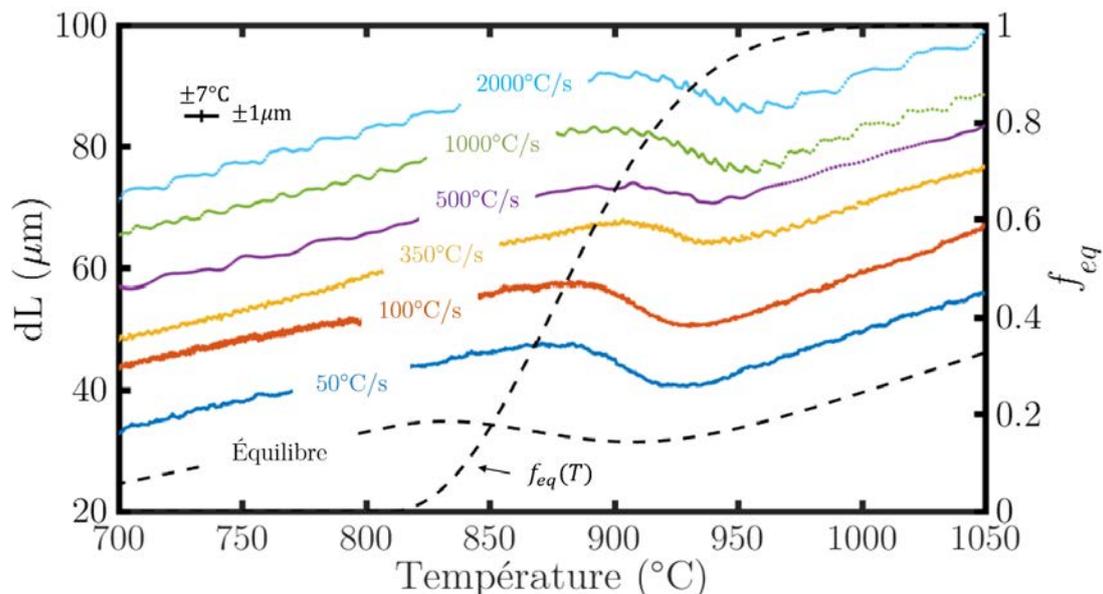


Figure 2.12 : Exemples de courbes de dilatométrie. La courbe de dilatométrie à l'équilibre a été obtenue à l'aide de l'Équation (1.7). Un "offset" a été ajouté sur chaque courbe suivant l'axe des ordonnées pour plus de lisibilité.

2.3.3 Identification d'un modèle de changement de phase

Plusieurs modèles ont été testés afin de simuler le changement de phase lors des essais de dilatométrie. Les meilleurs résultats ont été obtenus à l'aide d'une description de Leblond (cf. section 1.2.5). Les équations du modèle sont rappelées ici :

$$\frac{df_\beta}{dt} = \frac{f_{eq}(T) - f_\beta}{\tau(T)}, \quad (2.3)$$

et

$$\tau(T) = \left[k_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R.T}\right) \right]^{-1}, \quad (2.4)$$

où f_β est la fraction de phase β , $f_{eq}(T)$ est la fraction de phase β à l'équilibre pour une température T , $\tau(T)$ représente le temps caractéristique de transformation, k_0 est une constante cinétique, Q est une énergie d'activation et R est la constante des gaz parfaits.

Il est choisi de définir la fonction d'équilibre en conservant la forme de l'équation d'équilibre de Forgeron, dont l'expression est rappelée ci-dessous :

$$f_{eq}(T) = 1 - \exp[-[C \cdot (T - T_0)]^n], \quad (2.5)$$

où C , n et T_0 sont trois paramètres qui définissent la fonction d'équilibre.

Ce modèle, décrit par les Équations (2.3), (2.4) et (2.5), est identifié à l'aide d'un algorithme de Gauss-Newton qui permet de minimiser la fonction coût suivante :

$$er^2(\lambda) = \frac{1}{N \cdot \gamma^2} (U_{exp} - U_{num}(\lambda))^t \cdot (U_{exp} - U_{num}(\lambda)), \quad (2.6)$$

où λ représente les paramètres à identifier, U_{exp} regroupe les données de dilatation expérimentales, U_{num} regroupe les valeurs de dilatation numériques, N est la taille du vecteur U_{exp} et γ est l'écart type du bruit de mesure sur les déplacements expérimentaux. Cette expression permet d'obtenir une erreur égale à l'unité si les écarts entre les essais et le modèle sont uniquement dus au bruit. Dans la pratique U_{num} est obtenu tel que :

$$U_{num} = U_\alpha(T) \cdot (1 - f_\beta) + U_\beta(T) \cdot f_\beta, \quad (2.7)$$

où U_α et U_β sont respectivement les tangentes du déplacement en fonction de la température, mesurées dans les domaines α et β .

Le modèle est identifié en utilisant l'ensemble des essais réalisés entre 50 et 500°C/s, ainsi que les données d'équilibre de Forgeron [1]. Les transitoires réels obtenus lors des essais sont utilisés pour identifier le modèle. Afin de laisser plus de souplesse à l'algorithme, et prendre en compte les incertitudes de mesure, les paramètres d'équilibre (C , n et T_0) sont ré-identifiés, en même temps que les paramètres Q et k_0 de l'Équation (2.4). Une contrainte est ajoutée, afin que l'écart sur la fraction de phase entre la fonction d'équilibre identifiée et la fonction d'équilibre de Forgeron reste inférieure à 5%.

La Figure 2.13.a compare les résultats de dilatométrie, obtenus avec le modèle, et les données expérimentales. La Figure 2.13.b présente l'évolution de la fraction de phase associée aux essais réalisés, calculée avec le modèle. Il est rappelé que la fraction de phase n'est pas estimée avec précision aux bornes du domaine biphasé (*i.e.* entre 0 et 10% et entre 90 et 100% de phase β). La valeur finale du résidu est égale à 1,2 fois le niveau de bruit ($1\mu\text{m}$), ce qui démontre une très bonne concordance entre le modèle et les essais. On peut observer que pour l'ensemble des essais, la fin de transformation se situe aux alentours de 960°C . En revanche, la température de début de transformation se décale vers les hautes températures à mesure que la vitesse de chauffe augmente entre l'équilibre et 500°C/s . Les paramètres du modèle identifié sont donnés dans le Tableau 2.2.

C ($^\circ\text{C}^{-1}$)	T_0 ($^\circ\text{C}$)	n	$\ln(k_0)$	Q ($\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$)
$6,89\cdot 10^{-3}$	750	4,1	79,62	764,1

Tableau 2.2 : Paramètres du modèle de transformation de phase.

La Figure 2.14 présente les fractions de phase obtenues à l'aide de la loi des leviers sur les essais réalisés avec une consigne comprise entre 500 et 2000°C/s (dT/dt_{min} compris respectivement entre 359 et 780°C/s). Afin d'obtenir des courbes de fraction de phase exploitables, les résultats de dilatométrie ont été lissés à l'aide d'un filtre gaussien. Il est observé pour ces vitesses que le changement de phase n'est plus impacté par le transitoire, tout du moins compte tenu du domaine des incertitudes de nos moyens de mesure.

La description de Leblond ne permet pas de rendre compte de ce phénomène de saturation. Une fonction est alors définie pour modéliser la transformation de phase pour des vitesses supérieures à 500°C/s . La même forme que la fonction d'équilibre est utilisée :

$$F_{500}(T) = 1 - \exp[-[C_2 \cdot (T - T_2)]^{n_2}], \quad (2.8)$$

où C_2 , n_2 et T_2 peuvent être mis en parallèle à C , n et T_0 .

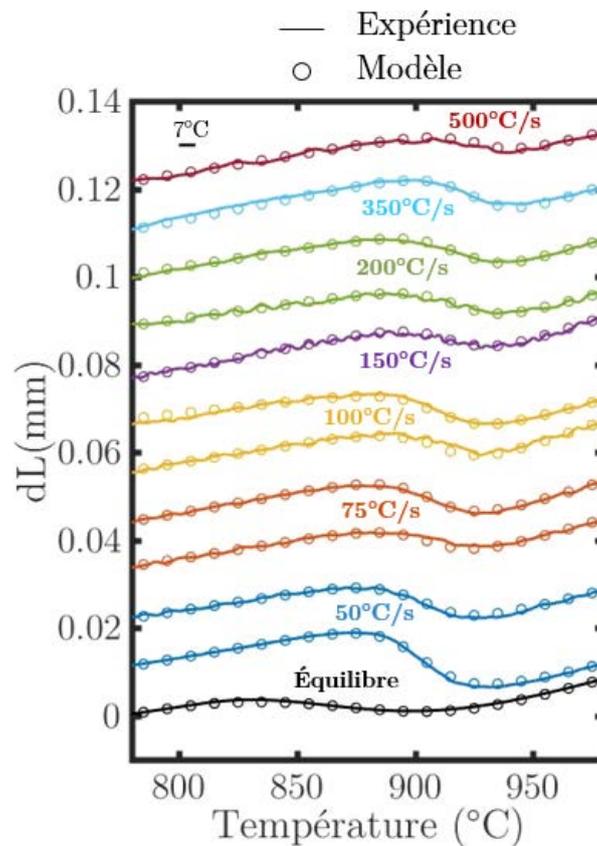
De la même façon que précédemment, cette fonction est identifiée à l'aide des Équations (2.6) et (2.7). Les résultats sont présentés sur la Figure 2.14 et la valeur des paramètres est donnée dans le Tableau 2.3.

C_2 ($^\circ\text{C}^{-1}$)	T_2 ($^\circ\text{C}$)	n_2
$1,36\cdot 10^{-2}$	865,4	4,18

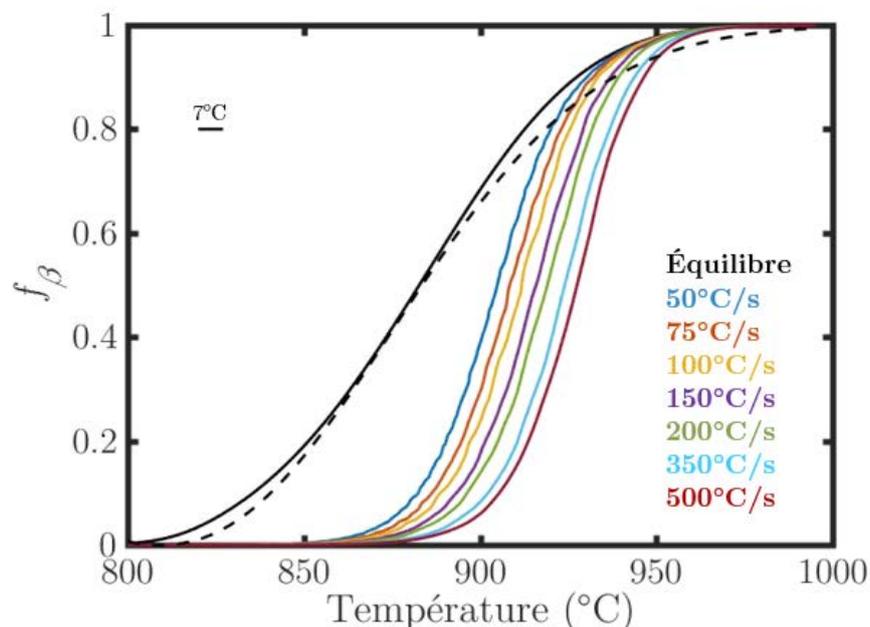
Tableau 2.3 : Paramètres de la fonction $F_{500}(T)$.

Afin de représenter l'ensemble des cinétiques de l'équilibre à 2000°C/s , l'Équation (2.3) est mise à jour suivant l'Équation (2.9). Sa représentation graphique est donnée en Figure 2.15.

$$\frac{df_\beta}{dt} = \begin{cases} \frac{f_{eq}(T) - f_\beta}{\tau(T)} & \text{si } f_\beta > F_{500}(T) \\ \frac{F_{500}(T) - f_\beta}{dt} & \text{sinon.} \end{cases} \quad (2.9)$$



(a)



(b)

Figure 2.13 : (a) Résultats des essais de dilatométrie (expériences et modèle) ; (b) évolution de la fraction de phase obtenue par le modèle sur le chargement réel des essais (les valeurs de dT/dt correspondent à la consigne). La ligne en pointillés correspond à la fonction d'équilibre de Forgeron, la ligne en trait plein correspond à la fonction d'équilibre obtenue dans cette étude.

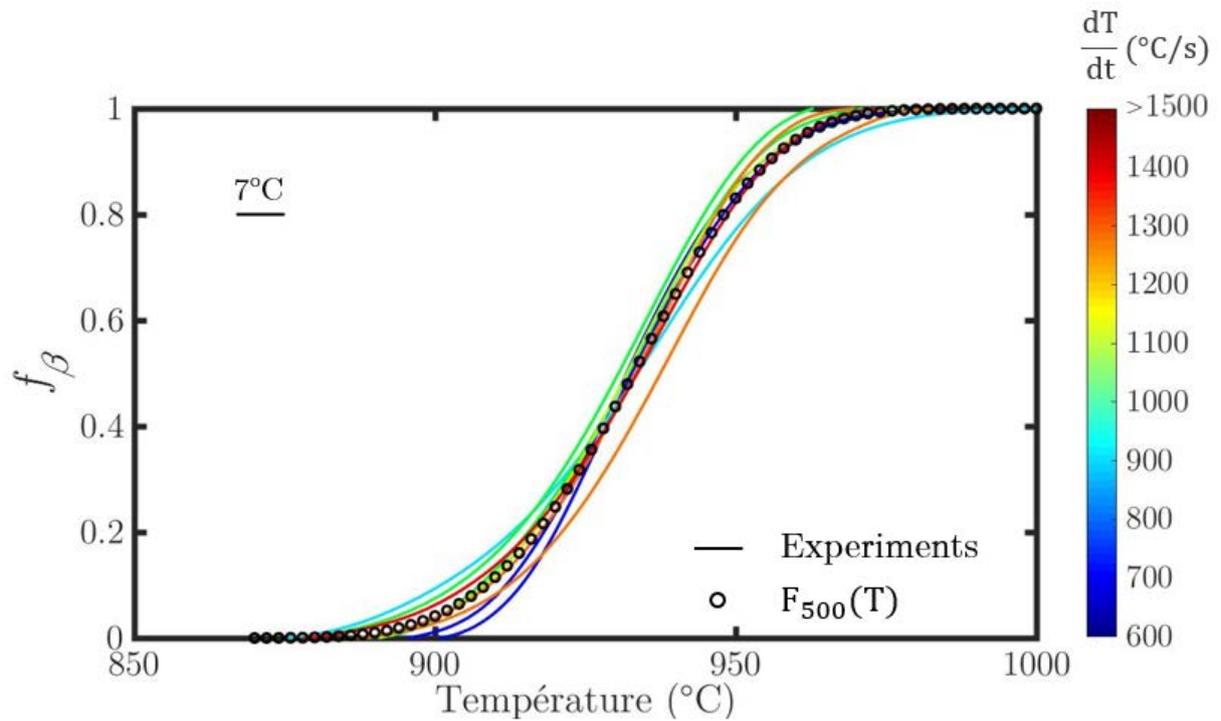


Figure 2.14 : Fraction de phase obtenue à l'aide de la loi des leviers sur les essais réalisés avec une vitesse de chauffe de consigne supérieure à $500^{\circ}\text{C}/\text{s}$, et fonction $F_{500}(T)$.

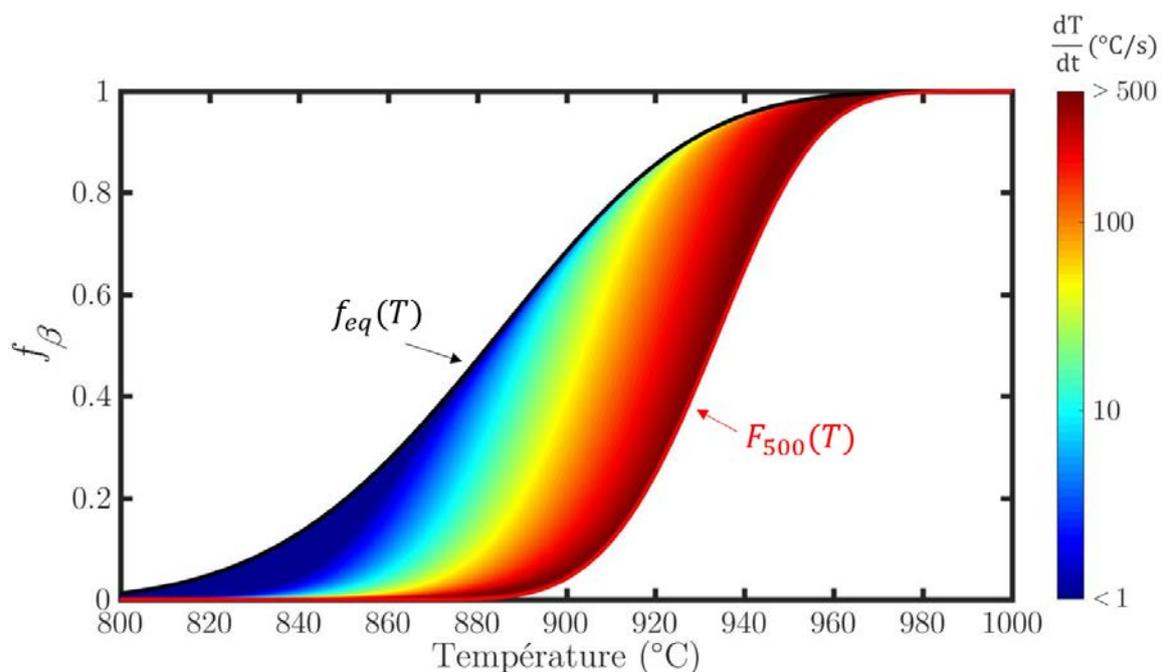


Figure 2.15 : Évolution de la fraction de phase obtenue avec le modèle décrit en Équation (2.9).

2.4 Analyses métallographiques

Afin de conforter et valider les résultats de dilatométrie, des essais ont été réalisés pour pouvoir observer la microstructure du matériau à différentes températures suite à différents transitoires. Ces analyses ne permettent pas de quantifier la fraction de phase présente dans le matériau dans le domaine biphasé, mais mettent clairement en évidence le passage du domaine biphasé au domaine β .

2.4.1 Protocole des essais

Les éprouvettes sont tout d'abord chauffées à 400°C. Puis, après un temps de maintien de 10 secondes, le transitoire est appliqué jusqu'à une température T_q , où une trempe est réalisée en coupant la puissance de la GLEEBLE. Une vitesse de refroidissement d'environ 50°C/s est ainsi obtenue. La réponse du pyromètre pour un essai réalisé à 100°C/s jusqu'à une température de trempe de 910°C est donnée en Figure 2.16.

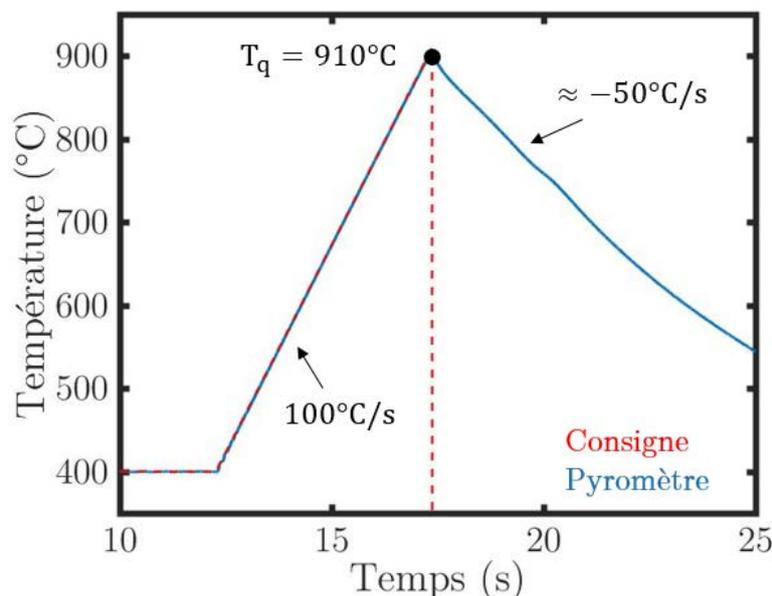


Figure 2.16 : Exemple de la réponse thermique obtenue lors d'un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de 100°C/s et une température de trempe de 910°C.

Une coupe radiale est ensuite effectuée au centre des éprouvettes. Les coupes sont préparées avec un polissage au papier abrasif, suivi d'un polissage avec une suspension diamantée (taille de 3 μ m). Une attaque chimique est enfin réalisée à base de HF-HNO₃-H₂O. Une fois préparés, les échantillons sont observés au microscope optique (KEYENCE VHX-6000). La matrice d'essais réalisée est donnée dans le Tableau 2.4.

Exp. no.	dT/dt (°C/s)	T_q (°C)
T1	50	910
T2	50	950
T3	50	985
T4	100	910
T5	100	950
T6	100	985
T7	1200	830
T8	1200	910
T9	1200	930
T10	1200	952
T11	1200	973
T12	1200	986
T13	1200	1001

Tableau 2.4 : Essais réalisés pour les analyses métallographiques. dT/dt correspond à la vitesse de chauffe de consigne, T_q correspond à la température de trempe.

2.4.2 Résultats des analyses de métallographie

Les métallographies obtenues suite aux essais réalisés à 50, 100 et 1200°C/s sont respectivement données en Figures 2.17, 2.18 et 2.19. Pour les trois vitesses de chauffe, le matériau est composé de petits grains équiaxes lorsque la température de trempe est inférieure à 960°C. Cette microstructure, qui se distingue nettement de l'état de réception du matériau (cf. Figure 2.1.a), résulte d'une recristallisation du matériau. Ceci est conforme aux prédictions des cinétiques de recristallisation mises en évidence par Hunt [54] et Chaieb [56] (cf. Figure 1.7). Il convient de souligner que la vitesse de trempe ne permet pas de figer instantanément la microstructure, la transformation peut continuer pendant un court laps de temps au refroidissement.

Quelques aiguilles α sont visibles à l'intérieur des grains sur la microstructure trempée à 910°C suite à un transitoire de 50°C/s. Aucune aiguille n'est visible dans les microstructures obtenues à des températures de trempe inférieures à 950°C pour les vitesses de chauffe plus élevées.

Pour les trois cas de transitoires, la taille des grains augmente légèrement avec la température. À 950°C, de nombreuses micro-aiguilles α sont présentes dans les grains pour les trois vitesses de chauffe. D'autre part, ces aiguilles semblent ne pas être orientées de façon aléatoire. Leur forte concentration dans les grains est caractéristique d'une forte proportion de phase β à 950°C. C'est en accord avec les proportions de phase trouvées lors des essais de dilatométrie.

À partir de 985°C , les microstructures trempées sont radicalement différentes. Des agencements de type "paniers tressés" sont observés, composés de nombreuses macro-aiguilles et d'une taille de grains bien plus importante. Ces agencements indiquent un passage dans le domaine β pur à haute température. Ces observations concordent également avec les résultats obtenus par dilatométrie.

Le changement soudain de microstructure entre le domaine biphasé et le domaine β peut être expliqué par la présence de phase α résiduelle aux joints de grains β juste avant le passage dans le domaine β pur. Cette phase α résiduelle ancrerait les joints de grains et bloquerait ainsi la libre croissance des grains β . Sa transformation complète libérerait la croissance des grains β , pour mener à une microstructure composée de macro-aiguilles. Trégo est arrivé à des conclusions similaires sur du M5 [99] et Hunt [100] sur des tôles en Zircaloy-4.

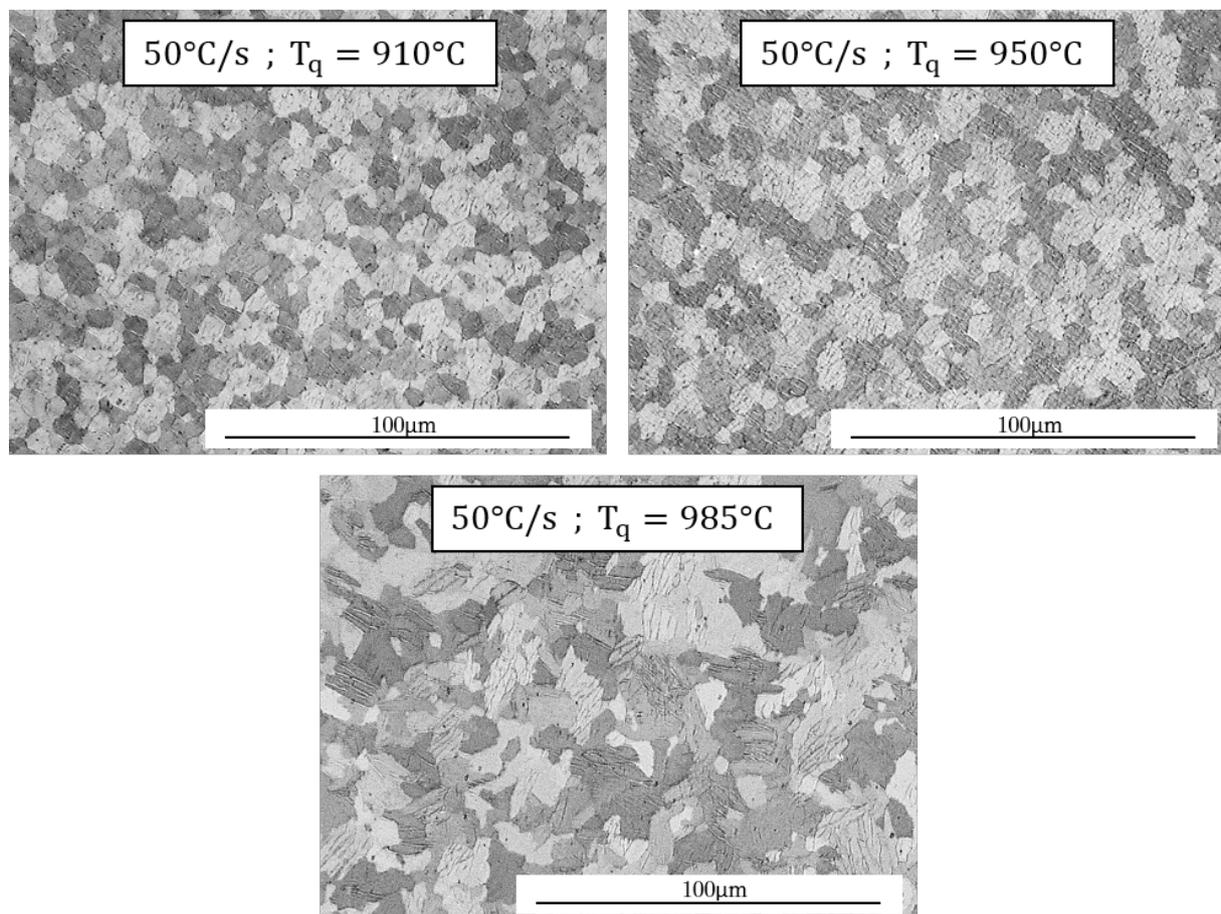


Figure 2.17 : Microstructures du matériau observées au microscope optique pour les essais réalisés à $50^{\circ}\text{C}/\text{s}$ (coupe radiale, lumière polarisée).

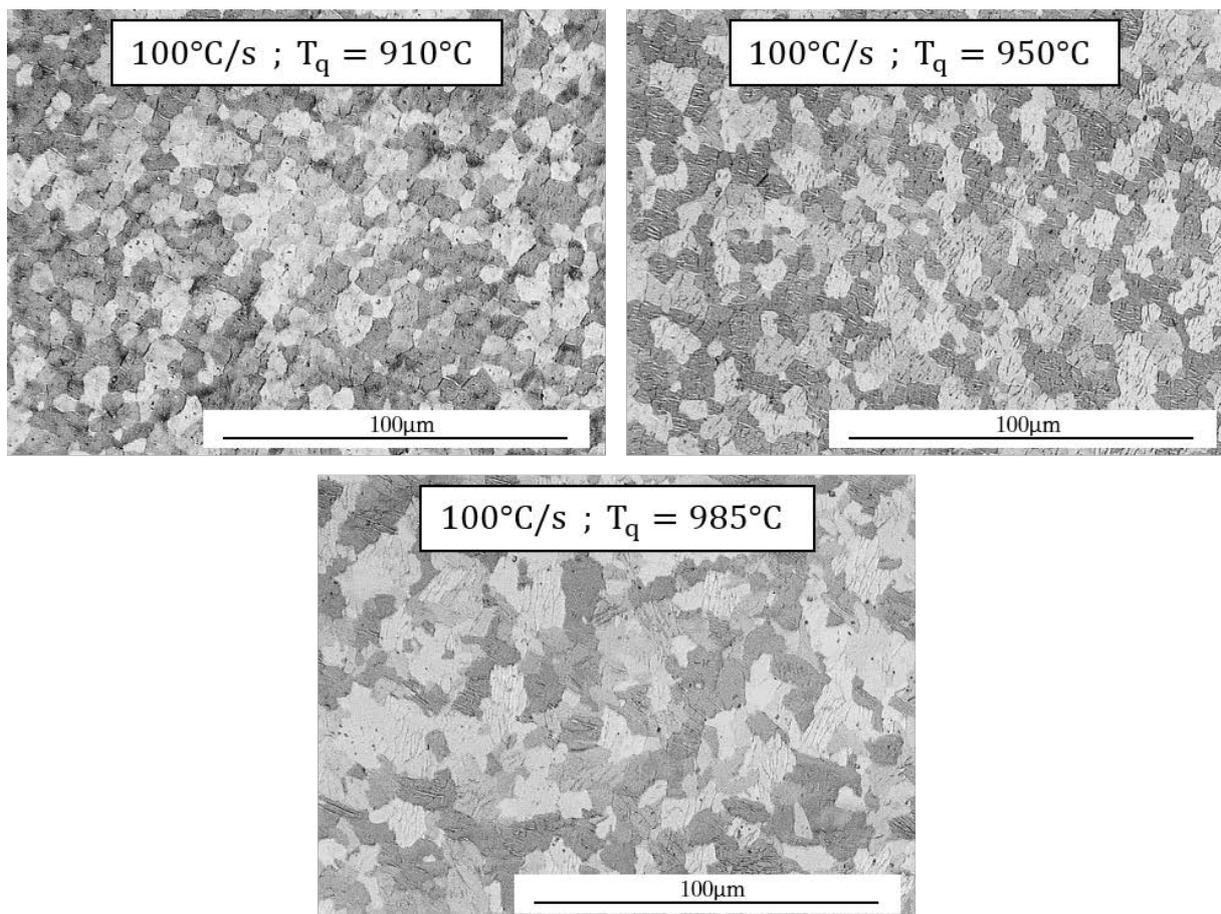


Figure 2.18 : Microstructures du matériau observées au microscope optique pour les essais réalisés à $100^{\circ}\text{C}/\text{s}$ (coupe radiale, lumière polarisée).

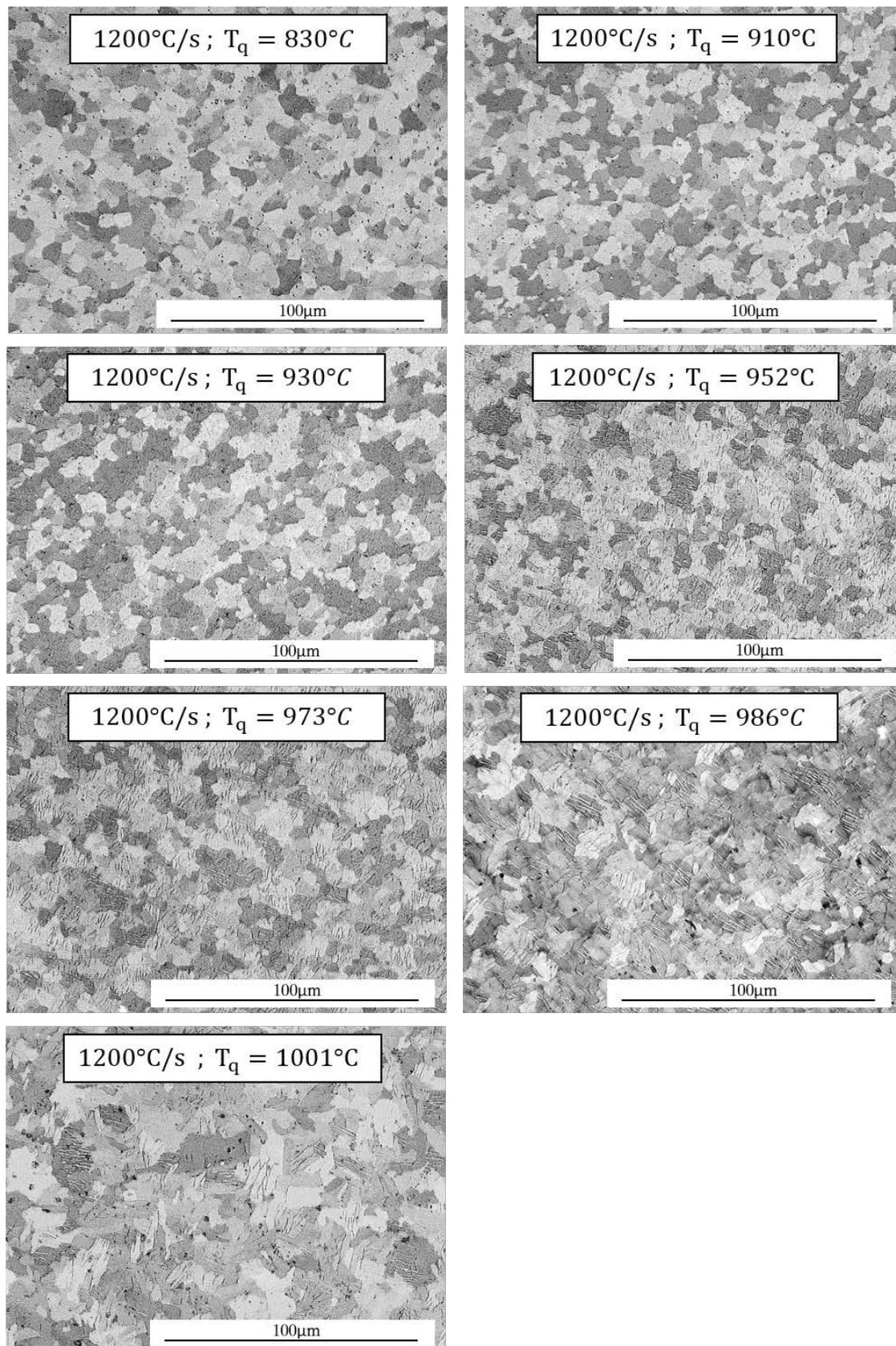


Figure 2.19 : Microstructures du matériau observées au microscope optique pour les essais réalisés à 1200°C/s (coupe radiale, grossissement $\times 2000$, lumière polarisée).

2.5 Discussion des résultats

2.5.1 Comparaison avec la littérature

La Figure 2.20 compare les résultats du modèle décrit par l'Équation (2.9) avec ceux issus de [1, 65–67] pour du Zircaloy-4 détendu. Nguyen [65, 70] a étudié le changement de phase du Zircaloy-4 par résistivité et par DRX sous rayonnement synchrotron. Les échantillons ainsi testés sont des tôles de $(40 \times 2 \times 0,67)\text{mm}^3$. La mesure de la température est réalisée par un thermocouple de type R. Forgeron et Brachet [1, 67] ont étudié la transformation de phase de tubes en Zircaloy-4 détendu à l'équilibre par calorimétrie et en conditions anisothermes par dilatométrie. Peu d'informations sont disponibles sur la mesure de température et la mesure de dilatation. Sell *et al.* [66] ont réalisé des essais de diffraction X en transmission sous rayonnement synchrotron sur des tubes en Zircaloy-4. La mesure de température est réalisée avec un thermocouple de type R et le temps d'exposition pour l'acquisition des images est de 1 seconde.

Des différences significatives sont observées. On note que des dispersions sont déjà existantes pour les essais réalisés à 10°C/s et que peu de données sont disponibles pour des transitoires plus rapides. Peu de détails sont finalement fournis dans la littérature sur les dispositifs et les conditions d'essais : diamètre des thermocouples, changement d'émissivité, hétérogénéité thermique, etc. Il est alors difficile de justifier l'origine des écarts observés.

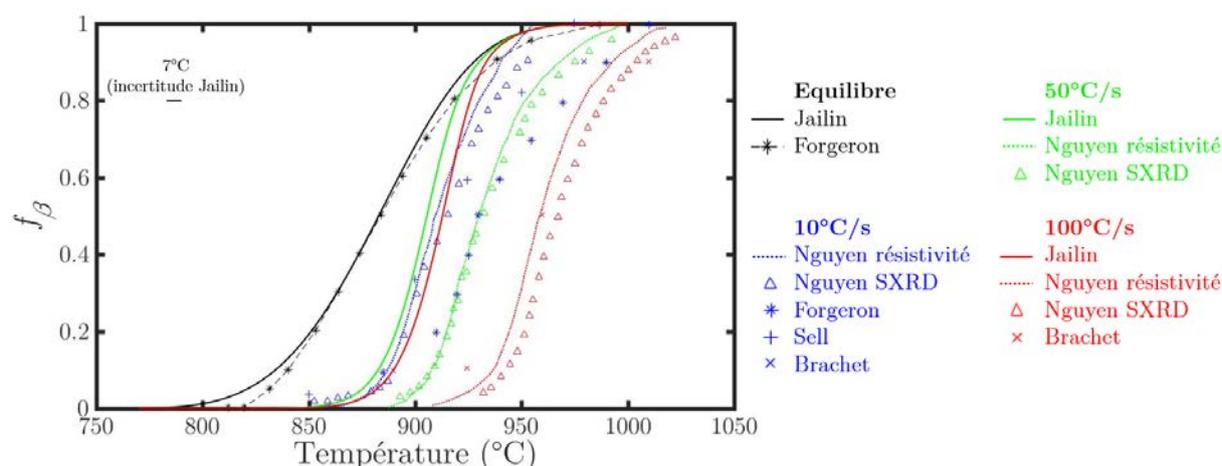


Figure 2.20 : Comparaison des résultats du changement de phase du Zircaloy-4 détendu obtenus dans cette étude avec ceux de la littérature [1, 65–67, 74].

Afin de s'assurer au mieux de la validité des résultats de dilatométrie obtenus lors de cette étude, les moyens de mesure ont été doublés : thermocouple et pyromètre pour la température, dilatomètre et détection de contour pour la dilatation. Ces dispositifs, complètement décorrélés les uns des autres, permettent une vérification des mesures. Un soin particulier a été apporté à l'homogénéité en température dans la zone de mesure et l'impact des déformations mécaniques a été évalué comme étant négligeable. Des analyses métallographiques ont également été réalisées afin de confirmer le passage du domaine biphasé au domaine β via une autre méthode. Les résultats obtenus concordent avec les transitions obtenues lors des essais de dilatométrie.

2.5.2 Discussion générale

Les essais réalisés dans cette étude étudient les effets de la vitesse de chauffe sur la transformation de phase $\alpha \rightarrow \beta$ dans la gaine en Zircaloy-4 détendu. Il est important de rappeler que ces résultats sont dépendants de l'état initial du matériau et de la géométrie des échantillons.

Nguyen [65, 70] par exemple, montre que la transformation de phase du Zircaloy-4 est différente à 100°C/s entre l'état initialement détendu et l'état initialement recristallisé. Or, d'après Chaieb [56], le matériau détendu est recristallisé avant le début de la transformation s'il est chauffé à 100°C/s (Figure 1.7). Les différences obtenues sur la transformation de phase sont donc dues au fait que les deux matériaux, bien qu'étant tous deux recristallisés, sont dans des états différents (microstructures, défauts, état de contraintes...).

D'autre part, en appliquant un transitoire thermique rapide, le phénomène de nucléation est favorisé par rapport au phénomène de croissance [61] et la nucléation est répartie de façon plus homogène dans le matériau (intragranulaire et intergranulaire) [50, 77]. Le phénomène de sélection de variant, qui peut mener à une orientation privilégiée dans la phase naissante, est lui aussi influencé par la cinétique thermique [62]. Deux échantillons à l'équilibre et à une même température sont donc susceptibles d'avoir une microstructure très différente, dépendante de leur histoire thermique, et ce, même si leur proportion de phase sont identiques! Les résultats de changement de phase obtenus par dilatométrie permettent de caractériser la proportion de phase présente dans le matériau mais ne donnent pas d'informations plus précises sur la microstructure. Des analyses métallographiques plus poussées (EBSD¹, MEB², DRX³...) sur des matériaux trempés permettraient d'apporter une meilleure compréhension des mécanismes de naissance de la phase β et des effets de la cinétique thermique.

Il est à noter que le modèle de transformation de phase identifié dans cette étude n'a pas été caractérisé au refroidissement. Un couplage du modèle de cette étude au modèle de Forgeron [1] peut être réalisé pour reproduire le changement de phase dans le matériau pour le refroidissement.

2.6 Synthèse

Le changement de phase de la gaine en Zircaloy-4 détendu a été étudié pour des vitesses de chauffe de consigne comprises entre 50 à 2000°C/s au moyen d'un dispositif GLEEBLE-3500. Un soin particulier a été apporté à l'instrumentation, notamment en veillant au bon usage des thermocouples et au changement d'émissivité de l'échantillon. Afin de consolider les données obtenues, les moyens de mesure thermique et cinématiques ont été doublés. L'influence sur le calcul de la fraction de phase de l'hétérogénéité thermique dans la zone de mesures et des déformations mécaniques a été estimée par

-
1. EBSD : *Electron Backscatter Diffraction*
 2. MEB : *Microscope Électronique à Balayage*
 3. DRX : *Diffraction aux Rayons X*

thermographie PIR et par simulations EF. La fraction de phase est finalement estimée avec une précision de 3%, ce qui est considéré comme acceptable dans notre application.

Une vingtaine d'essais ont finalement été réalisés et un modèle de changement de phase au chauffage suivant une description de Leblond a été identifié. Ces essais ont permis de mettre en évidence trois principaux points :

- De l'équilibre à 500°C/s, la température de début de transformation se décale vers les hautes températures à mesure que la vitesse de chauffe augmente.
- À partir de 500°C/s, la vitesse de chauffe n'a plus d'impact sur la transformation, tout du moins dans le domaine d'incertitudes de nos moyens de mesure.
- La température de fin de transformation n'est pas influencée par la vitesse de chauffe et est d'environ 960°C.

Des analyses métallographiques ont également été menées à l'aide d'essais interrompus par une trempe à four coupé, afin de corroborer les résultats de dilatométrie. Ces analyses ne permettent pas une analyse quantitative de la fraction de phase présente dans le matériau mais mettent clairement en évidence le passage dans le domaine β pur. Bien que le matériau puisse encore se transformer au refroidissement ($\simeq -50^\circ\text{C/s}$), le passage du domaine biphasé au domaine β est systématiquement observé vers 960°C pour les trois vitesses de chauffe testées (50, 100 et 1200°C/s). Cela concorde avec les résultats obtenus par dilatométrie. La transition $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$ est caractérisée par une augmentation brutale de la taille des grains, conséquence de la transformation complète de la phase α qui empêchait alors la libre croissance des grains β . Ces hypothèses ont déjà été formulées par Trégo sur du M5 [99] et par Hunt [100] sur des tôles en Zircaloy-4.

Ces analyses métallurgiques ont également mis en évidence une cinétique de recristallisation très rapide à ces températures. Le matériau est complètement recristallisé dès 830°C pour un échantillon soumis à une vitesse de chauffe de 1200°C/s. C'est en accord avec les cinétiques trouvées par Hunt [54] et Chaieb [56].

Il convient de rappeler que les résultats de cette étude sont dépendants du matériau, de sa microstructure et de son état initial (contraintes résiduelles de fabrication). D'autre part, la naissance de la phase β est influencée par la cinétique thermique à plusieurs niveaux : nucléation/croissance, sélection de variants... Ainsi, rien n'indique que deux gaines à une même température et toutes deux à l'équilibre présentent des microstructures identiques si leur histoire thermique diffère. Le modèle de changement de phase identifié dans cette étude permet de quantifier la proportion de phase présente dans le matériau mais ne donne pas d'informations précises sur sa microstructure : taille des grains, orientations privilégiées... Un travail métallographique plus approfondi (DRX, MEB, EBSD...) serait utile pour apporter davantage d'informations sur les mécanismes de la transformation de phase.

D'autre part, le modèle de changement de phase établi en Équation (2.9) est basé sur l'hypothèse d'un retour à l'équilibre si la température se maintient dans le domaine biphasé. Il serait intéressant de valider ce résultat à l'aide d'essais de dilatométrie spécifiques : montée en température rapide jusqu'à une température de plateau dans

le domaine biphasé. De tels essais sont néanmoins délicats à réaliser. Il faut en effet contrôler l'atmosphère de façon très précise, de façon à ne pas être affecté par l'oxydation du matériau à haute température lors du plateau, ni par une réduction d'oxyde et donc un changement d'émissivité. Si un retour à l'équilibre se produit, il se pourrait que l'état d'équilibre du matériau atteint suite à une montée en température rapide soit différent de celui qui fait suite à une montée lente de la température. Ces différences pourraient être dues à des phénomènes comme la sélection de variants ou une dissolution différente des éléments d'alliages par exemple.

Enfin, en conditions réelles d'accident, la gaine est bien souvent oxydée, hydrurée et soumise à un champ de contraintes. Ces paramètres sont susceptibles d'avoir un impact sur la transformation de phase du matériau [60, 62, 67, 79, 84]. Le flux neutronique en réacteur est également responsable de l'apparition de défauts d'irradiation dans le matériau au cours de sa vie en réacteur. Il serait intéressant de quantifier leur influence sur la transformation de phase, notamment dans le cas de vitesses de chauffe rapides, où la restauration des défauts pourrait ne pas avoir lieu avant le début de transformation. Étudier l'impact de l'ensemble des paramètres extérieurs sur le changement de phase dans le cas de transitoires thermiques rapides permettrait d'identifier un modèle plus complet et plus représentatif des conditions réelles d'un accident RIA. Une extension du modèle au refroidissement permettrait également de pouvoir calculer la fraction de phase dans la gaine pendant tout le cycle d'un accident.

Chapitre 3

Le fluage de la gaine en conditions post-DNB

Le fluage de la gaine en conditions représentatives de la phase post-DNB d'un accident RIA est ici étudié. Une vingtaine d'essais ont été réalisés sur le banc d'essai ELLIE, qui a été modifié afin de pouvoir générer des vitesses de chauffe jusqu'à 1500 °C/s sur des tronçons de gaines soumis à une pression interne. Les champs 3D-surfaciques cinématique et thermique sont obtenus pendant toute la durée des essais par stéréo-corrélation d'images et thermographie proche infrarouge. Le domaine de température étudié s'étend de 840 à 1020 °C, et deux niveaux de pression interne de 7 et 11 bar sont testés. Le banc d'essai et les moyens de mesure sont tout d'abord présentés. Puis, les résultats d'essais sont discutés. Un comportement au fluage complexe est mis en évidence, qui semble être corrélé à la fraction de phase présente dans le matériau lors de transitoires thermiques rapides. Des essais de fluage à transitoire thermique lent ont également été réalisés, afin d'étudier l'impact de la cinétique thermique sur les propriétés mécaniques du matériau.

