



**HAL**  
open science

# Etude de la résistance à la propagation de fissures dans des tubes minces en aciers nano-renforcés ODS

Boualem Rais

► **To cite this version:**

Boualem Rais. Etude de la résistance à la propagation de fissures dans des tubes minces en aciers nano-renforcés ODS. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2023. Français. NNT : 2023UP-SLM066 . tel-04564356

**HAL Id: tel-04564356**

**<https://pastel.hal.science/tel-04564356>**

Submitted on 30 Apr 2024

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

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



**THÈSE DE DOCTORAT**  
**DE L'UNIVERSITÉ PSL**

Préparée à Mines Paris-PSL

**Etude de la résistance à la propagation de fissure dans  
des tubes minces en aciers nano-renforcés ODS**

Soutenue par

**Boualem RAIS**

Le 12 Décembre 2023

Ecole doctorale n° 621

**Ingénierie des Systèmes,  
Matériaux, Mécanique,  
Énergétique**

Spécialité

**Mécanique**

**Composition du jury :**

Nenad, GUBELJAK Full Professor, University of Maribor	<i>Président</i>
Mohamed, HABOUSSI Professeur, LSPM - CNRS	<i>Rapporteur</i>
Sylvain, CALLOCH Professeur, ENSTA Bretagne	<i>Rapporteur</i>
Sylvain, LECLERCQ Ingénieur de recherche-HDR, EDF	<i>Examineur</i>
Jérôme, GARNIER Ingénieur de recherche, CEA	<i>Examineur</i>
Elodie, PONS Ingénieur de recherche, CEA	<i>Examinatrice</i>
Jacques, BESSON Directeur de recherche, MinesParis	<i>Directeur de thèse</i>



## Remerciements

---

Ce manuscrit marque mon arrivée au terme d'une aventure scientifique, professionnelle et humaine de plus de trois ans. Je suis très heureux et m'estime privilégié et très chanceux d'avoir pu vivre cette expérience professionnelle et humaine unique en son genre. Je tenais donc, avant tout, à remercier toutes les personnes qui ont contribué à rendre cette aventure si spéciale.

Tout d'abord, merci aux membres du jury d'avoir accepté de prendre le temps de juger mon travail. Merci à M. Gubeljak d'avoir fait le déplacement depuis la Slovénie et d'avoir accepté de présider ce jury. Thank you Professor for honouring me with your presence. Merci à messieurs les rapporteurs, M. Haboussi et M. Calloch, pour la rigueur avec laquelle ce manuscrit a été lu et évalué et pour le regard critique qui y a été apporté. Je remercie aussi M. Leclercq d'avoir accepté d'examiner ce travail avec intérêt et attention. Merci à tous pour les questions soulevées et les discussions enrichissantes qui ont suivies.

Vient maintenant le temps de remercier les personnes sans qui cette thèse n'aurait pas eu lieu et sans qui cette aventure de presque 4 ans n'aurait pas été aussi agréable, enrichissante, passionnante et unique. Mon équipe d'encadrement, ou mes mentors si je puis dire. C'est avec une très grande émotion que j'écris ces quelques mots qui, je le sais, ne suffiront pas pour vous exprimer ma gratitude. Je commence par vous deux, Elodie et Jérôme. Tout d'abord merci pour votre confiance, votre bienveillance et votre générosité. Merci Elodie pour ta rigueur, ton optimisme et ton enthousiasme contagieux. Merci pour les discussions et les explications, parfois longues certes, mais surtout très instructives et enrichissantes. Le grand avantage avec toi, c'est qu'il suffit de poser une seule question pour avoir les réponses à 10 autres. Jérôme, merci à toi aussi pour ta passion, ton attention et ta générosité. Merci d'avoir pris le temps de partager avec moi tes connaissances à la fois scientifiques et transverses. J'ai tant apprécié travailler avec vous deux autant d'un point de vue professionnel que d'un point de vue humain. Restez comme vous êtes, ne changez rien ! Je n'aurais jamais espéré meilleurs encadrants, surtout accompagnés de celui qui aura été la cerise sur le gâteau en terme d'encadrement. Je parle bien-sûr de Bernard. Que dire ! Merci pour ta passion et ton humilité. Merci d'avoir accepté de suivre et d'encadrer ma thèse et de l'avoir fait avec autant d'attention et de rigueur. Merci pour toutes les discussions partagées avec toi, les scientifiques tout comme les culinaires et autres. Ce fut un vrai plaisir et un honneur d'avoir partagé ces moments avec toi. Je finirai par vous Jacques, mon directeur de thèse, mais pas que. Vous ne pouvez pas imaginer à quel point c'est un honneur pour moi d'avoir été votre doctorant. Vous êtes pour moi une inspiration. Vous êtes l'exemple parfait de ce qu'est un grand chercheur : passionné par son travail, dévoué à la science, humble, généreux et disponible pour ses doctorants. Merci pour votre patience et votre bienveillance avec moi et surtout merci pour tout ce que vous m'avez appris. J'espère pouvoir apprendre encore plus avec vous.

Cette thèse a aussi pu se faire grâce à ma collaboration avec beaucoup d'autres personnes. Que ce soit au CEA ou au Centre des Matériaux de Mines Paris, ces personnes ont aussi été indispensables à l'aboutissement de ce travail et à mon épanouissement durant ces années.

Au CEA. C'est au sein du DRMP et plus précisément au Service de Recherche en Matériaux et procédés Avancés (SRMA) du CEA Paris-Saclay que j'ai passé presque 4 années au total. Je commence par mes collègues du Laboratoire d'étude du Comportement Mécanique des Matériaux (LC2M). Merci aux collègues techniciens, ingénieurs, stagiaires, doctorants et post-doctorants du LC2M avec qui j'ai partagé ces 4 merveilleuses années. La liste est longue, vous vous reconnaîtrez. Vous avez fait en sorte que mes journées au labo soient un pur plaisir. Sans vous il m'aurait été compliqué de réaliser tous ce qui a été réalisé durant cette thèse en terme d'essais expérimentaux et simulations numériques. Les pauses déjeuné et café n'aurait pas été aussi agréables non plus. Merci aux collègues du LA2M aussi pour leurs contributions. Elodie et Freddy grâce à qui j'ai pu présenter et interpréter les micrographies MEB et les cartographies EBSD de mes matériaux. Merci aussi à Yann

pour sa confiance, sa motivation et sa bonne humeur contagieuse. Merci aussi aux collègues du LTMEX de m'avoir fourni les gaines en aciers ODS permettant de mener cette étude. Je remercie plus particulièrement à Denis Sornin pour qui, entre autres, la métallurgie des poudres et la fabrication de gaines n'ont aucun secret. Merci à toi pour ces discussions passionnantes. Je tenais aussi à remercier le chef du DRMP M. Eric Benso, l'ancienne cheffe du SRMA Mme Laurence Portier et son adjoint M. Jérôme Canel ainsi que l'actuel chef de service M. Raphael Robin et son adjointe Mme Céline Cabet. J'aimerais aussi remercier Ludovic Vincent l'ancien chef du LC2M et Olivier Asserin l'actuel chef de laboratoire. Je tenais à remercier mes collègues du LECI avec qui je n'ai pas collaboré directement durant les trois ans de thèse mais avec qui j'ai déjà passé quelques mois au moment où je rédige ces lignes. Merci pour votre accueil. L'aventure ne fait que commencer.

J'ai aussi passé une bonne partie de ma thèse au Centre des Matériaux de Mines Paris, où j'ai pu collaborer et échanger avec des personnes passionnées et où j'ai beaucoup appris scientifiquement. Merci donc à M. Vientent Morel et M. Thilo Mogeneyer pour leurs remarques et conseils avisés durant les comités de suivi. Merci à Abdennour, à Yazid et à toute l'équipe du pôle MEM pour leur aide dans la compréhension et la réalisation des essais de ténacité. Grâce à vous, j'ai beaucoup appris sur la mécanique expérimentale. Merci aussi à René et à toute l'équipe de l'atelier sans qui beaucoup d'éprouvettes et de montages expérimentaux n'auraient pas vu le jour. Pour finir j'aimerais remercier les doctorants, post-doctorants et stagiaires du centre des matériaux avec qui j'ai partagé 3 années très enrichissantes scientifiquement et humainement. Merci à Abderrahmane, Nicolas et Niama d'avoir accepté que je m'incruste dans leur bureau et de m'avoir supporté. Merci à Saïd pour ces moments d'échange très agréables et enrichissants au bocal devant des essais ou autour d'un café. Merci aussi à la team Madère, Jean-Baptiste, Sihan, Abderrahmane, Arthur et Pierrick. Enfin un merci particulier à toute ma promo de doctorants. Vous êtes les meilleurs !

Enfin, j'aimerais remercier des personnes qui m'ont soutenues moralement durant cette thèse et qui, je suis sûr, me soutiendront toujours quelles que soient les circonstances. Je commence par les deux personnes qui ont fait de moi l'homme que je suis aujourd'hui, mes parents, et aussi les trois petits morveux qui me servent de sœurs et de frère (ils ont grandi trop vite !). Vous êtes ma principale source de motivation et ma fierté. Je regrette chaque jour de ma vie passé loin de vous ! Je remercie aussi ma chérie, ma confidente, mon épouse, mon amie... pour son soutien dans les meilleurs comme dans les pires moments de cette thèse. Je remercie le destin de t'avoir mise sur mon chemin. En plus de ma petite famille, j'ai pu compter durant ces années de thèse sur certaines personnes qu'on appelle communément des amis mais qui représente pour moi la famille que je me suis choisie et construite au fil des années et des expériences de la vie. Ces personnes sont à mes côtés au quotidien ou loin en terme de distance mais toujours proches dans mon cœur. Ils se reconnaîtront. Merci à vous pour votre soutien indéfectible et votre amour.

# Table des matières

---

<b>INTRODUCTION.....</b>	<b>8</b>
<b>I. Etat de l'art.....</b>	<b>12</b>
I.1. Les aciers ODS .....	12
I.1.1. Elaboration.....	13
I.1.2. Microstructure.....	15
I.1.3. Propriétés mécaniques .....	21
I.2. Evaluation de la ténacité .....	27
I.2.1. Facteur d'intensité de contraintes .....	28
I.2.2. Intégrale $J$ .....	30
I.3. Essais de ténacité sur tubes .....	33
I.3.1. L'essai Pin Loading Tension « PLT » .....	34
I.3.2. L'essai Pipe Ring Notched Bending "PRNB" .....	38
I.3.3. L'essai X-Specimen .....	40
I.3.4. Discussion sur les différents essais de ténacité sur tubes .....	42
<b>II. Matériaux et techniques expérimentales .....</b>	<b>46</b>
II.1. Matériaux de l'étude .....	46
II.2. Traction.....	47
II.3. Ténacité.....	49
II.3.1. L'essai Pin Loading Tension test (PLT) .....	49
II.3.2. L'essai miniaturized Pipe Ring Notched Bend (mPRNB).....	54
II.4. Microscopie et spectroscopie .....	57
II.4.1. Microscopie Optique.....	57
II.4.2. Microscopie Electronique à Balayage .....	58
II.4.3. Electron BackScattered Diffraction .....	59
<b>III. Caractérisation des matériaux de l'étude .....</b>	<b>60</b>
III.1. Microstructure et texture EBSD.....	60
III.2. Comportement mécanique en traction .....	63
III.2.1. Essais de traction.....	63
III.2.1.1. Tube ODS martensitique 9%Cr (T67-M2).....	64
III.2.1.2. Tube ODS ferritique 14%Cr (T73) .....	67
III.2.1.3. Comparaison entre T67-M2 et T73.....	69

---

III.2.1.4. Tube en acier ferritique non renforcé T77 .....	71
III.2.2. Simulation éléments finis des essais de traction .....	72
<b>IV. Essai <i>Pin Loading Tension</i> .....</b>	<b>76</b>
IV.1. Développement de l'essai .....	76
IV.2. Article : application et résultats de l'essai PLT sur tube en acier ODS 9%Cr.....	88
<b>1. Introduction.....</b>	<b>88</b>
<b>2. Procedure for the determination of <math>J - R</math> curves .....</b>	<b>90</b>
<b>3. Material and experimental procedure .....</b>	<b>92</b>
3.1. Material .....	92
3.2. Specimen and setup configuration .....	94
3.3. Pre-cracking and testing procedure.....	95
3.4. Optical measurement of crack extension .....	95
<b>4. Determination of the geometric functions <math>a/W(u)</math>, <math>f(a/W)</math>, and <math>\eta_{pl}</math> .....</b>	<b>96</b>
4.1. Numerical procedures .....	96
4.2. Determination of $a/W(u)$ function.....	97
4.3. Determination of $f(a/W)$ .....	98
4.3.1. Compliance method .....	99
4.3.2. $G_{\theta}$ method .....	99
4.3.3. Comparison of the $f(a/W)$ functions and discussion.....	100
4.4. Determination of $\eta_{pl}$ .....	101
4.4.1. $S_{ij}$ method.....	101
4.4.2. Limit load ( $F_L$ ) method .....	102
4.4.3. $G_{\theta}$ method .....	103
4.4.4. Comparison of the plastic and correction factors and discussion .....	104
4.5. Accounting for non-linearities due to contact.....	105
<b>5. Experimental results and discussion .....</b>	<b>107</b>
<b>6. Conclusion .....</b>	<b>109</b>
<b>Acknowledgements .....</b>	<b>110</b>
<b>Appendix: Study of bending through the thickness and effect of the gap.....</b>	<b>110</b>
IV.3. Synthèse de l'étude de l'essai PLT .....	113
<b>V. L'essai <i>miniaturized Pipe Ring Notched Bending</i> "mPRNB" .....</b>	<b>118</b>
V.1. Développement sur éprouvettes homothétiques .....	119
V.1.1. Procédure expérimentale.....	119
V.1.2. Etude numérique .....	121

V.1.3.	Résultats et discussions.....	122
V.2.	Procédures expérimentales de l'essai mPRNB.....	122
V.2.1.	Procédure de préfissuration des éprouvettes mPRNB.....	123
V.2.2.	Mesures d'avancées de fissures post-fissuration par microscopie optique.....	124
V.2.3.	Suivi optique d'avancée de fissure en direct.....	127
V.3.	Détermination des fonctions géométriques $a/W(u)$ , $f(a/W)$ , et $\eta_{pl}$ .....	128
V.3.1.	Procédure numérique.....	128
V.3.2.	Détermination des fonctions $C(a/W)$ et $a/W(u)$ .....	130
V.3.3.	Détermination de la fonction $f(a/W)$ .....	133
V.3.4.	Détermination de la fonction $\eta_{pl}$ .....	135
V.4.	Résultats expérimentaux d'essais mPRNB.....	136
V.4.1.	Essais mPRNB sur T67-M2 à température ambiante.....	137
V.4.2.	Essais mPRNB sur T73 à température ambiante.....	145
V.4.3.	Essais mPRNB sur T67-M2 et T73 à 650 °C.....	149
V.5.	Synthèse de l'étude de l'essai mPRNB.....	150
<b>VI.</b>	<b>Comparaison et discussion des résultats.....</b>	<b>156</b>
VI.1.	Comparaison des essais mPRNB et PLT.....	156
VI.1.1.	Comparaison numérique.....	157
VI.1.2.	Comparaison expérimentale.....	161
VI.2.	Comparaison matériaux sur l'essai mPRNB.....	163
VI.2.1.	Ténacité.....	163
VI.2.2.	Rupture et endommagement.....	167
VI.3.	Vers un modèle d'endommagement de Rice et Tracey.....	175
	<b>CONCLUSIONS.....</b>	<b>186</b>
	<b>PERSPECTIVES.....</b>	<b>190</b>
	<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>192</b>
Annexe 1.	Plans des éprouvettes.....	200
Annexe 2.	Traction anneaux.....	202
Annexe 3.	Validation des méthodes de détermination des fonctions $f(a/W)$ , $\eta_{pl}$ .....	211
Annexe 4.	Comparaison essais PLT, PLT-Patin, X-Specimen et mPRNB.....	218
Annexe 5.	Essais de traction réalisés durant la thèse.....	223
Annexe 6.	Rapport essais tribologiques.....	226



# INTRODUCTION

---

Le parc nucléaire Français est constitué de 56 réacteurs à eau pressurisée qui produisent plus de 70 % de l'électricité consommée par le pays [1]. A l'échelle mondiale, la France se positionne à la troisième place dans la liste des pays producteurs d'électricité d'origine nucléaire. Sa faible intensité Carbone ( $6\text{gCO}_2/\text{kwh}$  [2]) et la pilotabilité de la production constituent des atouts pour cette filière. Ces avantages sont à mettre en regard avec les risques liés à la garantie de la sûreté et la sécurité des activités nucléaires ainsi qu'au traitement et au stockage des déchets nucléaires. Si on ajoute à cela la finitude de la ressource en uranium, il en ressort que le développement de la filière présente encore de nombreux défis.

Pour répondre à ces défis, le CEA est chargé, pour la France, en s'appuyant sur ses partenaires, de mener les recherches sur des systèmes nucléaires innovants, dits de 4<sup>ème</sup> génération. Parmi les six concepts de réacteurs prometteurs sélectionnés dans le cadre du forum international GenIV [3], la France a décidé de mettre ses efforts sur le concept des réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium liquide (RnR-Na). Comparativement aux réacteurs de génération II et III, ce type de réacteur offre un meilleur rendement, assure une meilleure utilisation de la ressource en uranium et permet une réduction de déchets [4].

Par contre, ces améliorations imposent des conditions de fonctionnement plus drastiques, en terme de température, de sollicitations et d'irradiation, comparées à celles des réacteurs à eau pressurisée actuels (REP). Le gainage combustible, étant la première barrière de confinement entre les pastilles de combustible et l'environnement, est le premier composant concerné.

Les activités menées grâce au réacteur de Phénix (1973-2010 [5]) ont permis une optimisation des matériaux de gainage en acier austénitique inoxydable vis-à-vis de la résistance au gonflement sous irradiation avec la mise au point de l'AIM1 [6]. Malgré les améliorations notables obtenues avec l'AIM1, sa résistance au gonflement n'est pas encore suffisante au regard du haut niveau de performance et des hautes doses d'irradiation envisagées pour les gainages combustibles des réacteurs de quatrième génération. Les aciers ferritiques / martensitiques renforcés par nano-dispersion d'oxydes dits « ODS » sont des candidats potentiels sérieux.

Un faible gonflement sous irradiation, une bonne résistance au fluage et à la corrosion sous contrainte jusqu'à  $750^\circ\text{C}$  ainsi que des propriétés mécaniques améliorées en terme de résilience et de ténacité, avant et après irradiation sont, entre autres, les propriétés requises pour les matériaux de gainage combustible [7].

Avec :

- une structure Cubique Centrée, leur procurant une bonne résistance au gonflement sous irradiation,
- des renforts nanométriques d'oxydes, leur procurant une bonne résistance mécanique y compris au fluage, même à haute température (jusqu'à  $750^\circ\text{C}$ ) [8],

les aciers renforcés par dispersion d'oxydes (Aciers ODS) sont des candidats potentiels pour le gainage combustible des réacteurs de 4<sup>ème</sup> génération. Cependant, comme la plupart des alliages à haute résistance, ils présentent une résistance limitée à la propagation de fissure. Pour dimensionner les composants de gainage et garantir leur bon comportement, il est impératif de caractériser la ténacité de ces matériaux. Leur ténacité doit être connue aux différents états de vieillissement thermique et d'irradiation couvrant toute la période prévues pour leur service car des microfissures peuvent apparaître en cours de service.

Des essais de ténacité ont déjà été réalisés au CEA sur des aciers ferritiques et martensitiques ODS notamment par H.Salmon-Legagneur [9], mais sur des éprouvettes prélevées sur produits semi-finis, à savoir des barres.

Sur les barres sont prélevées des éprouvettes CT « Compact Tension specimen » et les essais réalisés dessus sont conduits selon la norme ISO 12135 [10] (proche de ASTM E1820 [11]). Cependant les dernières étapes de fabrication pour l'obtention des gaines (Extrusion à chaud et laminage) induisent une modification irréversible de la microstructure des tubes en acier ferritique ODS. Il est donc impératif de caractériser le produit final (géométrie et microstructure).

Ce n'est que dernièrement que T. Jaumier et al. [8] ont étudié le comportement en fluage des tubes de gainage combustible sur des éprouvettes extraites du produit fini en Aciers ODS Fe-9Cr (9% Cr massique) et Fe-14Cr (14% Cr massique). Cette étude a révélé une bonne tenue au fluage à des températures allant jusqu'à 750°C. Cette étude a également révélé une anisotropie d'endommagement pour les deux matériaux, notamment pour le 14%Cr.

Il est donc primordial de pouvoir évaluer la ténacité des tubes de gainage combustible sur des éprouvettes prélevées sur leur géométrie finale. Néanmoins, la réalisation de tels essais sur des tubes est peu fréquente dans la littérature, et aucune norme ne traite de cela. L'étude menée durant cette thèse a donc pour principal objectif de développer un essai de ténacité et une méthode de dépouillement associée permettant de caractériser la résistance à la propagation de fissure dans des tubes minces. Cet essai sera appliqué à différentes nuances présentant différentes microstructures pour en évaluer les ténacités et en améliorer les performances.

Pour présenter l'étude menée pour atteindre cet objectif, ce mémoire se décline comme suit :

- Le premier chapitre dresse un état de l'art sur :
  - Le développement des aciers ODS, l'évolution de leur microstructure durant leur élaboration et les dernières études menées au CEA sur leur comportement en traction et en ténacité pour montrer la nécessité de les étudier dans leur géométrie finale.
  - La procédure expérimentale d'évaluation analytique de la ténacité, tel que préconisée par les normes ASTM E1820 et ISO 12135, pour présenter certains paramètres géométriques nécessaires au calcul de cette ténacité.
  - Les essais de ténacité sur tubes, et les méthodes de dépouillements associées, employés dans la littérature ouverte. Cette étude sert comme premier filtre pour sélectionner les essais les plus prometteurs.
- Dans le second chapitre sont présentés les matériaux étudiés ainsi que les moyens expérimentaux utilisés pour caractériser leurs microstructures et leurs propriétés mécaniques.
- Le troisième chapitre concerne la caractérisation microstructurale et mécanique des matériaux de l'étude. Des essais de traction sur des éprouvettes tuile et anneaux sont alors réalisés pour :
  - Caractériser le comportement en traction des nuances étudiées dans cette thèse et les comparer aux mêmes nuances d'autres lots étudiés par les prédécesseurs.
  - Déterminer les modèles de comportement élastoplastique des matériaux de notre étude dans les sens axial et circonférentiel du tube. Des simulations par éléments finis de ces essais permettent de valider ces modèles avant de s'en servir comme données d'entrées dans les simulations par éléments finis de nos essais de ténacité.
- Le quatrième chapitre concerne l'essai de ténacité de référence de cette thèse, le Pin Loading Tension test. Cet essai est très utilisé dans l'industrie du nucléaire et sera étudié en détail.
- Un cinquième chapitre présente l'étude d'un autre essai de ténacité développé lors de cette thèse en s'inspirant d'un essai déjà existant sur les Pipeline de transport de gaz.

Dans ces deux derniers chapitres, un dialogue expérience-simulation par éléments finis est réalisé sur ces configurations d'essais de ténacité sur tube pour déterminer les paramètres géométriques nécessaires au dépouillement analytique des essais. Les résultats expérimentaux de ces deux essais sont présentés aussi.

- Dans un sixième chapitre, une discussion sur ces deux essais et sur le comportement en fissuration des deux nuances d'aciers ODS étudiées est alors faite en :
  - comparant les états de contraintes des éprouvettes et la précision des grandeurs calculée via ces essais,
  - étudiant l'applicabilité de ces essais à haute température et sur matériau irradié pour sélectionner l'essai qui permettra d'évaluer la ténacité des gaines dans les différents états de service,
  - confrontant les résultats d'essais de ténacité réalisés sur les deux matériaux à température ambiante ainsi qu'à 650 °C
  - observant les faciès de ruptures pour identifier les types d'endommagements que présentent les deux matériaux à ces même températures.
- Pour finir, les conclusions de cette étude et des perspectives de sa poursuite sont présentés.



# Chapitre I : Etat de l'art

## I. Etat de l'art

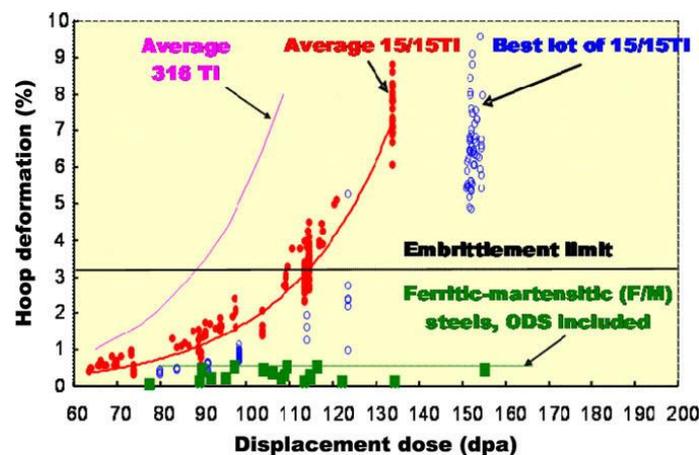
Dans ce chapitre, un état de l'art est réalisé sur les aciers ODS pour rappeler leur importance comme candidat pour le gainage combustible des réacteur GEN IV et montrer l'évolution de leur microstructure lors de leur élaboration rendant nécessaire leur étude dans leur état final en terme de microstructure et de géométrie. Un rappel de l'origine théorique de la procédure de détermination analytique de cette ténacité à partir d'une courbe expérimentale force-déplacement tel que préconisé par les normes ASTM E1820 [11] et ISO 12135[10]. Cela permettra d'identifier certains paramètres géométriques nécessaires au dépouillement de cet essai qu'il faudra déterminer pour dépouiller nos essais et atteindre le principal objectif de la thèse. Une liste non-exhaustive d'essais de ténacité sur tubes utilisés dans la littérature ouverte est aussi présentée avant de proposer une brève synthèse du chapitre avec un rappel des principaux objectifs de la thèse.

### I.1. Les aciers ODS

Au vu de leurs conditions de service envisagées, les tubes de gainage des RNR-Na, étant la première barrière de confinement, doivent rester intègres dans toutes les conditions de service jusqu'au déchargement et retraitement des aiguilles et donc répondre à certaines exigences mécaniques :

- Résistance au gonflement sous irradiation (150 dpa en fin de vie).
- Une bonne tenue au fluage pour des températures supérieures à 600°C car la pression des gaz de fission exerce une contrainte ortho-radiale de 100 MPa en fin de vie. En outre, la pastille d'oxyde d'uranium peut déformer la gaine (interaction pastille-gaine).

Ces propriétés mécaniques doivent être maintenues après irradiation à un domaine de températures plus basses (25-400°C) pour des questions de transport et de manutention.

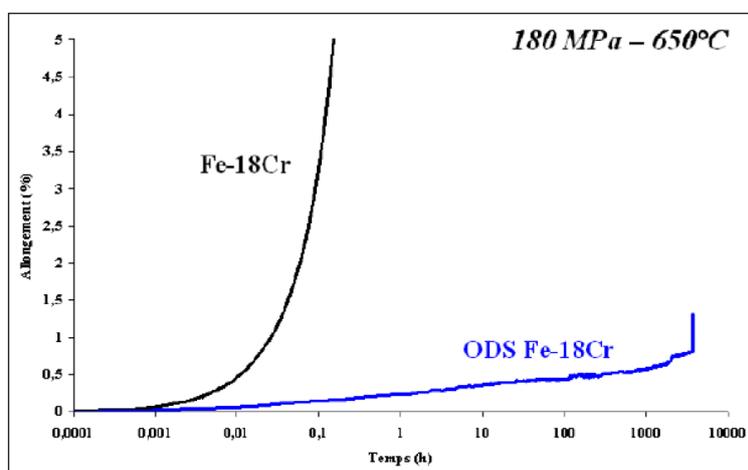


**Figure 1** Illustration de la résistance au gonflement de différentes nuances austénitiques et ferrito-martensitiques en fonction de la dose d'irradiation [12]

Grâce à leur structure Cubique Centrée, les aciers ferritiques/martensitiques ont une meilleure résistance au gonflement sous irradiation neutronique comparée à celle des aciers austénitiques initialement utilisés dans les premiers réacteurs à neutrons rapides (voir figure 1). Toutefois ils ont de faibles propriétés mécaniques à haute température. Huet envisagea alors en 1967 de les renforcer par dispersion d'oxydes afin d'améliorer ces propriétés mécaniques à haute température [13] [14]. Le renforcement des alliages par ajout de renforts sous forme de particules d'oxydes est une idée proposée par Coolidge en 1912 dans le but d'améliorer le comportement de filaments de tungstène [15], [16].

Parmi les oxydes, l'oxyde d'Yttrium ( $Y_2O_3$ ) est retenu pour sa stabilité sous irradiation et la taille nanométrique de ses précipités [17].

Mathieu Ratti [7] ainsi que Michaël Dadé [18] ont récemment comparé le comportement en fluage de nuances d'aciers renforcées et non-renforcées par dispersion d'oxydes. La figure 2, est un exemple qui illustre bien l'effet du renfort d'un alliage ferritique par dispersion d'oxydes sur la résistance au fluage à haute température [7].



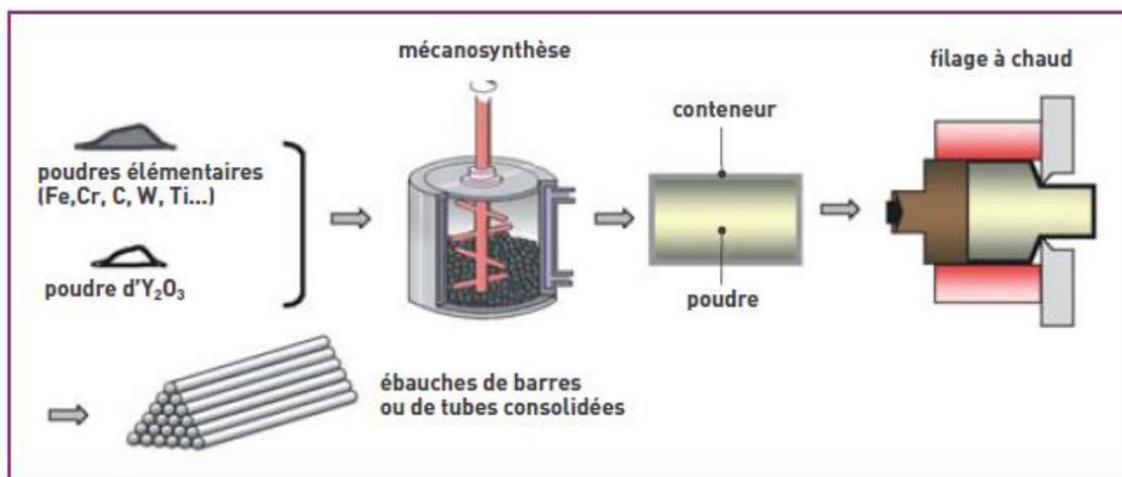
**Figure 2** Comparaison entre courbes de fluage de d'alliages ferritiques renforcé et non renforcé [7]

### I.1.1. Elaboration

Pour atteindre le niveau de propriété souhaité, il est important d'avoir une répartition des nano-précipités qui soit la plus fine, dense et homogène possible. Il n'est donc pas possible via des modèles d'élaboration traditionnelle d'obtenir ce type de microstructure. La fabrication passe donc par une étape de mécanosynthèse de métallurgie des poudres.

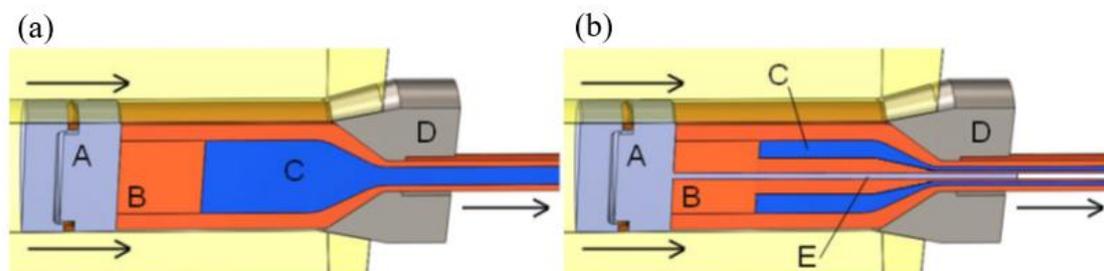
L'invention de la mécano-synthèse par Benjamin en 1970 [19] et la validation de l'employabilité de poudres d'oxyde d'Yttrium par cette méthode lors d'une étude en 1992 [20] permettent d'améliorer considérablement la fabrication des gaines de combustible en aciers ODS [17]. Cette technique permet d'obtenir une poudre finement broyée en incorporant de manière homogène les renforts nanométriques au sein d'une poudre de composition correspondante à celle de la nuance non-renforcée. Une poudre d'oxydes d'yttrium  $Y_2O_3$  (de quelques dizaines de nanomètres de diamètre au départ [7], [17]) et une poudre d'acier sont alors placées avec des billes métalliques dans un conteneur (broyeur à boulets ou attriteur), sous atmosphère contrôlée, et co-broyées (voir Figure 3). Les chocs engendrés déforment les grains de poudre, qui vont se fracturer et se ressouder tout au long de l'opération donnant lieu à une dissolution en solution solide de  $Y_2O_3$  dans la matrice [17], [21]–[23].

Après la mécano-synthèse, l'étape de consolidation se fait, pour nos matériaux d'étude, par filage à chaud (ou extrusion à chaud). Cette étape consiste à mettre la poudre dans un conteneur cylindrique (billette), préalablement dégazé pour limiter la présence de porosités dans le matériau final, et de la contraindre en la faisant passer dans une filière de faible diamètre (voir Figure 3) [16]. Les nanoparticules de Y-Ti-O alors dissoutes dans la matrice par mise en solution solide précipitent lors de cette étape [22]. Le conteneur en acier doux permet à la fois d'accommoder les grandes déformations sur la poudre consolidée et de limiter la contamination en empêchant le contact direct avec la presse (une interdiffusion peut être cependant constatée).



**Figure 3** Schéma de principe du procédé de fabrication des aciers ODS [24]

L'extrusion est réalisée à haute température, de l'ordre de 1050°C pour les aciers ODS. Elle permet de réaliser soit des barres pleines (voir figure 4-a), soit des ébauches de tubes, grâce au filage sur aiguille, comme le montre la figure 4-b [7].

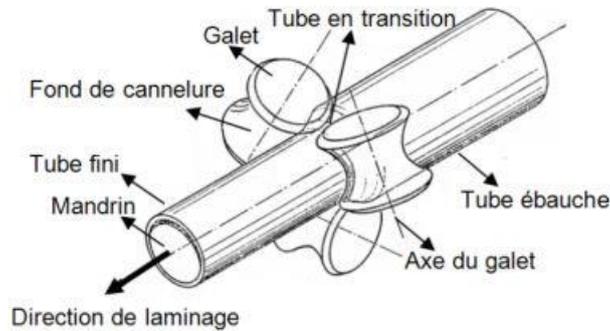


**Figure 4** Illustration du procédé d'extrusion à chaud (a) filage d'une barre (b) filage sur aiguille d'une ébauche de tube (A) Grain de poussée (actionné par vérin de la presse à filer), (B) billette, (C) matériau en cours de consolidation, (D) filière (E) aiguille [16]

La géométrie tubulaire finale (tube de 10.73 mm de diamètre externe et de 0.5 mm d'épaisseur de paroi) est obtenue par laminage à froid sur un laminage à pas de pèlerin, (schématisé sur la figure 5) en plusieurs passes avec des traitements thermiques inter-passes pour diminuer la dureté du matériau et évacuer les contraintes internes [7], [25]. L. Toualbi avait proposé une optimisation de cette gamme de mise en forme à froid des aciers ODS. Cela consiste, pour les aciers ODS martensitiques, en une austénitisation totale du tube suivie d'un refroidissement lent permettant d'éliminer tous les défauts d'écrouissage et d'obtenir un état ferritique dont la dureté et la ductilité sont optimum pour le travail à froid. Un traitement thermique final à 1050°C pendant 30 minutes suivi d'un refroidissement rapide et d'un revenu permet d'obtenir un bon compromis résistance

mécanique/ductilité pour les tubes en aciers ODS martensitique tandis que pour les tubes en aciers ODS ferritique, on opte plutôt pour un refroidissement lent suivi d'un revenu.

Malgré les traitements thermiques inter-passes et final, les deux dernières étapes de l'élaboration induisent une forte anisotropie dans la microstructure des nuances ODS ferritiques. La distinction entre aciers ODS ferritiques et martensitiques ainsi que l'aspect microstructural seront abordés dans la section suivante (voir section I.1.2).

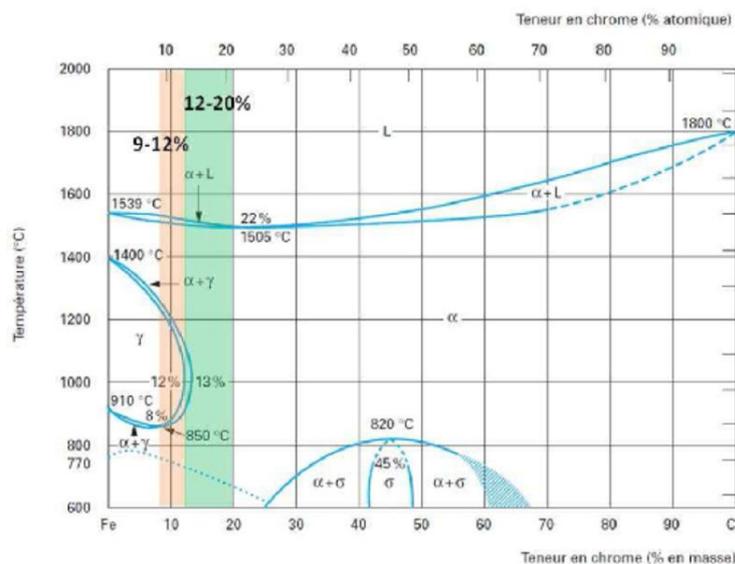


**Figure 5** Schéma de principe du laminoir HPTR [16]

### I.1.2. Microstructure

Depuis le début de l'intérêt pour ces matériaux, plusieurs nuances d'aciers ODS ont été développées par l'industrie nucléaire. Pour des raisons de différence dans la microstructure obtenue, ils ont été classés en deux familles principales en fonction de leur teneur en chrome [16]:

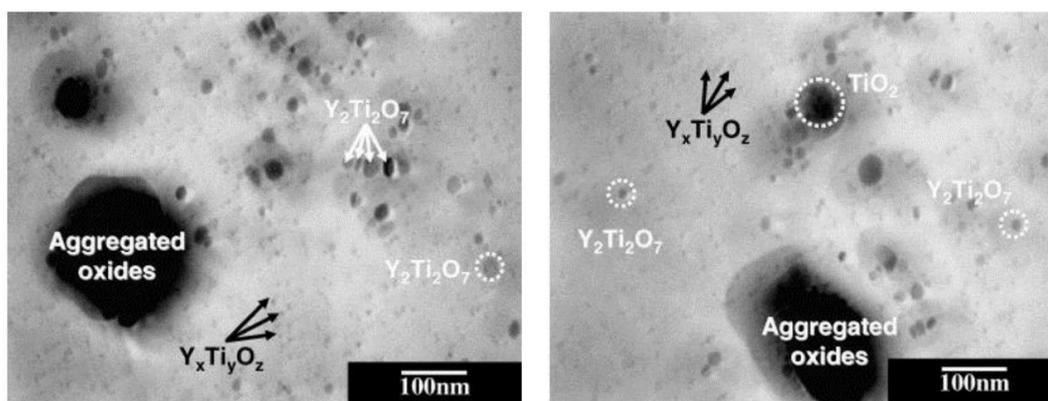
- Les aciers ODS ferritiques dont la teneur en chrome est comprise entre 12%-20% (en masse) représentés par le domaine vert dans le diagramme de phase Fer-Chrome sur la figure 6.
- Les aciers ODS martensitiques dont la teneur en chrome est entre 9% et 12% (en masse) représentés par le domaine orange sur la figure 6



**Figure 6** Diagramme Fe-Cr avec domaines ferritique en vert et martensitique en orange pour les aciers ODS [26]

Les observations MET présentées sur la figure 7 ont été réalisées sur un acier ODS classique (MA957) largement étudié dans la littérature. Ces clichés MET présentent l'avantage de montrer les différentes populations d'oxydes pouvant être présentes dans les aciers ODS.

La principale caractéristique microstructurale recherchée par le renfort des aciers par dispersion d'oxydes est la précipitation de nano-renforts dispersés de manière homogène dans la matrice afin d'améliorer la résistance à la traction et au fluage à haute température de ces aciers. C'est le cas des précipités de type  $Y_xTi_yO_z$  observés par Sakasegawa et al. [27] par MET et sur tous les aciers ODS modernes. Ces particules d'oxydes, dont la densité est de l'ordre de  $10^{23}$  particules/m<sup>3</sup> en moyenne, sont de taille nanométrique [25]. Miller et al. [28] ont mesuré pour ces particules un rayon d'environ 2 nm sur la nuance ferritique 14YWT tandis que Wu et al. [29] un rayon de 2,8 nm sur le MA957 Français et de 3,4 nm sur le MA957 Américain.



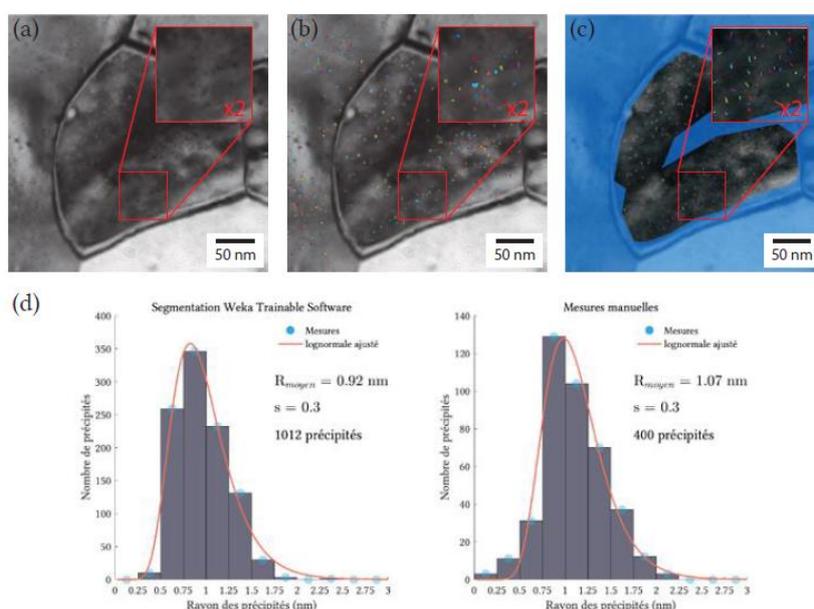
**Figure 7** Observation au Microscope Electronique à Transmission (MET) de particules dans l'acier ODS MA957 [27]

Des aciers ODS plus récents présentant une précipitation plus fine et homogène ont été développés au CEA entre temps. Le rayon moyen des particules de type  $Y_xTi_yO_z$  sur ces nouveaux aciers ODS est de l'ordre du nanomètre (voir figure 8). Cette distribution plus fine des particules d'oxydes est due à un meilleur contrôle de la cinétique de croissance et de coalescence de ces précipités lors des recuits [22], [30].

Des particules, de rayons compris entre 5 et 50 nm et de même nature que les particules d'oxydes nanométriques mais de composition stœchiométrique  $Y_2Ti_2O_7$ , ont aussi été observées par Sakasegawa et al. (voir figure 7) [27]. Plus récemment, sur des alliages plus optimisés fabriqués au CEA, Spartacus [22] avec une étude complète des phases grossières, Sallez [31], Laurent-Brocq [17] ainsi que Hatzoglou [32] ont aussi observé ces précipités.

D'autres particules dont la taille peut atteindre quelques centaines de nanomètres sont aussi présentes. Ces particules sont considérées comme indésirables car elles fragilisent le matériau et favorisent son endommagement. Celles-ci peuvent être des oxydes, des carbures ou des nitrures de Titane. Leur présence est attribuée à des contaminations lors de la préparation ou du broyage des poudres du fait de leur présence aux joints de grains [9], [27], [33], [34]. Des précipités d'alumine ou de carbures de type  $M_{23}C_6$  de taille micrométrique sont aussi présents et nuisent à la ductilité des aciers ODS [16], [35]. Ces particules représentent les points faibles de nos matériaux car ce sont souvent des sites d'amorçage de fissures. Plus particulièrement les carbures  $M_{23}C_6$  selon Zhao et al. qui ont comparés l'effet du recuit (800°C, 1000°C et 1200°C pendant 5h) sur la précipitation des phases secondaires et les propriétés mécaniques aciers ODS à 14% Cr. Ils constatent, après avoir effectué des essais de traction à température ambiante, la présence de fissure sur les fractographies des éprouvettes brutes de filage et celles ayant subi un recuit à 800°C. Ils attribuent la présence de ces fissures à la présence de grande quantité de carbures  $M_{23}C_6$  dont la taille moyenne est supérieure à 500 nm. Pour ces

deux aciers, la fraction volumique relative de la phase  $M_{23}C_6$  est de 90% pour le brut de filage et de 70% pour le recuit à 800°C tandis que celle des précipités de type TiC, dont la taille moyenne est comprise entre 200 nm et 300 nm, et de type  $Y_2Ti_2O_7$  est inférieure à 20%.



**Figure 8** Image MET de précipités dans un échantillon 14Cr (a), image labélisée par l’algorithme Weka et post-traitements Matlab (b), mesures manuelles (c), avec les résultats ajustés par une distribution lognormale (d) [22]

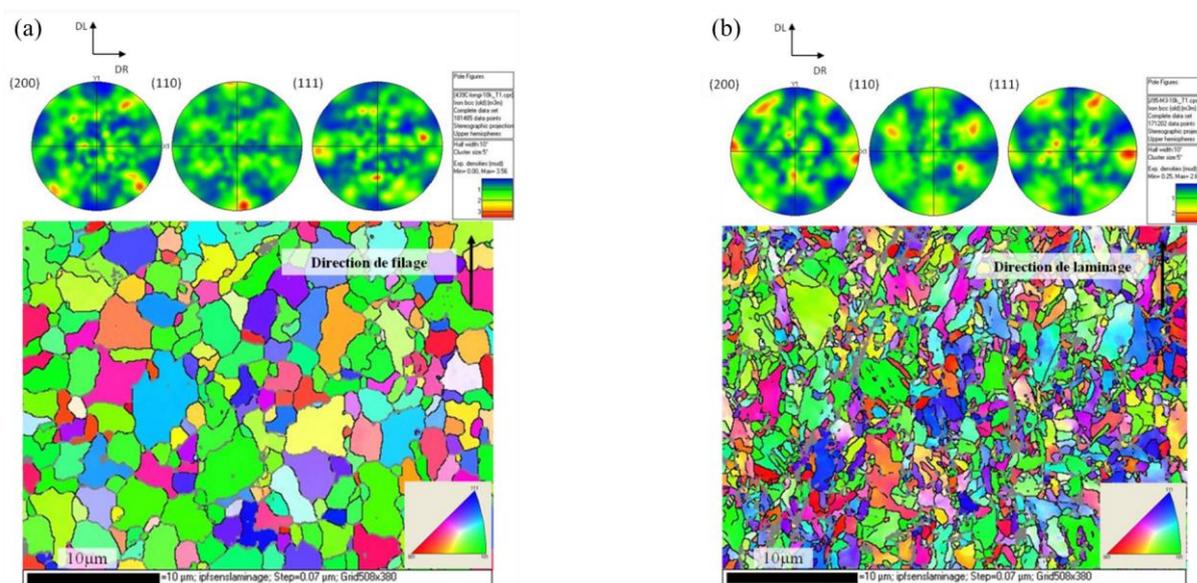
Pour l’acier ODS recuit à 1000°C, qui contient une fraction volumique relative de  $M_{23}C_6$  de l’ordre de 20% contre 60% et 20% pour TiC et  $Y_2Ti_2O_7$  respectivement, celui-ci présente les meilleures propriétés mécaniques avec un allongement généralisé et un allongement total supérieurs de 20%, par rapport au recuit 800°C, et une faible diminution de la résistance mécanique. De plus, cet acier présente, selon les observations de son facies de rupture, une rupture ductile avec très peu de fissures secondaires. L’acier recuit à 1200°C, bien que dépourvu de la phase  $M_{23}C_6$ , présente une rupture fragile avec la présence d’une grande quantité de clivages et de fissures secondaires. Ceci est attribué à la formation massive de porosités lors du recuit. Das et al. [36] ont constaté, lors de la caractérisation de la microstructure et de la ténacité d’aciers ODS à 9% Cr, qu’à basse température, de grosses particules submicroniques ( $> 100$  nm) sont cisailées et déclenchent la propagation de fissures, provoquant une rupture fragile. À des températures plus élevées, une fracture ductile se produit, où une cavité peut être nucléée par cisaillement de particules submicroniques ou par sa décohésion avec la matrice [36]–[38].

Principalement responsables de l’aspect isotrope ou anisotrope des propriétés mécaniques obtenues, la texture cristallographique et morphologique des grains des aciers ODS martensitiques et ferritiques sont souvent comparées car, lorsque l’historique thermique est le même lors de leur élaboration, elles représentent la principale différence entre les deux familles d’aciers ODS en terme de microstructure.

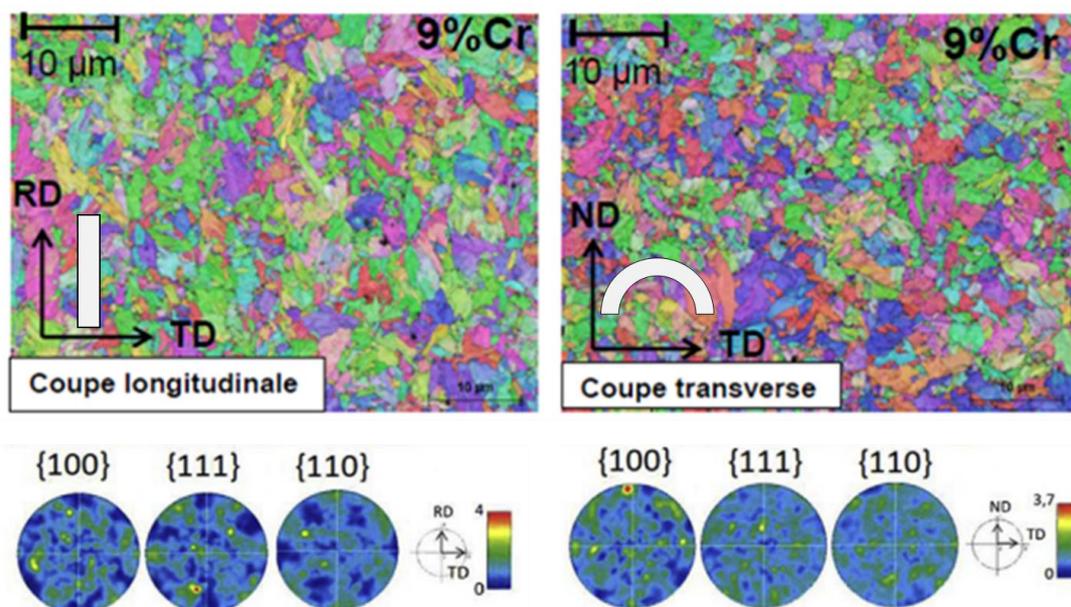
#### Les aciers martensitiques (9%Cr):

Comme montré par la figure 6, l’existence d’une transformation de phase  $\alpha \Rightarrow \gamma$  à haute température permet d’obtenir une microstructure quasi-isotrope pour ces aciers. Toulbi [39] a comparé les microstructures obtenues sur les sections longitudinales d’une ébauche de tube filée et d’un tube fini. L’ébauche tubulaire est recuite à 1050°C pendant 1h et refroidie lentement (0,05°C/s), de sorte à obtenir une structure ferritique. La gamme de transformation est composée de six passes de laminage à un taux de réduction par passe compris entre 20% et

25% jusqu'à obtenir le tube fini. Toutes les deux passes, un recuit de réinitialisation de la microstructure est réalisé à 1050°C pendant 1h. La vitesse de refroidissement lente (0,05°C/s) permet de retrouver la structure ferritique initiale. Le tube fini a subi, après laminage, un traitement thermique final à 1050°C pendant 30 minutes suivi d'un refroidissement rapide et d'un revenu à 750°C pendant 1h.



**Figure 9** (a) Figures de pôles directes et cartographie EBSD (coupe longitudinale) de l'ébauche tubulaire ODS Fe-9Cr-1W après filage et recuit à 1050°C/1h (b) Figures de pôles directes et cartographie EBSD (coupe longitudinale) du tube final ODS Fe-9Cr-1W issu de la gamme de référence (code SRMA J95-M3) [39]



**Figure 10** Cartographie EBSD des sections longitudinale (à gauche) et transversale (à droite) du tube ODS 9Cr T37 [8]

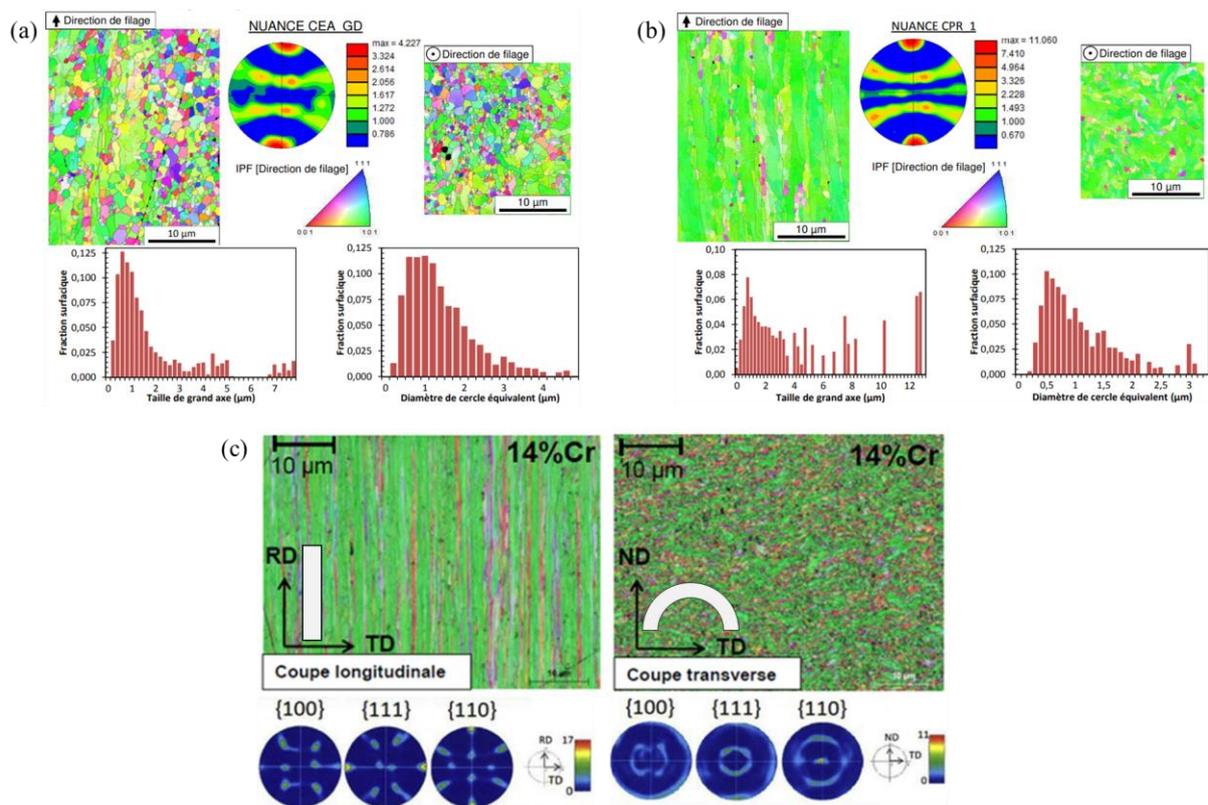
L'ébauche tubulaire ne présente pas de texture cristallographique prononcée après recuit. La microstructure est constituée de grains équiaxes dont la taille est de l'ordre de 5-7  $\mu\text{m}$  (voir Figure 9-a). Le tube fini T95-M3 présente lui aussi une microstructure à grains équiaxes ne présentant pas de texture cristallographique prononcée. La taille moyenne des grains est, quant à elle, plutôt de l'ordre de 2-5  $\mu\text{m}$  (voir Figure 9-b) [39].

Jaumier et al. [8] montrent quant à eux que les deux sections, longitudinale et transversale présentent des grains équiaxes d'environ 5  $\mu\text{m}$  de diamètre pour le tube T37 à 9% de Cr (voir Figure 10). Les figures de pôles et les cartes d'orientation des deux sections suggèrent également une texture presque isotrope, mais avec une légère orientation de la direction  $\langle 110 \rangle$  parallèle à RD et de la direction  $\langle 111 \rangle$  vers ND dans le plan (RD-TD). Le même type de microstructure est visible sur les deux tubes en aciers ODS à 9% Cr, J95-M3 étudié par Toualbi [25] et T37 étudié par Jaumier [8], qui ont la même gamme de fabrication.

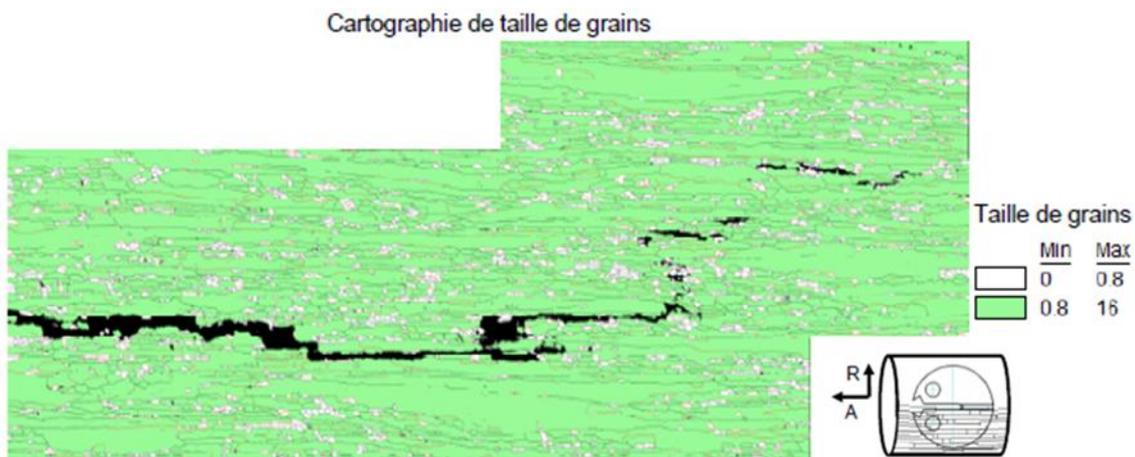
#### Les aciers ferritiques (14%Cr) :

Ne présentant pas de domaine de transformation de phase à l'état solide, la morphologie des grains des aciers ODS ferritiques évolue de manière irréversible au cours du procédé d'élaboration, surtout lors de l'extrusion à chaud. Au cours de cette étape les grains subissent un allongement dans le sens de filage et une réorientation comme le montrent les figure 11 (a) et (b) (texture de type fibre  $\alpha \langle 110 \rangle$  parallèle à la direction de filage). En effet les cartographies EBSD et les histogrammes de tailles de grains de la nuance CEA GD (Barre de 24 mm de diamètre) présentés sur la figure 11-a montrent une texture moins prononcée, des grains moins allongés et la présence d'une plus importante proportion de grains équiaxes sur la section longitudinale comparé à la nuance CPR\_1 (Barre de 17 mm de diamètre) dont les cartographie EBSD et les histogrammes sont présentés sur la figure 11-b. En plus de la microstructure initiale après broyage, il a été montré par Karch [40] et Sallez [31] qu'une recristallisation dynamique a lieu lors du filage à chaud. Les dislocations désorientent les grains et par leur accumulation lors de la déformation forment des joints de grains.

Cet allongement est accentué lors du laminage à froid pour la mise en forme des tubes comme le montre les cartographies EBSD d'un tubes en acier ODS 14Cr sur la figure 11-c. Le tube en acier ODS à 14% Cr présente une microstructure fibreuse avec des grains allongés dans le sens de laminage de 500 nm de diamètre et de 350  $\mu\text{m}$  de long alors que sur la barre ODS à 14% Cr les grains sont d'une longueur de 16  $\mu\text{m}$  au maximum (voir Figure 11) [8], [9]. La barre ODS à 14% Cr présente une microstructure hétérogène bimodale avec la coexistence de grains submicroniques non-affectés par le filage à chaud et de grains allongés dans la section longitudinale. Ce type de microstructure bimodale est aussi observé par Toualbi [39] sur une ébauche de tube en aciers ODS 14% Cr même après un recuit post-filage à 1250°C pendant 30 min suivi d'une réduction de 20% par laminage avec des recuits intermédiaires à 1200°C pendant 1h. Une attention particulière sera portée à ce type de microstructure sur nos tubes car Salmon-Legagneur [9] a observé par EBSD qu'un amorçage de microfissures, en amont de la fissure principale, a lieu dans les zone à petits grains avant que la fissure principale les rejoigne par un mécanisme de rupture intergranulaire (voir Figure 12). Ces observations vont dans le sens des conclusions de Das et al. [36] d'après qui les matériaux avec des grains plus fins présentent une surface de joints de grains plus élevée par unité de volume et sont donc plus sujets à la rupture intergranulaire à des températures élevées.



**Figure 11** Cartographies EBSD des sections longitudinale et transversale (a) d'une barre de 24 mm de diamètre en acier ODS 14Cr (b) d'une barre de 17 mm de diamètre en acier ODS 14Cr [9] (c) de tubes en acier ODS 14%Cr [8]



**Figure 12** Cartographie de taille de grains d'une éprouvette DC(T) prélevée dans le sens RA d'une barre filée en acier ODS 14%Cr (Nuance CPR\_2) et testée à 650 °C [9]

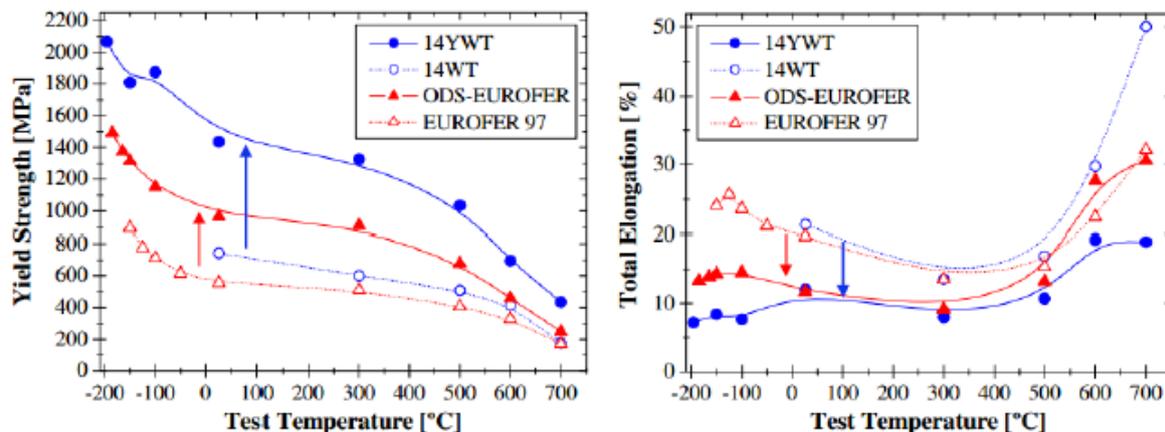
### I.1.3. Propriétés mécaniques

Plusieurs travaux de caractérisations mécaniques sur des aciers ODS ont déjà été effectués au Service de Recherche en Matériaux et procédés Avancés du CEA (SRMA). D'abord, Mattieu Ratti [7] a étudié en 2010 le développement de nuances d'aciers ferritiques nano-renforcés durant sa thèse et a abordé l'influence des nano-renforts et de leur taille sur les propriétés en traction et en fluage des aciers ODS sous forme de larges. Parmi ces travaux, on citera aussi ceux de Mathilde Praud en 2012 [41] et Mickael Dade qui, pendant leur thèse, ont étudié la plasticité des alliages nano-renforcés et ont caractérisé le comportement en traction et en fluage de différents aciers ODS ferritiques à 14% Cr et martensitiques à 9%Cr industriels et modèles. La même année, Antonin Steckmeyer [16] a étudié expérimentalement et numériquement le comportement mécanique à haute température d'un acier ODS à 14% Cr (code SRMA J05). Hubert Salmon-Legagneur [9], quant à lui, a étudié l'endommagement à haute température des aciers ODS Fe-14Cr et a abordé la ténacité des aciers ODS en 2017. Tous les travaux cités dans ce paragraphe ont été réalisés sur des produits semi-finis (barres ou larges). Ce n'est qu'en 2018 que Thibaud Jaumier a étudié le comportement mécanique en fluage à haute température de deux nuances d'aciers ODS sur des tubes [8], [42]. Une comparaison des résultats de la littérature sur le comportement mécanique de nos deux nuances d'intérêt, à savoir, les aciers ODS Fe-14Cr et Fe-9Cr sera présentée ci-dessous.