Sommaire

3.1	Introduction	69
3.2	Le dispositif de fluage ELLIE	70
3.2.1	Les éprouvettes	70
3.2.2	Le banc d'essai	71
3.2.3	Procédure des essais de fluage réalisés	72
3.3	Les mesures de champs	73
3.3.1	La stéréo-corrélation d'images numériques	74
3.3.2	La mesure du champ de température	78
3.4	Analyse détaillée de deux essais	83
3.4.1	Présentation des essais	83
3.4.2	Analyse des champs cinématiques et thermiques	85
3.5	Essais type RIA réalisés	88
3.5.1	Matrice d'essais type RIA réalisés	88
3.5.2	Résultats des essais RIA	90
3.5.3	Analyses métallographiques des échantillons	93
3.5.4	Discussion des résultats	94
3.5.5	Modélisation du comportement dans le domaine biphasé	95
3.6	Impact du transitoire thermique et de la microstructure initiale sur la tenue mécanique de la gaine	96
3.6.1	Essais à transitoire thermique lent (type APRP)	96
3.6.2	Essais RIA sur matériau recristallisé	97
3.6.3	Discussion des résultats	98
3.7	Synthèse générale sur les essais de fluage	99

3.1 Introduction

Étudier les conséquences d'une montée en température rapide sur les propriétés mécaniques de la gaine est essentiel afin de pouvoir maîtriser la sûreté des installations nucléaires en situations accidentelles. Le choix est toujours ardu entre reproduire des essais représentatifs de l'accident, et donc difficiles à instrumenter et analyser, et réaliser des expériences moins intégrales mais qui autorisent une plus grande flexibilité. Au final, les deux types d'essais sont bien souvent nécessaires afin de pouvoir mieux cerner les différents phénomènes physiques à l'œuvre. À l'échelle du laboratoire, les techniques de mécanique expérimentale ont largement évolué ces 20 dernières années, notamment avec le développement des méthodes de mesure de champs et l'appui du numérique dans la réalisation des essais. Il est désormais possible de réaliser des expériences complexes et personnalisées sur de petits dispositifs, menant à une richesse de résultats importante.

Afin de pouvoir caractériser le comportement de la gaine dans des conditions simulant un APRP, Campello [3–5] a adapté la plateforme ELLIE¹ initialement mise au point par Tardif [2]. Campello s'est intéressé au ballonnement des gaines de combustible en conditions isothermes dans le domaine α et dans le début du domaine biphasé ($\alpha + \beta$) [750 - 850]°C. Deux caméras étaient utilisées pour obtenir le champ thermique par thermographie proche infrarouge et deux autres caméras étaient utilisées pour calculer le champ de déplacements par corrélation d'images numériques. Lors des essais, le chargement imposé sur l'échantillon était axisymétrique, seules des techniques de mesure de champs 2D ont alors été utilisées. Ces développements ont permis l'identification du comportement au fluage de la gaine par la méthode FEMU² à l'aide d'une modélisation axisymétrique.

Afin d'être en mesure de simuler des conditions représentatives de la phase post-DNB d'un accident RIA, le banc ELLIE a été significativement modifié : conception d'une nouvelle enceinte pour permettre des mesures de champs 3D, changement de générateur, optimisation de l'inducteur, optimisation de l'asservissement, etc. Appliquer une vitesse de chauffe élevée ($\simeq 1000^\circ\text{C}/\text{s}$) impose un soin particulier, afin de pouvoir mesurer et contrôler correctement la température : asservissement réactif, mesures pyrométriques, connaissance et gestion de l'émissivité de l'échantillon... D'autre part, la rapidité du transitoire ne permet pas d'obtenir un chargement thermique axisymétrique sur la gaine. Des moyens de mesure de champs 3D ont alors été mis en place pour déterminer simultanément les déformations et la température de l'échantillon à la même position lors des essais.

Il est à noter que la mesure du champ de déplacements a des besoins antinomiques à ceux de la mesure du champ de température. Afin de mesurer le champ de déplacements par corrélation d'images, la surface de l'échantillon doit présenter des motifs aléatoires contrastés et un flot optique constant. À l'inverse, la mesure de la température par thermographie requiert une surface présentant une émissivité homogène [151] et est basée sur la fluctuation du flot optique. Or, il est important que la température soit connue au même endroit que les déformations afin de pouvoir identifier une loi de comportement par la suite. Certains auteurs [152–154] ont proposé de découpler les mesures et d'utiliser

1. ELLIE : thErmomécanique muLti-axiale et muLti-ModalE
2. FEMU : *Finite Element Model Updating*

des interpolations spatiales et temporelles pour faire concorder les différents champs. D'autres auteurs [155] ont étendu les techniques de corrélation d'images à des caméras infrarouges afin d'obtenir les deux champs à l'aide d'une unique caméra. Mais ces caméras sont bien souvent onéreuses et ont une résolution spatiale bien inférieure à celle des caméras standard. Dans notre cas, la géométrie du banc et la forme tubulaire de l'éprouvette limitent le nombre de caméras pouvant observer la même zone. Afin d'avoir une résolution spatiale importante et un nombre de caméras limité, une méthode a été développée pour obtenir le champ de déplacements 3D et le champ de température à l'aide de deux caméras CMOS¹, respectivement par stéréo-corrélation d'images et thermographie proche infrarouge.

Des essais en conditions représentatives de la phase post-DNB d'un RIA ont finalement été réalisés. Ils ont permis de mettre en évidence un comportement au fluage complexe dans le domaine biphasé, ainsi qu'un impact fort de la vitesse de chauffe sur la tenue mécanique de la gaine. Ces essais sont appuyés par des analyses métallographiques réalisées sur les éprouvettes post-mortem. Les résultats de ces travaux sont présentés dans [156–159]

Ce chapitre présente dans un premier temps la plateforme d'essai ELLIE, une fois modifiée, ainsi que ses moyens de mesure. Les essais réalisés et leurs résultats sont ensuite détaillés.

3.2 Le dispositif de fluage ELLIE

3.2.1 Les éprouvettes

Les échantillons testés sur le banc d'essai ELLIE sont des tronçons de gaine vierge en Zircaloy-4 détendu de 90mm de long (cf. Figure 3.1). Le diamètre extérieur des gaines est de 9,5mm avec une épaisseur de 0,57mm. L'excentricité des éprouvettes est comprise entre 1 et 3% [4]. Deux raccords Swagelock sont sertis de part et d'autre de l'échantillon afin d'assurer son maintien aux mors et l'étanchéité nécessaire à sa mise en pression interne. La longueur entre les mors se réduit finalement à 58mm. Afin de réaliser des mesures par stéréo-corrélation d'images numériques (3D-CIN), un mouchetis est déposé à la bombe en surface de l'éprouvette à l'aide de peintures à tenue haute température Ulfalux[®] 1200°C. Enfin, trois thermocouples (type K, diamètre de 79 μ m) sont thermosoudés sur une génératrice de la zone utile (ROI²) en surface externe de l'éprouvette.



Figure 3.1 : Éprouvette avec les raccords sertis et le mouchetis.

1. CMOS : *Complementary Metal Oxide Semiconductor*
2. ROI : *Region Of Interest*

3.2.2 Le banc d'essai

Une photo de la plateforme ELLIE est donnée en Figure 3.2. L'éprouvette est connectée à une machine de traction hydraulique Schenck 10kN (cf. Figure 3.3.a). Une pression interne pouvant atteindre 70 bar peut être imposée et régulée tout au long de l'essai à l'aide d'argon. La pression est contrôlée lors des essais à l'aide d'un régulateur de pression IMF-D386 et un capteur supplémentaire HBM-P8AP mesure la pression interne au niveau du mors inférieur. Un capteur de force et un capteur de position LVDT permettent de récupérer les valeurs d'effort et de déplacement des mors pendant les essais. Un schéma du dispositif et des moyens de mesure est présenté en Figure 3.3.b.

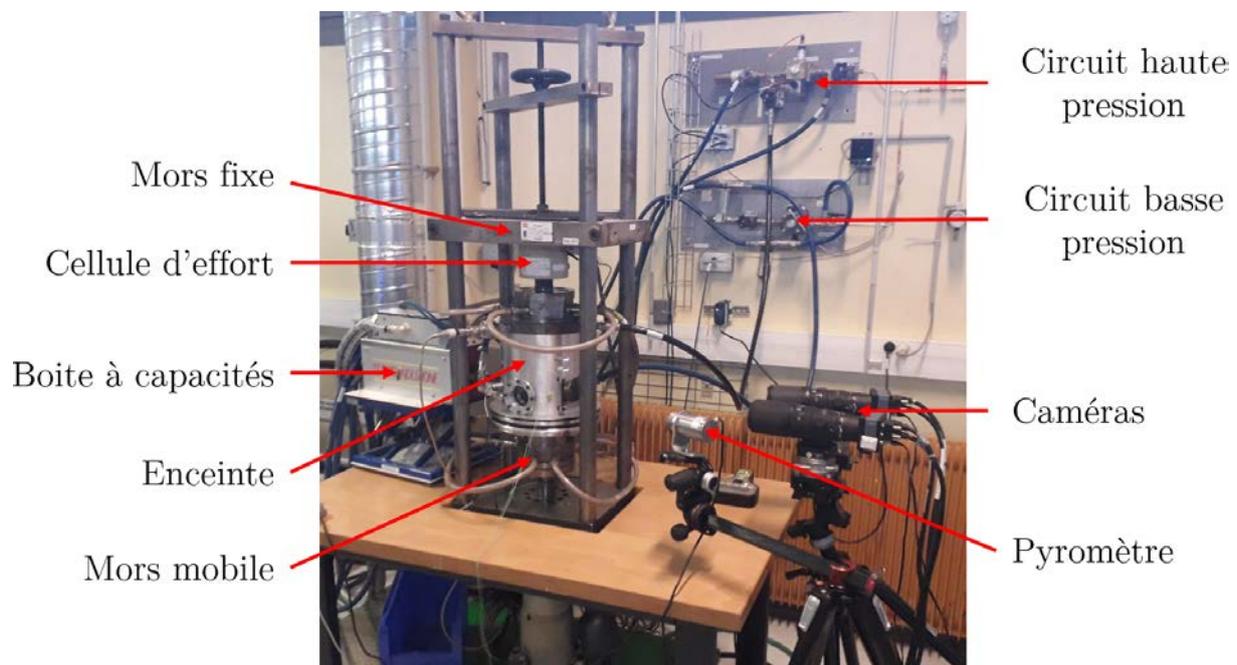


Figure 3.2 : Photo de la plateforme ELLIE.

Le contrôle de la température pendant les essais est réalisé au centre de la ROI à l'aide d'un pyromètre CTLM-2HCF4-C3, de longueur d'onde $\lambda = 1,6\mu\text{m}$. Les mors sont refroidis pendant la réalisation des essais. La température mesurée sur l'éprouvette au niveau des mors est d'environ 500°C lors des essais.

Les vitesses de chauffage visées ne permettent pas d'envisager l'obtention d'un chargement thermique axisymétrique. Une très légère excentration de l'inducteur par rapport à l'éprouvette induit une importante perte d'axisymétrie thermique. Il a donc été choisi de forcer cette excentration, afin d'obtenir les zones les plus chaudes dans le champ de vision des caméras (l'enceinte permet une position modulable de l'inducteur). D'autre part, la géométrie de l'inducteur a été optimisée, de façon à obtenir un unique point chaud au centre des échantillons lors des essais, ainsi qu'une distribution thermique faible dans l'épaisseur de la gaine lors de la chauffe. Plus de détails sur les calculs réalisés pour optimiser l'inducteur sont disponibles dans l'Annexe C.

Afin de minimiser l'oxydation de l'échantillon à haute température, les essais se déroulent à l'intérieur d'une enceinte à pression atmosphérique sous balayage d'argon. Des mesures optiques sont réalisées par des caméras tout le long des essais via des vitres (en BK7) disposées sur le pourtour de l'enceinte.

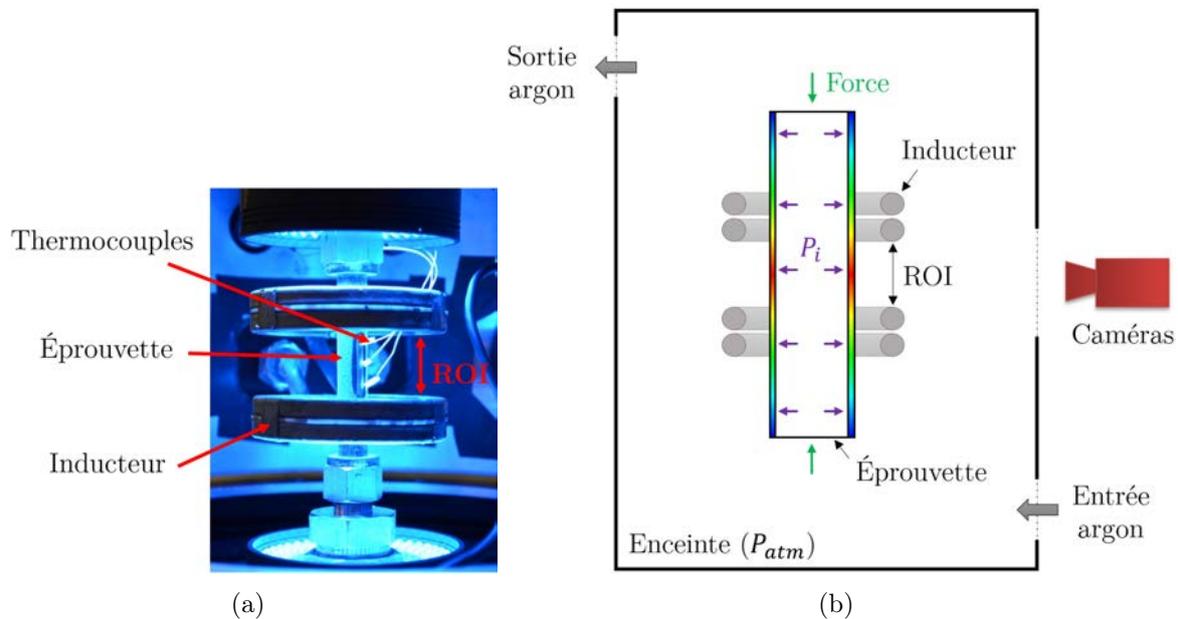


Figure 3.3 : (a) Photo de l'échantillon monté sur le banc; (b) Schéma de l'éprouvette et des conditions de chargement.

3.2.3 Procédure des essais de fluage réalisés

3.2.3.1 Procédure des essais simulant les conditions thermo-mécaniques d'un post DNB

Deux types d'essais ont été réalisés dans cette étude. La majorité de ceux-ci simule des conditions thermomécaniques représentatives de la phase post-DNB d'un accident RIA. La procédure suivie lors de ces essais est schématisée en Figure 3.4.a. Le chargement mécanique est tout d'abord mis en place. Celui-ci se compose d'une pression interne P_i et d'une force de compression F_z . Cette force de compression est calculée afin de compenser l'effort induit par la pression interne sur les mors, telle que .

$$F_z = P_i \cdot \pi \cdot R_i^2, \quad (3.1)$$

où R_i est le rayon interne de la gaine.

Une fois le chargement mécanique stabilisé, l'éprouvette est chauffée en boucle ouverte avec des vitesses de l'ordre de 1200°C/s . Le passage en boucle fermée, pour le contrôle de la température, est réalisé dès lors que la température mesurée par le pyromètre atteint une valeur de 20°C en dessous de la température de régulation.

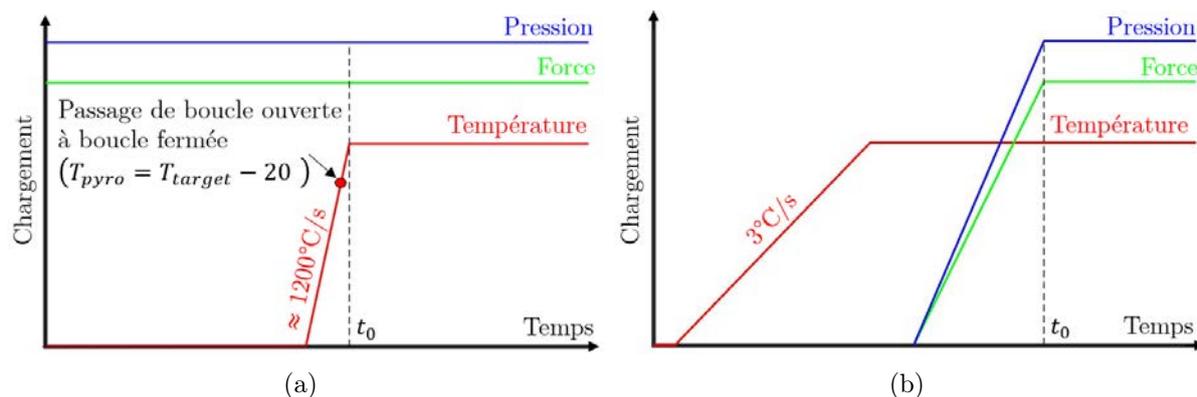


Figure 3.4 : Protocole des essais ELLIE : (a) Essais type post-DNB (T_{pyro} et T_{target} représentent respectivement la température du pyromètre et la température de consigne du plateau) ; (b) Essais type APRP.

3.2.3.2 Procédure des essais simulant les conditions thermo-mécaniques d'un APRP

Des essais ont également réalisés avec des vitesses de chauffe plus faibles, afin d'étudier l'impact d'un transitoire thermique sur les propriétés mécaniques de la gaine. Ces essais suivent la procédure utilisée par Campello [4] qui est décrite en Figure 3.4.b. Lors de ces essais, le chargement thermique est tout d'abord appliqué en boucle fermée à l'aide d'une rampe de $3^{\circ}\text{C}/\text{s}$ jusqu'à la température de consigne. Le chargement mécanique est ensuite imposé puis maintenu afin d'observer le comportement au fluage de la gaine.

Le temps de mise en place du chargement mécanique est de l'ordre de la seconde, soit beaucoup plus rapide que l'application du chargement thermique si l'éprouvette est chauffée à $3^{\circ}\text{C}/\text{s}$. La mise en place du chargement mécanique après le chargement thermique permet de faire l'hypothèse d'une éprouvette non déformée avant que les deux chargements soient stabilisés. Il est alors possible de comparer les résultats des essais APRP à ceux des essais RIA puisque la gaine n'est pas (ou très peu) déformée avant la stabilisation de l'ensemble des chargements.

Pour le post-traitement des deux types d'essais, le temps est posé à zéro dès lors que les consignes de chargements thermique et mécanique sont stabilisées (t_0 sur la Figure 3.4).

3.3 Les mesures de champs

L'application d'un transitoire thermique rapide mène à une distribution thermique non-axisymétrique sur l'éprouvette. L'utilisation de moyens de mesure de champs permet de mesurer ces hétérogénéités, et d'en tirer profit en obtenant des essais riches en conditions de chargement. Deux caméras CMOS 12MPx^1 , espacées de 18° , sont utilisées pour enregistrer des images jusqu'à 55Hz . Elles sont utilisées pour réaliser à la fois les mesures du champ cinématique, par stéréo-corrélation d'images, et les mesures du champ

1. VC-12MC-M65E0-FM.

thermique par thermographie proche infrarouge [157, 159]. Un schéma de la disposition des caméras est donné en Figure 3.5. Ces deux caméras sont équipées d'objectifs 200mm macro¹ et des filtres passe-bande dans le proche infrarouge ($\lambda = 860 \pm 10\text{nm}$) sont montés sur les objectifs. Le temps d'exposition des caméras est réglé de façon à obtenir des images non saturées sur une plage de températures de $[-100; +50]^\circ\text{C}$ autour de la température de régulation de l'essai.

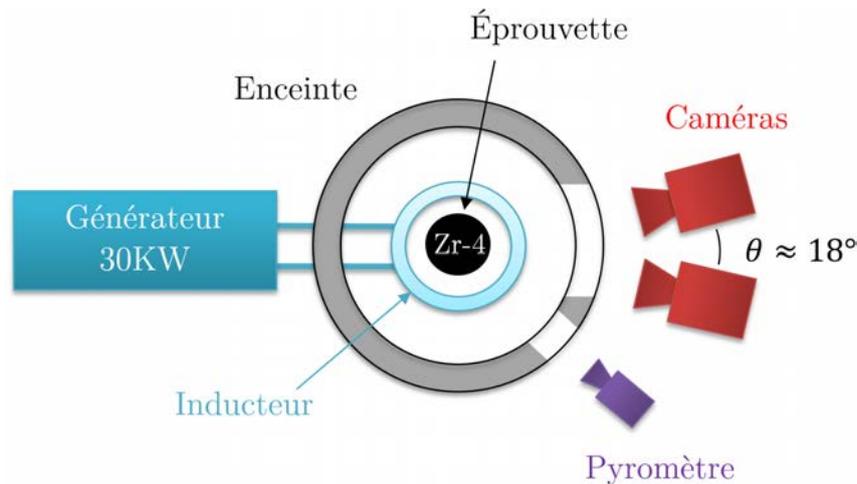


Figure 3.5 : Schéma d'une vue de dessus du montage ELLIE.

3.3.1 La stéréo-corrélation d'images numériques

3.3.1.1 Principe

Apparue au début des années 80, la corrélation d'images numériques (CIN) permet de mesurer un champ de déplacements en surface d'un échantillon [160, 161]. Son principe consiste à comparer deux images (ou plus), pour extraire la transformation qui permet d'obtenir leur appariement. Cette méthode présente les avantages d'être sans contact, simple à mettre en place, précise (précision subpixels) et infiniment plus riche que des mesures locales, *e.g.* par jauge ou extensométrie. La CIN est basée sur l'hypothèse de conservation du flot optique entre les images analysées, qui peut se transcrire par :

$$f(\underline{x}) = g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})), \quad (3.2)$$

où f et g représentent respectivement l'image de référence et l'image déformée, \underline{x} est la coordonnée des pixels et $\underline{u}(\underline{x})$ est le déplacement des pixels entre les deux images.

L'appariement des deux images est classiquement réalisé à l'aide d'un schéma de Newton en cherchant à minimiser l'Équation (3.3) sur la ROI Ω .

$$\eta^2(\underline{u}) = \sum_{\Omega} [f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x}))]^2. \quad (3.3)$$

1. Nikon AF Micro-Nikkor 200mm f/4D IF-ED

Initialement, la présence du bruit et le nombre d'inconnues par rapport au nombre d'équations, rendent ce problème mal posé. Deux méthodes ont alors été développées afin de pouvoir résoudre ce problème : la méthode locale (la première à être apparue) et la méthode globale [162, 163]. La méthode globale, utilisée lors de ces travaux, consiste à régulariser la transformation $\underline{u}(\underline{x})$ à l'aide d'une base cinématique $\underline{\Psi}_n$ telle que :

$$\underline{u}(\underline{x}) = \sum_n a_n \cdot \underline{\Psi}_n(\underline{x}). \quad (3.4)$$

où a_n représentent des amplitudes, corrélées les unes aux autres.

De nombreux choix sont possibles pour décrire la base cinématique : éléments finis [164], NURBS¹ [165]...

Du fait du fonctionnement d'une caméra, la CIN montre ses limites pour mesurer des déplacements hors du plan image [166]. L'utilisation de deux caméras (ou plus) permet de pallier ce problème, en permettant une reconstruction 3D du champ de déplacements par stéréovision. On parle alors de mesure de champ par stéréo-corrélation (3D-CIN). Les caméras utilisées dans un montage de stéréo-corrélation doivent en premier lieu être calibrées afin de connaître leur position par rapport à l'échantillon [167]. Des mires de calibration sont habituellement utilisées pour réaliser cette étape d'étalonnage. La lectrice ou le lecteur intéressé-e trouvera plus de détails dans [168].

3.3.1.2 Application sur les essais du banc ELLIE

Le logiciel de stéréo-corrélation globale UFreckles [147] est utilisé. La base cinématique est décrite à l'aide d'éléments Q4 (quadrangle avec fonctions de forme linéaires) de taille $35 \times 35 \text{px}^2$ ($1 \text{px} \simeq 9 \mu\text{m}$). Un exemple d'image obtenue, avec le maillage de corrélation, est donné en Figure 3.6.

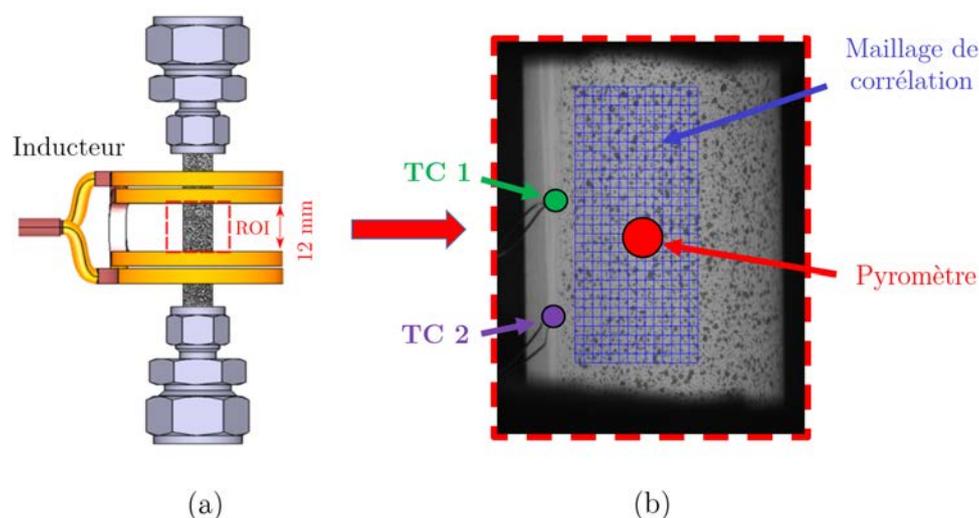


Figure 3.6 : Zone d'intérêt observée par les caméras CMOS : (a) vue schématique de la ROI ; (b) Exemple d'une image et du maillage de corrélation.

1. NURBS : *Non-Uniform Rational Basis Splines*

Afin d'éviter des problèmes d'aberrations chromatiques aux hautes températures, la calibration du système optique est réalisée en éclairant l'éprouvette dans le proche infrarouge à l'aide d'un anneau LED à la longueur d'onde $\lambda = 860\text{nm}$. Les deux caméras CMOS étant équipées de filtres passe-bande à cette même longueur d'onde, la mise au point et l'identification des paramètres de calibration peut être réalisée "à froid" tout en restant valable aux hautes températures.

La géométrie de l'inducteur et la présence de l'enceinte ne permettent pas l'utilisation de mires pour étalonner le système optique. Un code de calibration, basé sur la géométrie de l'éprouvette [169, 170], a donc été développé, en adaptant les équations décrites dans [171] et [172]. Plus de détails sont disponibles dans l'Annexe D.

Les mêmes images sont utilisées pour obtenir le champ cinématique et le champ thermique. L'hypothèse de conservation des niveaux de gris n'est donc pas vérifiée, puisque la température influe sur l'intensité lumineuse des images. Une correction en contraste (écart-type) et en brillance (moyenne) de l'intensité, est alors réalisée dans chaque élément dans le processus de corrélation. L'utilisation d'une base cinématique et le nombre de pixels dans chaque élément, permettent de fortement contraindre le problème et ainsi résoudre le problème de corrélation malgré un flot optique non conservé.

Les distorsions optiques ne sont pas prises en compte, cela pourrait faire l'objet d'une amélioration. La mise en place d'une circulation d'argon du bas vers le haut de l'enceinte (cf. Figure 3.3.b) pendant toute la durée de l'essai permet de ne pas être impacté par l'effet mirage [173–175]. Le bruit de mesure sur le déplacement a été évalué en prenant des images de l'éprouvette à haute température sans chargement mécanique. Il est de $1\mu\text{m}$ dans le plan image et de $5\mu\text{m}$ hors plan image.

3.3.1.3 Analyse des champs de résidus

Afin de s'assurer que toute la cinématique de l'éprouvette a bien été captée à la fin de la corrélation, il est nécessaire de s'intéresser aux champs de résidus [176]. En outre cette vérification peut mettre en évidence des phénomènes locaux peu ou non visibles sur les champs de déplacements (fissure, détérioration de la peinture...). Les champs de résidus $\chi(\underline{x})$ observés sont définis tels que :

$$\chi(\underline{x}) = f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})). \quad (3.5)$$

La Figure 3.7 présente une photo à l'état initial et une à l'état déformé, obtenues lors d'un essai réalisé à 885°C avec une pression interne de 11 bar. Les maillages de corrélation à l'état initial et déformé sont également tracés. Les champs de résidu obtenus avant et après le processus de corrélation sont donnés (avec correction en brillance/contraste). Ils peuvent être comparés au champ de résidu associé au bruit. Celui-ci est obtenu en résolvant le problème de corrélation sur des photos d'une éprouvette à température constante et sans chargement mécanique.

En plus de l'aspect visuel, il peut être utile de s'intéresser à l'écart type σ du champ de résidu obtenu. L'écart type du bruit est environ égal à 1,9 (en niveau de gris) lors de nos essais. Après la convergence de l'algorithme de corrélation, l'écart type trouvé dans l'exemple de la Figure 3.7 est de 3,8, soit deux fois la valeur de bruit. Cette augmentation est due à la détérioration de la peinture blanche au cours de l'essai. Prendre du temps pour analyser les champs de résidu permet de s'assurer de la bonne convergence de la corrélation et vérifier que toutes les informations de l'image ont bien été extraites.

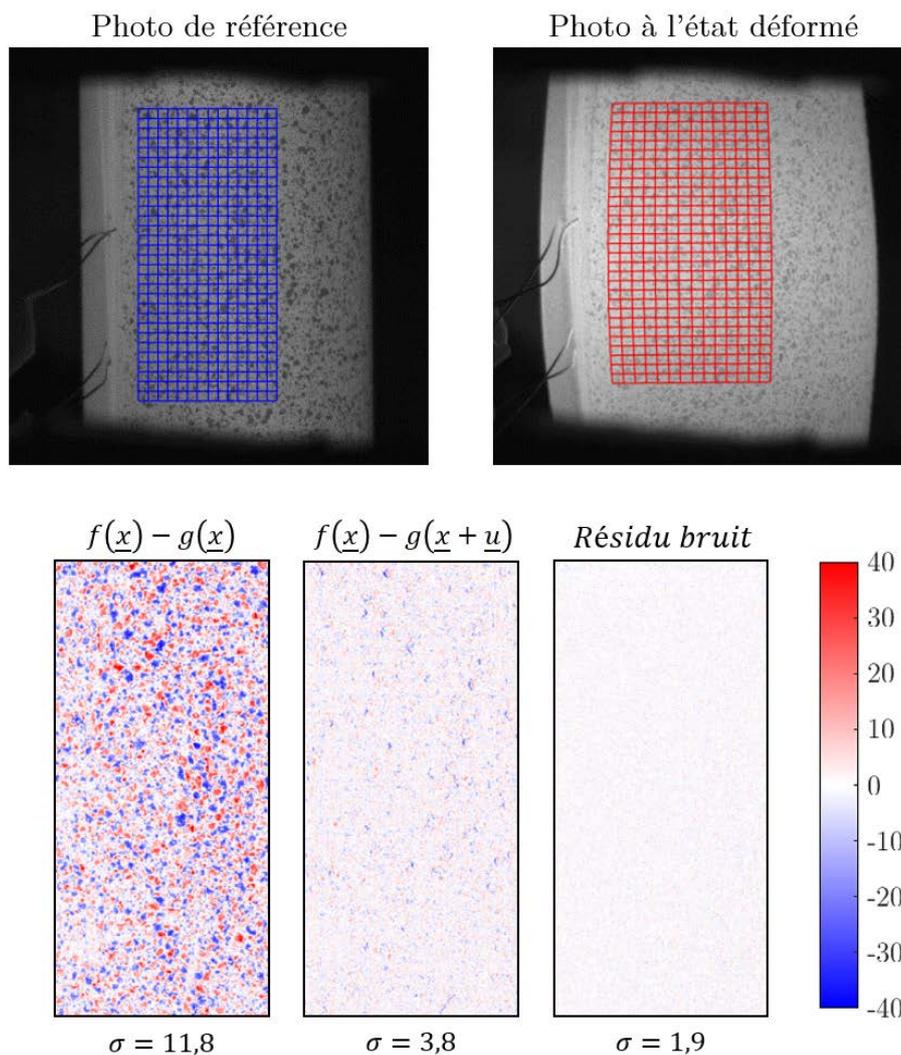


Figure 3.7 : Analyse des champs de résidu : Photo à l'état initial et photo à l'état déformé avec leur maillage de corrélation associé. Champs de résidu avant la résolution du problème de corrélation ($f(\underline{x}) - g(\underline{x})$), et après corrélation ($f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x}))$). Champ de résidu associé au bruit, obtenu en résolvant le problème de corrélation sur des photos d'une éprouvette à température constante et sans chargement mécanique (échelle de couleur en niveaux de gris).

3.3.2 La mesure du champ de température

3.3.2.1 Rappel sur la thermographie proche infrarouge

Le domaine de température des essais rend particulièrement adapté la mesure du champ thermique par thermographie proche infrarouge (PIR) à l'aide des caméras CMOS. Cette méthode est présentée succinctement en section 2.2.5.2, le modèle radiométrique est ici rappelé :

$$T = \frac{K_1}{\ln\left(\frac{K_2}{I} + 1\right)}, \quad (3.6)$$

où K_1 et K_2 sont deux constantes à identifier, T est la température et I est l'intensité lumineuse.

La faible plage de température observée et la présence de filtres passe bande sur les optiques, permettent de considérer la longueur d'onde comme constante pendant les essais et de ne pas utiliser la notion de longueur d'onde étendue dans le modèle [148, 150].

Une fois le modèle identifié, la chaîne de mesure mène à une précision de 0,7% sur le champ thermique obtenu par thermographie [5]. L'incertitude moyenne lors des essais est donc d'environ 7°C.

3.3.2.2 Les paramètres à identifier

Plusieurs étapes sont nécessaires avant d'obtenir le champ de température sur la surface de la gaine. Comme mentionné précédemment, deux constantes sont à identifier dans le modèle radiométrique. Afin de les identifier de façon robuste, une large gamme de températures doit être utilisée. L'utilisation des données fournies par les thermocouples n'est pas envisageable puisque ces derniers sont sujets à une forte inertie lors de transitoires thermiques rapides (cf. section 2.2.3.2 et Annexe B). Les mesures pyrométriques sont donc utilisées pour étalonner le modèle, une fois l'émissivité de la zone observée par le pyromètre connue.

Un mouchetis aléatoire étant déposé sur l'échantillon avant chaque essai, l'émissivité de la zone observée par le pyromètre n'est pas connue au préalable. Il n'est pas possible d'identifier l'émissivité de cette zone, avant les essais sans altérer l'état métallurgique du matériau. Lors des expériences, l'émissivité de la zone observée par le pyromètre est alors posée égale à 0,83. Cette valeur doit donc être corrigée post-essais afin d'obtenir des valeurs de températures pyrométriques correctes. L'émissivité de la zone observée par le pyromètre ε_{pyro} est donc une troisième inconnue à identifier.

D'autre part, l'application d'un mouchetis en surface de l'éprouvette mène à une émissivité hétérogène sur la gaine. Or, la méthode de thermographie PIR ne fonctionne qu'avec une émissivité unique et constante lors de tout l'essai. La peinture noire étant plus stable que la peinture blanche (moins sujette à un changement d'émissivité du fait d'une potentielle oxydation de la gaine), le choix est fait de n'utiliser que la

peinture noire pour établir le champ de température final. Un paramètre P est donc défini comme étant le pourcentage de pixels correspondant uniquement à la peinture noire. Ce sont ces pixels qui seront utilisés pour identifier le modèle radiométrique et réaliser les mesures thermographiques. Une valeur trop faible de ce paramètre conduirait à un impact important du bruit des images (peu de pixels utilisés), alors qu'une valeur trop importante mènerait à "l'utilisation de plusieurs émissivités" pour l'identification du modèle, et la construction du champ thermique. Ce dernier serait alors très bruité.

Quatre paramètres sont donc finalement à identifier afin d'obtenir le champ de température surfacique de la gaine : K_1 et K_2 , l'émissivité de la zone observée par le pyromètre ε_{pyro} , et le paramètre P définissant le pourcentage seuil de pixels noirs à utiliser pour réaliser la thermographie.

3.3.2.3 Procédure d'identification

Afin d'identifier l'ensemble de ces quatre paramètres, un lien est fait entre le pyromètre, les thermocouples et la thermographie PIR. Pour ce faire, deux erreurs sont tout d'abord définies :

$$er_1^2 = (T_{TC}^{PIR} - T_{TC})^2, \quad (3.7)$$

et

$$er_2^2 = (T_{pyro}^{PIR} - T_{pyro})^2, \quad (3.8)$$

où T_{TC} est la température des thermocouples, T_{pyro} est la température du pyromètre, T_{TC}^{PIR} est la température obtenue par thermographie dans les zones des thermocouples (points vert et violet sur la Figure 3.6) et T_{pyro}^{PIR} est la température obtenue par thermographie dans la zone du pyromètre (point rouge sur la Figure 3.6).

L'émissivité de la zone visée par le pyromètre est identifiée de façon itérative en cherchant à réduire l'erreur er_1 sur le palier de température lorsque les thermocouples sont stabilisés. La température T_{TC}^{PIR} est ici obtenue en identifiant les paramètres K_1 , K_2 et P dans une autre boucle itérative où l'erreur er_2 est minimisée au sens des moindres carrés sur les données obtenues lors du transitoire thermique. Ce processus permet de corriger l'émissivité de la zone observée par le pyromètre tout en identifiant de façon robuste le modèle radiométrique à l'aide d'un large domaine de températures. Nous rappelons que seuls les $P\%$ pixels les plus brillants sont utilisés pour calculer T_{TC}^{PIR} et T_{pyro}^{PIR} .

La Figure 3.8 présente les résultats de l'identification obtenus lors d'un chauffage à 1260°C/s jusqu'à une température de régulation de 972°C , une fois le processus d'identification réalisé. La thermographie PIR est en très bon accord avec le pyromètre et les thermocouples, une fois ceux-ci stabilisés, après 3,5 secondes environ. Une inertie d'environ 30°C des thermocouples est observée pendant le transitoire.

Si les trois paramètres K_1 , K_2 et ε_{pyro} sont variables d'un essai à l'autre, le paramètre P reste quant à lui relativement stable, avec une valeur moyenne de 10% . On peut donc considérer que les 10% de pixels les plus lumineux correspondent à la peinture noire du

mouchetis. La peinture noire se dégrade avec le temps, ce qui affecte l'émissivité. Notre cas d'étude se limite aux 10 premières secondes de l'essai, où la peinture reste en bon état.

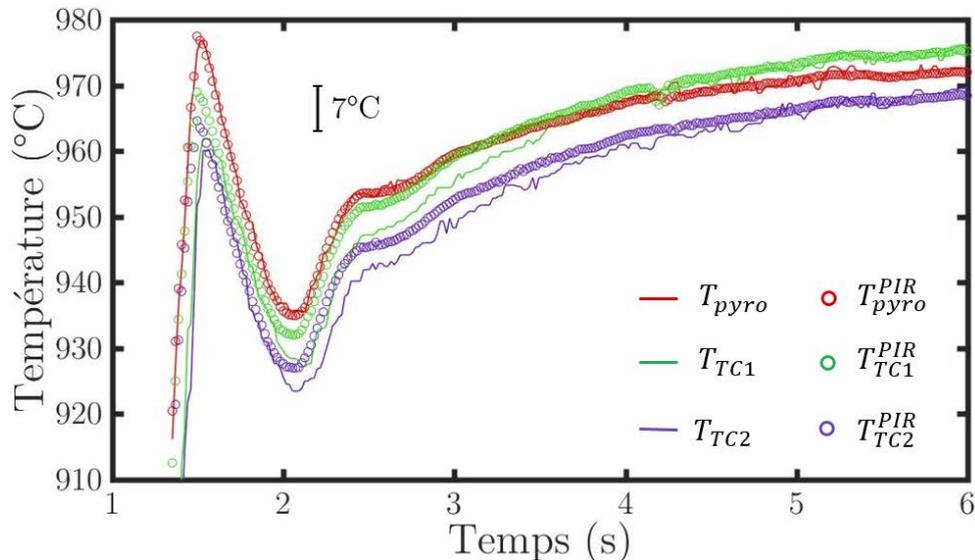


Figure 3.8 : Résultats de la thermographie après le processus d'identification pour un essai réalisé avec une vitesse de chauffe de $1260^{\circ}\text{C}/\text{s}$ et une température de maintien de 972°C . T_{TC} est la température des thermocouples, T_{pyro} est la température du pyromètre, T_{TC}^{PIR} est la température obtenue par thermographie aux zones des thermocouples et T_{pyro}^{PIR} est la température obtenue par thermographie à la zone du pyromètre.

3.3.2.4 Couplage avec la CIN

Les mêmes images sont utilisées pour réaliser à la fois la mesure du champ cinématique par 3D-CIN et la thermographie PIR. Un couplage faible entre les deux méthodes est donc mis en place afin d'avoir aux mêmes endroits et aux mêmes instants les mesures thermiques et cinématiques. Pour ce faire, il est considéré que le pourcentage P des pixels les plus brillants à l'intérieur de chaque élément correspond à la peinture noire. Seuls ces pixels sont utilisés pour étalonner et construire le champ thermique. Ensuite, la température à l'intérieur d'un élément est moyennée avec les pixels de peinture noire identifiés. La résolution spatiale du champ thermique est donc égale à la taille d'un élément (environ $315 \times 315 \mu\text{m}^2$)

Cela permet de calculer à chaque pas de temps le champ thermique sur le maillage de corrélation réactualisé, c'est-à-dire déformé, obtenu par 3D-CIN. Le champ thermique ainsi obtenu est naturellement lisse, puisque non perturbé par la présence de plusieurs émissivités dues au mouchetis. Aucune opération additionnelle de filtrage ou de lissage ne se révèle nécessaire. Un exemple de champs thermique et cinématique est illustré en Figure 3.9. Il est intéressant de noter que les pixels identifiés comme appartenant à la peinture noire de chaque élément ne varient pas (ou peu, à cause du bruit) d'un pas de temps à l'autre, puisque les pixels de chaque élément restent identiques grâce à la réactualisation du maillage par stéréo-corrélation.

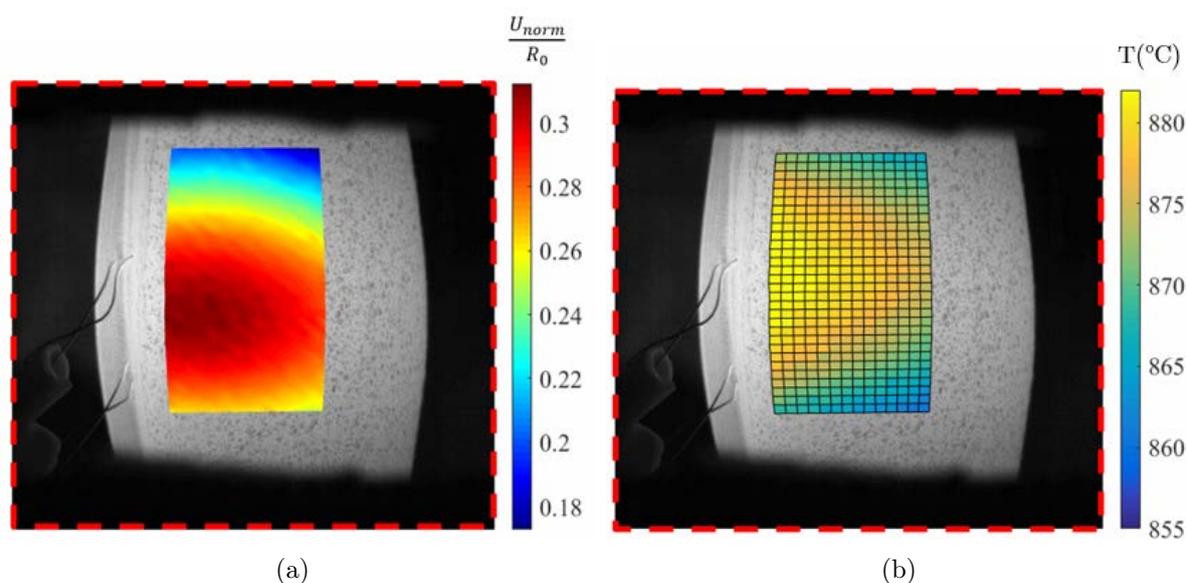


Figure 3.9 : Exemple de champs obtenus au cours d'un essai de fluage : (a) Norme du déplacement obtenu par 3D-CIN ; (b) Champ thermique associé obtenu par thermographie PIR.

3.3.2.5 Effet de forme

La mesure de température par thermographie est très sensible à l'émissivité et celle-ci est dépendante de l'angle d'observation [177]. Suivant l'état de surface, des variations de forme peuvent avoir un impact important sur l'émissivité perçue par l'observateur [178]. La géométrie de la gaine étant tubulaire, l'impact de cet effet de forme a été étudié.

Une éprouvette vierge peinte en noir a été chauffée de façon axisymétrique sur le dispositif GLEEBLE-3500 présenté dans le chapitre 2. Un thermocouple est soudé au centre de l'éprouvette pour le contrôle de la température. L'éprouvette est chauffée lentement à différentes températures entre 800 et 1100°C. Des images sont enregistrées tout au long de l'essai. La Figure 3.10.a montre un exemple de photo obtenue à 1000°C.

Sous hypothèses de température et de longueur d'onde constantes, les Équations (2.1) et (2.2) permettent d'obtenir une relation de proportionnalité entre l'émissivité ε et l'intensité lumineuse I telle que :

$$I = \varepsilon \cdot K_3 \quad (3.9)$$

où K_3 est une constante.

Le chauffage axisymétrique permet d'extraire l'intensité lumineuse sur le long d'une ligne à une position axiale donnée, où la température est constante (cf. ligne bleue en Figure 3.10.a). Le filtre passe-bande permet de considérer la longueur d'onde observée par la caméra comme constante. En utilisant la géométrie connue de l'éprouvette et l'Équation (3.9), il devient donc possible d'obtenir l'évolution de l'émissivité suivant l'angle d'observation (cf. Figure 3.10.b). L'émissivité reste stable jusqu'à un angle de 60° avant

de décroître rapidement. Dans notre cas, la thermographie doit donc être réalisée avec un angle d'observation inférieur à 60° pour ne pas être impactée par l'effet de forme.

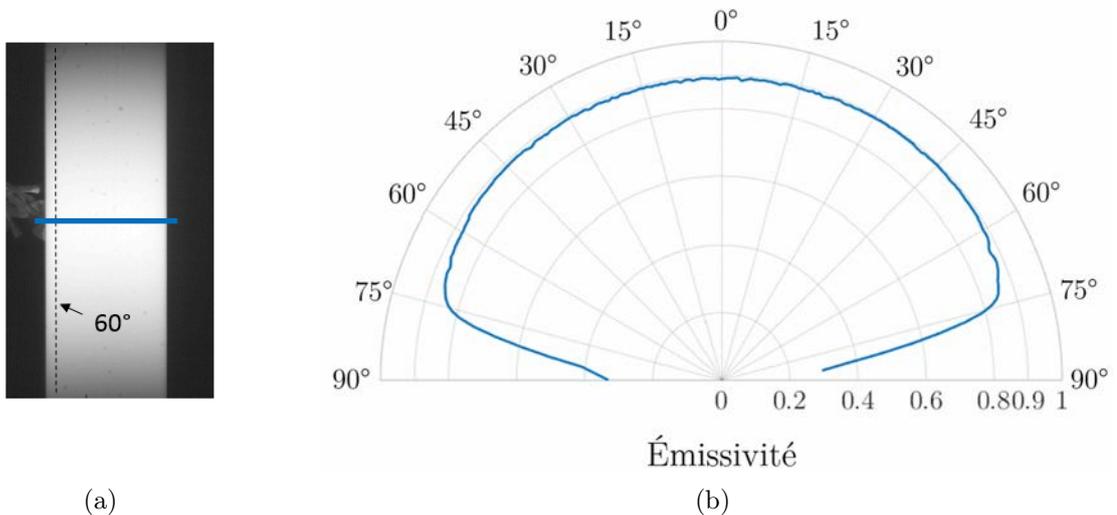


Figure 3.10 : Essai réalisé à 1000°C sur une éprouvette peinte en noir. (a) Photo de l'éprouvette à 1000°C ; (b) évolution de l'émissivité suivant l'angle d'observation, extraite suivant le trait bleu de la photo. L'émissivité à 0° est ici posée arbitrairement à 0,9.

Afin de s'assurer du bon fonctionnement de la thermographie PIR, le champ de température est systématiquement calculé pour chacune des deux caméras (espacées de 18°). La Figure 3.11 montre l'écart en température obtenu avec les deux caméras. Des différences inférieures à $1,5^\circ\text{C}$ sont obtenues, avec un écart-type de $0,48^\circ\text{C}$.

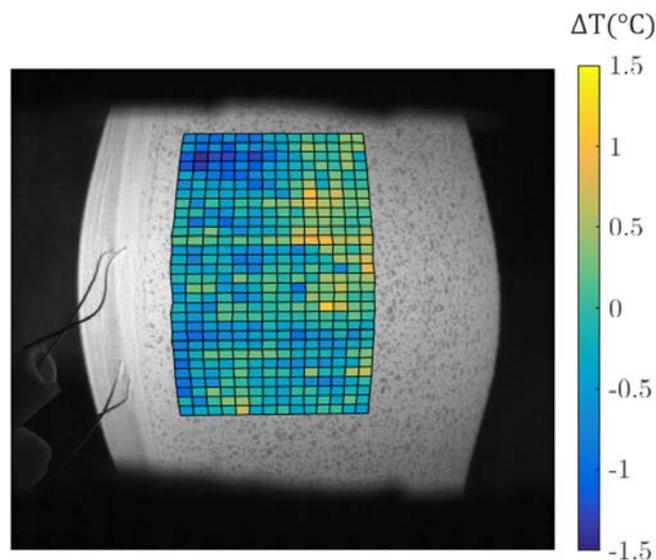


Figure 3.11 : Écart en température entre les résultats obtenus par thermographie PIR réalisée par les deux caméras.

3.4 Analyse détaillée de deux essais

3.4.1 Présentation des essais

Deux essais, qui ont suivi la procédure de chargement décrite en Figure 3.4.a, sont ici analysés de façon détaillée afin de présenter la méthode de post-traitement et les données disponibles. Un essai, référencé par la suite comme l'essai α , est réalisé à une température de régulation de 850°C et une pression interne de 20 bar. Le second essai est réalisé à une température de régulation de 940°C et une pression interne de 11 bar. Il sera référencé comme l'essai biphasé, ou $(\alpha + \beta)$, par la suite. L'évolution du chargement lors de ces deux essais est présentée en Figure 3.12.

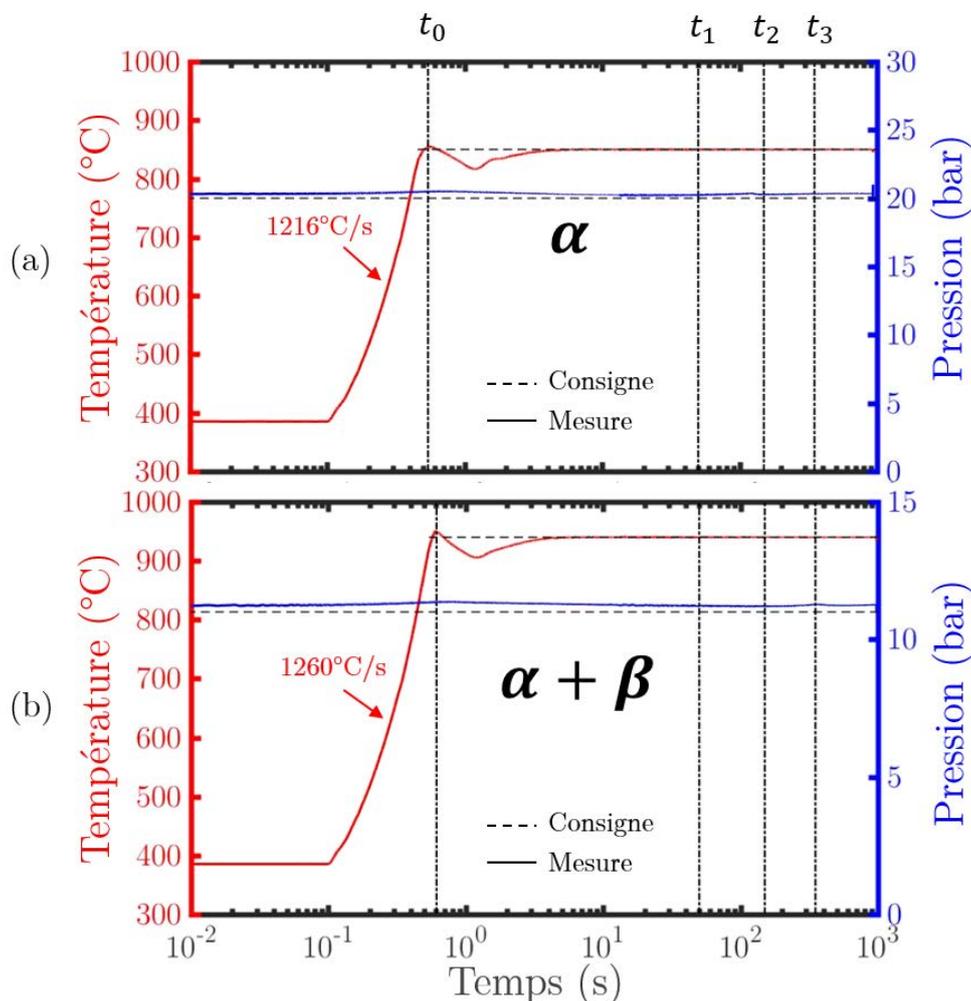


Figure 3.12 : Évolution des chargements en pression et en température pour : (a) un essai α réalisé à 850°C avec une pression interne de 20 bar ; (b) un essai $(\alpha + \beta)$ réalisé à 940°C et une pression interne de 11 bar. La température est mesurée par le pyromètre. Les champs thermiques et cinématiques des deux essais sont donnés pour les temps t_1 , t_2 et t_3 en Figures 3.15 et 3.16.

Le contrôle de la température est réalisé à l'aide d'une boucle d'asservissement PID qui n'est pas instantanée. Du fait de la rapidité des transitoires, des overshoots et undershoots sont obtenus lors des essais par rapport à la température de régulation visée. Un exemple de fin de transitoire standard est donné en Figure 3.13. Deux valeurs sont ici définies : OS^+ et OS^- . OS^+ est l'écart entre la température maximale atteinte (au temps t_A) et la température de régulation (atteinte à $\pm 1^\circ\text{C}$ au temps t_B). OS^- est la différence entre la température de régulation et la température la plus faible atteinte après t_A . Pour l'ensemble des essais, OS^- vaut environ 30°C et la température met environ 4 secondes ($t_B - t_A$) pour se stabiliser à $\pm 1^\circ\text{C}$ de la température de régulation. Les valeurs de OS^+ sont de $+4$ et $+8^\circ\text{C}$, respectivement pour l'essai α et l'essai $(\alpha + \beta)$.

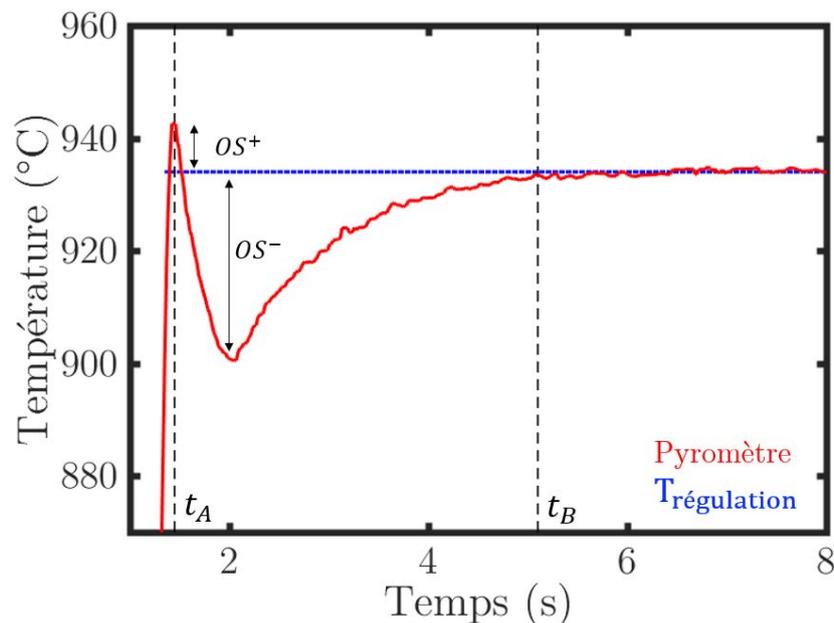


Figure 3.13 : Réponse standard du pyromètre en fin de transitoire. OS^+ est l'écart entre la température maximale atteinte au temps t_A et la température de régulation atteinte à $\pm 1^\circ\text{C}$ au temps t_B . OS^- est la différence entre la température de régulation et la température la plus faible atteinte après t_A .

L'évolution de la vitesse de chauffe mesurée par le pyromètre pour les deux essais pendant le transitoire est donnée en Figure 3.14. L'évolution de la vitesse de chauffe obtenue pour un test réalisé dans le domaine β est également tracée afin de pouvoir observer les effets du changement de phase sur le transitoire. Une bonne répétabilité est obtenue entre les différents transitoires. Une baisse de la vitesse de chauffe est obtenue pour les trois essais entre 650 et 700°C . Elle est certainement due à la dissolution des intermétalliques $\text{Zr}(\text{Fe},\text{Cr})_2$. La vitesse de chauffe diminue également lors du changement de phase, à partir de 890°C . Elle atteint une valeur minimale d'environ $350^\circ\text{C}/\text{s}$ à 940°C . Ces courbes sont reproductibles sur l'ensemble des essais réalisés.

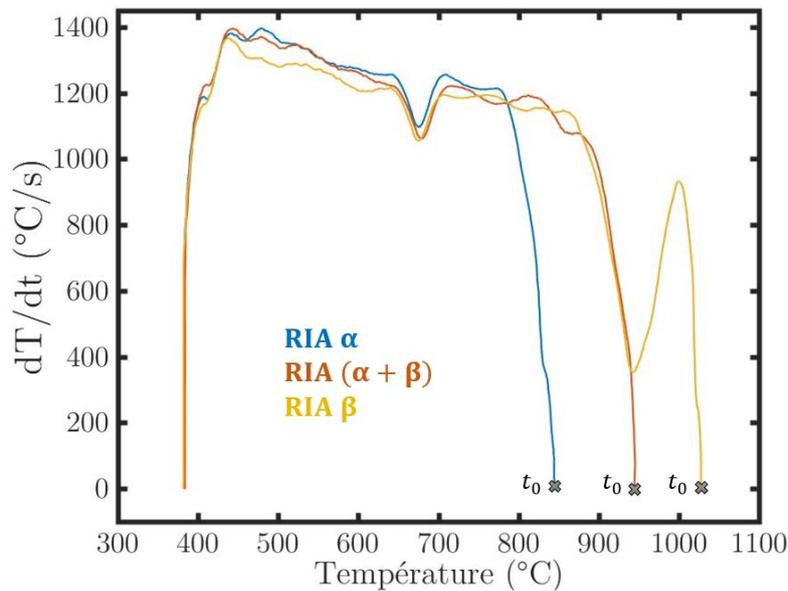


Figure 3.14 : Évolution de la vitesse de chauffe pour les essais α et $(\alpha + \beta)$, ainsi que pour un essai réalisé dans le domaine β pur.

3.4.2 Analyse des champs cinématiques et thermiques

Les caméras enregistrent des images à une fréquence de 55Hz pendant les 15 premières secondes des essais, puis à une fréquence de 1Hz jusqu'à la fin. Les champs cinématiques et thermiques sont respectivement calculés par stéréo-corrélation d'images et thermographie PIR comme présenté en section 3.3. Les Figures 3.15 et 3.16 montrent les champs obtenus respectivement pour l'essai α et l'essai biphasé, pour trois différents temps $\{t_1 = 50s; t_2 = 150s; t_3 = 350s\}$. Le champ cinématique représente ici le champ de déplacements radial U_r normalisé par le rayon extérieur initial R_0 . Pour les deux essais, la zone la plus chaude est localisée au centre de la ROI. L'hétérogénéité thermique est d'environ $10^{\circ}C$ dans la ROI au début des essais et évolue suivant la déformation de l'éprouvette, qui se rapproche de l'inducteur en ballonnant.

Deux comportements distincts de fluage sont mis en évidence. Pour l'essai α , le profil de déformation est "standard", avec la zone la plus ballonnée se situant à l'endroit le plus chaud. L'inverse est observé pour l'essai biphasé, où deux zones de plus grandes déformations sont visibles de part et d'autre du centre de l'échantillon. Dans ce cas, la zone la plus chaude ne correspond pas à la zone la plus déformée. La Figure 3.17 montre les données extraites d'une génératrice au centre de la ROI pour les deux essais (lignes rouges en Figures 3.15 et 3.16). Ces graphes mettent en évidence une très bonne concordance entre la zone ballonnée et la zone la plus chaude pour l'essai α et l'inverse pour l'essai biphasé.

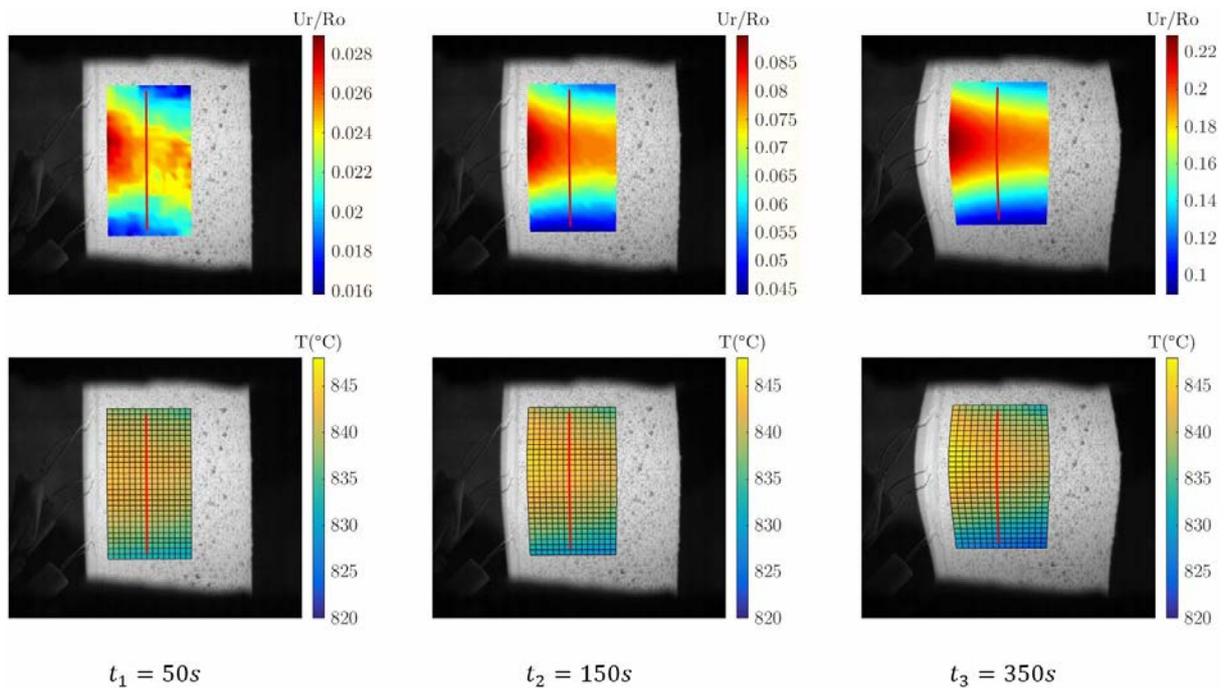


Figure 3.15 : Champs cinématiques et thermiques obtenus aux temps $\{t_1 = 50s ; t_2 = 150s ; t_3 = 350s\}$ pour un essai réalisé dans à une température de régulation de $850^{\circ}C$ et une pression interne de 20 bar (cf. Figure 3.12.a). Les données extraites de la génératrice rouge sont illustrées plus en détail en Figure 3.17.

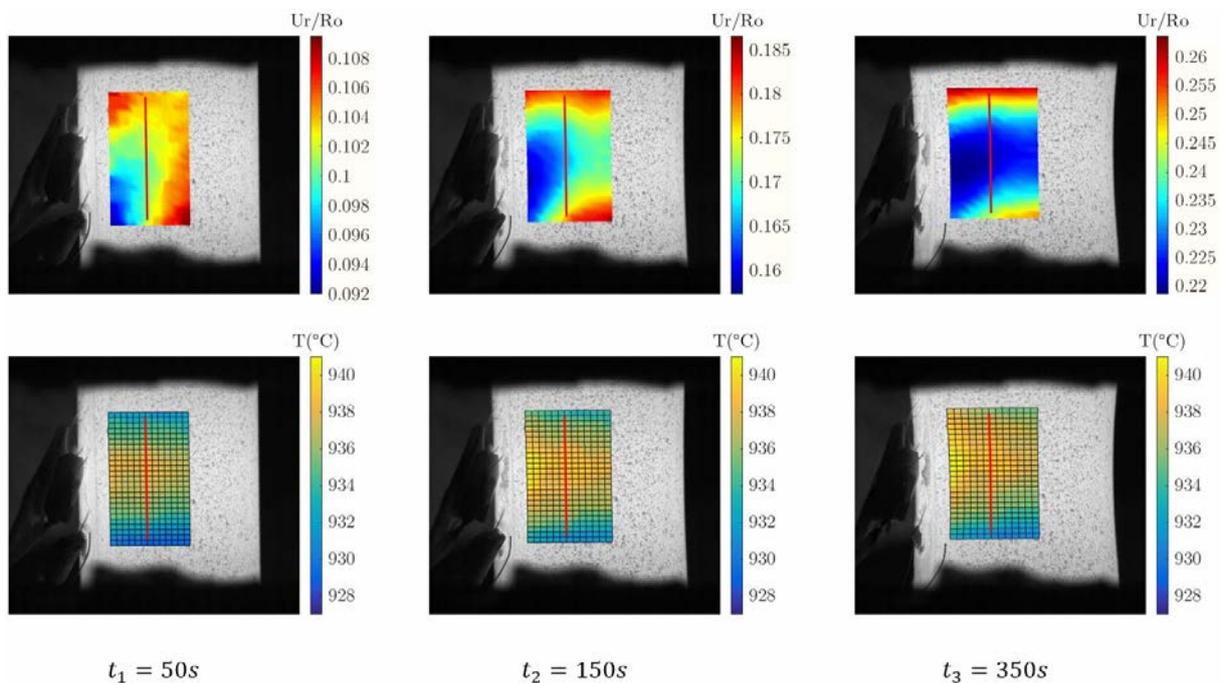


Figure 3.16 : Champs cinématiques et thermiques obtenus aux temps $\{t_1 = 50s ; t_2 = 150s ; t_3 = 350s\}$ pour un essai réalisé dans à une température de régulation de $940^{\circ}C$ et une pression interne de 11 bar (cf. Figure 3.12.b). Les données extraites de la génératrice rouge sont illustrées plus en détail en Figure 3.17.

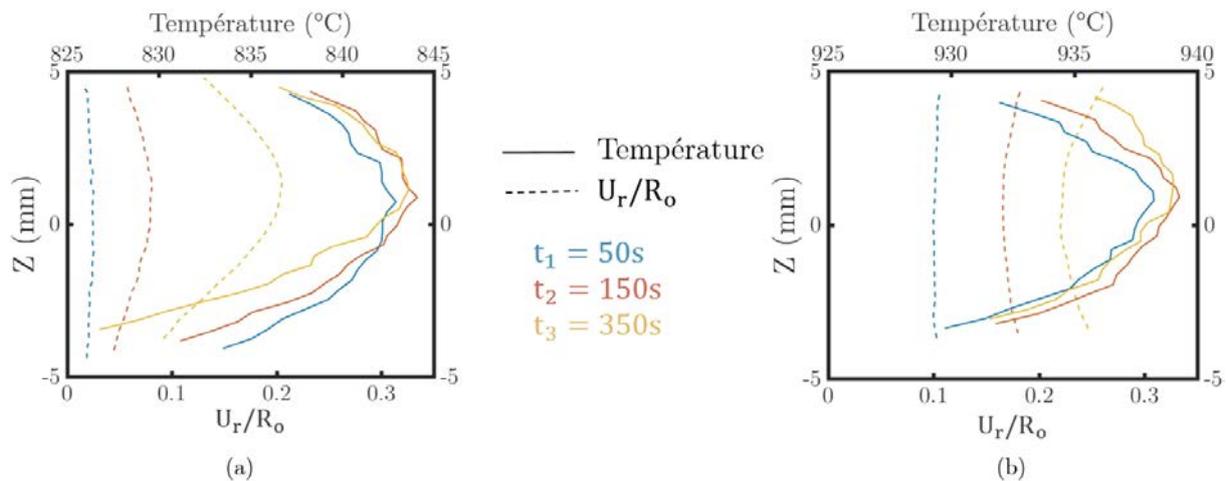


Figure 3.17 : Données thermiques et cinématiques extraites des génératrices tracées en rouge sur les Figures 3.15 et 3.16. (a) Essai α ; (b) essai $(\alpha + \beta)$.

Les données cinématiques et thermiques peuvent également être tracées sur un même graphe en fonction du temps afin de voir leur évolution au cours de l'essai. La Figure 3.18 regroupe l'évolution temporelle du déplacement radial de chaque nœud du maillage de corrélation. La température de chaque point est obtenue par thermographie PIR.

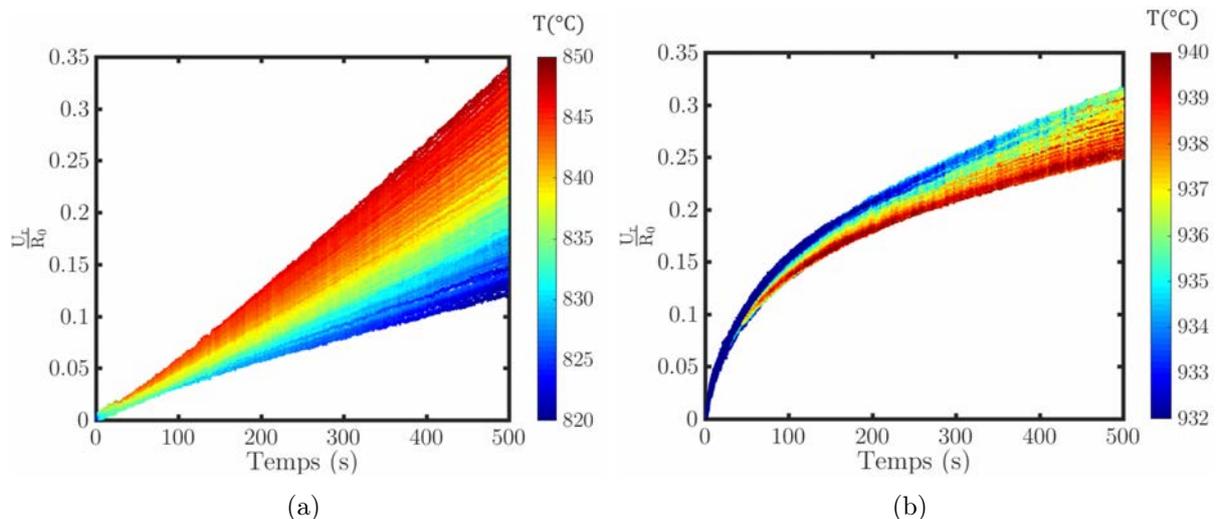


Figure 3.18 : Évolution du déplacement radial normalisé par le rayon extérieur initial R_0 pour (a) l'essai α ; et (b) l'essai biphasé. La température est obtenue par thermographie PIR.

Deux principales constatations ressortent de ces graphes. Tout d'abord, on observe sur la Figure 3.18.a que les points les plus chauds correspondent bien aux points les plus déformés et que l'inverse est obtenu sur la Figure 3.18.b. Ce régime de fluage "non-standard", où la vitesse de déformation n'est pas maximale à l'endroit le plus chaud, est responsable d'un profil d'éprouvette en forme de "butternut" en fin d'essai, caractérisé par la présence de deux zones ballonnées. La Figure 3.19 montre les éprouvettes obtenues

en fin d'essai. Un seul ballon central est présent pour l'essai α alors que deux ballons sont visibles sur l'essai biphasé. Deuxièmement, la vitesse de déformation est constante lors de l'essai α alors qu'elle diminue pendant les 150 premières secondes de l'essai biphasé.

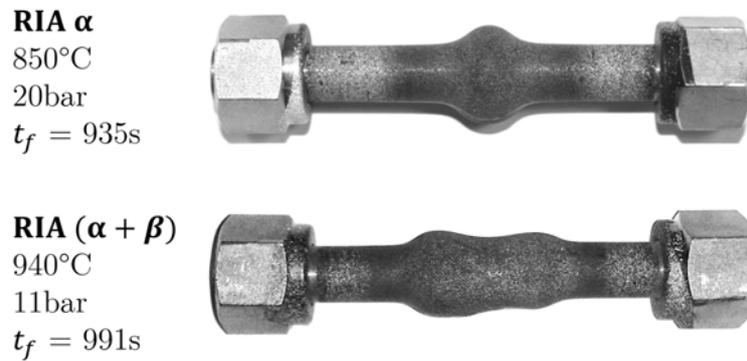


Figure 3.19 : Photo des éprouvettes en fin d'essai. t_f correspond à la durée de l'essai.

3.5 Essais type RIA réalisés

3.5.1 Matrice d'essais type RIA réalisés

La liste des essais réalisés est donnée dans le Tableau 3.1. Le domaine de température étudié s'étend de 840 à 1020°C, de façon à couvrir l'ensemble du domaine biphasé lors d'un transitoire thermique rapide. La vitesse de chauffe moyenne lors des essais est d'environ 1260°C/s. Deux niveaux de pression, de 7 et 11 bar, ont été testés¹. Ces valeurs permettent d'obtenir des vitesses de déformation suffisantes pour les essais réalisés aux basses températures (840°C), sans avoir un éclatement instantané aux hautes températures (1020°C). D'autre part, la proximité des deux valeurs permet d'envisager l'activation d'un même mécanisme de fluage lors des essais. Toutes ces expériences ont suivi le protocole détaillé en Figure 3.4.a. La température moyenne de la ROI, la valeur moyenne du transitoire thermique obtenue, la distribution thermique dans la ROI à $t = 10s$ et les valeurs d'overshoots sont données dans le Tableau 3.1. L'auteur rappelle que la température est constamment maximale au centre de la gaine lors des essais, et qu'elle décroît vers les mors où la température est d'environ 500°C.

1. À l'état non déformé et en assimilant l'éprouvette à un cylindre à paroi mince, la contrainte σ dans la gaine peut être approximée telle que $\sigma = P.R_0/e$, où R_0 est le rayon extérieur de la gaine et e est l'épaisseur de la gaine. Les niveaux de pression de 7 et 11 bar mènent alors respectivement à des niveaux de contraintes d'environ 5 et 8MPa.

P_i (bar)	Exp. no	T_{ROI} (°C)	dT/dt (°C/s)	OS^+ (°C)	ΔT (°C)
7	RIA 17	853	1285	24	841 - 863
	RIA 31	870	1271	7	864 - 878
	RIA 16	890	1240	17	883 - 899
	RIA 28	909	1235	1	902 - 917
	RIA 23	925	1280	12	914 - 937
	RIA 15	954	1216	0	942 - 967
	RIA 25	968	1264	4	963 - 975
	RIA 22	977	1295	0	965 - 994
	RIA 24	999	1263	29	994 - 1009
	RIA 26	1009	1222	0	1002 - 1019
11	RIA 08	854	1210	22	844 - 865
	RIA 30	868	1291	20	861 - 877
	RIA 09	880	1247	16	872 - 893
	RIA 21	883	1334	18	870 - 891
	RIA 29	906	1310	4	895 - 915
	RIA 11	928	1232	2	918 - 935
	RIA 07	933	1218	9	923 - 938
	RIA 14	953	1245	0	945 - 964
	RIA 18	957	1226	0	945 - 970
	RIA 19	972	1247	5	960 - 987
	RIA 20	973	1231	15	971 - 998
	RIA 10	980	1275	0	968 - 983
	RIA 12	1001	1223	1	993 - 1004
	RIA 27	1015	1310	7	991 - 1035

Tableau 3.1 : Essais réalisés en conditions représentatives de la phase post-DNB sur des gaines en Zircaloy-4 détendu. T_{ROI} représente la température moyenne de la ROI à $t = 10s$. dT/dt est la valeur moyenne du transitoire obtenu, OS^+ est l'écart entre la température maximale atteinte en fin de transitoire et la température de régulation (cf. Figure 3.13), ΔT est la distribution thermique dans la ROI à $t = 10s$.

3.5.2 Résultats des essais RIA

La Figure 3.20 montre l'évolution du déplacement radial normalisé par le rayon initial obtenu au centre de la ROI lors des essais.

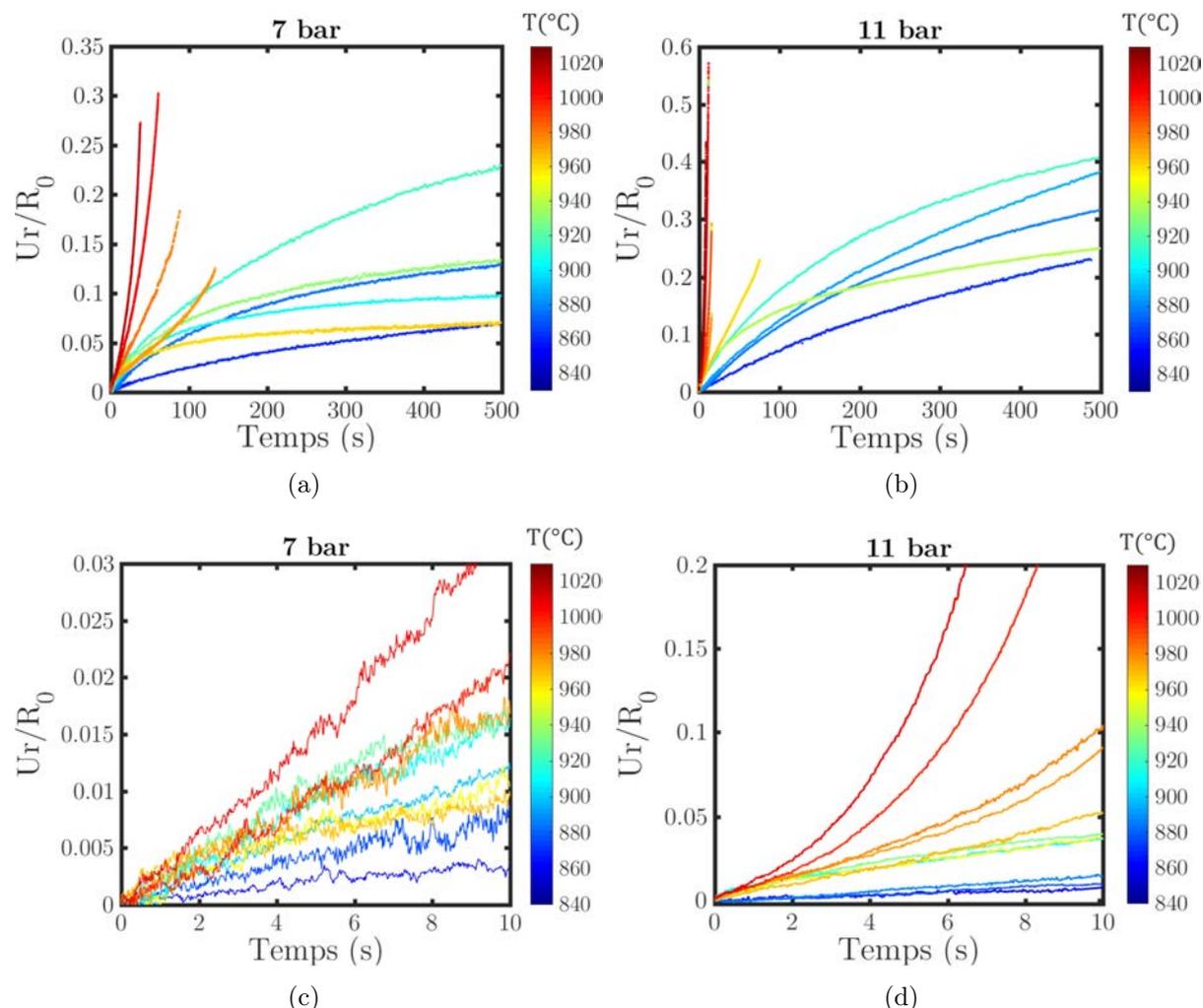


Figure 3.20 : Évolution du déplacement radial normalisé par le rayon obtenu au centre de la ROI. (a) Résultats des réalisés à 7 bar pendant les 500 premières secondes ; (b) résultats des réalisés à 11 bar pendant les 500 premières secondes ; (c) résultats des réalisés à 7 bar pendant les 10 premières secondes ; (d) résultats des réalisés à 11 bar pendant les 10 premières secondes. La température est obtenue à chaque image par thermographie PIR.

Un fluage primaire est obtenu pour les températures inférieures à 960°C . Au-delà, un fluage tertiaire est observé très tôt dans les essais. Cette transition concorde avec le passage du domaine biphasé au domaine β identifié au chapitre 2. Le comportement dans le domaine biphasé semble complexe au vu des courbes qui se croisent. Dans la suite, seules les 10 premières secondes des essais sont analysées puisque ce temps est représentatif de la durée de la phase post-DNB d'un accident RIA. Le régime stationnaire n'est pas encore atteint mais des observations générales peuvent néanmoins être faites. Une extension est proposée au chapitre 4, afin de considérer les temps plus longs.

La Figure 3.21 rassemble les vitesses de déplacement radial normalisées par le rayon initial extérieur en fonction de la température. Ces vitesses ont été obtenues en linéarisant les déplacements pendant les 10 premières secondes des essais. Chaque point correspond à un nœud du maillage de corrélation d'un essai. La température correspond à la valeur moyenne obtenue pendant les 10 premières secondes. L'évolution de la fraction de phase β est également tracée suivant l'équilibre de Forgeron [1] et suite à un essai de dilatométrie réalisé à $1200^\circ\text{C}/\text{s}$. Par la suite, f_β^{eq} et $f_\beta^{1200^\circ\text{C}/\text{s}}$ font respectivement référence aux fractions de phase β obtenues à l'équilibre et pendant un transitoire de $1200^\circ\text{C}/\text{s}$.

Comme cela pouvait être attendu, les essais réalisés à 11 bar mènent à des vitesses de déformation plus importantes que les essais réalisés à 7 bar. D'autre part, une tendance similaire est obtenue pour l'évolution de la vitesse de déplacement radial entre les deux niveaux de pression. Une bonne reproductibilité est observée entre les essais réalisés à des températures identiques : {RIA 09; RIA 21}, {RIA 11; RIA 07}, {RIA 14; RIA 18} , {RIA 19; RIA 20; RIA 10}.

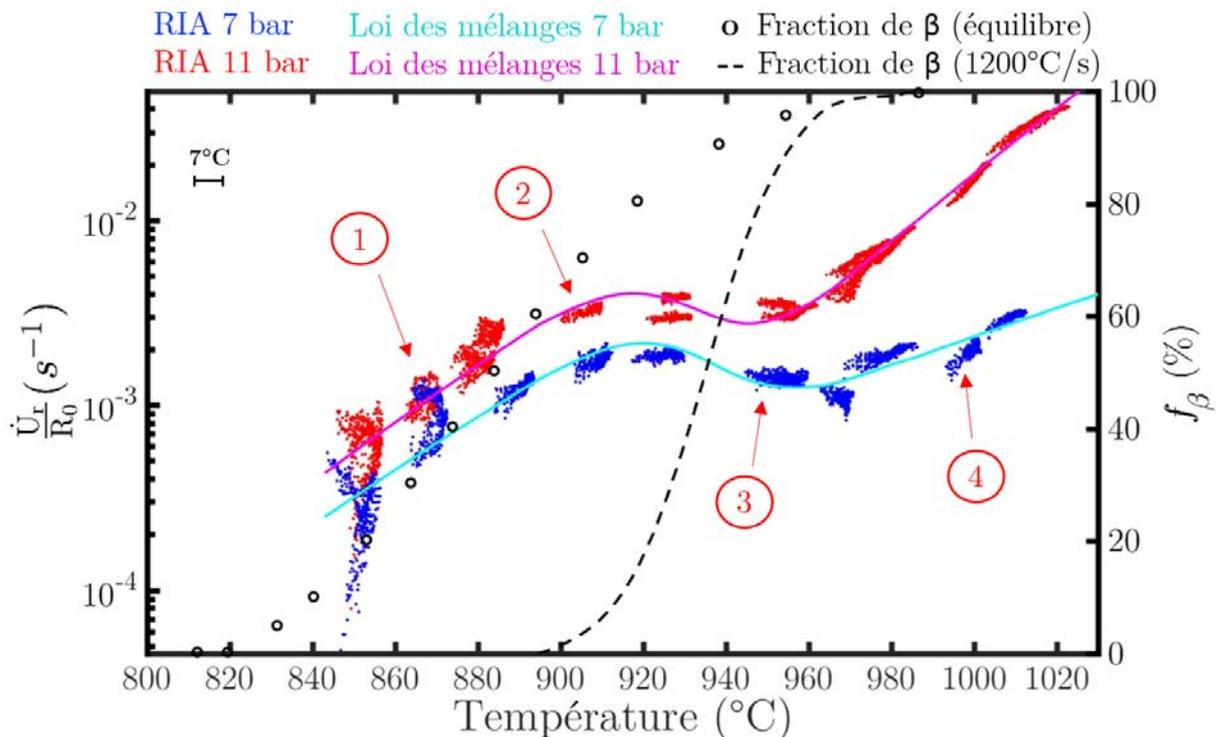


Figure 3.21 : Vitesse de déplacement radial moyenne sur les 10 premières secondes, normalisée par le rayon initial. La fraction de phase β , f_β , est donnée en conditions d'équilibre suivant les données de Forgeron [1] et en conditions anisothermes pour un essai réalisé à $1200^\circ\text{C}/\text{s}$ sur le dispositif GLEEBLE-3500. Les éprouvettes issues des essais labellisés sont présentées en Figure 3.1.

Trois domaines de comportement au fluage peuvent être identifiés sur la Figure 3.21 en fonction de la fraction de phase obtenue lors d'une chauffe à $1200^\circ\text{C}/\text{s}$.

- Le premier domaine est défini de 840 à 910°C ; *i.e.* dans le domaine α et le bas du domaine biphasé ($f_\beta^{1200^\circ\text{C}/\text{s}} \leq 10\%$). Dans ce domaine, la vitesse de déformation augmente avec la température, ce qui mène à la présence d'un unique ballon

central sur les éprouvettes. Cela est visible sur l'éprouvette issue du test référencé avec le label ① sur la Figure 3.21, présentée en Figure 3.22. Dans le haut de ce domaine (vers 900°C), la vitesse de déformation est peu sensible à la température. L'éprouvette labellisée ② a été testée à 905°C environ. Un large ballon est obtenu au centre. Ce profil est caractéristique du passage du premier au deuxième domaine de comportement identifié.

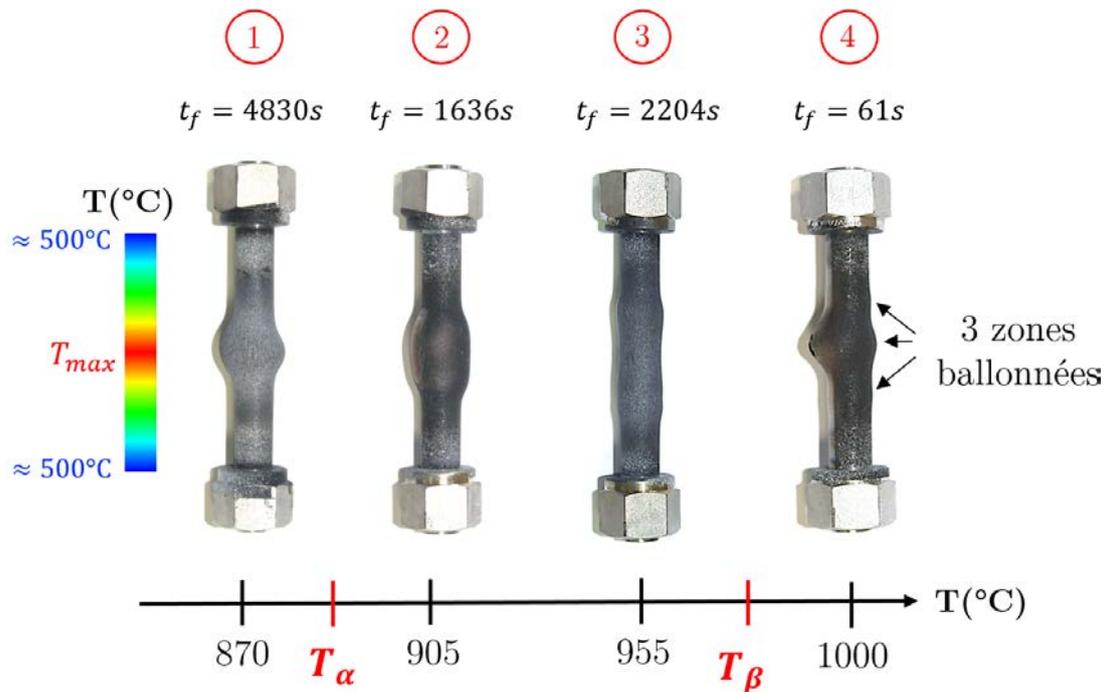


Figure 3.22 : Photos d'éprouvettes obtenues suite aux essais labellisés en Figure 3.21. t_f correspond à la durée des essais. T_α et T_β correspondent aux bornes du domaine biphasé lors d'un transitoire thermique de 1200°C/s.

- Le deuxième domaine est défini de 910 à 970°C ; *i.e.* entre $f_\beta^{1200^\circ\text{C/s}} \simeq 10\%$ et $f_\beta^{1200^\circ\text{C/s}} \simeq 100\%$. Dans cette plage de température, le comportement s'inverse : la vitesse de déformation diminue alors que la température augmente. Cela mène à la présence de 2 zones plus ballonnées sur les éprouvettes. Les éprouvettes obtiennent alors une forme de butternut en fin d'essai. Ce profil de déformation est visible sur l'éprouvette labellisée ③, obtenue lors d'un test réalisé à une température de régulation de 955°C et une pression interne de 7 bar. Il est également visible sur l'éprouvette ($\alpha + \beta$) présentée en Figure 3.19.
- Le troisième domaine est défini pour les températures supérieures à 970°C, *i.e.* dans le domaine monophasé β . À partir de 970°C, la vitesse de fluage augmente avec la température. Trois zones de plus grandes déformations sont obtenues sur les éprouvettes testées dans ce domaine : un ballon central et deux ballons localisés de part et d'autre du centre. Ces trois zones sont visibles sur l'éprouvette labellisée ④ en Figure 3.22. Les deux petits ballons observés sont dus à la présence du deuxième domaine de fluage, où la vitesse de déformation est plus importante aux plus faibles températures.

3.5.3 Analyses métallographiques des échantillons

Suite aux essais, des coupes axiales et radiales ont été réalisées sur les échantillons et ont été observées au microscope optique (KEYENCE VHX-6000). Ces analyses ne permettent pas de quantifier la proportion de phase dans le matériau mais mettent en évidence la transition $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$. La vitesse de refroidissement obtenue lors des essais en coupant la puissance du générateur est d'environ $-50^\circ\text{C}/\text{s}$.

La Figure 3.23 présente les microstructures observées sur l'échantillon "RIA 25" suite à une coupe axiale située dans la zone observée par les caméras. Ce test a duré 135 secondes avec une température de régulation de 968°C et une pression interne de 7 bar. Les températures maximales atteintes dans les zones observées sont obtenues par thermographie PIR. La température de la zone (a) est estimée en sachant que la température au niveau des mors est d'environ 500°C .

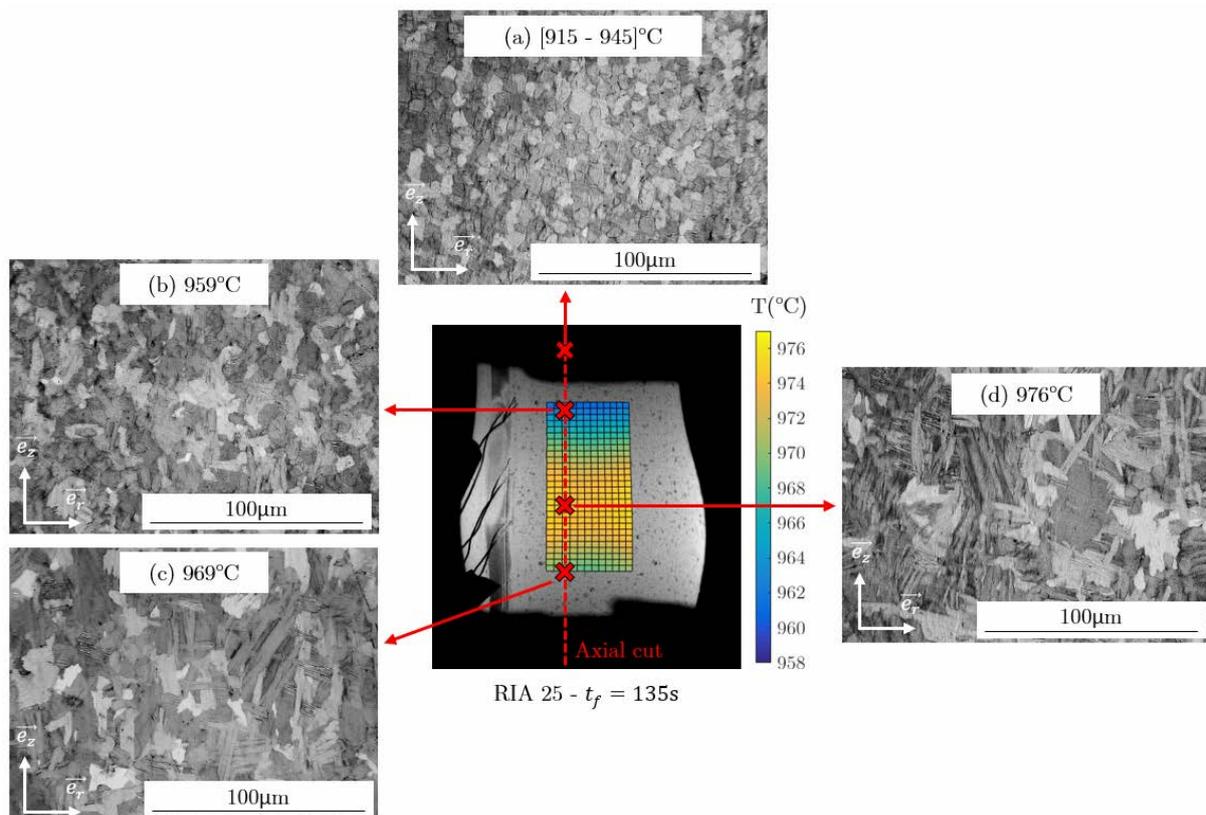


Figure 3.23 : Microstructures observées au microscope suite à une coupe axiale réalisée le long du trait rouge de l'éprouvette "RIA 25". Cet essai a duré 135 secondes. Les températures maximales atteintes dans les zones des images sont indiquées. L'image centrale montre une photo en fin d'essai avec le champ thermique calculé par thermographie PIR et les zones où ont été observées les microstructures.

Une microstructure entièrement recristallisée est obtenue dans la zone (a) composée de petits grains équiaxes. Dans la zone (b), la taille des grains est légèrement plus importante. Quelques aiguilles α enrichies en oxygène sont visibles. Une microstructure de type "paniers tressés" beaucoup plus grossière est obtenue dans les zones (c) et (d). Cette transition

de la microstructure est synonyme d'un passage dans le domaine β pur. Ces observations concordent parfaitement avec les observations du chapitre précédent (Figures 2.17, 2.18 et 2.19).