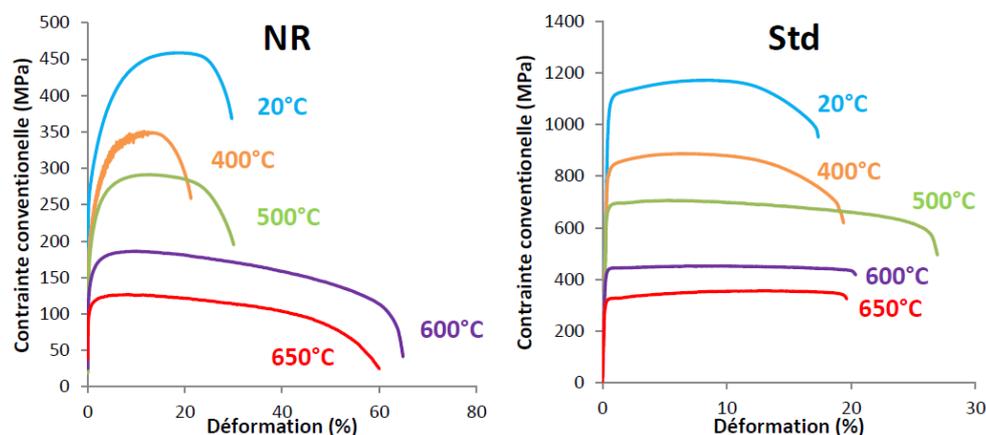
#### TRACTION

Les essais de traction sont aujourd'hui le moyen le plus simple pour caractériser les propriétés mécaniques macroscopiques des matériaux. Ils donnent accès à une multitude d'informations sur ses propriétés, aussi bien sur le comportement que sur la rupture. En plus de la limite d'élasticité  $R_{p0,2}$ , la résistance maximale  $R_m$  et les différents allongements, ces essais permettent de caractériser l'isotropie ou l'anisotropie de ces propriétés en prélevant des éprouvettes dans différentes directions.

En 2009, McClintock et al. [43] ont montré l'effet des nano-renforts d'oxydes sur le comportement en traction à différentes températures de deux nuances d'aciers à 9% Cr et à 14% Cr. Comme on peut le voir sur la figure 13, le renfort par nano-précipités d'oxydes permet d'augmenter la limite d'élasticité accompagnée d'une diminution de l'allongement à la rupture pour les deux nuances. Dadé [44] a comparé, durant sa thèse au SRMA, le comportement en traction à différentes températures de deux nuances d'aciers ferritiques 14Cr l'une nano-renforcée par dispersion d'oxydes et l'autre dépourvue de renforts. Lui aussi confirme cet effet des nano-renforts qui permettent de gagner en résistance mécanique au détriment de la ductilité (voir Figure 14).



**Figure 13** Influence des nano-renforts d'oxydes sur la limite d'élasticité et l'allongement à rupture de nuances d'aciers à 9%Cr (EUROFER) et à 14%Cr [43]

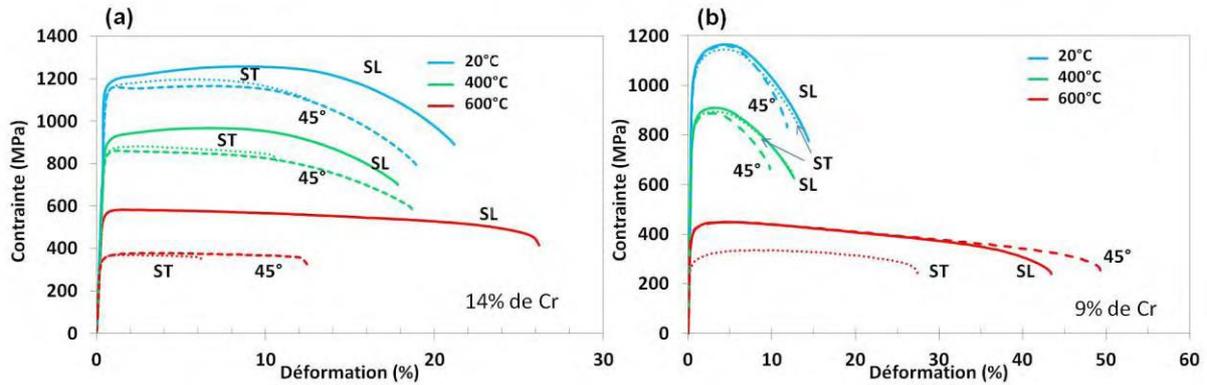


**Figure 14** Comparaison de l'évolution des courbes de traction avec la température entre une nuance dépourvue de renforts (NR) et une nuance ODS (Std) [44]

Sur des barres, Mathilde Praud [41] a étudié l'effet du sens de sollicitation sur les propriétés mécaniques en traction des deux nuances à différentes températures. Elle les a étudiées sur des éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal (SL), le sens transverse (ST) et à 45°. Par contre, Hubert Salmon-Legagneur [9] ne l'a fait que sur des nuances d'aciers ODS à 14% de Cr.

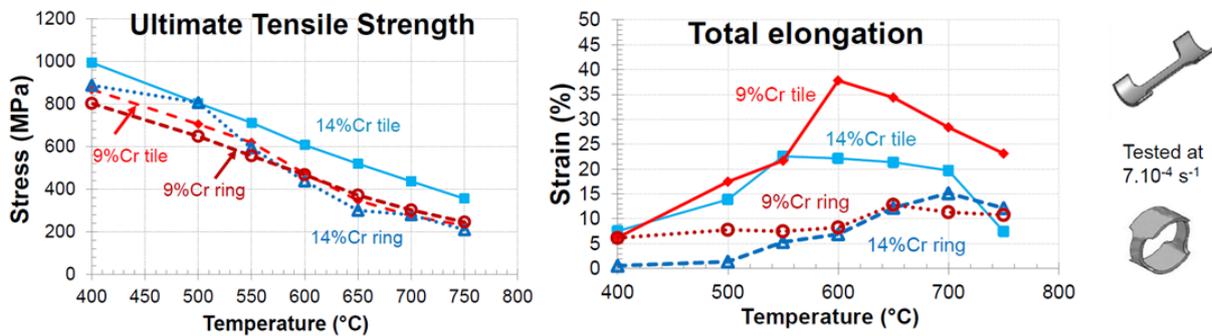
#### Les aciers martensitiques (9%Cr):

Pour l'acier ODS à 9% de Cr, Praud [41] a constaté que l'évolution de la limite d'élasticité et de l'allongement total pour les différents sens de sollicitation et pour deux vitesses de chargement est la même. Une seule exception : à 600°C et à vitesse rapide, la limite d'élasticité et l'allongement total en sens travers sont inférieurs de 120 MPa et de 20% par rapport aux deux autres directions de sollicitation (voir Figure 15). En revanche, leur évolution par rapport à la température est similaire avec un pic de ductilité à 600°C pour les trois sens de sollicitation (bien qu'il soit moins marqué dans le sens travers ST). Ces résultats vont dans le sens des propriétés microstructurales de cette nuance qui présentaient un matériau isotrope avec une texture morphologique et cristallographique modérée [41].



**Figure 15** courbes de traction conventionnelles (vitesse :  $7.10^{-4}$  s $^{-1}$ ) en fonction du sens de sollicitation pour 3 températures (a) pour la nuance à 14% de Cr (code SRMA J56) et (b) pour la nuance à 9% de Cr (code SRMA J84) [41]

Plus récemment, Jaumier et al. [42] ont étudié l'anisotropie du comportement en traction de tubes extrudés en aciers ODS sur des éprouvettes de géométrie tuile, pour le sens longitudinal du tube, et de géométrie anneau pour le sens circonférentiel du tube. Comme on peut l'observer sur la courbe rouge de la figure 16, ils ont constaté que l'acier ODS à 9% Cr présentait une isotropie de la résistance mécanique et une anisotropie de l'allongement total, bien que celui-ci présentait des grains équiaxes sans texture cristallographique spécifique. Ils interprètent cette anisotropie comme étant une anisotropie d'endommagement [42]. Il est à noter aussi que cet essai de traction sur anneau, étudié numériquement en annexe 2, présente une concentration de la déformation dans une petite partie au centre de la zone utile qui varie selon l'épaisseur, rendant complexe la conversion du déplacement en déformation pour ces éprouvettes.



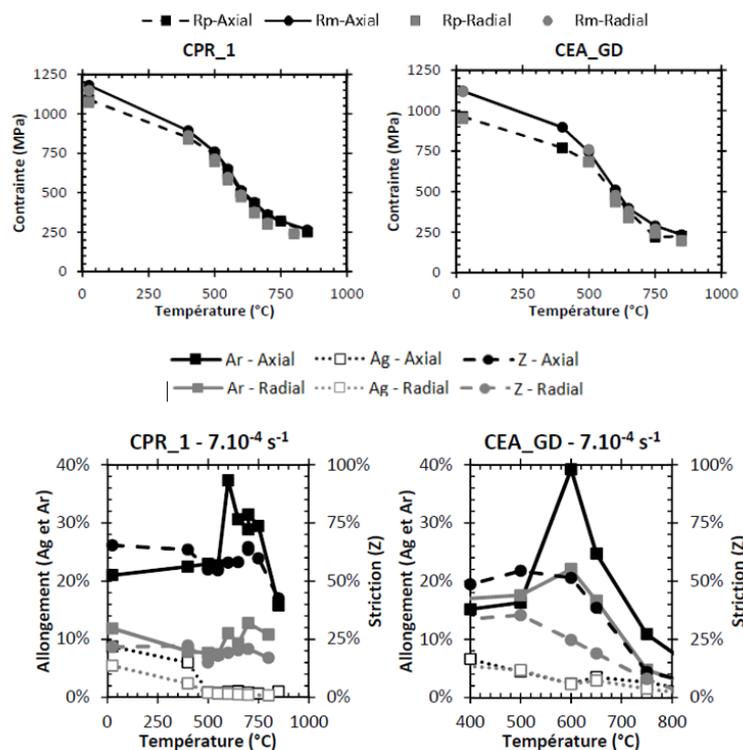
**Figure 16** Contrainte maximale à gauche et Allongement total à droite en fonction de la température pour les ODS 9%Cr et 14%Cr Tile (Sens longitudinal) et Ring (Sens circonférentiel) [42]

#### Les aciers ferritiques (14%Cr) :

Par contre pour la nuance à 14% de Cr, sur barres, une anisotropie des propriétés est constatée par Praud [41], et par Ratti [7] au préalable. Le sens longitudinal présente à la fois une plus grande limite d'élasticité et un plus grand allongement total, et ce, quelle que soit la température considérée. Pour le pic de ductilité, celui-ci est bien prononcé dans le sens longitudinal tandis qu'il l'est beaucoup moins, voire absent, pour les deux autres sens (voir Figure 15). Praud explique cette anisotropie par la forte texture (cristallographique et morphologique) et l'allongement des grains dans le sens de filage [41]. Par contre, Salmon-Legagneur a observé un faible effet du sens de sollicitation sur la résistance mécanique de deux autres nuances d'aciers ODS à 14% de Cr, référencée CPR\_1 et CEA\_GD (la nuance GD pour « Grand Diamètre » est une barre filée avec un rapport de filage plus faible et est donc moins texturée) sur la figure 17, et ce, quelle que soit la température. Pour l'allongement à la

rupture il constate la même anisotropie avec un allongement plus important dans le sens longitudinal [9]. Tous les auteurs cités ayant comparé les comportements en traction des deux nuances ODS s'accordent à dire que dans le sens longitudinal, l'acier ODS à 14% Cr présente une meilleure résistance mécanique que l'acier ODS à 9% Cr.

Jaumier et Toualbi ont confirmé cette anisotropie du comportement en traction sur tube à partir d'essais de traction sur éprouvettes tuile et anneau quelle que soit la température [25], [42]. Il est à noter que des différences de l'ordre de 200 MPa en moyenne en  $R_m$  et de 5% à 10% en terme d'allongement à rupture sont observées entre les éprouvettes tuiles prélevées dans un tube et les éprouvettes cylindriques prélevées dans une barre, dans le sens longitudinal. Le pic de ductilité quant à lui n'est pas aussi prononcé que sur barre, et ce quel que soit le sens de sollicitation considéré (voir Figure 16).



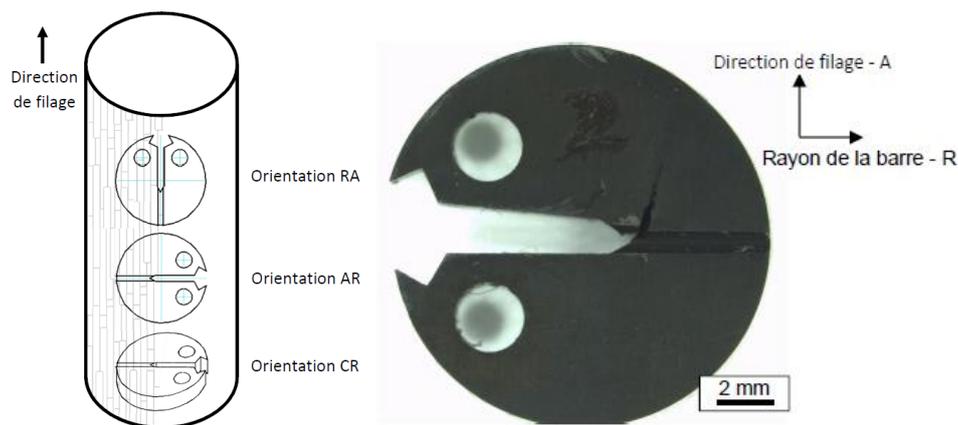
**Figure 17**  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  en haut, l'allongement généralisé « Ag » et l'allongement à rupture « Ar » en bas par rapport à la température pour deux nuances ODS à 14%Cr dans les sens axial et radial de la barre [9]

## TENACITE

Sachant que l'augmentation de la résistance mécanique d'un acier induit souvent une diminution de sa ductilité et donc de sa ténacité, il est nécessaire de connaître leur résistance à l'initiation et à la propagation de fissure (ténacité) afin de garantir l'intégrité structurelle des composants utilisés dans les installations nucléaires. Pour cela, des essais de ténacité sont réalisés. Chaouadi et al. [45] sur un acier ODS 9Cr ainsi que Byun et al. [46] sur un ODS 14Cr montrent que les aciers ODS présentent une ténacité inférieure à des aciers de même nuance mais dépourvus de nano-renforts. Ils expliquent cela par la présence de renforts (Yttrine) qui durcissent ce qui réduit l'écroutissage et facilite la germination, croissance et coalescence de cavités. Ils constatent aussi une perte brutale de la ténacité de ces aciers ODS à haute température entre 200 et 500°C qu'ils expliquent par un changement de mécanisme de rupture d'intra à intergranulaire à haute température comme montré aussi en traction par Praud [41]. Mais la majorité des essais de ténacité réalisés sur des aciers ODS le sont sur des

éprouvettes standards ne pouvant être prélevées sur les gaines de combustible directement. Le dernier à en avoir réalisé au CEA sur des aciers ODS est Salmon-Legagneur sur éprouvette CTR5 prélevées sur des barres en acier ODS à 14% Cr de 17 mm de diamètre. Ces éprouvettes ne représentent pas l'état microstructural final du composant. Dans la littérature, seuls Nitu et al. de l'institut RATEN [47] ont étudié la résistance à la propagation de fissure axiale sur des tubes en acier ODS ferritique et martensitique grâce à un essai nommé PLT (Pin Loading Tension), développé en 1995 par Grigoriev et al. [48].

Au SRMA différents essais de ténacité réalisés sur des éprouvettes CTR5 de 5 mm d'épaisseur prélevées dans des barres en aciers ODS dans différentes directions comme présentées sur la figure 18. Pour les orientations présentées sur cette figure, la première lettre représente la direction de sollicitation et la seconde la direction de propagation, avec A pour Axial, R pour radial et C pour circonférentiel.



**Figure 18** Orientation des éprouvettes CTR5 dans les barres d'aciers ODS à gauche et éprouvette AR avec bifurcation de la fissure à droite [9]

Les mesures de ténacité à l'amorçage réalisées selon le sens RA, sens représentant le sens de sollicitation en service des gaines de combustible, sont présentées sur le Tableau 1.

#### Les aciers ferritiques (14%Cr) :

Selon Salmon-Legagneur [9] la ténacité à l'amorçage est anisotrope pour la nuance K72-M2 (CPR\_2 sur le Tableau 1) qui présente une plus forte anisotropie dans la microstructure avec des valeurs d'environ  $10 \text{ MPa.m}^{1/2}$  et  $20 \text{ MPa.m}^{1/2}$  à  $650 \text{ }^\circ\text{C}$  pour les orientations RA et AR respectivement. Par contre, les éprouvettes CEA\_GD qui sont des barres de plus grand diamètre donnent des valeurs de ténacité quasi-isotropes.

Ces résultats sont attendus car la nuance CPR présente une microstructure anisotrope bimodale. On observe que dans le plan parallèle à la direction de filage les grains allongés et orientés dans la direction de filage avec une taille atteignant  $12 \text{ }\mu\text{m}$ . D'autres grains, non affectés par le filage ou moins, sont aussi présents sur ce plan est sont quasi-équiaxes de quelques microns de diamètres. Dans le plan perpendiculaire au sens de filage, la nuance CPR présente des grains équiaxes d'une taille allant de  $0.5 \text{ }\mu\text{m}$  à  $3 \text{ }\mu\text{m}$ . Par contre, la nuance CEA\_GD présente une microstructure moins affectée par le filage. Dans le plan parallèle au sens de filage, la microstructure ne présente pas une aussi forte texture que la nuance CPR avec une majorité de grains équiaxes d'environ  $1 \text{ }\mu\text{m}$  de diamètre moyen et une très faible fraction surfacique de grains légèrement allongés dans la direction de filage dont la longueur atteint les  $7 \text{ }\mu\text{m}$ . Dans le plan perpendiculaire au sens de filage, la microstructure est aussi équiaxe avec une taille de grains d'environ  $1 \text{ }\mu\text{m}$  en moyenne. De plus, les éprouvettes d'orientation AR

présentent toutes une bifurcation de la fissure vers la direction de filage. Cette bifurcation à 90° vers le sens de filage et aussi observée par Fournier et al. [49].

**Tableau 1** Résultats d’essais de ténacité réalisés au SRMA sur des éprouvettes CTR5 (Orientation RA) à température ambiante

Nuance	Code SRMA	Température d’essai (°C)	Facteur d’intensité de contrainte $K_Q$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Validité du $K_Q$ en $K_{IC}$
Martensitique ODS (9Cr)	J84	amb	49,4	Non
		650	13,4	Oui
Ferritique ODS (14Cr)	J62	amb	37,2	Oui
	J05	amb	22,7	Oui
	CEA CPR_2 [9]	650	7,8	Oui
		amb	31,2	Oui
		650	9,8	Oui
CEA GD [9]				

Pour l’orientation RA (représentative de la configuration de l’essai sur tubes car la microstructure est anisotrope), les mesures de ténacité effectuées à 650 °C donnent en moyennes les mêmes valeurs. Pour les mesures de ténacité effectuées à température ambiante dans l’orientation RA (orientation d’intérêt) donnent une valeur moyenne d’environ 30±7 MPa.m<sup>1/2</sup> en fonction des nuances comme le montre le Tableau 1.

Ce dernier résultat est différent des valeurs de ténacité obtenues par Nitu et al. [47] sur des tubes en acier ODS à 14% Cr qui sont de 122,2 MPa.m<sup>1/2</sup> en moyenne. Au CEA/LECI aussi, lors d’une étude non publiée des valeurs de ténacité du même ordre de grandeur que Nitu et al. [47] ont été obtenues sur un tube en acier ODS 14%Cr de même géométrie que les gaines de combustible étudiées durant cette thèse et fabriqué au CEA/LTMEX. On constate donc des valeurs de ténacité très différentes entre CT et tubes minces. Les valeurs élevées sont obtenues sur tube mince [47] alors que les valeurs basses le sont sur des éprouvettes CTR d’épaisseur 5mm extraites de barres cylindriques. Cette différence peut être attribuée à la différence d’épaisseur et donc à un effet de triaxialité, un effet de géométrie (tube vs plaque), en plus de la différence de microstructure entre barre et tube.

#### Les aciers martensitiques (9%Cr):

Contrairement au 14Cr, peu d’essais de ténacité ont été réalisés au SRMA sur des aciers ODS martensitique 9Cr. La seule nuance testée dans le sens RA est celle dont le code SRMA est J84 comme mentionnée dans le Tableau 1. Cette nuance présente une meilleure ténacité que les nuances ferritiques que ce soit à température ambiante ou à haute température.

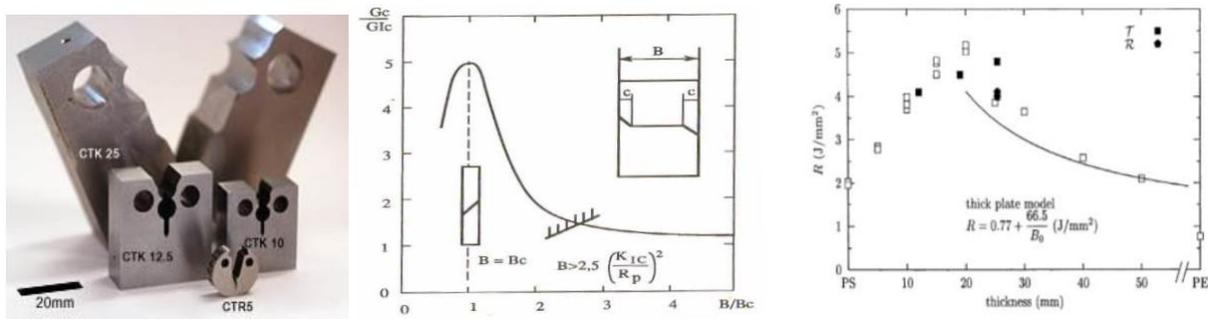
Dans le cadre du projet européen Matisse, Nitu et al. [47] ont aussi réalisé des essais de ténacité sur tubes (PLT) en acier ODS à 9%Cr. Leurs essais ont été réalisés sur des tubes conçus pour le gainage combustible des réacteurs à neutrons rapides. Leurs éprouvettes étaient des tubes de 9.7 mm de diamètre interne et 0.6 mm d’épaisseur. Sur ce matériau, ils ont effectué des chargements monotones pour caractériser une ténacité avec

une analyse simplifiée en facteur d'intensité de contraintes critique en mécanique linéaire de la rupture. Ils ont trouvé des valeurs de  $K_Q$  de  $139 \text{ MPa.m}^{1/2}$  de moyenne sur 3 essais.

Au cours de l'étude non publiée, mené par Thomas Le Jolu, en collaboration avec JAEA (Japan Atomic Energy Agency), des essais de ténacité ont aussi été effectués au CEA/LECI sur des tubes en aciers ODS martensitique à 9% Cr de même géométrie que les gaines de combustible étudiées durant cette thèse et fabriqués au CEA. Pour cela, l'essai ICM (*Internal Conical Mandrel*) a été utilisé [50]. Le principe de cet essai sera abordé dans la section I.3. Ils constatent que le frottement a un effet sur la force mais peu d'effet sur la ténacité. Le frottement ayant peu d'influence sur  $J$ , une simulation par éléments finis est effectuée par la suite pour déterminer l'intégrale  $J$  et donner  $J_{0,2}$  et  $K_{J0,2}$  comme valeur de ténacité. Sur quatre essais réalisés sur deux nuances ODS 9% Cr ayant subies différents traitements thermiques finaux, ils trouvent des valeurs de  $K_{J0,2}$  comprises entre  $155$  et  $177 \text{ MPa.m}^{1/2}$  pour le tube en K30-M2 et entre  $130$  et  $178 \text{ MPa.m}^{1/2}$  pour le tube en K30-M3

## I.2. Evaluation de la ténacité

Etant la première barrière de confinement du combustible dans le cœur des réacteurs nucléaires, l'intégrité des gaines de combustible est primordiale. Il est donc indispensable de caractériser leur résistance à la propagation de fissures. La mesure de la ténacité d'alliages ductiles requière des éprouvettes standards d'épaisseur suffisante selon le front de fissuration afin de se placer dans des conditions de plasticité confinée et ainsi obtenir une mesure ne dépendant pas de l'épaisseur de l'éprouvette (voir Figure 19). Sur produits massifs, largets ou barres par exemple, il est possible d'obéir à cette exigence. Par contre dans notre cas, tubes minces, cela nécessite une réflexion pour adapter une géométrie d'éprouvette permettant de réaliser des essais de ténacité. Dans notre cas, deux problèmes se présentent à nous, la faible épaisseur et la géométrie tubulaire. Sachant que nous avons une seule géométrie dont la mise en forme induit des modifications microstructurales irréversible pour certaines nuances, notre étude est plus focalisée sur l'aspect géométrique que sur l'aspect épaisseur et vise donc à développer un essai expérimental et une méthodologie de dépouillement permettant de mesurer la ténacité de tubes.



**Figure 19** Evolution de la ténacité en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette utilisée [51], [52]

Une étude bibliographique est réalisée sur les méthodes de dépouillement d'essais permettant de caractériser la ténacité de matériaux présentant une propagation stable ou instable de fissures. Ceci dans le but d'identifier les paramètres à déterminer qui permettent d'aboutir à une méthodologie de dépouillement pouvant s'appliquer à notre géométrie d'éprouvette.

On présente dans la suite du texte un état de l'art des différents travaux réalisés sur différentes éprouvettes extraites de tubes et utilisées pour caractériser la ténacité de tubes. Une liste non exhaustive de trois géométries d'éprouvettes fera alors l'objet d'une étude bibliographique plus approfondie sur les configurations des

éprouvettes et de montage expérimental ainsi que sur la méthodologie de dépouillement employée. Le but est ici de proposer une ou plusieurs configurations à tester par calculs par éléments finis et/ou expérimentalement.

Ce chapitre représente une première étape de réflexion dans le développement d'un protocole expérimental et d'une méthodologie de dépouillement permettant d'étudier la résistance à la propagation de fissures de tubes minces, qui est le principal objectif de cette thèse.

## 1.2.1. Facteur d'intensité de contraintes

Les paramètres utilisés pour caractériser la ténacité des matériaux dépendent du niveau de plasticité atteint par l'éprouvette lors de l'essai. Dans le cas des matériaux fragiles et d'éprouvettes présentant un faible niveau de plasticité, le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{IC}$  est utilisé comme paramètre caractérisant la ténacité du matériau. Un facteur d'intensité de contrainte  $K_Q$  est alors calculé. Puis répondant à certaines conditions données par les normes ASTM E1820 [11] et ISO 12135 [10],  $K_Q$  peut oui ou non être une estimation valide de  $K_{IC}$ .

Dans le cas d'un matériau élastique, on peut relier la souplesse/complaisance d'une éprouvette fissurée au facteur d'intensité des contraintes. La complaisance est une fonction de la longueur de fissure ( $a$ ) :  $C(a/W)$  où  $W$  est la largeur de l'éprouvette. Pour une charge  $P$ , l'énergie stockée est donc égale à  $E = C(a/W)P^2/2$ . Le taux de restitution d'énergie correspond à l'énergie restituée pour une avancée infinitésimale de la fissure.

$$G = \frac{dE}{dA} = \frac{P^2}{2} \frac{dC}{dA} = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da} \quad \text{Équation 1}$$

Avec  $A$  l'aire propagée de la fissure et  $B$  l'épaisseur du front de fissure.

En suivant la formule d'Irwin [53], [54], le taux de restitution d'énergie est relié au facteur d'intensité des contraintes par :

$$G = \frac{K_I^2}{E'} \quad \text{Équation 2}$$

Avec  $K_I$  le facteur d'intensité de contrainte,  $E'$  est le module d'Young effectif ( $E' = E$  en contrainte plane et  $E' = E / (1 - \nu^2)$  en déformation plane).  $E$  et  $\nu$  étant le module d'Young et coefficient de Poisson du matériau. On peut exprimer la complaisance comme :

$$C\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{1}{E'B} g\left(\frac{a}{W}\right) \quad \text{Équation 3}$$

Et, en l'absence d'entailles latérales, le facteur d'intensité des contraintes pour l'éprouvette C(T) (Compact Tension) comme :

$$K_I = f\left(\frac{a}{w}\right) \frac{P}{B\sqrt{W}} \quad \text{Équation 4}$$

Les fonctions  $g(a/W)$  et  $f(a/w)$  dépendent de la géométrie de l'éprouvette considérée (on pourra trouver des formes légèrement différentes pour la définition des fonctions  $f$  et  $g$  dans le cas par exemple des éprouvettes SE(B) (Single Edge Notched Bend) sans que cela affecte le caractère général de la démonstration qui suit). On note

$$g'\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\partial g(a/W)}{\partial a/W} \quad \text{Équation 5}$$

On obtient alors, pour une configuration à force imposée, d'après l'équation 1, l'équation 3 et l'équation 5 couplées, d'une part, et l'équation 2 et l'équation 4 couplées, d'autre part, les égalités suivantes :

$$G = \frac{P^2}{2B} \frac{dC}{da} = \frac{P^2}{2BW} \frac{1}{E'B} g'\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{P^2}{2B^2W} \frac{1}{E'} g'\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{1}{E'} \frac{P^2}{B^2W} f^2\left(\frac{a}{W}\right) \quad \text{Équation 6}$$

On en déduit que :

$$f\left(\frac{a}{w}\right) = \sqrt{g'\left(\frac{a}{w}\right)/2} \quad \text{Équation 7}$$

De manière générale, la connaissance de la complaisance permet donc accéder au facteur d'intensité des contraintes.

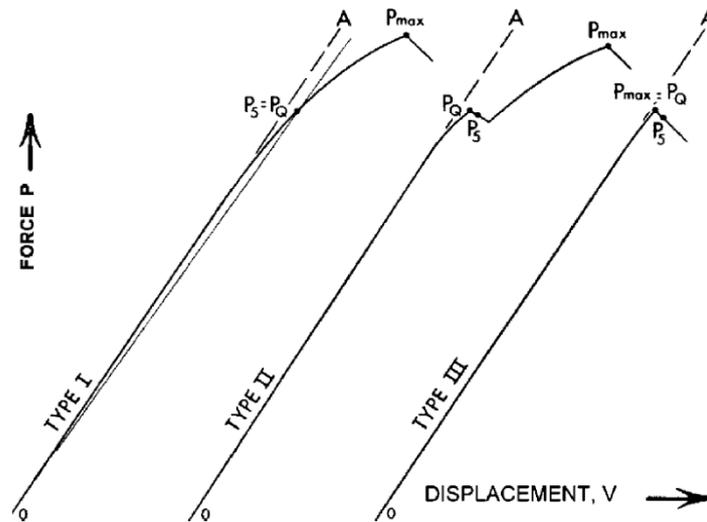
Afin que  $K_Q$  soit une estimation valide de  $K_{IC}$ , trois conditions sont exigées dans la norme *ISO 12135* [10]:

- La première condition est sur la taille de la process zone qui doit être la plus petite possible ou équivalente aux dimensions de l'éprouvette. Celle-ci est vérifiée en comparant le rapport  $\frac{K_Q}{R_{p0,2}}$  à la profondeur d'entaille initiale  $a_0$ , l'épaisseur  $B$  et la longueur initiale du ligament non fissuré ( $W - a_0$ ) comme suit :

$$a_0, B, (W - a_0) \geq 2,5 \left(\frac{K_Q}{R_{p0,2}}\right)^2 \quad \text{Équation 8}$$

- La seconde condition vérifie que le matériau est fragile et donc que le  $K_Q$  alors calculé est représentatif de sa ténacité. Elle se traduit par le fait que le rapport de la force maximale atteinte pendant l'essai  $P_{max}$  sur la force  $P_Q$  «  $P_{max} / P_Q$  » soit inférieur à 1,1.  $P_Q$  étant la force correspondant à l'intersection de la pente à 95% de la pente élastique avec la courbe force-ouverture (voir Figure 20).

Si la seconde condition n'est pas respectée  $P_{max} / P_Q > 1,1$ , c'est que le matériau n'est pas assez fragile pour que le facteur d'intensité de contrainte soit représentatif de sa ténacité. Il est conseillé, dans ce cas, d'utiliser l'intégrale  $J$  pour caractériser la ténacité du matériau.  $K_Q$  est alors utilisé dans le calcul de la partie élastique de cette intégrale  $J$  dont la détermination est détaillée ci-dessous dans la section I.2.2 de ce chapitre.



**Figure 20** Principaux types de courbes force-ouverture (CMOD) enregistrés dans le cas de matériaux fragile [11]

## I.2.2. Intégrale J

Sur des éprouvettes atteignant un certain niveau de plasticité avec une propagation stable de fissure, le comportement à rupture est caractérisé en terme de variation de l'intégrale  $J$  en fonction de l'amplitude de propagation de fissure  $\Delta a$  [10], [11].

Cette intégrale  $J$  peut être décomposée en deux parties : une élastique et une plastique selon l'équation suivante:

$$J = J_{el} + J_{pl} \quad \text{Équation 9}$$

La partie élastique «  $J_{el}$  » pour une taille de fissure donnée «  $a$  » est calculée suivant :

$$J_{el} = \frac{K_I^2}{E'} \quad \text{Équation 10}$$

Avec  $K_I$  le facteur d'intensité de contrainte déterminé selon l'équation 3. La partie plastique, quant à elle, est une fonction d'un facteur de contribution de la plasticité à la résistance à la rupture du matériau. Ce facteur plastique est noté  $\eta_{pl}$ .  $J_{pl}$  est donnée par la relation suivante [54]

$$J_{pl} = \frac{\eta_{pl}}{Bb} \int_0^{V_{pl}} P dV_{pl} = \frac{\eta_{pl}}{Bb} A_{pl} \quad \text{Équation 11}$$

Avec  $b$  la longueur du ligament non fissuré et  $V_{pl}$  l'ouverture plastique. Christophe Le Guyader [55] a retracé dans ses travaux l'historique de la formulation du facteur plastique ( $\eta_{pl}$ ) présente dans la norme ASTM E1820 [11]. C'est donc en se basant sur ses travaux, ainsi que sur les travaux de Ernst et al. [56], Merkle et Corten [57], Clarke et Landes [58], et enfin Sharobeam et Landes [59], [60] qu'une étude bibliographique est réalisée dans le but de trouver une méthode de détermination de la courbe  $J - \Delta a$  valable pour toute géométrie d'éprouvette. Pour avoir plus de détails sur les démonstrations des formules exposées dans cette partie, il est conseillé de lire le rapport de thèse de Christophe Le Guyader (pages 67-81).

Il existe dans la littérature deux méthodes principales permettant d'établir une courbe  $J - \Delta a$  :

- Une méthode multi-éprouvette, qui consiste à utiliser plusieurs éprouvettes de même longueur de fissure initiale qu'on propage à différentes amplitudes. On obtiendrait alors un point par éprouvette sur notre courbe.

- Une méthode mono-éprouvette, qui consiste à utiliser une seule éprouvette pour établir la courbe  $J - \Delta a$ . Pour ce faire, l'avancée de fissure doit être déterminée au cours de l'essai. Une des méthodes pour mesurer l'avancée de fissure est de le faire par différence de potentiel (ddp). Cependant, à haute température la mesure d'avancée de fissure par ddp n'est pas possible. De ce fait, il est proposé d'employer une autre méthode : la méthode des complaisances. Elle consiste à effectuer des décharges élastiques, au cours du chargement et de la propagation de la fissure, avec un intervalle assez petit pour obtenir des incréments de propagation de fissure ( $\Delta a$ ) les plus petits possibles. Le  $\Delta a$  correspondant à chaque décharge est déduit de la complaisance élastique de cette décharge via grâce à la fonction  $C(a/W)$  définie dans la section I.2.1. Le nombre de points obtenus sur la courbe dépendra alors du nombre de décharges élastiques effectuées.

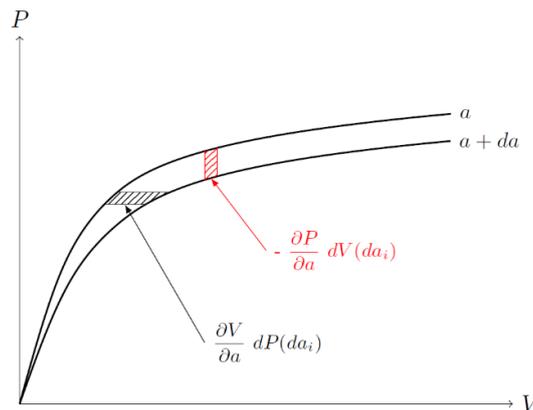
La fabrication des matériaux de l'étude n'étant pas encore industrialisée, celui-ci reste disponible en faibles quantités. Il est donc très précieux. Un des objectifs principaux est donc de proposer un essai de ténacité peu gourmand en matière et en nombre d'éprouvettes. On s'intéressera alors plus particulièrement à la méthode mono-éprouvette et à la formule incrémentale proposée par la norme ASTM E1820 [11]. Christophe Le Guyader [55] a très bien généralisé la démonstration de cette formule déterminée par Ernst et al. [56] pour les éprouvettes C(T).

Rice [61] a défini l'intégrale  $J$  comme étant la variation de l'énergie potentielle par rapport à l'augmentation de la surface (égale à  $Bda$ ) de la fissure selon l'équation suivante :

$$-J(da) B da = \int_0^V P(V, a + da) dV - \int_0^V P(V, a) dV \quad \text{Équation 12}$$

$V$  étant l'ouverture totale. L'aire définie par cette intégrale peut être représentée par les surfaces infinitésimales rouge ou noire représentées sur la figure 21 plus bas. En séparant les deux parties élastique et plastique, ce qui reviendrait à remplacer  $V$  par  $V_{pl}$  sur la figure 21, on peut écrire le terme plastique de l'intégrale  $J$  comme suit :

$$J_{pl} = -\frac{1}{B} \int_0^V \frac{\partial P}{\partial a} dV_{pl} = \frac{1}{B} \int_0^P \frac{\partial V_{pl}}{\partial a} dP \quad \text{Équation 13}$$



**Figure 21** Courbes Force-Déplacement pour deux longueurs de fissures voisines [55]

Ernst et al., postulent que  $\eta_{pl}$  existe si et seulement si la force appliquée  $P$  est séparable en deux fonctions  $H$  et  $I$  fonctions des rapports  $V_{pl}/W$  et  $a/W$  respectivement selon la forme appelée «keycurve» qui suit [56] :

$$P = I(a/W) H(V_{pl}/W) \quad \text{Équation 14}$$

Le remplacement de  $P$  par les fonction  $I$  et  $H$  selon l'équation 14 dans l'équation 13 donne l'égalité suivante :

$$J_{pl} = - \int_0^{V_{pl}} \frac{1}{B} \frac{\partial P}{\partial a} dV_{pl} = - \int_0^{V_{pl}} \frac{1}{B} \frac{\partial I}{\partial a} H dV_{pl} \quad \text{Équation 15}$$

Sachant que :

$$\frac{\partial I}{\partial a} = \frac{1}{W} \frac{\partial I}{\partial (a/W)}$$

L'équation 15 peut alors s'écrire comme suit

$$J_{pl} = - \frac{\partial I}{\partial (a/W)} \frac{1}{BW} \int_0^{V_{pl}} H dV_{pl} = - \frac{\partial I}{\partial (a/W)} \frac{1}{IBW} \int_0^{V_{pl}} P dV_{pl}$$

Comme

$$\int_0^{V_{pl}} P dV_{pl} = A_{pl}$$

On peut alors noter que

$$J_{pl} = - \frac{\partial I}{\partial (a/W)} \frac{1}{IBW} A_{pl} \quad \text{Équation 16}$$

En prenant en compte l'équation 10 dans l'équation 15, on en déduit que le facteur de plasticité  $\eta_{pl}$  s'écrit comme suit :

$$\eta_{pl} = - \frac{b}{W} \frac{1}{I} \frac{\partial I}{\partial (a/W)} \quad \text{Équation 17}$$

En introduisant l'équation 16 dans l'équation 14 on obtient alors que :

$$J_{pl} = \eta_{pl} \frac{I}{Bb} \int_0^{V_{pl}} H dV_{pl} \quad \text{Équation 18}$$

D'après l'équation 17  $J_{pl}$  dépend uniquement des variables  $a$  et  $V_{pl}$ , nous pouvons donc écrire:

$$dJ_{pl} = \frac{\partial J_{pl}}{\partial a} da + \frac{\partial J_{pl}}{\partial V_{pl}} dV_{pl} \quad \text{Équation 19}$$

D'après l'équation 17 on peut écrire :

$$\frac{\partial J_{pl}}{\partial V_{pl}} = \eta_{pl} \frac{I}{Bb} \frac{\partial}{\partial V_{pl}} \left( \int_0^{V_{pl}} H dV_{pl} \right) = \eta_{pl} \frac{I}{Bb} H \quad \text{Équation 20}$$

Et

$$\frac{\partial J_{pl}}{\partial a} = \frac{1}{B} \frac{\partial}{\partial a} \left( \eta_{pl} \frac{I}{b} \right) \int_0^{V_{pl}} H dV_{pl} \quad \text{Équation 21}$$

Le coefficient  $\gamma$ , facteur de correction dans le cas d'une fissure qui se propage, est alors introduit tel que :

$$\frac{\partial}{\partial a} \left( \eta_{pl} \frac{I}{b} \right) = -\gamma \frac{\eta_{pl} I}{b^2} \quad \text{Équation 22}$$

On obtient alors :

$$\gamma = \eta_{pl} - \frac{b}{W} \frac{\partial \eta_{pl} / \partial (a/W)}{\eta_{pl}} - 1 \quad \text{Équation 23}$$

Après validation de l'approximation linéaire du coefficient  $\gamma$  en comparant ses résultats à ceux de Ernst et al. [56], Le Guyader [55] a pu redémontrer la formule incrémentale proposée par la norme ASTM E1820 [11] (voir Équation 24). Cette formule permet de calculer le  $J_{pl}$  dans le cas d'une fissure qui se propage comme suit

$$J_{pl(i)} = \left( J_{pl(i-1)} + \frac{\eta_{pl(i-1)}}{b_{(i-1)}} \frac{A_{pl(i)} - A_{pl(i-1)}}{B} \right) \left( 1 - \frac{Y_{(i-1)}}{b_{(i-1)}} (a_{(i)} - a_{(i-1)}) \right) \quad \text{Équation 24}$$

La validité de la courbe  $J - \Delta a$  construite par cette méthode est limitée en terme de propagation de fissure et d'intégrale  $J$ . La propagation de la fissure  $\Delta a_{max}$  donnée par la norme ASTM E1820 [11] selon l'équation 25 délimite le domaine propagation de fissure

$$\Delta a_{max} = 0,25 b_0 \quad \text{Équation 25}$$

L'intégrale  $J$  correspondante  $J_{max}$  est le plus petit entre

$$J_{max} = \frac{b_0 \sigma_y}{10} \quad \text{ou} \quad J_{max} = \frac{B \sigma_y}{10} \quad \text{Équation 26}$$

L'intégrale  $J$  alors considérée comme ténacité du matériau ( $J_{0,2}$  par exemple, qui correspond à l'intégrale  $J$  à 0,2 mm de propagation de fissure et qui est considérée comme ténacité à l'amorçage) qui est déterminée doit être inférieure à  $J_{max}$  pour être considéré comme  $J_{IC}$ , ténacité intrinsèque au matériau.

En résumé, la connaissance du facteur de plasticité  $\eta_{pl}$  est indispensable à la détermination de  $J_{pl}$ , tout comme la fonction  $f(a/W)$  pour la détermination de  $J_{el}$ . Ces facteurs géométriques sont dépendants de la géométrie de l'éprouvette, donc non applicable tel que donnés par les normes, devra être redéfini pour notre géométrie d'éprouvette. Plusieurs méthodes permettent de déterminer ces facteurs. Ces méthodes sont soit analytiques basées sur le postulat de Ernst et al. [56] ou numérique basée sur le calcul de l'intégrale d'un contours. Les différentes méthodes employées seront détaillées lors de leur application dans le chapitre 0.

### I.3. Essais de ténacité sur tubes

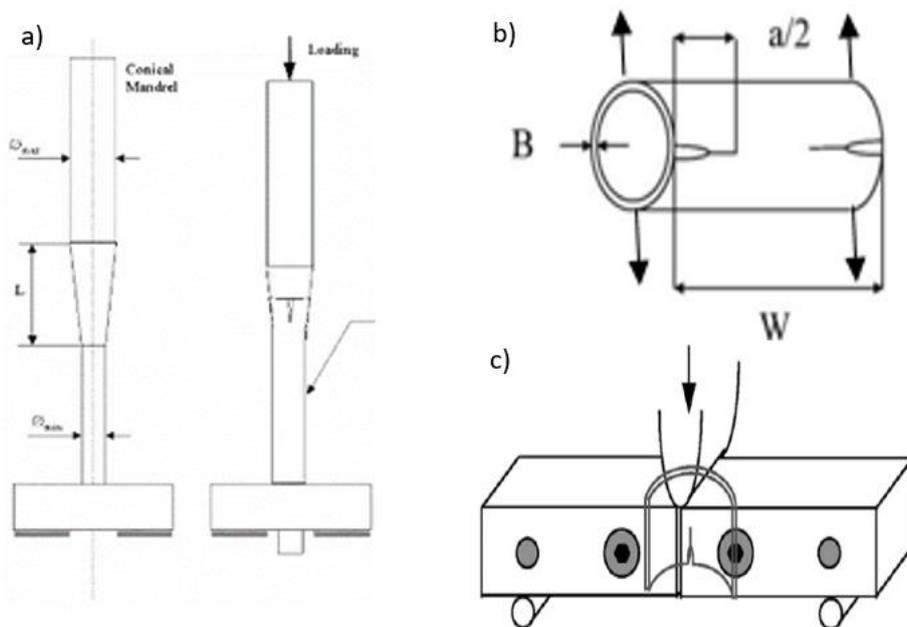
Dans cette section, différents essais de ténacité sur éprouvettes tubulaires ou extraites de tubes proposées dans la littérature pour mesurer la résistance à la propagation de fissures axiales sont analysés. Une liste non-exhaustive des meilleurs essais en terme d'adaptabilité à la géométrie, de facilité de mise en œuvre et d'applicabilité à haute température est présentée avec plus de détails sur la géométrie de l'éprouvette, le matériau, l'application industrielle ainsi que la méthodologie de dépouillement employée.

La rupture des gaines de combustible, souvent due à la propagation de fissures axiales du fait de la pression interne (solicitation maximale suivant la direction circonférentielle  $\theta\theta$  dans le repère cylindrique du tube), présente ces dernières années un intérêt particulier pour l'industrie nucléaire. A cause de leurs dimensions, il n'est pas possible de préparer des éprouvettes standards de mécanique de la rupture. Certains chercheurs ont alors proposés des configurations d'éprouvettes permettant de mesurer la ténacité des gaines de combustible sur leur géométrie finale (tube) [47], [48], [53], [62]–[64]. Une analyse de plusieurs essais a permis d'établir une liste non exhaustive de trois géométries étudiées plus en détail dans cette partie.

De plus les essais de ténacité réalisés par Salmon-Legagneur, sur des éprouvettes CTR prélevées dans le sens transversal à la direction d'extrusion de barres en aciers ODS à 14% Cr, montrent des phénomènes de bifurcation des fissures vers le sens d'extrusion qui correspond à la direction de ténacité minimale. Etant un sens préférentiel de propagation de fissure, il est donc plus intéressant d'étudier la résistance à la propagation de fissures dans le sens axial des gaines de combustible en aciers ODS.

Cette étude bibliographique sur les essais de ténacité réalisés sur tubes a été menée dans une réflexion de simplicité de mise en œuvre et de possibilité de prélèvement sur tube mince (0.5 mm d'épaisseur) pour aboutir à une configuration d'essai, en terme de géométrie d'éprouvette et d'amarrages, permettant de caractériser la ténacité des tubes en aciers ODS.

Lors de notre investigation des différents essais de ténacité réalisés sur des éprouvettes de géométrie tubulaire ou extraites de pièces de cette géométrie, un nombre important de configurations a été trouvé. Sauf que la majorité d'entre elles étaient soit compliquées à mettre en œuvre ou présentaient, au premier abord, des problèmes de maîtrise du contact ou de la propagation de fissure. Parmi ces essais, nous pouvons citer par exemple l'essai ICM pour « *Internal Conical Mandrel* » développé au CEA et qui consiste à insérer un mandrin conique dans un tube pré-entaillé et propager une fissure axiale (voir Figure 22) [50]. Au premier abord, nous pouvons remarquer que cet essai présente une grande dépendance du contact et du frottement tube-mandrin, ajouté au risque de flambage. L'essai DENT pour « *Double Edge Notched Tension* » peut lui aussi être cité en exemple (voir Figure 22), cet essai présente, quant à lui, des problèmes de stabilité de la propagation de fissure du fait du chargement en traction [48]. L'essai VEC « *Vallecitos Embedded Charpy* » a plus été écarté par soucis de simplicité et par manque de documentation. Ce dernier a été développé pour mesurer la ténacité de tubes minces en Zircaloy. Il consiste à insérer l'éprouvette extraite du tube dans un montage ayant les mêmes dimensions qu'une éprouvette de flexion 3 point (voir Figure 22). Les auteurs dépouillent ensuite cet essai comme un essai de flexion 3 points sur éprouvette standard alors que l'éprouvette ne l'est pas [65]. De plus un autre essai nommé PRNB pour « *Pipe Ring Notched Bending* », basé sur le même type de chargement (flexion 3 points) et présentés avec plus de détails plus bas, a été choisi pour être étudié plus en détail.



**Figure 22** Schémas essais de ténacité sur tube a) ICM b) DENT c) VEC

Trois essais différents ont été estimés comme les plus prometteurs en terme de facilité de prélèvement de l'éprouvette, de simplicité d'usinage des amarrages et de minimisation des effets indésirables dus à la géométrie sur les champs de contrainte et de déformation

### **I.3.1. L'essai Pin Loading Tension « PLT »**

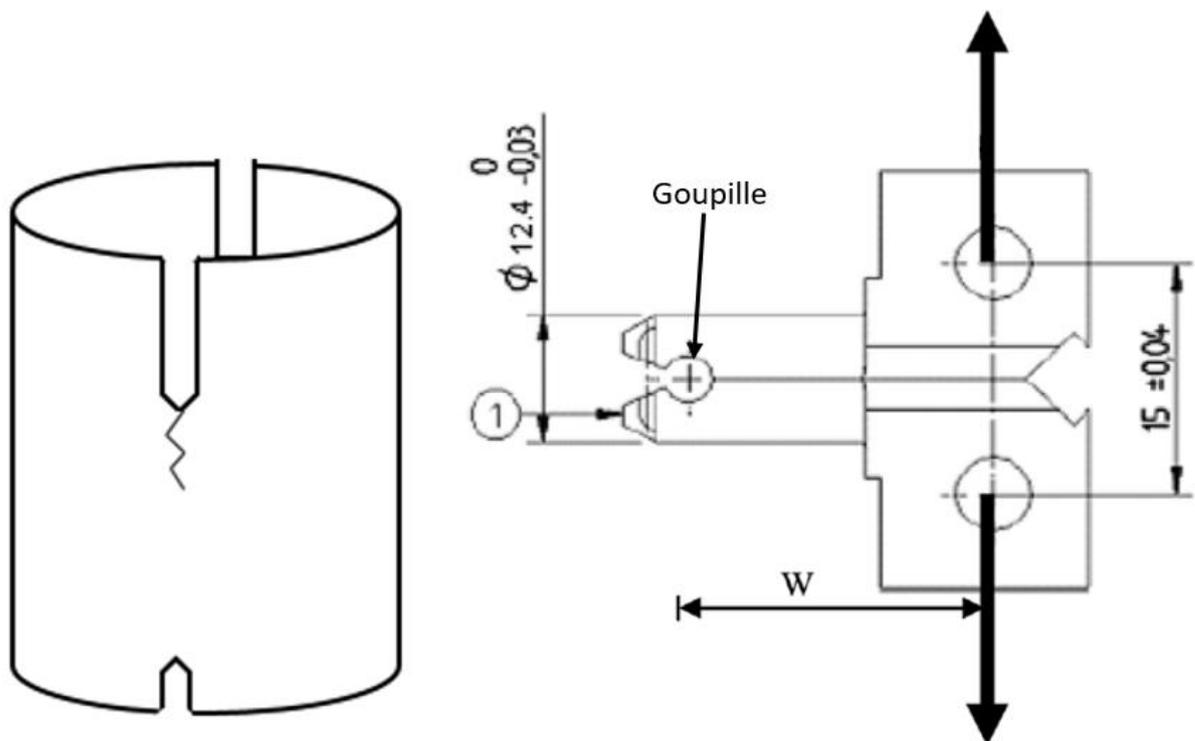
Cet essai a été proposé par Grigoriev et al. [48], [66]–[68] dans le but de caractériser la résistance à la propagation de fissure de tubes minces en Zircaloy, d'environ 0,5 mm d'épaisseur, utilisés comme gaine combustible des réacteurs nucléaires de 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> génération. Cet essai est inspiré de l'essai de ténacité sur CT (Compact tension) et consiste à appliquer sur un tronçon de tube préalablement pré-fissuré une charge dans

la direction perpendiculaire au front de la préfissure (Mode I). Cet essai est à première vue facile à comprendre car inspiré d'un essai standard et assez simple à mettre en œuvre et à instrumenter.

Cependant, Grigoriev et al. [68] ont constaté dans leurs travaux de 1997 une propagation plus avancée près de la paroi interne du tube qu'ils supposent due à la flexion dans la partie libre de contact le long du tube. En ce qui concerne les jeux entre les mandrins et la surface interne de l'éprouvette, ils n'ont constaté aucun effet significatif sur l'intégrale  $J$  dans un intervalle de jeu de 0,02 à 0,07 mm. En ce qui concerne le frottement, Grigoriev et al. [68] ainsi que Samal et Sanyal [53], [69] en ont brièvement évoqué les effets. Les premiers disent que la variation du frottement fait varier de quelques pourcents seulement la valeur de l'intégrale  $J$  alors que les seconds l'ont cité comme raison de non utilisation de la méthode des décharges partielles.

L'usinage de l'éprouvette consiste à découper radialement un tronçon de longueur 10 à 20 mm dans le tube. Sur ce tronçon on usine par découpe au fil deux entailles axiales, diamétralement opposées, et symétriques afin d'amorcer une fissure comme le montre le schéma l'éprouvette sur la figure 23.

Des têtes d'amarrage spécifique, dont le schéma est sur la figure 23, sont aussi utilisées pour réaliser cet essai. Ces têtes d'amarrage sont sous forme de deux mandrins demi-cylindriques pleins qu'on insère dans l'éprouvette. Elles sont conçues de façon à ce que les points de chargement soient à l'extrémité fissurée de l'éprouvette pour se placer dans les mêmes conditions qu'un essai de ténacité sur éprouvette CT. Une goupille est insérée à l'autre extrémité des deux mandrins pour servir d'axe de rotation à ceux-ci (voir Figure 23). Les dimensions des deux mandrins sont ajustées aux dimensions des éprouvettes, c'est-à-dire que leur diamètre est choisi de façon à pouvoir les insérer dans l'éprouvette sans qu'il y ait beaucoup de jeu et leur longueur de façon à ce que l'axe de rotation soit à l'extrémité non fissurée de l'éprouvette.



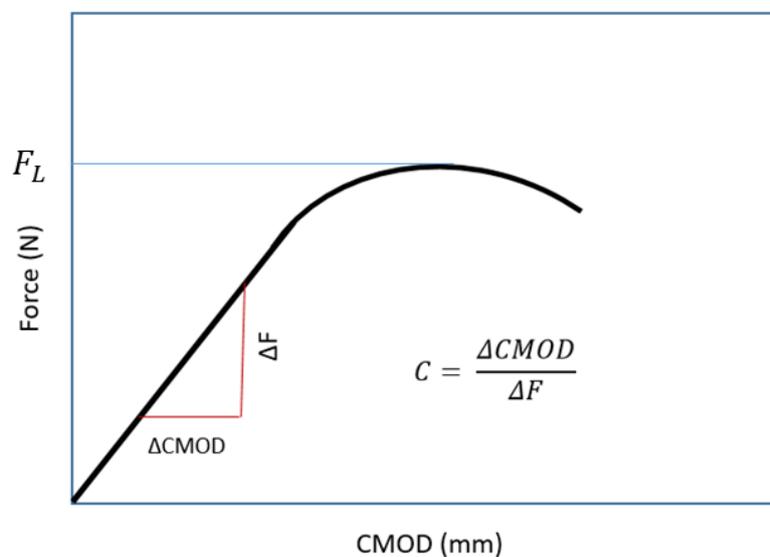
**Figure 23** Schéma de l'éprouvette à gauche et têtes d'amarrages à droite de l'essai PLT

Samal et Sanyal [53], [69] ainsi que Nitu et al. [47] plus récemment ont utilisé cet essai PLT pour caractériser la ténacité de tubes minces en Zircaloy et en acier ODS respectivement. Ces auteurs ont tous utilisé la méthode

de dépouillement proposée par Grigoriev et al. [68] pour obtenir la fonction du facteur géométrique permettant de déterminer la ténacité en terme de  $K_{IC}$  ou pour déterminer  $K_I$  servant à calculer la partie élastique de l'intégrale  $J$  «  $J_{el}$  ». Cette méthode permet de déterminer la fonction géométrique  $f(a/W)$  à partir de la fonction de complaisance  $C(a/W)$ . En écrivant  $g'(a/W)$  en fonction de  $C(a/W)$  dans l'équation 7,  $f(a/W)$  peut s'écrire en conditions de contraintes planes ( $E' = E$ ) comme suit

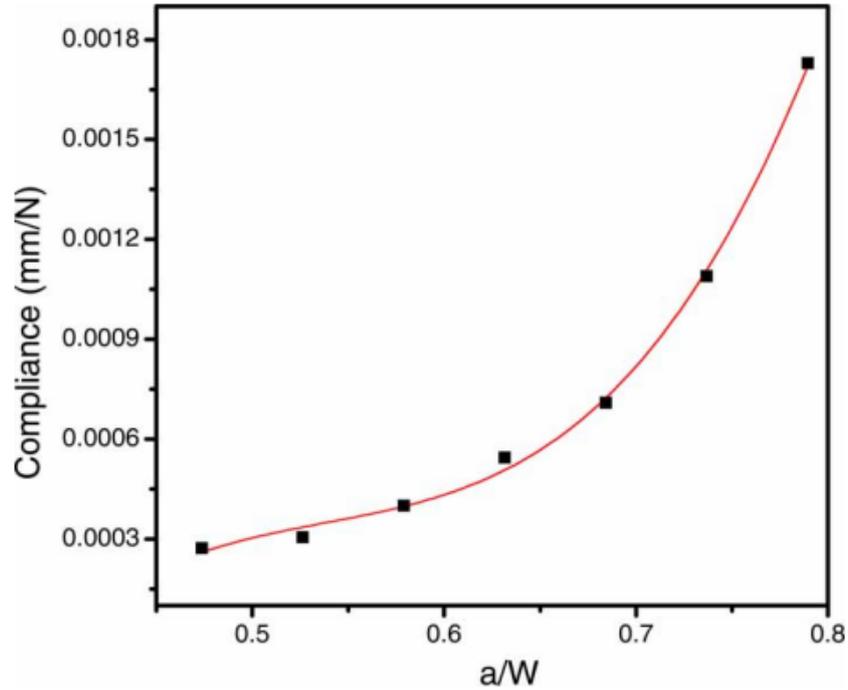
$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \sqrt{tE \frac{dC}{a\left(\frac{a}{W}\right)}} \quad \text{Équation 27}$$

$f(a/W)$  est la fonction géométrique à déterminer pour cette géométrie d'éprouvette et  $t$  l'épaisseur de paroi du tube ( $B = 2t$ ). Pour différentes longueurs de fissures normalisées par la longueur totale de l'éprouvette ( $a/W$ ), la complaisance élastique est déterminée à partir de la courbe force-CMOD comme indiqué sur la figure 24 (CMOD pour Crack Mouth Opening Displacement est l'ouverture mesurée au niveau des points d'application de la force).



**Figure 24** Courbe force – CMOD

Les valeurs de complaisances établies à partir d'essais préliminaires sur des éprouvettes à différents  $a_0/W$  obtenues sont insérées dans un graphique  $C$  en fonction de  $a/W$ . Sur trois points minimum, donc minimum trois éprouvettes de différents  $a_0/W$ , un fit est effectué comme représenté sur la figure 25. Les points obtenus sont fittés par une fonction puissance dans un premier temps, puis un fit polynomial est effectué. L'équation polynomiale  $C(a/W)$  alors obtenue est ensuite dérivée et insérée dans l'équation 27 pour déterminer la fonction géométrique  $f(a/W)$ . On peut alors, à partir de l'Équation 4, calculer le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ .



**Figure 25** Fit polynomial de la complaisance en fonction de  $a/W$  [53]

Les normes ASTM E1820 [11] et ISO 12135 [10] exigent, dans le cas d'une rupture fragile, que la force  $P$  soit déterminée à partir d'une droite passant par l'origine (0,0) et de pente égale à 95% de la pente élastique de la courbe force-CMOD (voir Figure 20). Les auteurs ont respecté cette recommandation des normes [47], [48], [53].

Pour calculer l'intégrale  $J$  dans le cas de matériaux ductiles, Grigoriev et al. [66] ont utilisé la fonction  $\eta_{pl}$  proposée par la norme ASTM E1820 [11] pour le calcul de  $J_{pl}$  pour une éprouvette CT. Par contre, Samal et Sanyal [69] ont proposé une méthodologie expérimentale combinée à la simulation par éléments finis pour déterminer  $J_{pl}$  sur éprouvettes PLT en utilisant des facteurs  $\eta_{pl}$  et  $\gamma_{pl}$  adaptés. La détermination de ces facteurs est effectuée par simulation par éléments finis sur des éprouvettes de différents  $a_0/W$  avec des fissures statiques (loi de comportement élastoplastique seulement) [69]. A partir de la force limite  $F_L$  atteinte lors du chargement (voir Figure 24) d'éprouvettes de différentes longueurs de fissures initiales  $a_0$ , ils donnent le facteur  $\eta_{pl}$  comme étant une fonction de  $a/W$  et de  $F_L$  comme suit

$$\eta_{pl} = - \left( 1 - \frac{a}{W} \right) \frac{1}{F_L} \frac{\partial F_L}{\partial (a/W)} \quad \text{Équation 28}$$

La fonction  $F_L(a/W)$  est déterminée en simulant par éléments finis l'essai PLT pour plusieurs longueurs de fissures. La courbe  $F_L$  en fonction de  $a/W$  est alors tracée. Cette courbe  $F_L(a/W)$  suit une évolution linéaire dont la formule ainsi que celle de sa dérivée sont déterminées et introduites à l'équation 28 pour déterminer le facteur de plasticité  $\eta_{pl}$  [70]. La fonction du facteur de correction  $\gamma_{pl}$  est, quant à elle, déterminée en fonction de  $a/W$  et  $\eta_{pl}$  selon l'équation 23.

Sanyal et al. [69] ont alors proposé une méthode mono-éprouvette en appliquant la méthode de normalisation proposée par l'ASTM E1820 [11]. Dans cette dernière, il est indiqué que cette méthode est applicable uniquement aux géométries standards. Les auteurs ont appliqué cette méthode au vu des similitudes de l'essai PLT et l'essai de ténacité sur CT et parce qu'il ne leur était pas possible d'appliquer la méthode des décharges.

Cette méthode de normalisation sera aussi utilisée durant cette thèse. Pour une meilleure compréhension, elle sera détaillée lors de son application dans la section V.4.1.

### I.3.2. L’essai Pipe Ring Notched Bending “PRNB”

Cet essai a été proposé par Likeb et al. en 2014 [64], [71], [72]. Il a été mis en place dans le but de mesurer la résistance à la propagation de fissures axiales de pipelines de transport d’hydrocarbures lorsque l’épaisseur de ceux-ci ne permet pas d’en extraire des éprouvettes standards. C’est un essai de flexion trois points sur éprouvette anneau entaillée qui s’inspire de celui sur éprouvette *SENB* décrit dans les norme ASTM E1820 et ISO 12135. L’éprouvette proposée est un tronçon du pipeline en acier découpé afin d’obtenir un anneau, d’épaisseur  $B = 10$  mm, de diamètre  $D = 170$  mm et de hauteur  $W = 20$  mm dans leur étude expérimentale. Deux entailles axiales symétriques et diamétralement opposées sont usinées dans le but d’initier une fissure axiale (voir Figure 26) [71], [73]. On notera que dans le cadre de cette étude les dimensions des tubes sont très largement supérieures à celles des tubes pour gaine combustible. Le matériau étudié par les auteurs est un acier haute résistance grade HT50 utilisé dans les pipelines de transport d’hydrocarbures entre autres pour sa bonne soudabilité.