La taille des grains est peu sensible à la température entre 850 et 960°C. De petits grains équiaxes, comme ceux visibles sur la Figure 3.23.a, sont observés à ces températures. Au-delà, la taille des grains augmente de façon importante. Certains grains peuvent atteindre des tailles supérieures à 100 μm comme observé sur la Figure 3.24, où la température maximale atteinte est de 1010°C environ. Ces observations sont en bon accord avec les observations de Trégo [99] présentées en Figure 1.14.

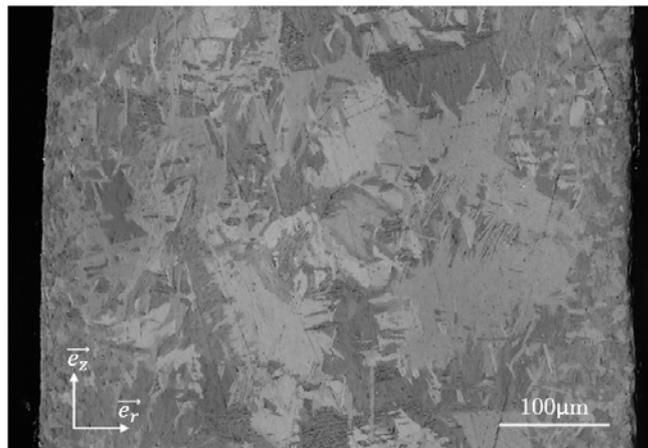


Figure 3.24 : Microstructure observée au microscope optique pour l'essai RIA 24 (coupe axiale). La température maximale atteinte est d'environ 1010°C.

3.5.4 Discussion des résultats

Le comportement du Zircaloy-4 a été étudié entre 840°C et 1020°C à l'aide d'essais de ballonnement réalisés à des pressions de 7 et 11 bar. Seules les 10 premières secondes des essais ont été analysées.

Un comportement au fluage complexe a été mis en évidence. Ce comportement est notamment caractérisé par une vitesse de déformation qui diminue alors que la température augmente entre 910 et 970°C. Cette plage de température correspond au domaine biphasé obtenu lors des essais de dilatométrie rapides présentés au chapitre 2. La microstructure obtenue post-essai dans ce domaine est recristallisée, caractérisée par de petits grains équiaxes. Des aiguilles α supposées enrichies en oxygène apparaissent vers 960°C, synonymes d'une grande proportion de phase β .

La transition de comportement au fluage observée vers 970°C sur la Figure 3.21 semble être liée au passage du matériau dans le domaine β . Cette hypothèse est en bon accord avec les résultats de dilatométrie du chapitre précédent, où la température de fin de transformation de phase a été identifiée vers 960°C. Cette hypothèse est également confortée par les analyses métallurgiques réalisées sur les éprouvettes

post-mortem. Tout comme les analyses métallurgiques réalisées au chapitre 2, une augmentation brutale de la taille des grains est observée lors du passage dans le domaine β pur. Cette transition peut s'expliquer par la transformation totale de la phase α résiduelle qui ancrerait les joints de grains et bloquait ainsi la libre croissance des grains β .

Des comportements au fluage comparables ont déjà été obtenus en conditions isothermes dans le domaine biphasé par Fréchet et Kaddour [64, 68] sur des éprouvettes en Zircaloy-4 et Zr-1%NbO. Trégo [99] observe également une diminution de la vitesse de chauffe dans le haut du domaine biphasé sur des tôles en M5. À l'instar de ces auteurs, Hunt [100] note un changement brutal du comportement lors du passage du domaine biphasé au domaine β sur des éprouvettes en Zircaloy-4.

3.5.5 Modélisation du comportement dans le domaine biphasé

Il est possible de modéliser le comportement dans le domaine biphasé en faisant l'hypothèse d'un agencement des phases en série. On obtient alors :

$$\dot{U}_r = \dot{U}_r^\alpha \cdot (1 - f_\beta) + \dot{U}_r^\beta \cdot f_\beta, \quad (3.10)$$

et

$$\Sigma = \sigma_\alpha = \sigma_\beta, \quad (3.11)$$

où \dot{U}_r , \dot{U}_r^α et \dot{U}_r^β sont respectivement la vitesse de déplacement radial homogène, la vitesse de déplacement radial dans la phase α et la vitesse de déplacement radial dans la phase β . σ_α et σ_β représentent respectivement les contraintes dans les phases α et β , et f_β représente la fraction de phase β .

En faisant l'hypothèse que le comportement au fluage de chacune des phases suit une loi de Norton et que la contrainte est constante, il est possible d'écrire :

$$\dot{U}_r^i = A_i \cdot \exp\left(\frac{B_i}{T}\right) \quad \text{avec } i = \{\alpha; \beta\}, \quad (3.12)$$

où T est la température et $\{A_i; B_i\}$ sont 4 constantes associées aux domaines α et β .

Sous l'hypothèse de petites déformations, il est alors possible d'obtenir un comportement homogénéisé en utilisant les Équations (3.10) et (3.12) avec la fraction de phase $f_\beta^{1200^\circ C/s}$. Le résultat de cette modélisation est tracé sur la Figure 3.21. Les essais à 7 et 11 bar ont été traités séparément avec une contrainte supposée identique pour l'ensemble des essais réalisés à un même niveau de pression. Cette simple loi des mélanges permet de reproduire de façon raisonnable le comportement au fluage dans le domaine biphasé. Elle est toutefois basée sur de nombreuses hypothèses : fluage de type Norton, petites déformations, pas d'effet de la contrainte sur la fraction de phase, la fraction de phase utilisée correspond à $f_\beta^{1200^\circ C/s}$, pas d'effets de structure considérés. Une modélisation plus poussée des essais doit être réalisée afin de pouvoir identifier de façon précise le comportement du matériau, notamment en prenant en compte les effets de structure dans l'échantillon. Ceci est l'objet du chapitre 4.

D'autre part, cette modélisation, qui semble encourageante à première vue, est basée sur l'hypothèse que le comportement de la phase β suit la même loi dans le domaine biphasé et le domaine β . Cela peut paraître surprenant puisque que la taille des grains augmente de façon importante lorsque la transformation est complète. Un fluage de type dislocation est souvent observé dans le domaine β lorsque la taille des grains est importante, alors qu'un fluage de type diffusion peut être plus attendu dans le domaine biphasé, puisque la contrainte est faible et que les grains sont petits. Ces essais ne permettent pas de valider avec certitude si le comportement de la phase β suit un régime de fluage similaire dans le domaine biphasé et le domaine β , ou si un mécanisme supplémentaire est à l'œuvre.

3.6 Impact du transitoire thermique et de la micro-structure initiale sur la tenue mécanique de la gaine

3.6.1 Essais à transitoire thermique lent (type APRP)

Des expériences ont été réalisées avec une vitesse de chauffe de 3°C/s afin d'étudier l'impact d'un transitoire thermique sur les propriétés mécaniques de la gaine. Ces essais ont suivi la procédure détaillée sur la Figure 3.4.b. La matrice d'essais réalisée est donnée dans le Tableau 3.2.

Exp. no	T_{ROI} ($^\circ\text{C}$)	P_i (bar)	ΔT ($^\circ\text{C}$)
APRP 10	863	11	848 - 870
APRP 08	901	11	884 - 905
APRP 04	931	7	922 - 934
APRP 06	973	7	965 - 976
APRP 11	987	11	969 - 999
APRP 09	989	7	968 - 998
APRP 13	1010	7	1003 - 1015

Tableau 3.2 : Essais réalisés en conditions de type APRP. T_{ROI} est la température au centre de la ROI à $t = 10\text{s}$; ΔT est la distribution en température dans la ROI à $t = 10\text{s}$.

Les essais APRP sont comparés aux essais RIA sur la Figure 3.25. Les points ont été obtenus de façon similaire à la Figure 3.21 sur les 10 premières secondes des essais. Il peut être observé que pour un même niveau de pression et à une même température, les éprouvettes qui ont été chauffées lentement se déforment significativement moins vite que celles qui ont subi un transitoire thermique rapide. Des écarts supérieurs à un facteur 20 peuvent être observés sur les vitesses de fluage pour des conditions nominales de chargement identiques. Comme dans le cas des essais RIA, des profils en forme de butternut ont été obtenus sur les éprouvettes testées dans le domaine biphasé. Une forte augmentation de la vitesse de déformation est également observée lors du passage dans le domaine β entre les essais "APRP 09" et "APRP 13".

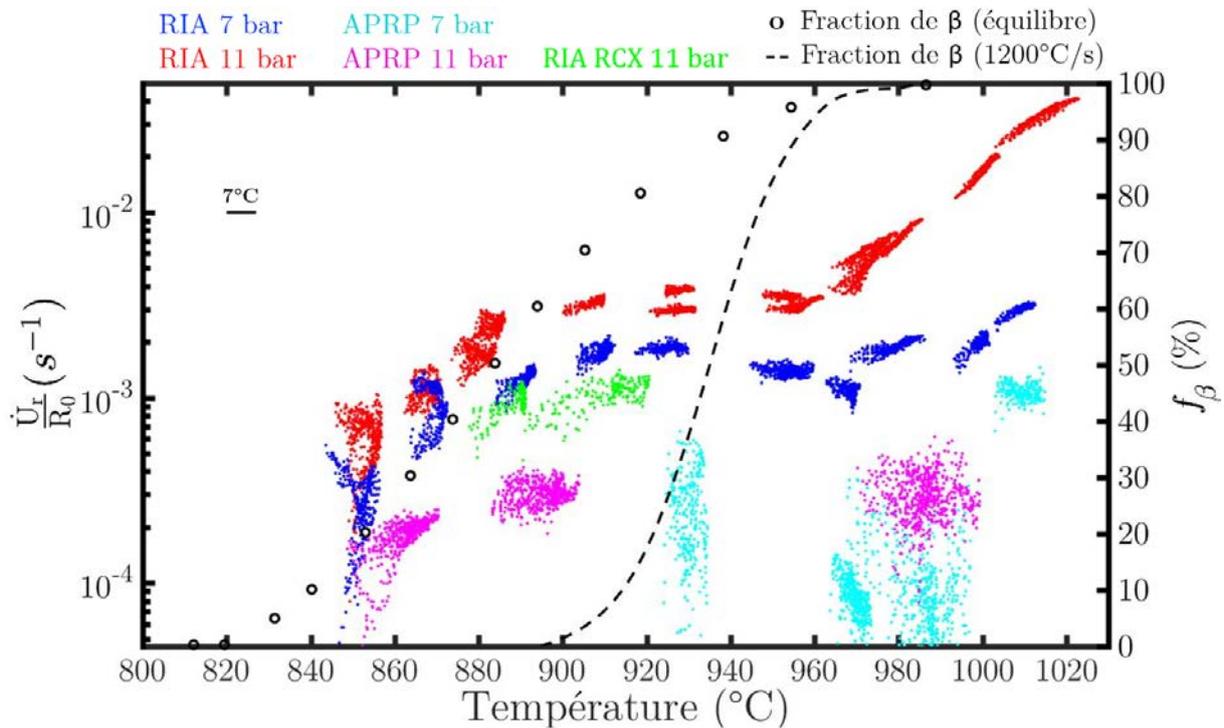


Figure 3.25 : Vitesse de déplacement radial moyenne sur les 10 premières secondes, normalisée par le rayon initial. Les essais "RIA" sont réalisés le matériau détendu ; les essais "RCX RIA" sont réalisés sur le matériau recristallisé. La fraction de phase β , f_β , est donnée en conditions d'équilibre suivant les données de Forgeron [1] et en conditions anisothermes pour un essai réalisé à 1200°C/s sur le dispositif GLEEBLE-3500.

3.6.2 Essais RIA sur matériau recristallisé

Deux essais ont été réalisés en conditions représentatives d'un RIA (cf. Figure 3.4.a) sur du Zircaloy-4 recristallisé à une pression de 11 bar. Le matériau présente à l'état initial des grains équiaxes d'une taille d'environ $8\mu\text{m}$. Le Tableau 3.3 donne des informations sur les conditions des essais.

Exp. no	T_{ROI} (°C)	dT/dt (°C/s)	OS^+ (°C)	ΔT (°C)
RCX 1	890	1192	35	879 - 891
RCX 2	919	1186	22	894 - 920

Tableau 3.3 : Essais réalisés en conditions représentatives d'un post-DNB sur des gaines en Zircaloy-4 recristallisé. La pression interne est de 11 bar. T_{ROI} représente la température moyenne de la ROI à $t = 10\text{s}$. dT/dt est la valeur moyenne du transitoire obtenu, OS^+ est l'écart entre la température maximale atteinte en fin de transitoire et la température de régulation (cf. Figure 3.13), ΔT est la distribution thermique dans la ROI à $t = 10\text{s}$.

Les résultats des essais obtenus sur les 10 premières secondes sont présentés sur la Figure 3.25. Les vitesses de fluage obtenues sont inférieures d'un facteur 3 par rapport à celles obtenues pour de mêmes conditions d'essais sur du matériau détendu. Elle sont également supérieures d'un facteur d'environ 3 par rapport aux essais réalisés sur du matériau détendu en conditions d'APRP.

3.6.3 Discussion des résultats

Suite à un transitoire thermique rapide, les vitesses de fluage obtenues sur le Zircaloy-4 détendu sont plus importantes que celles obtenues sur le matériau recristallisé. Chaieb montre en Figure 1.7 que la recristallisation du Zircaloy-4 détendu se termine vers 800°C à 430°C/s [56]. D'autre part, les essais avec trempe réalisés sur la GLEEBLE-3500 au chapitre 2 ont montré que le matériau est recristallisé à 830°C à une vitesse de chauffe de consigne de 1200°C/s. Ces observations montrent que la cinétique de recristallisation est très rapide à ces niveaux de température. Il s'ensuit que lors des essais de fluage, le matériau détendu est complètement recristallisé alors que la gaine n'est pas encore (ou très peu) déformée. Les différences observées sur les vitesses de déformation entre les gaines initialement recristallisées et détendues ne peuvent donc pas s'expliquer par le fait que l'un des deux matériaux est recristallisé et l'autre non. En revanche, rien n'indique que le matériau détendu se soit recristallisé de façon identique au matériau initialement recristallisé. La cinétique de chauffe ou l'état de contrainte peuvent être la cause de différences menant à des matériaux recristallisés distincts : taille de grains, orientations privilégiées, contraintes internes...

Nguyen [65, 70] montre que la transformation de phase du Zircaloy-4 est différente à 100°C/s entre l'état initialement détendu et l'état initialement recristallisé. À 100°C/s, le matériau détendu est recristallisé avant le début de la transformation. Les différences obtenues sur la transformation de phase sont donc dues au fait que les deux matériaux, bien qu'étant tout deux recristallisés, sont dans des états différents (microstructures, défauts, état de contraintes...).

Les éprouvettes testées en conditions d'APRP peuvent être considérées comme complètement recristallisées au-delà de 700°C (cf. Figure 1.7). Un raisonnement analogue au précédent peut être fait : bien qu'il se soit recristallisé, le matériau peut être dans un état différent du matériau initialement recristallisé et du matériau détendu qui a subi une montée rapide en température, et qui s'est alors recristallisé. La naissance de la phase β est dépendante de la cinétique de chauffe et de la microstructure du matériau. D'autre part, deux gaines à une même température peuvent avoir un comportement mécanique différent même si leur proportion de phase est identique ! Les effets de la vitesse de chauffe, de la contrainte et l'état initial du matériau peuvent mener à obtenir des morphologies de grains différentes ou à de la sélection de variants. Des analyses métallographiques supplémentaires, de types EBSD, permettraient d'apporter davantage d'informations sur la microstructure des différentes éprouvettes à chaud.

3.7 Synthèse générale sur les essais de fluage

L'enjeu de ces travaux est de mieux comprendre et décrire le comportement de la gaine en Zircaloy-4 détendu en conditions représentatives de la phase post-DNB d'un accident RIA. À ces fins, la plateforme ELLIE, préalablement utilisée pour reproduire des conditions d'APRP, a été significativement modifiée. Les principales caractéristiques du banc sont désormais :

- **Vitesse de chauffe jusqu'à 1500°C/s.**
- Pression interne jusqu'à 70bar.
- Effort axial jusqu'à ± 10 kN.
- Atmosphère contrôlée (argon ou autre mélange gazeux).
- **Mesures de champs 3D-surfaciques cinématique et thermique (couplage faible).**
- Mesures locales de la température par thermocouples et **pyromètre.**
- **Position de l'inducteur modulable.**

Les moyens de mesure de champs mis en place permettent d'appliquer des chargements complexes sur les éprouvettes, et de tirer profit de cette complexité en obtenant une grande richesse d'informations à chaque essai.

Une vingtaine d'essais ont été réalisés sur des tronçons de gaine en Zircaloy-4 détendu en conditions représentatives de la phase post-DNB. Le domaine de température étudié s'étend de 840 à 1020°C, afin de couvrir l'ensemble du domaine biphasé, dans lequel une grande sensibilité à la vitesse de chauffe était attendue. Deux niveaux de pression de 7 et 11 bar ont été testés. Ces expériences ont mis en évidence un comportement mécanique complexe lors des 10 premières secondes des essais, où trois domaines de fluage ont été identifiés :

- De 840 à 910°C ($f_{\beta}^{1200^{\circ}\text{C/s}} \leq 10\%$), le comportement est "standard" avec une vitesse de déformation qui augmente avec la température.
- De 910 ($f_{\beta}^{1200^{\circ}\text{C/s}} \simeq 10\%$) à 970°C ($f_{\beta}^{1200^{\circ}\text{C/s}} \simeq 100\%$), la vitesse de fluage diminue alors que la température augmente. Cela mène à un profil d'éprouvette en forme de butternut en fin d'essai, caractérisé par la présence de deux zones ballonnées.
- Au-delà de 970°C, le comportement change brusquement et peut à nouveau être vu comme "standard" avec une vitesse de déformation qui augmente avec la température. Trois zones ballonnées sont obtenues en fin d'essai sur les éprouvettes testées dans ce domaine.

Des comportements comparables ont déjà été observés dans la littérature lors d'essais représentatifs d'APRP [64, 68, 99, 100]. Les domaines de fluage identifiés semblent être corrélés à la fraction de phase présente dans le matériau lors d'une chauffe rapide. Une simple loi des mélanges, basée sur une hypothèse d'agencement des phases en série, permet de reproduire les tendances observées sur le domaine de température étudié. Une modélisation plus précise des essais est proposée au chapitre 4 par la méthode des éléments finis afin de prendre en compte les effets de structure présents lors des essais.

Des analyses métallographiques ont également été menées sur les éprouvettes en fin d'essai. Pour des températures inférieures à 960°C, de petits grains équiaxes sont observés, synonymes d'une recristallisation du matériau. Une augmentation brutale de la taille des grains se produit aux alentours de 970°C avec l'apparition d'aiguilles enrichies en éléments alphas. Ces observations concordent parfaitement avec le passage du deuxième au troisième domaine de fluage identifié et avec la transition du domaine biphasé au domaine β observée au chapitre 2.

Afin d'étudier l'impact d'un transitoire thermique sur la tenue mécanique de la gaine, des essais en conditions représentatives d'un APRP ont également été réalisés. Les éprouvettes ayant subi un transitoire thermique rapide présentent une résistance au fluage bien moindre que celles ayant été chauffées lentement. Des différences sur les vitesses de fluage supérieures à un facteur 20 peuvent être observées pour un même niveau de pression et à une même température.

Des essais ont également été réalisés en conditions d'accident RIA sur des gaines en Zircaloy-4 recristallisé. Les vitesses de fluage obtenues sont situées entre celles obtenues dans de mêmes conditions avec un matériau initialement détendu et celles obtenues en conditions d'APRP avec un matériau détendu. Il a été démontré, grâce aux observations métallographiques et aux résultats de [56, 65, 70], que le phénomène de recristallisation ne peut pas expliquer à lui seul ces différences. D'autres mécanismes, dépendant de la cinétique thermique et de l'état initial du matériau, doivent être à l'œuvre. Des analyses métallurgiques plus approfondies, comme de l'EBSI par exemple, permettraient d'apporter plus d'informations sur ces phénomènes.

Les expériences réalisées lors de ces travaux ne permettent pas de couvrir l'ensemble des conditions que subit la gaine en situations réelles d'accident RIA, bien au contraire. Pour ne citer qu'un exemple, rien ne permet d'affirmer que la restauration des défauts d'irradiation ait le temps de se produire avant que la gaine ne se déforme si celle-ci est sujette à un transitoire thermique rapide. D'autre part, étudier l'impact de différentes vitesses de chauffe sur le comportement au fluage de la gaine serait intéressant afin de voir si le phénomène de saturation observé sur la transformation de phase au chapitre 2 se retrouve dans le comportement au fluage de la gaine.

Chapitre 4

Modélisation des essais de fluage & identification

Les essais de fluage réalisés en conditions de post-DNB sont modélisés par la méthode des éléments finis. Les essais n'étant pas axisymétriques, seule la ROI est représentée. Cette modélisation est basée sur la mise en place d'une cinématique de Love-Kirchhoff dans la section de la gaine. Le comportement au fluage du matériau est décrit à l'aide d'une loi des mélanges basée sur une hypothèse d'agencement des phases en série. Les paramètres sont identifiés par la méthode de recalage par éléments finis (FEMU). Le protocole d'identification et les hypothèses ont été vérifiés sur un cas virtuel représentatif des essais réalisés. Un faible impact des effets de structure lors des essais de fluage est mis en évidence. Une ouverture de modélisation au temps plus long est finalement proposée en prenant en compte l'évolution de la taille des grains dans la loi de fluage.

Sommaire

4.1	Introduction	103
4.2	Mise en place de la méthode FEMU	104
4.2.1	Modélisation de la ROI	104
4.2.2	Chargement et conditions aux limites	104
4.2.3	La méthode FEMU	107
4.3	Application à un cas test virtuel	108

4.3.1	Description du cas virtuel	108
4.3.2	Résultats et analyses	110
4.3.3	Discussion des résultats	113
4.4	Identification d'une loi de fluage	114
4.4.1	Modélisation des essais	114
4.4.2	Initialisation du jeu de paramètres	114
4.4.3	Résultats de l'identification par la méthode FEMU	115
4.4.4	Sensibilité des paramètres de la loi	118
4.4.5	Validation sur un essai à 9 bar	118
4.4.6	Couplage de la loi de fluage au modèle de changement de phase . . .	119
4.4.7	Discussion des résultats	122
4.5	Prise en compte de la taille des grains	124
4.5.1	Impact de la taille des grains sur le fluage du Zircaloy-4	124
4.5.2	Identification & résultats	125
4.5.3	Discussion des résultats	128
4.6	Synthèse générale sur le comportement au fluage de la gaine . .	128

4.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'identifier un modèle de comportement permettant de représenter le fluage de la gaine dans des conditions représentatives de la phase post-DNB d'un RIA. Les techniques d'identification ont connu un essor important ces dernières années avec l'apparition des méthodes de mesure de champs [168, 179, 180]. L'enjeu est d'exploiter au maximum la richesse des essais, afin d'avoir une identification plus robuste et moins coûteuse (en nombre d'essais) que celle réalisable avec des mesures locales. Il n'est pas uniquement envisageable de caractériser les paramètres d'une loi de comportement, il est aussi possible d'identifier les conditions aux limites lors des essais [181] ou le facteur d'intensité de contraintes par exemple [182]. Si l'on s'intéresse aux champs de sensibilité [176], la géométrie des échantillons peut également être optimisée, de façon à augmenter la sensibilité des éprouvettes en fonction des paramètres recherchés [183, 184].

Des effets de structure importants peuvent avoir lieu lors des essais de fluage réalisés au chapitre 3, notamment pour les essais situés dans le domaine β où les vitesses de déformation sont importantes. Il devient alors difficile de connaître l'état de contrainte dans les échantillons. Afin de prendre en compte ces effets de structure, les essais de fluage réalisés en conditions de post-DNB sur le matériau détendu ont été modélisés par la méthode des éléments finis sur le logiciel Abaqus. Les essais n'étant pas axisymétriques, seule la zone observée par les caméras (ROI¹), où les champs cinématique et thermique sont connus, a été modélisée [185].

La modélisation de la ROI a permis la mise en place d'une procédure d'identification par la méthode de recalage par éléments finis, plus communément appelée FEMU² [154, 186–190]. La modélisation et la procédure d'identification ont tout d'abord été validées sur un cas virtuel représentatif des essais. La sensibilité des essais a également été étudiée. Une loi de comportement au fluage, tenant compte de la fraction de phase présente dans le matériau, est identifiée sur l'ensemble des essais réalisés en conditions de post-DNB sur le matériau détendu. Ce modèle est caractérisé en utilisant les 10 premières secondes des essais, ce qui correspond au temps caractéristique de la phase post-DNB d'un RIA. Une ouverture visant à modéliser le fluage primaire des gaines à plus long terme est proposée en fin de chapitre, en prenant en compte l'évolution temporelle de la taille des grains.

Ce chapitre commence par présenter la modélisation mise en place ainsi que la méthode FEMU. Les résultats de l'identification sur un cas virtuel et sur les essais réalisés sont ensuite présentés. La prise en compte de la taille des grains dans la loi de fluage est finalement discutée.

1. ROI : *Region Of Interest*
2. FEMU : *Finite Element Model Updating*

4.2 Mise en place de la méthode FEMU

4.2.1 Modélisation de la ROI

Le chargement thermique lors des essais de fluage ne permet pas de mettre en place une modélisation axisymétrique, seule la ROI est donc modélisée. D'autre part, l'état de contrainte dans l'éprouvette ne permet pas l'utilisation d'éléments coques et nécessite une représentation 3D de la gaine. Le maillage de corrélation d'images utilisé pour réaliser les mesures de champs est "extrudé", afin d'obtenir un maillage 3D de la ROI (cf. Figure 4.1). Les éléments utilisés sont des briques "C3D8I" [191] (éléments linéaires à intégration complète avec correction des modes de verrouillage) du logiciel Abaqus. Deux mailles sur tout le pourtour du maillage de corrélation ne sont pas prises en compte, afin de calculer les rotations et minimiser les erreurs de corrélation, qui sont plus importantes sur le bord du maillage. Afin d'avoir une modélisation convergée, le maillage éléments finis (EF) est raffiné par rapport à celui de corrélation d'images. 6 éléments sont utilisés dans l'épaisseur de la gaine pour obtenir la convergence du maillage (la taille moyenne d'un élément est de $95\mu\text{m}$). Les dimensions moyennes de la ROI sont une portion de cylindre de 40° d'arc de cercle, de 9mm de hauteur et de 0,57mm d'épaisseur.

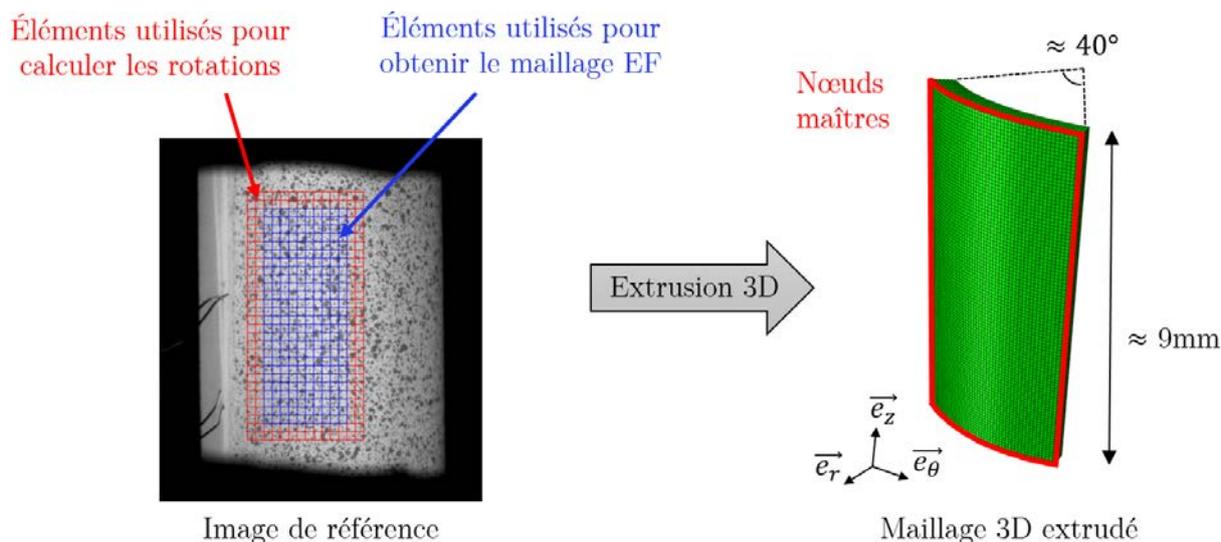


Figure 4.1 : Extrusion du maillage de corrélation pour obtenir le maillage éléments finis (EF). Les éléments en rouge ne sont pas pris en compte et sont utilisés pour calculer les rotations sur les bords du maillage (dimensions non à l'échelle).

4.2.2 Chargement et conditions aux limites

La température est imposée à chaque nœud et à chaque pas de temps, en utilisant le champ thermique obtenu lors des essais en surface externe de l'éprouvette par thermographie PIR. La température est supposée homogène dans l'épaisseur de la gaine. Cette hypothèse a été vérifiée en modélisant le système de chauffage par induction, comme détaillé dans l'Annexe C. Ces calculs ont mis en évidence une distribution thermique inférieure à 2°C dans l'épaisseur de l'échantillon lors de la montée en température et

négligeable lors du plateau thermique. La pression interne enregistrée pendant les essais est appliquée en surface interne de la gaine.

Les déplacements U_r , U_θ et U_z , obtenus par stéréo-corrélation, sont appliqués aux nœuds extérieurs du pourtour de la zone maillée (nœuds maîtres des Figures 4.1 et 4.2). La stéréo-corrélation mène à des niveaux de bruit sur les déplacements d'environ $1\mu\text{m}$ dans le plan image et de $5\mu\text{m}$ hors plan image. Afin de ne pas générer de concentrations de contraintes et augmenter la vitesse de convergence des calculs, les déplacements utilisés pour appliquer les conditions aux limites (CL) sont lissés à l'aide de surfaces polynomiales de degré 5 décrites telles que :

$$P(\theta, z) = P_{00} + P_{10}.\theta + P_{01}.z + P_{20}.\theta^2 + P_{11}.\theta.z + P_{02}.z^2 + P_{30}.\theta^3 + P_{21}.\theta^2.z + P_{12}.\theta.z^2 + P_{03}.z^3 + P_{40}.\theta^4 + P_{31}.\theta^3.z + P_{22}.\theta^2.z^2 + P_{13}.\theta.z^3 + P_{04}.z^4 + P_{50}.\theta^5 + P_{41}.\theta^4.z + P_{32}.\theta^3.z^2 + P_{23}.\theta^2.z^3 + P_{14}.\theta.z^4 + P_{05}.z^5, \quad (4.1)$$

où θ et z sont respectivement la position angulaire et axiale des nœuds en coordonnées cylindriques, et P_{ij} sont les coefficients de la surface polynomiale.

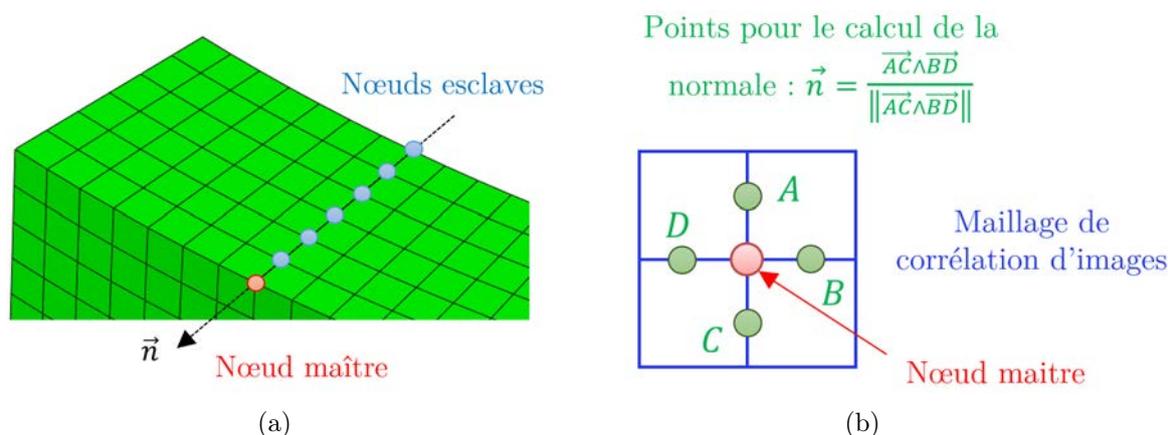


Figure 4.2 : Application des conditions aux limites sur le pourtour de la zone maillée : (a) conditions aux limites dans la section : U_r , U_θ et U_z sont imposés sur le nœud maître, les nœuds esclaves sont contraints par une cinématique de Love-Kirchhoff à rester sur la normale \vec{n} ; (b) calcul de la normale.

Un exemple de lissage est présenté en Figure 4.3.a pour le déplacement radial. Le degré élevé des surfaces polynomiales mène à des erreurs moyennes induites par le lissage comprises entre 1 et 1,5 fois le niveau de bruit. Une cartographie de l'erreur, normalisée par le niveau de bruit, est présentée comme exemple en Figure 4.3.b.

Les déplacements des nœuds internes de la section du pourtour (nœuds esclaves de la Figure 4.2.a) sont contraints par une cinématique de Love-Kirchhoff, *i.e.* la section reste plane et perpendiculaire à la ligne neutre. Afin d'appliquer cette condition, la normale à la section \vec{n} est calculée à chaque nœud maître et à chaque pas de temps via les coordonnées des voisins, obtenues par stéréo-corrélation (Figure 4.2.b). Les nœuds esclaves sont

contraints de rester en tout temps sur leur normale respective, tout en gardant leur degré de liberté suivant cette normale. La Figure 4.4 résume les conditions appliquées sur la modélisation éléments finis des essais.

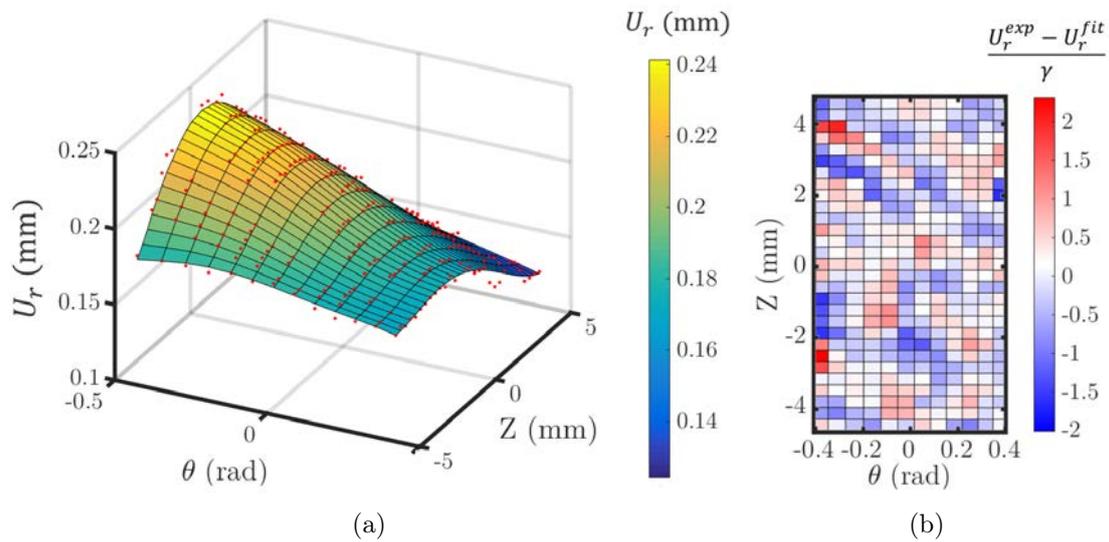


Figure 4.3 : Lissage des déplacements par une surface polynomiale : (a) exemple d'application sur le déplacement radial U_r , les points rouges correspondent aux données expérimentales; (b) cartographie de l'erreur, entre les déplacements radiaux expérimentaux U_r^{exp} et les déplacements radiaux lissés U_r^{fit} , normalisée par l'écart-type du bruit γ .

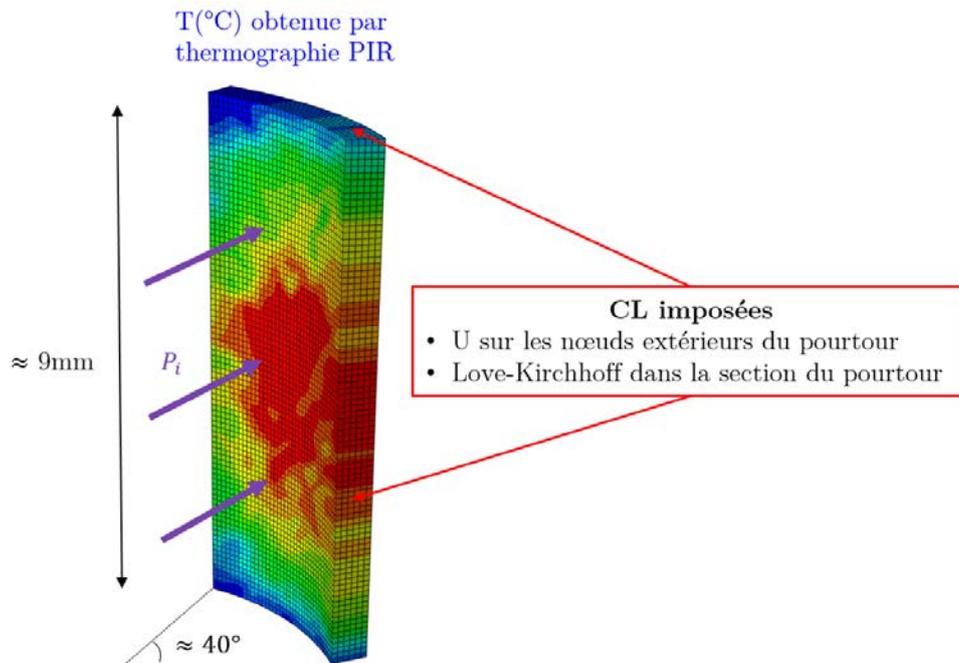


Figure 4.4 : Conditions appliquées lors de la modélisation des essais. Le champ de couleur sur la ROI représente un exemple de champ thermique obtenu par thermographie PIR.

4.2.3 La méthode FEMU

Une identification par la méthode de recalage par éléments finis (FEMU) a été mise en place pour identifier le comportement au fluage de la gaine en prenant en compte les effets de structure lors des essais. Le principe général de la méthode est décrit en Figure 4.5. Un algorithme de minimisation itératif permet d'identifier le jeu de paramètres λ , afin de faire concorder les résultats numériques et expérimentaux. Un jeu de paramètres λ_0 est utilisé pour initialiser le processus.

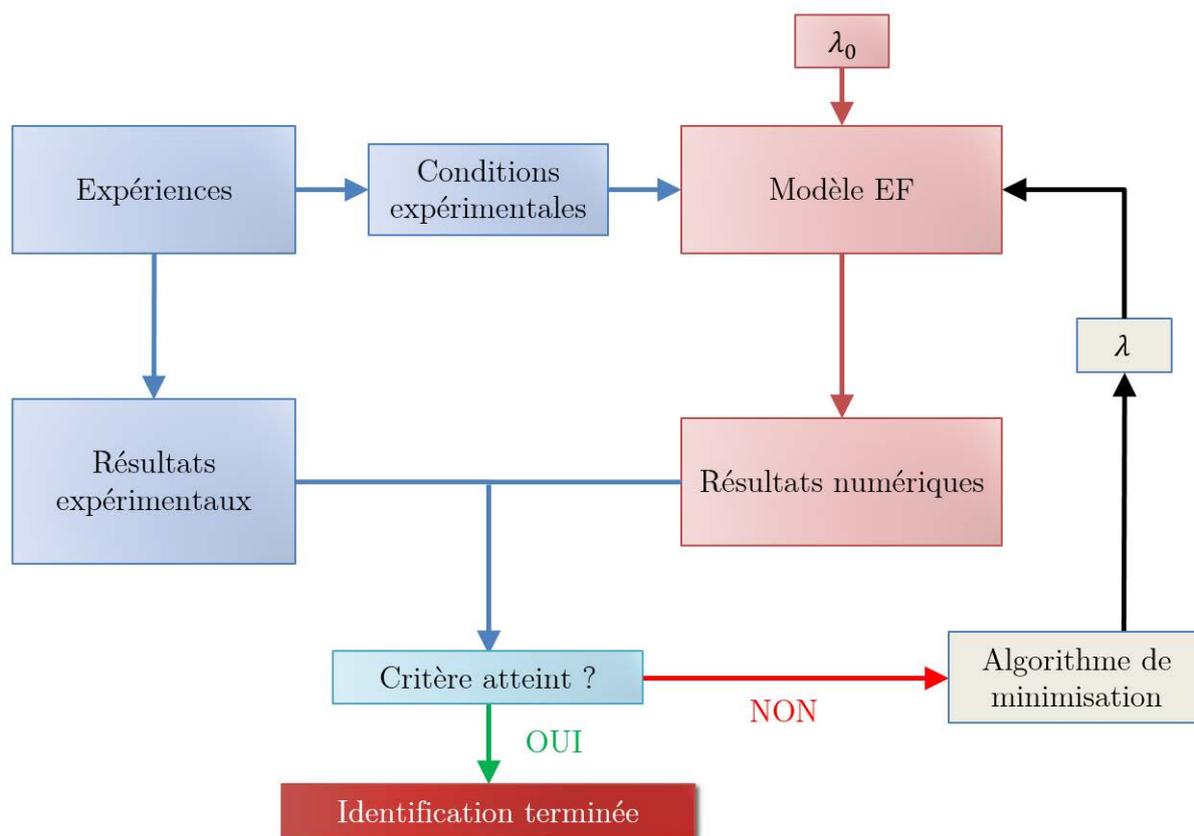


Figure 4.5 : Principe général de la méthode FEMU.

Cette méthode est basée sur la minimisation d'une fonction coût, classiquement définie comme suit :

$$er^2(\lambda) = \frac{1}{N \cdot \gamma^2} (U_{exp} - U_{num}(\lambda))^t \cdot (U_{exp} - U_{num}(\lambda)), \quad (4.2)$$

où U_{exp} rassemble les déplacements obtenus par stéréo-corrélation, $U_{num}(\lambda)$ est le champ de déplacements en surface externe de l'échantillon calculé numériquement à l'aide du jeu de paramètres λ , N est la taille du vecteur U_{exp} et γ est l'écart type du bruit de mesure sur les déplacements. Cette expression permet d'obtenir une erreur égale à l'unité si les écarts entre les calculs et les essais sont uniquement dus au bruit.

En pratique, la minimisation de cette fonction coût est souvent réalisée à l'aide d'un algorithme de Newton-Gauss, où la réactualisation des paramètres $\delta\lambda$ peut être écrite telle que :

$$\delta\lambda = H^{-1} J^t (U_{exp} - U_{num}(\lambda)). \quad (4.3)$$

Avec J la matrice de sensibilité des paramètres (*i.e.*, $\delta U_{num} = J\delta\lambda$), et H la matrice Hessienne approchée ($H = J^t J$).

4.3 Application à un cas test virtuel

4.3.1 Description du cas virtuel

Afin de valider la méthode et l'hypothèse d'une cinématique de Love-Kirchhoff, un cas virtuel a été mis en place. 5 essais, pour lesquels l'ensemble de la gaine a été modélisée, sont simulés. 6 éléments "C3D8I" sont utilisés dans l'épaisseur. La Figure 4.6 présente le modèle et les conditions de chargement. La température axiale de la gaine est imposée à l'aide d'une fonction polynomiale quadratique, où la température aux extrémités est égale à 500°C et la température au centre est maximale. Afin d'être représentatif des essais, une distribution thermique de 25°C est imposée circonférentiellement.

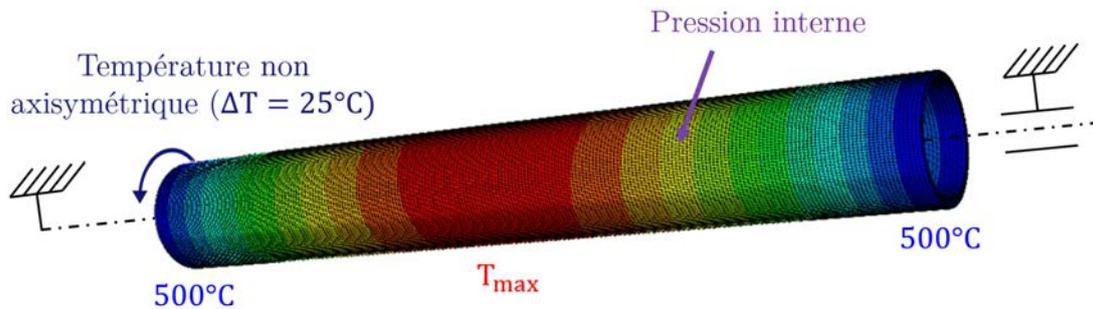


Figure 4.6 : Modèle d'essai virtuel.

Une loi de fluage de type Norton, rappelée en Équation (4.4), est utilisée pour décrire le comportement au fluage du matériau. Le jeu de paramètres de référence λ_{ref} est donné dans le Tableau 4.1.

$$\dot{p}_{eq} = A \cdot \sigma_{eq}^n \cdot \exp\left(\frac{-Q}{R.T}\right), \quad (4.4)$$

où \dot{p}_{eq} est la vitesse de fluage équivalente, σ_{eq} est la contrainte au sens de von Mises, R est la constante des gaz parfaits et T est la température.

Le coefficient de Poisson est posé égal à 0,342 et le module de Young E est décrit suivant l'Équation (4.5) [49]. Les conditions nominales de pression interne et de température maximale imposées pour les cinq essais sont détaillées dans le Tableau 4.2. La durée d'un essai est de 10 secondes.

$$E(T) = 116,1 - 59.10^{-3}.T \text{ [GPa]}, \quad (4.5)$$

où T est la température en Kelvin.

	$\ln(A)$	n	Q (kJ.mol ⁻¹)
Paramètres de référence (λ_{ref})	11	4	250
Paramètres perturbés initiaux (λ_0)	4	1,5	120

Tableau 4.1 : Paramètres de référence (λ_{ref}) et paramètres perturbés initiaux (λ_0).

	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5
Température maximale (°C)	950	950	900	930	1000
Pression interne (bar)	7	11	11	11	7

Tableau 4.2 : Conditions de chargement des essais virtuels.

Les résultats de ces modélisations tiennent lieu par la suite de résultats expérimentaux. Plusieurs étapes, décrites sur la Figure 4.7 sont réalisées, afin de pouvoir tester la méthode d'identification :

- Les déplacements et la température sont tout d'abord extraits sur une zone de longueur $L = 9\text{mm}$ et d'arc de cercle $\theta = 40^\circ$ au centre de la gaine, afin de simuler les données expérimentales obtenues sur la ROI.
- De façon à se rapprocher du cas réel, les déplacements extraits sont perturbés à l'aide d'un bruit blanc de $\pm 5\mu\text{m}$ hors plan et de $\pm 1\mu\text{m}$ dans le plan. Ils sont ensuite lissés à l'aide de surfaces polynomiales de degré 5.
- La ROI est ensuite modélisée. Les déplacements obtenus après le lissage sont imposés sur les bords du maillage. La cinématique de Love-Kirchhoff est mise en place sur la section externe du modèle. La température est imposée à chaque nœud et chaque pas de temps.
- Les paramètres matériaux sont enfin fortement perturbés (cf. Tableau 4.1) et une identification suivant la méthode FEMU est réalisée sur l'ensemble des essais, afin de retrouver les paramètres de référence.

Le processus d'identification est considéré comme terminé lorsque l'évolution du résidu et des paramètres devient inférieure à 1% d'une itération à l'autre.

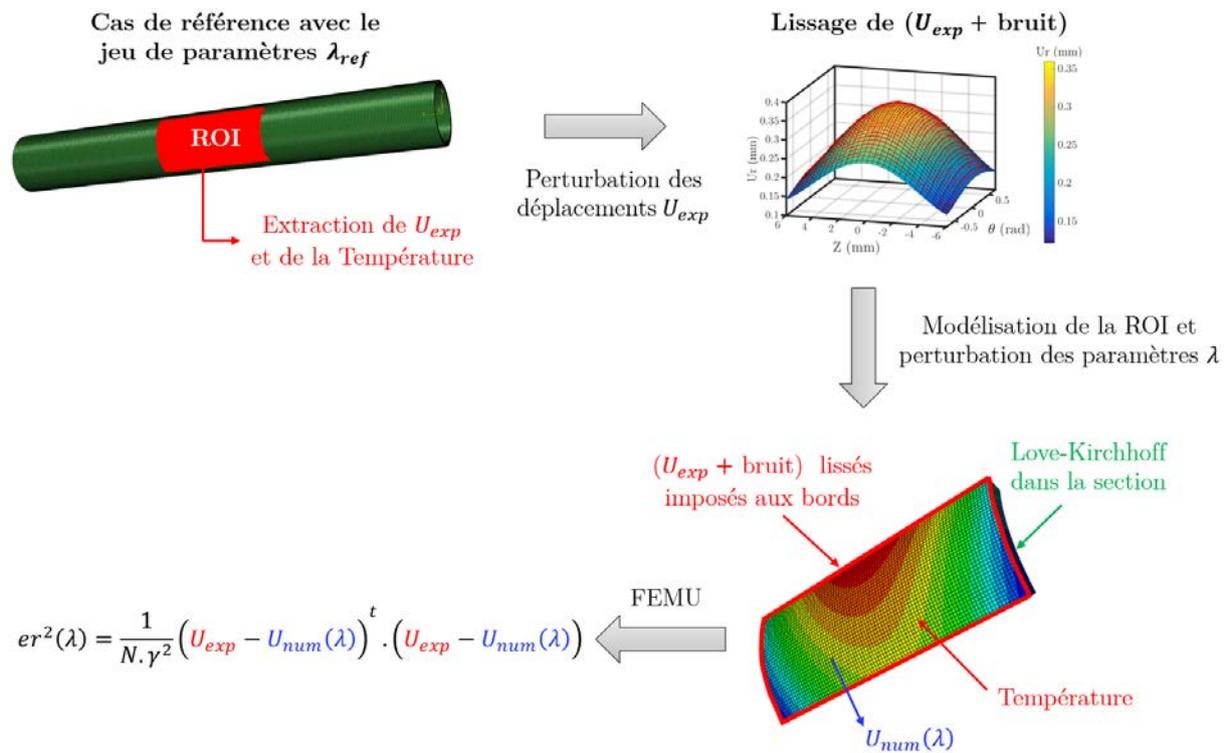


Figure 4.7 : Résumé des différentes étapes de l'étude de validation de la méthode.

4.3.2 Résultats et analyses

4.3.2.1 Sensibilité des essais aux paramètres de la loi de comportement

Le fait que le pourtour du maillage soit entièrement contraint peut induire une faible sensibilité des paramètres sur les résultats. L'impact des conditions aux limites sur le niveau de sensibilité de la modélisation a donc été étudié. Pour ce faire, on décrit la sensibilité moyenne S_{mean} d'un essai, telle que :

$$S_{mean} = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \left| \frac{U(\lambda) - U(\lambda + \delta\lambda_i)}{U(\lambda)} \right|, \quad (4.6)$$

où λ est le jeu de paramètres tel que $\lambda = \{A, n, Q\}$, et $\delta\lambda_i$ est une petite perturbation appliquée au paramètre i .

Il est alors possible de tracer la surface de sensibilité moyenne d'un essai, ainsi que l'évolution temporelle de la sensibilité moyenne d'un nœud. La surface de sensibilité de l'essai 4 est donnée à titre d'exemple en Figure 4.8.a, pour une perturbation des paramètres de 0,2%. La sensibilité sur les bords est nulle, puisque ceux-ci sont contraints dans les trois directions, et augmente au centre de la ROI. L'évolution temporelle de la sensibilité au centre de la ROI est donnée en Figure 4.8.b. Celle-ci est importante, avec une valeur d'environ 0,8% à $t = 10s$ pour une perturbation de 0,2%. Les calculs sont donc sensibles au jeu de paramètres λ malgré le fait que le pourtour externe de la ROI soit entièrement contraint.

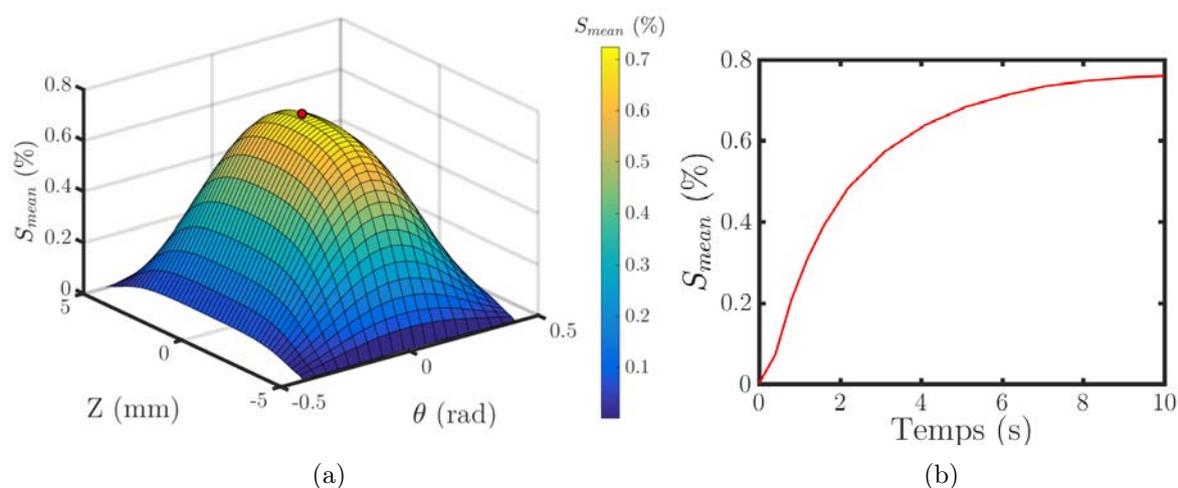


Figure 4.8 : (a) Surface de sensibilité moyenne à $t = 10s$ issue de l'essai 4; (b) évolution temporelle de la sensibilité moyenne au centre de la ROI (point rouge du graphe (a)).

4.3.2.2 Résultats de l'identification

Les résultats de l'identification sont présentés sur la Figure 4.9. Les paramètres sont retrouvés à 95% de la valeur de référence à la cinquième itération, et à 99% à la huitième itération. À partir de la huitième itération, les paramètres et le résidu évoluent de moins de 0,5% par itération, l'algorithme est alors considéré comme convergé.

Le Tableau 4.3 présente les résultats finaux de l'identification. Le résidu est passé d'une valeur initiale de 91 à une valeur finale de 1,09 fois la valeur du niveau de bruit. À titre d'exemple, la Figure 4.10 compare le déplacement radial issu de la génératrice au centre de la ROI de l'essai 2 à $t = 10s$, entre le calcul de référence, le calcul réalisé sur la ROI avec le jeu de paramètre perturbé initial et le calcul réalisé sur la ROI avec le jeu de paramètre convergé. L'erreur moyenne sur les déplacements radiaux est inférieure à 0,5%. Les paramètres sont retrouvés avec des erreurs inférieures à 0,8% par rapport aux paramètres de référence.

	Résultats finaux	Erreur relative
$\ln(A)$	10,91	0,8%
n	3,98	0,6%
Q (kJ.mol ⁻¹)	248,9	0,4%
Résidu $er(\lambda)$	1,09	

Tableau 4.3 : Valeurs des paramètres convergés. Les erreurs relatives sur les paramètres et sur la vitesse de fluage équivalente sont données par rapport au jeu de référence λ_{ref} .

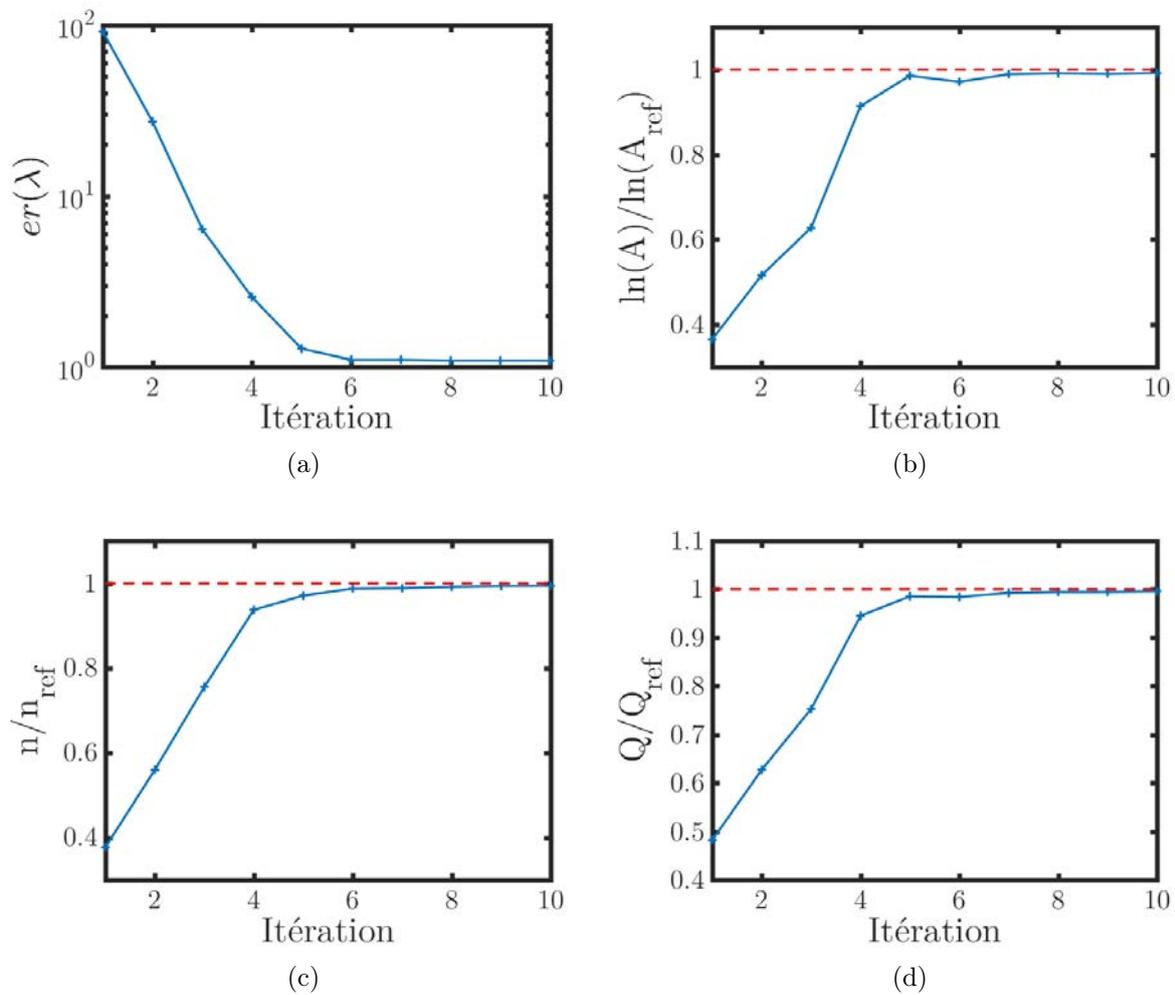


Figure 4.9 : Résultats de la FEMU : (a) évolution du résidu (Équation 4.2) ; (b) évolution de A/A_{ref} ; (c) évolution de n/n_{ref} ; (d) évolution de Q/Q_{ref} .

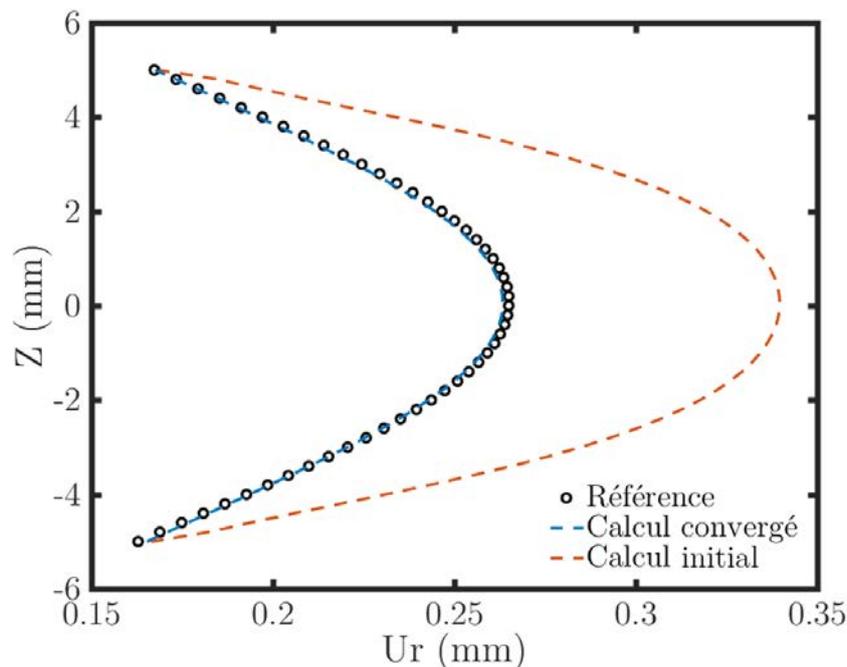


Figure 4.10 : Déplacement radial extrait d'une génératrice au centre de la ROI issu de l'essai 2 à $t = 10s$ (essai réalisé $950^{\circ}C$ et 11 bar). La référence correspond au calcul où le tube est entièrement modélisé avec le jeu de paramètres de référence. Les résultats des calculs où seule la ROI est représentée sont donnés pour la première itération, avec les paramètres perturbés, et pour l'itération convergée.

4.3.3 Discussion des résultats

Ce cas virtuel, représentatif de nos essais, permet de retrouver les paramètres avec des erreurs inférieures à 0,8% par rapport à la référence, alors que ceux-ci sont initialement fortement perturbés. L'erreur sur les déplacements est quant à elle inférieure à 0,5%. Cette étude permet ainsi de valider à la fois la méthode d'identification par FEMU et l'hypothèse de Love-Kirchhoff dans la section de la gaine.

L'étude de sensibilité a mis en évidence une sensibilité importante des essais au centre de la ROI, avec une valeur moyenne de 0,8% à $t = 10s$ pour une perturbation des paramètres de 0,2%. En revanche, du fait des conditions aux limites imposées sur les bords du maillage, le pourtour de la ROI ne joue pas un rôle important dans l'identification des paramètres. Il est intéressant de noter qu'il peut être envisagé de relâcher les déplacements axiaux et radiaux sur les bords axiaux de la ROI, afin de gagner en sensibilité circumférentielle. Ce relâchement nécessite une faible contrainte de cisaillement dans le plan ($r\theta$) et permet d'augmenter la vitesse de convergence de l'identification si peu d'essais, et donc peu d'informations différentes, sont utilisés pour caractériser les paramètres. Plus de détails sont présentés dans [185]. Dans notre cas, l'identification est menée sur l'ensemble des essais, et ne nécessite donc pas ce relâchement.

4.4 Identification d'une loi de fluage

4.4.1 Modélisation des essais

Les 10 premières secondes de l'ensemble des essais de fluage réalisés en conditions de post-DNB sur le matériau détendu (cf. Tableau 3.1) sont modélisées suivant la méthode présentée en section 4.2. Le comportement du matériau est décrit suivant les Équations (1.15), (1.16) et (1.19). Le coefficient de Poisson est posé égal à 0,342 et le module de Young E est décrit suivant l'Équation (4.5).

Dans un premier temps, la proportion de phase dans le matériau est modélisée comme étant égale à la fraction de phase présente lors d'un transitoire thermique rapide (Équation (2.8)). Le comportement au fluage est modélisé dans chacune des phases à l'aide d'une loi de Norton. Celles-ci sont supposées être agencées en série. Les déformations et contraintes homogénéisées sont donc respectivement établies d'après les Équations (1.24) et (1.25). En utilisant les Équations (1.24) et (4.4), il s'ensuit :

$$\dot{P}_{eq} = \left[A_\alpha \cdot \sigma_{vM}^{n_\alpha} \cdot \exp\left(\frac{-Q_\alpha}{R.T}\right) \right] \cdot (1 - f_\beta) + \left[A_\beta \cdot \sigma_{vM}^{n_\beta} \cdot \exp\left(\frac{-Q_\beta}{R.T}\right) \right] \cdot f_\beta, \quad (4.7)$$

où \dot{P}_{eq} est la vitesse de déformation plastique cumulée homogénéisée, σ_{vM} est la contrainte de von Mises, et $\{A_\alpha; n_\alpha; Q_\alpha; A_\beta; n_\beta; Q_\beta\}$ sont 6 constantes, qui composent le jeu de paramètres λ à identifier.

4.4.2 Initialisation du jeu de paramètres

Afin de réduire le nombre d'itérations et éviter les problèmes de divergences, il est utile de trouver un jeu de paramètres initial λ_0 le plus proche possible du jeu optimal recherché. Pour ce faire, la gaine est assimilée à un cylindre à paroi mince sous pression. Sous l'hypothèse des petites déformations, l'état de contrainte est alors approximé tel que :

$$\sigma_{vM} = \frac{P_i \cdot R_i}{e}, \quad (4.8)$$

où σ_{vM} est la contrainte de von Mises, P_i est la pression interne, R_i est le rayon intérieur initial et e est l'épaisseur initiale de la gaine.

La vitesse de déformation \dot{P}_{eq} est quant à elle approximée par :

$$\dot{P}_{eq} = \frac{\dot{U}_r}{R_e}, \quad (4.9)$$

où \dot{U}_r est la vitesse de déplacement radial et R_e est le rayon extérieur initial de la gaine.

Le jeu de paramètres λ_0 est identifié sur les 10 premières secondes des essais à l'aide des hypothèses énoncées dans les Équations (4.8) et (4.9). Les valeurs des paramètres λ_0 sont données dans le Tableau 4.4.

	$\ln(A_\alpha)$	n_α	Q_α (kJ.mol ⁻¹)	$\ln(A_\beta)$	n_β	Q_β (kJ.mol ⁻¹)
λ_0	21, 29	1, 17	288,7	41, 97	4, 58	588,3
λ_1	21, 35	1, 15	289,4	41, 76	4, 42	591,6

Tableau 4.4 : Valeurs des paramètres à l'initialisation (λ_0) et à la fin de processus d'identification (λ_1).

4.4.3 Résultats de l'identification par la méthode FEMU

Les résultats de l'identification par la méthode FEMU sont présentés en Figure 4.11. 4 itérations suffisent pour obtenir une évolution du résidu et des paramètres inférieure à 0,5%. Afin de quantifier l'écart entre les calculs et les essais, une erreur moyenne ξ sur les vitesses de déplacement radial est définie pour chaque essai telle que :

$$\xi(\%) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{\dot{U}_r^{\text{exp}} - \dot{U}_r^{\text{num}}}{\dot{U}_r^{\text{exp}}} \right| \times 100, \quad (4.10)$$

où N est le nombre de nœuds du maillage de corrélation d'un essai, \dot{U}_r^{exp} rassemble les vitesses de déplacement radial expérimentales de l'essai et \dot{U}_r^{num} rassemble les vitesses de déplacement radial obtenues par calcul pendant les 10 premières secondes.

La Figure 4.12 compare les résultats des expériences avec ceux obtenus par calculs pour la dernière itération, dont le jeu de paramètres λ_1 est donné dans le Tableau 4.4.

Les paramètres évoluent peu avec les itérations. L'erreur finale baisse d'environ 27% avec une valeur initiale équivalente à 3,0 fois le niveau de bruit et une valeur finale équivalente à 2,22 fois le niveau de bruit. L'erreur moyenne sur les vitesses de déplacement radial ξ sur l'ensemble des essais est de 10,5%, ce qui est considéré comme très acceptable pour ce type d'expériences. L'erreur est plus importante pour les essais réalisés aux plus basses températures car le rapport signal/bruit est plus faible. On note également une légère augmentation de l'erreur vers 970°C, lors du passage dans le domaine β pur. Une forte sensibilité de l'état métallurgique à la température est attendue dans ce domaine, avec la transformation complète de la phase α et l'augmentation rapide de la taille des grains β .

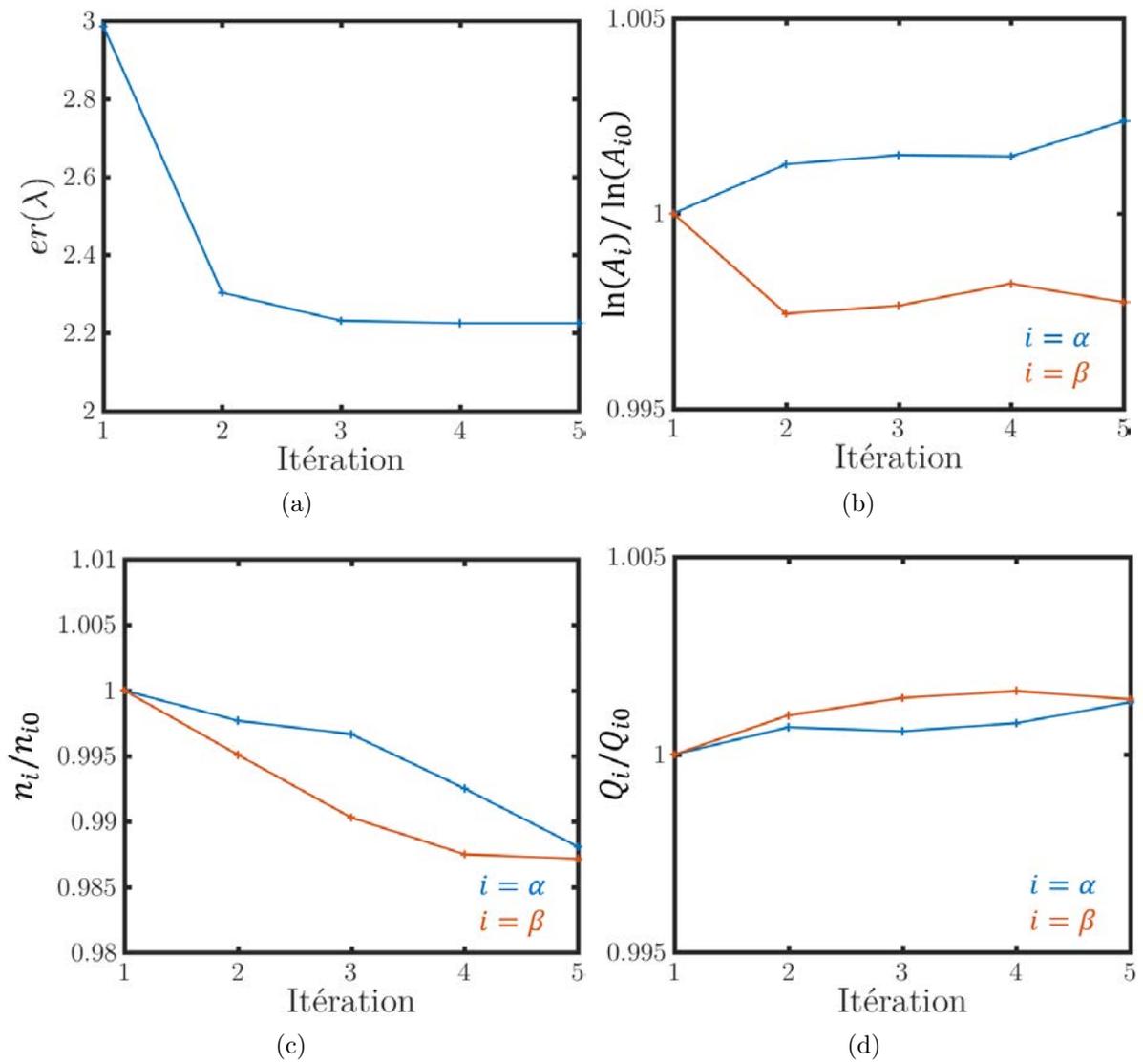


Figure 4.11 : Évolution du résidu, et des paramètres normalisés par les paramètres initiaux.

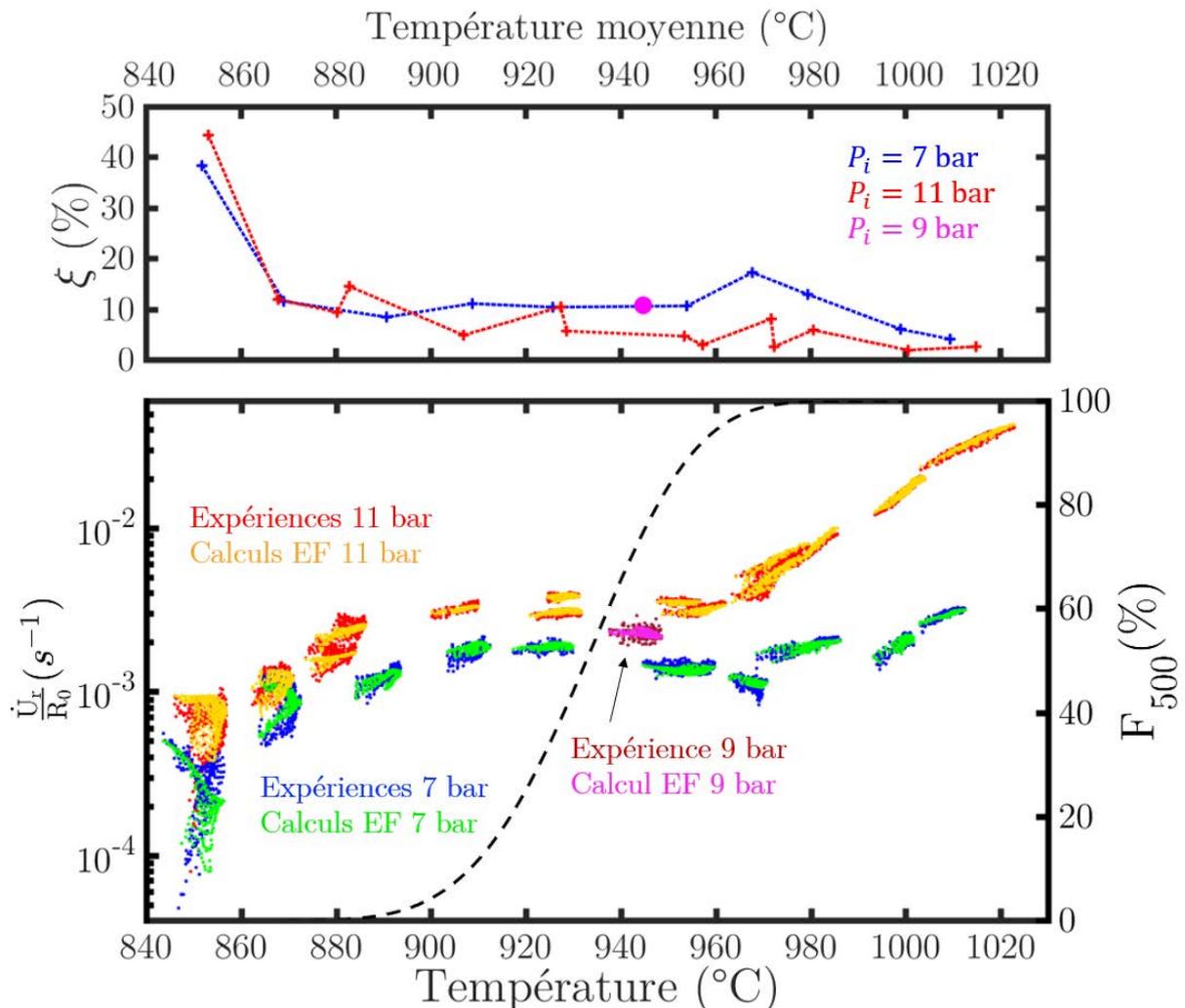


Figure 4.12 : Comparaison entre les essais et les calculs éléments finis (EF) réalisés avec le jeu de paramètres final λ_1 . La fraction de phase utilisée dans les calcul correspond à la fraction de phase présente dans le matériau lors d'un transitoire rapide, obtenue par la fonction F_{500} (Équation (2.8)). Le graphe du dessus présente l'erreur moyenne ξ sur les vitesses de déplacement radial entre les essais et les calculs, en fonction de la température moyenne des essais pendant les 10 premières secondes. Le graphe du dessous compare les vitesses de déplacement radial, normalisées par le rayon initial, obtenues lors des essais et des calculs. L'essai avec une pression interne de 9 bar est un essai de validation qui n'a pas été utilisé dans le processus d'identification.

4.4.4 Sensibilité des paramètres de la loi

Le jeu de paramètres initial est très proche de la solution convergée. Le fait que le résidu diminue de façon significative alors que les paramètres évoluent peu est synonyme d'une grande sensibilité des paramètres. À titre d'exemple, la sensibilité des paramètres de l'essai RIA 07 est ici analysée plus finement. Pour ce faire, 6 calculs sont réalisés en perturbant tour à tour les paramètres de 1%. La sensibilité des paramètres est ici décrite comme l'impact de la perturbation sur le résidu, qui est formulé tel que :

$$S_i(\%) = \frac{er(\lambda) - er(\lambda + \delta\lambda_i)}{er(\lambda)} \times 100, \quad (4.11)$$

où S_i est la sensibilité du paramètre i , $\delta\lambda_i$ est la perturbation sur le paramètre i et $i = \{\ln(A_\alpha); n_\alpha; Q_\alpha; \ln(A_\beta); n_\beta; Q_\beta\}$.

La valeur de sensibilité des différents paramètres est donnée dans le Tableau 4.5. Une très grande sensibilité est obtenue pour les paramètres $\{\ln(A_\alpha); Q_\alpha; \ln(A_\beta); Q_\beta\}$, avec des valeurs absolues comprises entre 9 et 14%. La sensibilité des exposants de Norton est moins importante mais a tout de même un impact non négligeable sur les résultats, avec des valeurs comprises entre 1,7 et 2,4%. La sensibilité des exposants est faible car l'état de contrainte est peu hétérogène lors d'un essai. C'est pourquoi deux niveaux de pression ont été testés, de façon à augmenter la sensibilité de ce paramètre.

	$\ln(A_\alpha)$	n_α	Q_α	$\ln(A_\beta)$	n_β	Q_β
$S_i(\%)$	13,4	1,7	-16,7	9,4	2,4	-12,4

Tableau 4.5 : Impact d'une perturbation de 1% d'un paramètre sur le résidu pour l'essai RIA 07. Le pourtour de la ROI est entièrement contraint.

La faible évolution des paramètres n'indique donc pas une faible sensibilité de leur part mais plutôt que les effets de structure sur les éprouvettes n'ont pas un impact important lors des essais, tout du moins pendant les 10 premières secondes où la gaine n'est pas encore trop déformée. Les hypothèses énoncées dans les Équations (4.8) et (4.9) sont finalement très proches de la réalité, l'initialisation des paramètres est donc de très bonne qualité.

4.4.5 Validation sur un essai à 9 bar

Afin de valider le modèle de fluage identifié, une expérience supplémentaire a été réalisée dans le domaine biphasé avec une pression interne intermédiaire de 9 bar. Les caractéristiques de cet essai sont données dans le Tableau 4.6. L'essai a été modélisé suivant le protocole détaillé en section 4.2, avec le jeu de paramètres final λ_1 donné dans le Tableau 4.4.

Les résultats de l'essai et du calcul sont présentés sur la Figure 4.12. Le résidu de l'essai est de 2,47 avec une erreur ξ de 10,7%. Ces résultats sont équivalents aux résultats obtenus pour les essais réalisés à 7 et 11 bar. La Figure 4.13 compare les déplacements obtenus sur la génératrice au centre de la ROI entre le calcul et les résultats expérimentaux à $t = 10s$.

La simulation permet de bien représenter les déplacements avec une erreur moyenne de 4,8% sur le déplacement radial.

Exp. no	P_i (bar)	T_{ROI} (°C)	dT/dt (°C/s)	OS^+ (°C)	ΔT (°C)
RIA 32	9	948	1281	5	941 - 952

Tableau 4.6 : Caractéristiques de l'essai de validation. T_{ROI} représente la température moyenne de la ROI à $t = 10s$. dT/dt est la valeur moyenne du transitoire obtenu, OS^+ est l'écart entre la température maximale atteinte en fin de transitoire et la température de régulation, ΔT est la distribution thermique dans la ROI à $t = 10s$.

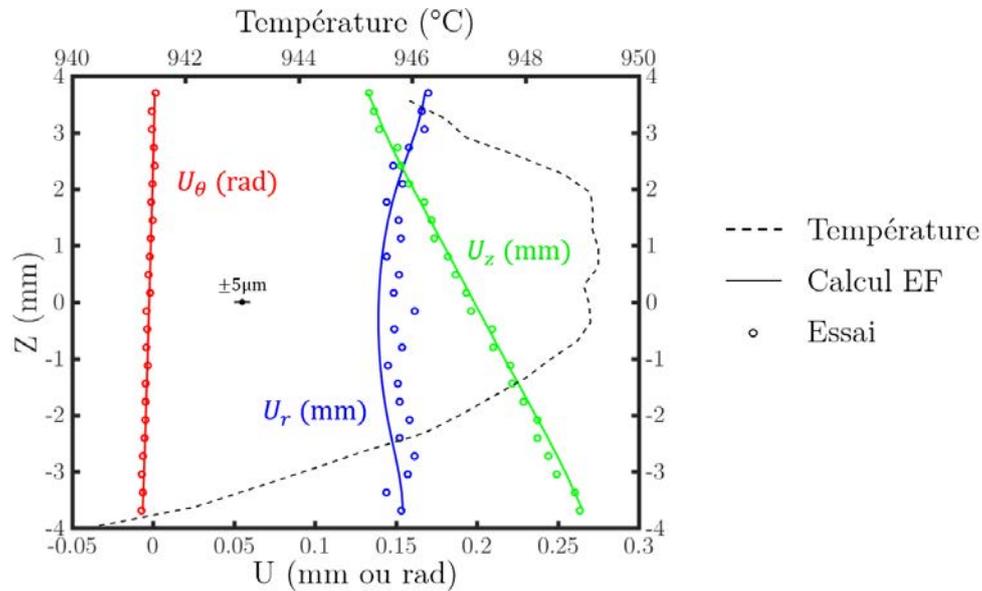


Figure 4.13 : Extraction des déplacements et de la température à $t = 10s$ le long de la génératrice centrale de la ROI, pour l'essai RIA 32 réalisé à une pression interne de 9 bar. Comparaison entre les résultats expérimentaux et le calcul réalisé avec le jeu de paramètres final λ_1 (cf. Tableau 4.4).

4.4.6 Couplage de la loi de fluage au modèle de changement de phase

Le temps de calcul d'une itération est relativement long. Le nombre de calculs à réaliser par itération est de $(N_{essai} \times (N_\lambda + 1))$, où N_{essai} est le nombre d'essais et N_λ est le nombre de paramètres du modèle à identifier. Afin de tester dans un premier temps la méthode, l'évolution de la fraction de phase dans le matériau a été posée comme étant égale à la fraction de phase lors d'un transitoire thermique rapide (Équation (2.8)). Cette modélisation est discutable car lors du plateau en température, il est possible que la fraction de phase évolue pour rejoindre un état d'équilibre. Cette première modélisation a toutefois mis en évidence un très faible impact des effets de structure lors des essais. Les deux hypothèses énoncées en section 4.4.2 sont donc très proches de la réalité.

Une seconde identification, basée sur ces hypothèses, a été réalisée en couplant la loi de fluage décrite en Équation (4.7) avec le modèle de fraction de phase décrit en Équation (2.9). L'utilisation de ce modèle, qui simule un retour à l'équilibre lors d'un palier dans le domaine biphasé, sera discutée par la suite. Cette identification permet d'obtenir un temps de calcul considérablement plus faible que la méthode FEMU. Le jeu de paramètres λ_2 ainsi identifié est donné dans le Tableau 4.7. Le jeu de paramètres λ_1 identifié précédemment est également rappelé à titre de comparaison.

La Figure 4.14 présente les résultats obtenus par calculs éléments finis avec la seconde modélisation. Des résultats similaires à la première modélisation sont obtenus (cf. Figure 4.12). Le résidu est de 3,2 et l'erreur moyenne sur les vitesses de fluage est de 11,3%.

	$\ln(A_\alpha)$	n_α	Q_α (kJ.mol ⁻¹)	$\ln(A_\beta)$	n_β	Q_β (kJ.mol ⁻¹)
λ_1	21,35	1,15	289,4	41,76	4,42	591,6
λ_2	48,7	1,11	544,2	43,4	4,53	603,9

Tableau 4.7 : Valeurs des paramètres des jeux λ_1 et λ_2 . Le jeu λ_1 couple la loi de fluage décrite en Équation (4.7) avec la fraction de phase lors d'un transitoire thermique rapide décrit par l'Équation (2.8). Le jeu λ_2 couple la loi de fluage décrite en Équation (4.7) avec le modèle de transformation de phase décrit en Équation (2.9).

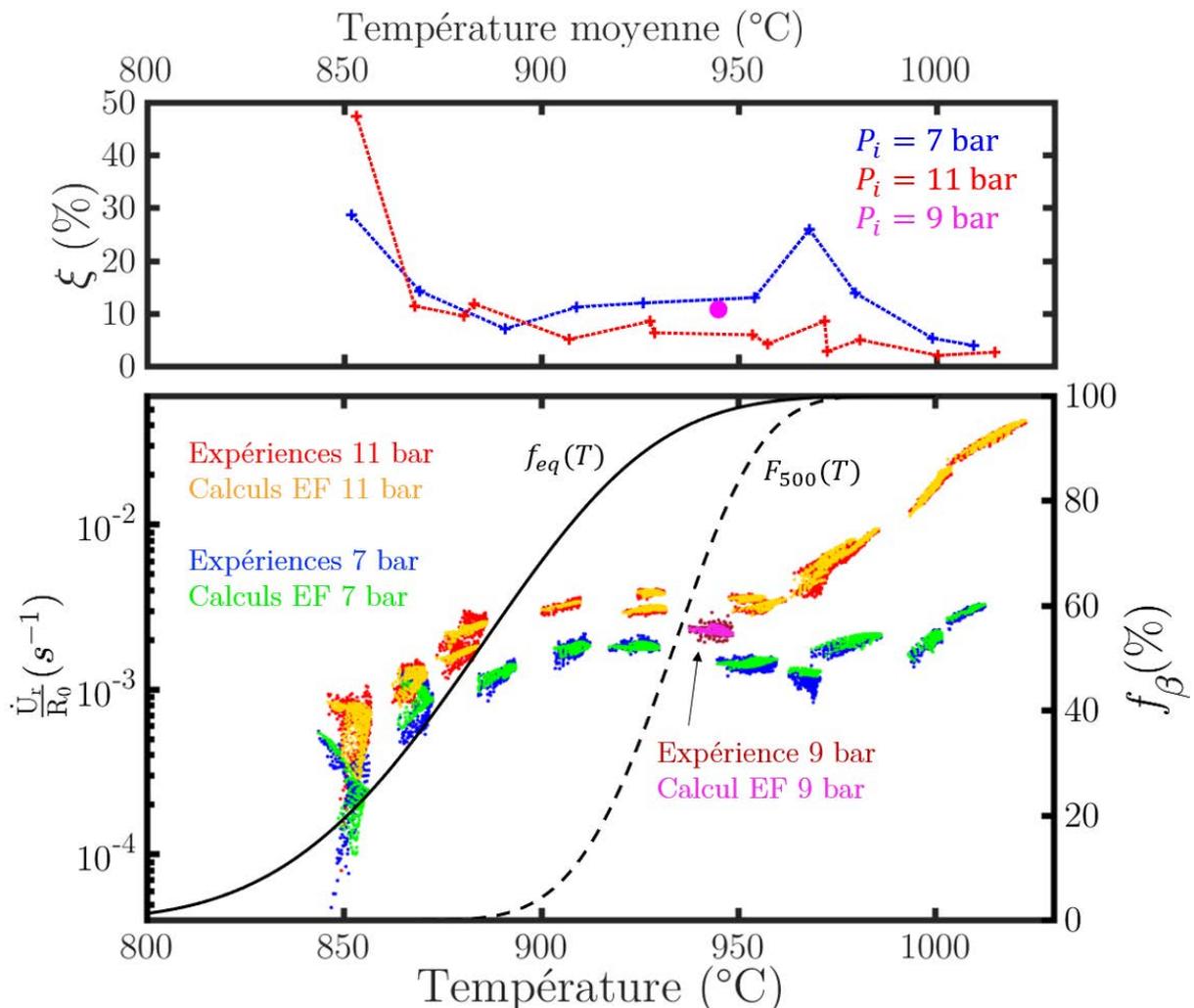


Figure 4.14 : Comparaison entre les essais et les calculs éléments finis (EF) réalisés avec le jeu de paramètres λ_2 . L'évolution de la fraction de phase est modélisée à l'aide du modèle de changement de phase décrit en Équation (2.9). Le graphe du dessus présente l'erreur moyenne ξ sur les vitesses de déplacement radial entre les essais et les calculs, en fonction de la température moyenne des essais pendant les 10 premières secondes. Le graphe du dessous compare les vitesses de déplacement radial, normalisées par le rayon initial, obtenues lors des essais et des calculs. Les courbes d'évolution de fraction de phase sont données pour l'équilibre et sous transitoire thermique rapide.

4.4.7 Discussion des résultats

Deux types de modélisations ont finalement été menés :

- Une modélisation où la fraction de phase a été décrite comme étant la fraction de phase présente dans le matériau lors d'un transitoire thermique rapide (Équation (2.8)). Le jeu de paramètres λ_1 a été obtenu.
- Une modélisation où l'évolution de la fraction de phase a été modélisée par le modèle de changement de phase décrit par l'Équation (2.9). Le jeu de paramètres λ_2 a été obtenu.

Ces deux modélisations reproduisent les résultats expérimentaux avec des erreurs sur les vitesses de fluage de l'ordre de 10%, ce qui est considéré comme très acceptable pour ce type d'essais. Elles sont néanmoins basées sur de nombreuses hypothèses qu'il convient de discuter.

En premier lieu, le comportement au fluage des deux phases a été modélisé par une loi de Norton. Ce choix est critiquable car cette loi est usuellement exploitée pour décrire un régime de fluage stationnaire, sans évolution microstructurale du matériau, où la création de dislocations est égale à son annihilation par restauration. Lors des essais réalisés dans ces travaux, un fluage primaire est constaté pour les températures inférieures à 970°C et un fluage tertiaire est obtenu dans le domaine β . Le matériau n'est pas dans un état d'équilibre pendant le début des essais, mais est encore sujet à des transformations métallurgiques : changement de phase, nucléation et croissance de grains, recristallisation, etc. Le modèle de Norton permet toutefois de reproduire les résultats expérimentaux de façon très convenable. Cela est dû au faible temps d'essais analysé (les 10 premières secondes), où les déformations peuvent être linéarisées. Le modèle de fluage identifié est finalement plus mathématique que physique, au sens où les transformations métallurgiques à l'œuvre dans le matériau rendent l'interprétation des paramètres du modèle difficile.

Il convient également de souligner que l'évolution de la fraction de phase lors d'un palier en température dans le domaine biphasé est difficile à prévoir suite à un transitoire thermique rapide. Comme mentionné dans le chapitre 2, les essais de dilatométrie ne permettent pas d'évaluer par quel chemin et jusqu'à quel état le matériau hors équilibre rejoindrait un état d'équilibre (si retour il y a) lors d'un palier en température dans le domaine biphasé. Les deux modélisations du comportement au fluage de la gaine (l'une basée sur un retour à l'équilibre et l'autre non) permettent néanmoins toutes les deux de bien reproduire les résultats de fluage expérimentaux. Cela est dû au fait que les paramètres de fluage α permettent d'adapter la loi de fluage en fonction du modèle de transformation de phase utilisé. Des essais de dilatométrie spécifiques (montée en température rapide jusqu'à une température de plateau dans le domaine biphasé) permettraient d'apporter des informations sur l'évolution de la fraction de phase lors d'un plateau dans le domaine biphasé.

D'autre part, il existe actuellement peu de données pour caractériser le fluage du matériau dans le domaine α en conditions de post-DNB. En effet, il a été montré que les paramètres de fluage dans le domaine α sont dépendants du modèle de changement

de phase utilisé dans le processus d'identification. Cela s'explique par le fait que ces paramètres ont été identifiés dans le domaine biphasé, à l'aide d'une modélisation basée sur un agencement des phases en série. Leurs valeurs s'adaptent donc suivant la loi de changement de phase utilisée et suivant le modèle d'homogénéisation mis en place. Il serait intéressant de réaliser des essais de fluage en conditions de post-DNB à des températures inférieures à 800°C , qui est la température de fin du domaine α à l'équilibre. Ces essais permettraient de caractériser une loi de fluage dans le domaine α sur des essais réalisés hors du domaine biphasé. L'hypothèse d'un agencement des phases en série pourrait alors être vérifiée en couplant le comportement obtenu dans le domaine α au comportement dans le domaine β . La réalisation de tels essais pose néanmoins quelques difficultés. De très faibles vitesses de déformation sont attendues à des pressions de 7 et 11 bar pour les températures inférieures à 800°C . Afin d'avoir un rapport signal/bruit convenable, il faudrait alors soit allonger le temps des essais, soit augmenter le niveau de pression. Augmenter la pression interne dans la gaine pourrait engendrer un changement de régime de fluage, passant d'un régime diffusionnel à un régime de type dislocation. Si un tel changement de régime se produit, il sera alors difficile de mettre en lien la loi identifiée avec les essais réalisés à des pressions plus faibles dans le domaine biphasé. Augmenter le temps des essais est également envisageable. Mais cela impliquerait de ne pas avoir un fluage primaire trop important, et aurait pour conséquence de laisser plus de temps aux transformations métallurgiques pour opérer (dissolution des éléments d'alliages, croissance des grains, etc.). L'impact des transformations métallurgiques entre 700 et 800°C (dissolution des éléments d'alliages, recristallisation) devra également être étudié.

Les résultats des deux types de modélisations sont maintenant succinctement analysés et comparés à la littérature, détaillée dans les Tableaux 1.5, 1.6 et 1.7. Ces analyses sont à prendre avec précaution, de par les hypothèses énoncées précédemment et par le fait que les résultats de la littérature sont issus d'essais réalisés en conditions d'équilibre ou suite à un transitoire thermique lent. Des différences sont donc attendues au niveau de la microstructure, a fortiori lorsque les éprouvettes testées ne sont pas des tronçons de gaine.

Un exposant de Norton proche de l'unité est obtenu en phase α pour les deux modélisations de cette étude, ce qui est caractéristique d'un fluage diffusionnel. Ce régime de fluage est habituel dans ce domaine pour ce niveau de contrainte ($\simeq [5 - 8]\text{MPa}$). Un fluage de type dislocation est obtenu en phase β avec un exposant de Norton environ égal à 4,5, ce qui est également usuel dans la littérature. Le fluage de type dislocation est commun lorsque la taille des grains est importante, ce qui est le cas dans le domaine β d'après les analyses métallographiques des chapitres 2 et 3.

L'ordre de grandeur de l'énergie d'activation en phase α est en accord avec les résultats de la littérature lorsque la fraction de phase est modélisée suivant l'Équation (2.8). Une énergie d'activation plus élevée est en revanche identifiée lorsque l'évolution de la fraction de phase est modélisée par le modèle de transformation de phase (Équation (2.9)).