Pour le calcul du facteur d’intensité de contrainte, les auteurs ont décomposé la contrainte  $\sigma$  appliquée au tube lors du chargement en deux composantes, la contrainte de flexion qui s’exprime comme [74]

$$\sigma_b = \frac{3.F.S}{2.B.W^2} \tag{Équation 29}$$

Et la contrainte de cisaillement comme [74]

$$\tau_{shear} = \frac{F}{2.B.W} \tag{Équation 30}$$

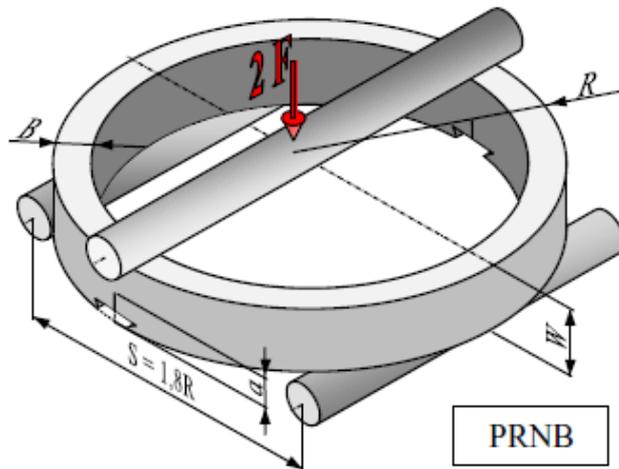


Figure 26 schéma du montage d’essai PRNB [72]

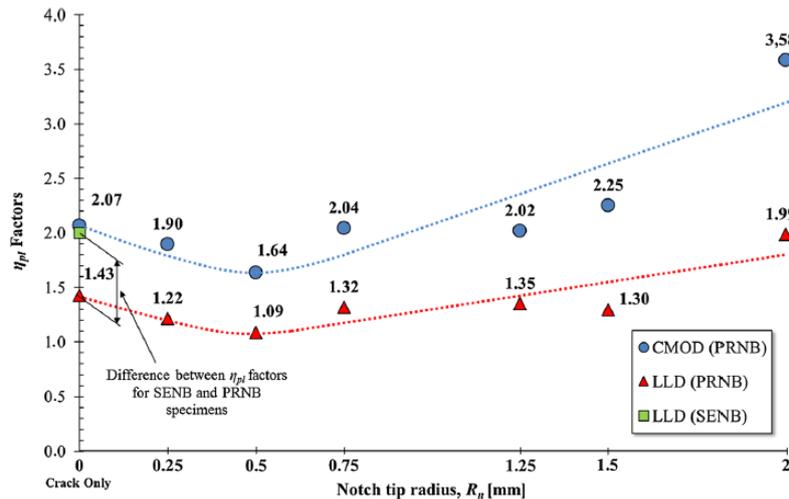
Dans le calcul du facteur d’intensité de contrainte, ils considèrent qu’entre une éprouvette PRNB et une éprouvette *SENB* de même épaisseur  $B$ , hauteur  $W$ , entraxe  $S$  et chargement  $F$  la contrainte de flexion  $\sigma_b$  est la même. De ce fait, en écrivant  $K_I$  en fonction de  $\sigma_b$  ils déterminent numériquement la fonction géométrique de l’éprouvette PRNB  $f_{PRNB}(a/W)$  en normalisant le facteur d’intensité de contrainte déterminé dessus  $K_{I,PRNB}$  par celui de la *SENB* de même longueur de fissure  $K_{I,SENB}$  comme suit

$$\frac{K_{I,PRNB}}{K_{I,SENB}} = \frac{f_{PRNB}\left(\frac{a}{W}, \frac{R_{ext}}{W}, \frac{W}{B}\right)}{f^*\left(\frac{a}{W}\right)}$$

Équation 31

Avec  $f^*(a/W)$  la fonction géométrique de l'éprouvette SENB modifiée de manière à écrire  $K_{I,SENB}$  en fonction de  $\sigma_b$  comme étant  $\sigma_b \sqrt{\pi \cdot a} \cdot f^*(a/W)$

Dans leurs travaux publiés en 2014, Likeb et al. [64] ont estimé, par calculs éléments finis, le facteur de plasticité  $\eta_{pl}$  pour les éprouvettes PRNB. Pour cela, les auteurs ont appliqué la méthode de séparabilité des charges proposée par Sharobeam et Landes ( $S_{ij}$ ) [60]. Cette méthode est détaillée dans la section 4.4.1 de l'article sur l'essai PLT publié durant cette thèse et présenté dans la section IV.2 de ce manuscrit. Pour le maillage de l'éprouvette et des rouleaux d'appui et de chargement, des éléments hexaèdres linéaires ont été utilisés en prenant soin de raffiner le maillage dans les zones d'intérêt. Ce choix est justifié par le fait que ce type d'éléments est satisfaisant et peu coûteux en terme de temps de calcul et de volume de données par rapport à l'hexaèdre quadratique. Pour l'interaction goupilles-éprouvette, les auteurs ont introduit dans leurs calculs un contact surfacique avec un coefficient de frottement de 0,1. La surface de contact de l'éprouvette anneau est marquée comme esclave et celles des goupilles (rouleaux support et de chargement) comme maître. Pour vérifier la fiabilité de leur modèle éléments finis, ils ont utilisé les mêmes conditions de maillage (type d'éléments, contact...) pour l'essai SENB et ont trouvé un facteur de plasticité égal à celui donné par la norme ASTM E1820, à savoir 1,9. Ils trouvent alors un facteur plastique déterminé à partir du CMOD  $\eta_{pl}^{CMOD} = 2,07$  pour une fissure nette (rayon nul en pointe de fissure) [64]. Les auteurs ont étudié la variation de  $\eta_{pl}^{CMOD}$  (CMOD pour Crack Mouth Opening Displacement ou déplacement d'ouverture) et  $\eta_{pl}^{LLD}$  (LLD pour Load Line Displacement ou déplacement de la ligne de chargement) en fonction du rayon d'entaille. Ils constatent que pour les deux méthodes le facteur plastique diminue jusqu'à un minimum pour un rayon d'entaille de 0.5 mm puis augmente avec l'augmentation du rayon d'entaille (voir Figure 27).



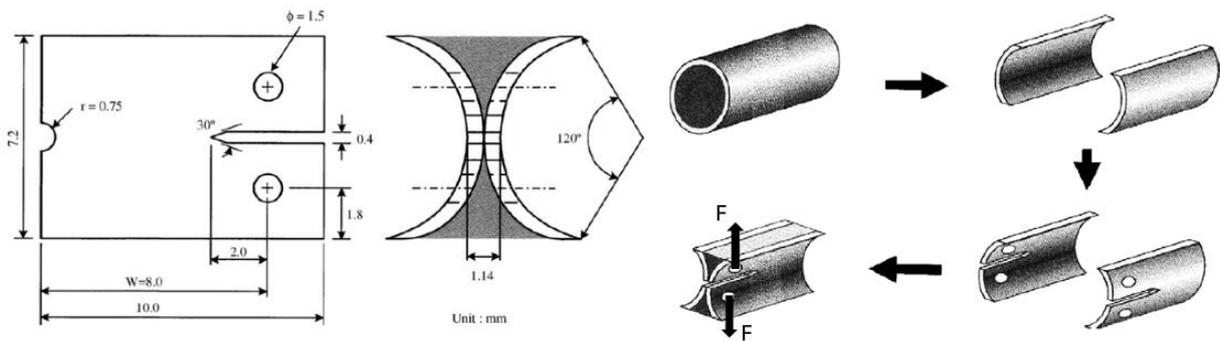
**Figure 27** Variation du facteur de plasticité  $\eta_{pl}$  en fonction du rayon d'entaille pour l'éprouvette PRNB [64]

Les auteurs ont alors utilisé le facteur de plasticité déterminé par calculs éléments finis pour établir les courbes de résistances CTOD-R ou  $\delta$ -R (CTOD pour Crack Tip Opening Displacement) afin d'effectuer une comparaison expérimentale de la ténacité mesurée sur éprouvette PRNB et sur des éprouvettes standards SENB et CT fabriquées à partir du même acier. Ils en ont conclu que l'amorçage de fissure dans les éprouvettes SENB et PRNB sont du même ordre de grandeur et que l'essai PRNB est une bonne substitution aux essais classiques,

lorsque des éprouvettes standards ne peuvent être extraites, pour étudier la ténacité de tubes [71]. Les auteurs n'ont, à aucun moment, évoqué un effet du frottement sur les résultats.

### I.3.3. L'essai X-Specimen

Cet essai a été proposé par H. H. Hsu en 2002 [75] et est inspiré de l'essai de ténacité sur éprouvette CT courbée. Nommée *X-Specimen Test* ou essai sur éprouvette en X, le but de cet essai est de mesurer la résistance à la propagation de fissures axiales dans des tubes minces lorsque leurs géométries ne permettent pas d'en extraire des éprouvettes standards en obéissant aux exigences de la norme ASTM. Les auteurs ont utilisé cet essai pour mesurer la ténacité de gaines de combustible en Zircaloy Zr-4. La fabrication de l'éprouvette X-Specimen est schématisée sur la figure 28. Afin de rigidifier la courbure et limiter la flexion dans l'épaisseur dû à la géométrie de l'éprouvette, ils ont introduit de la colle époxy dans la partie libre de contact entre les deux pièces de l'éprouvette. Celle-ci est illustrée en gris sur la vue de face dans la figure 28. Cette colle leur a permis de diminuer cet effet de flexion mais pas de s'en affranchir complètement [63], [75]. En revanche, l'utilisation de la colle dans la fabrication des éprouvettes prohibe la réalisation d'essais à haute température avec cette géométrie. Le cas échéant, une adaptation de la fabrication et le remplacement de la colle serait nécessaire.



**Figure 28** Etapes de fabrication (à droite) et dimensions de l'éprouvette X-specimen, vue de profil (à gauche) et vue de face (au centre) [63]

Pour la détermination du facteur d'intensité de contrainte, Hsu et al. ont suivi la méthode de l'ASTM pour la ténacité de matériaux métalliques en condition de déformation plane. Ils ont alors utilisé une fonction géométrique déterminée par une méthode qu'ils nomment « backtracking method » qui diffère de celle donnée par la norme. Cette méthode consiste à combiner les données de préfissuration par fatigue standard et sur X-Specimen pour déterminer le facteur géométrique  $f(a/W)$  (voir Figure 29).

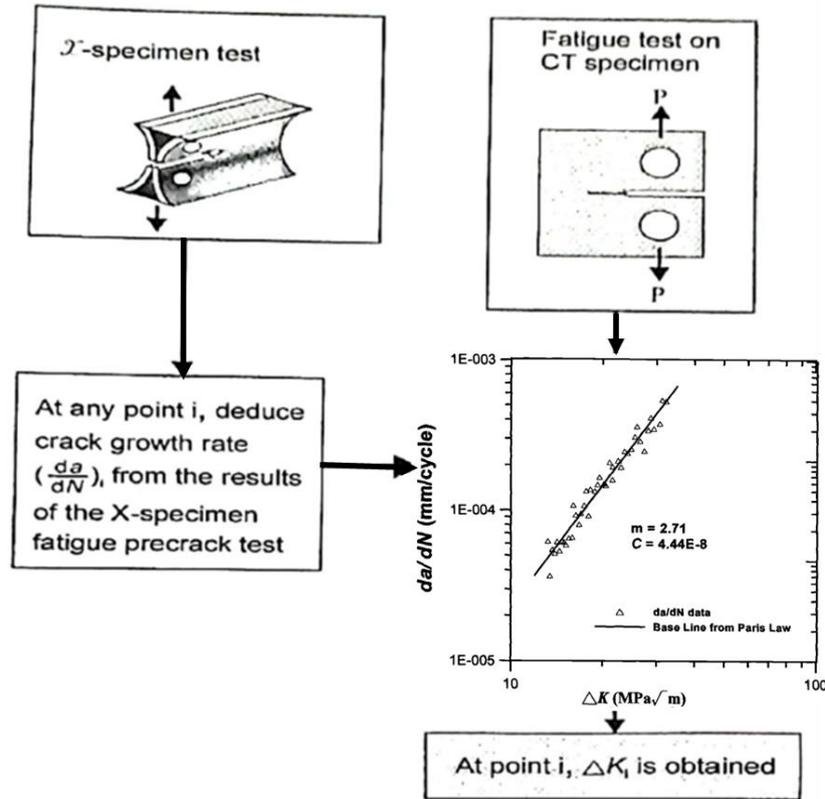
Lors de la préfissuration par fatigue standard sur CT, le taux de propagation de fissure  $da/dN$  est tracé en fonction de  $\Delta K$ . Les points obtenus se situent dans une bande de dispersion dont la ligne médiane obéit à la loi de Paris ci-dessous :

$$da/dN = C(\Delta K)^m$$

Avec  $da/dN$  en (mm/cycle),  $\Delta K$  en  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ,  $C$  et  $m$  sont des constantes.

A partir des données pré-fissuration par fatigue de l'éprouvette X-Specimen,  $da/dN$  est mesurée, puis un  $\Delta K$  en est déduit à chaque point. La longueur de fissure  $a$  étant connue et sachant que la variation du facteur d'intensité de contrainte à différentes longueurs de fissure est reflétée sur le facteur géométrique (voir Équation 4), en remplaçant la force  $P$  par l'amplitude de force cyclique  $\Delta P$  et la facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  par

$\Delta K_I$  le facteur géométrique est alors calculé et un fit polynomial permet d'obtenir la fonction géométrique  $f(a/W)$  [63], [75].



**Figure 29** Schéma de la méthode backtracking [75]

Pour l'intégrale  $J$ , celle-ci a été évaluée pour le X-Specimen, sans être décomposée en deux termes élastique et plastique, par l'équation suivante proposée par Clarke et Landes [58] pour les éprouvette CT :

$$J = \frac{\beta A_T}{B b_0} \quad \text{Équation 32}$$

Avec :  $A_T = L$ 'aire totale sous la courbe Force-CMOD

$B = L$ 'épaisseur de l'éprouvette

$b_0 = L$ a longueur initiale du ligament non rompu

Le coefficient  $\beta$  est quant à lui donné par l'équation

$$\beta = 2(1 + \alpha) / (1 + \alpha_2) \quad \text{Équation 33}$$

avec  $\alpha$ , un coefficient dépendant du rapport ligament fissuré sur ligament non rompu  $a/b$ , décrit par l'équation suivante [58], [63], [75]

$$\alpha = 2[(a/b)^2 + (a/b) + 1/2]^{1/2} \quad \text{Équation 34}$$

Ils ne construisent pas de courbe de résistance ( $J - \Delta a$ ) mais déterminent un  $J_{max}$  comme étant l'intégrale  $J$  calculée selon l'équation 32 au point correspondant à la force maximale atteinte au cours de l'essai.

### **I.3.4. Discussion sur les différents essais de ténacité sur tubes**

Pour résumer, parmi une multitude d'essais proposés dans la littérature, trois configurations d'éprouvettes présentent un ou plusieurs des avantages recherchés durant cette investigation. Ces avantages sont l'application à des éprouvettes de dimensions proches de celles des gaines de combustible ODS, la simplicité de mise en œuvre ainsi que la possibilité d'application à haute température. Une première analyse des principaux avantages et inconvénients que pourraient présenter ces essais est faite ici à partir des informations récoltées dans la littérature ouverte.

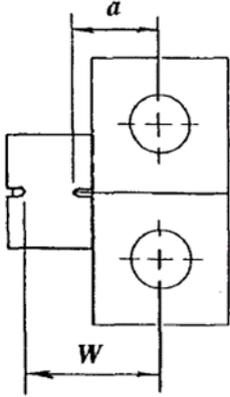
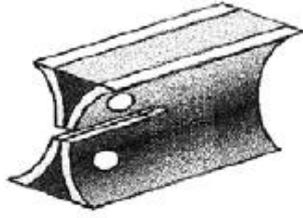
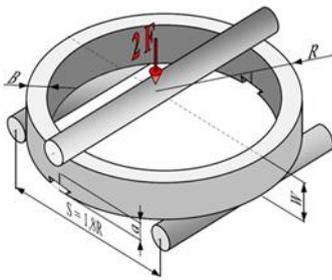
Pour commencer, l'essai PLT présente, au premier abord, tous les avantages cités dans le paragraphe précédent. En effet cet essai a été développé pour caractériser la ténacité de gaines de combustible en Zircaloy. Des amarrages spécifiques sont utilisés pour charger l'éprouvette. Ces amarrages ainsi que l'éprouvette sont simples à usiner. L'application à haute température devrait être assez simple moyennant une instrumentation sans contact. De plus, la littérature à propos de cet essai est relativement plus fournie comparativement aux deux autres. Quelques points de vigilance sont à noter. D'abord, l'effet du frottement qui est peu abordé par les auteurs. Comme on peut le constater, cet essai présente une surface de contact importante entre les mandrins et la surface interne de l'éprouvette. Si la variation du coefficient de frottement a un effet non-négligeable sur la réponse au chargement, celui-ci doit être déterminé précisément pour les différentes températures d'essais visées. Aussi, une attention particulière doit être portée aux coefficients de dilatation thermique des deux matériaux constituant les mandrins et l'éprouvette lors des essais à haute température.

L'essai PRNB quant à lui présente les avantages d'être inspiré d'un essai normé (SE(B)), une faible surface de contact entre les amarrages et l'éprouvette et une application de l'essai à haute température facile moyennant instrumentation adaptée sans problèmes de dilatation thermique au premier abord. Par contre, étant appliqué à des pipelines environ dix (10) fois plus grands que les gaines de combustible, d'éventuels inconvénients ou complications lors de la réduction des dimensions du montage pour l'adapter aux géométries gaine sont à prendre en compte. Une faible zone de propagation est à prévoir et peut aussi présenter un inconvénient car cela implique une meilleure précision dans l'estimation des faibles incréments de propagation de fissure qui seront appliqués au cours de l'essai.

Enfin l'essai X-specimen présente les avantages d'être déjà développé pour des applications aux gaines de combustible en Zircaloy, d'être simple à mettre en œuvre au premier abord et d'avoir faible surface de contact entre amarrages et éprouvette. Le seul inconvénient identifié à ce stade pour cet essai est la présence de résine rendant compliquée l'application à haute température. Une solution alternative est à prévoir pour remplacer cette résine par un matériau plus résistant à haute température. La méthodologie de dépouillement de l'essai devrait être mieux adaptée aussi.

Les principaux avantages et inconvénients de ces trois essais sont résumés dans le tableau 2. Les trois essais ont fait l'objet d'analyses plus approfondie par éléments finis afin de vérifier les conclusions citées dans cette section et identifier d'éventuels autres inconvénients non identifiés lors de cette étude bibliographique. Les résultats de cette étude sont présentés en annexe 4.

**Tableau 2** Avantages et inconvénient des essais de ténacité sur tubes PLT, X-Specimen et PRNB

Nom de l'essai ou de l'éprouvette	Avantages	Inconvénients	Illustration
Pin Loading Tension Test (PLT) [47], [48], [53]	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Similaire à l'essai de ténacité sur éprouvettes CT.</li> <li>• Facilité de mise en œuvre utilisé dans la communauté ODS.</li> <li>• Instrumentation facile et montage disponible</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Effet du contact et du frottement à évaluer.</li> <li>• Gradient de chargement dans l'épaisseur et flexion à évaluer</li> <li>• Mise en contact progressive et effet du jeu entre le mandrin et le tube à évaluer</li> </ul>	
X-Specimen test [63], [75]	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Similaire à l'essai de ténacité sur CT</li> <li>• Absence de frottement (hormis dans la zone qui se déforme plastiquement)</li> <li>• Conservation du rayon du tube que devrait limiter de la flexion dans l'épaisseur du tube</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Impossibilité d'utilisation à haute température (650 °C)</li> <li>• Flexion dans l'épaisseur présente malgré l'ajout de colle en résine</li> </ul>	
pipe-ring notched bend specimens (PRNB) [64]	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Similaire à l'essai de ténacité en flexion 3points sur éprouvette SENB.</li> <li>• Peu gourmand en matière</li> <li>• Champs de contrainte et taux de triaxialité pertinents</li> <li>• Peu de frottement</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Difficulté d'instrumentation (extensomètre, alignement) pour des petites dimensions</li> <li>• Propagation de fissure limitée et risque de flambage en augmentant la hauteur de l'anneau</li> </ul>	

## **Résumé de l'état de l'art**

Pour conclure cette étude bibliographique, un bref résumé des principales informations à retenir et un exposé de la problématique et des principaux objectifs de cette thèse sont présentés ici. Les aciers ODS sont de bons candidats pour le gainage combustible des RnR-Na pour leur haute résistance à la traction et au fluage à haute température conférées par la nano-précipitation homogène et la stabilité aux températures de service des précipités d'oxydes d'Yttrium qu'ils contiennent. Une excellente résistance au gonflement sous irradiation neutronique grâce à leur structure CC est aussi une de leurs principales qualités.

Les gaines de combustible en aciers ODS étudiés durant cette thèse sont fabriquées par métallurgie des poudres. Un mélange de poudres élémentaires constituant l'acier et une poudre d'yttrine sont mélangées par mécano-synthèse et consolidées à chaud par filage. Les ébauches de tubes alors obtenues sont ensuite laminées à froid en plusieurs passes avec des traitements thermiques inter-passes pour obtenir le produit fini.

Ces aciers sont classés en deux familles principales, les aciers ODS martensitiques, dont la teneur en Cr est inférieure à 12 % en masse, et les aciers ODS ferritiques, dont la teneur en Cr est supérieure à 12 % massique. Les aciers martensitiques présentent une microstructure quasi-isotrope en terme de morphologie de grains et de texture alors que les aciers ferritiques présentent une microstructure fibreuse avec des grains allongés et orientés dans le sens de laminage. Ceci résulte du fait qu'au-delà d'une teneur en Cr de 12% en masse, il n'existe pas de phase solide à haute température permettant la recristallisation des grains après l'extrusion à chaud et le laminage.

Le renfort par nano-précipitation homogène d'oxydes d'yttrium augmente la résistance mécanique de ces aciers comparés à leurs équivalents dépourvus de ces nano-précipités. Une augmentation de la résistance mécanique s'accompagne souvent d'une réduction de la ductilité des matériaux et c'est le cas aussi des aciers ODS. Cette réduction de la ductilité amène à vérifier la ténacité de ces matériaux lors du dimensionnement des gaines de combustible des RnR-Na. Pour cela, les normes d'essais de la mécanique de la rupture (ASTM1820 ou ISO12315) prévoient des éprouvettes de dimensions assez grandes afin de se positionner dans des conditions de confinement plastique et obtenir une mesure intrinsèque au matériau. Cette ténacité doit être mesurée sur le produit fini (un tube de 10,73 mm de diamètre externe et de 0,5 mm d'épaisseur de paroi) car celui-ci subit des modifications microstructurales, irréversibles, lors de sa fabrication comme montré sur la figure 9 et la figure 11 dans la section I.1.2. De plus, sur des produits minces, la ténacité du matériau n'est pas intrinsèque mais dépend de l'épaisseur l'éprouvette lorsque celle-ci est inférieure à une épaisseur critique.

A cause de la faible épaisseur des gaines de combustible et de leur géométrie, il est impossible d'en extraire des éprouvettes standards de la mécanique de la rupture. Des éprouvettes spécifiques doivent donc être extraites de ces tubes pour permettre la mesure expérimentale de leur ténacité. Des fonctions géométriques nécessaires au dépouillement analytique de ces essais de ténacité sont aussi données par ces normes. Ces fonctions sont dépendantes de la géométrie d'éprouvette et ne sont valables que dans le cas des éprouvettes standards. Les principaux objectifs de cette thèse sont donc de

- proposer un protocole expérimental (géométrie d'éprouvette, montage...) permettant de caractériser la ténacité des gaines de combustible,
- proposer une méthodologie de dépouillement permettant de calculer la ténacité sur cette configuration d'éprouvette en identifiant les fonctions géométriques qui lui sont adaptées,
- appliquer cette méthodologie expérimentale à des gaines de combustible en aciers ODS de deux nuances différentes (ferritique et martensitique).

### **Resume of the literature review**

To conclude this literature review, a brief summary of the main information to retain and an explanation of the problem and the main objectives of this thesis are presented here. ODS steels are good candidates for the fuel cladding of Sodium-Cooled Fast Neutron Reactors (SFR) due to their high tensile and creep strength at high temperatures, provided by homogeneous nano-precipitation and the stability at service temperatures of the titanium yttrium oxide precipitates they contain. Excellent resistance to swelling under neutron irradiation due to their BCC structure is also one of their main qualities.

The ODS steels fuel claddings studied during this thesis are manufactured through powder metallurgy. A mixture of elemental powders constituting the steel and  $Y_2O_3$  powder is mechanically alloyed and consolidated by hot-extrusion. The resulting tube blanks are then cold-rolled in multiple passes to obtain the final product geometry.

These steels are classified into two main families, martensitic ODS steels with a chromium content less than 12 wt%, and ferritic ODS steels with a chromium content exceeding 12 wt%. Martensitic steels exhibit an almost isotropic microstructure in terms of grain morphology and texture, while ferritic steels have a fibrous microstructure with elongated grains oriented in the rolling direction. This is because beyond a chromium content of 12 wt%, there is no solid-phase at high temperatures allowing grain recrystallization after hot extrusion and rolling.

The homogeneous nano-precipitation reinforcement of yttrium oxides increases the mechanical strength of these steels compared to their equivalent steels without these nano-precipitates. However, an increase in mechanical strength is often accompanied by a reduction in material ductility, and this is the case for ODS steels. This reduction in ductility requires the testing of the fracture toughness of these materials when designing fuel cladding for SFR. For this purpose, fracture mechanics test standards (ASTM1820 or ISO12315) require specimens of sufficiently large dimensions to be placed under plastic confinement conditions and obtain an intrinsic material measurement. This toughness must be measured on the finished product (a tube with an outer diameter of 10.73 mm and a wall thickness of 0.5 mm) as it undergoes irreversible microstructural modifications during its manufacturing process, as shown in figure 9 and figure 11 in section I.1.2. Moreover, on thin products, the material's toughness is not intrinsic but depends on the specimen's thickness when it is less than a critical thickness.

Due to the thinness of the fuel cladding and its geometry, it is impossible to machine standard fracture mechanics specimens from these tubes to allow the experimental measurement of their fracture toughness. Specific specimen geometries are therefore required to enable the experimental measurement of fracture toughness. Geometric functions ( $C(a/W)$ ,  $f(a/W)$  and  $\eta_{pl}$ ) necessary for the analytical evaluation of these fracture toughness tests are also provided by these standards. These functions depend on the specimen's geometry and are only valid for standard specimens. The main objectives of this thesis are, therefore, to:

- Propose an experimental protocol (specimen geometry, setup...) to characterize the toughness of fuel cladding.
- Propose an analysis methodology to calculate fracture toughness on this specimen configuration by identifying the geometric functions that are suitable for it.
- Apply this experimental methodology to fuel cladding made of ODS steels of two different grades (ferritic and martensitic).

# Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

---

## II. Matériaux et techniques expérimentales

Dans ce chapitre, les matériaux ainsi que les moyens expérimentaux employés pour atteindre les objectifs de cette thèse sont présentés. Dans la première section, l'inventaire des différentes nuances de gaines caractérisées et leurs compositions chimiques nominales est réalisé. Les détails sur le procédé fabrication de ces tubes (gaines de combustible) sont présentés aussi.

Les moyens expérimentaux utilisés pour la caractérisation mécanique en traction et en ténacité de ces gaines sont présentés dans la seconde et la troisième section. Ces moyens sont les montages, les éprouvettes, les amarrages, les machines de traction ainsi que les moyens de chauffe et d'optimisation des essais à haute température.

Dans la dernière section, les moyens en microscopie optique, la microscopie électronique à balayage et les techniques d'analyses qui y sont associées utilisées sont présentées. Leurs principes de fonctionnements sont résumés dans cette section.

### II.1. Matériaux de l'étude

Les différents tubes étudiés durant cette thèse sont présentés dans le tableau 3. Le T77 est un tube en acier ferritique considéré comme faiblement renforcé car dépourvu d'Yttrine mais dont la microstructure montre la présence précipités d'oxydes, riches en titane, de taille submicronique durcissants. Ce tube a servi à réaliser les premiers essais préliminaires et à optimiser la procédure expérimentale avant de passer aux matériaux d'intérêt qui sont les tubes en aciers ODS. Pour les gaines ODS, une nuance de chacune des deux familles principales présentées dans la section I.1.2 est étudiée dans cette thèse. Ces nuances ODS correspondent à des nuances récentes élaborées au SRMA/LTMEX. Les nuances en aciers ODS ferritique 14%Cr et martensitique 9%Cr portent respectivement les code T73 et T67-M2.

Les tubes sont fabriqués par métallurgie. Un mélange de poudre élémentaire et poudre d'yttrine est broyé par mécano-synthèse dans un attriteur. Des contaminations en oxygène et en carbone peuvent avoir lieu lors de cette étape de fabrication. La poudre broyée est ensuite mise sous vide dans une canette pour être filée à chaud sur une aiguille. L'ébauche de tube alors obtenue est mise en forme par laminage à froid avec des traitement thermique inter-passes tel que présenté dans la section I.1.1. Le T73 a subi, post laminage, un revenu à 750°C pendant 1h seulement tandis que le T67-M2 a subi une austénitisation à 1050°C pendant 15 min suivi d'une trempe et d'un revenu à 750°C pendant 30 min.

**Tableau 3** Composition chimique nominale des gaines de combustible étudiées en % massique

Famille	Nuance	Fe	Cr (%)	W (%)	Ti (%)	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
Ferritique	T77	Balance	14	1	0,3	/
	T73	Balance	14	1	0,3	0,25
Martensitique	T67-M2	Balance	9	1	0,3	0,25

## II.2. Traction

Pour les essais mécaniques, une machine de traction électromécanique est utilisée (modèle INSTRON 8862, avec une cellule de charge de capacité 10 kN). Elle est équipée d'un four à lampes AET Technologie pour la mise en température (Voir Figure 30).



Figure 30 Machine de traction

Pour étudier le comportement en traction dans les directions longitudinale et circumférentielle du tube, deux types d'éprouvettes sont extraits du tube d'acier ODS et testés (voir Figure 31) :

- Des éprouvettes tuiles, pour caractériser le comportement mécanique dans la direction axiale.
- Des éprouvettes anneaux, pour lesquelles la direction de sollicitation est orthogonale à la direction d'extrusion sont utilisé pour caractériser le comportement en traction du tube dans le sens circumférentiel. Ceci est censé être représentatif des sollicitations mécaniques en service (pression interne). Il est à noter que la longueur totale des pattes de section réduite est considérée comme zone utile.

Les plans détaillés des éprouvettes sont présentés en annexe 1.



**Figure 31** Eprouvettes de traction Tuile (à gauche) et Anneau (à droite)

Des têtes d'amarrage spécifiques sont fabriquées pour les essais de traction. Elles sont présentées sur la figure 32. Elles permettent une sollicitation équivalente à un essai de traction. Les essais de traction sont réalisés entre la température ambiante et 750°C, à la vitesse de déformation de  $7.10^{-4}s^{-1}$ .



**Figure 32** Montages de l'essai de traction sur Tuiles à gauche et sur Anneaux à droite avec thermocouples en place

Pour les mesures de température et plus de précision concernant les gradients de température existants, 3 thermocouples de type K sont disposés à la surface des éprouvettes à 3 endroits différents. Ils sont plaqués sur l'éprouvette grâce à de la ficelle résistance aux hautes températures.

Pour les anneaux, deux des thermocouples sont placés aux deux extrémités de la zone utile, un sur la patte droite et un au milieu de la zone utile sur la patte gauche. Pour les tuiles, trois (03) thermocouples sont placés à l'extrémité haute, au milieu et à l'extrémité basse de la zone utile (voir Figure 32).

Les essais de traction sont pilotés en déplacement traverse. Aucune mesure extensométrique n'est réalisée. Les essais ont été filmés puis analysés par corrélation d'images numériques. Pour le suivi des essais, une caméra scientifique pco.edge 5.5 (capteur CMOS de 2560x2160 pixels de 6,5  $\mu m$  de coté) est utilisée (images en niveaux de gris codées sur 16bit). Cette caméra est équipée d'un objectif Macro Tamron permettant d'obtenir

ce grossissement à 25 cm de distance de travail. Les essais de traction filmés sont ceux à température ambiante et ceux à 650 °C, températures de service minimale et maximale respectivement, prévues pour les gaines de combustible des réacteurs RnR-Na.

Pour permettre de filmer les essais en température, le four est équipé d'une fenêtre en Quartz. Un clinquant métallique (feuille métallique) (voir Figure 33) est ajouté pour plus de confinement, permettant donc de :

- Limiter les flux thermiques pour plus de netteté des photos pour la corrélation d'images
- Diminuer les gradients de température sur la zone utile en la fermant complètement pour les essais non-filmés

T. Jaumier [76] a conseillé leur utilisation. Il a été pris soin de boucher les espaces sur les trous de passage des lignes de charge dans le four.



**Figure 33** La Caméra scientifique pco.edge 5.5 et le four à lampes à gauche, la feuille métallique en place à droite

## II.3. Ténacité

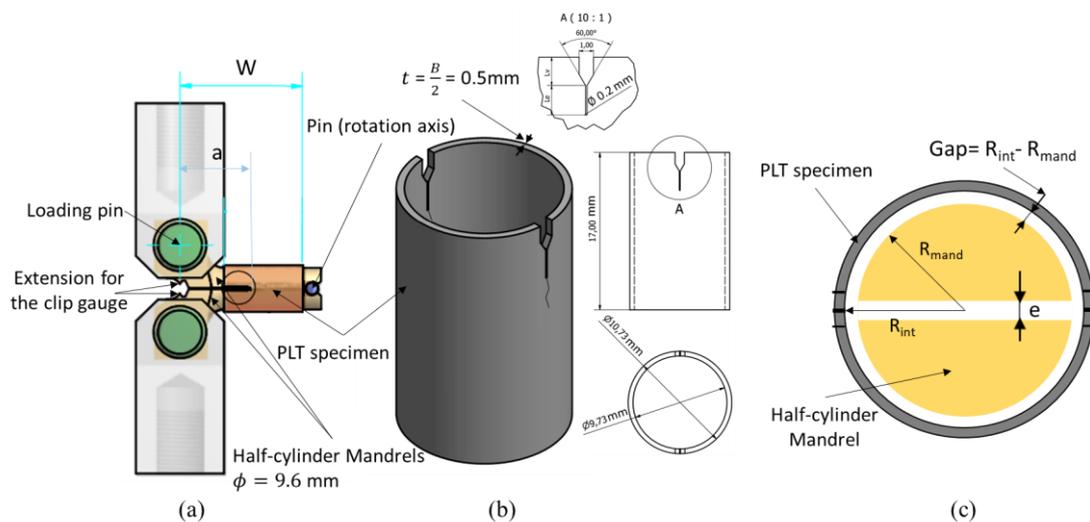
Dans cette section sont présentés les moyens expérimentaux mis en œuvre pour réaliser les différentes campagne expérimentales d'essais de ténacité. D'abord, pour la réalisation des essais PLT, essai de référence de cette étude car facile à mettre en œuvre en plus d'être l'essai le plus utilisé et documenté des essais de ténacités sur des gaines de combustible. Ensuite pour réaliser les essais mPRNB, pour *miniaturized Pipe Ring Notched Bending*, essai développé durant cette thèse en s'inspirant et adaptant aux géométries gaines l'essai PRNB présenté dans la section I.3.

### II.3.1. L'essai Pin Loading Tension test (PLT)

Les essais de ténacité PLT réalisés durant cette thèse l'ont été en deux campagnes. D'abord des essais de faisabilité sur le T77 pour mieux comprendre cet essai et optimiser la procédure expérimentale avant de passer à un des matériaux d'intérêt, la gaine ODS T67-M2.

Les éprouvette PLT sont des éprouvettes tubulaires de 17 mm de longueur avec deux entailles parallèles, diamétralement opposées et symétriques. Les entailles sont découpées au fil par électroérosion elles sont en V puis prolongées par un trait d'électroérosion d'un rayon d'environ 0.1 mm (voir Figure 34-b). les essais sur T77 ont permis entre autres d'optimiser la longueur des éprouvettes PLT la diminuant de 3 mm car celles-ci présentaient des problèmes de linéarité. Ceci était dû à la remonté et la mise en contact de l'éprouvette avec les mandrins au niveau des rayons de congé des mandrins.

Les amarrages PLT sont des amarrages spécifiques (voir Figure 34-a). Il s'agit de deux demi-cylindres pleins avec des extensions d'un côté où des trous de goupilles sont usinés pour appliquer le chargement. Dans le même axe que les centres des trous de goupilles des encoches sont usinée pour l'instrumentation comme expliqué dans le paragraphe précédent. Du côté opposé, les deux demi-cylindres sont usinés de manière à recevoir une petite goupille de 3 mm de diamètre. Cette goupille sert d'axe de rotation des deux mandrins lors du chargement et empêche le glissement de l'éprouvette le long de l'axe des mandrins.



**Figure 34** Schéma de l'ensemble PLT (a) amarrages (mandrins) (b) éprouvette PLT (c) vue de côté avec les mandrins insérés dans l'éprouvette (**Gap** est le  $\Delta R$  entre les mandrins et la surface interne de l'éprouvette et **e** est induit par la découpe au fil du cylindre plein en deux demi-cylindres lors de la fabrication des mandrins)

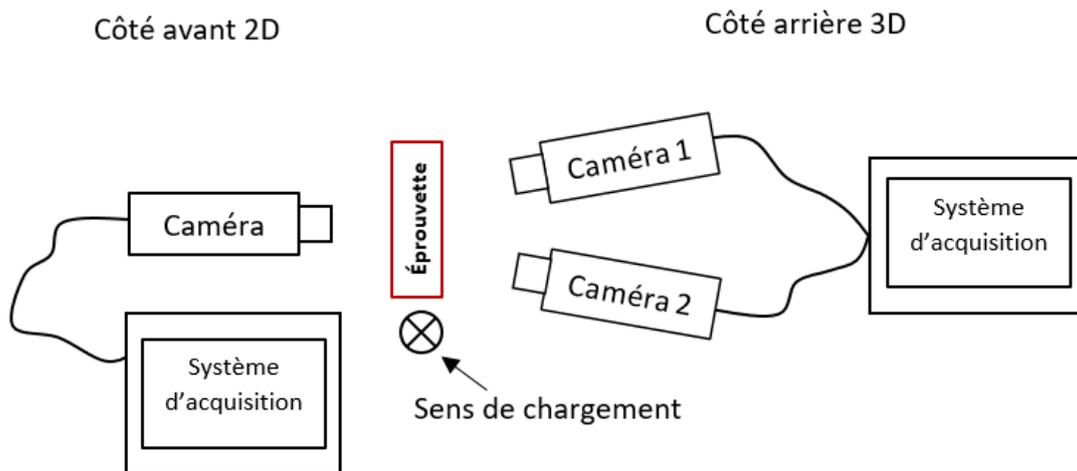
D'abord, pour la campagne d'essais PLT sur le T77 une machine de traction servo-hydraulique de modèle MTS 810 est utilisée. Elle est équipée d'une cellule de charge d'une capacité maximale de 100 kN. Les dimensions des éprouvettes étant faibles, les charges maximales atteintes lors des essais sont inférieures à 2 kN. De ce fait une cellule de charge externe de 2 kN est installée en série pour une meilleure sensibilité. L'essai est piloté en déplacement via l'extensomètre. La vitesse de déplacement est de 0.1 mm/min. Le programme de chargement pour un cycle de charge-décharge est le suivant :

- un déplacement initial à 0,1 mm/min jusqu'à 0,05 mm d'ouverture extensomètre,
- un maintien en position pendant 60 secondes,
- une décharge à 70% de la force atteinte au début du maintien
- une recharge jusqu'à la position de maintien

Toutes les étapes du programme de chargement sont pilotées grâce à un extensomètre. L'extensomètre est inséré sur des encoches usinée à cet effet sur les amarrages (voir la figure 123 en annexe 1) pour mesurer le

déplacement d'ouverture (CMOD) au niveau des points d'application de la force. Pour les premiers essais expérimentaux, le tube en acier à 14% Cr non renforcé (T77) est utilisé pour optimiser le mode d'emploi de cet essai et éviter de gaspiller nos matériaux d'intérêt.

Comme le montre le schéma de la disposition des systèmes de suivi vidéo en vue de dessus, les essais ont été suivis par corrélation d'images numérique des deux côtés entaillés de l'éprouvette qu'on notera entaille avant et entaille arrière. Du côté de l'entaille avant, une caméra est placée pour de la corrélation d'images numériques 2D (DIC 2D). Pour l'entaille arrière, deux caméras sont placées pour un suivi en DIC 3D permettant d'obtenir les champs de déformation de l'éprouvette tout en prenant en compte d'éventuels mouvements hors plan.



**Figure 35** Schéma de disposition des systèmes de suivi par corrélation d'images numériques

Dans un premier temps, ces entailles sont usinées pour remplacer la préffissuration par fatigue. Plusieurs longueurs d'entailles ont été usinées afin de définir une géométrie d'éprouvette optimale en terme de longueur d'entaille et déterminer la formule de complaisance  $C(a/W)$  (voir Tableau 4). Les plans avec les dimensions de l'éprouvette PLT et des amarrages sont présentés sur la figure 123 en annexe 1.

**Tableau 4** Epreuves PLT en T77 pour ténacité sur tubes et  $a_0/W$  correspondants

Epreuve	T77-11	T77-12	T77-13	T77-14	T77-15	T77-16	T77-17	T77-18	T77-19	T77-20	T77-21
$a_0/W$	0.57	0.6	0.6	0.63	0.63	0.67	0.67	0.7	0.7	0.63	0.63

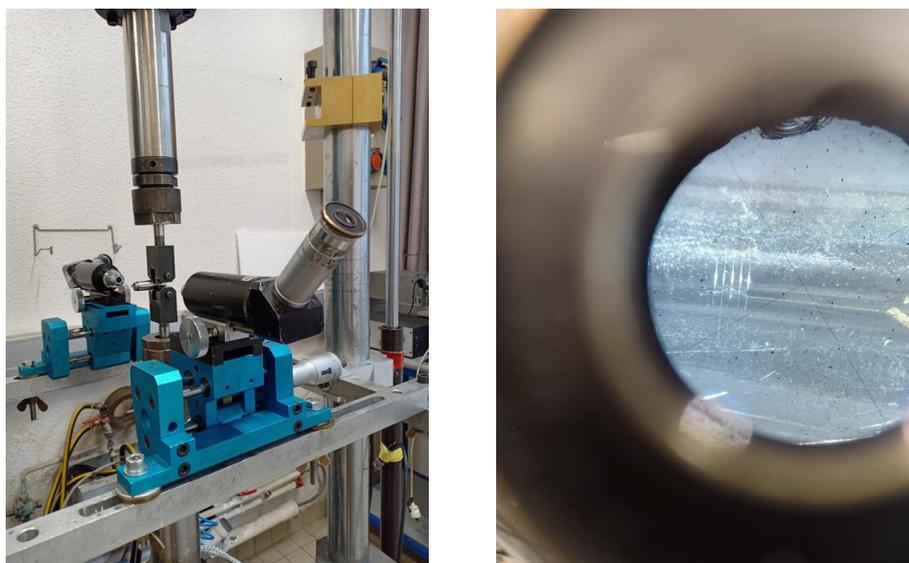
Dans la position initiale de l'ensemble, il existe un jeu, noté *Gap* sur la figure 34-c, entre la surface interne de l'éprouvette PLT et la surface externe du mandrin. Ce jeu correspond à la différence entre le rayon interne du tube et le rayon des mandrins. Quant à l'écartement initial  $e$ , il correspond à la matière enlevée en découpant le cylindre plein en deux demi-cylindres lors de la fabrication des amarrages. Au vu des petites dimensions de l'éprouvette et des amarrages, l'effet de la variation du *Gap* est aussi étudié pour en comprendre un éventuel effet (voir la figure A.2 dans l'annexe de l'article chapitre 0). Cette variation correspond à la limite de précision des moyens de mesure ajoutée à la variation de rayon interne du tube car lors de la métrologie des tubes nous avons constaté que ce rayon n'est pas constant sur toute la longueur d'une gaine lors de sa fabrication.

A l'issue de la campagne sur le T77, une fois l'essai PLT bien compris et sa procédure expérimentale optimisée, c'est à un des matériaux d'intérêt, en l'occurrence le T67-M2, que la procédure expérimentale est appliquée.

Cette fois-ci, sachant que le T67-M2 est un matériau nano-renforcé, il est donc moins ductile que le T77 et pour que les essais de ténacité soient valides, il est nécessaire d'avoir une fissure initiale nette et réelle de rayon nul en fond de fissure. Pour cela les éprouvettes ont été préfissurées par fatigue sur la même machine de traction servo-hydraulique de modèle MTS 810. La préfissuration par fatigue se fait par un chargement cyclique entre une force supérieure  $F_{max}$  et 10% de cette force max.  $F_{max}$  est choisie à partir  $K_{max}$  calculé selon l'équation 4. Ce  $K_{max}$  appliqué est choisi de manière à ce que le rayon de la zone plastique développée durant le chargement par fatigue (voir Équation 35) soit négligeable devant l'épaisseur de paroi du tube et que la préfissuration par fatigue n'interfère pas avec les mesures de ténacité. Ce rayon de zone plastique est représenté par  $r_p$  comme suit :

$$r_p = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{K_I}{R_{p0,2}} \right)^2 \quad \text{Équation 35}$$

L'amplitude de propagation de fissure par fatigue est contrôlée optiquement chaque 3000 cycles jusqu'à atteindre la longueur de fissure visée (voir Figure 36). Il est fréquent, lors de la préfissuration d'avoir une propagation de fissure par fatigue hétérogène entre les deux fissures côté avant et le côté arrière de l'éprouvette selon le schéma de la figure 35. Lorsque l'écart entre fissure avant et arrière dépasse 0,3 mm, l'éprouvette est tournée de 180° autour des mandrins de manière à rattraper homogénéiser la longueur de fissure entre les deux côtés.



**Figure 36** Ensemble machine et optiques de contrôle de propagation de fissure pour la préfissuration des éprouvettes PLT à gauche, préfissure par fatigue vue à travers les optiques de contrôle à droite

Les longueurs de fissures initiales  $a_0$  considérées pour chaque essai sont mesurées post-fissuration (après l'essai de ténacité) en rompant les éprouvettes dans une enceinte sous l'azote à  $-150^\circ\text{C}$ . Ceci permet d'avoir un faciès de rupture fragile différent de celui obtenu lors des essais à l'ambiante ou à haute température qui sont relativement ductiles et donc d'avoir des zones de ruptures distinctes entre zone d'entaille par électroérosion (zone EDM), zone de préfissuration par fatigue, zone de fissuration durant l'essai de ténacité et zone de rupture fragile finale grâce aux différents aspects des faciès de rupture ces différentes zones (voir Figure 41). Les longueurs de fissures sont mesurées en faisant la moyenne des longueurs de fissures en 3 points dans l'épaisseur, à la surface intérieure (poids : 1/4), à la surface extérieure (poids : 1/4) et à mi-épaisseur (poids : 1/ 2). La moyenne des longueurs des fissures avant et arrière est alors considérée comme la longueur de fissure initiale (points 1,2 et 3 sur la figure 41) ou finale (points 4,5 et 6 sur la figure 41) de l'éprouvette. Quant au jeu (*Gap*), celui-ci est déterminé en soustrayant au rayon interne de l'éprouvette, déterminé par microscopie optique lors

de son contrôle dimensionnel post usinage, le rayon des mandrins, mesuré par microscopie optique aussi. Les longueurs d'entailles au fil par électroérosion, gaps et longueurs de fissures initiales après préfissuration mesurés pour les éprouvettes T67-M2 sont regroupés dans le tableau 5.

**Tableau 5** Longueurs d'entailles et Gap mesurés avant essais ainsi que les longueurs de fissures initiales  $a_0$ , après préfissuration par fatigue, mesurés post-fissuration pour les éprouvettes en T67-M2

Specimen reference	Longueur d'entaille (mm)	Gap ( $\mu\text{m}$ )	$a_0$ après préfissuration (mm)		
			Fissure avant	Fissure arrière	Moyenne
T67-M2-37	2	59	15,190	14,990	15,090
T67-M2-38	2	57	14,912	15,566	15,239
T67-M2-39	4	40	17,134	17,052	17,093
T67-M2-40	4	36	17,006	17,263	17,135
T67-M2-41	5	43	17,310	16,917	17,114
T67-M2-42	5	53	17,168	17,982	17,575
T67-M2-43	6	59	18,274	18,927	18,601
T67-M2-44	6	40	18,019	18,381	18,200
T67-M2-45	7	50	19,165	19,663	19,414
T67-M2-46	7	32	19,172	19,093	19,133
T67-M2-47	7	63	19,455	19,031	19,243
T67-M2-48	8	44	20,045	20,359	20,202
T67-M2-49	8	51	20,029	20,067	20,048

Sachant que le T67-M2 a une meilleure résistance mécanique que le T77, une cellule de charge de 5kN a été installée en série cette fois-ci afin d'être sûr de ne pas dépasser la capacité limite de la cellule et d'avoir une bonne précision sur la mesure de la force. Grâce à l'expérience acquise durant la campagne de faisabilité et sachant que le T67-M2 est renforcé donc moins ductile que le T77, le programme de chargement a été modifié aussi par rapport à celui utilisé lors de la campagne d'essais de faisabilité. Le programme de chargement est donc le suivant

- un déplacement initial à 0,1 mm/min jusqu'à 0,03 mm d'ouverture extensomètre,
- un maintien en position pendant 60 secondes,
- une décharge à 80% de la force atteinte à la fin du maintien à 0,4 mm/min
- une recharge jusqu'à 100% de la force atteinte à la fin du maintien à 0,4 mm/min

Cette campagne d'essais de ténacité PLT sur T67-M2 a été réalisée sur la même machine de traction que les essais de traction sur tuiles et anneaux (voir section IV.2).

## **II.3.2. L'essai miniaturized Pipe Ring Notched Bend (mPRNB)**

### **II.3.2.1. Conception de l'éprouvette et du montage mPRNB**

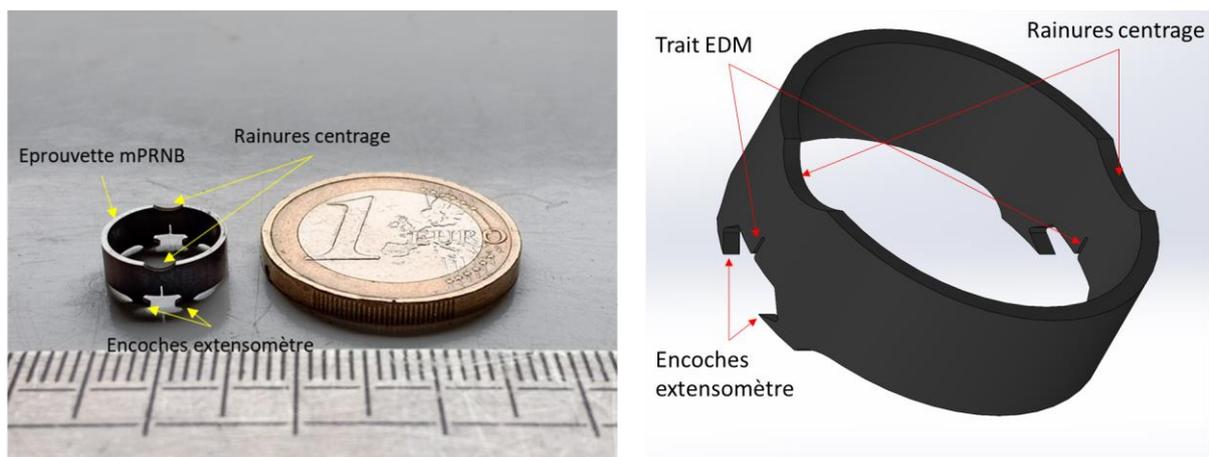
#### L'éprouvette mPRNB

Pour les essais mPRNB, une éprouvette et des amarrages spécifiques ont été conçus pour pouvoir adapter l'essai PRNB aux géométries gaines. La conception et l'usinage de cette éprouvette ont été réalisés à l'issue d'une étude expérimentale et numérique menée sur des anneaux homothétiques trois fois plus grands (voir section V.1).

L'éprouvette mPRNB est un anneau de 4 mm de hauteur totale prélevée dans la gaine combustible. Deux entailles parallèles, diamétralement opposées et symétriques sont usinées dessus au fil électroérosion comme pour l'éprouvette PLT. En plus du fait que son diamètre soit 40 fois plus petit que celui de l'éprouvette PRNB [74], deux modifications sont à noter sur la conception de cette éprouvette par rapport à celle dont elle est inspirée. Son plan détaillé est présenté sur la figure 124 en annexe 1. Ces modifications ont été apportées pour rendre possible et répétable le positionnement de l'éprouvette et l'instrumentation de l'essai.

La première modification est l'usinage de deux rainures diamétralement opposées de 2 mm de rayon et de 0,5 mm de profondeur sur la partie supérieure de l'éprouvette (voir Figure 37). Ces rainures permettent de garantir et rendre répétable le centrage de l'éprouvette par rapport à l'appui supérieur et à l'entraxe des deux appuis latéraux sans que cela dépende de l'opérateur. Dans ce cas la hauteur effective  $W$  considérée lors du dépouillement de l'essai est la distance entre les points de contact haut et bas de l'éprouvette avec les appuis. La longueur de fissure  $a$  est prise comme étant la distance entre la ligne d'appuis inférieure et la pointe de fissure (voir Figure 39-b).

La seconde est les encoches, diamétralement opposées aussi, usinées sur la partie inférieure avec une extension de 0,5 mm par rapport à la base de l'éprouvette en contact avec les appuis latéraux (voir Figure 37). La forme particulière, les dimensions et l'extension de ces encoches sont choisis pour rendre possible l'instrumentation de l'essai sur les petites dimensions de l'éprouvette.

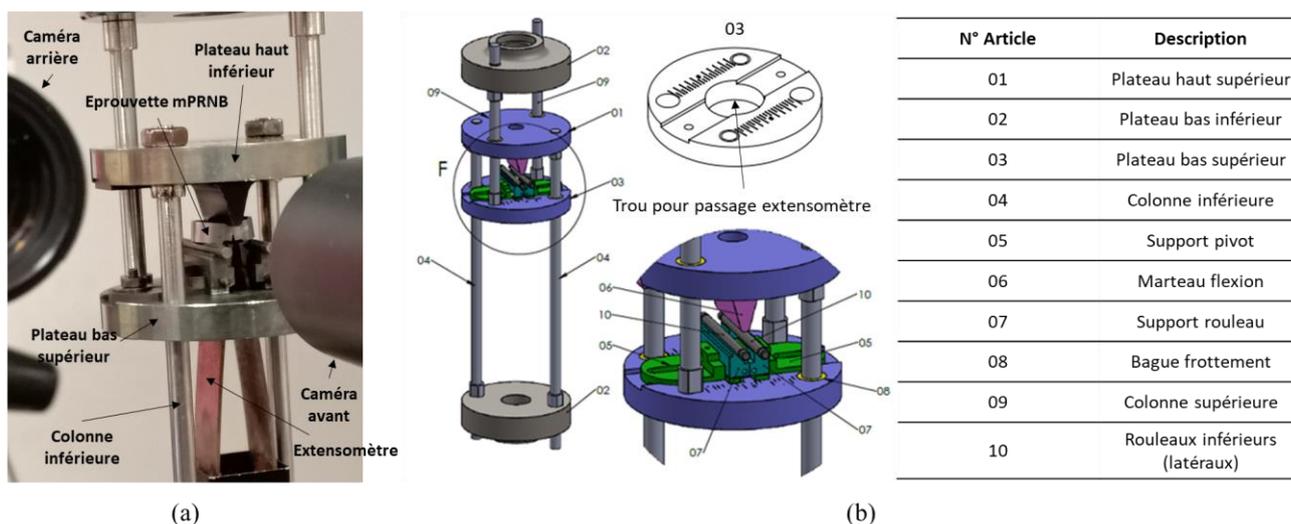


**Figure 37** Photo d'une éprouvette mPRNB avec une pièce de 1 euro (à gauche) et Schéma 3D d'une éprouvette mPRNB (à droite)

### Le montage de flexion trois points sur mPRNB

A cause des petites dimensions de l'éprouvette mPRNB, l'usinage d'un nouveau montage pour la charger en flexion trois points s'est avéré indispensable car les montages de flexion trois points existants aux laboratoire n'y sont pas adaptés. Lors de la conception de ce montage, certaines contraintes ont été prises en compte :

- L'encombrement du four pour les essais à haute température,
- le matériau dans lequel doit être usiné le montage doit nous permettre de réaliser des essais à haute température (au-moins à 650 °C),
- la possibilité d'insérer un extensomètre pour mesurer le CMOD lors des essais,
- un entraxe réglable entre les appuis pour permettre de tester différentes géométries de gaines de combustible.



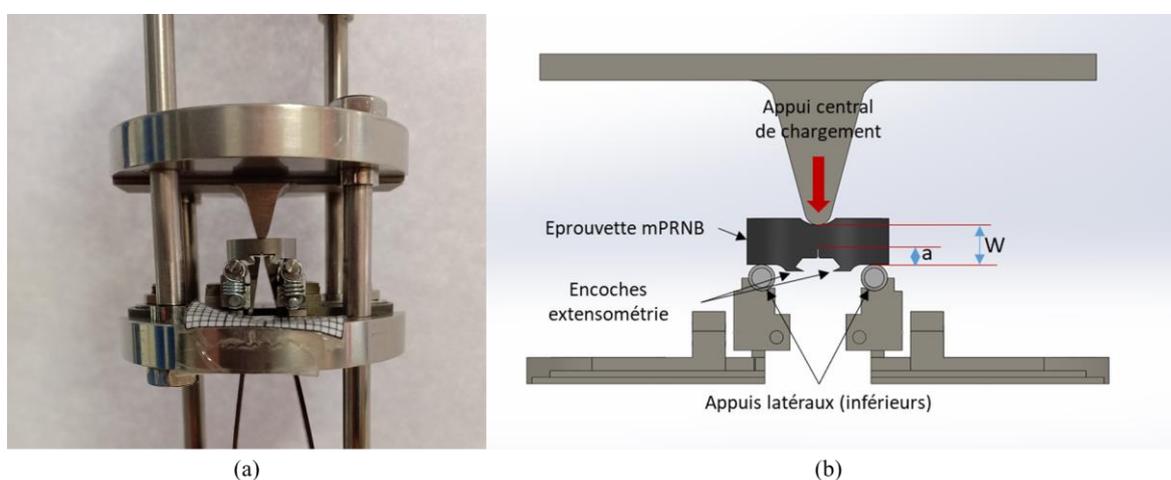
**Figure 38** (a) Photo montage expérimental mPRNB (b) schéma montage de flexion trois points sur éprouvette mPRNB

Pour les amarrages, un montage de traction inversé est donc conçu et usiné pour permettre le chargement de l'éprouvette mPRNB comme présenté sur la photo prise à la fin d'un essai sur la figure 38-a. Ce montage se compose d'un plateau bas supérieur et d'un plateau haut inférieur relié par des colonnes aux lignes de chargement supérieure et inférieure de la machine respectivement pour permettre la traction inversé. Ces deux

plateaux servent de supports aux appuis, le « haut inférieur » à l'appui de chargement (marteau de flexion sur le schéma de la figure 38-b) et le « bas supérieur » aux appuis latéraux ou inférieurs (supports rouleaux inférieurs sur le schéma de la figure 38-b) dont l'entraxe est réglable. Le montage est conçu de manière à pouvoir insérer un extensomètre en usinant des colonnes assez longues dans la partie reliée à la ligne inférieure et fixées au plateau supérieur (colonne inférieure sur le schéma de la figure 38-b) et en usinant un trou assez large sur le plateau inférieur (voir 03 sur le schéma du montage figure 38-b).

### II.3.2.2. Description de l'essai mPRNB

L'essai mPRNB consiste à charger en flexion trois points l'éprouvette anneau (mPRNB) préalablement entaillée grâce montage de traction inversé conçu durant cette thèse et décrit dans la section précédente. Ce montage permet de charger l'éprouvette mPRNB, posée sur deux rouleaux d'appuis inférieurs ou latéraux, via un appui supérieur central de chargement (ou marteau de flexion) comme le montrent la photo de l'ensemble amarrages-éprouvette de la figure 39-a et le schéma de cet ensemble de la figure 39-b.



**Figure 39** (a) Photo montage expérimental mPRNB (b) Schéma amarrages et éprouvette mPRNB

Une première campagne d'essais mPRNB sur éprouvettes non pré-fissurées par fatigue a d'abord été réalisée. Une entaille est usinée par découpe au fil électroérosion (EDM) de 0,07 mm de rayon pour remplacer la pré-fissuration (voir trait EDM sur la figure 37). Ces essais mPRNB ont été réalisés sur les tubes en acier ODS 9Cr T67-M2 et en acier ODS 14Cr T73. Des essais à température ambiante et à 650 °C ont été réalisés sur les deux matériaux. Les essais à température ambiante sont filmés par une caméra de chaque côté pour le suivi optique de l'avancée de fissure comme le montre la figure 38-a.

A température ambiante, le programme de chargement consiste à effectuer des cycles de chargement, maintien, déchargement partiel et rechargement selon le programme suivant :

- un déplacement initial de 0,01 mm d'ouverture extensomètre à 0,1 mm/min,
- un maintien en position pendant 60 secondes,
- une décharge à 80% de la force atteinte à la fin du maintien à 0,1 mm/min,
- une recharge jusqu'à 100% de la force atteinte à la fin du maintien à 0,1 mm/min,

Les essais à 650 °C ont été réalisés dans le même four à lampe que les essais de traction à haute température. Un chargement monotone à 0,1 mm/min est appliqué car le matériau flue à force constante pour de très faibles niveaux de force à cette température. L'usage d'un extensomètre n'est pas possible non plus.

Une seconde campagne d'essais mPRNB sur éprouvette préfissurées par fatigue a aussi été réalisée sur les deux matériaux mais à température ambiante seulement. Les éprouvettes mPRNB sont préfissurées par fatigue en utilisant un vibrophore de marque Rumul et en suivant un protocole de préfissuration établi dessus. Celui-ci est détaillé dans la section 0 du chapitre 0.

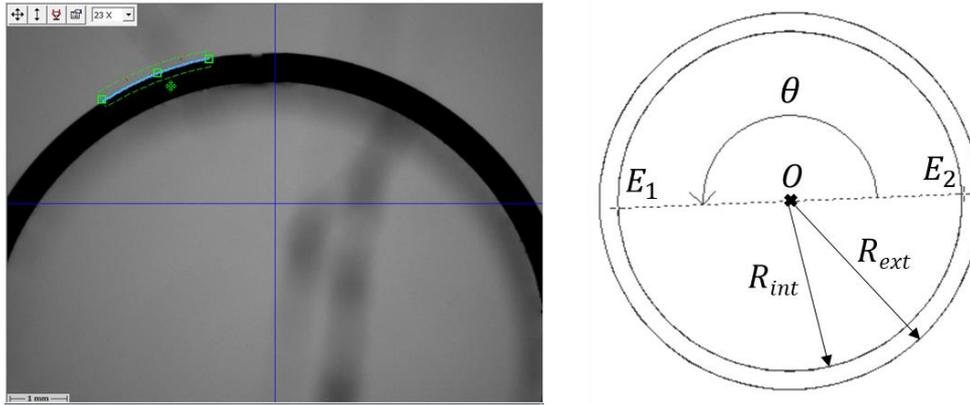
Les éprouvettes ont toutes été rompues dans de l'azote liquide pour avoir un faciès de rupture d'aspect différent et une démarcation de la zone de propagation de fissure durant l'essai comme pour l'essai PLT. Les éprouvettes en T73 (tube ODS 14%Cr) nécessitaient un marquage thermique avant la rupture dans l'azote liquide pour une démarcation nette alors que les éprouvettes en T67-M2 (tube ODS 9%Cr) ne le nécessitaient pas.