4.5 Prise en compte de la taille des grains

Jusqu'à présent, seules les 10 premières secondes des essais ont été analysées. Une simple loi de Norton ne permet pas de représenter le fluage primaire observé dans le domaine biphasé pour des temps plus importants. Plusieurs mécanismes peuvent être la cause de ce fluage primaire : croissance des grains, évolution des proportions de phase, écrouissage, etc. Cette partie est une ouverture qui propose de prendre en compte l'évolution de la taille des grains α et β dans la loi de fluage, afin de mieux reproduire le fluage primaire lors des 100 premières secondes des essais.

4.5.1 Impact de la taille des grains sur le fluage du Zircaloy-4

L'évolution de la taille des grains est prise en compte dans la loi de fluage [103,192] à partir de l'Équation (1.20) telle que :

$$\dot{p} = A \left(\frac{D_0}{D} \right)^g \sigma_{vM}^n \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right), \quad (4.12)$$

où \dot{p} est la vitesse de déformation plastique cumulée, A est une constante, R est la constante des gaz parfaits, T est la température, σ_{vM} est la contrainte de von Mises, D est la taille des grains, D_0 est la taille des grains initiale, g est l'exposant de la taille des grains, n est l'exposant de Norton et Q est une énergie d'activation.

Afin de modéliser un mécanisme thermiquement activé, une forme de loi d'Arrhenius est donnée pour représenter l'évolution de la taille des grains [93,103,193] :

$$\frac{dD}{dt} = K \exp \left(-\frac{Q_d}{RT} \right) \left(\frac{t}{\tau} \right)^{\frac{1-m}{m}}, \quad (4.13)$$

où K est une constante, t est le temps, τ est un temps caractéristique, Q_d est une énergie d'activation et m est l'exposant temporel.

Afin de modéliser un agencement des phases en série, la vitesse de fluage homogénéisée \dot{P} est décrite telle que :

$$\dot{P} = \sum_i A_i \left(\frac{D_{0i}}{D_i} \right)^{g_i} \sigma_{vM}^{n_i} \exp \left(-\frac{Q_i}{RT} \right) f_i, \quad \text{avec } i = \{\alpha; \beta\}, \quad (4.14)$$

où les paramètres A_i , D_i , D_{0i} , g_i , n_i , et Q_i sont définis pour les phases α et β . f_i symbolise la fraction de phase α ou β présente dans le matériau.

De même, on écrit l'évolution de la taille des grains α et β telle que :

$$\frac{dD_i}{dt} = K_i \exp \left(-\frac{Q_{di}}{RT} \right) \left(\frac{t}{\tau} \right)^{\frac{1-m_i}{m_i}}, \quad \text{avec } i = \{\alpha; \beta\}. \quad (4.15)$$

16 paramètres sont finalement à identifier d'après les Équations (4.14) et (4.15).

4.5.2 Identification & résultats

Les paramètres sont identifiés en utilisant les 100 premières secondes des essais réalisés dans le domaine biphasé donnés dans le Tableau 4.8. L'évolution de la fraction de phase dans le matériau est modélisée en utilisant le modèle de changement de phase établi au chapitre 2, décrit en Équation (2.9). Le nombre de paramètres et la durée des essais mènent à un temps de calcul très important par la méthode FEMU. L'état de contrainte et de déformations est alors obtenu en formulant deux hypothèses :

- La contrainte σ_{vM} est approximée suivant l'hypothèse d'un cylindre à paroi mince telle que :

$$\sigma_{vM} = \frac{P_i \cdot (R_i + U_r)}{e \cdot (1 + \varepsilon_{rr})}, \quad (4.16)$$

où P_i est la pression interne, R_i est le rayon intérieur initial, U_r est le déplacement radial obtenu par stéréo-corrélation, e est l'épaisseur de la gaine et ε_{rr} est la déformation radiale, calculée via les déformations axiales et circonférentielles obtenues par stéréo-corrélation et l'hypothèse d'incompressibilité dans le domaine viscoplastique.

- La déformation plastique cumulée homogénéisée P est approximée telle que :

$$P = \frac{U_r}{R_e}, \quad (4.17)$$

où U_r est le déplacement radial et R_e est le rayon extérieur initial de la gaine.

P_i (bar)	Exp. no	T_{ROI} (°C)	dT/dt (°C/s)	OS^+ (°C)	ΔT (°C)
7	RIA 31	870	1271	7	864 - 878
	RIA 16	890	1240	17	883 - 899
	RIA 28	909	1235	1	902 - 917
	RIA 23	925	1280	12	914 - 937
11	RIA 30	868	1291	20	861 - 877
	RIA 21	883	1334	18	870 - 891
	RIA 29	906	1310	4	895 - 915
	RIA 07	933	1218	9	923 - 938

Tableau 4.8 : Essais utilisés pour identifier le modèle de fluage décrit par les Équations (4.14) et (4.15). Ils ont été réalisés en conditions représentatives de la phase post-DNB sur des gaines en Zircaloy-4 détendu. T_{ROI} représente la température moyenne de la ROI à $t = 10s$. dT/dt est la valeur moyenne du transitoire obtenu, OS^+ est l'écart entre la température maximale atteinte en fin de transitoire et la température de régulation (cf. Figure 3.13), ΔT est la distribution thermique dans la ROI à $t = 10s$.

L'ensemble des données obtenues aux nœuds du maillage de corrélation des 8 essais sont utilisées, menant à une richesse de données importante. La Figure 4.15 résume l'algorithme de calcul utilisé.

Boucle 1 : Pour tous les essais

Boucle 2 : Pour tous les nœuds du maillage de corrélation d'images

Initialisation

$$P(1) = 0 \quad (\text{déformation plastique cumulée homogénéisée})$$

$$f_{\beta}(1) = 0 \quad (\text{fraction de } \beta)$$

$$D_i(1) = D_{0i} \quad (\text{taille de grains})$$

Boucle 3 : Pour tous les temps t

Calcul de l'incrément

$$\sigma_{vM} = \frac{P_i \cdot (R_i + U_r)}{e \cdot (1 + \varepsilon_{rr})}$$

$$i = \{\alpha; \beta\}$$

$$\frac{dD_i}{dt} = K_i \exp\left(-\frac{Q_{di}}{RT}\right) \left(\frac{t}{\tau}\right)^{\frac{1-m_i}{m_i}}$$

$$\frac{df_{\beta}}{dt} = \begin{cases} \frac{f_{eq}(T) - f_{\beta}}{\tau(T)}, & \text{si } f_{\beta} > F_{500}(T) \\ \frac{F_{500}(T) - f_{\beta}}{dt}, & \text{sinon} \end{cases}$$

$$\dot{P} = \sum_i A_i \left(\frac{D_{0i}}{D_i}\right)^{g_i} \sigma_{vM}^{n_i} \exp\left(-\frac{Q_i}{RT}\right) f_i$$

Mise à jour

$$P(t+1) = P(t) + \dot{P} \cdot dt$$

$$f_{\beta}(t+1) = f_{\beta}(t) + \frac{df_{\beta}}{dt} dt$$

$$D_i(t+1) = D_i + \frac{dD_i}{dt} dt$$

Fin boucle 3

Fin boucle 2

Fin boucle 1

Figure 4.15 : Algorithme du calcul des déformations avec prise en compte de l'évolution de la fraction de phase et de la taille des grains.

La Figure 4.16 compare les résultats expérimentaux et numériques obtenus au centre de la ROI. L'évolution du déplacement radial normalisé par le rayon extérieur initial est donnée pour les 100 premières secondes des essais. Les résultats du modèle sont encourageants. Le modèle reproduit bien le fluage primaire constaté expérimentalement ainsi que le croisement des courbes d'essais réalisés à 910 et 930°C environ.

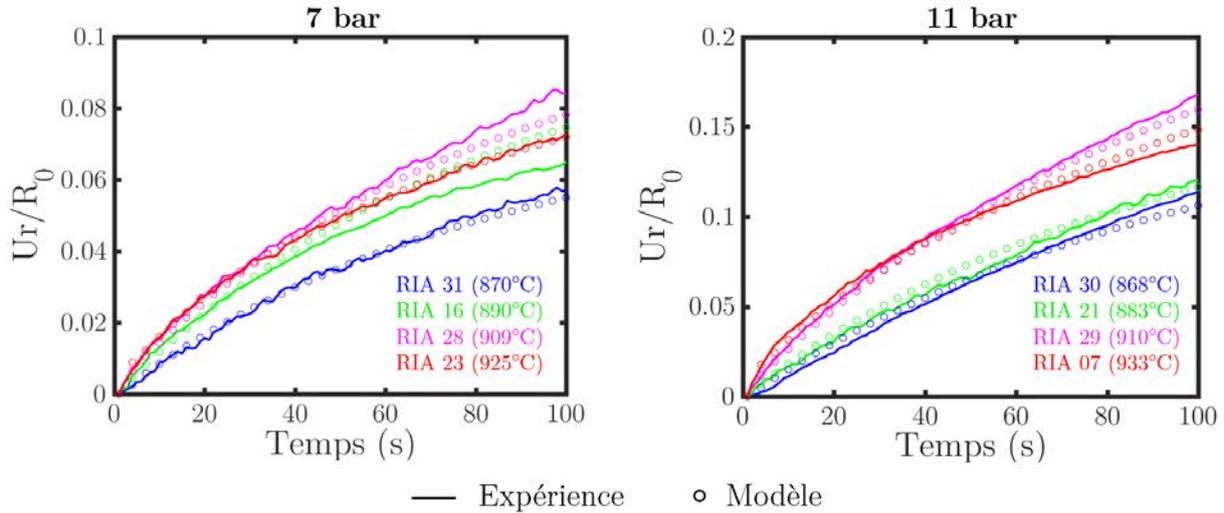


Figure 4.16 : Évolution du déplacement radial obtenu au centre de la ROI normalisé par le rayon initial (données issues des 100 premières secondes des essais du Tableau 4.8).

L'évolution de la taille des grains est donnée en Figure 4.17 pour une température de 930°C. La taille des grains α évolue peu et est située entre 5 et 7 μm . La taille des grains β évolue avec le temps de 1,5 à environ 20 μm pendant les 100 premières secondes.

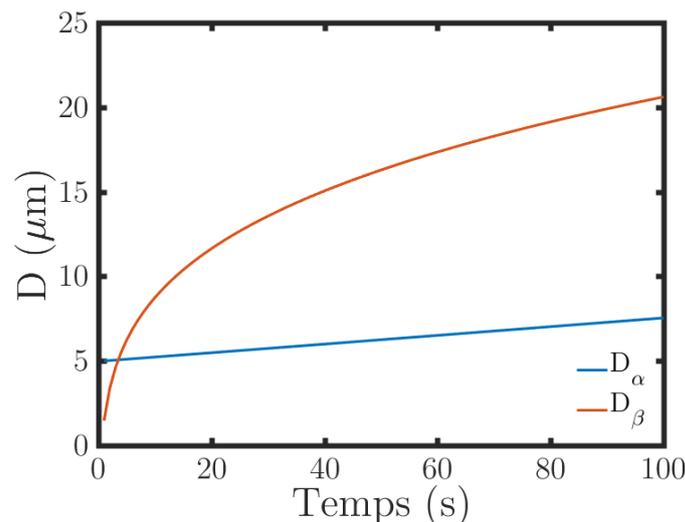


Figure 4.17 : Évolution de la taille des grains α et β calculée par l'Équation 4.15 à une température de 930°C.

Les paramètres du modèle identifiés sont donnés dans le Tableau 4.9. Le temps caractéristique τ est posé égal à 10 secondes, la durée représentative de la phase-post-DNB.

	$\ln(A_i)$	n_i	Q_i (kJ.mol ⁻¹)	g_i	K_i	Q_{di} (kJ.mol ⁻¹)	m_i	D_{0i} (μm)
$i = \alpha$	35,5	1,31	411,5	3,5	0,38	26,4	1,0	5,0
$i = \beta$	24,2	3,47	371,1	1,0	62,37	50,1	4,0	1,47

Tableau 4.9 : Valeurs des paramètres des Équations (4.14) et (4.15) avec $i = \{\alpha; \beta\}$.

4.5.3 Discussion des résultats

Les résultats présentés sont encore à l'étude mais sont considérés comme prometteurs. Il a été montré en première partie de chapitre que les effets de structure sont négligeables pendant les 10 premières secondes des essais. Ils peuvent néanmoins devenir importants à plus long terme. Le ballonnement de la gaine induit notamment des non linéarités géométriques, qui amènent l'état de contrainte à s'éloigner de celui d'un cylindre à paroi mince sous pression et à se rapprocher de celui d'une sphère sous pression. Une identification des paramètres par la méthode FEMU permettrait de s'affranchir des hypothèses formulées en début de section 4.5.2. Le nombre de paramètres rend toutefois le temps d'une itération long avec cette méthode (plusieurs jours de calculs séquentiels).

Seul le domaine biphasé (entre 864 et 937°C) a été étudié dans cette partie. La taille des grains α évolue peu au cours du temps, avec une taille initiale de $5\mu\text{m}$. Ces résultats sont cohérents avec la littérature [97–99]. La taille des grains β augmente au cours du temps, avec une taille initiale de $1,5\mu\text{m}$. La Figure 4.17 met en évidence un phénomène de croissance important.

Le nombre de paramètres dans le modèle et le manque de données sur la microstructure conduisent à la présence de plusieurs minima locaux. Des analyses métallographiques plus riches, où la taille des grains serait caractérisée à différentes températures et à différents temps d'essai, seraient très utiles, afin de pouvoir décorréler l'identification de l'évolution de la taille des grains (Équation (4.15)) et les paramètres de la loi de fluage (Équation (4.14)). À noter que l'évolution de la taille des grains n'est pas le seul mécanisme susceptible d'affecter le comportement au fluage au cours du temps.

4.6 Synthèse générale sur le comportement au fluage de la gaine

Les essais de fluage réalisés sur la gaine en Zircaloy-4 détendu en conditions représentatives d'un post-DNB ont été simulés par la méthode des éléments finis. L'état de contrainte dans l'éprouvette et la non-axisymétrie des essais ont imposé une représentation 3D de la ROI pour modéliser les essais. Cette modélisation, qui repose sur l'hypothèse d'une cinématique de Love-Kirchhoff dans la section de la gaine, a permis la mise en place d'une procédure d'identification par FEMU, afin d'identifier le comportement au fluage de la gaine en prenant en compte les effets de structure lors des essais. L'hypothèse de Love-Kirchhoff et le protocole d'identification ont tout d'abord été validés par un cas virtuel représentatif des essais de fluage réalisés. Une grande sensibilité des paramètres est obtenue, malgré une modélisation de la ROI sans bord libre.

Le comportement au fluage lors des essais a ensuite été identifié pendant les 10 premières secondes des essais sur l'ensemble des conditions étudiées, *i.e.* sur le domaine de températures de 840 à 1020°C et pour des niveaux de pressions internes de 7 et 11 bar. Le comportement dans le domaine biphasé a été modélisé à l'aide d'une hypothèse des phases agencées en série dans le matériau. Une première identification a été réalisée en imposant la fraction de phase dans le domaine biphasé comme étant la fraction de phase présente dans le matériau suite à un transitoire thermique rapide. Cette modélisation permet de représenter de façon très acceptable les résultats expérimentaux, avec des erreurs sur les vitesses de déformation de l'ordre de 10%. Un impact négligeable des effets de structure lors des essais a également été mis en évidence. Cette identification a été validée sur un essai supplémentaire, réalisé à une pression intermédiaire de 9 bar.

En s'appuyant sur le constat de la faible influence des effets de structure lors des 10 premières secondes des essais de fluage, une seconde identification, beaucoup plus efficiente, a été réalisée en couplant le comportement au fluage du matériau au modèle de transformation de phase établi au chapitre 2, qui est basé sur un retour de la fraction de phase à l'équilibre. Cette modélisation mène à des résultats similaires à la première réalisée en terme de vitesses de fluage. Les coefficients du domaine β sont très proches de la première modélisation, les coefficients de la phase α sont différents et permettent d'adapter les résultats de fluage suivant le modèle de fraction de phase utilisé.

Les identifications réalisées par FEMU sont basées sur de nombreuses hypothèses : utilisation d'une loi de Norton pour décrire le fluage d'un matériau hors équilibre, agencement des phases en série dans le domaine biphasé, pas de transformations métallurgiques hormis le changement de phase. D'autre part, il manque actuellement des données sur l'évolution de la fraction de phase dans le matériau lors d'un palier en température dans le domaine biphasé suite à un transitoire thermique rapide. Les deux modélisations permettent de représenter de façon très acceptable le fluage de la gaine en conditions représentatives d'un post-DNB pendant les 10 premières secondes d'un point de vue mathématique. Il faut toutefois prendre des précautions sur l'analyse des paramètres du modèle, notamment ceux du domaine α qui dépendent du modèle de changement de phase utilisé.

Pour les deux types de modélisations, un fluage diffusionnel est identifié en phase α , ce qui est cohérent avec la littérature pour les niveaux de contraintes étudiés. Un fluage de type dislocation est identifié au phase β , ce qui est également en accord avec la littérature et la taille des grains dans le domaine β . Comme mentionné au chapitre 1, il peut être surprenant de constater que le comportement au fluage de la phase β dans le domaine biphasé suit la même loi que son comportement dans le domaine β pur, où la taille des grains est bien plus importante. Les essais de ces travaux ne permettent pas d'estimer si le comportement au fluage de la phase β suit un régime de type dislocation de 840 à 1020°C de façon insensible à la taille des grains, ou si un mécanisme supplémentaire est à l'œuvre.

Une ouverture est proposée en fin de chapitre, afin de simuler le fluage primaire des gaines dans le domaine biphasé à des temps plus longs. Cette modélisation vise à prendre

en compte l'évolution de la taille des grains dans le domaine biphasé. Les résultats sont encourageants et permettent de bien reproduire le comportement au fluage pendant les 100 premières secondes des essais. Les résultats indiquent que la taille des grains α est peu sensible à la température et qu'elle évolue peu au cours du temps, ce qui est cohérent avec la littérature [99]. La taille des grains β quant à elle, augmente au cours du temps et est très sensible à la température. Le nombre de paramètres du modèle ne permet pas l'obtention d'un minimum global. Il serait très intéressant d'établir dans un premier temps un modèle de croissance des grains dans le domaine biphasé à l'aide d'essais et d'analyses métallurgiques spécifiques, puis de coupler ce modèle à la loi de fluage et à la proportion de phase dans le matériau.

Conclusion générale & perspectives

Conclusion générale

Un des enjeux majeurs en matière de sûreté nucléaire est d'étudier le comportement et la tenue des tubes de gainage en conditions normales et accidentelles, seule barrière en contact direct avec le combustible. Si le comportement de la gaine est relativement bien connu en fonctionnement normal, cela est moins vrai en situations accidentelles, où les conditions de chargements peuvent être extrêmes et les phénomènes physiques activés nombreux.

Le contexte de cette étude porte sur la tenue thermomécanique du tube de gainage dans des conditions représentatives de la phase post-DNB d'un accident RIA. Il s'agit en particulier d'étudier le fluage en ballonnement de la gaine à haute température (potentiellement supérieure à 1000°C), qui fait suite à une montée rapide de la température, avec des vitesses pouvant dépasser 1000°C/s. Peu d'informations sont disponibles sur le comportement de la gaine dans de telles conditions, notamment en raison des difficultés expérimentales à reproduire et mesurer des transitoires thermiques aussi rapides. Ces travaux visent à combler ce manque de données en mettant en place des moyens expérimentaux et numériques adaptés aux fortes vitesses de chauffe. Afin de simplifier l'analyse des essais, seul le comportement de la gaine en Zircaloy-4 sous atmosphère inerte a été étudié.

Ces travaux s'articulent autour de trois grandes parties. Un premier volet expérimental s'est consacré à étudier l'influence de la vitesse de chauffe sur la transformation de phase de la gaine en Zircaloy-4 détendu. Un second axe expérimental a permis de mettre au point un dispositif d'essai permettant de reproduire des conditions de chargement représentatives de la phase post-DNB d'un RIA. Des essais de fluage ont alors pu être réalisés en conditions de post-DNB et ont mis en évidence un fort impact de la vitesse de chauffe sur la réponse mécanique du matériau. Le troisième axe de cette thèse s'est quant à lui intéressé à modéliser les essais et à identifier un modèle de comportement au fluage couplé à l'évolution de la fraction de phase, à l'aide de méthodes numériques.

① Étude de la transformation de phase du Zircaloy-4 détendu

Le changement de phase de la gaine en Zircaloy-4 détendu a été étudié pour des vitesses de chauffe comprises entre 50 et 2000°C/s à l'aide d'essais de dilatométrie libre sur un dispositif GLEEBLE-3500. Un grand soin a été apporté à la mesure de

température, qui peut mener à de nombreux biais lors de transitoires thermiques rapides. Il est notamment nécessaire de mettre en place des moyens de mesure de température réactifs et non intrusifs, compatibles avec les transitoires thermiques rapides. Il faut également assurer l'homogénéité thermique dans la zone de mesure de la dilatation, et évaluer l'impact des déformations mécaniques sur le calcul de la fraction de phase.

Afin de contrôler précisément la température lors du transitoire, des mesures pyrométriques ont été mises en place. L'éprouvette a été pré-oxydée avec une couche de $2,5\mu\text{m}$ pour obtenir une émissivité constante tout le long des essais, menant à une incertitude en température d'environ 7°C . Les expériences ont été effectuées sous vide primaire, de façon à minimiser l'oxydation des échantillons et ne pas être impacté par une réduction d'oxyde en surface externe. L'homogénéité thermique a été évaluée par thermographie proche infrarouge (PIR) et par calcul électro-thermique. Son influence sur le calcul de la fraction de phase est finalement considérée comme acceptable dans notre application ($< 1,5\%$). Les déformations mécaniques de l'échantillon pendant le transitoire ont été estimées comme négligeables par calcul thermomécanique. La dilatation de la gaine lors des essais a été mesurée par détection de contour à l'aide d'une caméra rapide. Cette méthode permet d'obtenir une meilleure résolution spatiale et temporelle que le dilatomètre optique, et mène à une incertitude de l'ordre du micromètre sur les déplacements.

Les essais réalisés ont permis l'identification d'un modèle de changement de phase de l'équilibre à $2000^\circ\text{C}/\text{s}$, basé sur une formulation de Leblond. Des différences ont été observées par rapport aux résultats de la littérature pour les essais réalisés à 50 et $100^\circ\text{C}/\text{s}$. Le manque d'informations sur le protocole des essais et sur les moyens de mesure dans la littérature ne permet pas de justifier ces écarts en toute certitude. Afin de valider les résultats des essais de dilatométrie, des analyses métallographiques ont été menées sur des éprouvettes trempées à différentes températures, pour des échantillons chauffés à des vitesses de 50 , 100 et $1200^\circ\text{C}/\text{s}$. Il est difficile de quantifier la proportion de phase présente dans le matériau à haute température dans le domaine biphasé, mais le passage du domaine biphasé au domaine β est quant à lui clairement identifié. Cette transition est caractérisée par l'explosion de la taille des grains, qui étaient petits et équiaxes dans le domaine biphasé. Elle concorde parfaitement avec le passage du domaine biphasé au domaine β obtenu lors des essais de dilatométrie vers 960°C . Il convient de souligner que la vitesse de trempe ($\simeq -50^\circ\text{C}/\text{s}$) ne permet pas de figer instantanément la microstructure, le matériau peut alors continuer de se transformer pendant un court instant au refroidissement.

Les principaux résultats sur la transformation de phase du Zircaloy-4 détendu peuvent être résumés comme suit :

- De l'équilibre à $500^\circ\text{C}/\text{s}$, la température de début de transformation se décale vers les hautes températures à mesure que la vitesse de chauffe augmente. À partir de $500^\circ\text{C}/\text{s}$, la vitesse de chauffe n'a plus d'impact sur la transformation.
- La température de fin de transformation n'est pas influencée par la vitesse de chauffe et reste égale à environ 960°C .
- La recristallisation du matériau est très rapide à haute température. De petits grains

équiaxes sont observés dès 830°C pour des vitesses de chauffe de 1200°C/s. Ces résultats sont en accord avec les cinétiques de [56], qui a étudié la recristallisation du Zircaloy-4 détendu jusqu'à des vitesses de 430°C/s.

- La microstructure change brutalement lors du passage du domaine biphasé au domaine β . Le matériau passe d'un état recristallisé, composé de petits grains équiaxes, à un agencement beaucoup plus grossier de type "paniers tressés". Ce changement peut être expliqué par la transformation complète de la phase α qui empêchait jusqu'alors la libre croissance des grains β . Ces hypothèses sont en accord avec [99,100].

② Mise en place d'essais simulant les conditions d'un post-DNB

La plateforme d'essai ELLIE, initialement mise au point par Tardif et Campello [2–5], a été significativement modifiée, de façon à pouvoir reproduire des vitesses de chauffe de 1200°C/s. Atteindre de telles vitesses ne permet pas d'obtenir un chargement thermique axisymétrique sur l'éprouvette. Des moyens de mesure de champs 3D-surfaciques ont alors été mis en place, afin de récupérer les champs de déplacements et de température en surface de la gaine, respectivement par stéréo-corrélation d'images numériques et thermographie PIR. Ces développements ont nécessité l'écriture d'un code de calibration basé sur la géométrie connue des échantillons, ainsi que la conception d'une nouvelle enceinte. D'autre part, la forme tubulaire de l'échantillon et la géométrie du banc d'essai ne permettent pas à un grand nombre de caméras d'observer une même zone sur l'échantillon. Une procédure a alors été mise au point, afin de mesurer les champs thermique et cinématique à l'aide des deux mêmes caméras. Cette procédure permet notamment de s'affranchir des problèmes d'hétérogénéité de l'émissivité en surface de l'éprouvette pour la mesure de température, causée par la présence du mouchetis.

Une vingtaine d'essais ont été réalisés en conditions représentatives d'un post-DNB sur des tronçons de gaines en Zircaloy-4 détendu. **La vitesse de chauffe moyenne est de 1200°C/s, et le domaine de température étudié s'étend de 840 à 1020°C.** Ce domaine permet de couvrir l'ensemble du domaine biphasé lors d'un transitoire thermique rapide. **Deux niveaux de pressions de 7 et 11 bar ont été testés.** Ces expériences ont mis en évidence un comportement au fluage complexe dans le domaine biphasé où un fluage primaire important a lieu. Compte tenu des temps caractéristiques d'un RIA, seules les 10 premières secondes des essais ont tout d'abord été exploitées. Bien que le matériau n'ait pas atteint un état d'équilibre, de nombreuses observations ont pu être menées, appuyées par des examens métallographiques effectués sur les échantillons post-mortem (vitesse de refroidissement $\simeq -50^\circ\text{C/s}$).

Trois domaines de comportement au fluage ont finalement été identifiés :

- De 840 à 910°C ($f_\beta^{1200^\circ\text{C/s}} \leq 10\%$), la vitesse de fluage augmente avec la température. De petits grains équiaxes sont observés dans ce domaine, synonymes d'un matériau recristallisé.

- De 910 ($f_{\beta}^{1200^{\circ}\text{C}/\text{s}} \simeq 10\%$) à 970°C ($f_{\beta}^{1200^{\circ}\text{C}/\text{s}} \simeq 100\%$), le comportement s'inverse, avec une vitesse de fluage qui diminue alors que la température augmente. De petits grains équiaxes sont également observés dans ce domaine.
- Au-delà de 970°C, le comportement au fluage change derechef, avec une vitesse de déformation qui augmente avec la température. La microstructure dans ce domaine est radicalement différente. Un agencement des grains de type "paniers tressés" est observé avec une taille de grains beaucoup plus importante.

Les analyses métallographiques réalisées sur les échantillons post-mortem concordent parfaitement avec les observations réalisées sur les échantillons trempés sur le dispositif GLEEBLE. D'autre part, **les domaines de fluage identifiés semblent étroitement liés à la fraction de phase présente dans le matériau.**

Des essais de fluage ont également été réalisés en conditions d'APRP, où le transitoire thermique est de 3°C/s. **Un impact important de la cinétique de chauffe a été mis en évidence.** Pour les mêmes conditions de température et de pression, les échantillons ayant subi un transitoire thermique rapide se déforment significativement plus rapidement que les éprouvettes ayant été chauffées lentement (différences pouvant dépasser un facteur 20). En outre, deux essais ont été réalisés en conditions de post-DNB sur des gaines initialement recristallisées. Les vitesses de déformation obtenues sont intermédiaires entre les vitesses obtenues sur les éprouvettes détendues testées en conditions de post-DNB et les éprouvettes détendues testées en conditions d'APRP. D'après les cinétiques de recristallisation de [54, 56] et les examens métallographiques mentionnés précédemment, le matériau détendu se recristallise très rapidement au niveau des températures testées. Les trois types d'éprouvettes (détendu/post-DNB, détendu/APRP et recristallisé/post-DNB), sont alors toutes dans un état recristallisé dès le début des essais de fluage, alors que la gaine n'est pas encore, ou très peu, déformée. Les différences observées sont donc dues à l'activation d'autres phénomènes, dépendant de l'état initial et de l'histoire thermique du matériau (*e.g.* sélection de variants, dissolution des intermétalliques, nucléation et croissance des grains, plasticité de transformation, etc.).

③ Modélisation des essais et identification d'une loi de fluage

Les potentiels effets de structure lors des essais de fluage ne permettent pas d'évaluer l'état de contrainte dans la gaine avec certitude. Afin de prendre en compte ces effets de structure, les expériences ont été simulées par la méthode des éléments finis. La non axisymétrie des essais et l'état de contrainte dans la gaine ont imposé une représentation 3D de l'éprouvette. Puisque les champs thermique et cinématique ne sont connus que dans la zone visible par les caméras, seule cette portion du tube a été modélisée. Les déplacements expérimentaux sont imposés sur le pourtour extérieur du modèle et une cinématique de Love-Kirchhoff est mise en place dans la section de la gaine. La méthode de recalage par éléments finis (FEMU) a été utilisée, afin d'identifier une loi de fluage couplée à la fraction de phase pour les 10 premières secondes des essais réalisés en conditions de post-DNB. La méthode d'identification ainsi que l'hypothèse de Love-Kirchhoff

ont tout d'abord été validées sur un cas virtuel représentatif des essais. Il a également été vérifié que la sensibilité des paramètres était importante malgré une modélisation très contrainte. Suite à cela, deux identifications ont été réalisées sur l'ensemble des essais effectués sur le matériau détendu en conditions de post-DNB, toutes deux basées sur un agencement des phases en série dans le domaine biphasé.

Lors de la première identification, réalisée par FEMU, la fraction de phase a été posée comme étant égale à la fraction de phase présente dans le matériau lors d'un transitoire thermique rapide. **Le modèle identifié reproduit les résultats expérimentaux avec des erreurs moyennes de 10% sur les vitesses de fluage**, ce qui est considéré comme très convenable pour ce type d'expériences. Un très faible impact des effets de structure lors des essais a également été mis en évidence.

Puisque les effets de structure ne jouent pas un rôle important, et donc que l'état de contrainte peut être approximé de façon analytique, une deuxième identification beaucoup plus efficiente a été réalisée. L'évolution de la fraction de phase a ici été calculée via le modèle de changement de phase identifié sur les essais de dilatométrie. Ce modèle est basé sur un retour à l'équilibre de la fraction de phase lors d'un palier en température dans le domaine biphasé. Les résultats obtenus sur les vitesses de fluage sont similaires à la première modélisation, les paramètres de fluage du domaine α permettant d'adapter les résultats en fonction du modèle de changement de phase utilisé.

Ces identifications sont basées sur de nombreuses hypothèses : loi de Norton pour décrire le fluage d'un matériau qui n'est pas à l'équilibre métallurgique, agencement des phases en série, pas de transformations métallurgiques hormis le changement de phase. Le fait que les paramètres de la phase α soient dépendants du modèle de changement de phase utilisé met clairement en évidence un manque d'informations sur le fluage de la gaine en conditions de post-DNB dans le domaine monophasé α et sur l'évolution de la fraction de phase lors d'un palier en température dans le domaine biphasé. Les deux lois de fluage phénoménologiques identifiées permettent toutefois une bonne représentation des résultats expérimentaux et restent à valider sur un domaine de conditions thermomécaniques plus vaste, en intégrant éventuellement plus de physique pour étendre leur domaine de validité.

Perspectives

Cette étude a permis d'apporter de nouveaux résultats sur le comportement de la gaine en Zircaloy-4 en conditions représentatives d'un post-DNB. Plusieurs axes de recherche pourraient être envisagés pour étoffer et approfondir ce travail. Deux pistes, qui ne nécessitent pas de modifications majeures des installations expérimentales actuelles, sont tout d'abord proposées :

- Le modèle de changement de phase caractérisé au chapitre 2 est basé sur un retour à l'équilibre, mais les essais réalisés ne permettent pas de vérifier si un tel retour se produit lors d'un palier en température dans le domaine biphasé. S'il se produit, il est possible que le chemin de retour ou l'état d'équilibre final soient influencés par l'histoire thermique du matériau. Il serait intéressant de réaliser une campagne

expérimentale, afin d'étudier l'évolution de la fraction de phase lors d'un palier en température dans le domaine biphasé suite à une montée rapide de la température. Pour ce faire, des essais de dilatométrie ou de résistivité pourraient être envisagés. Il s'agira ici de travailler sur le contrôle précis de l'atmosphère, de façon à ne pas avoir d'oxydation, ni de réduction d'oxyde. Des mesures s'appuyant à la fois sur la pyrométrie et les thermocouples pourraient être mis en place, en prenant des précautions sur l'effet d'inertie de ces derniers.

- Les paramètres de fluage de la phase α sont, dans ces travaux, dépendants du modèle de changement de phase utilisé et de l'hypothèse d'homogénéisation considérée. Il serait pertinent d'identifier ces paramètres dans le domaine monophasé α , afin de s'affranchir de ces dépendances. Aux niveaux de pressions étudiés, les vitesses de déformations rendront difficile l'exploitation des résultats, de par le faible rapport signal/bruit. Il faudrait alors soit augmenter la contrainte, soit augmenter le temps des essais. La première solution impose de ne pas changer de mécanisme de fluage, et la seconde a des conséquences sur le temps que les transformations métallurgiques auront pour opérer dans le matériau. Il faudra également tenir compte des potentiels changements de microstructures aux températures inférieures à 800°C, comme la dissolution des éléments d'alliage ou la recristallisation du matériau. La difficulté ne réside pas tant dans la réalisation des essais mais dans la compréhension et l'analyse de leurs résultats.

D'autre part, une partie de ce travail s'est attachée à l'implémentation du modèle de changement de phase et des lois de fluage caractérisées dans cette étude, dans le logiciel SCANAIR développé par l'IRSN [28, 139]. Une étude visant à évaluer la réponse des lois implémentées sur des essais réalisés en réacteurs expérimentaux est actuellement en cours.

À plus long terme, il serait très intéressant d'obtenir davantage d'informations sur l'évolution de la microstructure du matériau en conditions de post-DNB. Les essais de fluage effectués ont en effet mis en évidence des différences sur le comportement mécanique de la gaine suivant l'état initial du matériau et la vitesse de montée en température. Ces différences ne peuvent s'expliquer par le seul phénomène de recristallisation, qui intervient très tôt lors des essais. Des phénomènes comme la sélection de variants ou la ségrégation d'éléments par exemple, pourraient expliquer en partie ces écarts. Afin de mettre en évidence ces phénomènes, des analyses de type EBSD ou DRX pourraient être envisagées pour obtenir des cartographies d'orientation de grains et de répartition d'éléments.

La mise en place de telles analyses permettrait également d'étudier la croissance des grains dans le domaine biphasé, où un fluage primaire important a été observé. Une ouverture a été proposée dans ces travaux, afin de modéliser ce régime primaire en ajoutant une composante d'évolution de la taille de grains dans la loi de fluage. Les résultats sont encourageants mais souffrent d'un manque de données sur la croissance des grains. Il serait intéressant de réaliser des essais interrompus à différentes températures par trempe et à différents temps de maintien dans le domaine biphasé, afin d'établir un modèle de croissance des grains. La vitesse de trempe devra être suffisante pour figer la

microstructure et les analyses métallographiques devront être en mesure de distinguer la phase α de l'ex-phase β . L'impact de la vitesse de chauffe sur la taille des grains pourra également être étudié, ainsi que l'influence de l'état de contrainte et du niveau de déformation. D'autre part, seule une petite partie des données issues des essais de fluage réalisés dans ces travaux a été exploitée : les 100 premières secondes. Un nombre considérable d'informations restent à analyser et pourraient être utilisées pour établir une loi de fluage robuste à plus long terme, couplée à la croissance des grains. Cela pourrait également mettre en lumière le rôle d'autres phénomènes physiques.

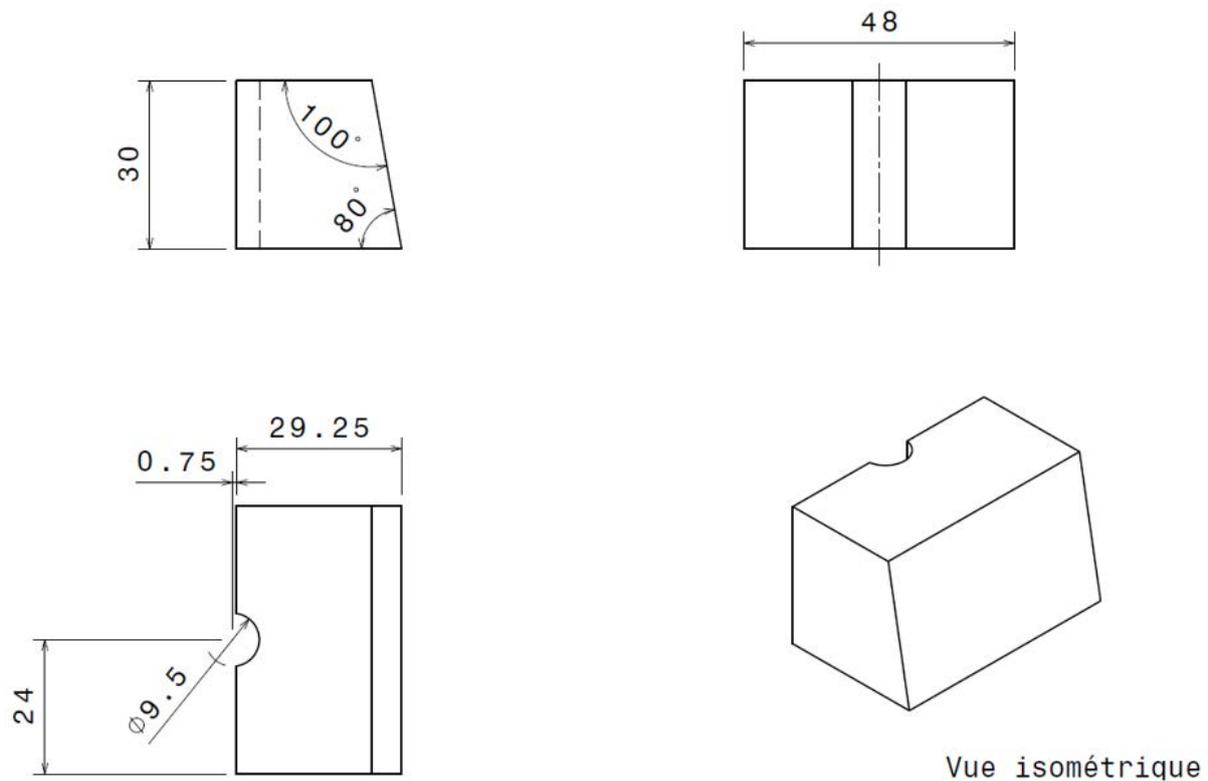
Enfin, il faut rappeler que seul le comportement du matériau vierge et sous environnement inerte a été étudié dans ce travail. En conditions réelles, les interactions multi-physiques compliquent considérablement l'analyse : le matériau de la gaine peut être oxydé, hydruré, ou présenter des défauts d'irradiation. Tous ces paramètres sont susceptibles d'avoir un impact important sur sa tenue mécanique. Il peut par exemple être intéressant de se demander si le recuit des défauts d'irradiation à haute température a le temps d'opérer en conditions de post-DNB, où la vitesse de chauffe est importante. Étudier le matériau irradié complique en revanche considérablement la mise en place de campagnes expérimentales. Il peut être plus abordable de s'intéresser à l'impact de l'oxydation et de l'hydruration du matériau sur son comportement lors d'un post-DNB, notamment au niveau de la transformation de phase et de sa tenue au fluage. La préparation d'éprouvettes oxydées et hydrurées est parfaitement maîtrisée et les dispositifs expérimentaux pour mener ces analyses sont déjà fonctionnels. Les défis à soulever relèveront de l'analyse et de la modélisation des résultats. Des approches en champ de phase sont déjà en cours dans certains laboratoires pour lever ces verrous.

D'un point de vue mécanique, l'état de déformation ou d'écrouissage de la gaine, obtenu tout le long de sa vie en réacteur et lors de la phase PCMI, peut également avoir un rôle sur la réponse au fluage du matériau en conditions de post-DNB. D'autres facteurs, comme la présence des grilles d'assemblages, peuvent de la même façon influencer sur la réponse mécanique de la gaine. Il peut être utile de se questionner sur l'impact de la reprise de l'effet de fond, mis en place lors des essais de fluage réalisés dans ce travail. Il serait aussi intéressant d'étendre cette étude à des niveaux de pression plus importants, notamment dans le domaine α et le domaine biphasé (un éclatement très rapide étant attendu dans le domaine β). Ces essais permettraient d'enrichir le modèle de fluage, et d'étudier les mécanismes de fluage aux plus fortes contraintes. Enfin, il convient de noter que dans ces travaux, les échantillons ont tous été chauffés par effet Joule. L'application d'un courant électrique dans le matériau est susceptible d'avoir un impact sur les transformations métallurgiques, comme le changement de phase par exemple.

Il a été montré tout au long de ce manuscrit que le comportement de la gaine en situation accidentelle est très complexe à étudier du fait des nombreux couplages thermo-métallo-mécaniques. La compréhension de ces couplages nécessite la mise en commun de compétences et de dispositifs (expérimentaux et numériques) variés, afin d'assurer une meilleure maîtrise du risque et de participer à la transversalité des connaissances.

Annexe A

Plan des mors conçu pour les essais de dilatométrie



Projet : IRSN - Gleeble	Echelle 1:1	INSA de Lyon
Pièce : Mors Gleeble	JAILIN Thomas	LaMCoS
Dimension : mm	25/01/2017	

Figure A.1 : Mise en plan des mors conçu pour les essais de dilatométrie réalisés sur la machine GLEEBLE-3500.

Annexe B

Modélisation EF des essais de dilatométrie

Cette annexe présente les simulations éléments finis des essais de dilatométrie réalisés sur la machine GLEEBLE-3500. Le but de cette étude est d'apporter une estimation au premier ordre de l'effet d'inertie des thermocouples, d'évaluer la distribution de température dans la section de la gaine et d'étudier l'impact des conditions d'essais sur les déformations de l'échantillon.

B.1 Introduction

Deux types de modélisations par éléments finis ont été réalisés afin de simuler les essais de dilatométrie. Une première modélisation thermo-électrique a été mise en place afin d'estimer l'effet d'inertie des thermocouples et la distribution thermique dans l'épaisseur de la gaine. Une seconde modélisation thermo-mécanique a été conduite afin d'évaluer l'impact des déformations mécaniques sur le calcul de la fraction de phase. Le logiciel commercial Abaqus a été utilisé pour réaliser ces deux études.

B.2 Calcul thermo-électrique

B.2.1 Modélisation

Un tube de longueur 40mm, avec un diamètre extérieur de 9,5mm et une épaisseur de 0,57mm, est modélisé à l'aide du logiciel Abaqus. L'influence d'une excentricité de 3% [4]

est étudiée. Un thermocouple de diamètre 0,18mm est placé au centre de l'échantillon. 61 626 éléments briques linéaires "DC3D8E" sont utilisés dans le modèle et 6 éléments sont utilisés dans l'épaisseur de la gaine. L'une des extrémités du tube est encastrée, l'autre est en liaison glissière suivant l'axe du tube.

Le tube est chauffé par effet Joule et ses extrémités sont maintenues à 20°C. Plusieurs vitesses de chauffe sont testées. Les rayonnements interne et externe sont pris en compte et la convection est négligée (atmosphère supposée sous vide). Les paramètres matériaux utilisés pour la simulation sont donnés dans le Tableau B.1. Ces paramètres ont été choisis de façon à représenter au premier ordre du Zircaloy-4 pour le tube et du Chromel pour le thermocouple. Le module de Young du Zircaloy-4 est décrit suivant l'Équation (B.1) issue des données de [49].

Propriété	Tube	Thermocouple
Chaleur spécifique (J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)	375	600
Conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	25	19
Résistivité électrique (μΩ.cm)	130	70,7
Densité	6,6	8,7
Émissivité	0,9	0,9
Module de Young (GPa)	Éq. (B.1)	186

Tableau B.1 : Propriétés des matériaux utilisées lors de la simulation.

$$E(T) = 116,1 - 59.10^{-3}.T \text{ [GPa]}, \quad (\text{B.1})$$

où T est la température en Kelvin.

B.2.2 Résultats

La Figure B.1 montre les résultats de la simulation à $t = 10s$ pour une vitesse de chauffe de 100°C/s. Une zone plus froide est observée au niveau du point de soudure. La Figure B.2 compare l'écart entre la température mesurée par le thermocouple et la température du tube au point diamétralement opposée à la soudure. Un écart compris entre 15 et 20°C est obtenu pour une température de gaine comprise entre 800 et 1000°C. Cet écart augmente avec des diamètres de thermocouples plus importants et des cinétiques thermiques plus rapides.

Cette modélisation permet de représenter au premier ordre l'inertie d'un thermocouple lors d'un transitoire thermique. Une représentation plus précise du point de soudure tendrait à augmenter l'effet d'inertie obtenu. L'emploi de thermocouples en situations anisothermes doit donc être associé à d'importantes précautions, afin de ne pas induire de biais liés à l'effet d'inertie.

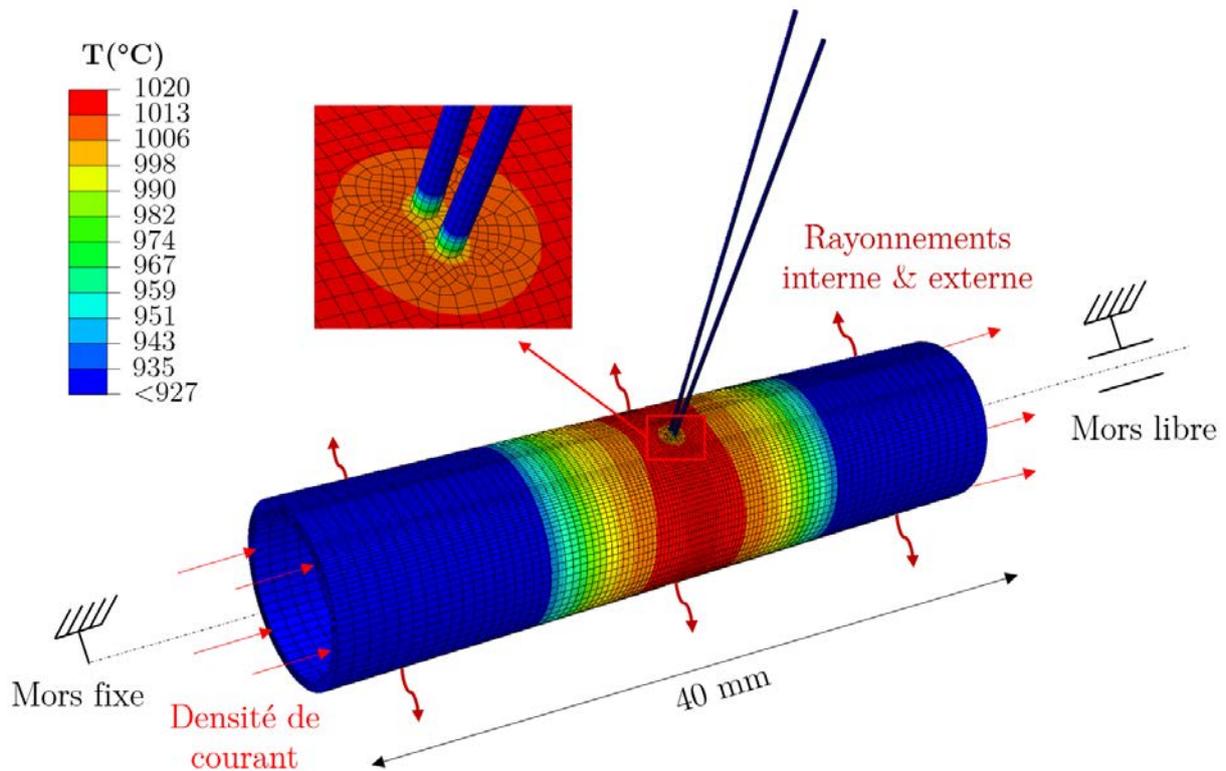


Figure B.1 : Résultats de la simulation EF de l'inertie des thermocouples à $t = 10\text{s}$. Vitesse de chauffe de $100^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

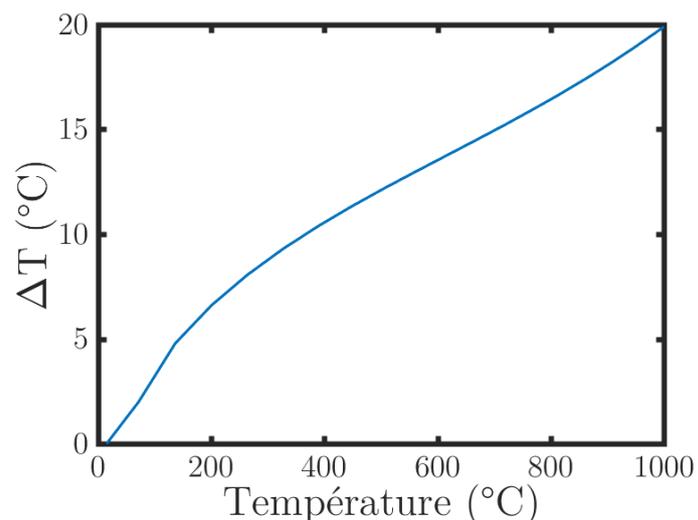


Figure B.2 : Évolution de l'écart de température ΔT , entre la température de la gaine au niveau du thermocouple et la température au point diamétralement opposé à la soudure pour une vitesse de chauffe de $100^{\circ}\text{C}/\text{s}$. L'axe des abscisses correspond à la température obtenue au point diamétralement opposé à la soudure.

Ces calculs ont également permis d'évaluer la distribution en température dans l'épaisseur de la gaine. La Figure B.3 montre les résultats obtenus à 1000°C pour une vitesse de chauffe de 100°C/s. Une hétérogénéité thermique maximale de 4°C est obtenue dans la section. L'impact sur le calcul du changement de phase par dilatométrie est donc inférieur à 3% dans notre application (cf. Figure 2.6).

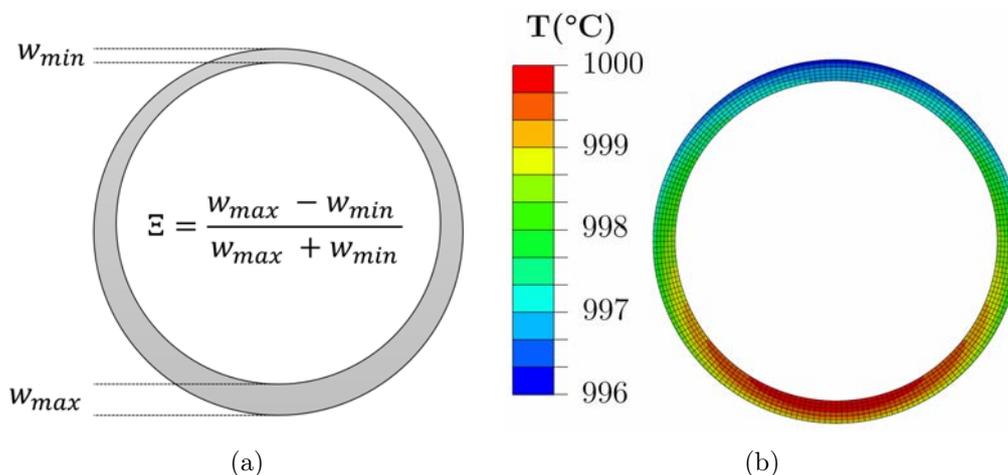


Figure B.3 : (a) Schéma de la section d'une éprouvette où Ξ est l'excentricité, w_{min} est l'épaisseur minimale de la gaine, et w_{max} est l'épaisseur maximale. (b) Température obtenue dans la section pour une vitesse de chauffe de 100°C/s avec une excentricité de 3%.

B.3 Calcul thermo-mécanique

B.3.1 Modélisation

Une modélisation axisymétrique est réalisée afin d'estimer l'impact des déformations mécaniques sur le calcul de la fraction de phase. La gaine est modélisée à l'aide de 7 020 éléments quadrilatères linéaires "CAX4R", et 10 éléments sont utilisés dans l'épaisseur. Un schéma du modèle est présenté en Figure B.4.a. Le coefficient de dilatation de la gaine est défini de façon à reproduire la dilatation moyenne mesurée lors des essais. La transformation de phase est modélisée à l'aide de l'Équation (2.9). L'éprouvette est chauffée à différentes vitesses de chauffe avec le profil de température axial obtenu lors des essais par thermographie PIR (cf. Figure B.4.b). Une distribution de 4°C est imposée dans l'épaisseur. Afin de simuler le refroidissement des mors lors de l'essai, la température aux extrémités de la gaine est maintenue à 20°C. Les propriétés du matériau de la gaine sont données dans le Tableau B.1.

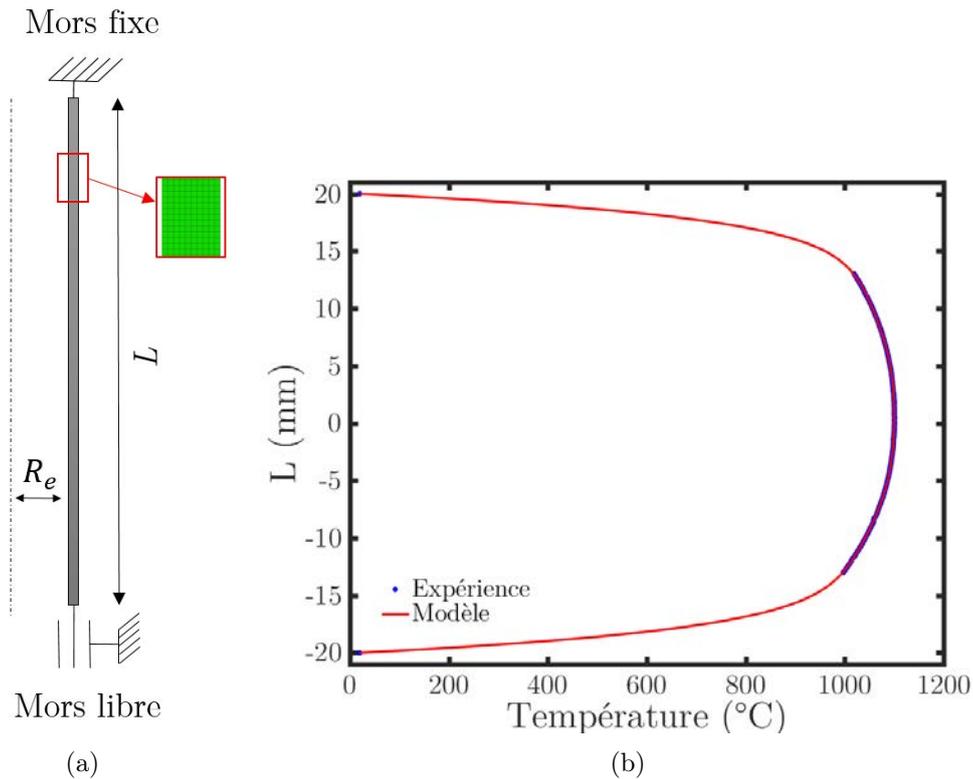


Figure B.4 : (a) Schéma du modèle axisymétrique ; (b) chargement thermique axial imposé sur la gaine. Les points expérimentaux sont obtenus par thermographie PIR, une fonction polynomiale est utilisée pour interpoler entre les points.

B.3.1 Résultats

La fraction de phase est calculée sur une zone de 5mm de long au centre de l'éprouvette à l'aide de la méthode des leviers. Les écarts obtenus avec la fraction de phase présente au point le plus chaud de l'échantillon sont de 1,5%. Les déformations mécaniques et l'hétérogénéité thermique ont donc un impact acceptable sur le calcul de la fraction de phase.

Annexe C

Calculs couplés Sysweld-Abaqus

Cette annexe présente la modélisation du système de chauffage par induction mis en place sur la plateforme ELLIE. Le problème électromagnétique est résolu via le logiciel Sysweld et le problème thermique est résolu via le logiciel Abaqus. Ces calculs ont permis d'optimiser la géométrie de l'inducteur, afin d'obtenir un unique point chaud au centre de la gaine lors d'un transitoire rapide, et de quantifier la distribution thermique dans l'épaisseur de la gaine comme étant inférieure à 2 °C.

C. Introduction

Afin de pouvoir atteindre des vitesses de chauffe de l'ordre de 1000°C/s, le système de chauffage par induction du banc ELLIE a été modifié. Il est souhaité lors des essais qu'un unique point chaud soit situé au centre, de façon à être visible par les caméras. Sous des vitesses de chauffe élevées, le phénomène de conduction thermique n'a pas le temps d'opérer, deux points chauds se retrouvent alors situés sous les spires et ne sont donc pas observables pendant la montée en température. Il faut alors optimiser la géométrie de l'inducteur, de façon à focaliser le champ magnétique au centre de l'inducteur. Il est également souhaité que la distribution thermique dans l'épaisseur de la gaine soit la plus faible possible, les mesures de température n'étant disponibles qu'en surface externe lors des essais.

Le problème à résoudre est multi-physique et couple électromagnétisme et thermique [194]. Pour des raisons pratiques, le problème électromagnétique a été modélisé à l'aide du

logiciel Sysweld et le problème thermique à l'aide du logiciel Abaqus [195]. Les objectifs sont : (i) optimiser la géométrie de l'inducteur, afin d'obtenir un unique point chaud au centre des échantillons même sous de fortes vitesses de chauffe, et (ii) quantifier la distribution thermique dans l'épaisseur de la gaine.

C.2 Modélisation du problème électromagnétique

Le système de chauffage par induction a été modélisé avec le logiciel Sysweld. Afin de simplifier la résolution du problème électromagnétique, deux hypothèses sont mises en place : (i) le problème est considéré axisymétrique, (ii) la conductivité électrique σ est supposée indépendante de la température. La section des spires est également modélisée avec une géométrie carrée afin de simplifier le maillage de l'inducteur. La Figure C.1 présente le modèle mis en place. Un tube de longueur $L = 90\text{mm}$, de rayon interne $R_i = 4,18\text{mm}$ et de rayon externe $R_e = 4,75\text{mm}$ est modélisé. Le problème est composé de 7000 éléments 2D et 30 éléments sont utilisés à travers l'épaisseur de la gaine. L'atmosphère est modélisée à l'aide d'éléments 1D de paroi, afin de ne pas avoir à mailler tout l'espace. Le Tableau C.1 présente les propriétés des matériaux utilisées pour modéliser la gaine et les spires.

Propriété	Tube (Zircaloy-4)	Spire (cuivre)
Perméabilité magnétique μ (H.m^{-1})	$1,256.10^{-6}$	$1,256.10^{-6}$
Conductivité électrique σ (S.m^{-1})	$2,36.10^6$	$5,97.10^7$

Tableau C.1 : Propriétés des matériaux utilisées lors de la simulation.

À noter qu'il est possible d'estimer au premier ordre la profondeur de pénétration du champ magnétique p_e dans le matériau, en utilisant l'Équation (C.1) définie pour une plaque semi-infinie. Dans notre application, la profondeur de pénétration du champ magnétique est évaluée à 1,1mm. Il est intéressant d'avoir une profondeur de pénétration supérieure à l'épaisseur de la gaine, de façon à obtenir une faible distribution thermique dans l'épaisseur lors de la chauffe.

$$p_e = \sqrt{\frac{1}{\pi \cdot f \cdot \sigma \cdot \mu}} \quad (\text{C.1})$$

où f est la fréquence du générateur, σ est la conductivité électrique et μ est la perméabilité magnétique.

Le logiciel Sysweld permet de résoudre le problème électromagnétique et d'obtenir la densité volumique de puissance électromagnétique induite dans le matériau P .

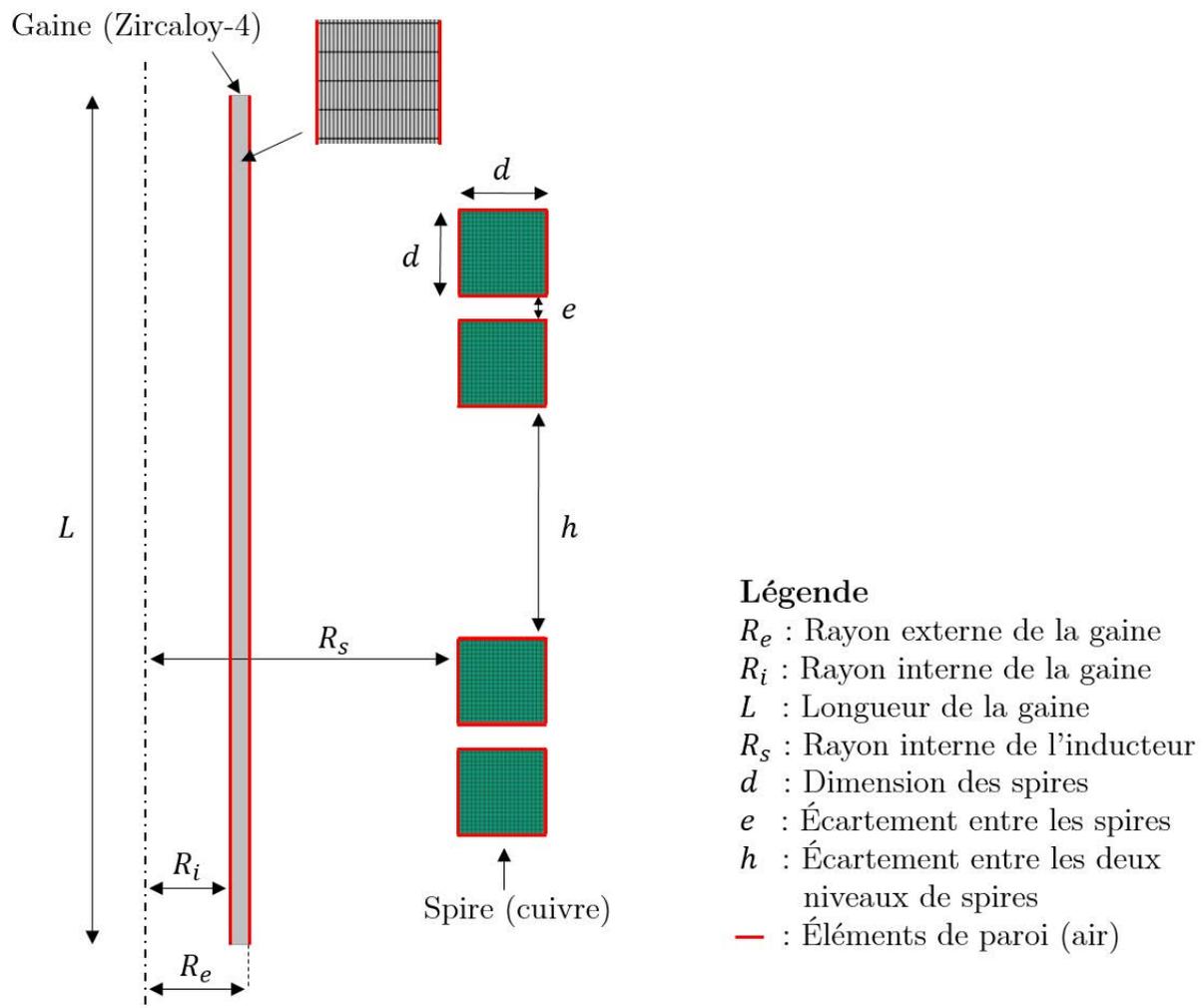


Figure C.1 : Schéma de la modélisation électromagnétique réalisée sur Sysweld (échelles non respectées).

C.3 Modélisation du problème de thermique

Une fois la densité volumique de puissance électromagnétique induite dans le matériau obtenue à l'aide du logiciel Sysweld, le logiciel Abaqus est utilisé pour résoudre le problème électro-thermique.

La Figure C.2 présente la modélisation mise en place. La gaine est modélisée à l'aide de 2700 éléments "DCAX4" et 15 éléments sont utilisés à travers l'épaisseur de l'éprouvette. Le matériau est chauffé par effet Joule en utilisant la densité volumique de puissance électromagnétique obtenue via le calcul électromagnétique. La convection est prise en compte ainsi que le rayonnement interne et externe de la gaine. Afin de modéliser le refroidissement des mors, la température aux extrémités de l'éprouvette est maintenue égale à 25°C. Le Tableau C.2 présente les propriétés physiques utilisées pour modéliser le problème de thermique.

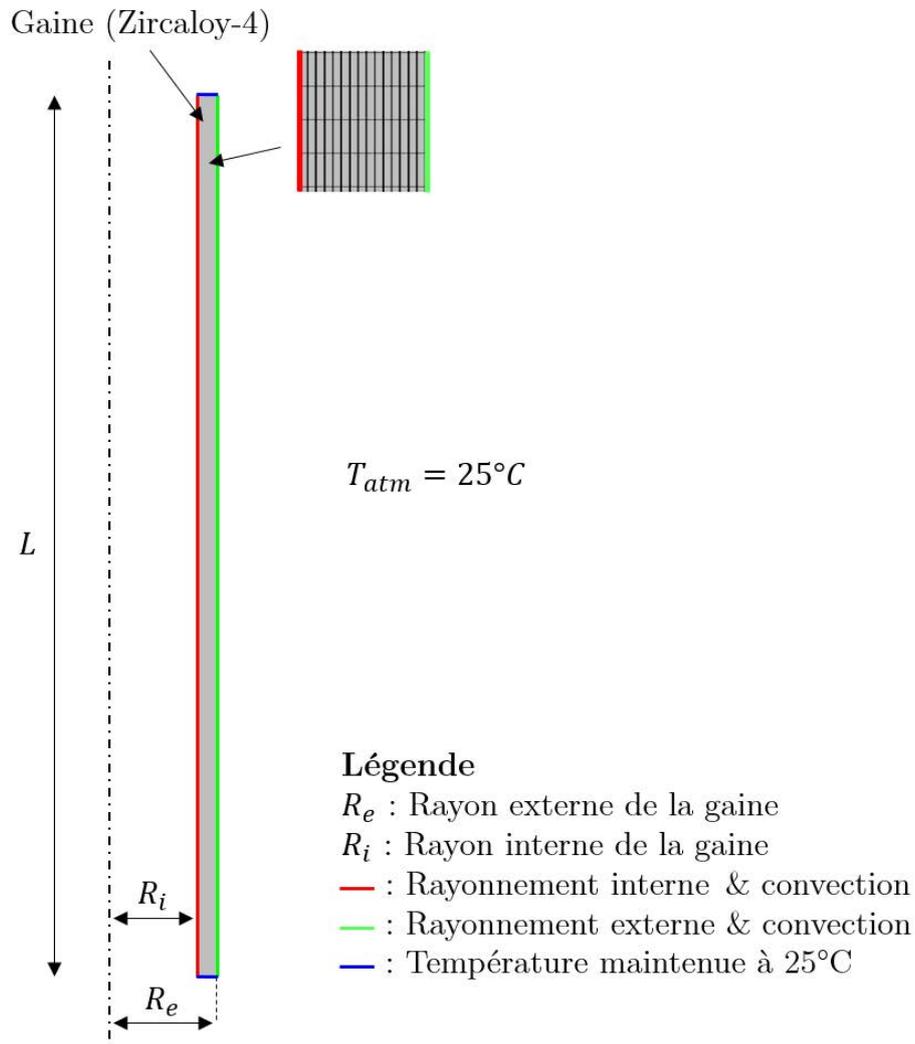


Figure C.2 : Schéma de la modélisation réalisée sur Abaqus (échelles non respectées).

Propriété

Coefficient de convection ($W.m^{-2}.K^{-1}$)	10 (surface interne)
	25 (surface externe)
Émissivité	0,2 (surface interne)
	0,9 (surface externe)
Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	6550
Chaleur spécifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	$255,66 + 0,1024.T(K)$
Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	$12,767 - 5,435.10^{-4}.T(K) + 8,982.10^{-6}.T(K)^2$

Tableau C.2 : Propriétés physiques utilisées pour modéliser le Zircaloy-4 lors du calcul thermique [23, 49].

C.4 Résultats

L'objectif est de trouver la géométrie de l'inducteur qui permet d'obtenir un unique point chaud, localisé au centre de l'échantillon lors d'un transitoire thermique rapide. Afin de réaliser des mesures de champs au centre de l'éprouvette lors des essais, l'écartement entre les spires supérieures et inférieures, h (cf. Figure C.1), est souhaité le plus grand possible. Les paramètres à optimiser sont : le nombre de spires, le rayon interne de l'inducteur R_s , l'écartement entre les spires e , l'écartement entre les spires inférieures et supérieures h et le diamètre de spires d (cf. Figure C.1).

Si l'écartement entre les spires est trop important, un profil de chauffe en forme de "dos de chameau" est obtenu, comme montré sur la Figure C.3, où deux points chauds sont présents sous les spires.

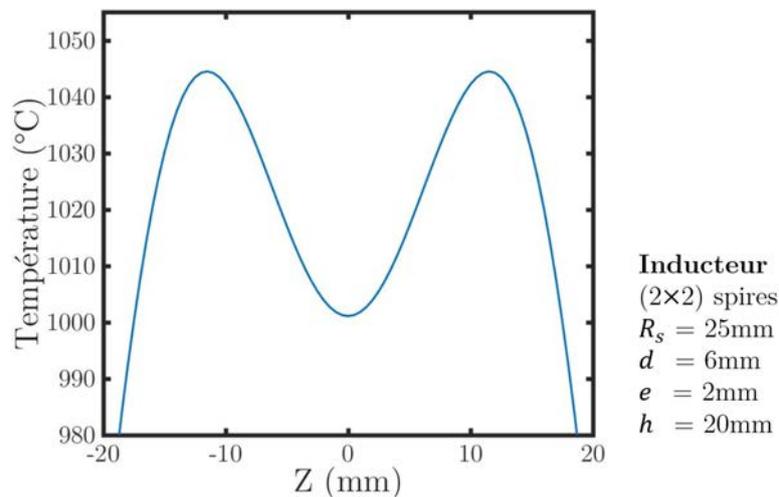


Figure C.3 : Profil thermique axial obtenu avec un inducteur théorique non-optimisé pour une vitesse de chauffe de 1020°C/s .

Les caractéristiques de l'inducteur optimisé et le profil thermique associé, obtenu lors d'un transitoire de 1208°C/s , sont présentés en Figure C.4. Un seul point chaud est obtenu au centre de l'échantillon. La variation en température dans l'épaisseur est trouvée inférieure à 2°C lors du transitoire, ce qui est considéré comme très acceptable dans notre application.

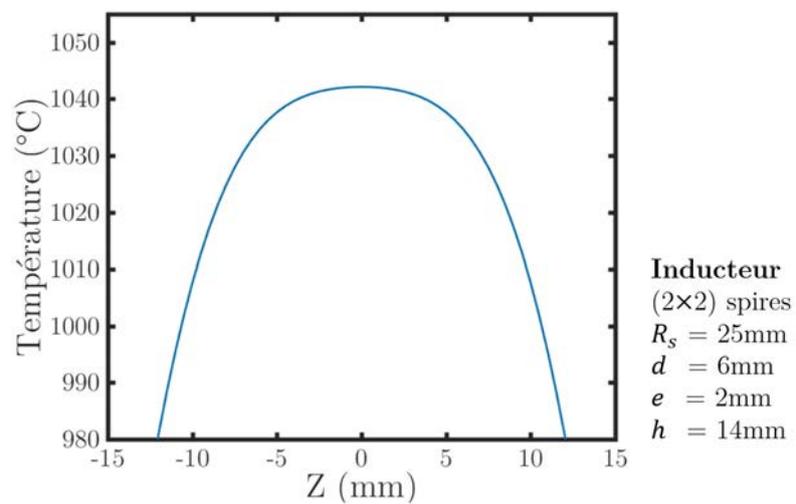


Figure C.4 : Profil thermique axial obtenu avec l'inducteur optimisé pour une vitesse de chauffe de 1208°C/s .

Annexe D

Calibration du système de stéréo-corrélation

Cette annexe présente la procédure suivie pour calibrer un système de stéréo-corrélation en utilisant une éprouvette non plane et de géométrie connue comme objet étalon.

D.1 Introduction

Afin de pouvoir procéder à une reconstruction 3D de l'objet par stéréovision, il est nécessaire de calibrer au préalable l'ensemble du système optique. Cette étape d'étalonnage vise à identifier les paramètres de calibration de chaque caméra, qui permettent de faire le lien entre les coordonnées d'un point de l'espace et ses coordonnées sur l'image. Des mires de calibration sont classiquement utilisées pour réaliser cette étape [196]. Dans notre application, l'enceinte du banc ELLIE et la présence de l'inducteur rendent difficile la manipulation de telles mires. Un code de calibration a alors été développé, afin de pouvoir étalonner le système en se basant sur la géométrie connue de l'éprouvette [169, 170]. La procédure suivie est inspirée des équations décrites dans [171, 172].

D.2 Le modèle sténopé

D.2.1 Passer du repère monde à l'image

L'objectif ici est de développer les transformations qui permettent de faire le lien entre un point M défini par ses coordonnées $\{X_W, Y_W, Z_W\}$ dans l'espace, que l'on appellera le repère monde R_W , et sa position sur l'image définie par ses coordonnées $\{x_s, y_s\}$ dans

le repère image R_s . Plusieurs transformations sont à considérer et sont présentées sur la Figure D.1.

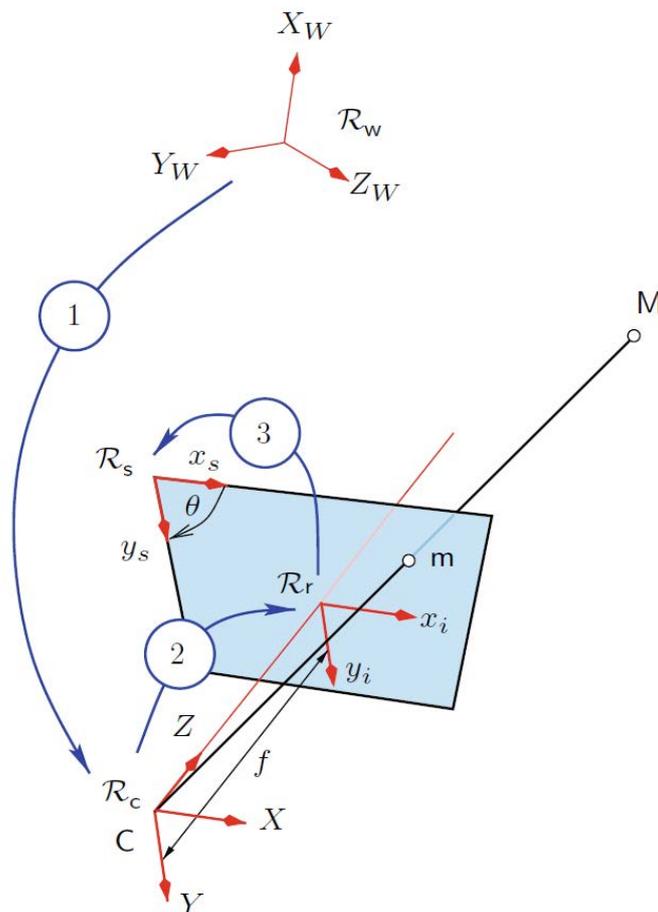


Figure D.1 : Les trois transformations qui permettent de passer du repère monde R_W au repère de l'image R_s [172]. R_C est le repère caméra et R_r est le repère du plan image.

① "Repère monde R_W " \rightarrow "Repère caméra R_C "

Le passage du repère monde R_W au repère caméra R_C est effectué via une transformation de corps rigide. Soit M un point défini par ses coordonnées $\{x, y, z\}$ dans le repère caméra, et $\{X_W, Y_W, Z_W\}$ dans le repère monde. On a alors :

$$\{M\} = \begin{Bmatrix} x \\ y \\ z \end{Bmatrix} = [R] \cdot \begin{Bmatrix} X_W \\ Y_W \\ Z_W \end{Bmatrix} + \{t\} \quad (\text{D.1})$$

$$\{t\} = \begin{Bmatrix} t_x \\ t_y \\ t_z \end{Bmatrix} \quad [R] = \begin{bmatrix} R_{11} & R_{12} & R_{13} \\ R_{21} & R_{22} & R_{23} \\ R_{31} & R_{32} & R_{33} \end{bmatrix},$$

où $[R]$ est un tenseur de rotation et t est un vecteur de translation.

Cela peut également s'écrire sous la forme :

$$\{M\} = \begin{Bmatrix} x \\ y \\ z \\ 1 \end{Bmatrix} = [T]_{4 \times 4} \cdot \begin{Bmatrix} X_W \\ Y_W \\ Z_W \\ 1 \end{Bmatrix}, \quad (\text{D.2})$$

$$[T]_{4 \times 4} = \begin{bmatrix} [R] & t \\ 0 & 1 \end{bmatrix}_{4 \times 4} = \begin{bmatrix} R_{11} & R_{12} & R_{13} & t_x \\ R_{21} & R_{22} & R_{23} & t_y \\ R_{31} & R_{32} & R_{33} & t_z \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}.$$

② "Repère caméra R_C " \rightarrow "Plan image R_r "

Le passage du repère caméra au plan image s'effectue par une simple projection du point $\{M\}$ dans le plan capteur, via une matrice $[P]$.

$$\alpha \cdot \begin{Bmatrix} x_i \\ y_i \\ 1 \end{Bmatrix} = [P]_{3 \times 4} \cdot \begin{Bmatrix} x \\ y \\ z \\ 1 \end{Bmatrix}, \quad (\text{D.3})$$

$$[P]_{3 \times 4} = \begin{bmatrix} f & 0 & 0 & 0 \\ 0 & f & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix},$$

où α est un facteur d'échelle, f est la distance focale et (x_i, y_i) sont les coordonnées de M dans le plan image.

③ "Plan image R_r " \rightarrow "Repère image R_s "

Le passage du plan image au repère de l'image permet de prendre en compte le changement d'échelle (passage en pixels), la position de l'origine et une potentielle déviation d'angle entre le capteur et le repère orthogonal de l'image. La transformation $R_r \rightarrow R_s$ s'effectue telle que :

$$\begin{aligned} \begin{Bmatrix} x_s \\ y_s \\ 1 \end{Bmatrix} &= [A]_{3 \times 3} \cdot \begin{Bmatrix} x_i \\ y_i \\ 1 \end{Bmatrix}, \\ [A]_{3 \times 3} &= \begin{bmatrix} S_x & -S_x \cot(\theta) & -S_x(\hat{c}_x - \hat{c}_y \cot(\theta)) \\ 0 & \frac{S_y}{\sin(\theta)} & -\frac{S_y \hat{c}_y}{\sin(\theta)} \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \end{aligned} \quad (D.4)$$

où (\hat{c}_x, \hat{c}_y) est une translation en pixels, (x_s, y_s) sont les coordonnées de M en pixels sur l'image, θ est l'angle du capteur et (S_x, S_y) sont des facteurs d'échelle.

BILAN : repère monde \rightarrow Image

En regroupant les Équations (D.2), (D.3) et (D.4), on obtient :

$$\alpha \cdot \begin{Bmatrix} x_s \\ y_s \\ 1 \end{Bmatrix} = [A]_{3 \times 3} \cdot [P]_{3 \times 4} \cdot [T]_{4 \times 4} \cdot \begin{Bmatrix} X_W \\ Y_W \\ Z_W \\ 1 \end{Bmatrix}. \quad (D.5)$$

La matrice $[T]_{4 \times 4}$ contient les douze paramètres dits extrinsèques du système optique. Il est habituel de définir une matrice $[K]_{3 \times 4}$ telle que :

$$[K]_{3 \times 4} = [A]_{3 \times 3} \cdot [P]_{3 \times 4}. \quad (D.6)$$

Dans la pratique $\theta \simeq \pi/2$, $[K]_{3 \times 4}$ peut donc s'écrire tel que :

$$[K]_{3 \times 4} = \begin{bmatrix} f.S_x & 0 & -S_x.\hat{c}_x & 0 \\ 0 & f.S_y & -S_y.\hat{c}_y & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} f_x & 0 & c_x & 0 \\ 0 & f_y & c_y & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}, \quad (D.7)$$

où f_x, f_y, c_x et c_y sont les 4 paramètres dits intrinsèques du système optique.

D.2.2 Identifier les paramètres du modèle

L'objectif pour étalonner complètement le système optique est d'identifier les 16 paramètres de calibration, composés des 12 paramètres extrinsèques ainsi que des 4 paramètres intrinsèques. Les équations de [171, 172] ont été adaptées à un objet étalon non-plan, en ne faisant pas la simplification $Z_W = 0$. En omettant, pour le moment, le facteur d'échelle α , il est possible, d'après les équations précédentes, d'exprimer (x_s, y_s) sous forme explicite tel que :

$$\begin{aligned} x_s &= c_x + f_x \frac{R_{11}X_W + R_{12}Y_W + R_{13}Z_W + t_x}{R_{31}X_W + R_{32}Y_W + R_{33}Z_W + t_z}, \\ y_s &= c_y + f_y \frac{R_{21}X_W + R_{22}Y_W + R_{23}Z_W + t_y}{R_{31}X_W + R_{32}Y_W + R_{33}Z_W + t_z}. \end{aligned} \quad (\text{D.8})$$

Ces équations non linéaires ne peuvent pas être résolues simplement pour identifier les paramètres de calibration du système. Un vecteur η est donc défini, afin d'obtenir un système d'équations linéaires tel que :

$$\begin{aligned} x_s &= \eta_1 + \eta_3 X_W + \eta_4 Y_W + \eta_5 Z_W - \eta_9 X_W x_s - \eta_{10} Y_W x_s - \eta_{11} Z_W x_s, \\ y_s &= \eta_2 + \eta_6 X_W + \eta_7 Y_W + \eta_8 Z_W - \eta_9 X_W y_s - \eta_{10} Y_W y_s - \eta_{11} Z_W y_s, \end{aligned} \quad (\text{D.9})$$

avec :

$$\begin{aligned} \eta_1 &= c_x + \frac{f_x t_x}{t_z} & \eta_5 &= \frac{c_x R_{33} + f_x R_{13}}{t_z} & \eta_9 &= \frac{R_{31}}{t_z} \\ \eta_2 &= c_y + \frac{f_y t_y}{t_z} & \eta_6 &= \frac{c_y R_{31} + f_y R_{21}}{t_z} & \eta_{10} &= \frac{R_{32}}{t_z} \\ \eta_3 &= \frac{c_x R_{31} + f_x R_{11}}{t_z} & \eta_7 &= \frac{c_y R_{32} + f_y R_{22}}{t_z} & \eta_{11} &= \frac{R_{33}}{t_z} \\ \eta_4 &= \frac{c_x R_{32} + f_x R_{12}}{t_z} & \eta_8 &= \frac{c_y R_{33} + f_y R_{23}}{t_z} \end{aligned} \quad (\text{D.10})$$

On note que l'Équation (D.9) est équivalente à :

$$\begin{aligned} x_s &= \frac{\eta_1 + \eta_3 X_W + \eta_4 Y_W + \eta_5 Z_W}{1 + \eta_9 X_W + \eta_{10} Y_W + \eta_{11} Z_W}, \\ y_s &= \frac{\eta_2 + \eta_6 X_W + \eta_7 Y_W + \eta_8 Z_W}{1 + \eta_9 X_W + \eta_{10} Y_W + \eta_{11} Z_W}, \end{aligned} \quad (\text{D.11})$$

Seuls 11 paramètres (et le facteur d'échelle α) permettent finalement de faire le lien entre les coordonnées d'un point sur l'image et ses coordonnées dans le repère monde (Équation (D.11)). Il ne s'agit plus désormais d'identifier les paramètres intrinsèques et extrinsèques, mais le vecteur η afin d'obtenir la transformation $R_w \rightarrow R_s$, au facteur d'échelle près. Pour ce faire, l'Équation (D.9) peut s'écrire telle que :

$$\begin{Bmatrix} x_s \\ y_s \end{Bmatrix} = [N]_{2 \times 11} \cdot \{\eta\}, \quad (\text{D.12})$$

$$[N]_{2 \times 11} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & X_W & Y_W & Z_W & 0 & 0 & 0 & -x_s X_W & -x_s Y_W & -x_s Z_W \\ 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & X_W & Y_W & Z_W & -y_s X_W & -y_s Y_W & -y_s Z_W \end{bmatrix}.$$

Connaissant (x_s, y_s) et (X_W, Y_W, Z_W) il est possible d'obtenir le vecteur η tel que :

$$\{\eta\} = [N^t N]^{-1} [N^t] \begin{Bmatrix} x_s \\ y_s \end{Bmatrix}. \quad (\text{D.13})$$

Dans la pratique (x_s, y_s) sont connues, puisque directement issues des images. (X_W, Y_W, Z_W) sont obtenues en reconstruisant la géométrie 3D de l'objet étalon. À noter que si la pièce étalon est non plane, une seule image peut suffire pour calibrer le système. À l'inverse, si l'objet est plan, plusieurs images de l'objet étalon à différentes positions sont alors nécessaires, afin de ne pas obtenir un problème mal posé au sens de Hadamard.

D.3 L'éprouvette comme objet étalon

D.3.1 Reconstruction de la surface 3D de l'échantillon

Les coordonnées (X_W, Y_W, Z_W) sont obtenues en reconstruisant l'objet étalon dans l'espace 3D à partir de l'image. Cette reconstruction est basée sur la géométrie connue de l'objet, en utilisant les projections décrites sur la Figure D.2 et les Équations (D.14) et (D.15) [166]. Dans notre cas, la pièce est un tube de rayon 4,75mm.

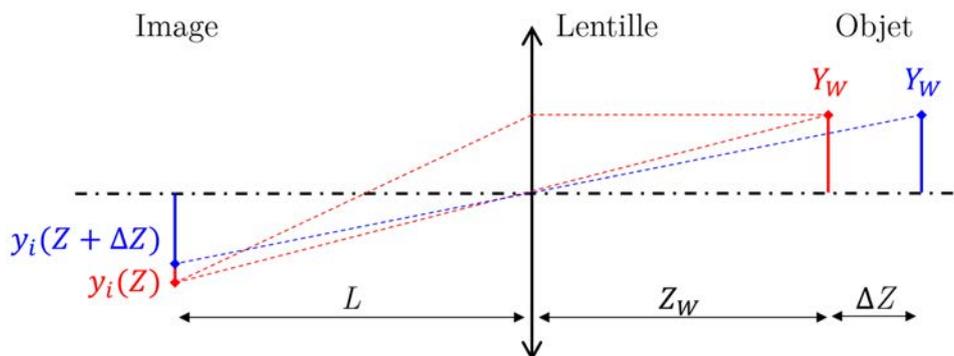


Figure D.2 : Effet d'une composante géométrique hors plan sur la position de l'objet sur l'image.

$$\begin{aligned}
x_i(Z + \Delta Z) &= -\frac{L}{Z_W + \Delta Z} X_W \\
&\simeq -\frac{L}{Z_W} X_W \left(1 - \frac{\Delta Z}{Z_W}\right),
\end{aligned} \tag{D.14}$$

et

$$\begin{aligned}
y_i(Z + \Delta Z) &= -\frac{L}{Z_W + \Delta Z} Y_W \\
&\simeq -\frac{L}{Z_W} Y_W \left(1 - \frac{\Delta Z}{Z_W}\right),
\end{aligned} \tag{D.15}$$

où L est la distance du plan image, ΔZ est la composante hors plan de l'objet, (X_W, Y_W, Z_W) sont les coordonnées de l'objet dans le repère monde et (x_i, y_i) ses coordonnées dans le plan image.

D.3.2 Appariement entre les caméras

Une fois l'objet étalon reconstruit dans l'espace pour chaque caméra (cf. Figure D.3), il faut faire concorder les repères mondes de chaque caméra, puisqu'il n'existe qu'un seul et unique repère monde. Il s'agit de trouver la transformation de corps rigide qui permet de passer du repère monde de la caméra 1 (R_{W1}) au repère monde de la caméra 2 (R_{W2}), si deux caméras sont utilisées. Cette transformation se formule telle que :

$$\begin{aligned}
\begin{Bmatrix} X_W \\ Y_W \\ Z_W \end{Bmatrix}_{C1} &= [R_A] \cdot \begin{Bmatrix} X_W \\ Y_W \\ Z_W \end{Bmatrix}_{C2} + \{t_A\} \\
\{t_A\} &= \begin{Bmatrix} t_x \\ t_y \\ t_z \end{Bmatrix}
\end{aligned} \tag{D.16}$$

$$[R_A] = \begin{bmatrix} \cos(\gamma) \cos(\beta) & \cos(\gamma) \sin(\beta) \sin(\alpha) - \sin(\gamma) \cos(\alpha) & \cos(\gamma) \sin(\beta) \cos(\alpha) + \sin(\gamma) \sin(\alpha) \\ \sin(\gamma) \cos(\beta) & \sin(\gamma) \sin(\beta) \sin(\alpha) + \cos(\gamma) \cos(\alpha) & \sin(\gamma) \sin(\beta) \cos(\alpha) - \cos(\gamma) \sin(\alpha) \\ -\sin(\beta) & \cos(\beta) \sin(\alpha) & \cos(\beta) \cos(\alpha) \end{bmatrix},$$

où $[R_A]$ est une matrice de rotation décrite par les angles α , β et γ , et t_A est un vecteur de translation.

Pour identifier cette transformation de corps rigide, il faut d'abord appairer les deux caméras, de façon à connaître la position d'un point M sur l'image de la caméra 1 dans l'image de la caméra 2. Pour ce faire, une corrélation d'images 2D (2D-CIN) est réalisée entre les deux images, en utilisant le mouchetis déposé en surface de l'éprouvette (cf. Figure D.3). Suite à cet appariement et à la reconstruction 3D de l'objet étalon, les coordonnées d'un point M sur les images sont finalement connues dans le repère monde R_{W1} et dans le repère monde R_{W2} . $[R_A]$ et t_A peuvent alors être identifiés.

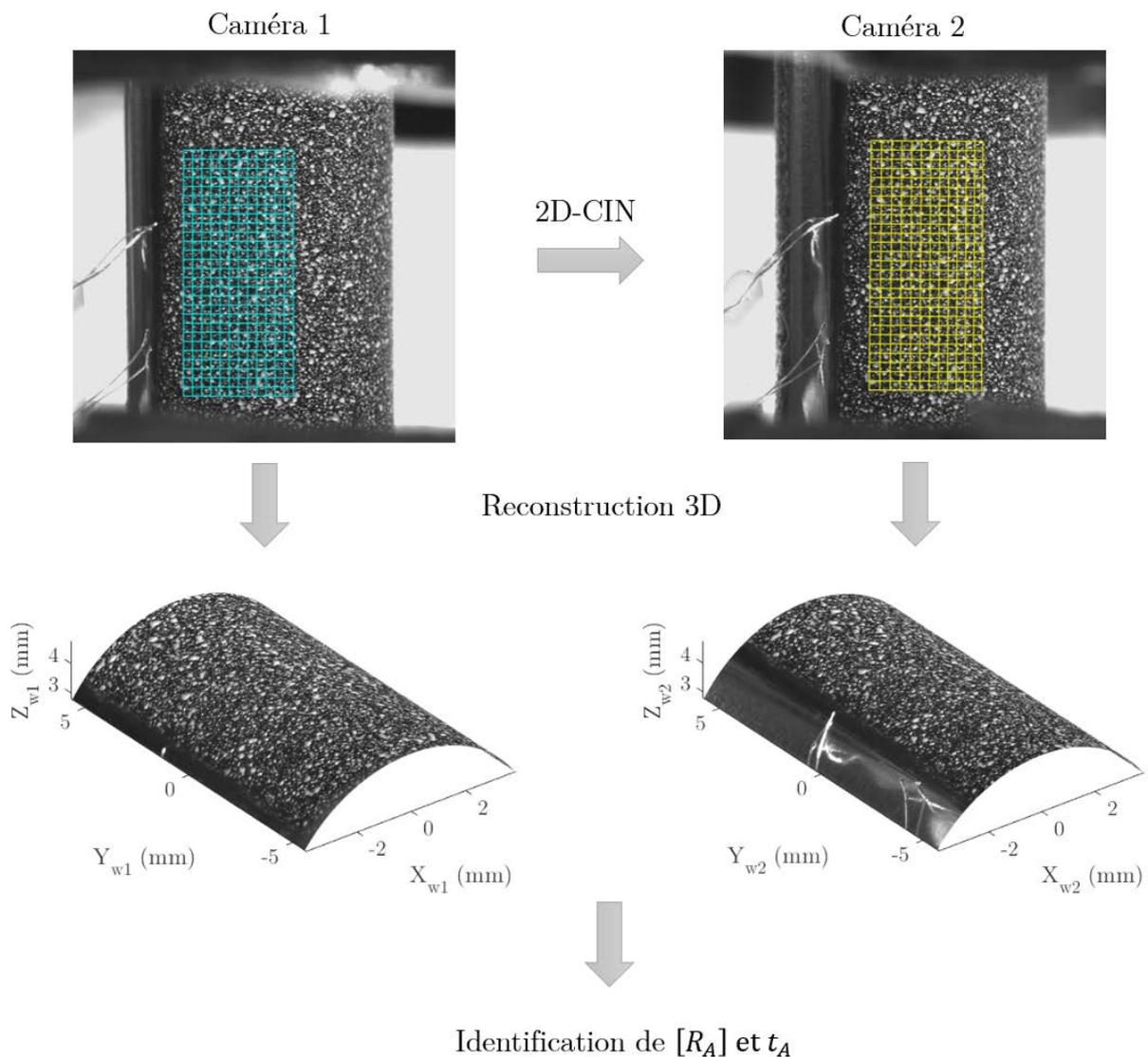


Figure D.3 : Effet d'une composante géométrique hors plan sur la position de l'objet sur l'image.

D.4 Bilan

Les équations développées dans cette annexe permettent de faire le lien entre les coordonnées d'un point de l'espace et ses coordonnées sur l'image. Une étape d'appariement est nécessaire afin de faire concorder les repères monde de chaque caméra. Une fois les paramètres de calibration de chaque caméra identifiés dans un repère commun, il est possible de reconstruire l'objet en 3D en connaissant les points correspondants dans chacune des caméras. Cette étape de reconstruction, non rappelée ici, est classiquement réalisée suivant la procédure détaillée dans le chapitre 4 de [172]. L'objet étalon peut alors être reconstruit et le facteur d'échelle α peut être identifié en comparant les dimensions de l'objet reconstruit avec ses dimensions réelles.