## **II.4. Microscopie et spectroscopie**

Dans cette section les différentes techniques de microscopie et de spectroscopie utilisées pour effectuer les contrôles dimensionnels des éprouvettes, analyser les faciès de rupture et caractériser la microstructure du matériau sont présentées. La microscopie optique est principalement utilisée à des fins de mesure comme le contrôle dimensionnel ou la mesure d'avancées de fissures post-essai. Cette technique sert aussi comme première analyse macro ou mésoscopique des faciès de rupture. La microscopie électronique est quant à elle utilisée pour effectuer les analyses fractographiques des faciès de rupture et analyser la microstructure des matériaux. D'autres techniques associées à la microscopie électronique que sont l'analyse de la diffraction des électrons rétrodiffusés « EBSD » et la spectroscopie des Rayon x « EDX ». La première est utilisée pour analyser la taille et l'orientation des grains et la seconde est une technique d'analyse chimique semi-quantitative.

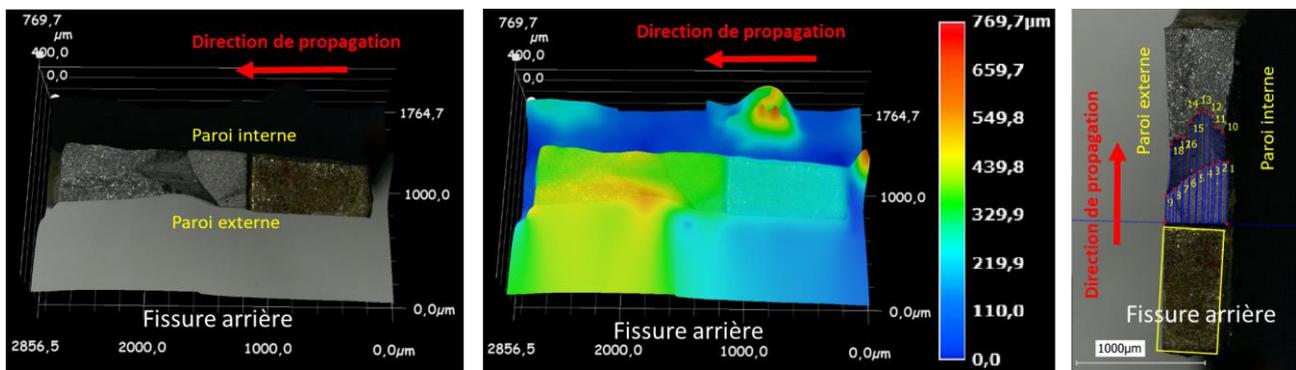
### **II.4.1. Microscopie Optique**

La microscopie optique est d'abord utilisée pour effectuer le contrôle dimensionnel des éprouvettes. Pour cela, un système de métrologie basé sur la microscopie optique, de modèle Vertex 251 HM de la marque MicroVu, est utilisé permettant un zoom optique maximal jusqu'à  $\times 138$ . Plusieurs options d'éclairage et rétroéclairage combinés à un logiciel de détection de bord via le contraste de gris permettent d'effectuer la métrologie des éprouvettes lorsque les méthodes de métrologies classiques ne le permettent pas ou lorsqu'une haute résolution est nécessaire. Il nous permet aussi de vérifier la conformité des éprouvettes en vérifiant que les entailles sont bel et bien diamétralement opposées en mesurant l'angle ( $\theta$ ) entre les deux droites qui passent par le centre du cylindre ( $O$ ) et chacune un des deux fonds des entailles avant et arrière ( $E_1$  et  $E_2$ ) (Voir Figure 40). L'éprouvette est considérée valide lorsque angle  $\theta$  est de  $180^\circ \pm 1^\circ$ .



**Figure 40** Métrologie éprouvettes par microscopie optique (Vérification validité éprouvettes)

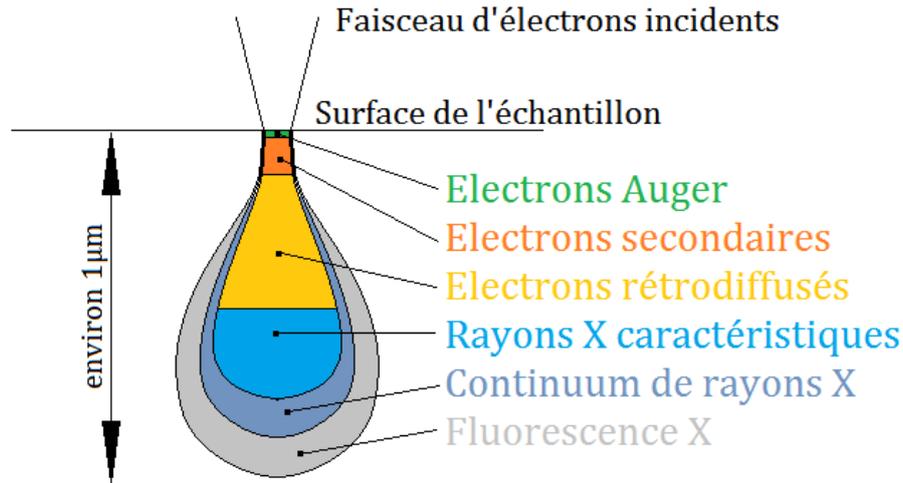
La microscopie optique est aussi utilisée pour l'étude des facies de rupture. Pour cela, un microscope optique de modèle VHX-700F de marque KEYENCE est utilisé. Ce microscope permet la reconstitution 3D à partir d'une série d'images par balayage progressif. Cet appareil est utilisé pour la mesure des avancées de fissures et l'analyse de la topographie des facies de rupture comme le montre la figure 41.



**Figure 41** Facies de rupture de la fissure d'une éprouvette obtenus par microscopie optique 3D avec procédure de mesure de la pré-fissure par fatigue et de la longueur de fissure finale

## II.4.2. Microscopie Electronique à Balayage

Le Microscope Electronique à Balayage (MEB) consiste à analyser le faisceau réfléchi par un échantillon massif bombardé par un faisceau d'électrons incident sous vide secondaire. Différents détecteurs permettent d'analyser différents types de faisceaux émis par l'échantillon. Ces différentes techniques donnent accès à différentes informations et avec différentes précisions en fonction d'où le faisceau réfléchi est émis dans la poire d'interaction du faisceau d'électron incident avec la matière (l'échantillon). Dans le cas de cette étude, les électrons rétrodiffusés sont analysés permettant, en balayant une zone, d'obtenir une image avec un contraste topographique. Ceci permet d'identifier le type d'endommagement responsable de la rupture des matériaux. La technique de spectroscopie par analyse des Rayon X (EDX pour *Energy Dispersive X-Ray Analysis*) est aussi utilisée pour effectuer des analyses chimiques semi-quantitatives. Ces analyses chimiques permettent d'identifier la nature de certains précipités responsables de la rupture des matériaux testés.



**Figure 42** Poire d'interaction d'un faisceau d'électrons incident avec de la matière [77]

Quant aux électrons rétrodiffusés, ils sont analysés dans le but d'obtenir des images avec un contraste chimique de la surface bombardée. Une technique d'analyse de diffraction des électrons rétrodiffusés nommée EBSD est aussi utilisée dans cette étude et est présentée dans le paragraphe suivant.

### II.4.3. Electron BackScattered Diffraction

Electron BackScattered Diffraction (EBSD) est une technique permettant de caractériser l'orientation cristallographique des grains en surface de l'échantillon. Pour l'observation, l'échantillon est incliné d'un certain angle par rapport au faisceau incident. Les électrons incidents qui sont en condition de Bragg avec les différentes familles de plans atomiques sont diffractés. Cette technique est utilisée dans cette étude pour caractériser la morphologie, la taille et l'orientation cristalline des différents grains du matériau et connaître sa texture. Les zones d'analyse d'orientation cristallographique sont effectuées à plusieurs grossissements. Une première analyse à faible grossissement (x500) pour évaluer une orientation cristallographique locale avec une statistique suffisante de points et de grains considérés. Une seconde analyse à plus fort grossissement (x1000) pour évaluer la potentielle évolution de la morphologie et de la taille de grain dans l'épaisseur du tube.

# Chapitre III : Caractérisation des matériaux de l'étude

---

## III. Caractérisation des matériaux de l'étude

L'objectif de ce chapitre est de caractériser les matériaux utilisés durant cette thèse :

- D'un point de vue microstructural, afin d'étudier la microstructure des alliages en terme de taille, de morphologie et d'orientation de grains.
- D'un point de vue mécanique pour étudier leur comportement macroscopique en traction à différentes températures et dans différents sens de sollicitation et pour établir leur loi de comportement élastoplastique dans le sens circonferentiel. Cette loi de comportement servira de donnée d'entrée pour la simulation par éléments finis des essais de ténacité développés durant cette thèse.

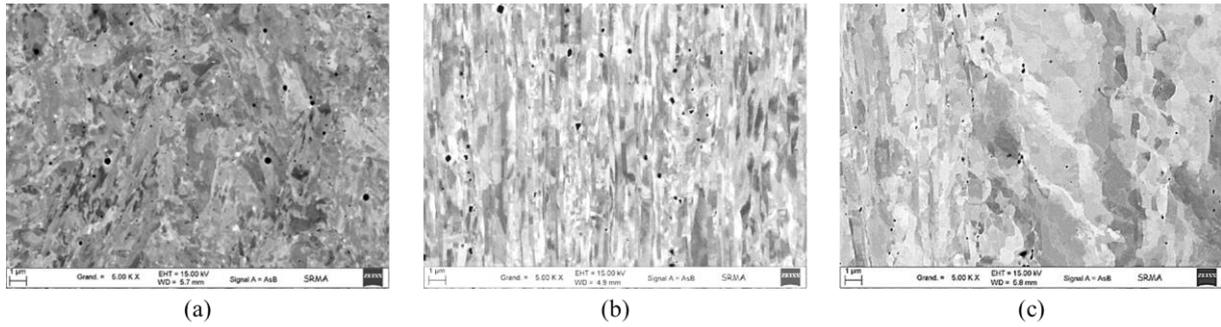
### III.1. Microstructure et texture EBSD

La microstructure du tube ODS 9% Cr (T67-M2) apparait homogène dans l'épaisseur du tube, suivant les deux plans d'observation, le plan longitudinal (DA-DN) (voir figure 43-a et figure 44-a) et le plan transversal (DN-DT) (voir figure 44-b). DA correspond à la direction de laminage, DT à la direction transversale et DN à la direction normale correspondante. La microstructure observée s'apparente à une morphologie de type martensitiques, à grains submicroniques. Quelques arrangements colonnaires suivant la direction de laminage (DA) peuvent être observés dans le plan DA-DN. Cette microstructure est caractéristique des élaborations tubulaires des aciers ODS en fin de gamme de mise en forme post trempe, qui hérite d'une morphologie granulaire martensitique du fait du dernier traitement thermique de trempe suivi d'un revenu. La recristallisation lors de l'austénitisation finale avant la trempe peut être sélective ne conduisant pas forcément à une microstructure et une texture isotrope.

La microstructure du tube en aciers ODS 14%Cr (T73), observée dans le plan DA-DN, est principalement constituée de grains de morphologie allongée (colonnaire) suivant la direction de laminage DA (voir Figure 43-b). Dans le plan DN-DT (voir Figure 45-b), un mélange de grains de tailles micrométriques et submicroniques et de morphologie équiaxe est observés. Cette microstructure est caractéristique des aciers ferritiques élaborés par filage à chaud puis laminés à froid, avec des traitements thermiques inter-passes, qui ne recristallisent pas ou peu.

Le tube en acier faiblement renforcé 14%Cr (T77), comme le T73, présente, lui aussi, une microstructure des aciers ferritiques élaborés par filage à chaud puis laminés à froid à grains allongé dans le sens de laminage DA (voir Figure 43-c). Dans le plan DN-DT (voir Figure 46-b), ces grains sont de morphologie équiaxe aussi mais avec un mélange de petits grains de taille micrométrique et de gros grains dont la taille peut excéder 10  $\mu\text{m}$ .

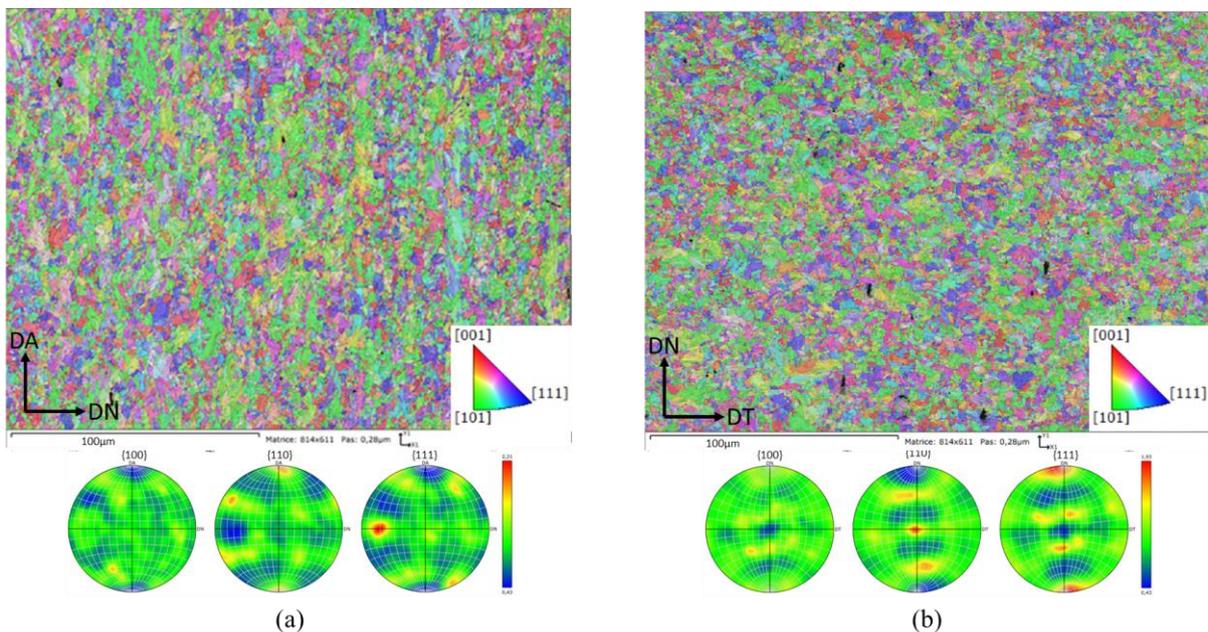
Sur les trois matériaux, des précipités de taille submicronique, de 500 nm de diamètre pour les plus gros, sont présents (voir Figure 43). Ces précipités sont répartis de manière homogène dans l'épaisseur. Les analyses de composition chimique par technique de spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) montrent que ces précipités sont principalement des oxydes à forte concentration de titane (Ti). Ces oxydes sont considérés indésirables car ils fragilisent le matériau (voir section I.1.2).



**Figure 43** Micrographies MEB (électrons rétrodiffusés) des microstructures dans le plan longitudinal DA-DN des tubes en (a) acier ODS 9%Cr (T67-M2), (b) acier ODS 14%Cr (T73) et (c) acier faiblement renforcé (T77)

Les résultats de l'analyse EBSD des trois tubes dans les plan DA-DN et DN-DT sont présentés sur la figure 44 pour le T67-M2, sur la figure 45 pour le T73 et sur la Figure 46 pour le T77.

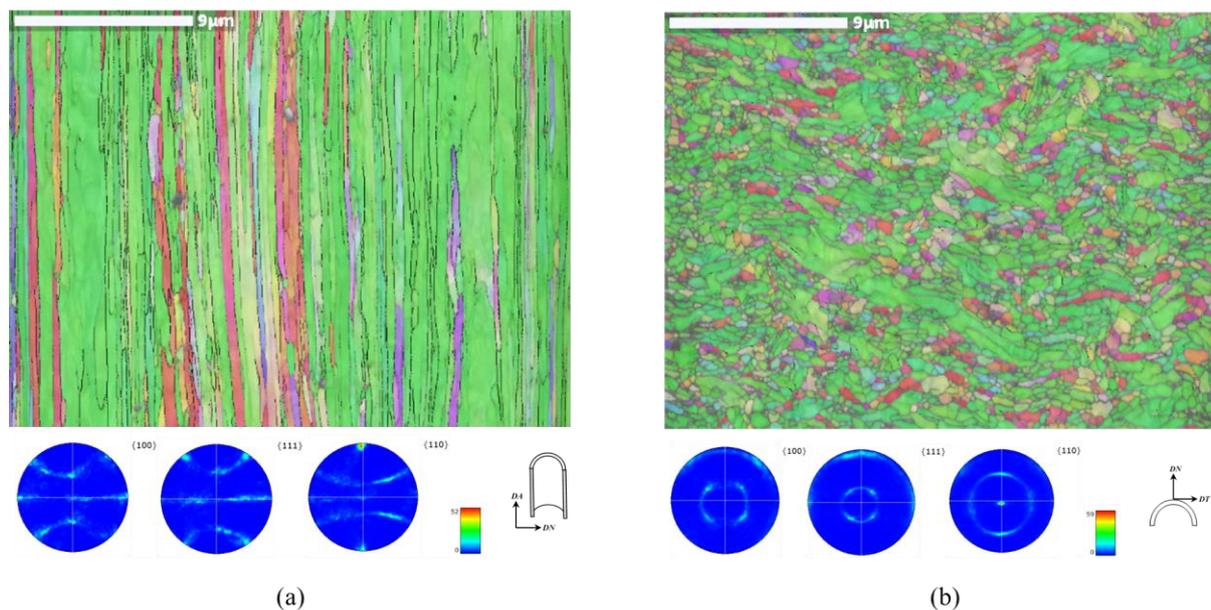
Sur le T67-M2 les analyses d'orientation cristallographiques dans les plans DA-DN et DN-DT marquent la présence d'une orientation cristallographique préférentielle, avec un alignement des axes cristallographiques  $\langle 110 \rangle$  des grains parallèlement à la direction axiale DA (direction de laminage). Les figures de pôle en densité de pôles présentent des renforcements qui sont un héritage d'une texture fibre  $\alpha$  (engendrée par le laminage) très atténuée par les traitements thermiques. En effet, contrairement aux aciers ODS ferritiques, une recristallisation est possible grâce à la présence d'un domaine austénitique à des températures supérieures à 850 °C. Cette orientation cristallographique locale est habituellement rencontrée dans les textures de tubes ODS laminés en fin de gamme de fabrication [8], [25]. Ce type de microstructure a aussi été observé sur d'autres aciers martensitiques ODS obtenus au CEA [41].



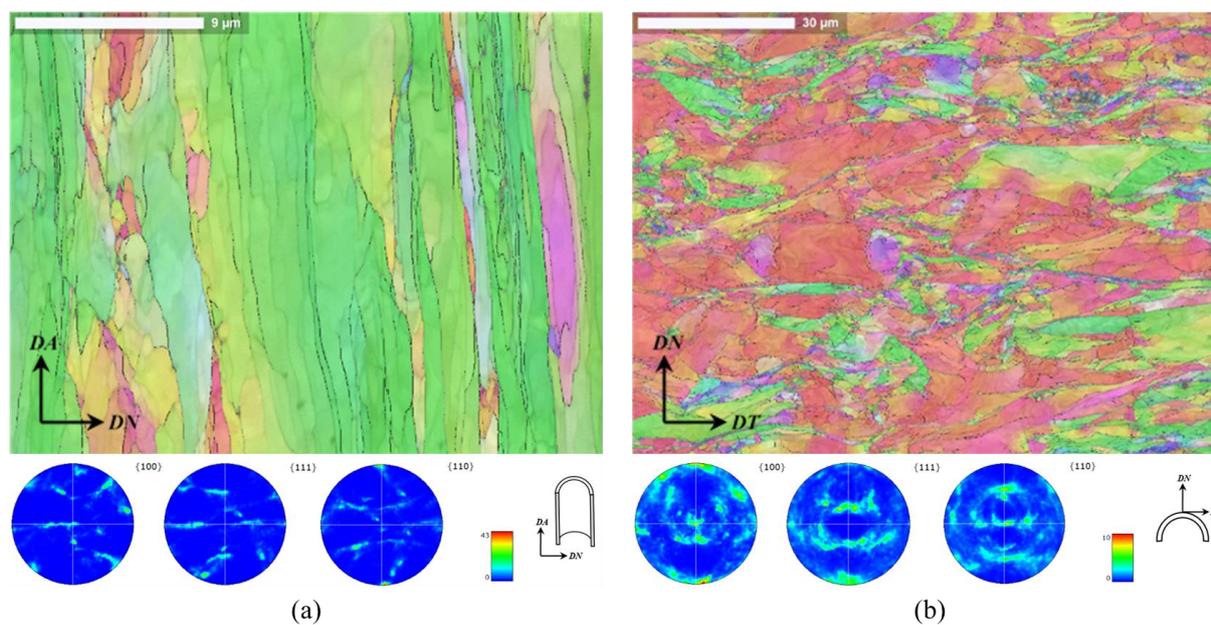
**Figure 44** Cartographie EBSD et figures de pôles du tube T67-M2 en acier ODS 9%Cr (a) en coupe longitudinale (b) en coupe transversale

Les tubes T73 (voir Figure 45) et T77 (voir Figure 46) présentent une forte texture avec les axes  $\langle 110 \rangle$  des grains qui sont principalement orientés dans la direction de laminage du tube (DA). Ceci est principalement dû à l'absence de transformation de phase avant la phase liquide permettant la recristallisation (voir diagramme de

phase Fe-Cr figure 6). Des microstructures similaires ont déjà été obtenues sur des tubes ou des barres filées en aciers ferritiques au CEA auparavant [8], [25], [41], [78].



**Figure 45** Cartographie EBSD et figures de pôles du tube T73 acier ODS 14%Cr (a) en coupe longitudinale (b) en coupe transversale



**Figure 46** Cartographie EBSD et figures de pôles du tube T77 acier faiblement renforcé 14%Cr (a) en coupe longitudinale (b) en coupe transversale

## III.2. Comportement mécanique en traction

Dans cette section, l'étude à la fois expérimentale et numérique du comportement mécanique en traction des matériaux étudiés durant cette thèse est exposée. Cette étude sert à :

- étudier le comportement mécanique en traction des matériaux étudiés à différentes températures et dans différents sens de sollicitation,
- déterminer et valider les paramètres d'écrouissage des modèles de comportement élastoplastique de ces matériaux à travers la simulation par éléments finis de ces essais de traction.

Ces modèles de comportement élastoplastiques serviront ensuite comme données d'entrée pour la simulation éléments finis des essais de ténacité.

### III.2.1. Essais de traction

Les essais de traction ont été menés sur les différentes nuances d'aciers ODS étudiées ainsi que sur une nuance d'acier 14Cr non-renforcée, matériau ayant servi à l'optimisation de la procédure expérimentale et au développement de l'essai de ténacité. Ces essais ont été réalisés sur les deux géométries d'éprouvettes mentionnées dans la section II.2 pour les sens de sollicitation axial et circonférentiel du tube.

Les essais de traction sur tuiles et anneaux sont réalisés à la température ambiante et à 400, 500, 550, 600, 650, 700 et 750°C. En fonction du matériau, deux essais sont réalisés à chaque température, sauf pour certaines températures, à cause des défauts de fabrication à l'usinage ou par choix. Dans les cas où le choix est limité, la température de service (650 °C) et les températures de forte variation de propriétés sont privilégiées. La température ayant un impact fort sur les propriétés de traction et étant difficile à contrôler dans un four à lampes à des niveaux de température aussi élevés, il a été pris soin de vérifier que la fluctuation de température au cours de l'essai est limitée et n'induit pas de perturbations importantes sur les courbes de traction. Nous avons réussi à diminuer le  $\Delta T_{\max}$  des fluctuations jusqu'à moins de 1°C durant les essais et ceci a permis de diminuer considérablement les fluctuations de charge observées précédemment sur les courbes de traction de T. Jaumier [42]. A noter que nos essais de traction sont réalisés à une vitesse plus rapide ( $7.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) que ceux de T. Jaumier ( $1.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ), raison pour laquelle l'effet des fluctuations sur la courbe de traction est plus prononcé sur ses essais à lui. Le clinquant métallique a aussi permis d'obtenir des gradients de température compris entre 2 °C et 8 °C entre les différentes positions de thermocouples sur les éprouvettes anneaux et tuiles.

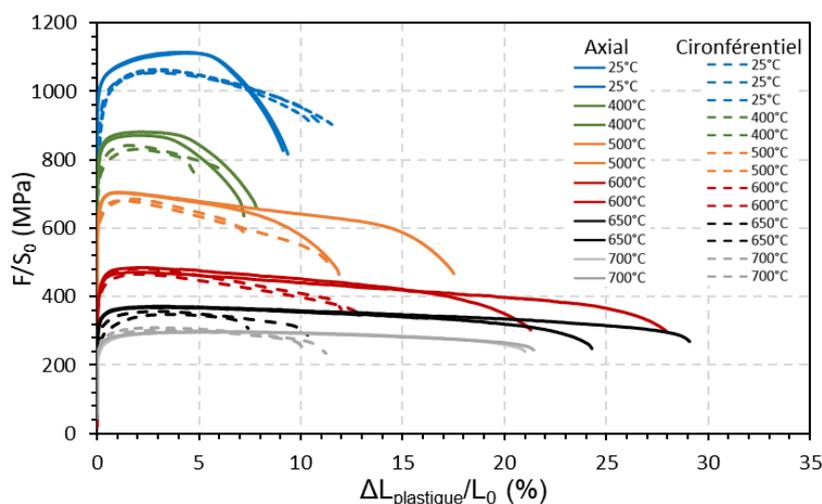
Pour le dépouillement des essais de traction sur tuiles et anneaux, seule la déformation plastique est considérée car le déplacement utilisé est celui de la traverse, l'instrumentation à l'aide d'un extensomètre n'étant pas rendue possible sur des éprouvettes de cette géométrie. Cela consiste à s'affranchir de la rigidité de la machine (bâti, cellule et lignes) et de l'éprouvette en soustrayant la déformation élastique, après division de la force par la section initiale et du déplacement par la longueur utile. Cette méthode est appliquée pour pouvoir comparer nos résultats aux précédents même si son applicabilité aux essais de traction sur anneau est critiquable pour les raisons qui suivent :

- Pour la contrainte, un dépliement de l'anneau donne lieu à de la flexion dans l'épaisseur sur la zone utile [42] ce qui donne un chargement qui n'est pas uniaxé et pas homogène (traction au niveau de la paroi interne et compression au niveau de la peau externe). Ceci rend critiquable le calcul de la contrainte. Pour la même raison, il serait erroné de recalculer la pente élastique par le module d'Young car la contrainte n'étant pas uniaxiale, le rapport entre contrainte et déformation n'est pas égal à E.
- Pour la déformation, sachant qu'une partie de la zone utile est en contact avec l'amarrage, une concentration de contrainte dans une petite partie de celle-ci est constatée par T. Jaumier, concentration

de contrainte qui est accentuée par le frottement [42]. La déformation n'étant pas homogène sur toute la zone utile, cela rend la notion même de zone utile discutable pour cette éprouvette (voir Annexe 2).

### III.2.1.1. Tube ODS martensitique 9%Cr (T67-M2)

Les essais de traction sur le tube en acier ODS 9%Cr (T67-M2) sont réalisés à la température ambiante et à 400, 500, 600, 650 et 700 °C. Les courbes de traction sur tuiles et sur anneaux obtenues sont représentées sur la figure 47.

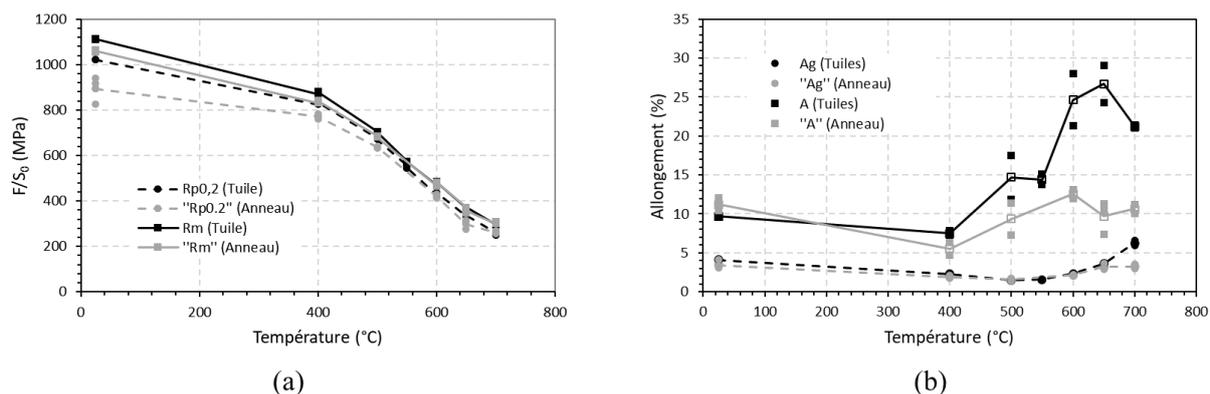


**Figure 47** Courbes de contrainte en fonction de la déformation plastique à différentes températures pour le tube en acier ODS 9%Cr (T67-M2) dans le sens axial en trait continu et dans le sens circonférentiel en trait discontinu

En terme de répétabilité des résultats, on observe sur les courbes expérimentales contrainte-déformation plastique peu, voire pas de dispersion au niveau de la résistance mécanique. La dispersion a l'air plus importante pour les allongements à rupture. Les écarts types moyens (moyenne quadratique des écarts à la moyenne) calculés pour les allongements et les résistances mécaniques pour chaque température sont :

- Pour les tuiles, des écarts de 6 MPa en  $R_{p0.2}$  ; 3 MPa en  $R_m$  ; 0,12% en  $A_g$  et 2% en A.
- Pour les anneaux, des écarts de 19 MPa en  $R_{p0.2}$  ; 8 MPa en  $R_m$  ; 0,32% en  $A_g$  et 1,4% en A.

$R_{p0.2}$  étant la résistance élastique à 0,2% de déformation plastique,  $R_m$  la contrainte maximale,  $A_g$  l'allongement généralisé (à la contrainte maximale) et A l'allongement à la rupture.



**Figure 48** (a)  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  en fonction de la température (b) A(%) et Ag(%) en fonction de la température du tube ODS 9%Cr (T67-M2) pour les éprouvettes tuiles et anneaux

### Effet de la température sur $R_{p0,2}$ et $R_m$

On remarque sur la figure 48-a, que ce soit sur tuile ou sur anneau, que la résistance mécanique diminue légèrement entre 20 et 400 °C puis diminue plus drastiquement avec l'augmentation de la température au-delà de 400 °C. Ce même effet est constaté sur les barres filées en aciers ODS 9%Cr testées par Praud [41] et Toulbi [39] durant leur thèse (voir Tableau 6). Ces résultats vont donc dans le sens de ceux obtenus précédemment sur des nuances ODS similaires, et sont surtout semblables à ceux obtenus par Toulbi [39] sur des tubes ODS à 9% Cr développés durant sa thèse et ce quel que soit le traitement thermique post-laminage subi. On constate tout de même que les valeurs de  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  obtenues sur tuiles et anneaux sur la nuance J95-M3, nuance de même gamme de fabrication que le T67-M2, sont légèrement supérieures aux nôtres quelle que soit la température. De même, quelle que soit la température, les valeurs de  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  obtenues sur tuiles en T67-M2 sont inférieures à celles obtenues sur barres de nuances proches, par Praud [41] sur les nuances J04 et J84 et Toulbi [39] sur la nuance J24, sur des éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal des barres.

**Tableau 6** Comparaison de l'évolution de  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  en fonction de la température sur tuile, anneau et barres en acier ODS 9%Cr testés au CEA

Nuance	20°C		400°C		500°C		600°C		650 °C		700°C	
	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)										
<b>Barre (sens longitudinal) *Valeurs extraites de courbes</b>												
J04 [41]*	1100	1190	880	900	500	/	300	320	250	/	200	/
J84 [41]*	1100	1220	900	950	550	/	480	480	300	/	220	/
J24 [39]*	/	1190	/	900	/	530	/	360	/	280	/	250
<b>Tuile (sens longitudinal)</b>												
<b>T67-M2</b>	<b>1022</b>	<b>1113</b>	<b>830</b>	<b>876</b>	<b>651</b>	<b>704</b>	<b>433</b>	<b>478</b>	<b>336</b>	<b>370</b>	<b>256</b>	<b>297</b>
J95-M3 [39]	1071	1204	878	968	/	/	450	518	369	412	268	330
<b>Anneau (sens circconférentiel)</b>												
<b>T67-M2</b>	<b>894</b>	<b>1060</b>	<b>772</b>	<b>836</b>	<b>636</b>	<b>683</b>	<b>420</b>	<b>474</b>	<b>299</b>	<b>359</b>	<b>263</b>	<b>306</b>
J95-M3 [39]	1068	1186	922	986	/	/	526	568	480	548	320	370

### Effet de la direction de sollicitation sur $R_{p0.2}$ et $R_m$

Les courbes expérimentales montrent une anisotropie apparente du comportement. L'écart entre résistances maximales ( $R_m$ ) entre tuile et anneau est plus important à température ambiante ( $\Delta R_m = 128$  MPa) et diminue avec l'augmentation de la température (voir Figure 48-a). Une tendance inverse est constatée par Toulbi pendant ses essais de traction sur tuiles et anneaux avec une anisotropie de résistance qui s'accroît avec l'augmentation de la température (voir Tableau 6). On ne peut rien conclure sur l'anisotropie réelle à partir de ces valeurs compte tenu du fait que la géométrie de l'essai de traction sur anneau a un effet et nécessite une analyse plus fine par éléments finis (voir Annexe 2). Surtout que, sur barres, Praud [41] trouve des valeurs de  $R_{p0.2}$  équivalentes entre les sens longitudinal et travers quelle que soit la température.

### Effet de la température sur A et $A_g$

La figure 48-b nous montre que l'évolution de l'allongement par rapport à la température n'est pas aussi monotone que la résistance mécanique. Nous remarquons qu'il existe un creux de ductilité à 400 °C pour les deux directions de sollicitation. Ce creux de ductilité à l'air habituel sur les aciers ODS martensitique 9%Cr car il a lieu à la même température pour Praud [41] sur barres et pour Toulbi [39] sur barre et sur tube (voir Tableau 7). Quant au pic de ductilité, il est à 650 °C pour les tuiles (sens longitudinal) et à 600 °C pour les anneaux (sens circonférentiel). On constate qu'à partir de 400 °C, l'allongement généralisé ( $A_g$ ) est particulièrement faible dans les deux sens de sollicitation. Cela s'explique par un mécanisme de déconsolidation observable à partir de 400 °C sur les courbes de traction (diminution de la contrainte conventionnelle au-delà d'une faible déformation) (voir Figure 48-b).  $A_g$  continue de baisser avec l'augmentation de la température jusqu'à 550 °C avant de repartir à la hausse pour les deux sens. Il est à noter que la méthode de dépouillement de l'essai anneau est basique. Elle est pratique lorsqu'on compare des essais sur anneaux de différents tubes mais il faut s'en méfier en comparant les essais sur tuiles et anneaux compte tenu des réserves citées en III.2.1.

**Tableau 7** Comparaison de l'évolution de  $A_g$  et A en fonction de la température sur tuile, anneau et barre en aciers ODS 9%Cr testées au CEA

Nuance	20°C		400°C		500°C		600°C		650 °C		700°C	
	$A_g$ (%)	A (%)	$A_g$ (%)	A (%)	$A_g$ (%)	A (%)	$A_g$ (%)	A (%)	$A_g$ (%)	A (%)	$A_g$ (%)	A (%)
<b>Barre (sens longitudinal) *Valeurs extraites de courbes</b>												
J04 [41]*	/	16	/	13	/	15	/	20	/	24	/	25
J84 [41]*	/	16	/	12	/	18	/	36	/	27	/	/
J24 [39]*	/	4	/	1,5	/	1,3	/	5,7	/	10,5	/	13,9
<b>Tuile (sens longitudinal)</b>												
T67-M2	<b>4.1</b>	<b>9.7</b>	<b>2.3</b>	<b>7.5</b>	<b>1.5</b>	<b>14.7</b>	<b>2.4</b>	<b>24.6</b>	<b>3.6</b>	<b>26.7</b>	<b>6.3</b>	<b>21.2</b>
J95-M3 [39]	4,8	9,2	3,0	7,9	/	/	2,2	29,2	4,4	30,4	5,0	29,6
<b>Anneau (sens circonférentiel)</b>												
T67-M2	<b>3.45</b>	<b>11.21</b>	<b>1.915</b>	<b>5.53</b>	<b>1.585</b>	<b>9.335</b>	<b>2.14</b>	<b>12.5</b>	<b>3.2</b>	<b>9.7</b>	<b>3.2</b>	<b>10.7</b>
J95-M3 [39]	2,7	9,5	1,4	4,1	/	/	1,5	12,2	3,0	10	3,2	8,5

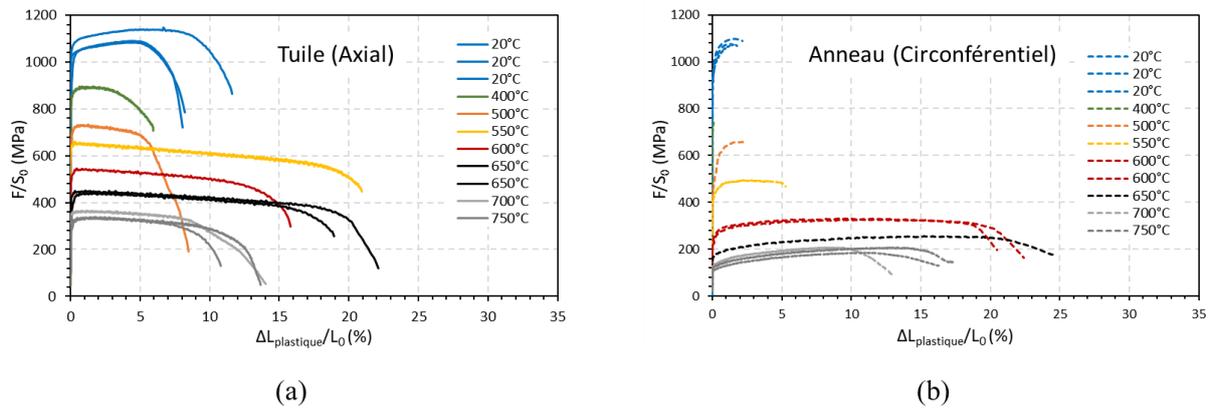
### Effet de la direction de sollicitation sur A et $A_g$

Contrairement à la résistance mécanique, on n'observe pas d'anisotropie apparente de déformation avec un allongement total à la rupture équivalent dans les deux directions de sollicitation (tuiles et anneaux) jusqu'à 400 °C. A partir de 500°C, un allongement à la rupture deux à trois fois plus important sur tuiles par rapport aux anneaux et ce jusqu'à 700°C (voir Figure 48-b). Cette même tendance est observée par Toulbi [39] sur le tube J95-M3. Sur la barre en acier ODS 9%Cr (J84), Praud [41] constate une isotropie d'allongement à la rupture

jusqu'à 400 °C, une meilleure ductilité dans le sens transverse à 500 °C puis une inversion de la tendance avec un allongement à rupture plus important dans le sens longitudinal pour les températures supérieures. Il est à noter que la méthode de calcul de la déformation sur anneau est très basique compte tenu de la concentration de la déformation et de son hétérogénéité (voir Annexe 2). Aucune réelle conclusion ne peut donc être tirée de la comparaison aux tuiles mais cette méthode permet tout de même la comparaison avec d'autres nuance pour lesquelles nous disposons de résultats sur anneaux.

### III.2.1.2. Tube ODS ferritique 14%Cr (T73)

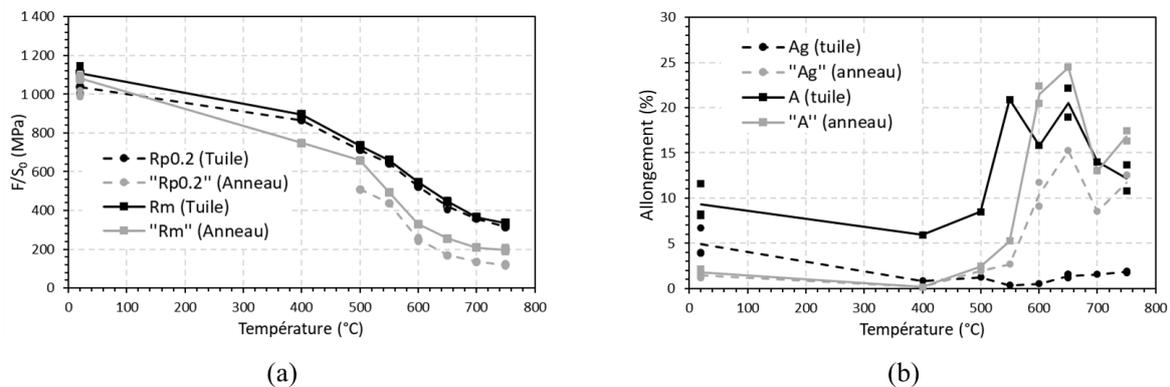
Pour le tube en acier ODS 14%Cr (T73), les essais de traction sur tuiles et anneaux sont réalisés à la température ambiante et à 400, 500, 550, 600, 650, 700 et 750 °C. Les courbes de traction obtenues sont représentées sur la figure 49 pour la traction sur éprouvette tuile et sur éprouvette anneau.



**Figure 49** Courbes de contrainte en fonction de la déformation plastique à différentes températures pour le tube en acier ODS 14Cr (T73) (a) sur dans le sens axial (b) dans le sens circonférentiel (orthoradial)

Nous avons aussi observé sur les essais une bonne répétabilité des résultats, avec quand même quelques dispersions expérimentales plus visibles, au premier abord sur les allongements à rupture. Les écarts types moyens calculés pour les allongements et les résistances mécaniques sont, pour le T73, les suivantes :

- Pour les tuiles, des écarts de 25 MPa en  $R_{p0.2}$  ; 27 MPa en  $R_m$  ; 1.2% en  $A_g$  et 1.6% en  $A$ .
- Pour les anneaux, des écarts de 14 MPa en  $R_{p0.2}$  ; 11 MPa en  $R_m$  ; 0.16% en  $A_g$  et 0.3% en  $A$ .



**Figure 50** (a)  $R_{p0.2}$  et  $R_m$  en fonction de la température (b)  $A$ (%) et  $A_g$ (%) en fonction de la température pour le tube ODS 14%Cr (T73) pour les éprouvettes tuiles et anneaux

### Effet de la température sur $R_{p0,2}$ et $R_m$

On remarque sur la figure 50-a, que dans le sens axial, l'évolution de la résistance mécanique du T73 en fonction de la température est équivalente à celle observée sur le T67-M2 avec une légère diminution entre 20 et 400 °C puis une diminution avec plus forte sensibilité à l'augmentation de la température au-delà de 400 °C. Ce même effet est constaté dans le sens circonférentiel mais avec une plus forte dépendance de la température comparée au sens axial. Ces résultats vont dans le sens de ceux obtenus précédemment sur des nuances ODS similaires, et sont surtout semblables à ceux obtenus par T. Jaumier [76] et L. Toulbi [39] sur des tubes ODS à 14% Cr (voir Tableau 8). On constate tout de même que les valeurs de  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  obtenues sur tuiles et anneaux par Toulbi sont légèrement supérieures aux nôtres quelle que soit la température alors que celles obtenues par Jaumier sont équivalentes aux nôtres. Ceci peut s'expliquer par le fait que la nuance étudiée par Jaumier (T31) fait partie du même lot de fabrication que la nôtre alors que celle de Toulbi (J37) est une nuance plus ancienne.

On constate aussi sur le tableau 8 que les valeurs de  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  obtenues sur tuiles sont équivalentes à celles obtenues sur barres par Salmon-Legagneur sur la nuance CPR\_1 [9] et légèrement inférieures à celle obtenues par Toulbi [39] sur la nuance J05 sur des éprouvettes prélevées dans le sens longitudinal des barres.

**Tableau 8** Comparaison de l'évolution de  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  en fonction de la température sur tuiles, anneaux et barres en aciers ODS 14%Cr testés au CEA

Nuance	20°C		400°C		550°C		600°C		650 °C		750°C	
	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)										
<b>Barre (sens longitudinal) *Valeurs extraites de courbes</b>												
J05 [41]*	1090	1220	880	950	690	/	540	550	420	/	360	/
J56 [41]*	1170	1200	900	920	700	/	550	580	400	/	360	/
CPR_1 [9]*	1100	1200	850	900	650	660	450	500	400	450	350	350
<b>Tuile (sens longitudinal)</b>												
<b>T73</b>	<b>1070</b>	<b>1146</b>	<b>865</b>	<b>895</b>	<b>644</b>	<b>660</b>	<b>524</b>	<b>547</b>	<b>422</b>	<b>446</b>	<b>315</b>	<b>336</b>
T31 [76]	1202	1250	962	993	648	675	/	/	379	400	333	355
J37 [39]	1446	1480	1154	1174	/	/	607	623	475	477	/	/
<b>Anneau (sens circonférentiel) **Rupture avant 0,2% de déformation plastique</b>												
<b>T73</b>	<b>1002</b>	<b>1082</b>	<b>**</b>	<b>748</b>	<b>439</b>	<b>494</b>	<b>251</b>	<b>330</b>	<b>170</b>	<b>256</b>	<b>120</b>	<b>197</b>
T31 [76]	/	/	862	886	549	593	/	/	179	255	143	209
J37 [39]	1278	1337	978	990	/	/	342	423	255	300	/	/

### Effet de la direction de sollicitation sur $R_{p0,2}$ et $R_m$

Les courbes expérimentales montrent une anisotropie apparente du comportement. L'écart entre résistances maximales ( $R_m$ ) entre tuile et anneau est plus important à la température maximale de service 650 °C ( $\Delta R_m = 195$  MPa) qu'à la température ambiante ( $\Delta R_m = 48$  MPa). Cette tendance est aussi observée par Jaumier et Toulbi pendant leurs essais de traction sur tuiles et anneaux. On ne peut rien conclure sur l'anisotropie réelle à partir de ces valeurs compte tenu du fait que l'essai de traction sur anneau nécessite une analyse plus fine par éléments finis. Surtout que, sur barres, certes, de microstructure moins texturée, Salmon-Legagneur [9] trouve des valeurs de  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  équivalentes entre les sens longitudinal et travers quelle que soit la température.

### Effet de la température sur A et $A_g$

L'évolution de l'allongement par rapport à la température n'est pas aussi simple que pour la résistance mécanique (voir Figure 50-b). Nous remarquons qu'il existe un creux de ductilité à 400 °C pour les deux

directions de sollicitation. Ce creux de ductilité à l'air habituel sur tube car il a lieu à la même température pour Jaumier [76] sur le tube ODS 14Cr T31 et pour Toualbi sur le tube ODS 14Cr K12-M2 et J37, sauf sur tuile en J37 où il a lieu à 650 °C. Quant au pic de ductilité, celui-ci se situe entre 550 °C et 650 °C, pour les tuiles (sens longitudinal). Pour les anneaux on observe un seul pic de ductilité à 650 °C. On constate qu'à partir de 400 °C, l'allongement généralisé (Ag) est particulièrement faible sur les tuiles. Cela s'explique par un mécanisme de déconsolidation observable à partir de 400 °C sur les courbes de traction (diminution de la contrainte conventionnelle au-delà d'une faible déformation). Contrairement à cela, les courbes de traction sur anneaux, en température, montrent une consolidation jusqu'à une déformation plus conséquente (correspondant au Ag). Pour rappel, la méthode de dépouillement de l'essai anneau est basique. Elle est pratique lorsqu'on compare des essais sur anneaux de différents tubes mais il faut considérer les comparaisons entre tuile et anneau avec prudence compte tenu des réserves émises au paragraphe III.2.1.

**Tableau 9** Comparaison de l'évolution de Ag et A en fonction de la température sur tuile, anneau et barre en aciers ODS 14%Cr testées au CEA

Nuance	20°C		400°C		550°C		600°C		650 °C		750°C	
	Ag (%)	A (%)	Ag (%)	A (%)	Ag (%)	A (%)	Ag (%)	A (%)	Ag (%)	A (%)	Ag (%)	A (%)
<b>Barre (sens longitudinal) *Valeurs extraites de courbes</b>												
J05 [41]*	/	24	/	23	/	27	/	35	/	25	/	23
J56 [41]*	/	20	/	17	/	15	/	13	/	14	/	/
CPR_1 [9]*	9	21	6	22	≤1	23	≤1	37	≤1	31	≤1	30
<b>Tuile</b>												
<b>T73</b>	<b>4,88</b>	<b>9,29</b>	<b>0,87</b>	<b>5,93</b>	<b>1,25</b>	<b>8,49</b>	<b>0,39</b>	<b>20,91</b>	<b>0,52</b>	<b>15,81</b>	<b>1,84</b>	<b>12,23</b>
T31 [76]	5,1	9,95	1,18	7,53	1,05	8,64	/	/	1,38	8,05	1,56	7,45
J37 [39]	3,6	9,9	1,1	7,5	/	/	1,2	19,6	0,8	5,8	/	/
<b>Anneau</b>												
<b>T73</b>	<b>1,45</b>	<b>1,8</b>	<b>0,16</b>	<b>0,19</b>	<b>2,68</b>	<b>5,27</b>	<b>10,45</b>	<b>21,45</b>	<b>15,24</b>	<b>24,48</b>	<b>11,71</b>	<b>16,85</b>
T31 [76]	/	/	0,46	0,56	5,17	8,59	/	/	8,32	12,21	7,52	12,16
J37 [39]	0,9	1,2	0,8	0,8	/	/	3,3	4,6	1,7	4,1	/	/

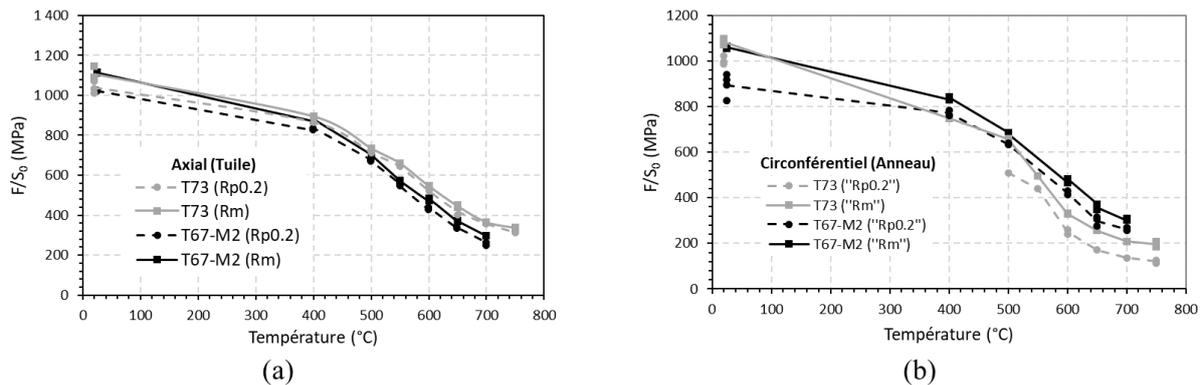
#### Effet de la direction de sollicitation sur A et Ag

De même que pour la résistance mécanique, on observe une anisotropie apparente de déformation avec un allongement total à la rupture plus important dans la direction longitudinale (éprouvette tuile) jusqu'à 550 °C, puis l'allongement est similaire dans les deux directions de sollicitation, voire la tendance s'inverse. Cette inversion de l'anisotropie d'allongement au-delà de 600 °C a aussi été observée par T. Jaumier [76] sur le T31. Ce n'est pas le cas pour L. Toualbi [39] sur le J37, ni sur les barres étudiées, pour lesquelles l'allongement à la rupture dans le sens longitudinal est supérieur au sens transversal quelle que soit la température. Il est à rappeler que la méthode de calcul de la déformation sur anneau est basique compte tenu de la concentration de la déformation et son hétérogénéité. Aucune réelle conclusion ne peut donc être tirée de la comparaison aux tuiles mais cette méthode permet la comparaison avec d'autres nuances également caractérisées en sens circonférentiel pour lesquelles la méthodologie de dépouillement appliquée est identique.

### **III.2.1.3. Comparaison entre T67-M2 et T73**

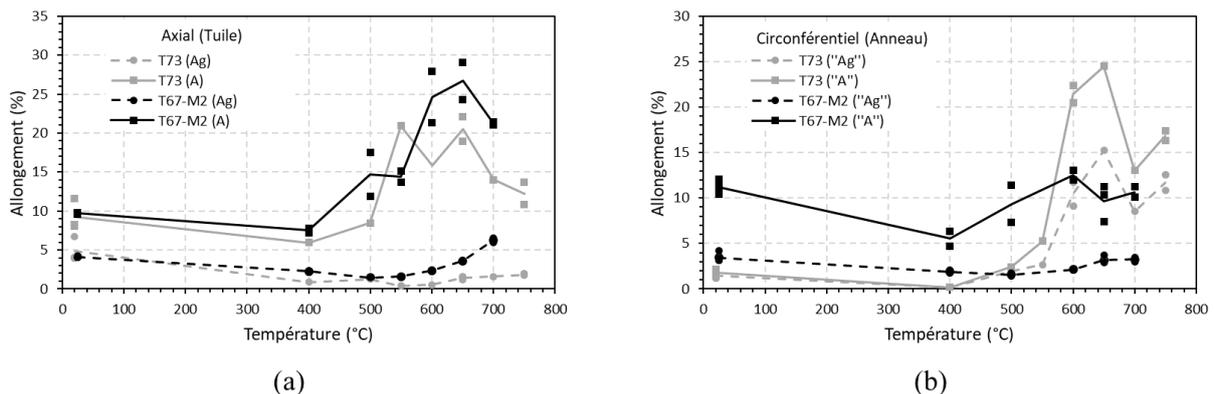
Les courbes de la figure 51 présentent les propriétés en traction des deux tubes ODS ferritique (T73) et martensitique (T67-M2) sur tuile (a) et anneau (b). À température ambiante, que ce soit sur tuile ou sur anneau, les deux tubes ont la même résistance mécanique avec des  $R_{p0,2}$  et  $R_m$  équivalentes. À haute température et sur

tuile, le T73 présente une résistance mécanique légèrement plus élevée pour toute la gamme de températures supérieures ou égales à 500°C. A l'inverse, sur anneau c'est le T67-M2 qui présente une résistance mécanique légèrement plus élevée aux températures supérieures ou égales à 400 °C alors que celle-ci est équivalente entre les deux matériaux, voire légèrement supérieure pour le T73, à température ambiante pour ce sens de sollicitation. Même si les résultats ne sont pas directement comparables, Praud [41] n'observe pas la même tendance entre deux barres filées en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr lors d'essais de traction dans le sens travers. Sur barre, la résistance mécanique de l'acier ODS 14%Cr est supérieure à celle de l'acier ODS 9%Cr quelle que soit la température dans ce sens de sollicitation.



**Figure 51** Limite élastique « R<sub>p0,2</sub> » et Contrainte maximale « R<sub>m</sub> » en fonction de la température (a) Sens axial (b) Sens circonférentiel

En ce qui concerne l'allongement, la figure 52 présente Ag et A en fonction de la température sur tuile et sur anneau, (a) et (b) respectivement. Sur tuile, à température ambiante, les deux tubes présentent des allongements à rupture « A » équivalents. À haute température le T67-M2 présente une ductilité légèrement plus importante (comprise entre 20 et 30 % à son apogée, contre un allongement à rupture avoisinant 15 à 22% pour le T3) sauf à 550 °C où c'est le T73 qui présente la meilleure ductilité. Il est à noter que pour le T73, un seul essai a été réalisé 550 °C rendant la conclusion sur la ductilité entre les deux tubes à cette température à prendre avec précaution.



**Figure 52** Allongement généralisé « Ag » et Allongement à rupture « A » en fonction de la température (a) Sens axial (b) Sens circonférentiel

Sur anneau, à température ambiante et jusqu'à 500 °C, le T67-M2 présente un allongement à rupture bien plus important (un ordre de grandeur). Cette tendance s'inverse avec un allongement à rupture plus important pour le T73 à 600 °C et au-delà. Un pic de ductilité bien plus marqué dans le sens circonférentiel semble observé sur

le T73 autour de 600-650 °C où l'allongement à rupture atteint des valeurs comprises entre 20 et 25 % contre 10 à 14% pour le T67-M2.

### III.2.1.4. Tube en acier ferritique non renforcé T77

Les résultats de traction du tube faiblement renforcé (T77) et du tube ODS (T73), obtenues sur tuiles et anneaux, sont regroupés sur le tableau 10. En comparaison avec le T73 qui est un tube en acier ODS, le T77 présente une résistance mécanique inférieure. Ce résultat est attendu car le renfort par des nano-précipités contribue au durcissement de l'acier ODS et augmente sa résistance mécanique.

On constate aussi que le tube en acier faiblement renforcé (T77) présente une résistance mécanique isotrope apparente avec des différences de  $R_{p0.2}$  entre la tuile et l'anneau inférieure à 10 MPa. Pour le  $R_m$  cette différence est inférieure à 20 MPa. A rappeler qu'on ne peut conclure sur l'isotropie ou non du matériau car la méthode de dépouillement de l'essai sur anneau reste à optimiser.

Dadé [44] a lui aussi réalisé des essais de traction sur une barre de nuance proche de celle du tube T77 (noté NR pour Non Renforcé sur la Figure 14). Il est à noter que cet acier est considéré non-renforcé alors que le T77 est faiblement renforcé. Cette barre est consolidée par compaction isostatique à chaud (CIC) et présente donc un comportement isotrope. Les valeurs de  $R_{p0.2}$  et  $R_m$  obtenues sur cette barre sont inférieures à celles obtenues sur tuile d'environ 200 MPa.

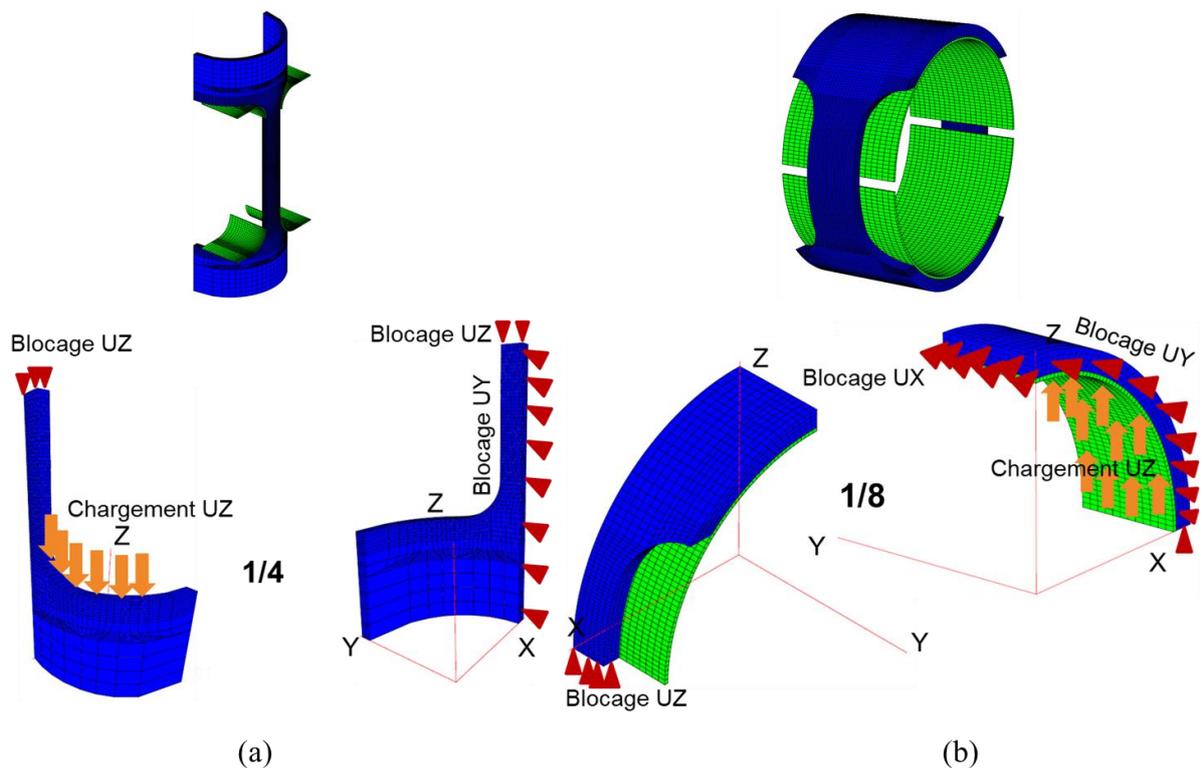
**Tableau 10** Résultats de traction sur tuiles et anneaux des tubes faiblement renforcé (T77) et du tube ODS (T73) à température ambiante

Nuance	Eprouvette	$R_{p0.2}$ [ $F_{0.2}/S_0$ ] (MPa)	$R_m$ [ $F_{max}/S_0$ ] (MPa)	$A_g$ [ $\Delta L_{Fmax}/L_0$ ] (%)	$A$ [ $\Delta L_{tot}/L_0$ ] (%)
Acier Fe-14Cr-1W (T77)	Tuile	591	612	1.34	7.47
	Anneau	585	629	1.48	4.34
Acier ODS Fe-14Cr-1W (T73)	Tuile	1070	1146	4.88	9.29
	Anneau	1002	1082	1.45	1.8

En ce qui concerne l'allongement, le tube ODS (T73) présente une ductilité équivalente, voire supérieure, à celle du tube faiblement renforcé (T77) dans le sens longitudinal (tuile). Ceci est surprenant, sachant qu'en règle générale le renfort par dispersion d'oxydes fait augmenter la résistance mécanique et diminuer la ductilité. Dans le sens circonférentiel (anneau), les résultats obtenus vont dans le sens de ceux obtenus auparavant dans la littérature, c'est-à-dire que l'acier faiblement renforcé présente une meilleure ductilité que l'acier ODS. Cette comparaison permet de voir l'effet du renfort par dispersion de nanoprecipités d'oxydes d'yttrium sur les tubes en aciers ODS ferritique 14%Cr.

Il est à noter aussi que contrairement à la résistance mécanique, le tube faiblement renforcé (T77) présente apparemment une anisotropie d'allongement plus marquée que sur T73 avec une meilleure ductilité dans le sens longitudinal que dans le sens circonférentiel.

### III.2.2. Simulation éléments finis des essais de traction



**Figure 53** Maillages et conditions aux limites (a) du quart de l'éprouvette tuile et (b) du huitième de l'éprouvette anneau

La simulation par éléments finis des essais de traction a pour but d'identifier les lois de comportements élastoplastiques des matériaux étudiés. Lois de comportements mécaniques qui serviront à la simulation par éléments finis des essais de ténacité présentés dans les chapitres suivants. Dans les simulations par éléments finis des essais de traction sur tuile et anneau, des éléments hexaédriques à 8 nœuds dits incompressibles (type ICC8 sur Cast3M) sont utilisés pour construire les maillages. Un raffinement du maillage est effectué dans les zones d'intérêt (zone utile, congés de raccordement et zones de contact) en prenant soin de vérifier les interfaces de changement de taille d'éléments (au niveau des congés de raccordement généralement). Pour un gain de temps de calcul considérable et grâce à leurs symétries géométriques, seulement 1/4 de la tuile et 1/8 de l'anneau sont maillés pour la simulation éléments finis. Des conditions aux limites (CL) de blocages des déplacements des plans de symétrie dans la direction de leurs normales sont imposées. Ces maillages ainsi que les conditions aux limites sont présentés sur la figure 53. Les modules d'Young des matériaux sont de 229, 225 [39] et 213 GPa [44] respectivement pour le T73, le T67-M2 et le T77. Le coefficient de poisson est pris égal à 0,3 pour tous les matériaux. Un modèle de contact frottant de type coulombien avec un coefficient de frottement de 0,3 a aussi été introduit à la simulation de l'essai de traction sur anneau pour éviter l'interpénétration entre les maillages du mandrin et de l'anneau. Ce coefficient de frottement est choisi à la suite d'une étude tribologique présentée en annexe 6 et correspond à celui déterminé sur pion oxydé, plus correspondant à la réalité de notre montage expérimental. On constate sur cette étude que le coefficient de frottement dépend de la température. Ces calculs ne sont valables qu'à température ambiante.

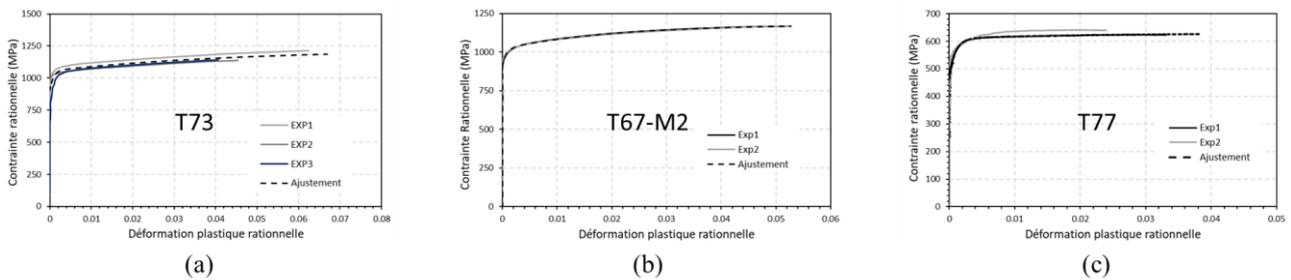
Une loi de comportement élastoplastique isotrope à deux écrouissages isotropes non linéaires a été choisie pour modéliser le comportement mécanique de nos matériaux. Cette loi est de la forme suivante :

$$\sigma = \sigma_y + Q_1(1 - e^{(-b_1 \varepsilon_p)}) + Q_2(1 - e^{(-b_2 \varepsilon_p)})$$

Avec :

- Pour le T73 :  $\sigma_y = 904$  ;  $Q_1 = 153$  et  $b_1 = 26$  ;  $Q_2 = 276$  et  $b_2 = 1129$
- Pour le T67-M2 :  $\sigma_y = 910$  ;  $Q_1 = 90$  et  $b_1 = 493$  ;  $Q_2 = 180$  et  $b_2 = 28$
- Pour le T77 :  $\sigma_y = 470$  ;  $Q_1 = 51$  et  $b_1 = 9$  ;  $Q_2 = 142$  et  $b_2 = 964$

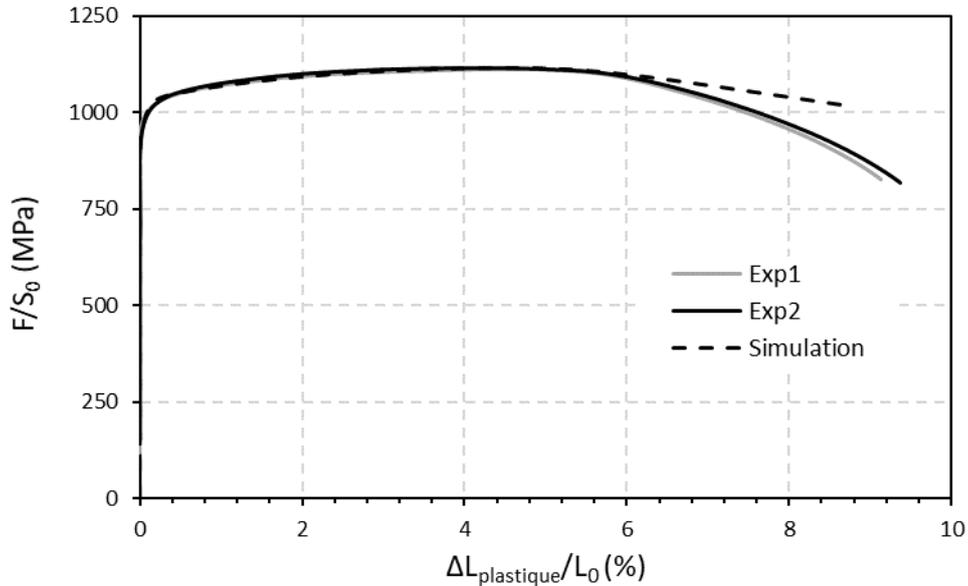
Ces paramètres ont été identifiés sur les essais de traction sur tuile en faisant correspondre par méthode des moindres carrés la contrainte calculée par la loi de comportement élastoplastique à la contrainte rationnelle expérimentale jusqu'au  $R_m$ . Les courbes de contrainte et de déformation plastique rationnelles expérimentale et calculée par la loi de comportement ainsi obtenue sont représentées sur la figure 54.



**Figure 54** Courbes rationnelles expérimentale et ajustement loi élastoplastique jusqu'à  $F_{max}/S_0$  pour (a) le tube en acier ODS 14%Cr, (b) le tube en acier ODS 9%Cr et (c) l'acier 14%Cr non-renforcé

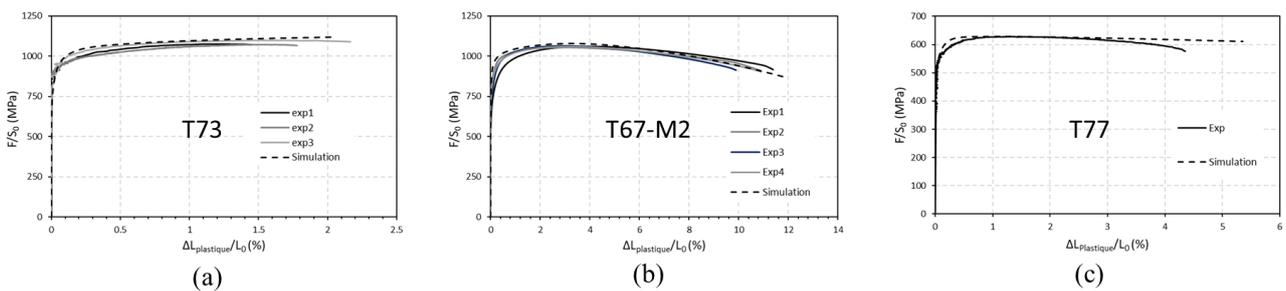
L'opérateur TRAC de Cast3M 21 [79] a été utilisé pour décrire la loi de comportement, cet opérateur permet d'introduire directement l'évolution point par point de la contrainte rationnelle en fonction de la déformation rationnelle. Pour vérifier la démarche, l'essai de traction sur tuile a été simulé par éléments finis et a permis de vérifier l'adéquation entre les courbes de contrainte conventionnelle en fonction de la déformation plastique simulée et expérimentale. Cette simulation a aussi permis de vérifier la fiabilité de notre maillage et de nos simulations par éléments finis. Un exemple de courbes de traction obtenues expérimentalement et par simulation par éléments finis sont représentées sur la figure 55. Nous constatons que celles-ci se superposent parfaitement jusqu'à la contrainte maximale ( $R_m$ ) ce qui nous permet de valider notre modèle éléments finis. A des déformation supérieures à celle correspondante à  $R_m$ , il est normal que la réponse mécanique soit surévaluée car notre modèle mécanique ne prend pas en compte l'endommagement.

Cette démarche est appliquée afin de pouvoir déterminer la loi de comportement élastoplastique de nos matériaux dans le sens circonférentiel car c'est le sens de sollicitation qui nous intéresse. En effet lors de leur service, les gaines de combustible, sous pression interne, subissent une contrainte maximale dans le sens circonférentiel ( $\theta\theta$ ) du tube. C'est aussi cette contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  qui est responsable de la propagation de fissure axiale.



**Figure 55** Comparaison courbes expérimentale et simulée de contrainte conventionnelle en fonction de la déformation plastique sur tuile pour le tube ODS 9%Cr (T67-M2)

Le passage par les essais de traction sur tuile avant de déterminer la loi de comportement élastoplastique de nos matériaux dans le sens circonférentiel est dû au fait que le chargement n'est pas uniaxé sur l'essai de traction sur anneau (voir détails en Annexe 2). Les lois de comportements élastoplastiques déterminées sur tuile ont alors servies à simuler par éléments finis l'essai de traction sur anneaux. La comparaison des courbes de traction expérimentales et simulées nous a alors permis de valider ou de réajuster ces lois de comportement pour le sens circonférentiel du tube. Comme on peut le voir sur la figure 56, les lois de comportement élastoplastiques, déterminées sur les essais de traction sur tuile, donnent des courbes de traction sur anneau simulée par éléments finis superposées aux courbes expérimentales de traction sur anneau. Ceci mène à la conclusion que les trois matériaux ont un comportement élastoplastique isotrope malgré la microstructure fibreuse des deux tubes en aciers 14%Cr ODS et faiblement renforcé (T73 et T77 respectivement). Ceci va dans le sens des conclusion de Jaumier [76] qui stipule que le tube en acier ODS 14%Cr (T31) présente un comportement élastoplastique isotrope avec une anisotropie d'endommagement seulement.



**Figure 56** Comparaison des courbes expérimentales et simulées de traction sur anneau (contrainte conventionnelle en fonction de la déformation plastique) pour (a) le tube en acier ODS 14%Cr, (b) le tube en acier ODS 9%Cr et (c) le tube en acier 14%Cr non-renforcé

### **Résumé de la caractérisation des matériaux de l'étude**

En conclusion de cette étude, les principales informations à retenir sont :

- Le tube en aciers ODS 14%Cr (T73) présente une anisotropie morphologique et de texture avec des grains allongés dans la direction de laminage contrairement au tube en acier ODS 9%Cr (T67-M2) qui présente une microstructure à grains de morphologie equiaxes et une texture cristallographie quasi-isotrope.
- Les deux tubes en acier ODS T67-M2 et T73 présentent des résistances mécaniques équivalentes en température quelle que soit la température et le sens de sollicitation (voir Figure 51 et Figure 52).
- En terme de ductilité, les deux matériaux présentent des propriétés équivalentes dans le sens longitudinal.
- Dans le sens circonférentiel le T67-M2 présente un allongement à la rupture supérieur à celui du T73 à température ambiante et jusqu'à 550 °C. Au-delà la tendance s'inverse et le T73 est plus ductile.
- Les matériaux de l'étude présentent un comportement élastoplastique isotrope d'après la comparaison des essais traction sur anneaux à leur simulation par éléments finis avec les lois de comportement établies sur les essais de traction sur tuiles.
- Une loi de comportement isotrope est satisfaisante pour simuler le comportement élastoplastique des trois matériaux. L'anisotropie observée est essentiellement une anisotropie d'endommagement et de rupture.

### **Resume of material assessment**

In conclusion of this study, the main information to retain is as follows:

- The ODS 14%Cr steel tube (T73) exhibits morphological and textural anisotropy with elongated grains in the rolling direction, unlike the ODS 9%Cr steel tube (T67-M2), which has a microstructure with equiaxed grains and nearly isotropic crystallographic texture.
- Both ODS steel tubes (T67-M2 and T73) exhibit equivalent mechanical resistance at any temperature and loading direction.
- In terms of ductility, both materials show equivalent properties in the longitudinal direction.
- In the circumferential direction, T67-M2 has a higher elongation at rupture compared to T73 at room temperature and up to 550°C. Beyond this point, the trend reverses, and T73 becomes more ductile.
- The materials studied exhibit isotropic elastoplastic behavior based on the comparison of ring tensile tests with finite element simulations using behavior laws established from tile tensile tests.
- An isotropic elastoplastic behavior law is satisfactory for simulating the elastoplastic behavior of all three materials. The observed anisotropy is primarily related to damage and fracture anisotropy

# Chapitre IV : Essai *Pin Loading Tension* “PLT”

---

## IV. Essai *Pin Loading Tension*

L'essai *Pin Loading Tension* (PLT) proposé par Grigoriev *et al.* [80] en 1995 est choisi comme essai de référence car, bien que peu réalisé, il reste dans la catégorie des essais de mesure de la ténacité sur tube le plus utilisé dans l'industrie du nucléaire pour mesurer la ténacité des gaines [69], [80]–[82]. Les fonctions géométriques  $f(a/W)$  déterminées dans la littérature diffèrent lorsque la géométrie de la gaine est différente en terme de diamètre  $D$  et d'épaisseur de paroi  $t$ . Les gaines en acier ODS fabriquées au CEA sont des tubes de 10,73 mm de diamètre externe et de 0,5 mm d'épaisseur de paroi. Dans notre cas, l'ensemble montage et éprouvette PLT est conçu différemment et la géométrie des éprouvettes PLT CEA diffère de celles étudiées dans la littérature en terme de diamètre et d'épaisseur de paroi normalisés ( $D/W$  et  $t/W$  respectivement).

Ce chapitre est consacré au développement et à la mise en place de l'essai PLT pour caractériser la ténacité de tubes minces et mesurer la ténacité de gaines en aciers ODS 9%Cr. Il est composé de trois sections :

Une première section sur l'optimisation et le développement de l'essai PLT au laboratoire. Certains détails, non mentionnés dans l'article, sur le développement de l'essai PLT sont présentés dans celle-ci.

La seconde section est une reproduction d'un article publié dans la revue « *Engineering Fracture Mechanics* » et intitulé “*Determination of the Fracture Toughness of a 9Cr ODS steel fuel cladding using the Pin Loading Tension test*”. Il détaille la méthodologie expérimentale et numérique utilisée pour la mise en place de l'essai de ténacité PLT sur une gaine en acier ODS 9%Cr.

La dernière section est une synthèse du chapitre qui comporte un résumé de l'article en français.

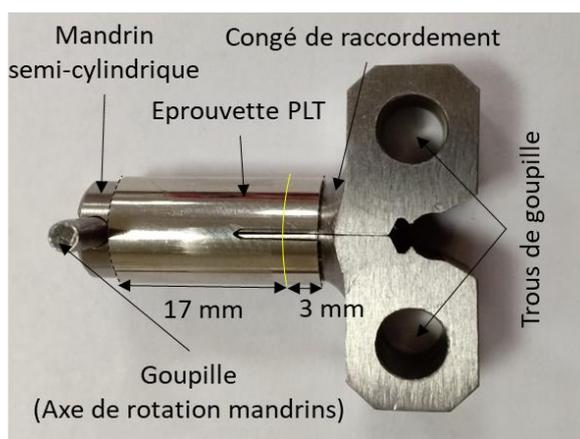
### IV.1. Développement de l'essai

Des essais ont été effectués sur des éprouvettes PLT en T77, qui ont été préalablement entaillées au fil par électroérosion (EDM pour Electro-Discharge Machining), dans le but de mettre au point la procédure expérimentale. Les détails concernant la procédure expérimentale, ainsi que le programme de chargement, sont présentés dans la section II.3.1. Les amarrages et l'éprouvette PLT sont présentés sur la figure 57. Ces éprouvettes n'ont pas été pré-fissurées par fatigue car ces essais ont pour but d'optimiser la procédure expérimentale (suivi d'avancée de fissure, méthodologie de dépouillement...), la procédure de pré-fissuration a été développée dans un second temps.

Initialement, la longueur des éprouvettes PLT utilisées était de 20 mm. Lors des premiers essais, des boucles d'hystérésis ont été observées lors des décharges élastiques (décharges élastiques non-linéaires et hystérésis). Ceci est dû à un contact au niveau des congés de raccordement entre les deux mandrins semi-cylindriques et les trous de goupilles (voir Figure 57). Une déformation plastique a lieu au bord de l'éprouvette qui mord sur les ces congés de raccordement causant ce problème de linéarité des décharges. La longueur des éprouvettes PLT a d'abord été réduite à 17 mm pour un  $W$  de 28,5 mm afin d'éviter qu'un contact entre l'amarrage et l'éprouvette n'ait lieu au niveau des congés de raccordement au cours de l'essai (voir Figure 57) et n'engendre une

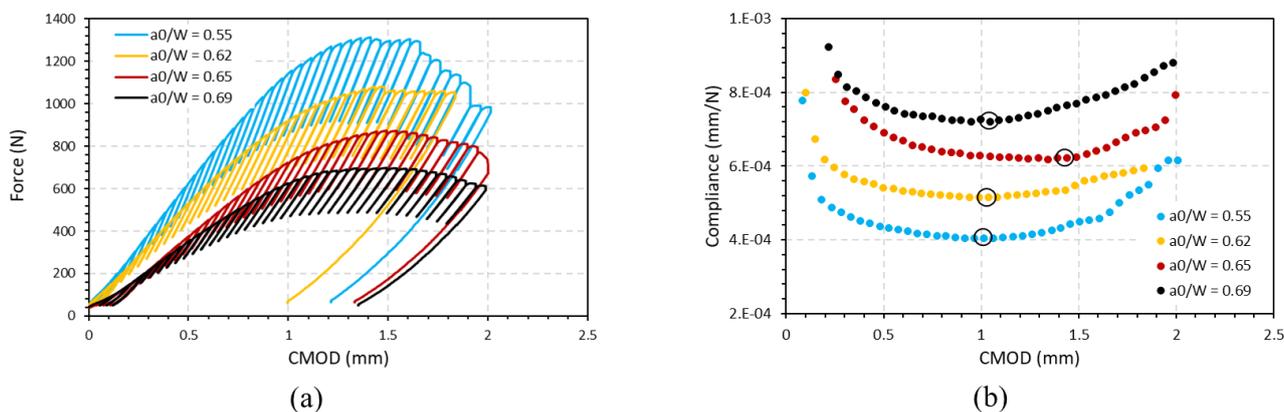
plastification des bords de l'éprouvette. Un schéma détaillé du montage et de l'éprouvette PLT de 17 mm utilisé pour tous les essais qui vont suivre sont présentés dans la section 3.2 de l'article ci-dessous (voir Fig. 3).

Les courbes Force-CMOD et Complaisance-CMOD des premiers essais de ténacité PLT réalisés sur éprouvettes de 17 mm de longueur, extraites du tube en acier 14%Cr non-renforcé, sont présentées sur la figure 58 (CMOD signifie *Crack Mouth Opening Displacement*). Une évolution anormale de la courbe force-CMOD aux premiers niveaux de chargement est observée. Il s'agit de l'inflexion de la courbe dans le régime élastique à force  $\leq 200$  N. On observe alors un pied de courbe plus visible sur les éprouvettes  $a_0/W = 0,65$  en rouge et  $0,69$  en noir sur la figure 58-a. Cette inflexion est d'autant plus progressive que le  $a_0/W$  est grand.



**Figure 57** Ensemble éprouvette PLT et mandrins d'amarrage insérés avant raccordement aux lignes de chargement de la machine de traction

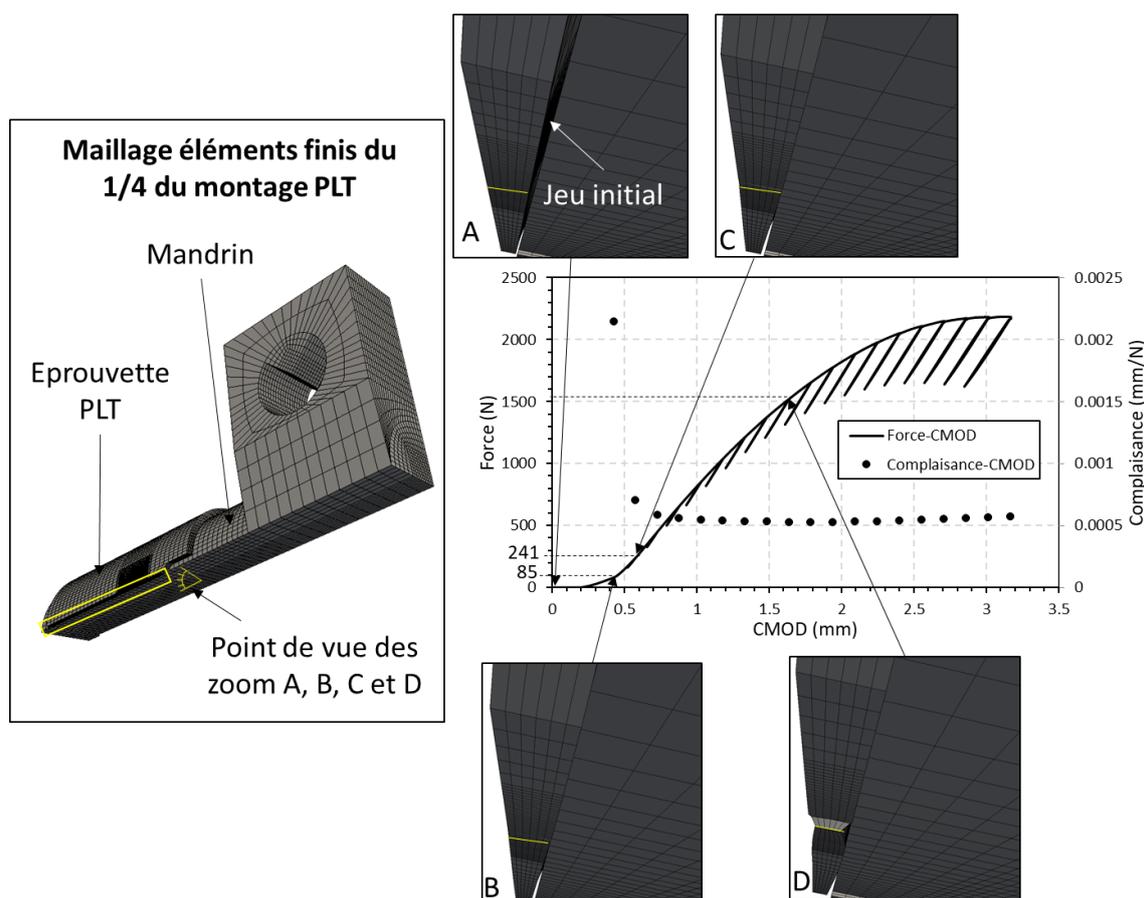
Une diminution de la complaisance aux décharges au cours du chargement jusqu'à une complaisance minimale «  $C_{min}$  » puis son augmentation avant que la fissure commence à se propager est observée aussi (voir Figure 58-b). Cette diminution de la complaisance n'est pas classique et n'est pas observée sur des essais standards.



**Figure 58** Courbes (a) Force-ouverture extensomètre et (b) Complaisance-ouverture sur éprouvettes PLT en acier non renforcé 14Cr (T77)

### Phénomène de flexion dans l'épaisseur

Afin de mieux comprendre cette évolution anormale des courbes Force-CMOD et Complaisance-CMOD (Pied de courbe Force-CMOD et diminution de la complaisance au cours du chargement) l'essai PLT est analysé par éléments finis. Les détails concernant la procédure numérique employée pour l'analyse par éléments finis de l'essai PLT (maillage, conditions aux limites et modèle de comportement mécanique) sont présentés dans la section 4.1 de l'article ci-dessous. Le maillage éléments finis du quart du montage et de l'éprouvette ainsi qu'un exemple de courbes force-CMOD et complaisance-CMOD numériques élastoplastiques est présenté sur la figure 59 (éprouvette PLT  $a_0/W = 0,61$ ).

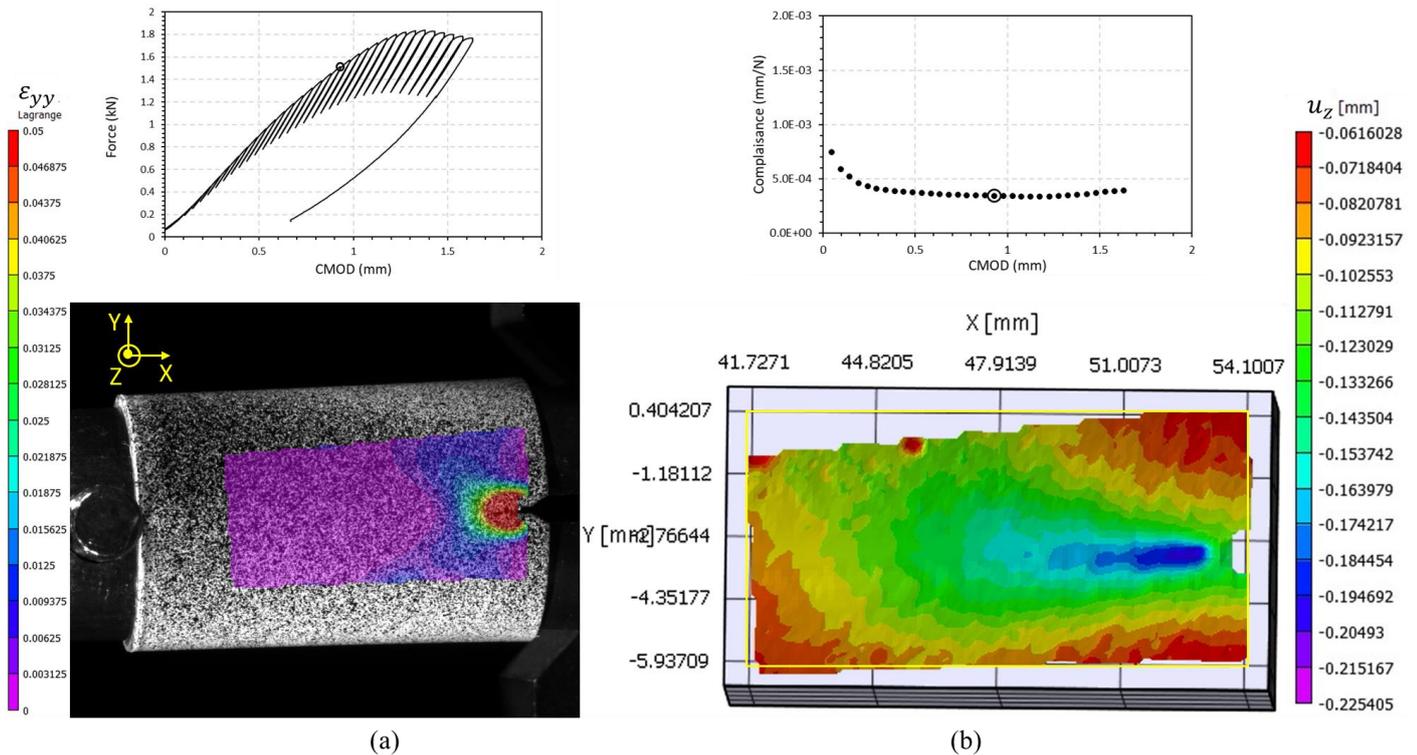


**Figure 59** Maillage élément fini du 1/4 du de l'ensemble éprouvette et mandrin d'amarrage, courbe Force-CMOD numérique de l'éprouvette PLT en T67-M2  $a_0/W = 0,61$  et Zoom maillages déformés à A (0 mm ; 0 N) , B (0,43 mm ; 85 N) , C (0,58 mm ; 241 N) et D (1,64 mm ; 1520 N)

En position initiale, un jeu existe entre la surface interne de l'éprouvette et la surface externe du mandrin (voir zoom A sur la figure 59). Plus de détails sur ce jeu sont donnés dans la section 3.2 (*Gap* sur Fig. 3-c). Au premiers niveaux de chargement (force  $\leq 200$  N), l'éprouvette PLT se déplie pour épouser la forme des mandrins jusqu'à la pointe de fissure (mise en contact progressive) donnant lieu à ces pieds de courbes (voir Zoom maillages déformés B et C sur la figure 59). Ce pied de courbe est moins visible sur les courbes Force-CMOD expérimentales car une pré-charge comprise entre 50 N et 70 N est imposée à l'éprouvette avant de lancer le chargement lors des essais. Afin de limiter cet effet, il est conseillé d'utiliser des éprouvettes dont le  $a_0/W$  est le plus petit possible (0,5 de préférence) et de minimiser le jeu initial entre l'éprouvette et les mandrins. Ceci n'élimine pas cette inflexion mais celle-ci est plus drastique dans ce cas et donc moins visible sur les courbes force-CMOD. Pour la même raison, une chute drastique de la complaisance a aussi lieu dans cette plage de chargement ( $0 \leq CMOD \leq 0,6$  sur la figure 59).

La diminution de la complaisance continue à des niveaux de chargement plus important ( $0,6 \leq CMOD \leq 1,64$  sur la figure 59) avant de converger vers un  $C_{min}$  pour un CMOD de 1,64 mm. Cette diminution moins drastique de la complaisance est due à cette mise en contact progressive qui continue au niveau du ligament non-rompu (voir zoom D sur la figure 59). Plus de détails sur ce phénomène sont donnés dans l'annexe de l'article ci-dessous. En résumé, la surface de contact continue d'augmenter au cours du chargement à force  $> 200$  N (voir figure A.1). Ceci se voit clairement sur les courbes de contraintes normales à la surface de fissuration ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) le long du ligament en peau interne, en peau externe et à mi-épaisseur sur la figure A.1 de l'annexe de l'article. Il en résulte une flexion dans l'épaisseur du ligament non-rompu (surface de fissuration) a lieu en amont du front de fissure avant que toute l'épaisseur ne soit chargée en traction. Cette flexion dans l'épaisseur a lieu de plus en plus loin du front de fissure au cours du chargement.

Afin de valider les observations numériques justifiant l'origine de cette évolution anormale de la complaisance aux décharges, en plus de l'étude par simulation éléments finis « FEA » de l'essai PLT, les essais sont suivis par corrélation d'images numériques « CIN » 3D du côté de la fissure avant selon le schéma de la figure 35. Les champs de déformation «  $\varepsilon_{yy}$  » et les champs de déplacement dans la direction Z «  $u_z$  » ou déplacement hors plan sont présentés sur la figure 60. Comme on peut l'observer sur la figure 60-b, un déplacement hors plan d'environ 200  $\mu\text{m}$  (en bleu sur l'image) a lieu au niveau de l'axe de propagation de la fissure ( $u_z = u_{rr}$  au niveau de la surface de fissuration). Cet effet confirme la flexion dans l'épaisseur observée sur la simulation par éléments finis (voir la figure A.1 en annexe de l'article PLT). La surface interne de l'éprouvette est en traction alors que la surface externe est en compression. La flexion dans l'épaisseur est maximale au niveau du plan de symétrie entre les deux demi-cylindres d'amarrage, correspondant au vide entre les deux mandrins où se situe l'axe de propagation de la fissure. Cette flexion diminue en s'éloignant de la pointe de fissure sur son axe de propagation jusqu'à inversion de la tendance à une distance supérieure à  $b/2$  du front de fissure (voir la figure A.1). La traction de la paroi externe à  $X > b/2$  n'est pas visible sur le champs de déplacement  $u_z$  car un mouvement de corps rigide a lieu en même temps.

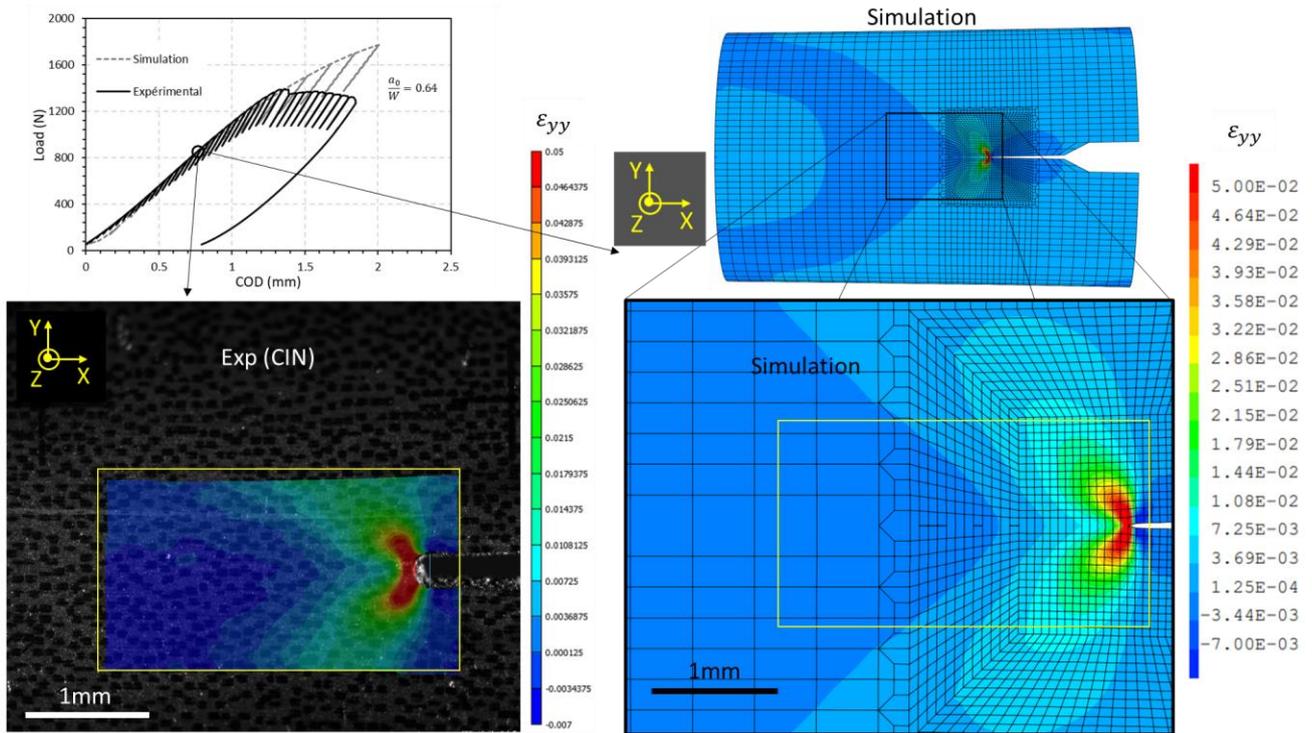


**Figure 60** (a) Eprouvette PLT avec mouchetis peinture et champs de déformation  $\epsilon_{yy}$  (b) champs de déplacement hors plan sur l'éprouvette PLT en acier 14%Cr non renforcé (T77)

### Suivi d'avancée de fissure

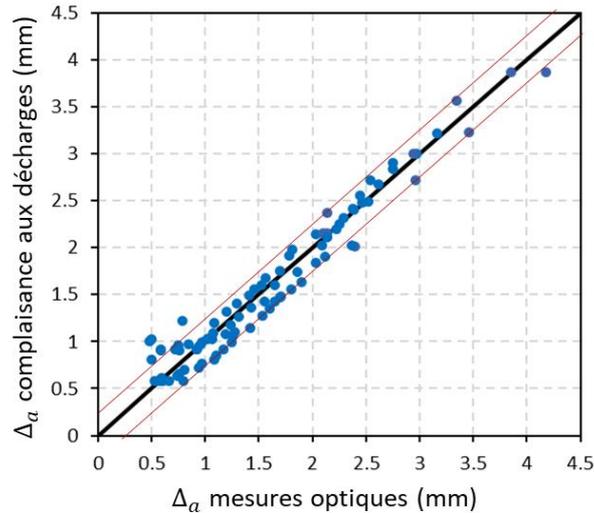
La CIN, tel qu'appliquée aux éprouvette PLT en T77 (voir Figure 60), est testée pour la mesure d'avancée de fissure mais cela s'est avéré compliqué pour deux raisons. La première est l'utilisation de peinture de fond qui a rendu compliqué le suivi de la fissure car le film de peinture n'adhère pas et se décolle comme une pellicule sur l'éprouvette. Le film de peinture continue de se déformer alors que la propagation de fissure s'est amorcée sur l'éprouvette. L'amorçage et la propagation de la fissure sont alors différés sur le film de peinture, par rapport à l'éprouvette, sous-estimant l'avancée de fissure. La seconde est la résolution insuffisante des objectifs utilisés. Des essais PLT ont aussi été réalisés sur des éprouvettes entaillées par fil électroérosion et non pré-fissurées par fatigue en T67-M2. Cette fois-ci, pour améliorer la méthode de suivi d'avancée de fissure, un mouchetis laser est utilisé pour permettre de réaliser un suivi par CIN de l'essai sans utiliser de peinture. Un objectif télécentrique avec une fenêtre d'observation de  $4.1 \times 3.5 \text{ mm}^2$  est aussi utilisé sur la caméra PCO de 5.5 MPixel pour améliorer la résolution. Ceci permet de réduire la taille de pixel et d'avoir une meilleure résolution pour la mesure d'avancée de fissure mais la profondeur de champs de cet objectif est constante et est de  $100 \mu\text{m}$  seulement. Malgré ces améliorations, à cause du déplacement hors plan qui est plus important que la profondeur de champs de la caméra (voir Figure 60) le suivi d'avancée de fissure par corrélation d'images numériques n'a pas été possible. Comme on peut le voir sur la Figure 60-b, le déplacement hors plan dans la zone proche de la pointe de fissure est d'environ  $200 \mu\text{m}$  (voir paragraphe précédent) en milieu d'essai pour une profondeur de champs de  $100 \mu\text{m}$ . Ceci a néanmoins permis de réaliser le suivi par CIN de la déformation en pointe de fissure sur des valeurs de déformation plastiques assez importantes et de valider les champs de déformation de la simulation par éléments finis (voir Figure 61). En comparant les champs de déformation  $\epsilon_{yy}$  obtenus par CIN sur T77 et T67-M2, on constate que sur T67-M2, la zone de concentration en pointe de fissure de la déformation  $\epsilon_{yy}$  est en forme d'ailes de papillon (voir CIN sur la figure 61) alors que sur T77 cette zone a une forme circulaire

(voir Figure 60-a). Ceci s'explique par le fait que le T67-M2 présente une résistance élastique plus importante et une plasticité moins importante que le T77.



**Figure 61** Comparaison des champs de déformation ( $\epsilon_{zz}$ ) obtenus par Corrélation d'Images numériques et par Simulation par éléments finis pour  $a_0/W = 0,64$

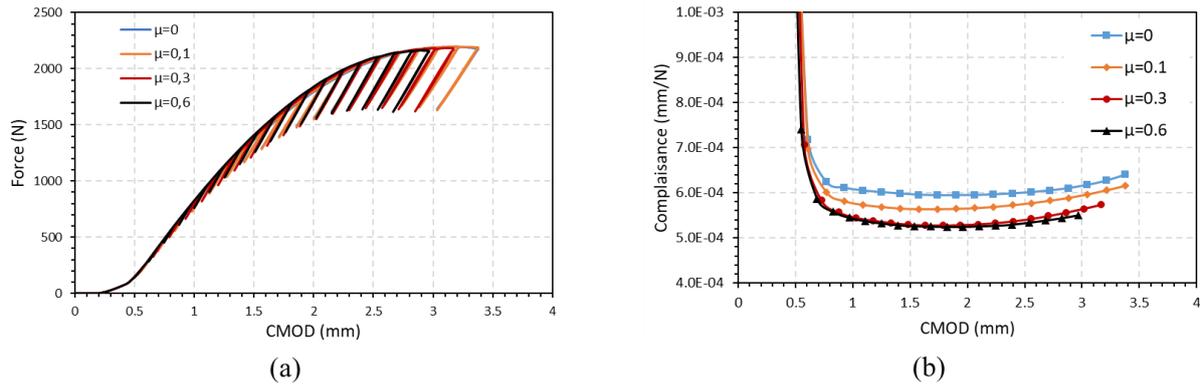
Un suivi optique simple de la fissure s'est avéré plus efficace au final (voir la figure Fig. 17 de l'article). La photo (i) en fin de phase de maintien, correspondant à la décharge élastique du cycle (i) est utilisée pour mesurer la longueur de fissure  $a_i$  et en déduire  $\Delta a_i$ . Cette façon d'opérer permet de régler la distance de travail de la caméra (distance focale) au cours de l'essai pour avoir une image la plus nette possible de la fissure et la mesurer avec plus de précision. Les avancées de fissure finales ( $\Delta a_f$ ) estimés par le suivi optique ont une précision de  $\pm 80 \mu\text{m}$  en moyenne comparées aux  $\Delta a_f$  mesurés post-fissuration sur les faciès de rupture. Ceci est dû au fait que l'amplitude de propagation de fissure ne soit pas homogène dans l'épaisseur du ligament mais en forme de chevron (voir les faciès de rupture chapitre 0). Cette hétérogénéité de propagation est abordée avec plus de détails dans le chapitre 0. Ces mesures optiques de l'avancée de fissure ( $\Delta a$  mesures optique) sont en accord avec les avancées de fissure estimées à partir de la complaisance aux décharges ( $\Delta a$  complaisance aux décharges) comme le montre la figure 62.



**Figure 62**  $\Delta a$  estimé par la méthode de complaisance en fonction  $\Delta a$  mesuré optiquement

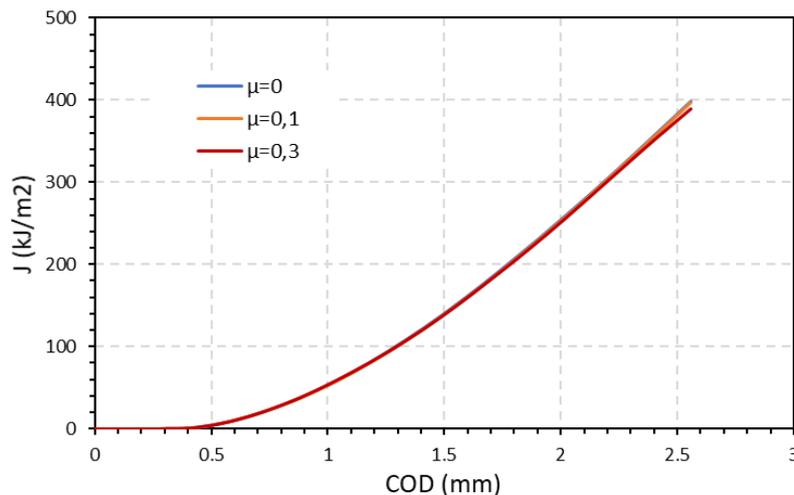
### Effet du frottement

La surface de contact entre la paroi interne de l'éprouvette PLT et les mandrins d'amarrage étant importante, il est très important de connaître l'effet de la variation du coefficient de frottement  $\mu$  sur l'évolution de la force et implicitement celle de la complaisance au cours du chargement. Une étude numérique par *FEA* est alors menée. Plusieurs simulations de l'essai PLT avec différents coefficients de frottement ont été réalisées. Le maillage, les conditions aux limites utilisées et autres détails sur la procédure numérique permettant de réaliser ses simulations sont présentés dans la section 4.1 de l'article. Le matériau est supposé isotrope. Les essais de traction réalisés sur tuiles et sur anneaux ont permis de valider l'utilisation de la contrainte de Von Mises. Une loi de comportement élastoplastique à deux écrouissages isotropes non linéaires de type Voce correspondant à celle de la gaine ODS 9%Cr et décrite par l'équation (9) est alors utilisée (voir section III.2.2). Un modèle de contact coulombien avec des coefficients de frottement de 0 ; 0,1 ; 0,3 et 0,6 est introduit entre la surface interne l'éprouvette PLT et la surface externe du mandrin d'amarrage. Des essais avec décharges élastiques ont été simulés. Les courbes force-CMOD obtenues sont présentées sur la figure 63-a. On ne constate pas d'effet notable du coefficient de frottement sur l'évolution de la force en fonction du CMOD. La force augmente légèrement avec l'augmentation du coefficient de frottement. Une variation du coefficient de frottement de  $\mu = 0$  à  $\mu = 0,6$ , implique une hausse de la force  $\Delta P$  de 3%, à CMOD égal. En ce qui concerne l'évolution de la complaisance au cours du chargement, l'augmentation du coefficient de frottement diminue la valeur de complaisance minimale atteinte au cours du chargement (voir Figure 63-b). Cette complaisance minimale  $C_{min}$  est définie dans la section 4.2 de l'article. On constate aussi sur la figure 63-b que  $C_{min}$  diminue avec l'augmentation de  $\mu$  entre 0 et 0,3 puis n'évolue presque plus entre 0,3 et 0,6. Ceci peut être dû au fait qu'au-delà d'un coefficient de frottement de 0,3, la force tangente à la surface de contact ne soit pas assez importante pour passer le pic de frottement statique alors que pour des coefficients de frottement inférieurs le frottement est dynamique (voir Annexe 6). On constate aussi que, quel que soit le coefficient de frottement, un plateau de complaisance constante est observé après avoir atteint  $C_{min}$ . Ceci est une bonne nouvelle car cela montre que la complaisance dépend surtout de  $a/W$  et pas de l'ouverture. La complaisance augmente ensuite sûrement à cause de l'érouissage de la pointe de fissure. Il faudrait sans doute ajouter une correction de rotation aussi.



**Figure 63** Courbes numériques (a) Force-CMOD, (b) Complaisance-CMOD, pour différents coefficients de frottement

L'effet du coefficient de frottement sur l'évolution de la ténacité au cours du chargement a aussi été étudié. Pour cela, l'intégrale  $J$  est déterminée pour chaque coefficient de frottement en calculant l'intégrale d'un contour grâce à la fonction  $G_\theta$  implémentée dans Cast3M [79]. La méthode employée pour le choix de la taille du domaine est détaillée dans la section 4.3.2 de l'article. On remarque alors que l'évolution de l'intégrale  $J$  est la même quel que soit de coefficient de frottement (voir Figure 64). Ce résultat va dans le sens de celui de Samal et Sanyal [69] qui ont trouvé que le coefficient de frottement avait peu d'influence sur la valeur de l'intégrale  $J$ .



**Figure 64** Evolution de l'intégrale  $J$  en fonction du déplacement d'ouverture (CMOD)

Pour conclure cette étude sur l'effet du coefficient de frottement, même si le frottement a très peu d'influence sur la courbe force-CMOD et l'évolution de la ténacité au cours du chargement, celui-ci a tout de même une influence sur l'évolution de la complaisance aux décharges au cours de l'essai. La variation de cette complaisance à la décharge en fonction de la longueur de fissure normalisée «  $a/W$  » est primordiale pour la détermination de la fonction permettant d'estimer la longueur de fissure au cours de l'essai en utilisant la méthode des complaisances (méthode mono-éprouvette). Afin de mieux simuler l'essai PLT et de déterminer les bonnes fonctions géométriques permettant son dépouillement, des essais tribologiques sont effectués en collaboration avec Arts et Métiers ParisTech, Campus de Châlons-en-Champagne afin de mesurer le coefficient de frottement entre les deux matériaux antagonistes, un tronçon semi-cylindrique de gaine en acier ODS 14%Cr et un pion cylindrique en superalliage base Nickel représentant respectivement l'éprouvette PLT et les mandrins de chargement (voir Annexe 6). Ces essais tribologiques sont réalisés à température ambiante et à 650 °C. Les coefficients de frottement trouvés valent respectivement 0,3 et 0,6 pour ces deux températures.

Pour les calculs éléments finis, les propriétés mécaniques du matériau à température ambiante et un coefficient de frottement de 0,3 sont utilisés. Comme on peut l'observer sur la figure 63,  $C_{min}$  et l'aire plastique sous la courbe n'évoluant pas ou très peu entre ces deux coefficients de frottement, les fonctions  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  alors déterminées en IV.2 dans le cadre de l'essai PLT à température ambiante sont valables pour les deux températures. Si les mandrins ou la nature de l'éprouvette venaient à évoluer de manière importante, il faudrait alors s'interroger l'évolution du coefficient de frottement identifié si une évolution importante des fonctions géométriques est engendrée. Des mesures tribologiques ont également été faites sur un alliage de Nickel revêtu d'un dépôt lubrifiant en TiAlN. Le revêtement anti-friction joue bien son rôle et diminue d'un facteur 2 environ le coefficient de frottement par rapport aux essais avec les pions non-revêtu et oxydé. Ce coefficient de frottement passe de 0,3 à 0,14 en moyenne or comme on peut le voir sur la figure 63-b la complaisance aux décharges évolue entre un coefficient de frottement de 0,1 et 0,3 puis n'évolue plus, ou très peu, entre un coefficient de 0,3 et de 0,6. Sachant que le revêtement TiAlN est amené à se dégrader au cours du temps et des essais, et donc à perdre son effet lubrifiant, ceci obligerait soit à renouveler le dépôt au bout d'un certain temps d'utilisation ou de redéfinir les fonctions  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  relatives aux nouveaux coefficients de frottement. A contrario, sur les pions non revêtus, entre l'état neuf et l'état oxydé des pions, le coefficient de frottement n'évolue pas. Ceci amène à conclure que malgré l'oxydation du montage au fil du temps et des essais à haute température, les fonctions  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  identifiées pendant cette étude restent valables tout le temps. Ces résultats, ajoutés au fait que  $C_{min}$  n'évolue pas entre 0,3 et 0,6 de coefficient de frottement, confortent le choix de ne pas utiliser de revêtement lubrifiant sur les mandrins d'amarrage permettant ainsi de déterminer un seul jeu de fonctions géométriques pour les deux températures d'intérêt (température ambiante et 650 °C).

### Courbes $J - \Delta a$

Les essais PLT sur éprouvettes entaillées (non pré-fissurées) ont été dépouillés en utilisant la méthode développée et présentée dans l'article ci-dessous.

Pour déterminer l'intégrale  $J$  totale :

- $f(a/W)$  est déterminée à partir des simulations par éléments finis élastiques à différentes longueurs de fissure comme présenté dans la section 4.3.2 de l'article ci-dessous.
- Le facteur d'intensité de contrainte «  $K_I(i)$  » est déterminé selon l'équation (5) en utilisant la fonction  $f(a/W)$  définie par l'équation (14).
- La composante élastique de l'intégrale  $J$  au point  $(i)$  «  $J_{el}(i)$  » est alors déduite de  $K_I(i)$  via l'équation (4).
- Pour  $J_{pl}(i)$ , l'équation (7) est appliquée en utilisant le facteur  $\eta_{pl}(i)$  défini par l'équation (21) et  $\gamma_{pl}(i)$  donnés par les équations (8) à partir de  $\eta_{pl}(i)$ .

Pour déterminer l'avancée de fissure  $\Delta a_i$ :

- la longueur de fissure  $a_i$  est déterminée à partir de la complaisance mesurée à la décharge  $(i)$  en utilisant l'équation (10).
- $\Delta a_i$  déduite comme la différence entre la longueur de fissure initiale  $a_0$  et la longueur de fissure estimée  $a_i$ .
- Pour les décharges précédant celle correspondant à  $C_{min}$ , l'avancée de fissure est considérée nulle car sur les éprouvettes non-pré-fissurées, que ce soit sur T77 ou T67-M2, aucune avancée de fissure n'est constatée sur le suivi optique des essais dans la phase de diminution initiale de la complaisance due à la mise en contact progressive.

Pour les points obtenus par la méthode dite *Multi-specimen* ou multi-éprouvettes, pour chaque éprouvette, la force finale obtenue à la fin de la phase de chargement du dernier cycle et  $f(a/W)$  correspondante à la longueur de fissure finale sont utilisés dans l'équation (5) pour calculer  $K_I(i)$  et en déduire  $J_{el}$ . Pour  $J_{pl}$ , c'est l'équation (6) qui est appliquée directement à ce même point final.  $\eta_{pl}$  correspondant à la longueur de fissure finale ( $a_f$ ), l'aire plastique finale et la longueur initiale du ligament non-rompu  $b_0$  sont utilisés dans cette équation.  $a_f$  est mesuré post-fissuration par microscopie optique tel que détaillé dans la section 3.4 de l'article ci-dessous. On obtient ainsi un point sur la courbe  $J - \Delta a$  par éprouvette (voir croix oranges sur la figure 65-a).

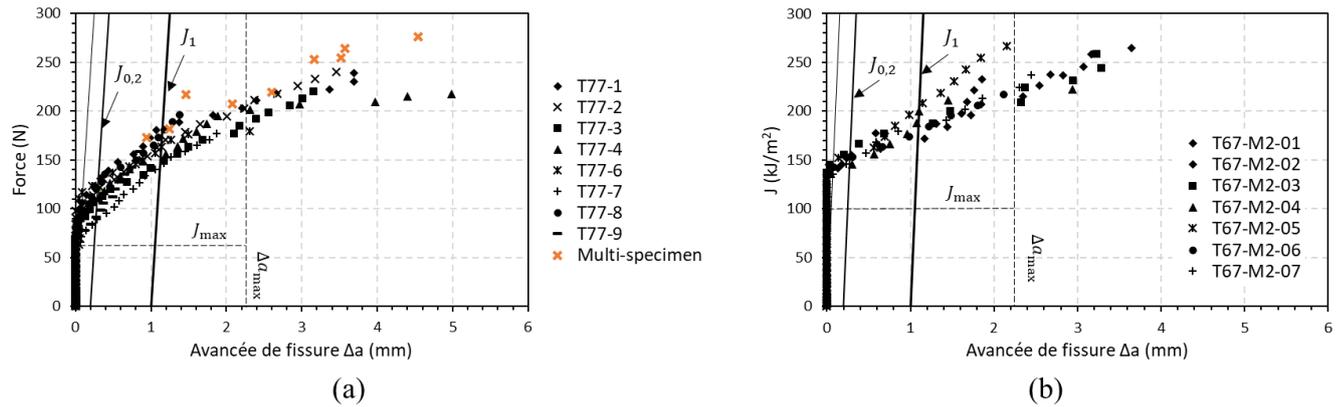
Les courbes  $J - \Delta a$  alors obtenues sur les éprouvettes PLT en T77 et en T67-M2 sont présentées sur la figure 65. On constate alors sur les courbes des deux matériaux une bonne répétabilité des résultats. Tel que préconisé par la norme ASTM E1820 [11], la ligne de construction, correspondant à la droite de pente ( $R_{p0,2} + R_m$ ) et passant par l'origine, est tracée. Cette pente, appelée aussi pente d'émoussement est de  $3,75 R_m$  dans le cas de la norme ISO 12135 [10]. Il a été fait le choix d'utiliser celle de l'ASTM E1820. Les courbes sont alors fittées par une loi puissance comme suit :

$$J = \alpha + \beta(\Delta a)^\gamma \quad (1)$$

Avec  $\alpha$  et  $\beta \geq 0$  et  $0 \leq \gamma \leq 1$

Toujours en suivant les recommandations de la norme ASTM E1820, on trace alors des lignes parallèles à la ligne de construction. D'abord, nous avons tracé les lignes d'exclusion qui sont décalées de  $\Delta a_{min} = 0,15$  et  $\Delta a_{limit} = 1,5$  mm. La projection verticale des intersections de ces deux lignes avec la loi puissance sur l'abscisse déterminent  $\Delta a_{min}$  et  $\Delta a_{limit}$ . Les points qui ne sont pas situés entre ces deux limites sont exclus. Les points dont le  $J$  est supérieur à  $J_{limit} = b_0 \sigma_Y / 7,5$  sont aussi exclus.  $\sigma_Y$  est la moyenne de la limite élastique ( $R_{p0,2}$ ) et de la contrainte maximale ( $R_m$ ) du matériau. Ces limitations sont données par la norme ASTM E1820. Dans le cas de la norme ISO 12135, les lignes d'exclusion, en plus d'avoir une pente différente, sont décalées,  $\Delta a_{min} = 0,1$  mm et de  $\Delta a_{limit} = 0,25 b_0$ . Le fit par la loi puissance est alors refait sur les points restants. L'intersection des lignes parallèles à la ligne de construction et décalées de 0,2 et de 1 mm de  $\Delta a$  avec la nouvelle loi puissance nous permettent d'identifier les paramètres d'intérêt  $J_{0,2}$  et  $J_1$  respectivement.

Les valeurs  $J_{0,2}$  et  $J_1$  alors définies doivent aussi être incluses dans une zone délimitée en terme de  $\Delta a$  et de  $J$ . Ces limites sont les mêmes pour les deux normes, ASTM E1820 et ISO12135, et représentent la capacité maximale de mesure de ténacité intrinsèque d'une éprouvette en terme d'intégrale  $J$  et de  $\Delta a$ . Elles sont notées  $\Delta a_{max}$  et  $J_{max}$  (voir équations 25 et 26). Ces limites sont tracées, pour les deux matériaux, par des lignes discontinues sur les deux courbes de la figure 65. Pour le  $\Delta a_{max}$ , ayant testé des éprouvettes avec différents  $a_0/W$ , c'est le plus petit des  $\Delta a_{max}$ , donc celui correspondant à l'éprouvette avec le plus grand  $a_0/W$ , qui est tracé. On constate alors que pour les deux matériaux, le  $J_{0,2}$  et le  $J_1$  sont supérieurs à  $J_{max}$  et donc au-delà de la capacité maximale de mesure de ténacité intrinsèque de nos éprouvettes PLT. L'éprouvette PLT n'étant pas normalisée et pas préfissuée, les deux matériaux sont tout de même comparés en terme de ténacité en utilisant  $J_{0,2}$  et  $J_1$ . Il est à noter que ces résultats ne peuvent être utilisés que de manière relative en comparant les deux matériaux testés par la même méthode.



**Figure 65** Courbes  $J - \Delta a$  d'essais PLT sur tubes (a) en acier non renforcé 14%Cr (T77) (b) en acier ODS 9%Cr (T67-M2), dépeignées suivant l'ASTM 1820

Dans les deux cas, les éprouvettes étaient entaillées et non pré-fissurées. On trouve alors que le T67-M2 présente une ténacité, en terme de  $J_{0,2}$  et de  $J_1$ , plus élevée que celle du T77 (voir Tableau 11). Ces résultats vont dans le sens de ceux obtenus en traction car le T67-M2 présente à la fois une résistance mécanique et un allongement total supérieurs au T77. On observe aussi sur la figure 65-a que la courbe  $J - \Delta a$  du T77 obéit à une loi puissance avec un exposant  $\gamma$  plus proche de 0 que de 1 dans l'équation (1) est donc une pente qui diminue avec l'augmentation de  $\Delta a$ . Par contre, la courbe  $J - \Delta a$  du T67-M2 est quasi-linéaire avec un exposant très proche de 1 (voir Figure 65-b). Ceci s'explique par le fait que le T77 présente une propagation de fissure plus stable que celle du T67-M2. Le T67-M2 présente aussi une part de  $J_{el}$  d'environ 47% dans le  $J$  total alors que pour le T77 cette part est de 36% environ. La ténacité du T77 est donc plus due à sa ductilité qu'à sa résistance mécanique tandis que pour le T67-M2 la part de la résistance mécanique dans sa ténacité est plus importante. Même si les nuances ne sont pas les mêmes, on peut conclure que, comme pour la traction, l'ajout de renforts confère au matériau une plus grande résistance mécanique au détriment de sa plasticité avec une augmentation de la proportion de  $J_{el}$ , qui dépend principalement de la charge atteinte au cours de l'essai, au détriment de  $J_{pl}$  qui dépend principalement de l'aire plastique sous la courbe force-CMOD.

Le module de déchirement, *Tearing Modulus*,  $T$  est défini par :

$$T = \frac{E}{\sigma_Y^2} \left( \frac{dJ}{da} \right) \quad (2)$$

Ce paramètre matériau représente le niveau la stabilité de propagation de fissure du matériau. La propagation est considérée plus stable lorsque  $T$  est plus grand [83].

Dans notre cas, le tearing modulus est déterminé entre 0,2 et 1 mm d'avancée de fissure et est noté  $T_{0,2-1}$ . Les valeurs de  $T_{0,2-1}$  obtenues sur les deux matériaux sont présentées dans le Tableau 11. Le tube en acier non renforcé 14%Cr (T77) présente effectivement une propagation de fissure bien plus stable avec un  $T_{0,2-1}$  trois fois plus grand que celui du tube en aciers ODS 9%Cr (T67-M2). Ceci va dans le sens des conclusions précédentes sur l'effet des nano-renforts qui diminuent la ductilité du matériau.

**Tableau 11**  $J_{0,2}$ ,  $J_1$  et Tearing Modulus obtenus sur les éprouvettes PLT non pré-fissurées en T77 et T67-M2, mesurés suivant ASTM 1820

Matériau	$R_{p0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A$ (%)	$J_{0,2}$ (kJ/m <sup>2</sup> )	$J_1$ (kJ/m <sup>2</sup> )	$dJ/da$ (MPa)	$T_{0,2-1}$
T77	585	629	4,34	114 ± 9,5	162 ± 9,1	57,4±9,3	33,2 ± 5,4
T67-M2	894	1060	11,21	150 ± 7,2	191 ± 9,7	42,7±5,7	9,9 ± 1,3

Il est à noter que les propriétés obtenues sur ces éprouvettes non-préfiissurées ne représentent pas la ténacité intrinsèque du matériau car le rayon en fond d'entaille est de 0,07 mm en début d'essai (brut d'électroérosion) ce qui n'est pas représentatif d'une vraie fissure pour laquelle le rayon en fond d'entaille est censé être nul. Pour cela, les éprouvettes doivent être préfiissurées par fatigue au préalable. Une procédure de préfiissuration des éprouvettes PLT a été développée au cours de cette thèse et les résultats obtenus sur éprouvettes préfiissurées en T67-M2 sont présentés dans l'article ci-dessous. Cette étude sur éprouvettes non-préfiissurées à tout de même permis de :

- optimiser la procédure expérimentale pour la réalisation des essais de ténacité PLT (Dimensions d'éprouvette et suivi d'avancée de fissure),
- constater la diminution anormale de la complaisance aux décharges et comprendre les phénomènes responsables de cette diminution (mise en contact progressive et flexion dans l'épaisseur).

## IV.2. Article : application et résultats de l'essai PLT sur tube en acier ODS 9%Cr

Determination of the Fracture Toughness of a 9Cr ODS steel fuel cladding using the Pin Loading Tension test.

B. Rais<sup>1,2</sup>, J. Garnier<sup>1</sup>, E. Pons<sup>1</sup>, B. Marini<sup>1</sup> and J. Besson<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Université Paris-Saclay, CEA, Service de Recherches Matériaux et procédés Avancés, 91191, Gif-sur-Yvette, France

<sup>2</sup>MINES Paris, PSL Research University, Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633, 91003 Evry, France

---

### ARTICLE INFO

*Keywords :*

*fracture toughness*

*Pin Loading Tension test*

*ODS steel fuel cladding*

*Fracture resistance curve*

### ABSTRACT

A Pin Loading Tension (PLT) test was developed to evaluate the fracture behavior of thin-walled tubes. The fracture resistance curve ( $J - R$  curve) was determined from the load-CMOD curve using the single specimen technique based on the elastic unloading method following the procedure described in the ASTM E1820-22e1 standard [11]. However, the standard does not provide the necessary functions, geometric function  $f(a/W)$  and plastic factor  $\eta_{pl}$ , to apply the methodology to the PLT test. In this work, the geometric functions needed to evaluate the crack length from the unloading compliance, which allows to highlight effects not seen in the past and the elastic and plastic parts of the  $J$ -integral were determined using finite element analysis. Special care was taken to consider the effects of contact and friction between the test specimen and the loading device. The methodology was then applied to experimentally study the crack growth resistance of a 9Cr ODS (Oxide Dispersion Strengthened) steel tube, which is a candidate material for fuel claddings of future fast-neutron reactors.

---

## 1. Introduction

Fast neutron reactors offer better efficiency in the use of fuel and reduce radioactive waste. These improvements mean severe thermomechanical solicitations for the reactor's components, especially for their fuel cladding. ODS (Oxide Dispersion Strengthened) steels are candidate materials for the fuel cladding in these reactors. These steels have been proven to have good tensile and creep resistance at the expected service temperatures [8], [25], [78]. However, one of the particularities of these high-strength alloys is their limited ductility. It is, therefore, essential to know their resistance to crack propagation to ensure the integrity of the fuel cladding and avoid radioactive contamination of the reactors' primary circuit. These claddings are thin-walled tubes : wall thickness of 0.5 mm and external diameter of 10.73 mm. They are obtained using a cold rolling process that induces significant microstructural modifications of the material. Therefore, assessing the material toughness in the final geometry of the cladding is mandatory. The ASTM E1820-22e1 standard provides guidelines for conducting tests on cracked specimens [11]. It is based on several functions to obtain the crack propagation resistance curve ( $J - R$  curve) from the force-CMOD curve. When using the unloading compliance technique,

the procedure allows determining the entire  $J - R$  curve using a single specimen. The ASTM E1820-22e1 standard [11] can be applied to C(T), DC(T), and SE(B) specimens but cannot be straightforwardly applied to thin-walled parts as it is impossible to sample standard fracture specimens from the fuel claddings due to their geometry.