Bibliographie

- [1] T. Forgeron, J. C. Brachet, F. Barcelo, A. Castaing, J. Hivroz, J. P. Mardon, et C. Bernaudat, “Experiment and Modeling of Advanced Fuel Rod Cladding Behavior Under LOCA Conditions : Alpha-Beta Phase Transformation Kinetics and EDGAR Methodology,” *Zirconium in the Nuclear Industry : Twelfth International Symposium*, pp. 256–278, ASTM International, STP14303S, 2000.
- [2] N. Tardif, M. Coret, et A. Combescure, “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, pp. 755–766, 2011.
- [3] D. 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*. Thèse de doctorat, Université de Lyon, 2016. url : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01920700>.
- [4] D. Campello, N. Tardif, M. Moula, M. C. Baietto, M. Coret, et J. Desquines, “Identification of the steady-state creep behavior of Zircaloy-4 claddings under simulated Loss-Of-Coolant Accident conditions based on a coupled experimental/numerical approach,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 115-116, pp. 190–199, 2017.
- [5] D. Campello, N. Tardif, J. Desquines, M. C. Baietto, M. Coret, A. Maynadier, et P. Chaudet, “Validation of a multimodal set-up for the study of zirconium alloys claddings’ behaviour under simulated LOCA conditions,” *Strain*, vol. 54, n° 5, pp. 1–14, 2018.
- [6] Rte, “Bilan électrique 2018,” rapport, 2018. url : <https://bilan-electrique-2018.rte-france.com/wp-content/uploads/2019/02/BE-PDF-2018v3.pdf>.
- [7] Y. Guérin et J. Henckes, “Conception et fabrication de combustibles à base d’uranium.” *Techniques de l’ingénieur*, 2005.
- [8] Wikipédia, “Réacteur à eau pressurisée.” url : https://fr.wikipedia.org/wiki/Réacteur_à_eau_pressurisée. Consulté le 16 décembre 2019.
- [9] A. T. Motta, A. Couet, et R. J. Comstock, “Corrosion of Zirconium Alloys Used for Nuclear Fuel Cladding,” *Annual Review of Materials Research*, vol. 45, pp. 311–343, 2015.
- [10] A. T. Motta et L.-Q. Chen, “Hydride Formation in Zirconium Alloys,” *Journal of The Minerals*, vol. 64, n° 12, pp. 1403–1408, 2012.

- [11] A. Couet, A. T. Motta, et R. J. Comstock, “Hydrogen pickup measurements in zirconium alloys : Relation to oxidation kinetics,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 451, n° 1-3, pp. 1–13, 2014.
- [12] M. Griffiths, “A review of microstructure evolution in zirconium alloys during irradiation,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 159, pp. 190–218, 1988.
- [13] T. Torimaru, T. Yasuda, et M. Nakatsuka, “Changes in mechanical properties of irradiated Zircaloy-2 fuel cladding due to short term annealing,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 238, n° 2-3, pp. 169–174, 1996.
- [14] J. Ribis, F. Onimus, J. Béchade, S. Doriot, A. Barbu, C. Cappelaere, et C. Lemaignan, “Experimental study and numerical modelling of the irradiation damage recovery in zirconium alloys,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 403, n° 1-3, pp. 135–146, 2010.
- [15] C. Lemaignan, *Science des matériaux pour le nucléaire*. EDP Science, 2012.
- [16] K. Yueh, “Applicability of modified burst test data to reactivity initiated accident,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 488, pp. 338–345, 2017.
- [17] P. Rudling, L. O. Jernkvist, F. Garzarolli, R. Adamson, T. Mahmood, A. Strasser, et C. Patterson, “Nuclear Fuel Behaviour under RIA Conditions,” Rapport December, ANT International, 2016. url : https://www.antinternational.com/docs/samples/FM/06/IZNA16-ZIRAT21_RIA_Sample.pdf.
- [18] J. Hastings, A. D. Smith, P. J. Fehrenbach, et T. J. Carter, “Fission gas release from power-ramped UO₂ fuel,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 139, n° 2, pp. 106–112, 1986.
- [19] T. Fuketa, “Transient Response of LWR Fuels (RIA),” *Comprehensive Nuclear Materials*, vol. 2, pp. 579–593, 2012.
- [20] B. Cazalis, J. Desquines, C. Poussard, M. Petit, Y. Monerie, C. Bernaudat, P. Yvon, et X. Averty, “The PROMETRA program : Fuel cladding mechanical behavior under high strain rate,” *Nuclear Technology*, vol. 157, n° 3, pp. 215–229, 2007.
- [21] M. Le Saux, *Comportement et rupture de gaines en zircaloy-4 détendu vierges, hydrurées ou irradiées en situation accidentelle de type RIA*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2008. url : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00395361/document>.
- [22] V. Busser, *Mécanismes d’endommagement de la couche d’oxyde des gaines de crayons de combustible en situation accidentelle de type RIA*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2009. url : <http://theses.insa-lyon.fr/publication/2009ISAL0027/these.pdf>.
- [23] A. H. de Menibus, *Formation de blisters d’hydrures et effet sur la rupture de gaines en Zircaloy-4 en conditions d’accident d’injection de réactivité*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des Mines de Paris, 2012. url : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00818358/document>.
- [24] H. Abe, T. Abe, S. Kishita, S. Kano, Y. Li, K. Tawara, Y. Matsukawa, et Y. Satoh, “Development of advanced expansion due to compression (A-EDC) test method for safety evaluation of degraded nuclear fuel cladding materials,” *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 52, n° 10, pp. 1232–1239, 2015.

-
- [25] T. Fuketa, H. Sasajima, Y. Mori, et K. Ishijima, “Fuel failure and fission gas release in high burnup PWR fuels under RIA conditions,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 248, pp. 249–256, 1997.
- [26] T. Fuketa, H. Sasajima, et T. Sugiyama, “Behavior of high-burnup PWR fuels with low-tin Zircaloy-4 cladding under reactivity-initiated-accident conditions,” *Nuclear Technology*, vol. 133, n° 1, pp. 50–62, 2001.
- [27] J. Papin, B. Cazalis, J. M. Frizonnet, J. Desquines, F. Lemoine, V. Georgenthum, F. Lamare, et M. Petit, “Summary and Interpretation of the CABRI REP-Na Program,” *Nuclear Technology*, vol. 157, n° 3, pp. 230–250, 2007.
- [28] A. Moal, V. Georgenthum, et O. Marchand, “SCANAIR : A transient fuel performance code. Part One : General modelling description,” *Nuclear Engineering and Design*, vol. 280, pp. 150–171, 2014.
- [29] T. Alam, M. Kaleem, M. Pathak, K. Ravi, R. Singh, et S. K. Gupta, “A review on the clad failure studies,” *Nuclear Engineering and Design*, vol. 241, n° 9, pp. 3658–3677, 2011.
- [30] R. O. Meyer, “An assessment of fuel damage in postulated reactivity-initiated accidents,” *Nuclear Technology*, vol. 155, n° 3, pp. 293–311, 2006.
- [31] M. Ishikawa et S. Shiozawa, “A study of fuel behavior under reactivity initiated accident conditions,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 95, n° 1-2, pp. 1–30, 1980.
- [32] F. Schmitz et J. Papin, “High burnup effects on fuel behaviour under accident conditions : the tests CABRI REP-Na,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 270, n° 1-2, pp. 55–64, 1999.
- [33] V. Besson, “Modelling of clad-to-coolant heat transfer for RIA applications,” *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 44, n° 2, pp. 211–221, 2007.
- [34] G. Repetto, C. Dominguez, B. Durville, S. Carnemolla, D. Campello, N. Tardif, et M. Gradeck, “The R&D perfroi project on thermal mechanical and thermal hydraulics behaviors of a fuel rod assembly during a loss of coolant accident,” *Nureth16*, (Chicago), ANS, 2015.
- [35] C. Dominguez, “Effect of pre-oxide and hydrogen on creep of Zircaloy-4 at 1123K,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 511, pp. 446–458, 2018.
- [36] M. Réocreux et E. F. Scott de Martinville, “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, pp. 363–378, 1990.
- [37] H. E. Rosinger, P. C. Bera, et W. R. Clendening, “Steady-state creep of zircaloy-4 fuel cladding from 940 to 1873 k,” *Journal of Nuclear materials*, vol. 82, n° 2, pp. 286–297, 1979.
- [38] M. K. Khan, M. Pathak, S. Suman, A. Deo, et R. Singh, “Annals of Nuclear Energy Burst investigation on zircaloy-4 claddings in inert environment,” *Annals of Nuclear Energy*, vol. 69, pp. 292–300, 2014.
- [39] G. H. Choi, D. H. Kim, D. Park, C. Shin, et B. J. Kim, “Development of Non-contact Deformation Measurement Method for Ballooning of Cladding in LOCA Condition,” *Transactions of the Korean Nuclear Society Autumn Meeting*, (Goyang), 2019.

- [40] R. Thieurmél, J. Besson, E. Pouillier, A. Parrot, A. Ambard, et A.-F. Gourgues-Lorenzon, "Contribution to the understanding of brittle fracture conditions of zirconium alloy fuel cladding tubes during LOCA transient," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 527, 2019. n°151815.
- [41] P. Barberis, "Métallurgie du zirconium et du hafnium," *Techniques de l'Ingénieur*, 2016.
- [42] J. Dunlop, *Approche par variable interne de fluage et recristallisation des alliages en zirconium*. Thèse de doctorat, Grenoble INPG, 2005.
- [43] C. Lemaignan et A. T. Motta, "Zirconium Alloys in Nuclear Applications," *Materials science and technology*, 2006. doi : 10.1002/9783527603978.mst0111.
- [44] D. Charquet, R. Hahn, E. Ortlieb, J. P. Gros, et J. F. Wadier, "Solubility limits and formation of intermetallic precipitates in ZrSnFeCr alloys," *Zirconium in the Nuclear Industry : Eighth International Symposium*, pp. 405–422, ASTM International, STP18878S, 1989.
- [45] C. Toffolon-Masclét, T. Guilbert, et J. C. Brachet, "Study of secondary intermetallic phase precipitation / dissolution in Zr alloys by high temperature – high sensitivity calorimetry," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 372, n° 2-3, pp. 367–378, 2008.
- [46] F. Li, T. Mihara, Y. Udagawa, et M. Amaya, "The effect of hydride morphology on the failure strain of stress-relieved Zircaloy-4 cladding with an outer surface pre-crack under biaxial stress states," *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 56, n° 5, pp. 432–439, 2019.
- [47] M. Le Saux, J. Besson, S. Carassou, C. Poussard, et X. Averty, "A model to describe the anisotropic viscoplastic mechanical behavior of fresh and irradiated Zircaloy-4 fuel claddings under RIA loading conditions," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 378, n° 1, pp. 60–69, 2008.
- [48] O. Fandeur, *Étude expérimentale et modélisation mécanique de la corrosion sous contrainte des gaines en Zircaloy-4*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris, 2001. url : <https://hal-ecp.archives-ouvertes.fr/tel-01094621/document>.
- [49] D. L. Hagrman et G. A. Reymann, "MATPRO-Version 11 : A handbook of materials properties for use in the analysis of light water reactor fuel rod behavior," rapport, Idaho National Engineering Lab., Idaho Falls (USA), 1979.
- [50] A. M. Garde, H. M. Chung, et T. F. Kassner, "Uniaxial tensile properties of Zircaloy containing oxygen : summary report," rapport, Argonne National Lab., Ill.(USA), 1977. url : <https://www.osti.gov/servlets/purl/5244985>.
- [51] L. Tournadre, F. Onimus, J. Béchade, D. Gilbon, J. Cloué, J. Mardon, et X. Feaugas, "Experimental study of the nucleation and growth of c -component loops under charged particle irradiations of recrystallized Zircaloy-4," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 425, n° 1-3, pp. 76–82, 2012.
- [52] D. Kaddour, A.-F. Gourgues-Lorenzon, J.-C. Brachet, L. Portier, et A. Pineau, "Microstructural influence on high temperature creep flow of Zr – 1 % NbO alloy in near- alpha , (alpha + beta), and beta temperature ranges in a high vacuum environment," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 408, n° 1, pp. 116–124, 2011.

- [53] H. E. Sills et R. A. Holt, “Predicting high-temperature transient deformation from microstructural models,” *Zirconium in the Nuclear Industry*, ASTM International, STP36688S, 1979.
- [54] C. E. Hunt et E. M. Schulson, “Recrystallization of zircaloy-4 during transient heating,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 92, n° 2-3, pp. 184–190, 1980.
- [55] J. W. C. Dunlop, Y. J. M. Bréchet, L. Legras, et H. S. Zurob, “Modelling isothermal and non-isothermal recrystallisation kinetics : Application to Zircaloy-4,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 366, n° 1-2, pp. 178–186, 2007.
- [56] A. Chaieb, *Comportement anisotherme et rupture des gaines combustibles en alliages de zirconium. Application à la situation d’accident d’insertion de réactivité (RIA)*. Thèse de doctorat, Université Paris-Sciences-et-Lettres, 2019. url : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02497015/document>.
- [57] A. Miquet, D. Charquet, et C. H. Allibert, “Solid state phase equilibria of zircaloy-4 in the temperature range 750-1050°C,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 105, n° 2-3, pp. 132–141, 1982.
- [58] S. Banerjee et P. Mukhopadhyay, *Phase Transformations : Examples from Titanium and Zirconium Alloys*. Elsevier, 2010.
- [59] W. G. Burgers, “On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium,” *Physica*, vol. 1, n° 7-12, pp. 561–586, 1934.
- [60] N. Gey, E. Gautier, M. Humbert, A. Cerqueira, J. L. Béchade, et P. Archambault, “Study of the α/β phase transformation of Zy-4 in presence of applied stresses at heating : Analysis of the inherited microstructures and textures,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 302, n° 2-3, pp. 175–184, 2002.
- [61] M. R. Daymond, R. A. Holt, S. Cai, P. Mosbrucker, et S. C. Vogel, “Texture inheritance and variant selection through an hcp-bcc-hcp phase transformation,” *Acta Materialia*, vol. 58, n° 11, pp. 4053–4066, 2010.
- [62] D. He, J. C. Zhu, S. Zaefferer, D. Raabe, Y. Liu, Z. L. Lai, et X. W. Yang, “Influences of deformation strain, strain rate and cooling rate on the Burgers orientation relationship and variants morphology during $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in a near α titanium alloy,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 549, pp. 20–29, 2012.
- [63] M.-T. Tran, *Caractérisation des microstructures trempées et sélection des variants dans le Zircaloy-4*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Saint-Étienne, 2015. url : <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01227329/document>.
- [64] S. Fréchinnet, *Transformations et comportement du Zircaloy-4 en conditions anisothermes*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2001.
- [65] C.-T. Nguyen, *Microstructure Changes during Fast β Cycles of Zirconium Alloys*. Thèse de doctorat, University of Manchester, 2017.
- [66] H.-J. Sell et E. Ortlieb, “Effects of alpha-beta transformation on high temperature (LOCA) creep behavior of Zr-alloys,” *Zirconium in the Nuclear Industry : Thirteenth International Symposium*, pp. 658–672, ASTM International, STP11410S, 2002.

- [67] J.-C. Brachet, L. Portier, T. Forgeron, J. Hivroz, D. Hamon, T. Guilbert, T. Bredel, P. Yvon, J. P. Mardon, et P. Jacques, "Influence of Hydrogen Content on the α/β Phase Transformation Temperatures and on the Thermal-Mechanical Behavior of Zy-4, M4 (ZrSnFeV), and M5TM (ZrNbO) Alloys During the First Phase of LOCA Transient," *Zirconium in the Nuclear Industry : Thirteenth International Symposium*, ASTM International, STP11411S, 2002.
- [68] D. Kaddour, S. Frechinet, A. F. Gourgues, J. C. Brachet, L. Portier, et A. Pineau, "Experimental determination of creep properties of zirconium alloys together with phase transformation," *Scripta Materialia*, vol. 51, n° 6, pp. 515–519, 2004.
- [69] R. Qiu, B. Luan, L. Chai, X. Zhang, et Q. Liu, "Precise determination of the $\alpha \rightarrow \alpha + \beta$ phase transformation temperature of Zr-1.0 Sn-0.3 Nb-0.3 Fe alloy," *Science China Technological Sciences*, vol. 56, n° 1, pp. 60–65, 2013.
- [70] C.-T. Nguyen, J. Romero, A. Ambard, M. Preuss, et J. Quinta da Fonseca, "The effect of cold work on the transformation kinetics and texture of a zirconium alloy during fast thermal cycling," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 746, pp. 424–433, 2019.
- [71] D. Kaddour, *Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés (α et β) et biphasés ($\alpha + \beta$) d'un alliage Zr-1 %NbO*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004. url : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00162151/document>.
- [72] E. J. Mittemeijer, A. Van Gent, et P. J. Van Der Schaaf, "Analysis of transformation kinetics by nonisothermal dilatometry," *Metallurgical Transactions A*, vol. 17, n° 8, pp. 1441–1445, 1986.
- [73] J. Brachet, J. Béchade, A. Castaing, L. Le Blanc, et T. Jouen, "Relationship between Crystallographic Texture and Dilatometric Behaviour of a Hexagonal Polycrystalline Material," *Materials Science Forum*, vol. 273-275, pp. 529–534, Trans Tech Publ, 1998.
- [74] T. Jailin, N. Tardif, J. Desquines, M. Coret, M. Baietto, et V. Georgenthum, "Experimental study and modelling of the phase transformation of Zircaloy-4 alloy under high thermal transients," *Materials Characterization*, vol. 162, 2020. n°110199.
- [75] J. Romero, M. Preuss, et J. Quinta da Fonseca, "Texture memory and variant selection during phase transformation of a zirconium alloy," *Acta Materialia*, vol. 57, n° 18, pp. 5501–5511, 2009.
- [76] J. E. Romero Ospina, *Texture Evolution During Beta-quenching of a Zirconium Alloy*. Thèse de doctorat, University of Manchester, 2010. url : <https://core.ac.uk/download/pdf/40031067.pdf>.
- [77] A. M. Garde, H. M. Chung, et T. F. Kassner, "Micrograin superplasticity in Zircaloy at 850°C," *Acta Metallurgica*, vol. 26, n° 1, pp. 153–166, 1978.
- [78] R. A. Holt, "The beta to alpha phase transformation in Zircaloy-4," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 35, pp. 322–334, 1970.
- [79] O. T. Woo et K. Tangri, "Transformation characteristics of rapidly heated and quenched zircaloy-4-oxygen alloys," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 79, n° 1, pp. 83–94, 1979.

-
- [80] D. Charquet et E. Alheritiere, "Influence of impurities and temperature on the microstructure of Zircaloy-2 and Zircaloy-4 after the beta alpha phase transformation," *Zirconium in the Nuclear Industry : Seven International Symposium*, (Philadelphia), pp. 284–290, ASTM International, STP28126S, 1987.
- [81] Y. H. Jeong, K. S. Rheem, C. S. Choi, et Y. S. Kim, "Effect of beta heat treatment on microstructure and nodular corrosion of Zircaloy-4," *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 30, n° 2, pp. 154–163, 1993.
- [82] N. Jia, Z. Yicheng, W. Lian, Z. Zhihao, et X. Jianxin, "Microstructure of Zircaloy-4 alloy during β phase quenching and determination of critical quenching diameter of its rods," *Nuclear Materials and Energy*, vol. 17, pp. 158–163, 2018.
- [83] R. Thieurmél, *Identification des conditions de rupture fragile des gainages combustibles en alliage de zirconium oxydés sous vapeur d'eau à haute température et trempés sous charge axiale*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech, 2018. url : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02191672/document>.
- [84] J. C. Brachet, D. Hamon, J. L. Béchade, P. Forget, C. Toffolon-Masclét, C. Raepsaet, J. P. Mardon, et B. Sebbari, "Quantification of the chemical elements partitioning within pre-hydrated Zircaloy-4 after high temperature steam oxidation as a function of the final cooling scenario (LOCA conditions) and consequences on the (local) materials hardening," *Proceeding of IAEA technical meeting on fuel behaviour and modelling under severe transient and LOCA conditions* », pp. 253–265, IAEA, 2011.
- [85] A. Mondelin, *Modélisation de l'intégrité des surfaces usinées. Application au cas du tournage finition de l'acier inoxydable 15-5PH*. Thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, 2012. url : https://tel.archives-ouvertes.fr/file/index/docid/838512/filename/TH_T2314_amondelin.pdf.
- [86] A. N. Kolmogorov, "On the statistical theory of the crystallization of metals," *Bull. Acad. Sci. USSR, Math. Ser.*, vol. 1, n° 3, pp. 355–359, 1937.
- [87] W. A. Johnson et R. F. Mehl, "Reaction kinetics in processes of nucleation and growth," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 135, pp. 416–442, 1939.
- [88] M. Avrami, "Kinetics of phase change. I General theory," *The Journal of chemical physics*, vol. 7, n° 12, pp. 1103–1112, 1939.
- [89] M. Avrami, "Kinetics of phase change. II transformation-time relations for random distribution of nuclei," *The Journal of chemical physics*, vol. 8, n° 2, pp. 212–224, 1940.
- [90] M. Avrami, "Granulation, phase change, and microstructure kinetics of phase change. III," *The Journal of chemical physics*, vol. 9, n° 2, pp. 177–184, 1941.
- [91] E. J. Mittemeijer, "Review : Analysis of the kinetics of phase transformations," *Journal of Materials Science*, vol. 27, n° 15, pp. 3977–3987, 1992.
- [92] J. Farjas et P. Roura, "Modification of the Kolmogorov-Johnson-Mehl-Avrami rate equation for non-isothermal experiments and its analytical solution," *Acta Materialia*, vol. 54, n° 20, pp. 5573–5579, 2006.
- [93] J.-B. Leblond et J. Devaux, "A new kinetic model for anisothermal metallurgical transformations in steels including effect of austenite grain size," *Acta Metallurgica*, vol. 32, n° 1, pp. 137–146, 1984.

- [94] R. A. Holt, H. Sills, et S. Sagat, "Model for the kinetics of the alpha - beta phase transformation in Zircaloy-4," *Specialists Meeting on Fuel Element Performance Computer Modelling*, (Blackpool), pp. 17–20, International Atomic Energy Agency, 1980.
- [95] A. R. Massih, "Transformation kinetics of zirconium alloys under non-isothermal conditions," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 384, n° 3, pp. 330–335, 2009.
- [96] A. R. Massih et L. O. Jernkvist, "Transformation kinetics of alloys under non-isothermal conditions," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 17, n° 5, p. 055002 (15pp), 2009.
- [97] H. E. Sills et R. A. Holt, "NIRVANA, a high-temperature creep model for Zircaloy fuel sheathing," Rapport AECL-6412, Atomic Energy of Canada Ltd., 1979.
- [98] A. T. Donaldson et R. C. Ecob, "A transition stress in the creep of an alpha phase zirconium alloy at high temperature," *Scripta metallurgica*, vol. 19, n° 11, pp. 1313–1318, 1985.
- [99] G. Trégo, *Comportement en fluage à haute température dans le domaine biphasé ($\alpha + \beta$) de l'alliage M5*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. url : <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00688207/document>.
- [100] C. E. L. Hunt et D. E. Foote, "High temperature strain behavior of Zircaloy-4 and Zr-2.5 Nb fuel sheaths," *Zirconium in the Nuclear Industry*, pp. 50–65, ASTM International, STP35564S, 1977.
- [101] J. Lemaitre, J. L. Chaboche, A. Benallal, et R. Desmorat, *Mécanique des matériaux solides - 3eme édition*. Dunod, 2009.
- [102] K. L. Murty et I. Charit, "Texture development and anisotropic deformation of zircaloys," *Progress in nuclear energy*, vol. 48, n° 4, pp. 325–359, 2006.
- [103] M. E. Kassner, *Fundamentals of Creep in Materials*. Butterworth-Heinemann, 2015.
- [104] R. Chosson, V. Vandenberghe, A. F. Gourgues-Lorenzon, J. Crépin, J. C. Brachet, A. Cabrera, et V. Garat, "Creep behavior at high temperature of the oxygen stabilized zirconium alpha phase of fuel cladding tubes oxidized in loca conditions," *LWR Fuel Performance Meeting/TopFuel*, (Charlotte), pp. 520–527, American nuclear society, 2013.
- [105] R. Chosson, A. F. Gourgues-lorenzson, V. Vandenberghe, J. C. Brachet, et J. Crépin, "Creep flow and fracture behavior of the oxygen-enriched alpha phase in zirconium alloys," *Scripta Materialia*, vol. 117, pp. 20–23, 2016.
- [106] F. R. N. Nabbarro, "Deformation of crystals by motion of single ions," *Report on a Conference on the Strength of Solids*, pp. 75–90, The Physical Society, 1948.
- [107] C. Herring, "Diffusional viscosity of a polycrystalline solid," *Journal of Applied Physics*, vol. 21, n° 5, pp. 437–445, 1950.
- [108] R. L. Coble, "A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials," *Journal of Applied Physics*, vol. 34, n° 6, pp. 1679–1682, 1963.
- [109] J. Harper et J. Dorn, "Viscous creep of aluminum near its melting temperature," *Acta Metallurgica*, vol. 5, n° 11, pp. 654–665, 1957.

-
- [110] M. E. Kassner, P. Kumar, et W. Blum, “Harper – Dorn creep,” *International journal of plasticity*, vol. 23, n° 6, pp. 980–1000, 2007.
- [111] Q. Li, E. Y. Chen, D. R. Bice, et D. C. Dunand, “Transformation Superplasticity of Cast Titanium and Ti-6Al-4V,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 38, n° 1, pp. 44–53, 2007.
- [112] A. K. Mukherjee, “The Rate Controlling Mechanism in Superplasticity,” *Materials Science and Engineering*, vol. 8, n° 2, pp. 83–89, 1971.
- [113] A. K. Mukherjee, “Superplasticity in metals, ceramics and intermetallics,” *Plastic deformation and fracture of materials*, ch. 9, pp. 407–460, 1993.
- [114] M. F. Ashby et R. A. Verrall, “Diffusion-accommodated flow and superplasticity,” *Acta Metallurgica*, vol. 21, n° 2, pp. 149–163, 1973.
- [115] M. Coret, *Etude expérimentale et simulation de la plasticité de transformation et du comportement multiphasé de l’acier de cuve 16MND5 sous chargement multiaxial anisotherme*. Thèse de doctorat, Ecole normale supérieure de Cachan, 2001.
- [116] C. Schuh et D. C. Dunand, “Non-isothermal transformation-mismatch plasticity : modeling and experiments on Ti-6Al-4V,” *Acta materialia*, vol. 49, n° 2, pp. 199–210, 2001.
- [117] L. Taleb et F. Sidoroff, “A micromechanical modeling of the Greenwood – Johnson mechanism in transformation induced plasticity,” *International Journal of Plasticity*, vol. 19, n° 10, pp. 1821–1842, 2003.
- [118] G. W. Greenwood et R. H. Johnson, “The deformation of metals under small stresses during phase transformations.,” *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 283, n° 1394, pp. 403–422, 1965.
- [119] C. L. Magee, *Transformation kinetics, microplasticity and ageing of martensite in Fe-31Ni*. Thèse de doctorat, Carnegie Institute of Technology, 1966.
- [120] P. M. Sargent et M. F. Ashby, “Deformation maps for titanium and zirconium,” *Scripta Metallurgica*, vol. 16, n° 12, pp. 1415–1422, 1982.
- [121] F. Saint-Antonin, “Essais de fluage,” *Techniques de l’ingénieur*, 1995.
- [122] T. A. Hayes, M. E. Kassner, et R. S. Rosen, “Steady-State Creep of alpha -Zirconium at Temperatures up to 850°C,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, n° 2, pp. 337–343, 2002.
- [123] T. A. Hayes et M. E. Kassner, “Creep of Zirconium and Zirconium Alloys,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 37, n° 8, pp. 2389–2396, 2006.
- [124] T. A. Hayes et M. E. Kassner, “Creep of Zirconium and Zirconium Alloys,” *Mechanical and Creep Behavior of Advanced Materials*, pp. 103–114, Springer, Cham, 2017.
- [125] C. E. L. Hunt et W. G. Newell, “The ballooning behaviour of zircaloy-4 fuel sheaths at a heating rate of 0.5 deg Cs-1,” Rapport AECL-6342, Atomic Energy of Canada Ltd., 1978.
- [126] E. Ortlieb, G. Cheliotis, et H. G. Weidinger, “Influence of the initial material condition on the deformation behavior of Zircaloy cladding tubes in the high- α -phase region,” *Zirconium in the Nuclear Industry*, pp. 539–553, ASTM International, STP28142S, 1987.

- [127] A. D. Emery, D. B. Scott, et J. R. Stewart, "Effects of Heating Rate and Pressure on Expansion of Zircaloy Tubing During Sudden Heating Conditions," *Nuclear Technology*, vol. 11, n° 4, pp. 474–478, 1971.
- [128] D. Hardy, "High temperature expansion and rupture behaviour of zircaloy tubing," Rapport NEA-CSNI-R-1973-1, IAEA, 1973.
- [129] H. M. Chung, A. M. Garde, et T. F. Kassner, "Deformation and rupture behavior of Zircaloy cladding under simulated loss-of-coolant accident conditions," *Zirconium in the Nuclear Industry*, pp. 82–97, ASTM International, STP35566S, 1977.
- [130] H. E. Rosinger, "A model to predict the failure of Zircaloy-4 fuel sheathing during postulated LOCA conditions," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 120, pp. 41–54, 1984.
- [131] A. Chaieb, N. Mozzani, A. Parrot, et A. Ambard, "Anisothermal behaviour of unirradiated CWSR zircaloy-4 fuel clads under RIA conditions," *TopFuel*, (Prague), 2018.
- [132] L. G. Bell et T. S. Dicks, "The Effect of Prior Beta Grain Size on the Ductility of Zirconium-2.5 Weight Per Cent Niobium Alloy," *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 4, n° 4, pp. 259–268, 1965.
- [133] W. R. Clendening, "Primary and secondary creep properties for zircaloy cladding at elevated temperatures of interest in accident analyses," *International conference on structural mechanics in reactor technology*, (London), IASMiRT, 1975.
- [134] R. S. W. Shewfelt, L. W. Lyall, et D. P. Godin, "A high-temperature creep model for Zr-2.5 wt% Nb pressure tubes," *Journal of Nuclear materials*, vol. 125, n° 2, pp. 228–235, 1984.
- [135] R. S. W. Shewfelt et L. W. Lyall, "A high-temperature longitudinal strain rate equation for Zr-2.5 wt% Nb pressure tubes," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 132, n° 1, pp. 41–46, 1985.
- [136] A. R. Massih, "High-temperature creep and superplasticity in zirconium alloys," *Journal of Nuclear Science and Technology*, vol. 50, n° 1, pp. 21–34, 2013.
- [137] R. Chosson, *Etude expérimentale et modélisation du comportement en fluage sous pression interne d'une gaine en alliage de zirconium oxydée en atmosphère vapeur*. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des Mines de Paris, 2014. url : <https://hal-mines-paristech.archives-ouvertes.fr/tel-01314559/document>.
- [138] J. Qu et M. Cherkaoui, *Fundamentals of micromechanics of solids*. Wiley Hoboken, 2006.
- [139] V. Georgenthum, A. Moal, et O. Marchand, "SCANAIR a transient fuel performance code. Part two : Assessment of modelling capabilities," *Nuclear Engineering and Design*, vol. 280, pp. 172–180, 2014.
- [140] R. Hill, *The mathematical theory of plasticity (Vol. 11)*. Press., Oxford university, 1998.
- [141] P. Ferdinand, "Thermomètres à fibre optique sans contact : pyromètres," *Techniques de l'Ingénieur*, 2003.
- [142] R. W. L. Fong, M. Paine, et T. Nitheanandan, "Total hemispherical emissivity of pre-oxidized and un-oxidized Zr-2.5 Nb pressure-tube materials at 600°C to 1000°C under vacuum," *CNL Nuclear Review*, vol. 5, n° 1, pp. 85–93, 2016.

-
- [143] Y. A. Zholkov, "Thermal inertia of thermocouples," *Measurement Techniques*, vol. 4, n° 12, pp. 983–985, 1961.
- [144] B. Bouvry, G. Cheymol, L. Ramiandrisoa, B. Javaudin, C. Gallou, H. Maskrot, N. Horny, T. Duvaut, C. Destouches, L. Ferry, et C. Gonnier, "Multispectral pyrometry for surface temperature measurement of oxidized Zircaloy claddings," *Infrared Physics and Technology*, vol. 83, pp. 78–87, 2017.
- [145] J. Réthoré et M. François, "Curve and boundaries measurement using B-splines and virtual images," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 52, pp. 145–155, 2014.
- [146] B. M. Grant, H. J. Stone, P. J. Withers, et M. Preuss, "High-temperature strain field measurement using digital image correlation," *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 44, n° 4, pp. 263–271, 2009.
- [147] J. Réthoré, "UFreckles v2," 2018, doi : 10.5281/zenodo.1433776.
- [148] Y. Rotrou, T. Sentenac, Y. Le Maout, P. Magnan, et J. Farré, "Near infrared thermography with silicon FPA - Comparison to MWIR and LWIR thermography," *Quantitative InfraRed Thermography Journal*, vol. 3, n° 1, pp. 93–115, 2006.
- [149] C. Zhang, J. Marty, A. Maynadier, P. Chaudet, J. Réthoré, et M. C. Baietto, "An innovative technique for real-time adjusting exposure time of silicon-based camera to get stable gray level images with temperature evolution," *Mechanical Systems and Signal Processing*, vol. 122, pp. 419–432, 2019.
- [150] P. Saunders, "General interpolation equations for the calibration of radiation thermometers," *Metrologia*, vol. 34, n° 3, pp. 201–210, 1997.
- [151] J. J. Orteu, Y. Rotrou, T. Sentenac, et L. Robert, "An innovative method for 3-D shape, strain and temperature full-field measurement using a single type of camera : principle and preliminary results," *Experimental mechanics*, vol. 48, n° 2, pp. 163–179, 2008.
- [152] A. Chrysochoos, B. Berthel, F. Latourte, A. Galtier, S. Pagano, et B. Wattrisse, "Local energy analysis of high-cycle fatigue using digital image correlation and infrared thermography," *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 43, n° 6, pp. 411–421, 2008.
- [153] L. Bodelot, L. Sabatier, E. Charkaluk, et P. Dufrénoy, "Experimental setup for fully coupled kinematic and thermal measurements at the microstructure scale of an AISI 316L steel," *Materials Science and Engineering : A*, vol. 501, n° 1-2, pp. 52–60, 2009.
- [154] T. Pottier, F. Toussaint, H. Louche, et P. Vacher, "Inelastic heat fraction estimation from two successive mechanical and thermal analyses and full-field measurements," *European Journal of Mechanics-A/Solids*, vol. 38, pp. 1–11, 2013.
- [155] A. Maynadier, M. Poncelet, K. Lavernhe-Taillard, et S. Roux, "One-shot Measurement of Thermal and Kinematic Fields : InfraRed Image Correlation (IRIC)," *Experimental Mechanics*, vol. 52, n° 3, pp. 241–255, 2012.
- [156] T. Jailin, N. Tardif, J. Desquines, P. Chaudet, M. Coret, et M.-C. Baietto, "Thermo-mechanical behavior of Zircaloy-4 claddings under simulated post-DNB conditions," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 531, 2020. n°151984.
- [157] T. Jailin, N. Tardif, J. Desquines, M. Coret, M.-C. Baietto, T. Breville, P. Chaudet, et V. Georgenthum, "Coupled NIRT / 3D-DIC for a FEMU Identification of the

- Thermo-Mechanical Behavior of Zr-4 Claddings Under Simulated Reactivity Initiated Accident,” *Residual Stress, Thermomechanics & Infrared Imaging and Inverse Problems*, vol. 6, pp. 41–47, 2020.
- [158] T. Jailin, N. Tardif, J. Desquines, M. Coret, M. C. Baietto, T. Bréville, P. Chaudet, et V. Georgenthum, “Mechanical Behavior of As-Fabricated Zircaloy-4 Claddings Under the Simulated Thermo-Mechanical Post-DNB Conditions of a Reactivity Initiated Accident (RIA),” *Top Fuel*, (Prague), European Nuclear Society, 2018.
- [159] T. Jailin, N. Tardif, J. Desquines, M. Coret, T. Bréville, P. Chaudet, M. C. Baietto, V. Georgenthum, et C. Bernaudat, “Multimodal setups for the study of fresh Zircaloy-4 claddings under simulated thermal-mechanical RIA conditions,” *Photo-Mechanics*, (Toulouse), 2018.
- [160] B. D. Lucas et T. Kanade, “An iterative image registration technique with an application to stereo vision,” *IJCAI*, (Vancouver), pp. 674–679, 1981.
- [161] M. Sutton, W. Wolters, W. Peters, W. Ranson, et S. McNeill, “Determination of displacements using an improved digital correlation method,” *Image and Vision Computing*, vol. 1, n° 3, pp. 133–139, 1983.
- [162] F. Hild et S. Roux, “Comparison of Local and Global Approaches to Digital Image Correlation,” *Experimental Mechanics*, vol. 52, n° 9, pp. 1503–1519, 2012.
- [163] B. Pan, B. Wang, G. Lubineau, et A. Moussawi, “Comparison of Subset-Based Local and Finite Element-Based Global Digital Image Correlation,” *Experimental Mechanics*, vol. 55, n° 5, pp. 887–901, 2015.
- [164] G. Besnard, F. Hild, et S. Roux, ““Finite-element” displacement fields analysis from digital images : application to Portevin–Le Châtelier bands,” *Experimental Mechanics*, vol. 46, n° 6, pp. 789–803, 2006.
- [165] J. Réthoré, T. Elguedj, P. Simon, et M. Coret, “On the Use of NURBS Functions for Displacement Derivatives Measurement by Digital Image Correlation,” *Experimental Mechanics*, vol. 50, n° 7, pp. 1099–1116, 2010.
- [166] M. A. Sutton, J. H. Yan, V. Tiwari, H. W. Schreier, et J. J. Orteu, “The effect of out-of-plane motion on 2D and 3D digital image correlation measurements,” *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 16, n° 10, pp. 746–757, 2008.
- [167] J. Salvi, X. Armangué, et J. Batlle, “A comparative review of camera calibrating methods with accuracy evaluation,” *Pattern recognition*, vol. 35, n° 7, pp. 1617–1635, 2002.
- [168] M. Grediac et F. Hild, *Mesures de champs et identification en mécanique des solides*. Lavoisier, 2011.
- [169] B. Beaubier, J. E. Dufour, F. Hild, S. Roux, S. Lavernhe, et K. Lavernhe-Taillard, “CAD-based calibration and shape measurement with stereoDIC : Principle and application on test and industrial parts,” *Experimental Mechanics*, vol. 54, n° 3, pp. 329–341, 2014.
- [170] J. E. Dufour, B. Beaubier, F. Hild, et S. Roux, “CAD-based Displacement Measurements with Stereo-DIC : Principle and First Validations,” *Experimental Mechanics*, vol. 55, n° 9, pp. 1657–1668, 2015.

-
- [171] O. Ravn, N. A. Andersen, et A. T. Sorensen, “Auto-calibration in Automation Systems using Vision,” *Experimental Robotics III*, vol. 200, (Kyoto), pp. 206–218, Springer, 1994.
- [172] M. A. Sutton, J. J. Orteu, et H. Schreier, *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*. Springer Science & Business Media, 2009.
- [173] J. S. Lyons, J. Liu, et M. A. Sutton, “High-temperature Deformation Measurements Using Digital-image Correlation,” *Experimental mechanics*, vol. 36, n° 1, pp. 64–70, 1996.
- [174] A. Delmas, *Contribution à l'étude de l'effet mirage : application aux mesures*. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2012. url : <https://oatao.univ-toulouse.fr/8958/1/delmas.pdf>.
- [175] M. Berny, T. Archer, A. Mavel, P. Beauchêne, S. Roux, et F. Hild, “On the analysis of heat haze effects with spacetime DIC,” *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 111, pp. 135–153, 2018.
- [176] J. Neggers, F. Mathieu, F. Hild, S. Roux, et N. Swiergiel, “Improving full-field identification using progressive model enrichments,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 118-119, pp. 213–223, 2017.
- [177] X. He, Y. Li, L. Wang, Y. Sun, et S. Zhang, “High emissivity coatings for high temperature application : Progress and prospect,” *Thin Solid Films*, vol. 517, n° 17, pp. 5120–5129, 2009.
- [178] K. Kanayama, “Apparent directional emittances of random rough surfaces of metals and nonmetals,” *Trans. JSME*, vol. 3, n° 2, pp. 267–281, 1971.
- [179] S. Avril, M. Bonnet, A.-S. Bretelle, M. Grédiac, F. Hild, P. Ienny, F. Latourte, D. Lemosse, S. Pagano, E. Pagnacco, et F. Pierron, “Overview of Identification Methods of Mechanical Parameters Based on Full-field Measurements,” *Experimental Mechanics*, vol. 48, n° 34, pp. 381–402, 2008.
- [180] S. Roux et F. Hild, “Optimal procedure for the identification of constitutive parameters from experimentally measured displacement fields,” *International Journal of Solids and Structures*, vol. 184, pp. 14–23, 2018.
- [181] C. Jailin, A. Bouterf, M. Poncelet, et S. Roux, “In situ μ CT-scan Mechanical Tests : Fast 4D Mechanical Identification,” *Experimental Mechanics*, vol. 57, n° 8, pp. 1327–1340, 2017.
- [182] S. Roux et F. Hild, “Stress intensity factor measurements from digital image correlation : post-processing and integrated approaches,” *International Journal of Fracture*, vol. 140, n° 1-4, pp. 141–157, 2006.
- [183] M. B. R. Bertin, F. Hild, et S. Roux, “Optimization of a Cruciform Specimen Geometry for the Identification of Constitutive Parameters Based Upon Full-Field Measurements,” *Strain*, vol. 52, pp. 307–323, 2016.
- [184] L. Chamoin, C. Jailin, M. Diaz, et L. Quesada, “Coupling between topology optimization and digital image correlation for the design of specimen dedicated to selected material parameters identification,” *International Journal of Solids and Structures*, 2020.

- [185] T. Jailin, N. Tardif, J. Desquines, M. Coret, M. C. Baietto, P. Chaudet, et V. Georghenthum, "Identification de lois de fluage par FEMU sur une ROI sans bord libre," *14ème Colloque National en Calcul des Structures CSMA 2019*, 2019.
- [186] K. T. Kavanagh et R. W. Clough, "Finite element applications in the characterization of elastic solids," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 7, n° 1, pp. 11–23, 1971.
- [187] T. Pottier, F. Toussaint, et P. Vacher, "Contribution of heterogeneous strain field measurements and boundary conditions modelling in inverse identification of material parameters," *European Journal of Mechanics / A Solids*, vol. 30, n° 3, pp. 373–382, 2011.
- [188] W. Wang, J. E. Mottershead, C. M. Sebastian, et E. A. Patterson, "Shape features and finite element model updating from full-field strain data," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 48, n° 11-12, pp. 1644–1657, 2011.
- [189] J. Réthoré, Muhibullah, T. Elguedj, M. Coret, P. Chaudet, et A. Combescure, "Robust identification of elasto-plastic constitutive law parameters from digital images using 3D kinematics," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 50, n° 1, pp. 73–85, 2013.
- [190] F. Mathieu, H. Leclerc, F. Hild, et S. Roux, "Estimation of Elastoplastic Parameters via Weighted FEMU and Integrated-DIC," *Experimental Mechanics*, vol. 55, n° 1, pp. 105–119, 2015.
- [191] J. C. Simo et M. Rifai, "A class of mixed assumed strain methods and the method of incompatible modes," *International journal for numerical methods in engineering*, vol. 29, n° 8, pp. 1595–1638, 1990.
- [192] Y. S. Lee, D. W. Kim, D. Y. Lee, et W. S. Ryu, "Effect of Grain Size on Creep Properties of Type 316LN Stainless Steel," *Metals and Materials International*, vol. 7, n° 2, pp. 107–114, 2001.
- [193] D. L. Douglass, *The Metallurgy of Zirconium*. IAEA, 1971.
- [194] G. Develey, "Chauffage par induction électromagnétique : principes," *Techniques de l'Ingénieur*, 2000.
- [195] A. Simorre, "Etude du comportement d'un tube de gainage lors d'un accident de réactivité à haute température," rapport, INSA de Lyon, 2016.
- [196] E. M. Jones et M. A. Iadicola, *A Good Practices Guide for Digital Image Correlation*. International Digital Image Correlation Society, 2018.



FOLIO ADMINISTRATIF

THÈSE DE L'UNIVERSITÉ DE LYON OPÉRÉE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : JAILIN

DATE de SOUTENANCE : 11/05/2020

Prénoms : Thomas

TITRE : Étude expérimentale et modélisation du comportement d'un tube de gainage lors d'un accident de réactivité en phase post-crise ébullition

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2020LYSEI032

Ecole doctorale : MEGA ED N° 162

Spécialité : Mécanique

RÉSUMÉ :

Cette thèse porte sur le comportement au fluage du tube de gainage en Zircaloy-4 en conditions représentatives de la phase post-DNB d'un accident de réactivité (RIA). Ces conditions peuvent se résumer à une élévation brutale de la température de la gaine alors que celle-ci est intérieurement pressurisée, suivie de son ballonnement à haute température.

La transformation de phase ($\alpha \rightarrow \beta$) du Zircaloy-4 a tout d'abord été étudiée à l'aide d'essais de dilatométrie pour des vitesses de chauffe comprises entre 50 et 2000°C/s. Une attention particulière a été portée aux moyens de mesure thermiques, particulièrement délicats à mettre en place sous transitoires rapides. La microstructure du matériau a également été analysée à l'aide d'essais trempés. Les résultats ont permis de caractériser un modèle de changement de phase valide de l'équilibre thermique jusqu'à des vitesses de 2000°C/s, basé sur une description de Leblond.

Dans un deuxième temps, la plateforme d'essai thermomécanique ELLIE de l'INSA Lyon a été adaptée de façon à pouvoir simuler les conditions de chargement d'un post-DNB. Des essais de fluage en ballonnement ont été réalisés avec des vitesses de chauffe de 1200°C/s. Le domaine de température étudié s'étend de 840 à 1020°C, avec des pressions internes de 7 et 11 bar. Les champs de déplacements et de températures sont mesurés en surface de l'éprouvette, respectivement par stéréocorrélation d'images numériques et thermographie proche infrarouge. Une procédure a été développée, afin d'obtenir ces champs à l'aide des deux mêmes caméras. Les essais ont mis en évidence un comportement au fluage complexe dans le domaine biphasé, qui semble étroitement lié à la proportion de phase dans le matériau. Un fort impact de la vitesse de chauffe sur la tenue mécanique de la gaine a également été observé, avec des vitesses de déformation bien plus importantes suite à un transitoire thermique rapide.

Enfin, la méthode de recalage par éléments finis (FEMU) a été mise en place, afin d'identifier une loi de comportement en exploitant toute la richesse des essais. Le modèle éléments finis de l'éprouvette est basé sur une représentation 3D de la zone d'intérêt contrainte par une hypothèse de Love-Kirchhoff dans la section. Une loi de fluage, couplée à la fraction de phase, a été identifiée, et permet de représenter le comportement de la gaine pendant les 10 premières secondes des essais sur l'ensemble des conditions testées. Une ouverture qui vise à prendre en compte l'influence de la taille des grains sur le fluage est finalement proposée en vue de modéliser les essais sur un temps supérieur à 10 secondes.

MOTS-CLÉS : Fluage, Transformation de phase, Mesure de champs, Identification, Zircaloy-4

Laboratoire de recherche : Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures
UMR CNRS 5259, INSA de Lyon
27 bis avenue Jean Capelle - F69621 Villeurbanne Cedex, France

Directrice de thèse : Marie-Christine BAIETTO

Président de jury : Arthur-Thompson MOTTA

Composition du jury :

MOTTA, Arthur-Thompson

Professeur, Pennsylvania State University

Président

GOURGUES-LORENZON, Anne-Françoise

Professeure, Mines-ParisTech

Rapporteuse

VACHER, Pierre

Professeur, Université Savoie Mont-Blanc

Rapporteur

LE SAUX, Matthieu

Maître de Conférences, ENSTA Bretagne

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

DESQUINES, Jean

HDR, IRSN

Co-encadrant

GEORGENTHUM, Vincent

Docteur, IRSN

Invité