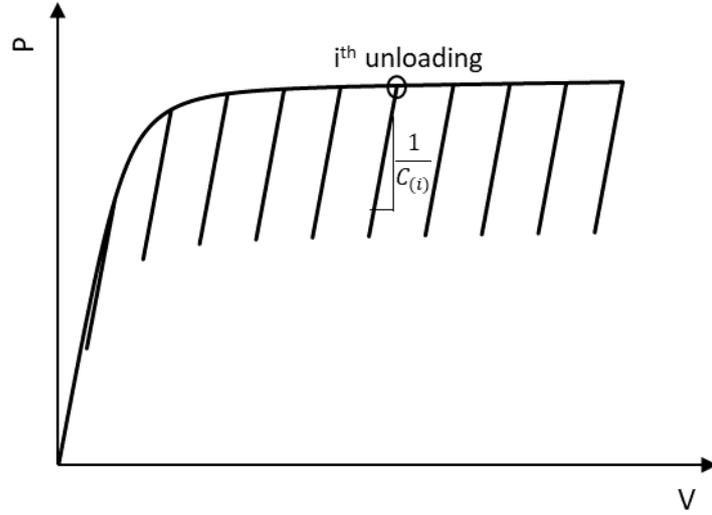
<b>Nomenclature</b>	
$A_{pl}, a, a_{(i)}, a_0, a_f$	Plastic area under load-CMOD curve, crack length, crack length at $i^{\text{th}}$ unloading, initial crack length, final crack length
$B, b, b_0$	Specimen thickness (two times the wall thickness for PLT specimen), uncracked ligament, initial uncracked ligament
$CMOD, C, C_{(i)}, C(a/W), C(T)$	Crack Mouth Opening Displacement, Compliance, Compliance at $i^{\text{th}}$ unloading, Compliance function, Compact Tension specimen
$DC(T)$	Disc Compact Tension specimen
$E, E', e$	Young modulus, Effective Young modulus $E/(1 - \nu^2)$ in plane strain and $E$ in plane stress, EDM mandrel cutting gap
$f(a/W), F_L$	Geometric function, Limit load (or maximum load)
$G(b/W)$	Terms function of crack length in the load separation theory of Ernst <i>et al.</i>
$H(V_{pl}/W)$	Term function of plastic displacement in the load separation theory of Ernst <i>et al.</i>
$J, J_{el}, J_{pl}, J_{0.2}, J_1, J_{IC}$	$J$ -integral, elastic part of $J$ -integral, plastic part of $J$ -integral, $J$ -integral at 0.2 mm of crack extension, $J$ -integral at 1 mm of crack extension, Critical mode I $J$ -integral.
$K_I, K_{J_{0.2}}, K_{IC}$	Stress intensity factor for mode I opening, Stress intensity factor corresponding to $J_{0.2}$ , Critical stress intensity factor
$P$	Load
$R_{int}, R_{mand}$	Internal radius of PLT specimen tube, Mandrel's radius
$S_{ij}, SE(B)$	Separation factor corresponding to $(P_i/P_j)$ loads for different crack lengths at the same plastic opening displacement, Single Edge Notched Bend specimen
$t$	PLT specimen's wall thickness
$u$	Normalized compliance
$V_{pl}$	Plastic CMOD
$W$	PLT test specimen's width (Distance between the load line and the end of the specimen)
$\gamma_{pl}$	Crack propagation correction factor
$\Delta a$	Crack extension
$\varepsilon_p$	Plastic accumulated strain
$\eta_{pl}$	Plastic factor
$\nu$	Poisson's ratio
$\sigma, \sigma_u, \sigma_{YS}, \sigma_Y$	Stress, Ultimate tensile strength, Yield Stress, Yield Stress and Ultimate tensile strength average

Estimating the toughness of fuel claddings in terms of Stress Intensity Factor (SIF) or  $J$ -Integral requires the design and fabrication of adapted experimental setups together with the associated procedure to process the experimental load-displacement curves. Some tests have been developed in the literature to assess the toughness of thin-walled tubes [50], [62], [64], [75], [80]. The assessment of fracture toughness of ODS steel tubes has been performed by Nitu et al. in terms of stress intensity factors [81] using the Pin Loading Tension test (PLT) proposed by Grigoriev et al. [80]. Sanyal et al. [69] also proposed multiple-specimen and single-specimen methods to evaluate the fracture toughness of Zircaloy fuel cladding in terms of  $J$ -integral using the PLT test. In their study, the single-specimen procedure was applied using the normalization method of the ASTM E1820-22e1 standard [11] to determine the  $J - R$  curve [11]. CEA PLT specimen has a different geometry compared to Zircaloy PLT specimens and ODS steel PLT specimens tested in literature (see Fig. 9). Geometric functions  $f(a/W)$  and  $\eta_{pl}$  determined by the others are not applicable to CEA PLT specimen. This requires determining adapted geometric functions.

Moreover, in previous works [81], a multi-specimen method was used and only elastic part of the fracture toughness was determined on ODS steel fuel claddings. A new procedure based on the elastic unloading technique is proposed in this paper to determine the fracture toughness of thin-walled tubes. This new procedure uses the PLT test proposed by Grigoriev et al. [80]. Section 2 recalls the ASTM E1820-22e1 standard [11] procedure to determine  $J - R$  curves using the unloading compliance technique. Section 3 details the material and the testing apparatus used in this study. In section 4, the geometric parameters required to process the experimental data to obtain the  $J - R$  curve are evaluated using the Finite Element Method (FEM). A comparison of different methods proposed on literature and adapted to determine these parameters for PLT specimen are detailed and compared. Section 5 exposes and discusses the experimental  $J - R$  curves obtained by the developed procedure on a 9Cr ODS steel tube, before concluding in section 6.

## **2. Procedure for the determination of $J - R$ curves using the unloading compliance method**

The analytical procedure for evaluating fracture toughness of materials in terms of  $J$ -integral from a single specimen is described in the ASTM E1820-22e1 standard [11]. The primary method recommended by the standard is the unloading compliance method. This method consists of performing elastic unloading cycles during the test and evaluating the instantaneous compliance  $C_{(i)}$  (Fig. 1). This compliance allows estimating the instantaneous crack length  $a_{(i)}$  and determining  $J - R$  curve from a single specimen. An alternative method was also proposed and referred to as "the normalization method". This method allows the determination of the intermediate crack lengths, without measuring them, from the normalized load, the initial crack length and the final crack length.



**Fig. 1** Example of a load-CMOD curve with partial unloading and determination of elastic compliance  
 Under Mode I loading, the  $J$ -integral is expressed as the sum of an elastic part,  $J_{el}$ , and a plastic part,  $J_{pl}$ , as:

$$J = J_{el} + J_{pl} \quad (3)$$

This additive decomposition is strictly valid if the load applied to the cracked structure can be expressed as the product of a function depending on the crack length and a function of the plastic displacement [56]. The elastic part,  $J_{el}$ , is given by:

$$J_{el} = \frac{K_I^2}{E'} \quad (4)$$

Where  $E' = E$  for plane stress, which is the case in this paper regarding the small thickness of the studied tubes, and  $E/(1 - \nu^2)$  for plane strain.  $E$  and  $\nu$  are the Young's modulus and the Poisson's ratio, respectively. The mode I stress intensity factor  $K_I$  is defined as:

$$K_I = \frac{P}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (5)$$

Where  $P$  is the applied load,  $B$  the specimen thickness,  $W$  the specimen width and  $f(a/W)$  a function given by the ASTM E1820-22e1 procedure for standard specimens.  $f(a/W)$  has to be defined for the nonstandard PLT specimen geometry. For a non-propagating crack, the relation between  $J_{pl}$  and the macroscopic plastic work is given as [54]:

$$J_{pl} = \frac{\eta_{pl} A_{pl}}{B b_0} \quad (6)$$

where  $A_{pl}$  is the plastic area under the load-displacement curve,  $B$  is the specimen thickness, used as it is when the specimen does not have Side Grooves like for PLT specimen,  $b_0$  is the initial uncracked ligament ( $b_0 = W - a_0$  where  $a_0$  is the initial crack length and  $W$  is the specimen width).  $\eta_{pl}$  is a factor that is also geometry dependent but assumed independent of loading and which relates the plastic work to  $J_{pl}$ . It also needs to be determined for the PLT specimens. When the crack grows, the area under the load-displacement curve differs from the corresponding one for a non-propagating crack. Then, to determine  $J_{pl}$ , a correction for crack extension is needed, and equation (6) is not applicable [84]. The widely used procedure to evaluate  $J$ -integral, given in standards such as ASTM E1820-22e1, is the incremental procedure that evaluates  $J_{el}$  and  $J_{pl}$  at every applied elastic unloading point, denoted  $i$ , during the test (see Fig. 1). For  $J_{el(i)}$ , equation (4) is still valid using the current crack length ( $a_{(i)}$ ) and the load corresponding to the  $i^{th}$  elastic unloading point ( $P_{(i)}$ ) in equation (5). For  $J_{pl}$ , the measured load-displacement records must be corrected for crack extension to obtain an accurate estimation. Therefore, at  $i^{th}$  elastic unloading point from load-displacement curve measurement for growing crack  $J_{pl}$  is then defined as

$$J_{pl(i)} = \left( J_{pl(i-1)} + \frac{\eta_{pl(i-1)}}{b_{(i-1)}} \frac{A_{pl(i)} - A_{pl(i-1)}}{B} \right) \left( 1 - \frac{\gamma_{(i-1)}}{b_{(i-1)}} (a_{(i)} - a_{(i-1)}) \right) \quad (7)$$

Where the correction factor  $\gamma_{(i)}$  is given as:

$$\gamma_{(i)} = \eta_{pl(i)} - 1 - \frac{b_{(i)} \eta'_{pl(i)}}{W \eta_{pl(i)}} \quad (8)$$

where  $\eta'_{pl}$  is the derivative of  $\eta_{pl}$  with respect to  $a/W$ .

The key ingredients for the experimental determination of the  $J - R$  curves are, therefore, the determination of the  $f$  and  $\eta_{pl}$  functions which are expressed as functions of  $a/W$ . The function relating compliance to crack length is also required. The ASTM E1820-22e1 standard [11] already provides these three functions for C(T), DC(T), and SE(B) specimens with some size limitations. The test must be performed in the range of  $0.45 \leq a/W \leq 0.7$ . The width of the specimen depends on its thickness, proportion ranges are  $1 \leq W/B \leq 4$  for SE(B) specimen and  $2 \leq W/B \leq 4$  for C(T) and DC(T) specimens.  $f(a/W)$  and  $\eta_{pl}$  need to be determined in the case of PLT specimens, as detailed in section 4

### 3. Material and experimental procedure

#### 3.1. Material

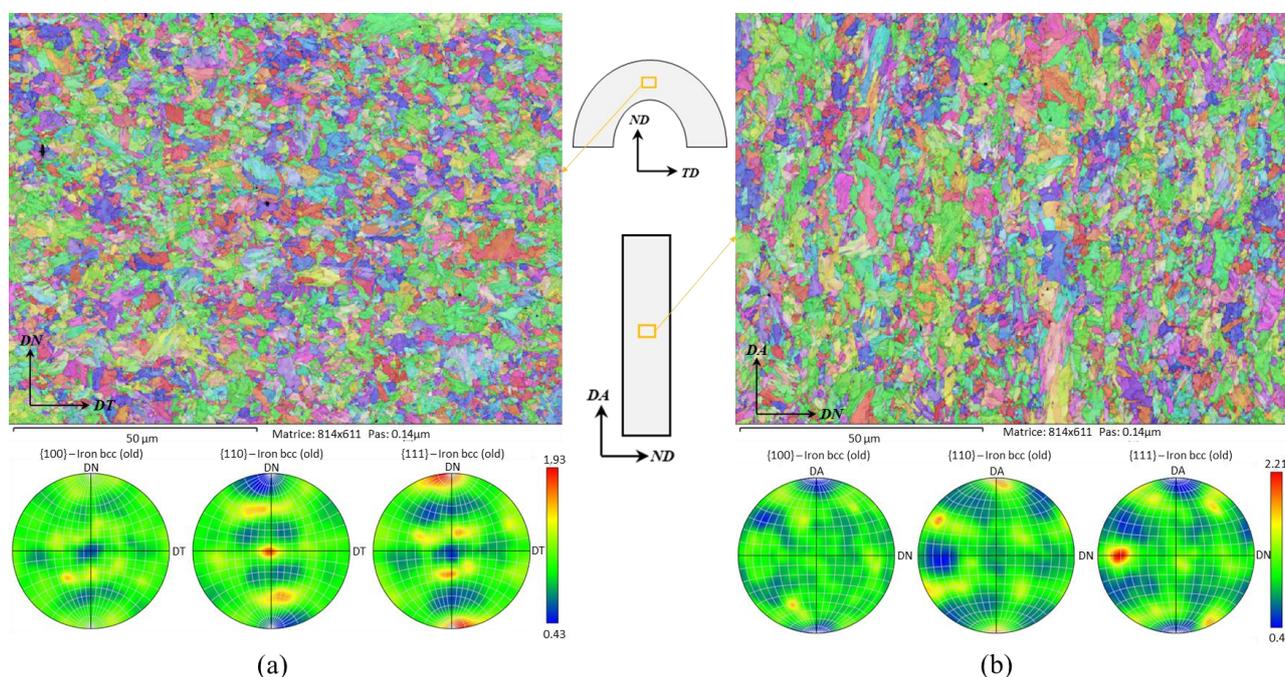
The product studied in this work is a 1000 mm long tube manufactured by the french atomic energy agency, CEA, at the Nuclear Material Department. Its inner diameter is 9.73 mm with a wall thickness of 0.5 mm. The material is a 9Cr-1W-0.3Ti-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (wt. %) martensitic ODS steel tube provided as the engineering tensile properties of the material are given in Table 1.

**Table 1** Mechanical properties of CEA 9Cr ODS steel fuel cladding at room temperature

Property	Young's modulus (GPa) [39]	Poisson's ratio	Yield stress $\sigma_{YS}$ (MPa)	UTS $\sigma_u$ (MPa)	$\sigma_Y = 1/2 (\sigma_{YS} + \sigma_u)$ (MPa)
Value	225	0.3	910	1026	968

This tube is manufactured using powder metallurgy. Hot extrusion is used for consolidation after mechanical alloying of a powder composed of a mixture of elementary powders composing the steel with a powder of yttrium oxide. The final shape is obtained by cold rolling with inter-pass heat treatments of austenitization at 1050°C for 15 min followed by a quench and a tempering at 750°C for 30 min. The microstructure of the 9% Cr ODS tube appears homogeneous in the thickness of the tube, according to the EBSD observations of the rolling plane (RD-ND) (Fig. 2-a) and transverse plane (ND-TD) (Fig. 2-b).

The microstructure shows grains of equiaxed shape with a diameter of about 1.2  $\mu\text{m}$ . Some columnar grains along the rolling direction (RD) can be observed in the RD-ND section. This morphology is the heritage of the cold rolling process applied to obtain the final geometry. The analysis of the pole figures and orientation maps in both sections (see Fig. 2) shows a weakly textured microstructure with the presence of preferential crystallographic orientations, with an alignment of the  $\langle 110 \rangle$  crystallographic axes of the grains parallel to the axial direction (RD) and  $\langle 111 \rangle$  axes parallel to the normal direction (ND). This texture, generated by the rolling process, is attenuated by inter-pass heat treatments and final tempering. This type of microstructure was already observed on martensitic ODS steels manufactured at CEA [8], [25], [85].



**Fig. 2.** EBSD Analysis of 9%Cr ODS Steel tube (a) Cross Section (b) longitudinal section

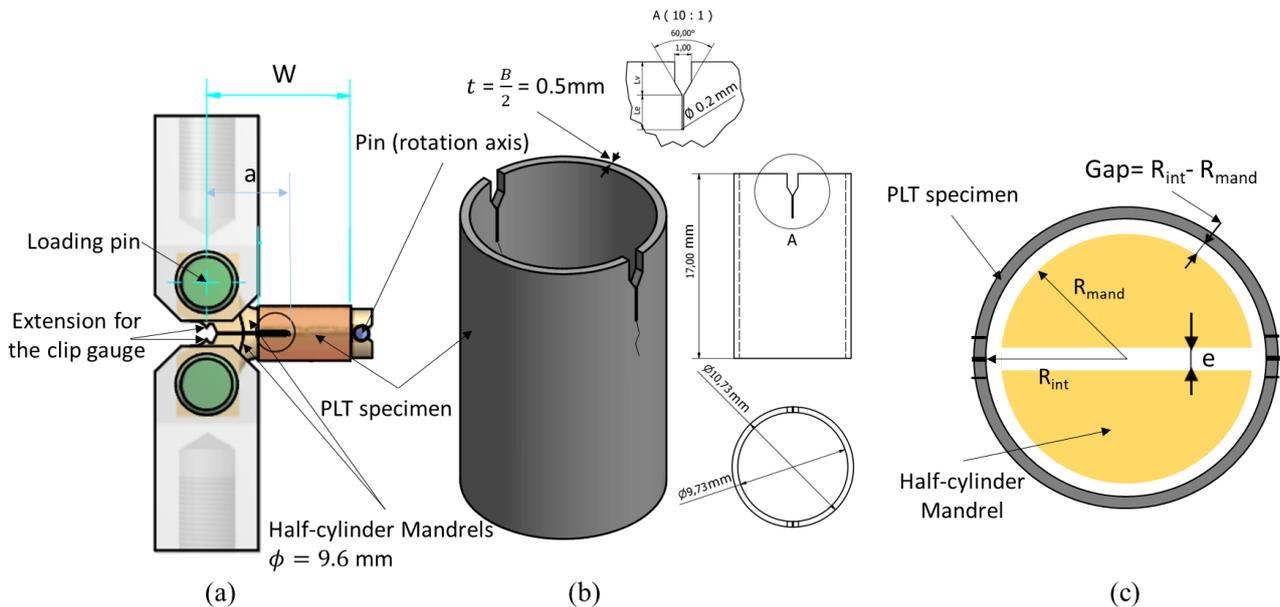
Recent ODS steels with a finer and more homogeneous precipitation have been developed at the CEA in the meantime. The average radius of  $\text{YxTiyOz}$ -type particles on these new ODS steels is of the order of a nanometer. This finer distribution of oxide particles is due to better control of the growth and coalescence kinetics of these precipitates during annealing [22], [30].

Particles of the same nature as nanometric oxide particles but with a stoichiometric composition  $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$  with a radius between 5 and 50 nm were also observed by Sakasegawa et al. [27]. More recently, on more optimized alloys manufactured at the CEA, Saliez [86], Laurent-Brocq [87] as well as Hatzoglou [88] have observed these precipitates. Other particles whose size can reach a few hundred nanometers are also present. These particles are considered undesirable because they weaken the material and promote its damage. These can be titanium oxides, carbides or nitrides [22]. Their presence is attributed to contamination during the preparation or mechanical alloying of the powders due to their presence at the grain boundaries [27], [33], [34], [78].

### 3.2. Specimen and setup configuration

Machining of the PLT specimen was performed using electro-discharge machining (EDM). The PLT specimen is a 17 mm long section of the tube. Two symmetric diametrically opposed notches were machined. The diameter of the notch root was  $0.24 \pm 0.01$  mm (Fig. 3-b). Eleven PLT specimens with different machined notch lengths were fabricated. Specimens together with notch dimensions are referenced in Table 2. The loading setup consists of two half-cylinder mandrels inserted in the specimen (Fig. 3-a).

Two holes were machined at the end of the mandrel to insert the pins and load the specimens. The distance between the load line connecting the centers of the pin holes and the crack tip is denoted  $a$  and corresponds to the crack length. The distance between the load line and the end of the specimen was considered as the specimen effective width  $W$  and equals to 28.5 mm. It should be noted that the mandrels used to load the specimen behave as extensions of the specimen length so that  $W$  is larger than the height of the machined specimens. This is an interesting feature of the experimental setup in the case where the material is scarce (*e.g.*, irradiated material). Small extensions were machined at the bottom of the mandrels to attach a clip gauge used to measure crack opening displacement (CMOD) (see Fig. 3-a). The other end of the mandrels was machined to insert a pin (diameter: 3 mm). This pin defines a rotation axis for the mandrels and blocks the translation of the specimen along the mandrel's axis during loading. The nominal radius of the mandrels is 4.8 mm. After measuring it through optical microscopy, measurements gave a mandrel radius ( $R_{mand}$ ) value of  $4.8 \pm 0.02$  mm. The internal radius of the ODS steel tube ( $R_{int}$ ) varies along his axis ( $\pm 30$   $\mu$ m). The difference between  $R_{int}$  and  $R_{mand}$  is noted  $Gap$  as shown in Fig. 3-c. The  $Gap$  values of every specimen are presented in Table 2. The mandrels were machined by cutting the full cylinder in two half-cylinders through EDM. This operation gave a second gap noted  $e$  of 0.3 mm at the initial position corresponding to the thickness of material removed during this cutting (see Fig. 3-c).



**Fig. 3.** Design of (a) loading fixture (b) PLT specimens (c) Side view of mandrels inserted in the PLT specimen ( $Gap$  induced by  $\Delta R$  between mandrel and internal surface of PLT specimen and  $e$  induced by EDM while separating the full cylinder in 2 halves)

### 3.3. Pre-cracking and testing procedure

All the PLT specimens were subjected to fatigue loading to propagate a fatigue crack and perform fracture toughness tests on specimens with sharp cracks. Fatigue pre-cracking was performed using a 5kN servo-hydraulic machine. First, cycles with a maximum stress intensity factor  $K_{\max}$  determined following equation (5) equal to  $12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  and an amplitude  $\Delta K$  equal to  $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  were applied and were decreased progressively down to about  $8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .  $K_{\max}$  was chosen so that the plastic zone radius is negligible compared to the wall thickness and fatigue precracking deformations does not interfere with toughness measurements. Fatigue crack extension was optically controlled every 3000 cycles to obtain the target crack lengths.

In some cases, differences in fatigue crack extensions at both notches exceeded 0.3 mm. The specimen was then rotated around the mandrel by  $180^\circ$  to reduce these differences. In addition, the crack front along the thickness was usually not straight. Fatigue crack extension was always larger at the inner surface of the specimen. FE simulations showed a significant stress gradient along the specimen thickness, which could explain why obtaining a straight front was difficult. In particular, opening stresses tended to be larger at the inner surface (see A.1).

Fracture toughness tests were conducted at room temperature on a 10 kN electro-mechanical testing machine. The CMOD was measured using a clip gauge. The loading program consisted of the following cycles: (i) loading at 0.1 mm/min until the CMOD increases by 0.03 mm, (ii) holding the CMOD for 60 s to allow for relaxation, (iii) unloading at 0.4 mm/min until 80% of load reached at the end of holding period, and (iv) reloading to 100% of this load at the same speed. The use of a relaxation period allows a better estimation of the unloading/loading compliance.

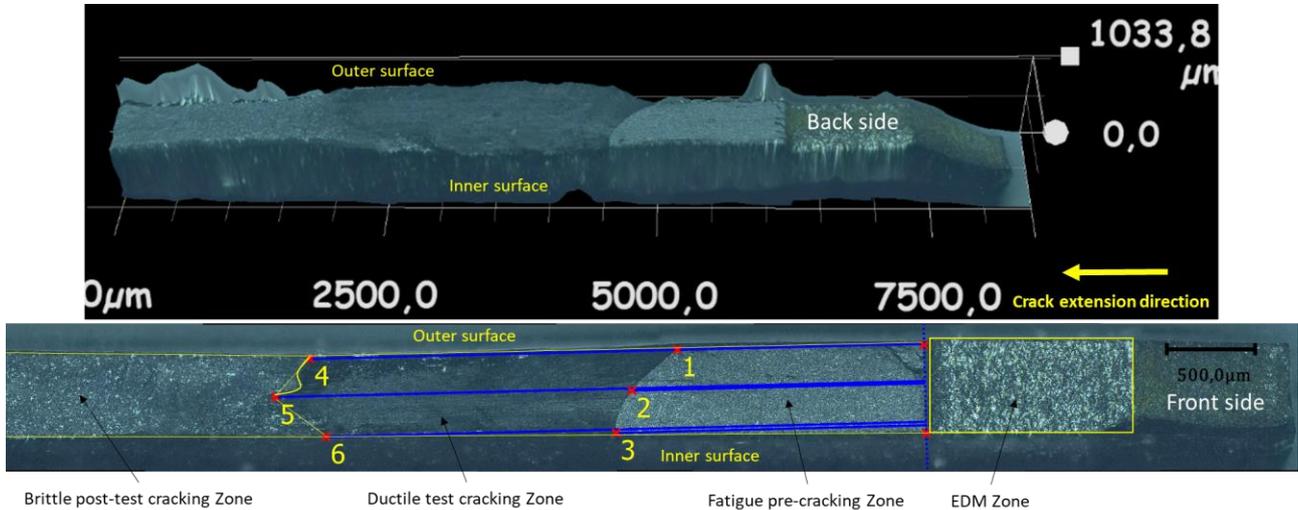
**Table 2** Details of 3-point averaged post-fracture toughness testing measurements of initial crack lengths after fatigue pre-cracking ( $a_0$ ) and final crack extensions ( $\Delta a$ )

Specimen reference	Notch lengths (mm)	Gap ( $\mu\text{m}$ )	$a_0$ after pre-cracking (mm)			$\Delta a$ (mm)		
			Front side	Back side	Average	Front side	Back side	Average
Sp.1	2	59	15.190	14.990	15.090	1.913	2.363	2.138
Sp.2	4	40	17.134	17.052	17.093	2.128	1.312	1.720
Sp.3	4	36	17.006	17.263	17.135	1.903	2.940	2.422
Sp.4	5	43	17.310	16.917	17.114	5.077	3.308	4.193
Sp.5	6	59	18.274	18.927	18.601	1.743	2.528	2.136
Sp.6	6	40	18.019	18.381	18.200	2.624	3.261	2.943
Sp.7	7	50	19.165	19.663	19.414	1.754	2.453	2.104
Sp.8	7	32	19.172	19.093	19.133	2.721	3.954	3.338
Sp.9	7	63	19.455	19.031	19.243	2.305	3.622	2.964
Sp.10	8	44	20.045	20.359	20.202	2.577	4.356	3.467
Sp.11	8	51	20.029	20.067	20.048	2.525	4.220	3.373

### 3.4. Optical measurement of crack extension

To follow the crack extension during the test, a PCO.EDGE 5.5 camera equipped with a telecentric lens (magnification  $\times 4$ ) was installed facing the specimen. The side observed with the camera is referred to as the front side; the other side is referred to as the back side. The observation area was  $4.1 \times 3.5 \text{ mm}^2$  and the pixel size was  $1.6 \mu\text{m}$ . This direct method was used to determine the crack initiation point and measure crack

extension during loading phases where the unloading compliance method is not applicable (see below). Specimens were break-open after testing by propagating the crack using the same setup until total failure of the specimen. It was done at  $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$  to highlight all the different cracking zones. The failed specimens were then observed with a Keyence optical microscope. 3D reconstructions of the cracked zones were made and crack extensions were measured from, as shown in Fig. 4.



**Fig. 4** Front and back sides failure surfaces with fatigue pre-crack and final crack extension measurement procedure

The fatigue pre-crack length and the final crack extension were then measured. After testing, the crack front of the PLT specimen was usually not straight (chevron shape in most cases, see points 4, 5, and 6 in Fig. 4). Crack lengths were measured by averaging the crack lengths on 3 points through the thickness, at the inner surface (weight:  $1/4$ ), at the outer surface (weight:  $1/4$ ), and at half-thickness (weight:  $1/2$ ). The average of the front and back sides crack lengths was then considered as the final crack length of the specimen.

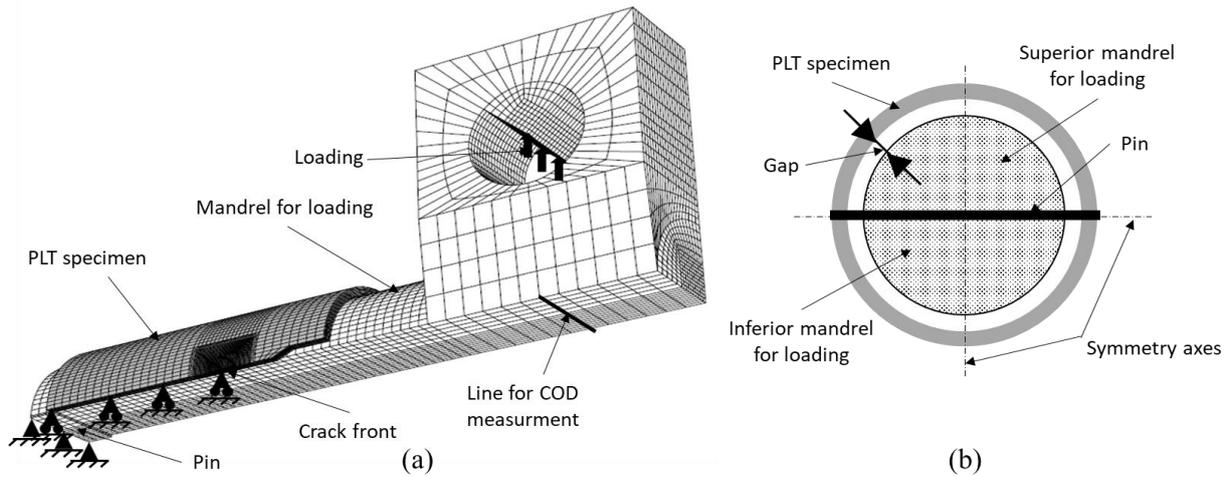
#### 4. Determination of the geometric functions $a/W(u)$ , $f(a/W)$ , and $\eta_{pl}(a/W)$

This section focuses on identifying the necessary functions for computing  $J - \Delta a$  curves from PLT tests, exploring a range of analytical and numerical methods and discussing their applicability to PLT specimens.

##### 4.1. Numerical procedures

Detailed finite element analyses of the PLT test were performed using Cast3M 21 [79], a multi-physics finite element code developed by CEA. Three functions needed to be determined. (i) The evolution of the compliance as a function of normalized crack length  $a/W$ . This function allowed estimating the crack extension during tests using the unloading compliance method. (ii) The function used to determine the stress intensity factor (and therefore the elastic part of the  $J$  integral):  $f(a/W)$ . (iii) The  $\eta_{pl}$  and  $\gamma_{pl}$  functions used to evaluate the plastic part of the  $J$  integral. All fits of the functions determined in this work were performed by polynomial regression with a coefficient of determination  $R^2 \geq 0.99$ . When needed, the order of the function was increased to obtain this value. All the methods presented in sections 4.2, 0 and 4.4 have been tested by FEA on a standard C(T) specimen in the range of  $a/W$  recommended by the ASTM E1820-22e1 standard. The determined geometric functions cited in (i), (ii) and (iii) were in accordance with the corresponding ones given by ASTM E1820-22e1 standard [11].

The finite elements (FE) mesh with the boundary and loading conditions is presented in Fig. 5-a. Due to symmetries, a quarter of the assembly was modeled using linear quasi-incompressible hexahedral elements. While the mesh was quite refined, this element type gave the same results as quadratic hexahedral elements with reduced computation time. A finite strain framework was employed based on the Jauman stress rate. The mesh was refined around the crack tip to obtain a converged macroscopic load and a detailed description of the stress field in this area. The specimen loading was imposed by the displacement of the pin axis. Contact with a friction coefficient of 0.3 was used between the internal surface of the specimen and the mandrel to describe the experimental setup realistically. This friction coefficient was determined by performing tribological tests. A radial gap of 0.065 mm was also introduced between the mandrel and the inner surface of the specimen in agreement with the design of the setup (Fig. 5-b). This gap has an important effect on the mechanical response of the setup and may, in part, be responsible for some scattering of test results.



**Fig. 5** (a) Finite element model with boundary conditions of the test setup (b) Sketch of left view of PLT assembly

The hardening behavior of the material was identified using ring tensile tests. This type of tensile test is often used to characterize the circumferential tensile properties of fuel cladding [8], [62], [89]. Based on the almost isotropic microstructure observed on the EBSD maps, the mechanical properties of the 9Cr ODS steel fuel cladding were supposed to be isotropic. Tensile tests on tiles were performed, as previously conducted by Jaumier *et al.* [42]. These tensile tests allowed to verify and confirm that the use of Von Mises stress was suitable for the material. The flow stress was represented by the following function, which includes two Voce-type laws:

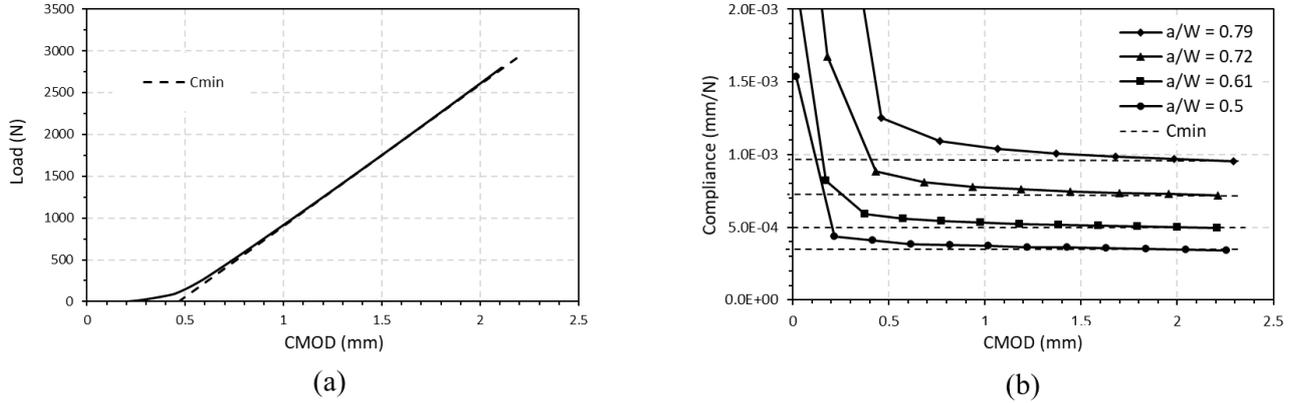
$$\sigma = 910 + 89.7(1 - e^{-492.9 \varepsilon_p}) + 180.2(1 - e^{-28.3 \varepsilon_p}) \quad (\text{MPa}) \quad (9)$$

Where  $\sigma$  is the stress and  $\varepsilon_p$  the accumulated plastic strain. The Young's modulus equals 225 GPa for the tested material and 214 GPa for the mandrel. The Poisson's ratio was set to 0.3. For elasto-plastic calculations, plastic flow is assumed to follow Von Mises plasticity criterion

## 4.2. Determination of $a/W(u)$ function

The elastic unloading compliance method consists of measuring the compliance from elastic unloads applied during the test. From the measured compliance,  $a/W$  is determined using the normalized crack length function  $a/W(u)$  given by the ASTM E1820-22e1 standard for standard specimens [11].  $a/W(u)$  is specific to the specimen geometry and had to be determined for the PLT specimens. To determine this function FE calculations

of PLT test were performed for different crack lengths. In this case, the material was considered elastic, and small strains/small displacements were assumed.



**Fig. 6** (a) Elastic Load-CMOD curve for a given  $a/W = 0.61$ . (b) Compliance-CMOD curve showing the determination of  $C_{min}$

Because of progressive contact, the Load-CMOD curve is not linear for low load levels, as exemplified in (Fig. 6-a). It is also possible to mimic the experimental procedure by performing partial unloadings during the simulation to compute the unloading compliance. It is shown that it decreases as the CMOD increases and reaches a stable value ( $C_{min}$ ) while contact between mandrel and internal surface of the specimen is fully established around the crack tip, provided the CMOD is large enough, as shown in Fig. 6-b for different values for  $a/W$ . This value is used to determine the  $a/W(u)$  function. Several FE analyses of the PLT test in a normalized crack length range of  $0.47 \leq a/W \leq 0.82$  were carried out.  $a/W$  is plotted a function of the normalized compliance  $u = C \times E \times B$  (where  $B$  is two times the wall thickness  $t$ ). The  $a/W(u)$  function is approximated by fitting a second-order polynomial equation as:

$$a/W(u) = -8.9441 \cdot 10^{-6} u^2 + 4.741 \cdot 10^{-3} u + 2.0084 \cdot 10^{-1} \quad (10)$$

Whatever the material, this function allows determining crack extension during the test for the present PLT specimen by subtracting the initial crack length  $a_0$  from the instantaneous crack length at unload ( $i$ )  $a_i$ .

*Rotation correction:* The evaluations of the compliance and the  $a/W(u)$  function are performed assuming small strains and do not reflect changes in specimen geometry due to large rotations as the test progresses. For that reason, the measured compliance must be corrected to be able to apply equation (10). The PLT specimen is loaded similarly to C(T) specimen (pin-loaded specimen in bending). It is therefore proposed to use the rotation correction proposed in the ASTM E1820-22e1 standard [11] for the C(T) specimen in the case of the PLT test. However, the material of this study does not exhibit a high toughness, so the rotation correction hardly affects the results.

### 4.3. Determination of $f(a/W)$

According to equations (4) and (5), the geometric function  $f(a/W)$  is needed to evaluate the stress intensity factor  $K_I$  and deduce  $J_{el}$ . In case of the PLT specimen, Grigoriev et al. [80], Sanyal and Samal [90], Alvares Holston et al. [82], and Nitu et al. [81] proposed geometry-dependent functions for their PLT specimens. The  $f(a/W)$  functions proposed by these authors are applicable to their specific specimen geometry. In this study, a suitable geometric function was evaluated for the used specimen geometry. Simulations already performed to evaluate the compliance (section 4.2) can be used for that purpose.  $f(a/W)$  is evaluated for the linear part of the Load-CMOD curve. To calculate the geometric function, Grigoriev et al. [80] used a method based on

compliance and hereafter referred to as the "Compliance method". A second method, used, *e.g.*, by Cravero and Ruggieri [91], is based on the direct evaluation of the  $J$  integral. It will be referred to as the " $G_\theta$  method" [92]. In this section, both methods are applied and compared.

### 4.3.1. Compliance method

This method consists in determining the evolution of the compliance as a function of  $a/W$  and deducing the geometric function from  $C(a/W)$  using the following equation:

$$f(a/W) = \sqrt{\frac{BE}{2} \frac{\partial C}{\partial \left(\frac{a}{W}\right)}} \quad (11)$$

The compliance ( $C_{min}$  in the present case, as shown in Fig. 6-b,) is first approximated by the following fitted polynomial:

$$C(a/W) = \frac{1}{EB} \left[ 18\,234.5 \left(\frac{a}{W}\right)^4 - 43\,784.1 \left(\frac{a}{W}\right)^3 + 39\,739.5 \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 15\,779.6 \frac{a}{W} + 2\,360.5 \right] \quad (12)$$

for values of  $a/W$  between 0.47 and 0.82. The fitted function is shown in Fig. 7. The geometric function  $f(a/W)$  is then given following equation (13) as:

$$f(a/W) = \sqrt{\left( \frac{1}{2} \left( 72\,938.1 \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 131\,352.3 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 79\,479.1 \left(\frac{a}{W}\right) - 15\,779.6 \right) \right)} \quad (13)$$

It is plotted in Fig. 9.

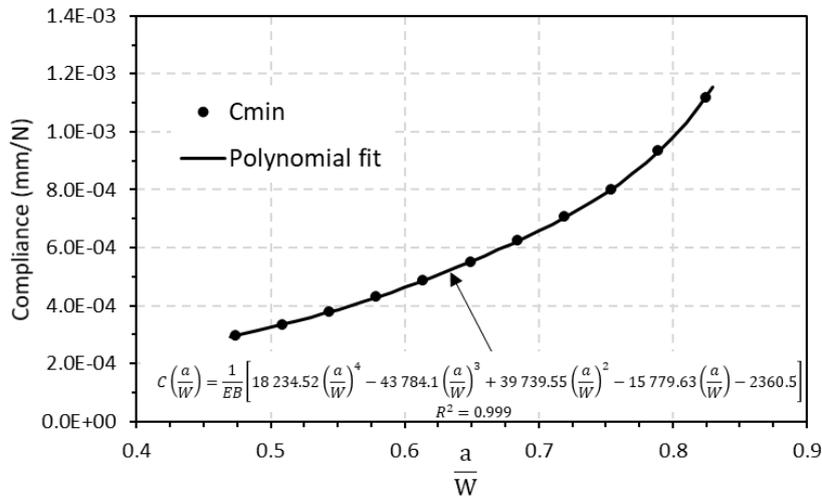


Fig. 7  $C_{min}$  as function of  $a/W$  plot and polynomial fit of  $C(a/W)$

### 4.3.2. $G_\theta$ method

This method consists in calculating the  $J$ -integral using a domain integral ( $G_\theta$  method) implemented in Cast3M 21 [79]. The chosen integration domain has little influence on the computed  $J$  values as the simulation assumes elastic behavior. From the evaluation of  $J$ ,  $K_I$  can be directly determined using equation (4).  $K_I$  is plotted as a function of  $P/B\sqrt{W}$  in Fig. 8. The relation between both quantities is not linear for first load levels due to the progressive formation of the contact area between the specimen and the mandrel (see appendix). The linear part of the curve is used to determine  $f$  for the considered crack length. Note that contact formation appears to have

less effect on the linear relation between  $K_I$  and  $P/B\sqrt{W}$  than between Load and CMOD (see Fig. 6-a). Values for  $f(a/W)$  for the different analyzed crack lengths are then plotted (see Fig. 9) and fitted by 3<sup>rd</sup> order polynomial equation as:

$$f(a/W) = 709.76 \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 1277.06 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 792.90 \left(\frac{a}{W}\right) - 155.12 \quad (14)$$

with a coefficient of determination such that  $R^2 \geq 0.99$ .

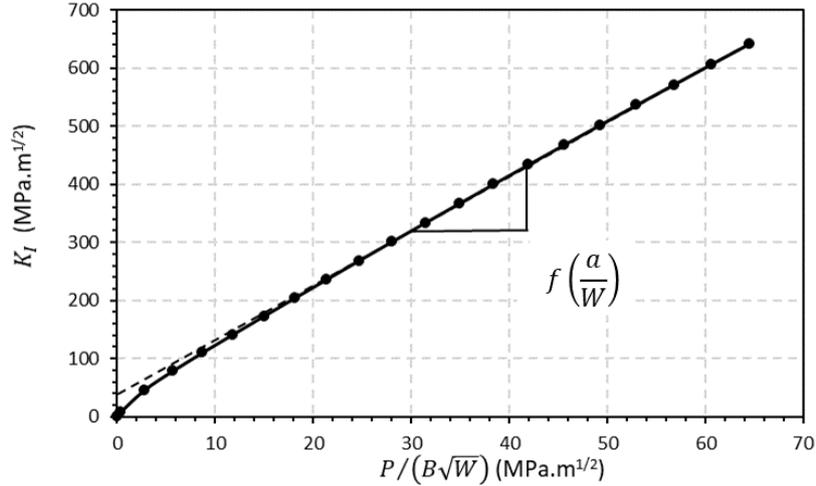
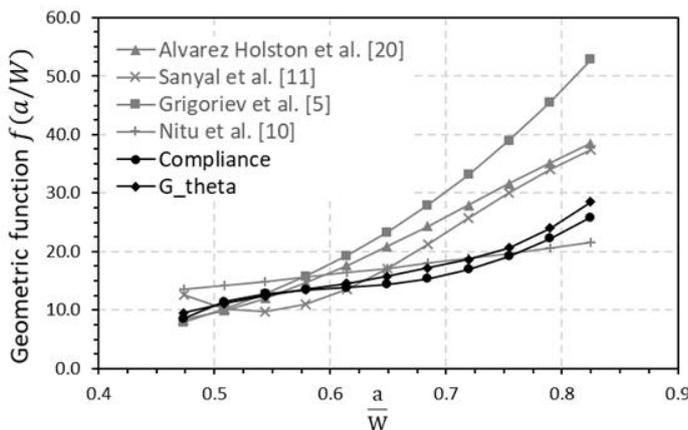


Fig. 8 Geometric function determination for  $a/W = 0.47$

### 4.3.3. Comparison of the $f(a/W)$ functions and discussion

Values of  $f$  as a function of  $a/W$  for CEA PLT specimen geometry are plotted in Fig. 9 and compared with those obtained in the literature for different PLT geometries (the dimensions are recalled in the table in Fig. 9). The comparison of the values for the geometry of this study obtained with both methods (compliance and  $G_\theta$ ) is also given Fig. 9. Some small differences exist and it is believed that the “ $G_\theta$  method” provides more reliable results as the values for  $f$  are directly obtained from the FEA whereas the “compliance method” uses the derivative of a fitted function. This is known to lead to systematic errors [93].



PLT Specimen	Wall thickness $t$ (mm)	External diameter $D$ (mm)	Tube length $L$ (mm)
CEA (this study)	0.5	10.73	17
Alvarez Holston et al. [20]	0.57	9.5	13
Sanyal et al. [11]	0.9	14.2	13
Grigoriev et al. [5]	0.57	/	13
Nitu et al. [10]	0.6	10.9	10

Fig. 9 Comparison of geometric functions determined by compliance method and  $G_\theta$  method to those proposed in the literature (PLT specimens dimensions are referenced in the table at the right)

## 4.4. Determination of $\eta_{pl}$

As presented in section 2, the plastic factor  $\eta_{pl}$ , and the correction factor  $\gamma_{pl}$  in case of a propagating crack, are needed to calculate  $J_{pl}$ . These factors are geometry dependent and have to be determined for nonstandard specimens. Some methods allowing the determination of these factors were proposed in the literature. Sharobeam and Landes [59], [60] proposed a method using the load separation theory of Ernst et al. [94] to determine  $\eta_{pl}$  when the plastic deformation is confined to the remaining ligament, which is the case for PLT specimens made of 9Cr ODS steel. This method is referred to as the “ $S_{ij}$  method”. Based on the same theory Sanyal et al. [69] used the “limit load” method” to determine  $\eta_{pl}$  and  $\gamma_{pl}$  and determine  $J - R$  curve of a Zircaloy fuel cladding using the PLT test [84]. Previously, Grigoriev et al. [48] had determined the  $J - R$  curve for the same material using the PLT, but they used the  $\eta_{pl}$  and  $\gamma_{pl}$  functions for C(T) specimens. A third method, consists of directly computing  $J$  from a domain integral ( $G_\theta$  method in this work) to determine  $\eta_{pl}$ . This method is, e.g., used by Cravero and Ruggieri [91]. Once  $\eta_{pl}$  is determined,  $\gamma_{pl}$  can be deduced using equation (8). To determine  $\eta_{pl}$  (whatever the method), the mesh and boundary conditions shown in Fig. 5-a are still used. A finite strain framework accounts for plasticity (flow stress given by equation (9)). In all cases,  $\eta_{pl}$  is determined for  $a/W$  between 0.47 and 0.82.

### 4.4.1. $S_{ij}$ method

This method was proposed by Sharobeam and Landes [59], [60] and was validated on several materials for different standard fracture mechanic specimens geometries. It is based on the load separability theory of Ernst et al. [94], [95] that stipulate that the  $\eta_{pl}$  factor only exists if  $P$  can be represented in a separable form as follow:

$$P\left(\frac{b}{W}; \frac{V_{pl}}{W}\right) = G\left(\frac{b}{W}\right) \times H\left(\frac{V_{pl}}{W}\right) \quad (15)$$

Where  $b$  is the ligament size ( $b = W - a$ ), and  $V_{pl}$  the irreversible (plastic) CMOD.  $G$  and  $H$  are two functions that are *a priori* unknown. They then introduced a separation parameter  $S_{ij}$ . This parameter is the ratio between loads for specimens with different crack lengths at the same plastic displacement. In the case of a non-propagating crack, for two specimens with uncracked ligament lengths  $b_i$  and  $b_j$ ,  $S_{ij}$  is constant whatever the plastic displacement and can be written referring to equation (15) as

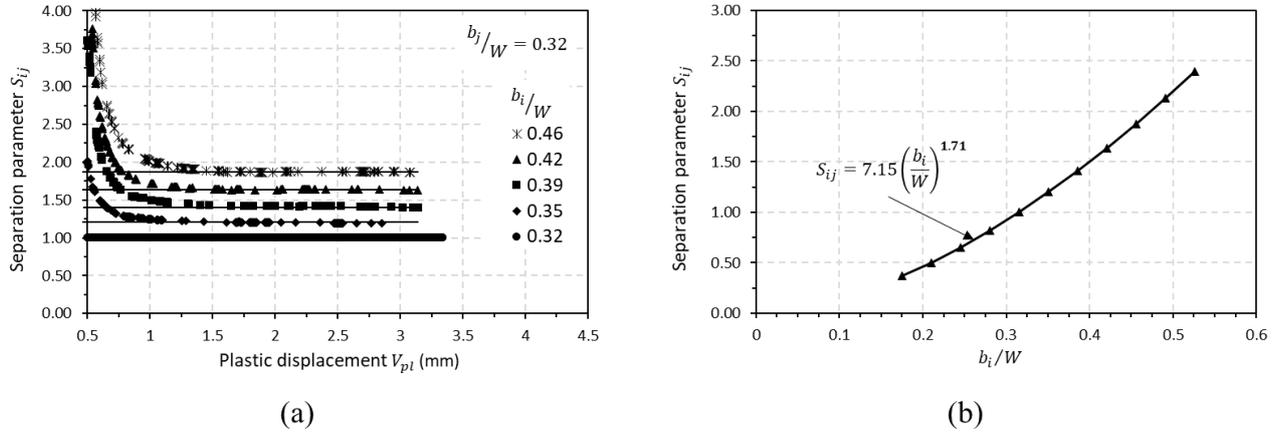
$$S_{ij} = \frac{P\left(\frac{b_i}{W}; \frac{V_{pl}}{W}\right)}{P\left(\frac{b_j}{W}; \frac{V_{pl}}{W}\right)} = \frac{G\left(\frac{b_i}{W}\right) H\left(\frac{V_{pl}}{W}\right)}{G\left(\frac{b_j}{W}\right) H\left(\frac{V_{pl}}{W}\right)} = \frac{G\left(\frac{b_i}{W}\right)}{G\left(\frac{b_j}{W}\right)} \quad (16)$$

They demonstrated that, for a constant reference value for  $b_j/W$ ,  $S_{ij}$  can be written as

$$S_{ij} = Constant \times \left(\frac{b_i}{b_j}\right)^{\eta_{pl}} = \left(\frac{b_i}{b_j}\right)^{\eta_{pl}} \quad (17)$$

The following procedure can then be applied to determine  $\eta_{pl}$ . (i) Select a reference uncracked ligament length  $b(j)$ . (ii) Determine  $S_{ij}$  by plotting the ratio of the loads for two uncracked ligament lengths  $b_i$  and  $b_j$  as a function of  $V_{pl}$ . The curve should reach a constant value for sufficiently high values of  $V_{pl}$ . Note that,  $S_{jj} = 1$ . (iii) Plot the asymptotic separation parameter  $S_{ij}$  for different values of  $b_i/W$  and fit a power law function according to equation (17) to obtain  $\eta_{pl}$  which corresponds to the exponent of the power law. The procedure is applied in Fig. 10-a.  $S_{ij}$  varies until it converges to a constant value when the plastic displacement is larger than 1 mm. The fit of the power law leads to a  $\eta_{pl}$  parameter equal to 1.71 (Fig. 10-b). Note that this procedure

always leads to a constant value for  $\eta_{pl}$ . This method is therefore suitable for situations where  $\eta_{pl}$  remains constant with respect to  $a/W$  (e.g.,  $SE(B)$  specimens) or exhibits a weak dependence ( $C(T)$  specimens). Consequently, using equation (8):  $\gamma_{pl} = \eta_{pl} - 1 = 0.71$ .



**Fig. 10** (a) Separation parameters for a reference ligament length  $b_j/W = 0.32$ . (b) Power law fit of the separation parameter and determination of  $\eta_{pl}$

#### 4.4.2. Limit load ( $F_L$ ) method

The limit load method has been validated on standard specimens by Anderson et al. [84]. Sanyal et al. [69] used this method to determine  $\eta_{pl}$  of their PLT specimens and to assess the fracture toughness of Zircaloy-4 fuel cladding. To apply this method, the expression of limit load  $F_L$  as a function of normalized crack length  $a/W$  is required. This function is assumed to be expressed using the following form:

$$F_L = \sigma_Y B W g\left(\frac{a}{W}\right) \quad (18)$$

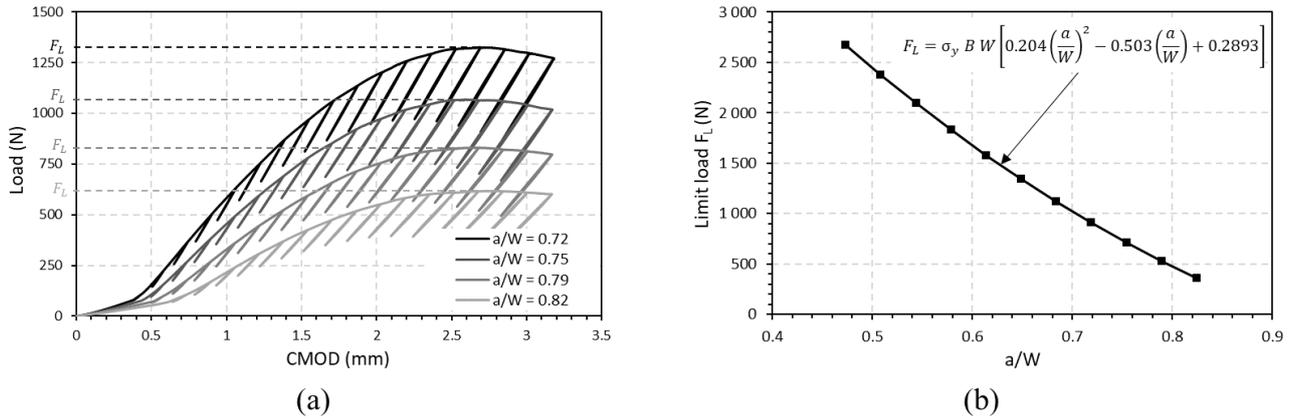
where  $\sigma_Y$  is the flow stress corresponding to the average value between  $\sigma_{YS}$  (yield stress) and  $\sigma_u$  (ultimate tensile strength), and  $g(a/W)$  a function dependent of  $a/W$ .

Then using  $F_L(a/W)$  determined from elastoplastic FEA (see Fig. 11-a), the expression  $\eta_{pl}$  is determined from the following equation

$$\eta_{pl} = -\left(1 - \frac{a}{W}\right) \frac{1}{F_L} \frac{\partial F_L}{\partial (a/W)} \quad (19)$$

To apply this method, the limit loads obtained using finite element simulation of the PLT test for various crack lengths are plotted as a function of  $a/W$ . The resulting plot is shown in Fig. 11-b. This plot allows fitting the  $g(a/W)$  function as a polynomial.  $\eta_{pl}$  is then expressed as follows, using equation (19)

$$\eta_{pl} = \left(1 - \frac{a}{W}\right) \frac{0.503 - 0.408 \left(\frac{a}{W}\right)}{0.204 \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 0.503 \left(\frac{a}{W}\right) + 0.2893} \quad (20)$$



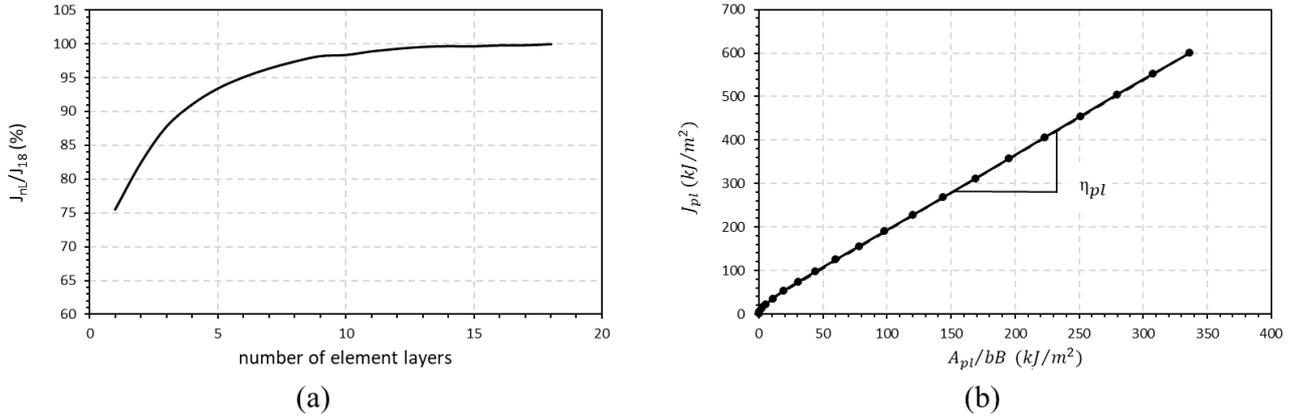
**Fig. 11** (a) Limit load determination from FEA (b) 2<sup>nd</sup> order polynomial fit of Limit Load as a function of  $a/W$

### 4.4.3. $G_\theta$ method

This method is based on the calculation of the  $J$ -integral from a domain integral using the  $G_\theta$  method already used above to determine  $f(a/W)$ . However, for an elastoplastic material as it is supposed here, the determined  $J$ -integral is the total  $J$  and has an elastic part and a plastic part  $b$ . By introducing the plasticity and large strains in the mechanical model, the  $J$ -integral determined by the  $G_\theta$  method becomes more dependent on the integration domain than for the case of the elastic/small strains. The integration domain size was varied by taking different layers of elements. When taking a large enough domain for a given  $a/W$ , the value of the  $J$ -integral converges as shown in Fig. 12-a. The converged value of the  $J$ -integral is then taken into account in the analysis.  $J_{el}$  is calculated using the geometric function determined from the elastic FE analysis (FEA) (see section 4.3.2).  $J_{pl}$  is then calculated from equation (3). For a constant  $a/W$ , the evolution of  $J_{pl}$  as a function of the plastic area ( $A_{pl}$ ) under the load-CMOD curve is supposed to be linear. As in the elastic case, the linearity of this curve is affected by progressive contact for the first loading steps. It becomes linear for higher levels and, being in static crack condition, its slope is  $\eta_{pl}$  multiplied by the constant value  $1/Bb$  as shown in (Fig. 12-b).

The different values of  $\eta_{pl}$  determined for different  $a/W$  are then plotted and fitted (see  $G_\theta$  plot in Fig. 13-a). The polynomial fit of the plot gives the following  $\eta_{pl}$  function

$$\eta_{pl} = 3.2674 \left( \frac{a}{W} \right)^2 - 3.382 \left( \frac{a}{W} \right) + 2.5622 \quad (21)$$

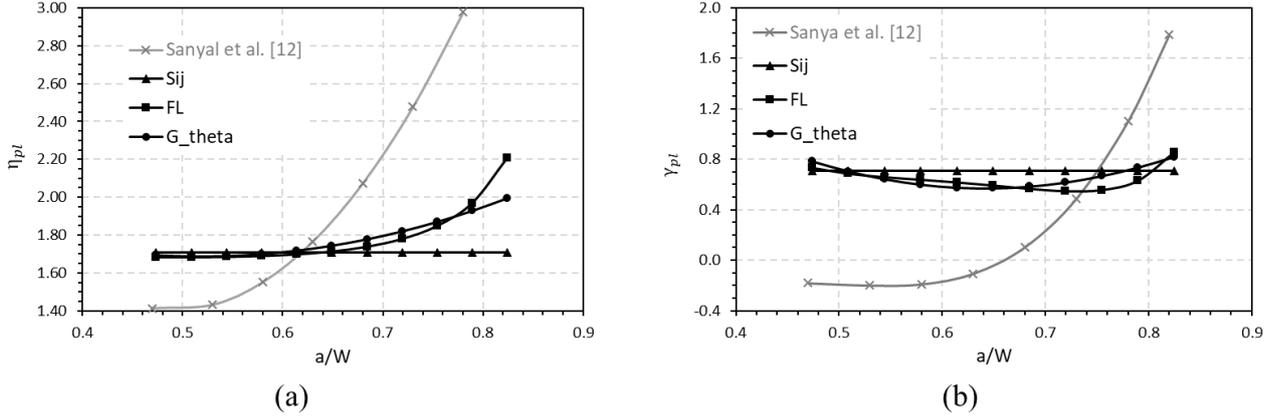


**Fig. 12** (a) Relative  $J$ -integral as a function of the number of element layers (b)  $\eta_{pl}$  determination from the domain integral for  $a/W = 0.61$ .

#### 4.4.4. Comparison of the plastic and correction factors and discussion

Three different methods have been applied to determine  $\eta_{pl}$ . The different fitted functions are plotted together with the results obtained by Sanyal et al. [69] for their specific PLT setup in Fig. 13-a. The results of Sanyal et al. [69] were checked using the “ $G_{\theta}$  method” which gave similar results. The three methods give relatively equivalent  $\eta_{pl}$  values for the PLT specimen of this study. However the geometry used by Sanyal et al. [69] appears to be more sensitive to  $a/W$ . The  $S_{ij}$  method leads to a constant value for  $\eta_{pl}$ . It is therefore a suitable method in the case where  $\eta_{pl}$  is not very sensitive to  $a/W$ . In the case of PLT specimens,  $\eta_{pl}$  is constant within the range of  $0.45 \leq a/W \leq 0.65$  whatever the method used for its evaluation (refer to Fig. 13-a). Consequently, the  $S_{ij}$  method can be effectively applied only within this particular range. It can also be applied directly to experimental data (see Sharobeam and Landes [59], [60]) when the material is ductile enough. The limit load method is also a suitable method that can also be applied to experimental data to determine  $\eta_{pl}$  if the material is ductile enough so that the maximum load is reached before crack initiation. It also provides an  $\eta_{pl}$  factor that varies as a function of  $a/W$  but relies on the derivative of a fitted function. The “ $G_{\theta}$  method” seems to be a more suitable method to determine  $\eta_{pl}$  for PLT specimens for the present material which exhibits early cracking. It must be applied only using elastoplastic FE analysis of the test. In the case of the material of this study, which shows limited ductility, the two first methods cannot be experimentally applied to determine  $\eta_{pl}$ . However, the three methods are suitable when applied using FEA and give equivalent plastic factors as shown in Fig. 13-a.

The different  $\gamma_{pl}$  are calculated using the different  $\eta_{pl}$  functions using equation (8). As for  $\eta_{pl}$ , the three methods give equivalent  $\gamma_{pl}$  factors (see Fig. 13-b). The different determined  $\eta_{pl}$  and  $\gamma_{pl}$  give very similar  $J - R$  curves when applied to the experimental data.



**Fig. 13** (a) Comparison of the  $\eta_{pl}$  factors as a function of  $a/W$  (b) Comparison of the  $\gamma_{pl}$  factors as a function of  $a/W$

### 4.5. Accounting for non-linearities due to contact between the specimen and the mandrels

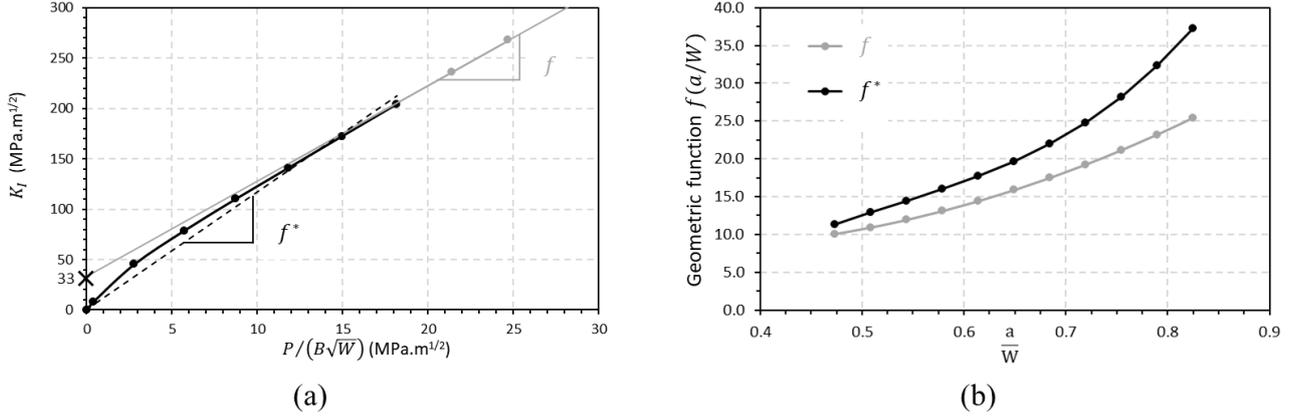
As mentioned in section 4.3.2,  $K_I$  is not a linear function of  $P/B\sqrt{W}$  at low loads due to the increase in the contact area between the specimen and the mandrels. In this previous section,  $f$  was evaluated considering the linear part of the curve corresponding to high values of  $K_I$ . As the ODS 9Cr steel shows a limited toughness, measured toughnesses (see section 5) lie in the region where contact affects the values of  $f$  as the maximum value of  $K_I$  is  $230 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . It can be observed in Fig. 14-a ( $a/W = 0.47$ ) that the error in the estimation of  $K_I$  can be up to  $33 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  which corresponds to the interpolated value of  $K_I$  at zero load (cross in Fig. 14-a). This value is about 30% of the maximum value of the “elastic”  $K_I$  reached during experimental tests. To quantify the effect of the initial fit, new values for  $f$  and  $\eta_{pl}$  are computed in the following by limiting the fit to low values of  $K_I$ . They are referred to as  $f^*$  and  $\eta_{pl}^*$ .

#### Determination of $f^*(a/W)$

$f^*$  is computed for values of  $K_I$  between the origin and the point at which  $K_I = 200 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  which is the average maximum value of  $K_I$  obtained during the test using the original functions  $f$  and  $\eta_{pl}$ . A linear regression is used (dashed line in Fig. 14-a) with a determination coefficient equal to 0.988. The method is applied to different  $a/W$  in the range of 0.47 to 0.82 to determine the function  $f^*(a/W)$  as follows:

$$f^*\left(\frac{a}{W}\right) = 434.383 \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 695.761 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 414.764 \left(\frac{a}{W}\right) - 75.243 \quad (22)$$

As shown in Fig. 14-b,  $f^*(a/W)$  is larger than  $f(a/W)$  as the initial slope is higher than the slope of the asymptote reached for high  $K_I$  (in Fig. 14-a).



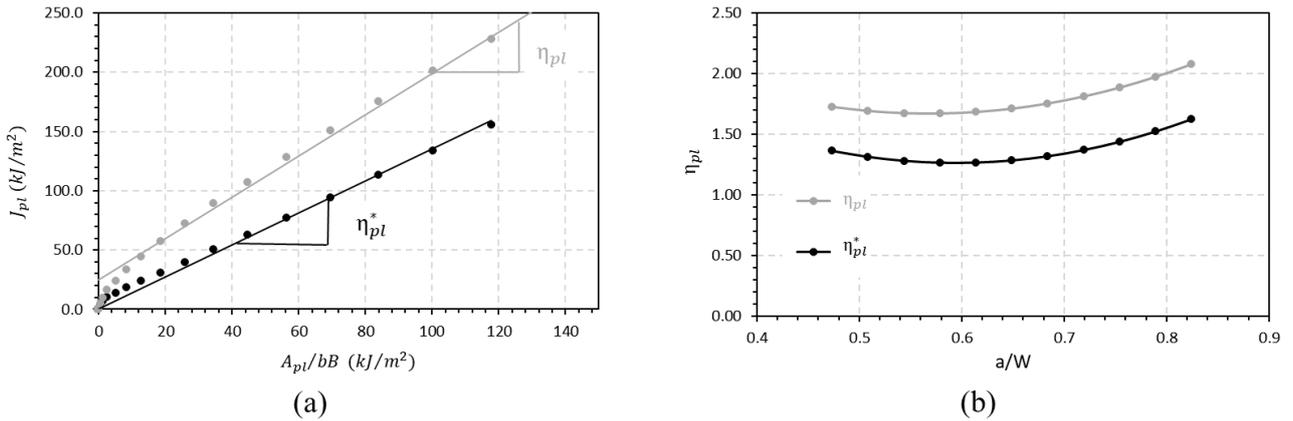
**Fig. 14** (a) Determination of  $f^*$  for  $a/W = 0.47$  (b) Comparison of  $f(a/W)$  and  $f^*(a/W)$

### Determination of $\eta_{pl}^*$

To determine  $\eta_{pl}^*$ , the procedure explained in section 4.4.3. was again employed using the same values of the  $J$  integral.  $K_I$  and  $J_e$  were then determined determined for every  $a/W$  using  $f^*(a/W)$  in equation (5)). This allows evaluating  $J_{pl}$  which is plotted against  $A_{pl}/Bb$  (see Fig. 15-a). It can also be observed from Fig. 15-a that the  $J_{pl}^* - A_{pl}/Bb$  curve shows a much smaller initial vertical offset than previously observed (see Fig. 12-b). This allows computing  $\eta_{pl}^*$  from the average slope of this curve. A linear regression is used (black line in Fig. 15-a) with a determination coefficient equal to 0.99.  $\eta_{pl}^*$  as a function  $a/W$  is fitted as shown by a polynomial function as (see Fig. 15-b):

$$\eta_{pl}^* = 6.8303 \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 8.1182 \left(\frac{a}{W}\right) + 3.6764 \quad (23)$$

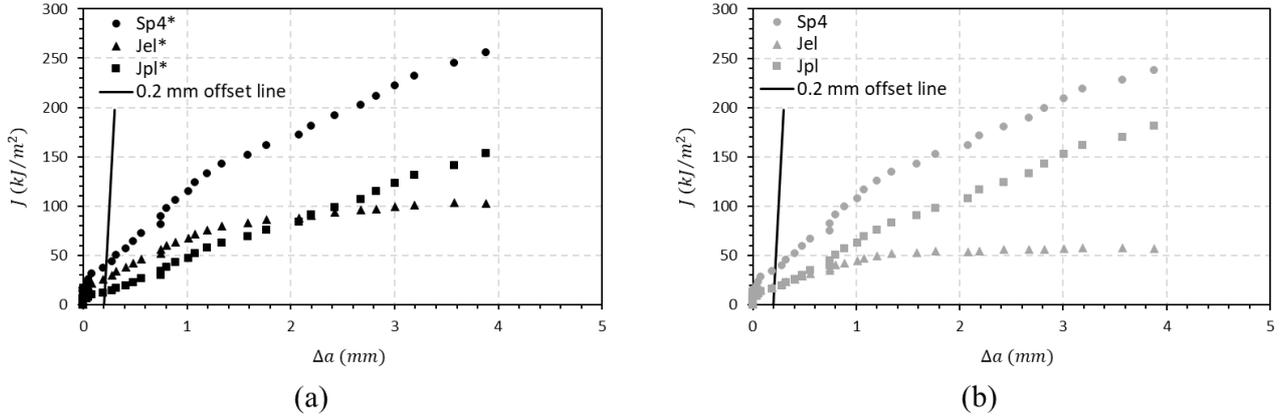
Fig. 15-b also shows that  $\eta_{pl}^*$  is smaller than  $\eta_{pl}$ .  $\gamma_{pl}^*$  can then be determined using equation (8) as for the other methods.



**Fig. 15** (a)  $\eta_{pl}^*$  determination for  $a/W = 0.47$  (b) Comparison of  $\eta_{pl}^*$  and  $\eta_{pl}$

To evaluate if there is an effect on the determination of  $J$ -integral when using  $f^*$  and  $\eta_{pl}^*$  method rather than  $f$  and  $\eta_{pl}$ , the two methods have been applied to an experimental test. Fig. 16 shows that the  $J - R$  curves obtained with both methods are equivalent but that the proportion between the elastic and plastic parts of the  $J$ -integral differ. When using  $f^*$  and  $\eta_{pl}^*$ ,  $J_{el}$  is higher and  $J_{pl}$  is consequently lower. It can be concluded that the use of either method affects the values of  $J_{el}$  and  $J_{pl}$  without affecting the total value of the total  $J$ -integral. When using

$f^*$  and  $\eta_{pl}^*$ , the non-linearity at early stages of the PLT test are taken into account, which makes these two functions more adapted to materials that show early cracking as for the material of the study.

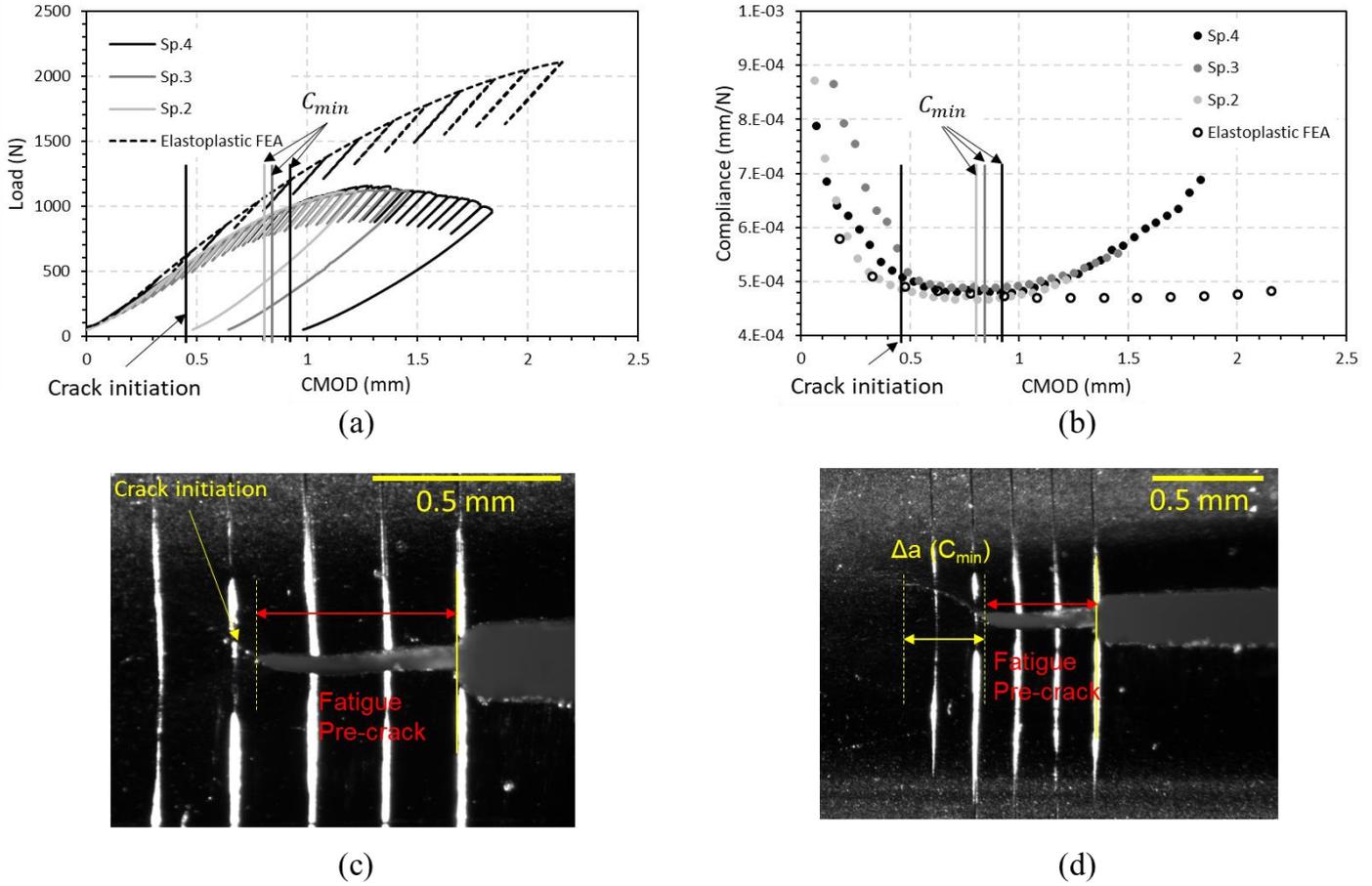


**Fig. 16** (a)  $J$ ,  $J_{el}$  and  $J_{pl}$  as functions of  $\Delta a$  determined using  $f$  and  $\eta_{pl}$ . (b)  $J$ ,  $J_{el}$  and  $J_{pl}$  as functions of  $\Delta a$  determined using  $f^*$  and  $\eta_{pl}^*$  (Sp4 test).

**Note:** The determination of  $f^*$  and  $\eta_{pl}^*$  depends on the value of  $K_I$  selected for the linear fit of  $f^*$  (200 MPa $\sqrt{m}$  in this work). However, if a different value is chosen, the values of  $J_e$  et  $J_p$  will be changed but  $J = J_e + J_p$  will also remain unchanged. Another solution would be to express  $f^*$  and  $\eta_{pl}^*$  as functions of  $a/W$  and the load  $P$ . This solution is believed to be too complex for practical applications.

## 5. Experimental results and discussion

Experimental PLT tests were carried out on the CEA 9Cr ODS steel fuel cladding material under the conditions discussed in section 3.2. Several specimens with different  $a_0$  were tested as presented in Table 2. From the optical tracking of crack extension, it was noticed that crack initiation occurs before the opening displacement reaches  $CMOD_{C_{min}}$ , *i.e.*, the crack opening displacement corresponding to  $C_{min}$ . Hence, when  $CMOD \leq CMOD_{C_{min}}$  recorded images were used to determine crack propagation  $\Delta a$  (Fig. 17). Crack advance at  $C_{min}$  is between 400 and 700  $\mu m$  depending on the specimen. Beyond that point, the unloading compliance method is applied to determine crack extension using equation (10). Final crack extensions  $\Delta a_f$  were measured on fracture surfaces following the procedure discussed in section 3.3. To validate the application of the unloading compliance method, the estimated final crack propagations  $\Delta a_f$  are compared to those measured *post-mortem* following the procedure discussed in section 3.3. As presented in Fig. 18, the unloading compliance estimated  $\Delta a_f$  are in accordance with those measured *post-mortem* with an average error of 7.7%. From recorded images, a crack deviation is observed at the beginning of the test. The crack deviates from the middle plane before it progresses following the propagation axis (the longitudinal direction) after a crack extension of about 400  $\mu m$  (see Fig. 17-(d)). This is due to a rotation of about 45° of the crack plane. This deviation is often observed for cracks propagating in sheets (see, *e.g.*, Besson et al. [96] and El Naaman et al. [97]). It may be facilitated by the through-thickness stress heterogeneity in the crack front region, as shown in the appendix (see A.1).



**Fig. 17** (a) Experimental and simulated Load-CMOD curves. (b) Experimental and simulated compliance-CMOD curves. (c) Crack opening at crack initiation. (d) Crack opening and advance at  $C_{min}$ .

The tests were simulated using the FE method, including the partial unloading to mimic the experiments (Fig. 17-a). It is shown that the decrease in compliance with increasing CMOD is well described (Fig. 17-b). As the FE model does not include the simulation of cracking, the increase in compliance after crack initiation is indeed not reproduced.  $f(a/W)$ ,  $\eta_{pl}$  and  $\gamma_{pl}$  determined by the  $G_\theta$  method were used to analyze the PLT tests and obtain the resistance curves. Experimental  $J - R$  curves are plotted in Fig. 19-a. A relatively small scatter is obtained. Scatter is attributed to variations in the gap existing between the specimen and the mandrels, as shown in the appendix. A power law fit of each  $J - R$  curve is then performed as  $J = C\Delta a^m$  as recommended in the ASTM E1820-22e1 standard [11]. The blunting line that corresponds to  $J = 2\sigma_y\Delta a$  and parallel lines with an offset of 0.2 mm and 1 mm are drawn. The intersections of the fitted  $J - R$  curve with both lines are used to evaluate  $J_{0.2}$  ( $J_Q$  in ASTM E1820-22e1 standard) and  $J_1$  (Fig. 19-b). Mean values of  $J_{0.2} = 34.7 \pm 6.6 \text{ kJ/m}^2$  and  $J_1 = 102.4 \pm 7.5 \text{ kJ/m}^2$  are then determined. The use of a slope of  $2\sigma_y$  for the blunting line is proposed by ASTM E1820-22e1 [11] for standard test and can be discussed. It has been used in this study so that the obtained results are comparable with the previous ones on other materials using PLT test [69]. The use of an unlimited slope would be suitable regarding to the direct method used to determine the crack length at the first stages of crack extension.

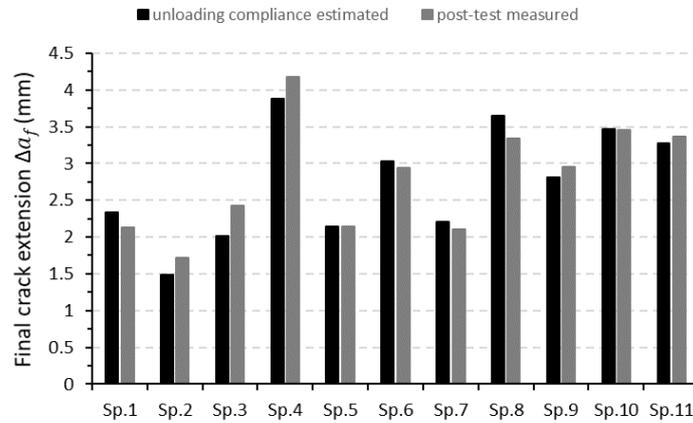
According to ASTM E1820-22e1 standard [11],  $J_{0.2}$  can be considered as a fracture toughness value  $J_{IC}$  if the initial uncracked ligament  $b_0$  and the specimen thickness  $B$  verify the following condition:

$$B, b_0 > 10 J_{0.2} / \sigma_Y \quad (24)$$

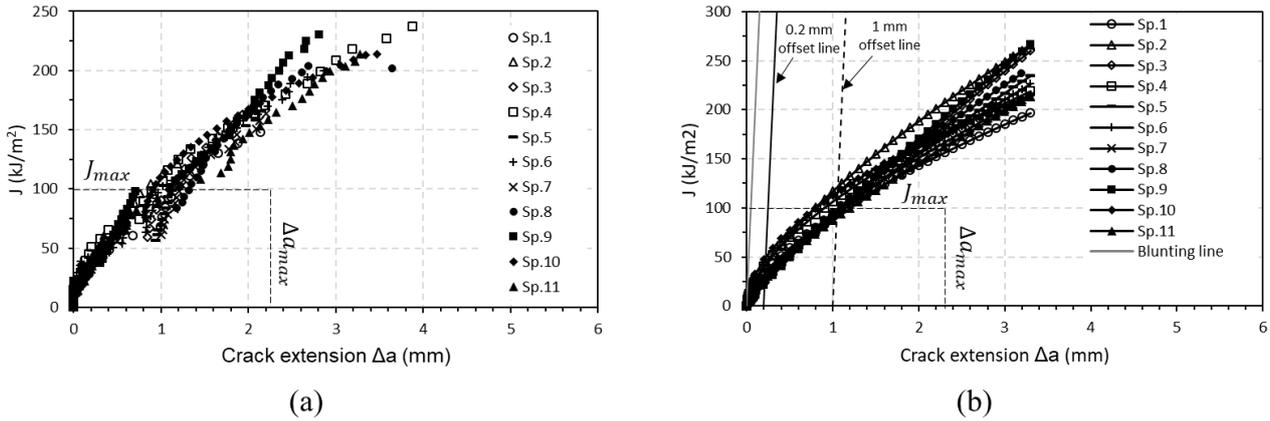
This means that the intersection between the power law fit and the 0.2 mm offset line falls in the ASTM E1820-22e1 box that indicates validity limits given by  $J_{max} = \min(B, b_0) \sigma_Y / 10$  and  $\Delta a_{max} = 0.25 b_0$ . These limits are shown by dashed lines in Fig. 19. Considering that  $B$  corresponds to two times the wall thickness ( $t$ ). Because the fracture surface is composed of two independent surfaces, it is better to check that the above condition is valid considering  $t$  instead of  $B$ . The corresponding  $K_{J_{0.2}}$ , is considered the critical stress intensity factor at crack initiation, and is determined in plane stress condition as

$$K_{J_{0.2}} = \sqrt{J_{0.2} E} \quad (25)$$

A value of  $88.3 \pm 8.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  is obtained. Following ASTM E1820-22e1 standard [11], the 9Cr ODS steel PLT specimens verify the condition given by equation (24) as one gets  $(10J_{0.2})/\sigma_Y = 350\mu\text{m} < t = 500\mu\text{m}$ .  $K_{J_{0.2}}$  can be considered as  $K_{J_{IC}}$ .



**Fig. 18** Comparison between crack extensions determined from unloading compliance estimates and post-mortem measurements.



**Fig. 19** (a) Experimental  $J - R$  curves obtained using the developed method. (b) Power law fits of the  $J - R$  curves and determination of  $J_{0.2}$  and  $J_1$

## 6. Conclusion

In this paper, the PLT test was used to determine the fracture toughness of 9Cr ODS steel fuel cladding. A single specimen method based on the use of the unloading compliance method was developed and used because the material is scarce, especially when irradiated. Detailed FEA of the PLT test set was conducted to simulate the

pre-cracked specimen behaviour during testing. This simulation was used to determine the geometric functions  $f(a/W)$ ,  $a/W(u)$ ,  $\eta_{pl}$  and  $\gamma_{pl}$  needed to run and analyze the test following the procedure proposed by ASTM E1820-22e1. It was shown that progressive contact between the specimen and the mandrels affects the results. In addition, it was observed (see appendix) that bending exists along the crack front. This phenomenon is related to the design of the PLT test but has not previously been addressed in the literature. However, the developed procedure allows for determining the  $J - R$  curve.

Several tests were carried out and a good reproducibility of the obtained  $J - R$  curves is observed. The low scatter is mainly attributed to the variation of the gap between the internal radius of the PLT specimen and the radius of the mandrels. It is recommended to minimize the gap to limit the progressive contact. The limited ductility of the material implied the use of a direct method to determine the crack extension at the beginning of the test to have a better determination of the fracture toughness at initiation. In the case of more ductile materials, the developed method is likely to be directly applicable without relying on optical measurements of crack extension.

Despite its main drawback (contact with the mandrels), the method shows potential to run PLT tests on irradiated cladding materials in hot cells. Indeed this type of characterization is required for the integrity assessment of all the type of fuel claddings used in nuclear reactors. Further developments of the test method will include testing at high temperatures to be more representative of in-service conditions.

## Acknowledgements

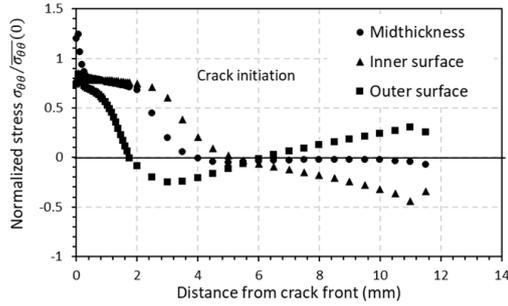
The authors would like to thank D. Sornin (CEA/DES/ISAS/DRMP/SRMA/LTMEX) and the LTMEX laboratory from the CEA for the manufacture of the ODS steel fuel claddings studied in this paper.

They also would like to thank E. Rouesne (CEA/DES/ISAS/DRMP/SRMA/LA2M) for the production of the EBSD maps.

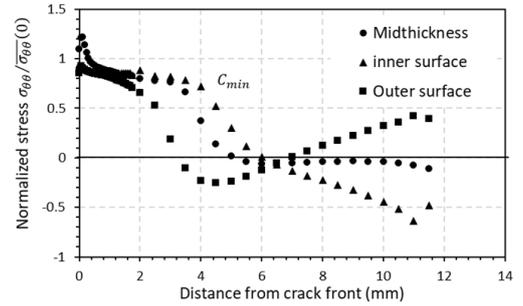
## Appendix: Study of bending through the thickness and effect of the gap

It is experimentally and computationally observed that the Load-CMOD curve during a PLT test is not linear at the beginning of the test. This behavior is related to the change in the contact surface between the specimen and the mandrel. To better understand the loading of the specimen, the contact surface and stress profiles along the crack propagation were investigated. Opening stress profiles are taken at the outer surface, the inner surface, and the center of the specimen. Three loading steps are considered (without taking into account crack advance): (a) crack initiation as observed during the test (*i.e.*,  $CMOD \approx 0.5\text{mm}$ ), (b) when  $C_{\min}$  is reached (*i.e.*,  $CMOD \approx 1\text{mm}$ ), (c) at a load point for which the specimen undergoes large-scale yielding ( $CMOD \approx 1.8\text{mm}$ ). Results are shown in A.1.

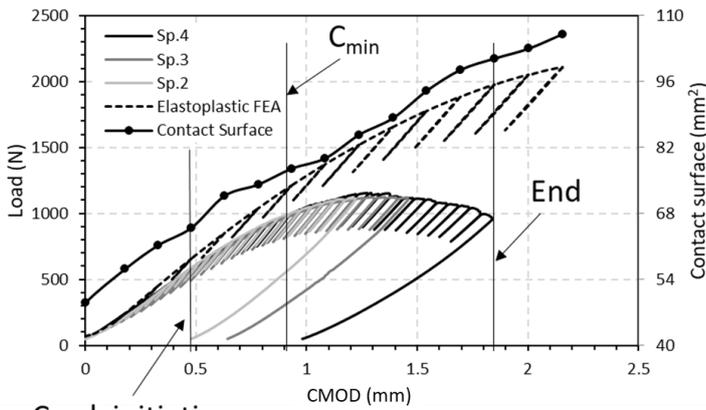
The contact surface increases with increasing load. At low load, the stress profiles show bending close to the crack tip, with the inner surface being in tension and the outer surface in compression. This is due to an unfolding of the side edges of the specimen until it matches the shape of the mandrels close to the crack tip. As load increases, this effect is suppressed at the crack tip. Opening stresses are close to 0 at the center of the ligament. On the rear side of the specimen, bending is always observed, with the inner surface being in compression and the outer surface in tension. At this location, bending appears to increase with increasing load. These results indicate that even though the specimen may geometrically resemble a C(T) specimen, its mechanical state strongly differs.



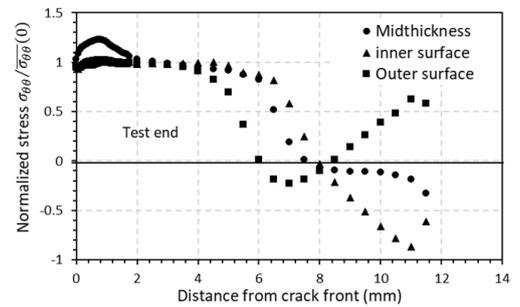
(a) Crack initiation



(b)  $C_{min}$



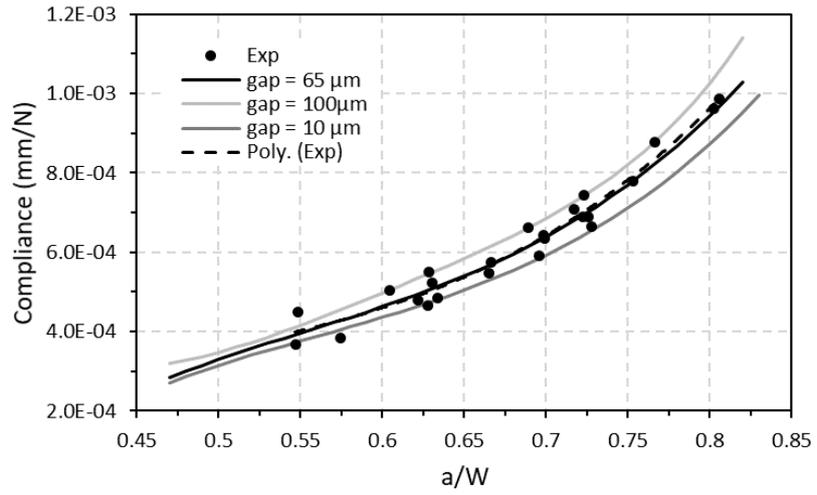
Crack initiation



(c) Test end

### A.1 Evolution of contact surface with uncracked ligament stress profiles at (a) crack initiation (b) $C_{min}$ (c) end

The effect of the gap between the specimen and the mandrel was also studied. The specimen's compliance was evaluated as a function of  $a/W$  for values of the gap equal to 10, 65 (nominal value), and 100  $\mu\text{m}$ . Results are shown in A.2. It is shown that most of the experimentally determined values lie between the bound obtained using the minimum and maximum values for the gap. It can be concluded that the scatter observed for the determination of crack extension is mainly due to the variations of the tube diameter due to manufacturing.



**A.2** Compliance as a function of normalized crack length for various gaps and comparison with experiments.

### IV.3. Synthèse de l'étude de l'essai PLT

Un protocole expérimental permettant de mesurer la ténacité de tubes minces en utilisant l'essai PLT a été développé avec sa méthodologie de dépouillement associée. Cet essai permet de caractériser la ténacité de tubes minces en alliages ductiles et d'obtenir leur courbe  $J - \Delta a$  à partir d'une seule éprouvette.

L'essai PLT a été étudié expérimentalement et numériquement pour développer cette procédure expérimentale. Cette étude a été présentée en deux sections :

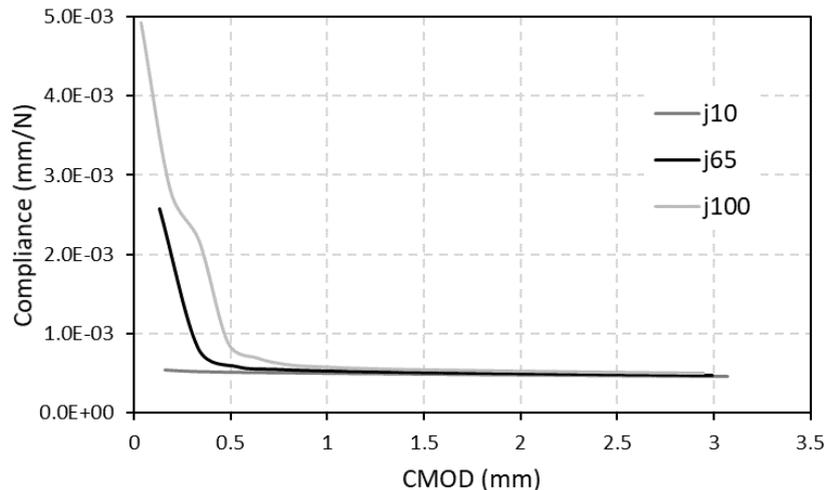
- Une première sur l'étude préliminaire réalisée sur des éprouvettes entaillées par EDM avec un rayon en fond d'entaille de 0,07 mm pour simuler une fissure. Cette étude est menée sur un tube en acier ferritique 14%Cr non renforcé (T77) et un tube en acier martensitique ODS 9%Cr. Le but de cette étude est d'optimiser la procédure expérimentale en terme de suivi d'avancée de fissure et de mieux comprendre l'état de contrainte de l'éprouvette. Des simulations par éléments finis ont aussi été réalisées en parallèle pour à la fois comprendre l'origine de certains phénomènes observés expérimentalement et vérifier l'effet de certains paramètres, comme le coefficient de frottement, sur la réponse mécanique de l'éprouvette PLT.
- La seconde est un article scientifique publié dans la revue « *Engineering Fracture Mechanics* » qui présente la procédure expérimentale et numérique qui a été optimisée pour caractériser la ténacité d'une gaine combustible en acier ODS 9%Cr sur des éprouvettes PLT pré-fissurées par fatigue.

#### Résumé de l'étude préliminaire

Une première campagne expérimentale d'essais PLT sur T77 a permis de mettre en évidence une réponse mécanique inattendue et non abordée dans la littérature. Une inflexion de la courbe Force-CMOD au début du chargement est constatée sur les courbes expérimentales PLT sur T77 (voir Figure 58-a). Cette inflexion est due à une mise en contact progressive résultant du dépliement du tube pour épouser la forme des mandrins. Initialement, il existe un jeu entre la paroi interne de l'éprouvette PLT et la surface des mandrins d'amarrage correspondant à la différence entre le rayon interne du tube et le rayon des mandrins. Dans les premiers niveaux de chargement, Force < 200 N, le contact s'établit progressivement entre l'éprouvette et les mandrins autour de la pointe de fissure (voir Figure 59). Une déformation importante dans le sens  $rr$  a lieu dans cette phase de chargement, plus particulièrement dans la zone libre de contact entre les deux mandrins semi-cylindriques (voir champs de déplacement  $u_z$  sur la figure 60-b).

D'autre part une diminution drastique de la complaisance aux décharges est observée en début d'essai avant de diminuer progressivement vers une valeur de convergence  $C_{min}$ . Cette diminution de la complaisance est due à cette mise en contact progressive abordée dans le paragraphe précédent. Il en résulte une flexion dans l'épaisseur du ligament qui a lieu de plus en plus loin du front de fissure au cours du chargement avant que la moitié du ligament ne soit en traction dans toute son épaisseur. Ce phénomène de mise en contact progressive est démontré expérimentalement sur les champs de déplacement  $u_z$  de la figure 60-b et la flexion dans l'épaisseur qui en résulte est montrée numériquement sur les profils de contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  présentés sur la figure A.1 en annexe de l'article. Ces phénomènes n'ont pas d'impact sur l'utilisation de la méthode des complaisances aux décharges tant que le matériau est assez ductile et que l'amorçage de la propagation de fissure a lieu après avoir atteint ce  $C_{min}$ , ce qui est le cas sur les éprouvettes PLT entaillées par fil électroérosion (non-pré-fissurées par fatigue) en T77 et T67-M2.  $C_{min}$  est attribuée à chaque longueur de fissure lors de la détermination de la fonction  $C(a/W)$  par calculs éléments finis (FEA) ou à partir des complaisances expérimentales.  $a/W(u)$  alors ajustée est directement appliquée aux complaisances aux décharges pour estimer l'avancée de fissure au cours du chargement. Sur ces essais, l'utilisation d'éprouvettes entaillées par électroérosion a permis de diminuer la concentration de contrainte en pointe de fissure et retarder l'amorçage de la fissure. Lorsque le matériau est peu tenace, ce qui est observé lors des essais PLT sur éprouvette pré-fissurées par fatigue en T67-M2, deux

phénomènes antagonistes ont lieu à l'amorçage de la fissure, et jusqu'à 400  $\mu\text{m}$  de propagation en moyenne pour le T67-M2 : (i) la mise en contact progressive qui diminue la complaisance et (ii) la propagation de la fissure qui l'augmente. Ceci rend impossible l'estimation de l'avancée de fissure dans cette plage de propagation de fissure ( $0 \leq \Delta a \leq 0,4 \text{ mm}$ ) en utilisant la méthode des complaisances aux décharges. Afin de limiter ce phénomène de mise en contact progressive inhérent la géométrie de l'essai PLT, il est conseillé de minimiser le jeu entre la surface interne de l'éprouvette et la surface externe des mandrins (*Gap*) car la complaisance converge vers  $C_{min}$  d'autant plus vite que ce jeu est petit (voir Figure 66).



**Figure 66** Evolution de la complaisance en fonction du CMOD pour un *Gap* de 10  $\mu\text{m}$  (j10), 65  $\mu\text{m}$  (j65) et 100  $\mu\text{m}$  (j100)

L'utilisation d'un suivi d'avancée de fissure par CIN est alors envisagée mais à cause de cette flexion dans l'épaisseur, résulte un déplacement hors plan important de la surface externe de l'éprouvette concentré autour de la pointe de fissure (voir figure 60-b). Ce déplacement hors plans est supérieur à la profondeur de champs de l'objectif utilisé pendant les essais. Cela a soulevé la difficulté de mise en place d'instrumentation pour la détermination de l'avancée de fissure. Un suivi optique simple de l'avancée de fissure est alors utilisé en mesurant l'avancée de fissure sur chaque image  $i$  correspondante au point  $J_i - \Delta a_i$ .

L'étude numérique de l'essai PLT a permis de mettre en évidence que la variation de coefficient de frottement avait peu d'effet sur l'évolution de la force macroscopique et de l'intégrale  $J$  au cours du chargement. Le coefficient de frottement a tout de même une influence sur l'évolution de la complaisance au cours du chargement. Une augmentation du coefficient de frottement a pour conséquence la diminution de la complaisance  $C_{min}$ , utilisée pour déterminer la fonction  $a/W(u)$  permettant d'estimer l'avancée de fissure au cours de l'essai. Au-delà d'un coefficient de frottement de 0,3,  $C_{min}$  n'évolue quasiment plus jusqu'à 0,6. Des coefficients de frottement entre la surface cylindrique des mandrins et la surface interne du tube en acier ODS de valeurs 0,3 et 0,6 ont été déterminés expérimentalement à la température ambiante et 650 °C respectivement, 650 °C étant la température de service des gaines de combustible dans les RnR-Na.  $C_{min}$  n'évoluant plus entre ces deux coefficients de frottement, les fonctions géométriques déterminées numériquement à température ambiante sont considérées comme valables pour le dépouillement de l'essai PLT à la température de 650 °C.

### Résumé de l'article

Les aciers ODS sont candidats au gainage combustible des RnR-Na. Ces gaines de combustible sont des tubes minces de 10,73 mm de diamètre externe et 0,5 mm d'épaisseur de paroi. Une méthode expérimentale permettant de mesurer la ténacité de tubes mince en utilisant l'essai PLT a été développée et est appliquée pour caractériser la ténacité d'une gaine combustible en aciers ODS 9%Cr.

Cet article est composé de cinq sections, la première étant l'introduction. La deuxième section est dédiée à la théorie sur la détermination expérimentale de la ténacité de matériaux ductiles à travers l'établissement de la courbe de résistance du matériau ( $J - \Delta a$ ). Une méthode mono-éprouvette, dite méthode de complaisance, proposée dans la norme ASTM E1820 est utilisée.

La troisième section est consacrée au matériau et la procédure expérimentale. Les propriétés microstructurales et mécanique en traction du matériau sont d'abord présentés. Les propriétés mécanique en traction dans le sens circonférentiel  $\theta\theta$  ont été déterminées grâce à des essais de traction sur anneaux. Les analyses EBSD des surfaces axiale et radiale du tube montrent une microstructure quasi-isotrope avec des grains equiaxes de taille micrométrique. L'orientation des grains montre une texture majoritairement isotrope avec une légère texture avec un alignement des axes cristallographiques  $\langle 110 \rangle$  dans la direction axiale du tube et des axes cristallographiques  $\langle 111 \rangle$  dans la direction radiale. Ces résultats vont dans le sens de ceux obtenus par Jaumier *et al.* [8] qui a observé un comportement élastoplastique isotrope et une anisotropie d'endommagement d'un tube en acier ODS de même nuance en caractérisant l'anisotropie du matériau [42]. Ceci a permis de considérer le matériau comme ayant un comportement mécanique macroscopique élastoplastique isotrope et d'utiliser la contrainte de Von Mises pour la modélisation de son comportement élastoplastique. Une loi de comportement élastoplastique isotrope à deux écrouissages isotropes non-linéaires de type Voce a alors permis de modéliser le comportement élastoplastique de l'acier ODS 14%Cr. Cette loi de comportement est utilisée comme donnée d'entrée pour la simulation par éléments finis de l'essai PLT.

La configuration de l'essai PLT est ensuite présentée en détaillant ses spécificités géométriques. La procédure de préfissuration des éprouvettes PLT est ensuite présentée. Pour cela, l'éprouvette PLT est sollicitée par fatigue à une fréquence de 20 Hz, avec une force maximale  $P_{max}$  choisie de manière à ce que le  $K_{max}$  appliqué à l'éprouvette lors de cette préfissuration soit inférieur au  $K_{IC}$  du matériau et que la zone plastique développée soit négligeable devant l'épaisseur de l'éprouvette. Un rapport  $P_{max}/P_{min}$  de 0,1 est imposé. L'avancée de fissures est vérifiée chaque 3000 cycles des deux côtés de l'éprouvettes grâce à deux loupes binoculaire installées face à chacune des deux fissures avant et arrière. Lorsque la fissure avance plus d'un côté par rapport à l'autre, l'éprouvette est tournée de  $180^\circ$  autour de l'axe du cylindre pour rattraper le décalage de propagation de manière à limiter l'écart de longueur de la préfissure par fatigue avant et arrière à 0,3 mm maximum.

Enfin, les mesures post-fissuration par microscopie optique des longueurs de fissures initiales après préfissuration  $a_0$  et finales  $a_f$  après l'essai, sont présentées. Pour cela, les éprouvettes sont rompues dans une enceinte sous azote à  $-150^\circ\text{C}$ . Ceci permet d'appliquer une démarcation des différentes zones de propagation de fissure (zone de fissuration par fatigue, zone de déchirure ductile durant l'essai et zone d'endommagement fragile post fissuration) car sur le facies de rupture des éprouvettes ces zones ont un aspect différent en fonction du type d'endommagement subi.

La quatrième section est consacrée à la détermination des fonctions géométriques  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  par simulation éléments finis (*FEA*). Toutes les méthodes utilisées pour déterminer ces fonctions ont été validées sur un essai standard, en l'occurrence l'essai de traction sur éprouvette CT dont est inspiré l'essai PLT. Pour la *FEA* de l'essai PLT, seul un quart de l'ensemble éprouvette PLT et amarrage a été maillé grâce à ses symétries géométriques. Un modèle de contact avec un frottement de coulomb de 0,3 de coefficient a été introduit entre la surface cylindrique du mandrin et la surface interne de l'éprouvette PLT. Un jeu radial de 0,065 mm est également introduit entre le mandrin et la surface intérieure de l'échantillon, conformément aux plans de l'amarrage et de l'éprouvette. Ce jeu, noté *Gap* dans l'article, a un effet important sur la réponse mécanique du dispositif et peut, en partie, être responsable d'une certaine dispersion des résultats de l'essai (voir A.2).

La méthode des complaisances aux décharges consiste à mesurer la complaisance des décharges élastiques appliquées pendant l'essai. À partir de la complaisance mesurée, la paramètre  $a/W$  est déterminé en utilisant la fonction de longueur de fissure normalisée  $a/W(u)$ . Cette fonction est alors déterminée par *FEA*. En raison du

contact progressif, la courbe force-CMOD n'est pas linéaire pour les faibles niveaux de chargement et la complaisance diminue à mesure que le CMOD augmente et atteint une valeur stable ( $C_{min}$ ) lorsque le contact entre le mandrin et la surface interne de l'éprouvette est entièrement établi autour de la pointe de la fissure. Cette valeur de complaisance minimale  $C_{min}$  est utilisée pour déterminer la fonction  $a/W(u)$ . Plusieurs FEA de l'essai PLT dans une plage de longueur de fissure normalisée de  $0,47 \leq a/W \leq 0,82$  ont été effectuées.  $a/W$  est tracé en fonction de la complaisance normalisée  $u = C \times E \times B$  (où  $B$  est deux fois l'épaisseur de la paroi  $t$ ). La fonction  $a/W(u)$  est ajustée par un polynôme du second ordre donné par l'équation (10). Quel que soit le matériau, cette fonction permet de déterminer l'avancée de la fissure pendant l'essai pour l'éprouvette PLT actuelle en soustrayant la longueur initiale de la fissure  $a_0$  de la longueur instantanée de la fissure au déchargement ( $i$ )  $a_i$ .

Selon les équations (4) et (5), la fonction géométrique  $f(a/W)$  est nécessaire pour évaluer le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  et en déduire  $J_{el}$ . Dans le cas de l'éprouvette PLT, les fonctions  $f(a/W)$  proposées dans la littérature sont applicables uniquement à leurs géométries spécifiques d'éprouvettes. D'autant plus que le design de l'ensemble éprouvette/amarrage PLT développé pour notre étude diffère de ceux utilisés par les auteurs. Dans cette étude, une fonction géométrique appropriée a été évaluée pour la géométrie de l'éprouvette PLT utilisée. Les simulations déjà effectuées pour déterminer la fonction  $a/W(u)$  ont été utilisées à cette fin. La fonction  $f(a/W)$  est alors déterminée. Pour calculer la fonction géométrique, Grigoriev *et al.* [48] ont utilisé une méthode basée sur la complaisance, appelée « méthode de complaisance ». Une deuxième méthode, utilisée par exemple par Cravero et Ruggieri [91], est basée sur l'évaluation directe de l'intégrale  $J$ . Cette méthode est appelée "méthode  $G_\theta$ " [92]. Les deux méthodes sont appliquées et comparées. La comparaison des valeurs de  $f(a/W)$  obtenues avec les deux méthodes (complaisance et  $G_\theta$ ) montre qu'il existe quelques petites différences et l'on pense que la "méthode  $G_\theta$ " fournit des résultats plus fiables car les valeurs de  $f(a/W)$  sont directement obtenues à partir de la FEA alors que la "méthode de complaisance" utilise la dérivée d'une fonction fittée. On sait que cette méthode conduit à des erreurs systématiques [93].

La quatrième partie de cette section est consacrée à la détermination des facteurs de plasticité  $\eta_{pl}$  et  $\gamma_{pl}$ . Ces facteurs dépendent de la géométrie d'éprouvette et doivent être déterminés pour des éprouvettes non standards afin de déterminer  $J_{pl}$ . Certaines méthodes permettant de déterminer ces facteurs ont été proposées dans la littérature. Sharobeam et Landes [59], [60] ont proposé une méthode analytique basée la théorie de la séparation de la charge d'Ernst et Paris [94] pour déterminer  $\eta_{pl}$  lorsque la déformation plastique est confinée au ligament restant et que  $\eta_{pl}$  varie peu en fonction de  $a/W$ , ce qui est le cas pour l'essai PLT. Cette méthode est appelée "méthode  $S_{ij}$ ". Sur la base de la même théorie, Sanyal et Samal [69] ont utilisé la dite "méthode de la charge limite  $F_L$ " pour déterminer  $\eta_{pl}$  et  $\gamma_{pl}$ . Une troisième méthode consiste à calculer directement  $J$  à partir d'une intégrale de domaine (méthode  $G_\theta$ ) et d'en déduire  $J_{pl}$  pour déterminer  $\eta_{pl}$  et  $\gamma_{pl}$ . Les trois différentes méthodes ont été appliquées pour déterminer  $\eta_{pl}$ . La méthode  $S_{ij}$  conduit à une valeur constante pour  $\eta_{pl}$ . C'est donc une méthode appropriée dans le cas où  $\eta_{pl}$  n'est pas très sensible à la variation de  $a/W$ , comme pour la géométrie des éprouvettes PLT de cette étude dans la plage  $0,5 \leq a/W \leq 0,7$ . Lorsque le matériau est suffisamment ductile, elle peut également être appliquée directement aux données expérimentales et permettre déterminer  $\eta_{pl}$  sans recourir à la simulation par éléments finis. La méthode de la charge limite est également une méthode appropriée qui peut être appliquée aux données expérimentales pour déterminer  $\eta_{pl}$  si le matériau est suffisamment ductile pour que la charge maximale soit atteinte avant l'amorçage de la fissure (hypothèse de fissure statique à  $F_L$ ). Elle fournit un facteur  $\eta_{pl}$  qui varie en fonction de  $a/W$  mais repose sur la dérivée d'une fonction fittée. La "méthode  $G_\theta$ " semble être une méthode plus appropriée pour déterminer  $\eta_{pl}$  pour les éprouvettes PLT sur le matériau actuel qui présente un amorçage précoce de la fissuration. Elle ne doit être appliquée qu'en utilisant l'analyse élastoplastique par éléments finis de l'essai. Dans le cas du matériau de cette étude, qui présente une ductilité limitée, les deux premières méthodes ne peuvent pas être appliquées

expérimentalement pour déterminer  $\eta_{pl}$ . Toutefois, les trois méthodes conviennent lorsqu'elles sont appliquées par *FEA* et donnent des facteurs plastiques équivalents.

$K_I$  et  $J_{pl}$  ne sont pas des fonctions linéaires de  $P / (B\sqrt{W})$  et  $A_{pl}$  à faible charge en raison de l'augmentation de la surface de contact entre l'éprouvette PLT et les mandrins au cours du chargement. Avec la méthode  $G_\theta$  présentée précédemment,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  ont été déterminées en considérant la partie linéaire de la courbe correspondant à des valeurs élevées de  $K_I$  et  $J$ . Comme l'acier ODS 9Cr présente une ténacité limitée, les ténacités mesurées expérimentalement se situent dans la région où le contact affecte les valeurs de  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$ . Des fonctions  $f^*(a/W)$  et  $\eta_{pl}^*$  déterminées dans la plage de  $0 \leq K_I \leq 2K_{I_{max}}$ ,  $K_{I_{max}}$  étant le facteur d'intensité de contrainte maximal atteint sur les essais expérimentaux.  $f^*(a/W)$  et  $\eta_{pl}^*$  prennent donc en compte la partie non linéaire et sont mieux adaptées à notre matériau car peu tenace. La comparaison des courbes  $J - \Delta a$  obtenues par les deux jeux de fonctions a montré que les deux méthodes donnent les mêmes courbes  $J - \Delta a$ . Seules les proportions de  $J_{el}$  et  $J_{pl}$  sont différentes mais leurs sommes sont égales.

Dans la cinquième et dernière section, les résultats expérimentaux d'essais de ténacité PLT obtenus sur une gaine combustible en acier ODS 9%Cr fabriquée au LTMEX au CEA sont présentés. Les essais PLT expérimentaux ont été réalisés selon la méthode développée dans cette étude. Plusieurs éprouvettes avec différents  $a_0$  ont été testées. Le suivi optique de l'avancée de la fissure a permis de constater que l'initiation de la fissure se produit avant que le déplacement d'ouverture n'atteigne  $CMOD (C_{min})$ , c'est-à-dire le déplacement d'ouverture de la fissure correspondant à  $C_{min}$ . Par conséquent, lorsque  $CMOD \leq CMOD (C_{min})$ , les images enregistrées ont été utilisées pour déterminer l'avancée de fissure  $\Delta a_i$ . Une bonne reproductibilité des courbes  $J - \Delta a$  obtenues a été observée. La faible dispersion est principalement attribuée à la variation du jeu entre le rayon interne de l'éprouvette PLT et le rayon des mandrins (*Gap*). Il est recommandé de minimiser le *Gap* pour limiter le contact progressif. La ductilité limitée du matériau implique l'utilisation d'une méthode directe (suivi optique) pour déterminer l'avancée de la fissure au début de l'essai afin d'obtenir une meilleure détermination de la ténacité à l'amorçage. Dans le cas de matériaux plus ductiles, la méthode développée est susceptible de pouvoir être directement applicable sans dépendre des mesures optiques de l'avancée de fissure. Malgré les phénomènes indésirables (mise en contact progressive et flexion dans l'épaisseur), l'essai PLT présente un potentiel pour réaliser des essais PLT sur des matériaux de gainage irradiés dans des cellules chaudes.

# Chapitre V: L'essai *miniaturized Pipe Ring Notched Bending* “mPRNB”

---

## V. L'essai *miniaturized Pipe Ring Notched Bending* “mPRNB”

L'essai mPRNB, pour *miniaturized Pipe Ring Notched Bending*, est une adaptation aux géométries gaines de combustible de l'essai PRNB développé par Gubeljak *et al.* [71] pour mesurer expérimentalement la ténacité de pipelines de transport d'hydrocarbure avec des dimensions plus importantes d'un ordre de grandeur ( $\times 10$ ) et plus par rapport aux gaines de combustible,  $D = 140$  mm et  $t = 4,25$  mm pour l'éprouvette PRNB contre  $D = 10,73$  mm et  $t = 0,5$  mm. Dans leur étude, ils concluent que cet essai est considéré comme pouvant se substituer aux essais de ténacité standards, lorsque la géométrie ne permet pas d'extraire des éprouvettes standards, pour caractériser la résistance à la propagation stable de fissure axiale dans des tubes. Cet essai a été choisi à l'issue d'une étude numérique de comparaison de plusieurs configurations d'essais de ténacité sur tubes proposées dans la littérature et adaptées aux géométries gaines (voir Annexe 4). Sachant qu'avec le PLT, à cause de la faible épaisseur des gaines, seul le  $J_{0,2}$  ne dépasse pas la limite de validité ( $J_{max}$ ) de la courbe de résistance définie par l'ASTM E1820 [11], la limitation en terme d'avancée de fissure de l'essai mPRNB, identifiée initialement à cause de la faible longueur de ligament de cette éprouvette, n'est pas handicapante tant que cela permet de déterminer  $J_{0,2}$ . Dans ce chapitre, est présentée, la procédure expérimentale et numérique mise en place pour adapter l'essai PRNB aux géométries gaines et réaliser des essais mPRNB sur des gaines en aciers ODS 9%Cr (T67-M2) et 14%Cr (T73) à température ambiante et 650 °C.

Dans un premier temps, l'essai de flexion trois points des anneaux est testé sur un tube de géométrie homothétique trois fois plus grand que les gaines de combustible (mPRNB  $\times 3$ ). Ces essais ont pour but d'optimiser la procédure expérimentale de l'essai mPRNB en terme de géométrie d'éprouvette et d'instrumentation. L'étude expérimentale et numérique menée sur ces anneaux est présentée dans la première section de ce chapitre.

La seconde section est consacrée à la procédure expérimentale mise en place pour la réalisation des essais mPRNB sur gaines de combustible. Les procédures de pré-fissuration des éprouvettes mPRNB, de suivi optique d'avancée de fissure au cours de l'essai et de mesures d'avancée de fissure sur les faciès de rupture y sont détaillées.

Dans la troisième section, la procédure numérique menée pour la détermination des fonctions géométriques  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  et la mise en place de la méthodologie de dépouillement de l'essai mPRNB est détaillée. Cette fois-ci, seule la méthode  $G_{\theta}$  est utilisée pour déterminer  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  car celle-ci est plus générale et donne de meilleurs résultats par rapport aux autres méthodes (voir Annexe 3).

Les résultats expérimentaux d'essais mPRNB obtenus sur les deux matériaux à température ambiante ainsi qu'à 650 °C sont enfin présentés dans la section suivante. Pour conclure une synthèse du chapitre est faite.

## V.1. Développement sur éprouvettes homothétiques

Dans cette section, est présentée de manière brève, l'étude expérimentale et numérique menée sur des éprouvettes anneaux homothétiques pour optimiser la géométrie de l'éprouvette mPRNB. Du fait des petites dimensions des gaines de combustible étudiées durant cette thèse, le respect de la consigne de la norme ASTM E1820 en terme de hauteur d'anneau «  $W$  » et d'entraxe des appuis latéraux «  $S$  » ( $S/W = 4$ ) est très limitant en terme d'amplitude de propagation de fissure. En effet, le choix de  $S$  est limité par le diamètre externe de l'éprouvette. Sachant que le diamètre externe des gaines ODS est de 10,73 mm,  $S$  ne peut non-seulement pas excéder cette valeur mais doit être le plus petit possible pour limiter la flexion selon le sens radial  $rr$  (sens  $x$  sur le référentiel de la figure 68) tout en maximisant  $W$ . Le but de l'étude est donc de vérifier jusqu'à quel point il est possible d'augmenter  $W$  par rapport à  $S$  tout en évitant de flambage de l'éprouvette affectant la linéarité de la courbe élastique et donc des décharges élastiques. Le but est de pouvoir avoir une longueur de ligament maximale pour propager une fissure  $\Delta a_f \geq 0,3$  mm sans dépasser l'amplitude de propagation de fissure maximale  $\Delta a_{max}$  autorisée par la norme ASTM E1820-22e1 [11] et pourvoir déterminer  $J_{0,2}$ . Comme pour l'éprouvette PLT, la dimension la plus critique pour l'éprouvette mPRNB reste tout de même l'épaisseur  $t$ .

### V.1.1. Procédure expérimentale

Pour l'étude expérimentale sur anneaux homothétiques, des éprouvettes anneaux de flexion trois points ont été usinées dans un tube en acier inoxydable d'un mètre de longueur, de 30 mm de diamètre externe et 1,5 mm d'épaisseur. Cette étude a pour but de vérifier expérimentalement la possibilité d'augmenter la hauteur effective des anneaux ( $W_{eff}$  sur la Figure 68) sans que cela n'affecte l'évolution de la complaisance aux décharges au cours du chargement pour une fissure statique comme c'est le cas pour l'éprouvette PLT à cause de la mise en contact progressive. Ce qui est appelé hauteur effective «  $W_{eff}$  » pour les éprouvettes mPRNB homothétiques (mPRNB  $\times 3$ ) est la distance entre la base inférieure de l'éprouvette, correspondant à son plan d'appui avec les rouleaux d'appuis latéraux, et le fond de la rainure de centrage, correspondant à sa ligne d'appui avec l'appui supérieur ou central (voir Figure 68). C'est cette hauteur effective qui est considérée comme  $W$  pour les éprouvettes mPRNB de géométrie gaine. Il a été fait le choix de réaliser des essais sur éprouvettes homothétiques pour deux raisons :

- L'existence au laboratoire d'un montage de compression en traction inversée utilisé pour des essais de ténacité sur des éprouvettes SE(B) de petites dimensions. L'entraxe des appuis latéraux réglable de ce montage permet de réaliser des essais de flexion trois points sur ces anneaux homothétiques mais pas sur éprouvette mPRNB. Cela permet tout de même de réaliser des essais de flexion trois points sur anneaux homothétiques (mPRNB  $\times 3$ ) pour optimiser le protocole expérimental sans usiner de nouveau montage et d'adaptation particulière.
- La possibilité d'optimiser le dimensionnement de l'éprouvette mPRNB et le protocole expérimental de l'essai de flexion trois points sur anneaux (mPRNB) sans gaspiller d'éprouvettes en aciers ODS car, comme évoqué précédemment, le matériau est précieux.

Ces essais de flexion trois points sur anneaux homothétiques sont réalisés sur une machine de traction électromécanique de marque INSTRON. Cette machine est équipée d'une cellule de charge de capacité 100 kN. Une cellule de charge de capacité 5 kN est montée en série pour améliorer la résolution de l'acquisition de force. Les essais sont filmés par une caméra PCO.Edge 5.5 (capteur CMOS de 2560x2160 pixels de 6,5  $\mu\text{m}$ ) (voir Figure 67-a). L'instrumentation de l'essai par un extensomètre classique n'est pas possible car la géométrie de l'éprouvette avec deux fronts de fissure et un diamètre externe de 30 mm aurait nécessité l'usinage d'un extensomètre adapté avec une largeur de tiges de 30 mm minimum. Même en ayant un extensomètre adapté, l'espacement entre les lignes d'amarrage (plateau tout en bas de la Figure 67-b) et le plateau juste au-dessus,

sur lequel sont fixés les appuis inférieurs (latéraux), ne permet pas l'insertion d'un extensomètre. Un suivi de marqueur est réalisé par CIN pour la mesure du CMOD. Cette problématique a permis d'anticiper et de prendre en compte la possibilité d'insertion d'un extensomètre lors de la conception du montage de traction inversé pour le chargement des vraies éprouvettes mPRNB.

L'entraxe  $S$  est pris comme étant 80% du diamètre externe de l'éprouvette et est donc égal à 24 mm. Cet entraxe est choisi pour permettre à la fois de maximiser  $W$ , de minimiser la flexion dans le sens radial de l'éprouvette (suivant la direction  $X$  sur la Figure 68) et avoir une sollicitation de la surface de fissuration (ligament non rompu) dans le sens orthoradial  $\theta\theta$  la plus homogène possible dans l'épaisseur.

Des éprouvettes anneaux homothétiques de différentes hauteurs  $W_{eff}$  sont testées. Des hauteurs d'éprouvettes  $W_{eff}$  de 6,9 et 12 mm sont choisies correspondant à des rapports  $W_{eff}/S$  de 0,25 (recommandé par la norme ASTM E1820), 0,375 et 0,5 respectivement.

Les essais de flexion trois points sur anneaux homothétiques sont pilotés en déplacement traverse et suivi par corrélation d'images numériques pour extensométrie virtuelle. Un chargement avec des cycles de décharges partielles élastiques est effectué. Chaque cycle se composant de quatre phases. La première phase est un chargement à 0,1 mm/min jusqu'à 0,05 mm de déplacement traverse, suivi d'une phase de maintien en position de 60 secondes permettant la relaxation et une meilleure estimation de la longueur de fissure à partir de la complaisance à la décharge. La troisième phase est un déchargement à 0,1 mm/min jusqu'à 70% de la force atteinte en fin de maintien. La dernière phase est un rechargement à 0,1 mm/min jusqu'à 100% de la force atteinte en fin de maintien. Plusieurs cycles sont effectués durant chaque essai.



(a)



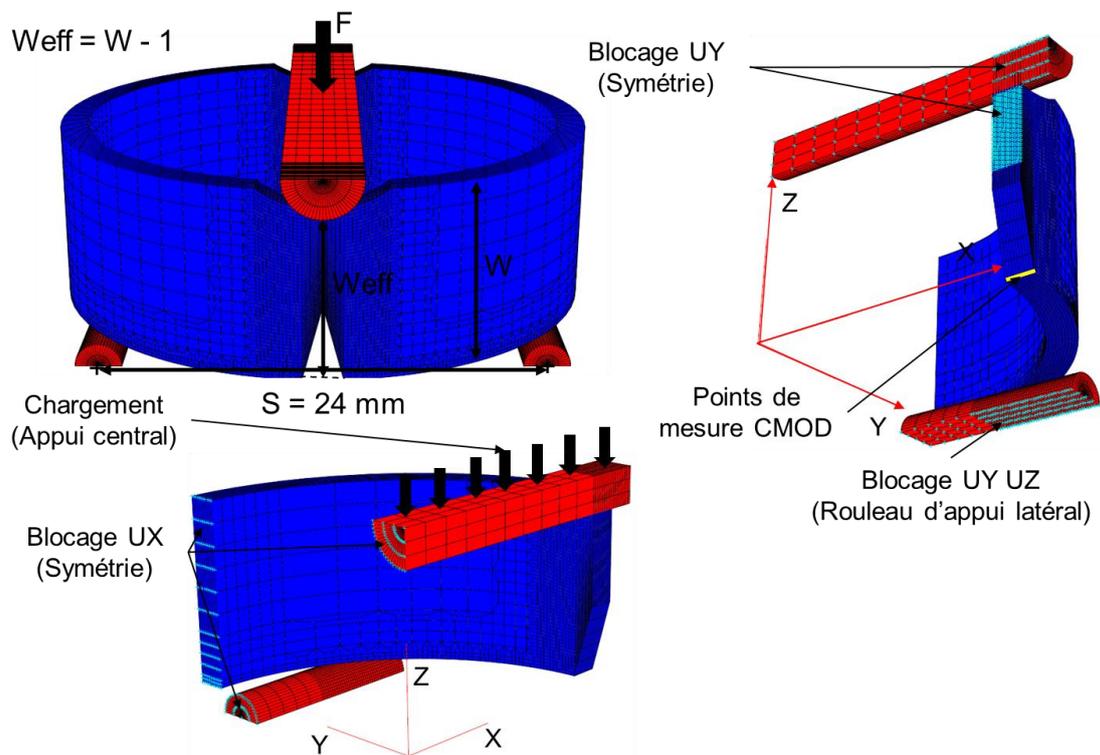
(b)

**Figure 67** (a) Ensemble caméra et machine de traction (b) Amarrage et éprouvette homothétique (mPRNB  $\times$  3)

## V.1.2. Etude numérique

L'essai de flexion trois points sur anneaux homothétiques est simulé par éléments finis avec Cast3M 21 [79]. Le maillage par éléments finis (*FE*) avec les conditions aux limites et le chargement sont présentés sur la figure 68. En raison des symétries, un quart de l'ensemble est modélisé à l'aide d'éléments hexaédriques linéaires quasi-incompressibles (ICC8). Ce type d'élément donne les mêmes résultats que les éléments hexaédriques quadratiques avec un temps de calcul réduit. Le maillage est affiné autour de la pointe de la fissure pour obtenir une charge macroscopique convergente et une description détaillée du champ de contrainte dans cette zone. Le chargement de l'échantillon est imposé par le déplacement de l'axe de l'appui central (supérieur) dans la direction Z. Pour décrire le dispositif expérimental de manière réaliste, un contact avec un coefficient de frottement nul est utilisé pour les surfaces de contact entre l'éprouvette anneau homothétique et les appuis de chargement. Ce coefficient de frottement est choisi nul pour mieux représenter la rotation libre des rouleaux d'appuis latéraux (inférieurs). Le matériau est supposé avoir un comportement élastique avec un module d'Young de 200 GPa et un coefficient de poisson de 0,3.

Comme pour les essais expérimentaux, différentes hauteurs  $W_{eff}$  sont simulées. Des hauteurs d'éprouvette  $W_{eff}$  de 6 ; 9 et 12 mm sont simulées par éléments finis correspondant à des rapports  $W/S$  de 0,25 (recommandé par la norme ASTM E1820), 0,375 et 0,5 respectivement. Un chargement monotone est appliqué lors de ses simulations par éléments finis.



**Figure 68** Maillage et conditions aux limites pour la simulation par éléments finis de l'essai de flexion trois points sur anneau homothétique (mPRNB  $\times$  3)

### V.1.3. Résultats et discussions

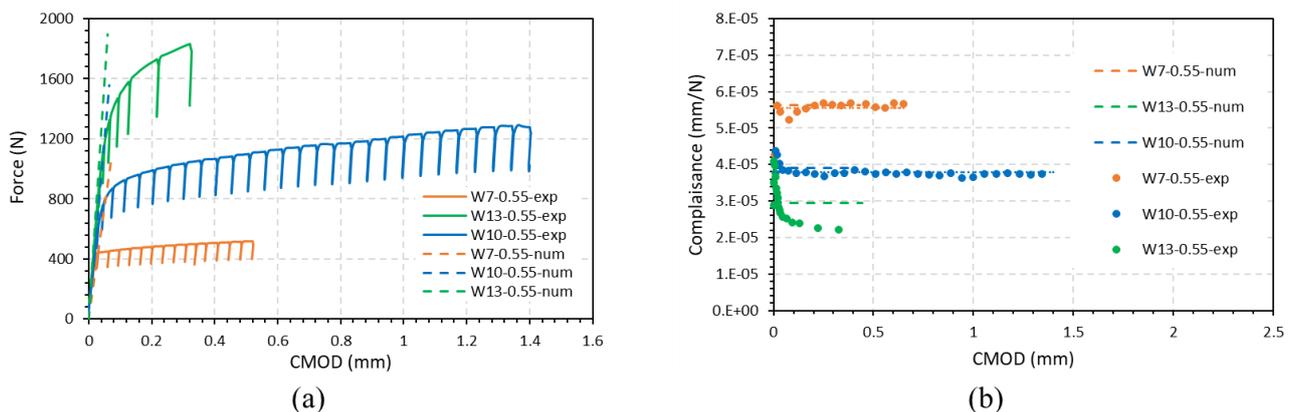
Les courbes Force-CMOD et Complaisance-CMOD obtenues expérimentalement et numériquement sont présentées sur les Figure 69 a et b. Les éprouvettes W7, W10 et W13 représentent des  $W_{eff}$  de 6, 9 et 12 mm respectivement. Les courbes force-CMOD expérimentales des essais de flexion trois points sur anneaux homothétiques montrent une évolution classique avec des décharges élastiques linéaires quel que soit  $W$ . Quant à l'évolution de la complaisance aux décharges en fonction du CMOD, seule l'éprouvette W13 ( $W_{eff} = 12$  mm) donne une complaisance aux décharges qui chute drastiquement en début de chargement et ne converge pas vers une valeur constante même après plus de 0,3 mm de CMOD. Ceci est probablement dû à un flambement de l'éprouvette à cause de rapport  $W/S$  et  $W/B$  trop élevés. Pour les deux autres hauteurs, la complaisance est relativement constante quel que soit le CMOD. Il est à noter qu'aucun amorçage ou propagation de fissure n'a eu lieu durant ces essais du fait de la ténacité élevée des aciers inoxydables.

En ce qui concerne les simulations par éléments finis, les courbes numériques élastiques ont une pente équivalente à la pente élastique des courbes expérimentales (voir Figure 69-a). Ceci se confirme sur les courbes Complaisance-CMOD avec l'obtention de complaisances numériques équivalentes aux complaisances expérimentales (voir Figure 69-b).

On peut alors conclure de cette étude que :

- Un espacement important est à prévoir entre le plateau support des appuis inférieurs et la ligne d'amarrage lors de la conception du montage de traction inversé de l'essai mPRNB sur géométrie gaine de combustible pour permettre l'insertion d'un extensomètre.
- Un rapport  $W_{eff}/S = 0.375$  permet de conserver la linéarité de la courbe Force-CMOD élastique et d'avoir une complaisance relativement constante au court du chargement pour une fissure statique. Ceci nous permet d'utiliser ce rapport pour les éprouvettes mPRNB.

Les simulations par éléments finis avec le modèle de comportement mécanique élastoplastique sont faites directement sur la géométrie d'intérêt dans la section V.3.



**Figure 69** Courbes expérimentales et numériques d'essais de flexion trois points sur anneaux homothétiques (mPRNB  $\times 3$ ), (a) Fore-CMOD et (b) Complaisance-CMOD

## V.2. Procédures expérimentales de l'essai mPRNB

Dans cette section, la procédure expérimentale mise en place pour la réalisation des essais mPRNB est présentée. Pour cela, des éprouvettes mPRNB sont usinées dans les deux tubes en aciers ODS 9%Cr (T67-M2) et 14%Cr

(T73). Les détails géométriques de l'éprouvette mPRNB sont présentés sur le plan figure 124 en annexe 1. La procédure mise en place pour propager une fissure par fatigue permettant la préfiissuration des éprouvettes mPRNB avant de les tester par flexion trois points est d'abord présentée. Les méthodes de mesure d'avancée de fissure finale et de suivi optique d'avancée de fissure au cours de l'essai sont ensuite détaillées. Quant aux détails concernant le programme de chargement, ils sont présentés dans la section II.3.2. .

Les propriétés mécaniques ( $R_{p_{0,2}}$  et  $R_m$ ) des deux gaines (T67-M2 et T73) testées dans cette étude de l'essai mPRNB sont obtenues à partir des essais de traction sur anneaux à température ambiante et 650 °C (voir III.2.1). Ces propriétés mécaniques sont rappelées, pour les deux matériaux, sur le tableau ci-dessous pour simplifier la lecture.

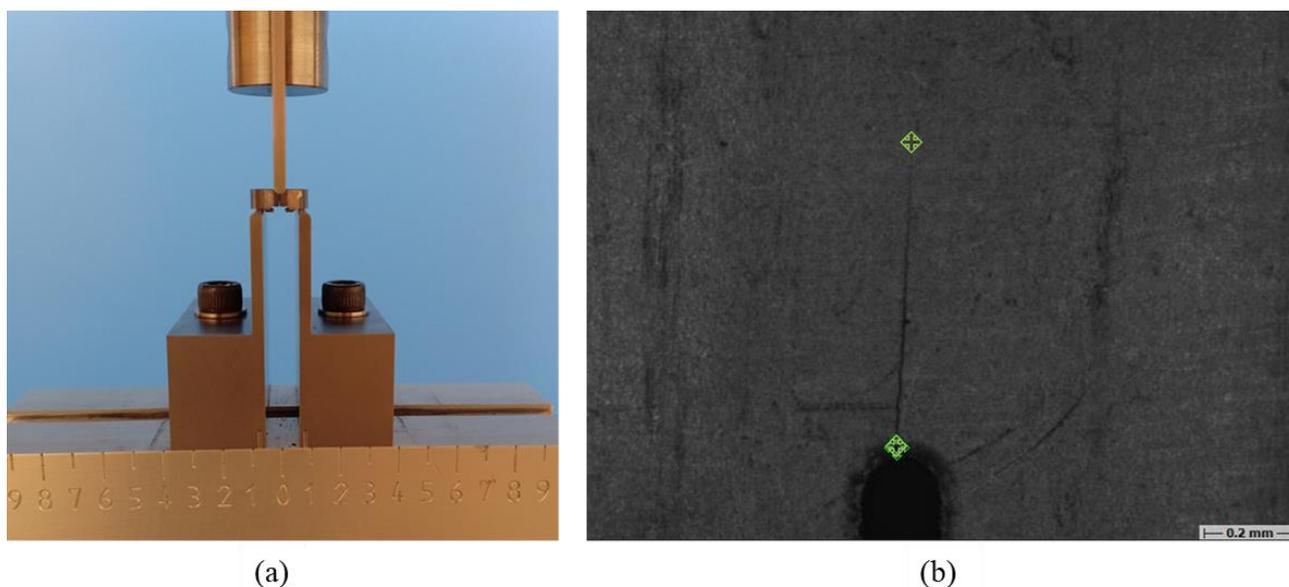
**Tableau 12** Propriétés mécaniques de la gaine ODS 9Cr (T67-M2) et la gaine ODS 14Cr (T73) à température ambiante et à 650 °C

Matériau	T (°C)	$E$ (GPa) [39]	Coef. de Poisson $\nu$ [39]	$R_{p_{0,2}}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$\sigma_Y = 1/2 (R_{p_{0,2}} + R_m)$ (MPa)
T67-M2	Amb	225	0,3	910	1026	968
T67-M2	650	170	0,3	298	359	329
T73	Amb	229	0,3	1002	1082	1042
T73	650	165	0,3	170	256	213

### V.2.1. Procédure de préfiissuration des éprouvettes mPRNB

La préfiissuration des éprouvettes mPRNB est réalisée sur un vibrophore de marque RUMUL. Un amarrage constitué de trois appuis de 2 mm de diamètre a été usiné et permet de charger l'éprouvette en flexion trois points en appliquant une compression (voir Figure 70-a). Des cycles de fatigue sont appliqués à l'éprouvette mPRNB à une force maximale «  $P_m$  » correspondant à celle donnée dans la norme ASTM E1820-22e1 pour l'éprouvette  $SE(B)$ . A partir de  $P_m$  un facteur d'intensité de contrainte maximal  $K_{max}$  est déduit selon l'équation (5). Il est aussi vérifié que le rayon de la zone plastique développée en pointe de fissure «  $r_p$  » (voir Équation 35) correspondant à ce  $K_{max}$  soit négligeable devant l'épaisseur de paroi de l'éprouvette «  $t$  » ( $r_p \leq t/10$ ). On vérifie aussi que  $K_{max}$  est bien inférieur au  $K_{IC}$  du matériau. Pour les éprouvettes mPRNB, un  $K_{max}$  égal à  $13 \text{ MPa}\sqrt{m}$  est choisi pour un  $r_p$  de 40  $\mu\text{m}$  et correspondant à un  $P_m$  de 114 N pour le T67-M2 par exemple. Pour le  $\Delta K$ , qui est la différence entre  $K_{max}$  et le  $K_{min}$  correspondants respectivement à la force maximale et minimale de chargement par fatigue, un rapport  $P_{min}/P_{max}$  de 0,25 est choisi car le niveau de force appliqué est faible. Ce rapport correspondant à un  $\Delta K$  de  $10 \text{ MPa}\sqrt{m}$ . La fréquence d'oscillation entre  $P_{max}$  et  $P_{min}$  est automatiquement adaptée par la machine en fonction de la rigidité de l'éprouvette. Cette fréquence diminue lorsque la rigidité de l'éprouvette diminue à cause d'une avancée de la fissure. Le chargement par fatigue est arrêté et l'avancée de fissure par fatigue est contrôlée par microscopie optique après chaque chute de 0,4 Hz de la fréquence de chargement et ce jusqu'à atteindre une avancée de fissure d'environ 100  $\mu\text{m}$  des deux côtés de l'éprouvette, l'objectif étant de propager une fissure par fatigue finale de 300  $\mu\text{m}$  de chaque côté (voir Figure 70-b). Pour les 200 derniers micromètres,  $K_{max}$  est d'abord divisé par deux. Lorsque la chute de la fréquence de chargement n'atteint pas  $-0,2 \text{ Hz}$  après  $10^5$  cycles, le chargement est arrêté et l'avancée de fissure mesurée. Si aucune propagation de fissure n'a lieu,  $K_{max}$  est augmenté de  $1 \text{ MPa}\sqrt{m}$  jusqu'à avoir une chute de  $0,2 \text{ Hz}$  en moins de  $10^5$  cycles.  $K_{max}$  et  $\Delta K$  sont ainsi diminués progressivement afin de mieux contrôler l'avancée de la fissure, de ne pas trop s'écarter de la longueur de préfiissuration objectif de 300  $\mu\text{m}$ , et d'avoir un  $r_p$  négligeable devant  $t$ . Cette longueur de préfiissure est choisie pour obtenir des éprouvettes mPRNB préfiissurée de longueur de fissure initiale normalisée de  $a_0/W$  de 0,6. Les longueurs de fissures initiales après

préfiissuration par fatigue  $a_0$  obtenues sur les éprouvettes mPRNB préfiissurées en T67-M2 et T73 sont données dans le tableau 13. La préfiissuration des éprouvettes mPRNB en T73 s'est avérée plus compliquée que celle des éprouvettes en T67-M2. La propagation de fissure par fatigue est moins stable sur T73 et sur toutes les éprouvettes préfiissurées. Ceci peut être dû à sa microstructure fibreuse et texturée. Une avancée de fissure de plusieurs centaines de micromètres est constatée d'un côté tandis qu'aucune fissure n'est observée du côté opposé malgré la rotation de l'éprouvette à 180° après chaque mesure. Pour les deux matériaux, les détails concernant la forme du front de la préfiissure par fatigue, la mesure de l'avancée de fissure par fatigue et la symétrie des préfiissures par fatigue avant et arrière sont discutés dans la section suivante.



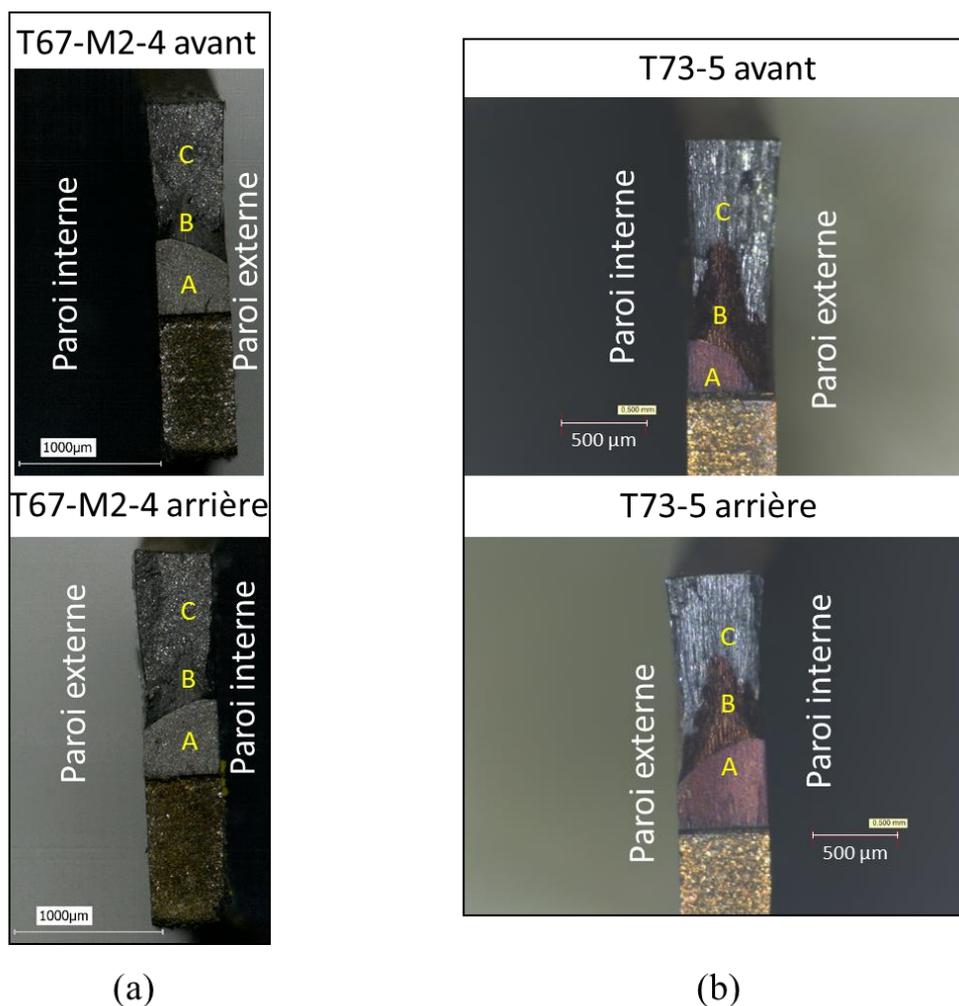
**Figure 70** (a) Amarrage et éprouvette pour la préfiissuration par fatigue de l'éprouvette mPRNB sur vibrophore (b) image de mesure d'avancée de préfiissure par fatigue au microscope optique

## V.2.2. Mesures d'avancées de fissures post-fissuration par microscopie optique

Après la réalisation des essais de ténacité, les éprouvettes mPRNB sont entièrement rompues dans un bain d'azote liquide après y avoir passé 15 min. Avant d'être rompues dans l'azote liquide, les éprouvettes en T73 (acier ODS 14%Cr) sont soumises à un marquage par oxydation thermique. Pour cela, l'éprouvette mPRNB est mise dans un four à 500°C pendant 2h. Pour le T67-M2 (acier ODS 9%Cr), une démarcation nette existe entre les différentes zones sans passer par l'étape d'oxydation thermique.

Les mesures d'avancées de fissures post-fissuration sont réalisées sur le microscope KEYENCE présenté dans la section II.4.1. Les informations topographiques que fournit ce microscope permettent de s'assurer que l'axe d'observation soit perpendiculaire au plan de fissuration. Les photos des faciès de rupture d'une éprouvette en T67-M2 et d'une autre éprouvette en T73 sont présentées sur les figure 71-a et 71-b respectivement. Les surfaces de préfiissuration par fatigue, de fissuration et de rupture fragile finale sont respectivement définies par les lettres A, B et C. Les fronts de préfiissure par fatigue ne sont pas droits mais sous la forme d'un quart d'ellipse sur chacune des deux préfiissures avant et arrière des éprouvettes. L'avancée de la préfiissure par fatigue est maximale au niveau de la paroi interne, tandis qu'elle est minimale au niveau de la paroi externe, avec une différence de propagation d'environ 150  $\mu\text{m}$  en moyenne selon l'épaisseur. On constate sur la figure 71-b que pour l'éprouvette T73-5 une préfiissure par fatigue s'est propagée sur les deux fissures avant et arrière de l'éprouvette. Comme on peut le voir, la préfiissure par fatigue avant ne s'est pas propagée dans toute l'épaisseur expliquant le fait que

seule la préfissure arrière était visible sur la paroi externe de l'éprouvettes mPRNB lors de l'observation au microscope avant rupture post essai (voir Figure 70-b). Ceci est constaté sur toutes les éprouvettes mPRNB en T73 préfissurées. Cela permet d'en déduire que lors de la préfissuration la fissure s'amorce en paroi interne avant de progressivement se propager dans toute l'épaisseur. Cela est cohérent avec les résultats obtenus par la simulation par éléments finis, qui montre une concentration plus importante de la contrainte équivalente au niveau de la paroi interne, aux mêmes niveaux de force que  $P_{max}$ . En ce qui concerne les fronts de fissures propagées durant les essais de ténacité, ceux-ci sont en forme de chevrons avec une propagation de fissure plus importante à mi-épaisseur comparée au bord. Cette forme de front de fissure en chevrons est souvent observée sur les essais de ténacité réalisés sur des produits minces (quelques millimètres d'épaisseur) [96]–[98].

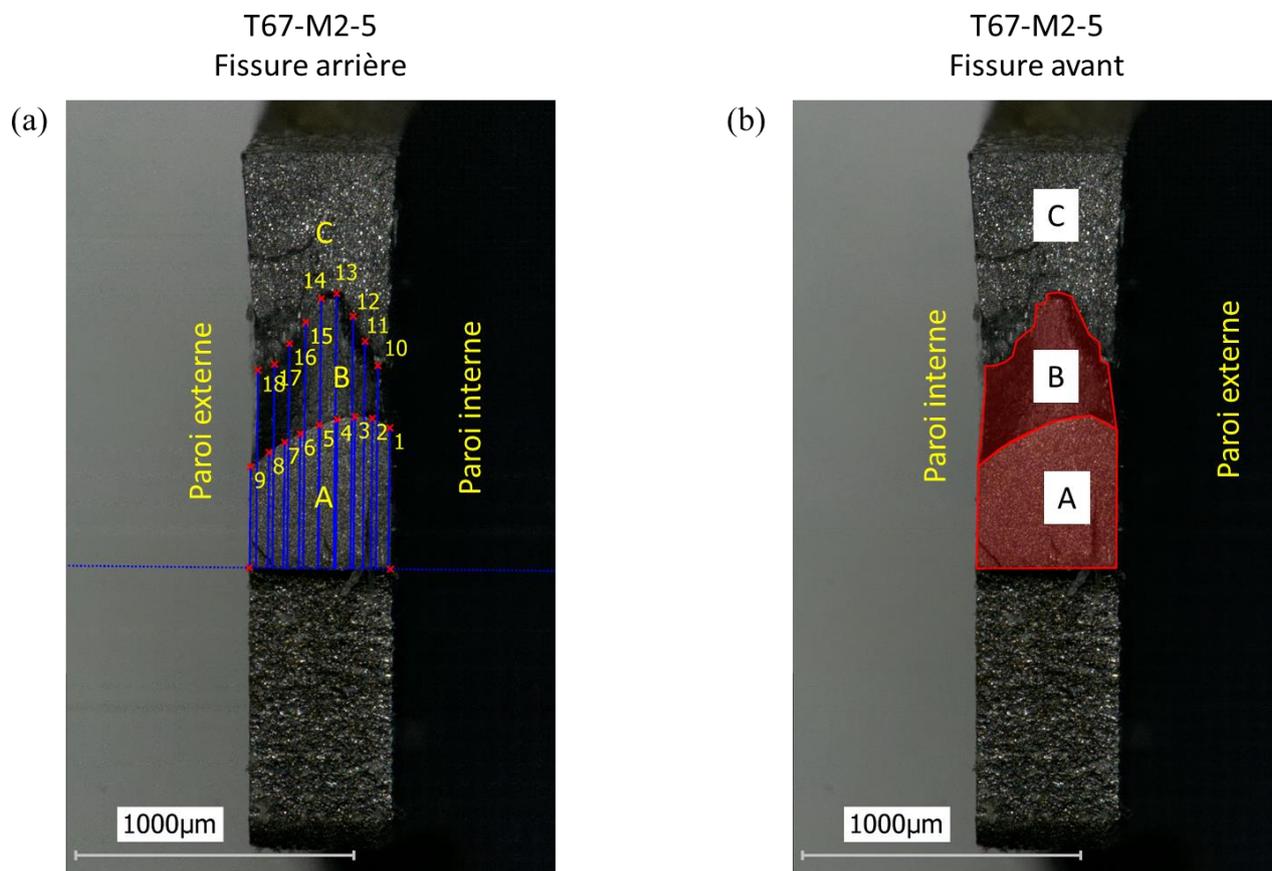


**Figure 71** Faciès de rupture avant et arrière après préfissuration, fissuration et rupture totale dans l'azote liquide de (a) l'éprouvette mPRNB T67-M2-4 en acier ODS 9%Cr et (b) l'éprouvette mPRNB T73-5 en acier ODS 14%Cr

Grâce aux différents aspects de surfaces des différentes zone de fissuration, la mesure de la longueur de fissure initiale après préfissuration  $a_0$  et de l'avancée de fissure finale  $\Delta a_f$  se fait à partir de ces photos de faciès de rupture.  $a_0$  est l'addition de l'avancée de la préfissure par fatigue  $\Delta a_p$  à la longueur de l'entaille usinée par EDM. Du fait des formes particulières des fronts de fissure initiale et finale, deux méthodes sont utilisées pour mesurer les avancées de fissures post-fissuration : 1) La méthode des 9 points, telle que préconisée dans la norme ASTM E1820 [11] (voir Figure 72-a), 2) une méthode basée sur la mesure de la surface fissurée (voir Figure 72-b). Cette surface est ensuite divisée par l'épaisseur de paroi ( $t$ ) pour déterminer l'avancée de fissure. Ceci revient à considérer le plan fissuré rectangulaire et de même surface que la vraie fissure à front en chevrons.

La moyenne des deux longueurs de fissures avant et arrière de chaque éprouvette est considérée comme étant la longueur de fissure  $a_0$  ou  $a_f$  de cette dernière.

Les deux méthodes donnent des valeurs de  $a_0$  et  $a_f$  équivalentes avec un écart moyen de 0,45% et 2,1% de la longueur mesurée par 9 points respectivement. Ceci nous permet de considérer l'utilisation de la méthode de la surface comme valide et pouvant être utilisée sur les éprouvettes mPRNB car la méthode des 9 points est plus compliquée à mettre en place sur ces éprouvettes à cause de la réduction d'épaisseur en pointe de fissure.



**Figure 72** Mesure, par microscopie optique, des longueurs de fissure initiale  $a_0$  et finale  $a_f$  de l'éprouvette T67-M2-5 (a) par la méthode des 9 points (b) à partir des surfaces fissurées (A : Zone de préfissure par fatigue finale  $\Delta a_p$ , B : Zone de fissuration durant l'essai  $\Delta a_f$  et C : Zone de rupture fragile finale)

A température ambiante, les premiers essais mPRNB sont d'abord réalisés sur des éprouvettes mPRNB entaillées par EDM et non préfissurées. Ces essais sont réalisés sur les deux matériaux et ont pour but, à la fois d'optimiser le protocole expérimental (instrumentation, suivi caméras...) et de comparer les courbe  $J - \Delta a$  obtenus sur éprouvettes préfissurées et entaillées (dépourvues de préfissurations par fatigue). A 650 °C, seules des éprouvettes entaillées sont testées durant cette thèse.

Les longueurs de fissures initiales et finales mesurées sur toutes les éprouvettes mPRNB en T67-M2 et T73 testées sont regroupées dans le tableau 13.

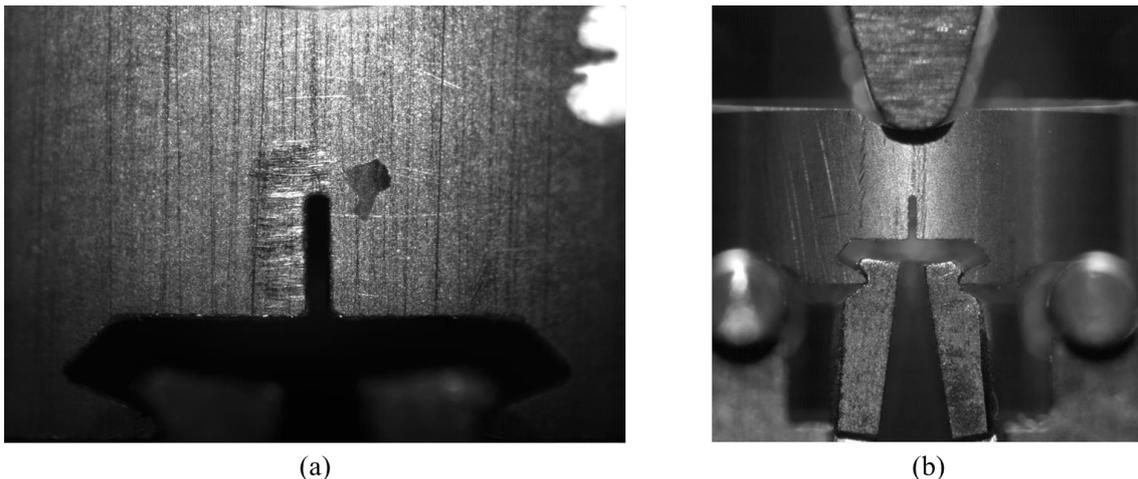
**Tableau 13** Référence, température d'essai et dimensions des éprouvettes mPRNB en ODS 9%Cr (T67-M2) et ODS 14%Cr (T73) testées

Référence éprouvette	$T(^{\circ}\text{C})$	Pré-fissuration	$B$ (mm)	$W$ (mm)	$a_0$ après préfissuration (mm)			$a_f$ après fissuration (mm)		
					Avant	Arrière	Moyenne	Avant	Arrière	Moyenne
T67-M2-1	Amb	NON	1.06	3.04	1.50	1.52	1.51	2.14	1.92	2.03
T67-M2-2	Amb	NON	1.04	3.00	1.49	1.48	1.49	1.98	1.91	1.94
T67-M2-3	Amb	OUI	1.03	3.00	1.91	1.88	1.89	2.12	2.18	2.15
T67-M2-4	Amb	OUI	1.03	3.03	1.97	1.97	1.97	2.15	2.20	2.17
T67-M2-5	Amb	OUI	1.02	3.04	1.82	2.00	1.91	2.14	2.33	2.23
T67-M2-6	650	NON	1.04	3.01	1.49	1.49	1.49	2.21	2.16	2.18
T67-M2-7	650	NON	1.08	3.01	1.49	1.50	1.50	1.99	1.94	1.96
T73-1	Amb	NON	1.11	3.02	1.49	1.51	1.50	1.88	1.88	1.88
T73-2	Amb	NON	1.08	3.03	1.48	1.49	1.49	2.06	2.06	2.06
T73-3	Amb	OUI*	1.07	3.02	1.93	1.60	1.77	2.22	2.21	2.22
T73-4	Amb	OUI*	1.07	3.05	2.19	1.72	1.96	2.40	2.07	2.24
T73-5	Amb	OUI*	1.09	3.03	1.68	1.92	1.80	2.08	2.24	2.16
T73-6	650	NON	1.08	3.03	1.49	1.50	1.50	2.15	1.97	2.06
T73-7	650	NON	1.07	3.02	1.50	1.49	1.49	1.92	1.66	1.79

\* La préfissure par fatigue ne s'est pas propagée dans toute l'épaisseur d'une des deux fissures (avant ou arrière)

### V.2.3. Suivi optique d'avancée de fissure en direct

Deux caméras sont installées face aux fissures avant et arrière de l'éprouvette (voir Figure 39-a) pour permettre le suivi optique de l'avancée de fissure durant l'essai. Les caméras sont nommées caméra avant et arrière en fonction de la fissure qu'elles suivent. Les photos du début de l'essai mPRNB sur l'éprouvette T67-M2-5 obtenues par les caméras avant et arrière sont présentées sur la figure 73 a et b respectivement. La caméra avant est une PCO 5.5 équipée d'un objectif télécentrique pour une taille de pixel de 1,6  $\mu\text{m}$ . La caméra arrière est une Phantom VEO 710 équipée d'un objectif classique de marque TAMRON pour un champs d'observation plus large et une taille de pixel de 18  $\mu\text{m}$ .



**Figure 73** Champs de vue de la caméra, (a) avant et (b) arrière, sur l'éprouvette T67-M2-5

Même si la mesure ne se fait qu'à la paroi externe de l'éprouvette mPRNB, le suivi optique de l'avancée de la fissure permet d'avoir une estimation de l'avancée de fissure de chaque côté au cours de l'essai permettant de l'arrêter à une avancée de fissure objectif. Confrontées aux courbes Force-CMOD, ces images permettent de définir le point d'amorçage de la fissure aussi (voir Figure 74).

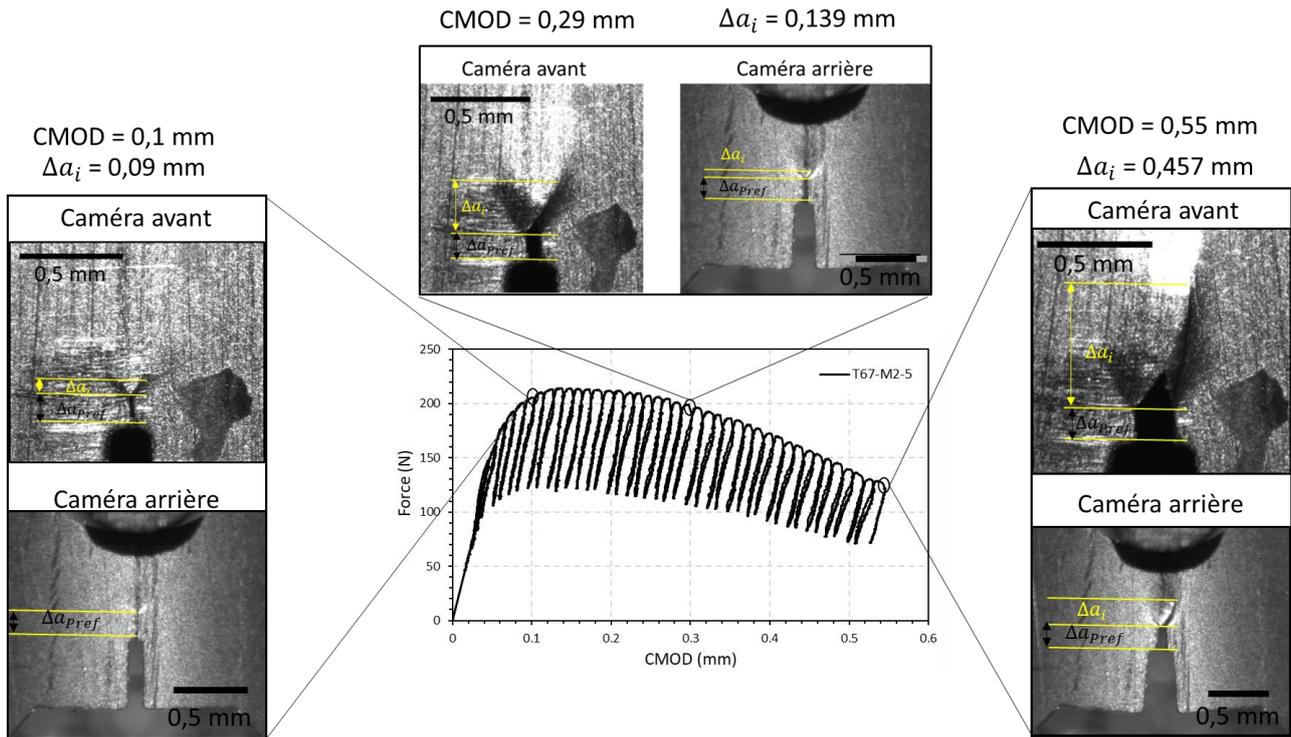


Figure 74 Suivi optique d'avancée de fissure de l'éprouvette T67-M2-5

### V.3. Détermination des fonctions géométriques $a/W(u)$ , $f(a/W)$ , et $\eta_{pl}(a/W)$

Comme indiqué dans la section 1, il n'est pas possible d'analyser les résultats expérimentaux obtenus sur mPRNB en appliquant directement les formules de la norme ASTM E1820-22e1 [11] conçues pour l'éprouvette  $SE(B)$ . Cette section est consacrée à la détermination des fonctions nécessaires pour obtenir les courbes  $J - \Delta a$  sur des éprouvettes mPRNB. Afin d'éviter toute confusion, les numéros d'équations cités dans la suite du manuscrit sont celle de l'article chapitre 0. Ces numéros d'équations sont entre parenthèses contrairement à ceux de la section I.2.2.

#### V.3.1. Procédure numérique

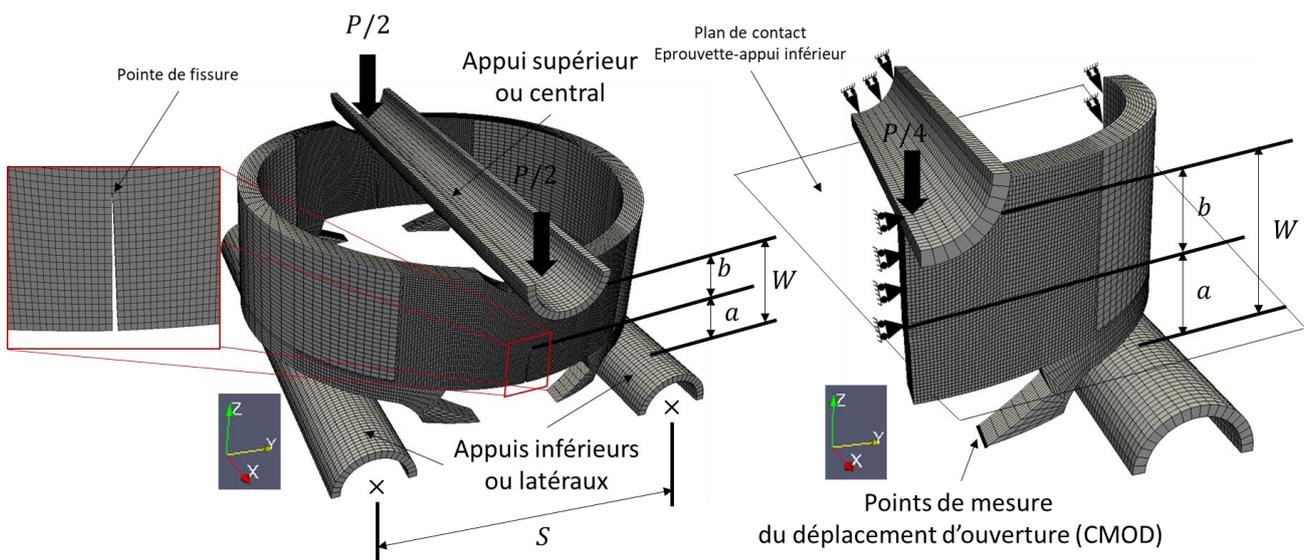
Des analyses détaillées par éléments finis de l'essai mPRNB ont été réalisées sur Cast3M 21 [79]. Trois fonctions doivent être déterminées. (i) L'évolution de la complaisance en fonction de la longueur normalisée de la fissure  $a/W$ . Cette fonction permet d'estimer l'avancée de la fissure pendant les essais selon la méthode des complaisances aux décharges. (ii) La fonction utilisée pour déterminer le facteur d'intensité des contraintes (et donc la partie élastique de l'intégrale  $J$ ) :  $f(a/W)$ . (iii) Les fonctions  $\eta_{pl}$  et  $\gamma_{pl}$  facteurs de proportionnalité permettant de déterminer la partie plastique de l'intégrale  $J$  à partir de l'aire plastique sous la courbe force-CMOD ( $A_{pl}$ ).

Tous les ajustements des fonctions déterminées dans ce travail sont effectués par régression polynomiale avec un coefficient de détermination  $R^2 \geq 0,99$ . Si nécessaire, l'ordre de la fonction est augmenté pour obtenir cette

valeur. Les méthodes présentées dans les sections V.3.2, V.3.3 et V.3.4 ont été testées par FEA sur l'éprouvette  $SE(B)$  standard dans la plage de  $a/W$  recommandée par la norme ASTM E1820-22e1. Les fonctions géométriques citées en (i), (ii) et (iii) sont conformes aux fonctions correspondantes données par la norme ASTM E1820-22e1 [11] (voir Annexe 3).

Le maillage par éléments finis (FE) avec les conditions aux limites et le chargement est présenté sur la figure 75. En raison des symétries, un quart de l'ensemble est modélisé à l'aide d'éléments hexaédriques linéaires quasi-incompressibles (ICC8). Le maillage étant assez raffiné autour de la pointe de fissure, ce type d'élément donne les mêmes résultats que les éléments hexaédriques quadratiques avec un temps de calcul réduit. Le maillage est affiné autour de la pointe de la fissure pour obtenir une charge macroscopique convergente et une description détaillée du champ de contrainte et de déformation dans cette zone. Le chargement de l'éprouvette mPRNB est imposé par le déplacement de tous les points de la surface interne de l'appui supérieur. Pour mieux décrire le dispositif expérimental, un modèle de contact avec un coefficient de frottement nul est utilisé sur les surfaces de contact entre l'éprouvette anneau et les appuis. Ce coefficient de frottement est choisi pour représenter la rotation libre des rouleaux d'appuis inférieurs (latéraux).

Le comportement élastoplastique du T67-M2 a été identifié à l'aide d'essais de traction sur anneau présentés dans la section III.2.1.1. La loi identifiée est quant à elle présentée dans le chapitre 0 en section III.2.2. Ce type d'essai de traction est souvent utilisé pour caractériser les propriétés de traction circumférentielle des gaines de combustible [42], [62], [89]. Sur la base de la microstructure quasi-isotrope, en terme de morphologie et de texture, observée sur les cartes EBSD, les propriétés mécaniques de la gaine de combustible en acier ODS 9Cr sont supposées être isotropes. Des essais de traction sur tuiles (voir section III.2.1.1), comme ceux réalisés précédemment par Jaumier et al [42], ont également été réalisés et ont permis de vérifier et de valider l'utilisation de la contrainte de Von Mises. La contrainte d'écoulement est représentée par la fonction (9), qui comprend deux lois de type Voce, et le module d'Young est égal à 225 GPa pour l'éprouvette et à 214 GPa pour les appuis. Le coefficient de Poisson est fixé à 0,3. Pour les calculs élastoplastiques, l'écoulement plastique est supposé suivre le critère de plasticité de Von Mises



**Figure 75** Maillage et conditions aux limites de l'essai mPRNB

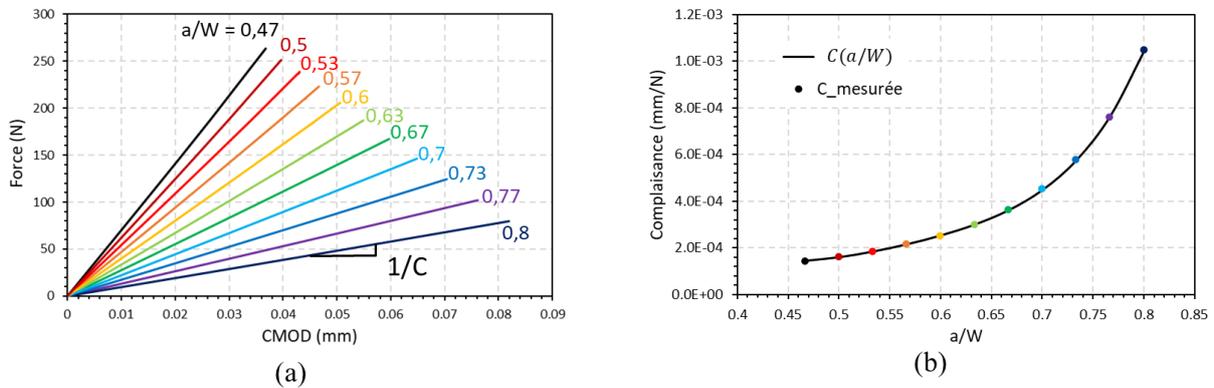
### V.3.2. Détermination des fonctions $C(a/W)$ et $a_i/W(u)$

La méthode des complaisances aux décharges élastiques consiste à mesurer la complaisance des décharges élastiques appliquées pendant l'essai. À partir de la complaisance mesurée,  $a/W$  est déterminé en utilisant la fonction de longueur de fissure normalisée  $a/W(u)$  donnée par la norme ASTM E1820-22e1 pour les éprouvettes standards [11].  $a/W(u)$  est spécifique à la géométrie de l'éprouvette et doit être déterminée pour l'éprouvette mPRNB qui est non standard. Pour déterminer cette fonction, des calculs éléments finis (FEA) de l'essai mPRNB sont effectués pour différentes longueurs de fissure. Dans ce cas, le matériau est considéré comme élastique et de petites déformations/petits déplacements sont supposés.

A partir des courbes force-CMOD élastiques et pour différentes longueurs de fissure, les complaisances sont déterminées pour un petit déplacement d'ouverture et de la force de réaction  $P_Z$ . Le CMOD est déterminé à partir du déplacement  $UY$  de la ligne de mesure du déplacement d'ouverture identifiée sur la figure 75. Les complaisances déterminées pour un petit déplacement d'ouverture (0.01 mm) sont tracées en fonction de  $a/W$  et fittée pour obtenir la fonction  $C(a/W)$  suivante (voir Figure 76-b) :

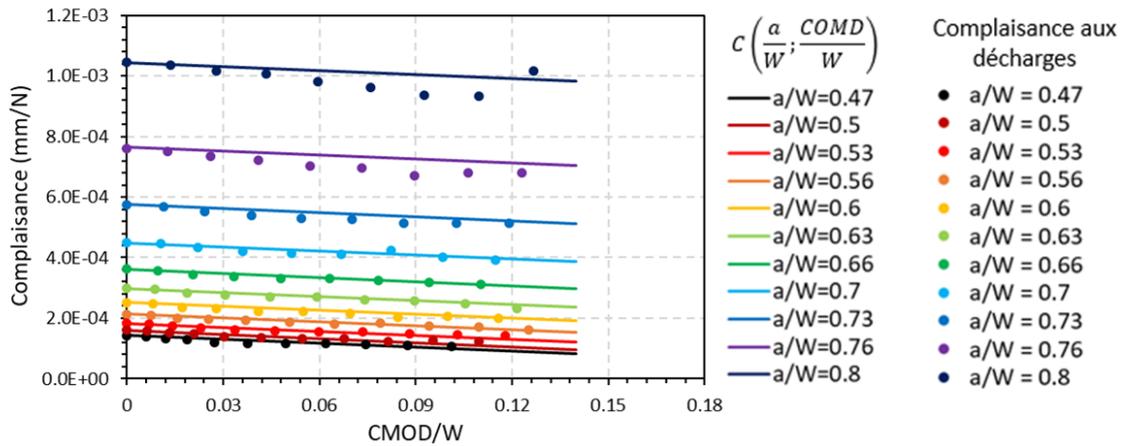
$$C\left(\frac{a_i}{W}\right) = \frac{6S}{EBW} \left(\frac{a_i}{W}\right) \times \left[ 2260,61 \left(\frac{a_i}{W}\right)^4 - 5101,52 \left(\frac{a_i}{W}\right)^3 + 4358,75 \left(\frac{a_i}{W}\right)^2 - 1654,66 \left(\frac{a_i}{W}\right) + 238,51 \right] \quad (26)$$

où  $B$  est deux fois l'épaisseur de la paroi  $t$ ,  $S$  l'entraxe des appuis inférieurs,  $E$  le module d'Young du matériau. La forme de la fonction  $C(a/W)$  est choisie par analogie à celle donnée par la norme ASTM E1820-22e1 pour l'éprouvette  $SE(B)$ .



**Figure 76** (a) Courbes Force-CMOD numériques élastiques pour différents  $a/W$  (b) Courbe complaisance en fonction de  $a/W$

Un chargement avec des décharges partielles a été appliqué lors des analyses FE de l'essai mPRNB afin de vérifier d'éventuels effets de la géométrie de l'essai sur l'évolution de la complaisance au cours du chargement. Pour un  $a/W$  constant et pour des déplacements plus importants, la complaisance aux décharges diminue de manière quasi-linéaire au cours du chargement sous la forme  $C_0 + Cste (CMOD/W)$  avec  $C_0$  correspondant à  $C(a/W)$  pour un  $CMOD$  nul et donc à la complaisance donnée par l'équation (26) (voir **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Cet effet est peut-être dû aux conditions de chargement de l'éprouvette mPRNB (flexion dans le sens radial ( $rr$ ) de l'éprouvette) (voir section VI.1). Cette diminution ne peut être due à la rotation des points de mesure du CMOD car celle-ci est aussi présente sur les complaisances mesurées sur les courbes Force-LLD (voir Figure 80).



**Figure 77** Coubes Complaisance- $CMOD/W$  pour les différents  $a/W$  avec pentes  $C(a/W ; CMOD/W)$

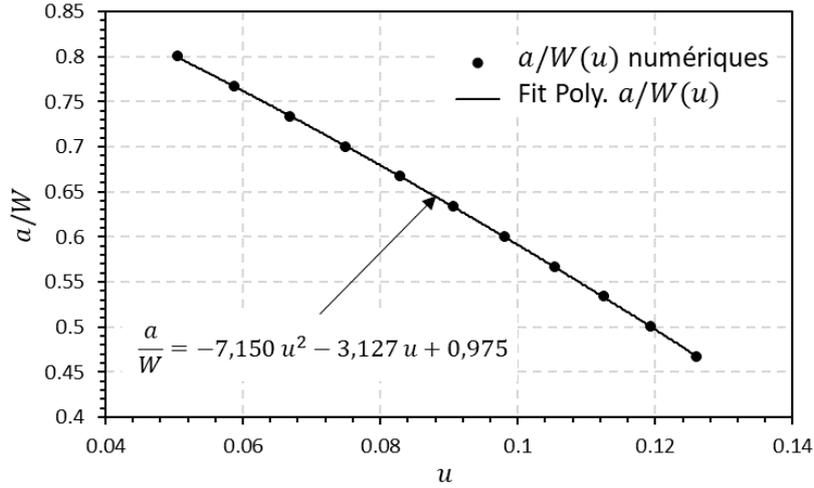
Il est à noter que les traits en lignes continues (légende  $C(a/W ; CMOD/W)$  sur la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) ont quasiment tous la même pente (37,125 [ $S/EBW$ ]). On en conclut que la pente d'évolution de la complaisance en fonction du  $CMOD$  varie très peu sur une plage de  $a/W$  comprise entre  $0,5 \leq \frac{a}{W} \leq 0,7$  permettant de valider l'utilisation d'une pente constante pour la correction proposée ci-après. Il est conseillé aussi de réaliser les essais mPRNB dans cette plage de  $a/W$ , correspondant à une propagation de fissure de 0,6 mm. La fonction complaisance est alors corrigée par cette pente constante en additionnant à l'équation (26) un terme  $C(CMOD/W)$  comme suit :

$$C\left(\frac{a}{W}; \frac{CMOD}{W}\right) = C\left(\frac{a}{W}\right) + C\left(\frac{CMOD}{W}\right) \quad (27)$$

On obtient alors la fonction  $C(a/W ; CMOD/W)$  suivante :

$$C\left(\frac{a}{W}; \frac{CMOD}{W}\right) = \frac{6S}{EBW} \left(\frac{a}{W}\right) \times \left[ 2260,61 \left(\frac{a}{W}\right)^4 - 5101,52 \left(\frac{a}{W}\right)^3 + 4358,75 \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 1654,66 \left(\frac{a}{W}\right) + 238,51 \right] - 37,125 \left(\frac{S}{EBW}\right) \times \left(\frac{CMOD}{W}\right) \quad (28)$$

La fonction  $C(a/W ; CMOD/W)$  déterminée par l'équation (28) permet alors de mieux estimer la complaisance en prenant en compte son évolution au cours du chargement en fonction de  $a/W$  et de  $CMOD/W$  (Voir **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Cette fonction est alors utilisée pour déterminer la fonction  $a/W(u)$ . Plusieurs analyses FE de l'essai PLT dans une plage de longueur de fissure normalisée de  $0,47 \leq a/W \leq 0,8$  ont été effectuées.  $a/W$  est tracé en fonction de la complaisance normalisée  $u$  (voir Figure 78).



**Figure 78** Fit polynomial de la fonction  $a/W(u)$

La fonction  $a_i/W(u)$  est ajustée par une équation polynomiale du second ordre comme suit :

$$\frac{a_i}{W}(u) = -7,15 u^2 - 3,127 u + 0,975 \quad (29)$$

Avec le paramètre  $u$  de la même forme que celui donné par la norme ASTM E1820-22e1 pour l'éprouvette  $SE(B)$  :

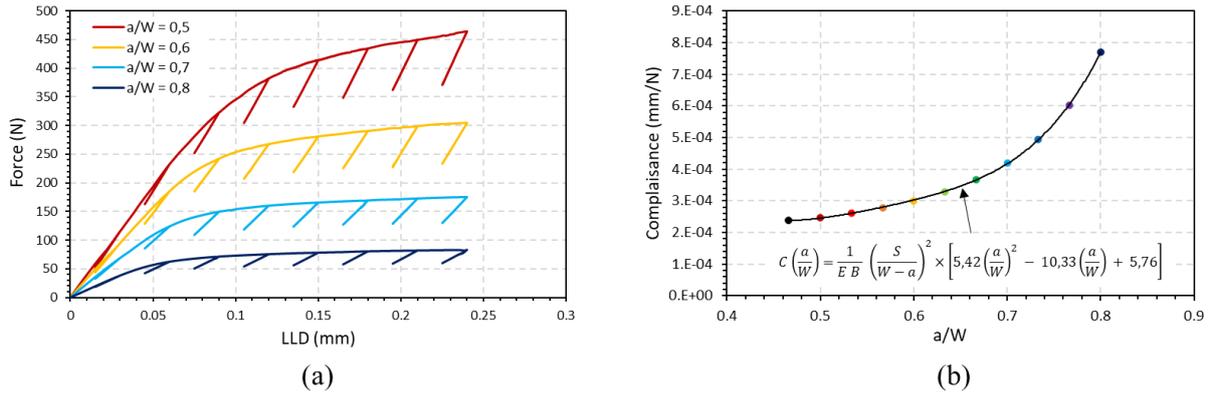
$$u = 1 / \left( \left[ \frac{BWE [ C_i + 37,125 (S/EBW) (CMOD_i/W) ]}{S/4} \right]^{1/2} + 1 \right),$$

$C_i$  la complaisance à la  $i^{\text{ème}}$  décharge et  $CMOD_i$  l'ouverture extensomètre correspondante. Les complaisances  $C$  considérées sur ce fit sont les complaisances ( $\Delta CMOD/\Delta P$ ) mesurées sur les FEA élastiques de l'essai mPRNB pour un faible CMOD ou, autrement dit, les complaisances correspondant à un CMOD = 0. Quel que soit le matériau, cette fonction permet de déterminer l'avancée de la fissure pendant l'essai pour l'éprouvette mPRNB en soustrayant la longueur initiale de la fissure  $a_0$  de la longueur instantanée de la fissure au déchargement ( $i$ )  $a_i$ .

La même méthode est appliquée aux courbes de force en fonction du déplacement la ligne de chargement ( $LLD$  pour *Load Line Displacement*) pour déterminer la fonction  $C(a/W)$  à utiliser lorsque le  $LLD$  est utilisé pour déterminer la courbe  $J - \Delta a$ . Dans la même plage de  $a/W$ , à partir des courbes Force- $LLD$  (voir Figure 79- a) la complaisance est déterminée comme étant la pente  $\Delta LLD/\Delta P$  pour un déplacement très faible ( $LLD < 0,01$  mm). Les différentes complaisances mesurées pour les différentes longueurs de fissure sont alors tracées et ajustées par une loi polynomiale (voir Figure 79-b).

La fonction  $C(a/W)_{LLD}$  est donnée par la formule suivante :

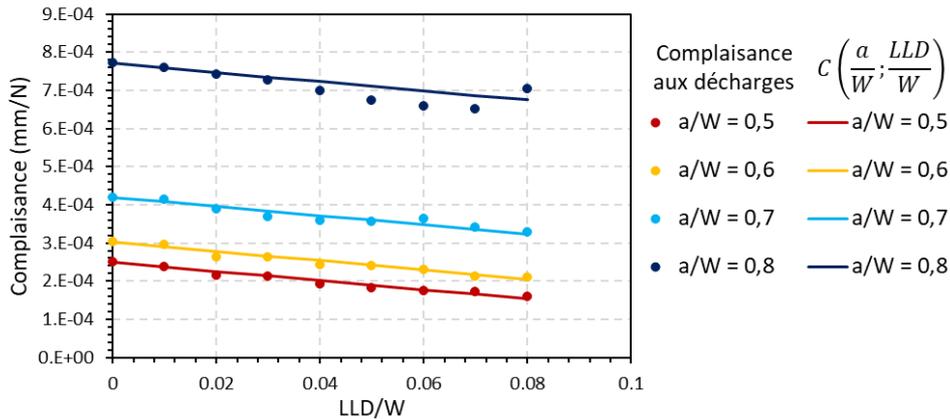
$$C \left( \frac{a}{W} \right)_{LLD} = \frac{1}{E B} \left( \frac{S}{W-a} \right)^2 \times \left[ 5,425 \left( \frac{a}{W} \right)^2 - 10,325 \left( \frac{a}{W} \right) + 5,764 \right] \quad (30)$$



**Figure 79** (a) Courbes Force-LLD numériques élastoplastiques pour différents  $a/W$  (b) Courbe complaisance en fonction de  $a/W$

Comme pour le CMOD, les complaisance mesurées sur les décharges des courbes Force-LLD évoluent au cours du chargement pour une longueur de fissure statique (voir Figure 80) et comme pour le CMOD, celles-ci diminuent linéairement en fonction du LLD avec une pente qui varie peu. Celles-ci peuvent aussi être corrigées par une pente constante comme le montre les lignes continues de même pente sur la figure 80. La fonction  $C(a/W; LLD/W)$  alors déterminée est de la même forme que  $C(a/W; CMOD/W)$  et s'écrit comme suit :

$$C\left(\frac{a}{W}\right)_{LLD} = \frac{1}{EB} \left(\frac{S}{W-a}\right)^2 \times \left[5,425\left(\frac{a}{W}\right)^2 - 10,325\left(\frac{a}{W}\right) + 5,764\right] - 101,25\left(\frac{S}{EBW}\right) \times \left(\frac{LLD}{W}\right) \quad (31)$$



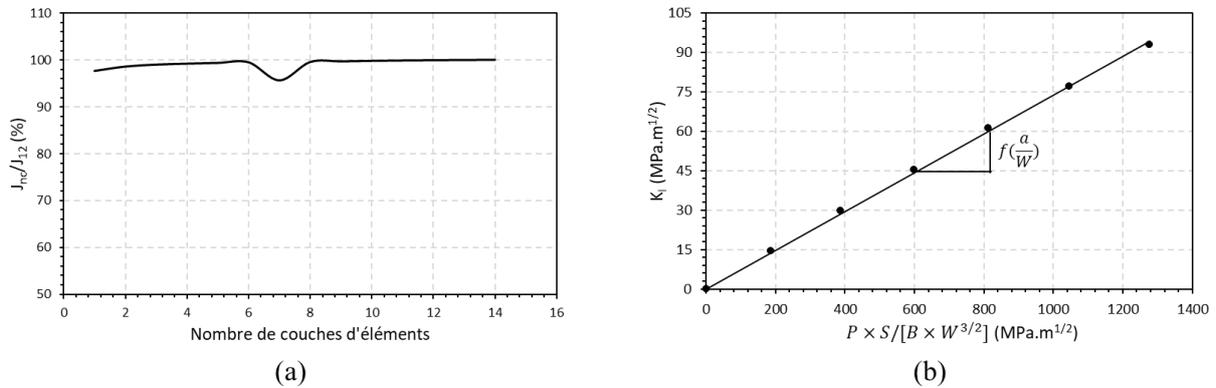
**Figure 80** Coubes Complaisance-LLD/W pour les différents  $a/W$  avec pentes  $C(a/W; LLD/W)$  correspondantes

### V.3.3. Détermination de la fonction $f(a/W)$

Dans cette section la fonction géométrique  $f(a/W)$ , nécessaire pour évaluer le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  et en déduire  $J_{el}$ , est déterminée. C'est la méthode  $G_\theta$  présentée dans la section 4.3.2 de l'article sur l'essai PLT qui est utilisée. Cette méthode consiste à calculer l'intégrale  $J$  à l'aide d'une intégrale de contour (méthode  $G_\theta$ , fonction implémentée dans Cast3M 21 [81]). Le domaine d'intégration choisi a peu d'influence sur les valeurs  $J$  calculées au-delà d'un certain nombre de couches d'éléments (8 dans notre cas). L'intégrale  $J$  est alors calculée sur un contour de 10 couches d'éléments (voir Figure 81-a). La simulation suppose un comportement élastique du matériau. Pour un  $a/W$  constant, à partir de l'évaluation de  $J$ ,  $K_I$  peut être directement déterminé à l'aide de l'équation (4).  $K_I$  est représenté en fonction de  $P \times S/[B \times W^{\frac{3}{2}}]$  dans la figure

81-b. L'essai mPRNB étant inspiré de l'essai  $SE(B)$ ,  $f(a/W)$  est normalisée par rapport à l'entraxe en introduisant la multiplication par le facteur  $(S/W)$  dans l'équation (5) et  $K_I$  est défini comme suit :

$$K_I = \frac{P S}{B W^{3/2}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (32)$$

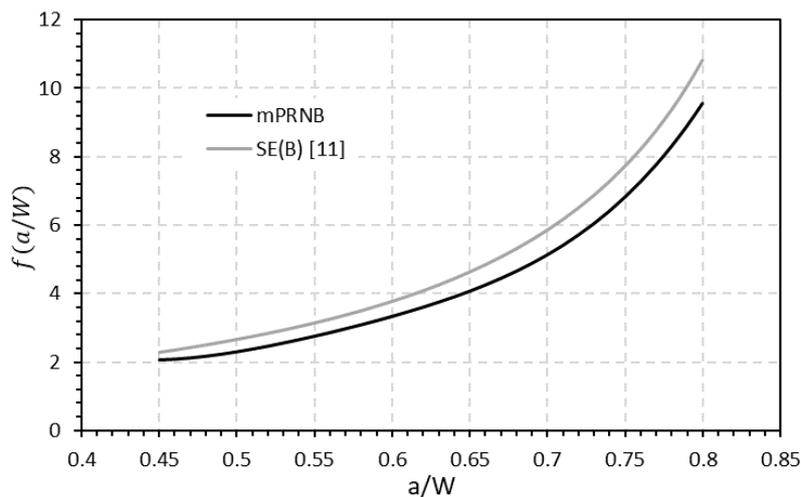


**Figure 81** (a) Evolution de la valeur de l'intégrale  $J$  calculée en fonction du nombre de couches d'éléments considérées pour le contour (b) Courbe  $K_I$  en fonction de  $(P \times S / [B \times W^{3/2}])$  pour la détermination de  $f(a/W)$

La relation entre les deux quantités est linéaire. Les valeurs de  $f(a/W)$  pour les différentes longueurs de fissures analysées sont ensuite tracées et ajustées par l'équation polynomiale du 4<sup>ème</sup> ordre qui suit :

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = 869,309 \left(\frac{a}{W}\right)^4 - 1951,772 \left(\frac{a}{W}\right)^3 + 1664,927 \left(\frac{a}{W}\right)^2 - 628,307 \left(\frac{a}{W}\right) + 89,872 \quad (33)$$

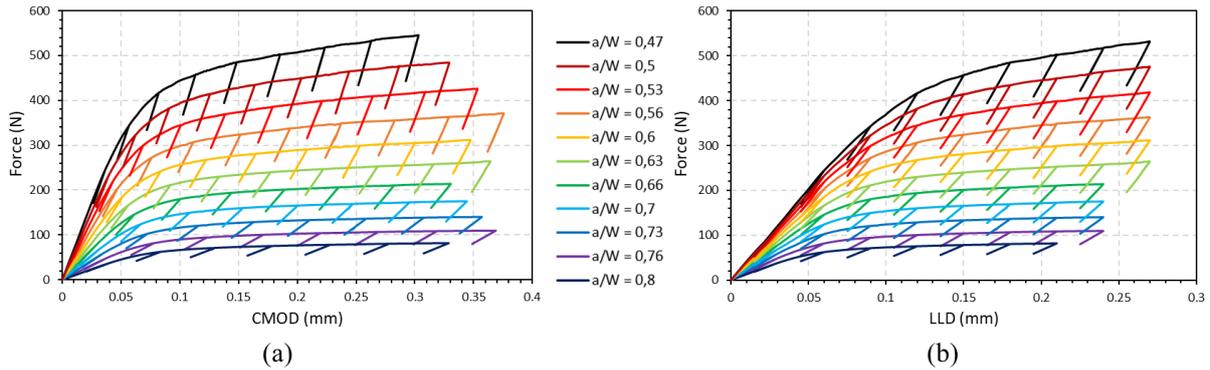
La fonction  $f(a/W)$  relative à l'éprouvette mPRNB déterminée est tracée et comparée à la fonction  $f(a/W)$  de l'éprouvette  $SE(B)$  (voir Figure 82). La fonction géométrique de l'éprouvette mPRNB diffère peu de celle de l'éprouvette  $SE(B)$ . Ceci nous conforte dans la conclusion que l'état de chargement de l'éprouvette mPRNB est proche de celui de l'éprouvette de flexion trois points standard.



**Figure 82** Fonctions  $f(a/W)$  des éprouvettes mPRNB et  $SE(B)$

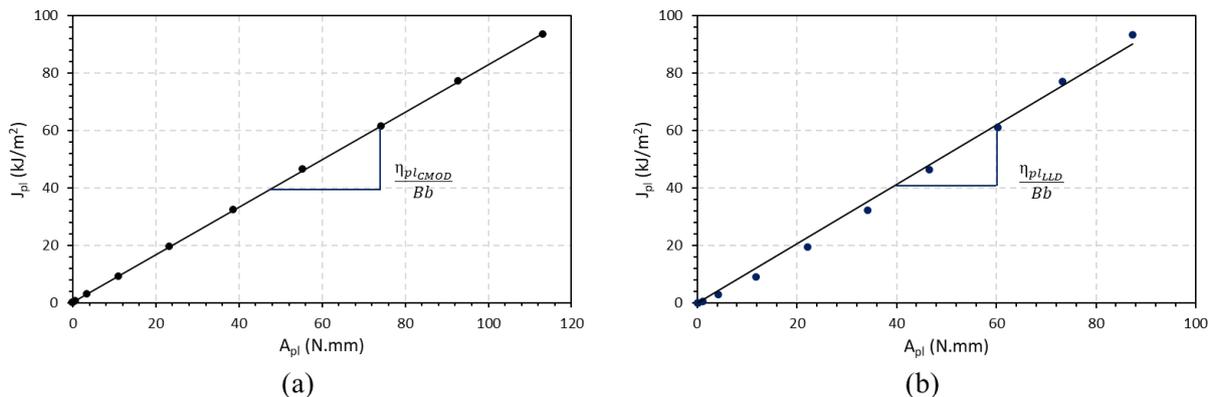
### V.3.4. Détermination de la fonction $\eta_{pl}$

Comme indiqué dans la section I.2.2, le facteur plastique  $\eta_{pl}$  et le facteur de correction  $\gamma_{pl}$  dans le cas d'une fissure qui se propage, sont nécessaires pour calculer  $J_{pl}$ . Ces facteurs dépendent de la géométrie et doivent être déterminés pour l'éprouvette mPRNB. Pour cela plusieurs calculs par éléments finis de l'essai mPRNB, en introduisant la plasticité et les grandes déformations dans le modèle mécanique, sont réalisés dans la plage  $0,47 \leq a/W \leq 0,8$ . Les courbes Force-CMOD et Force-LLD obtenues sont présentées sur la figure 83 a et b respectivement.



**Figure 83** Courbes numériques (a) Force-CMOD (b) Force-LLD

La méthode  $G_\theta$  est basée sur le calcul de l'intégrale  $J$  à partir d'une intégrale d'un contour comme déjà utilisée ci-dessus pour déterminer  $f(a/W)$ . Cependant, pour un matériau élastoplastique tel qu'il est supposé ici, l'intégrale  $J$  déterminée est un  $J_{Total}$  comportant une partie élastique et une partie plastique.  $J_{el}$  est calculé à l'aide de la fonction géométrique  $f(a/W)$  déterminée à partir des FEA élastiques (voir section ci-dessus).  $J_{pl}$  est ensuite calculé à partir de l'équation (3). Pour un  $a/W$  constant, l'évolution de  $J_{pl}$  en fonction de l'aire plastique ( $A_{pl}$ ) sous la courbe Force-CMOD ou Force-LLD est linéaire (voir équation (6)). En condition de fissure statique, sa pente est  $\eta_{pl}$  multipliée par la valeur constante  $1/Bb_0$  comme le montre la figure 84. Lorsque c'est la courbe Force-CMOD qui est exploitée, le  $\eta_{pl}$  déterminé est noté  $\eta_{pl_{CMOD}}$  et pour la courbe Force-LLD,  $\eta_{pl_{LLD}}$  (voir Figure 84-b).



**Figure 84** Courbes  $J_{pl}$  en fonction de  $A_{pl}$  pour la détermination de (a)  $\eta_{pl_{CMOD}}$  (b)  $\eta_{pl_{LLD}}$

Les différentes valeurs de  $\eta_{pl_{CMOD}}$  et  $\eta_{pl_{LLD}}$  déterminées pour chaque  $a/W$ , dans la plage  $0,47 \leq a/W \leq 0,8$ , sont ensuite tracées en fonction de  $a/W$  et ajustées. Le fit polynomial des tracés donne les fonctions  $\eta_{pl_{CMOD}}$  et  $\eta_{pl_{LLD}}$  suivantes :

$$\eta_{pl_{CMOD}} = -1.972 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 1.816 \left(\frac{a}{W}\right) + 0.82 \quad (34)$$

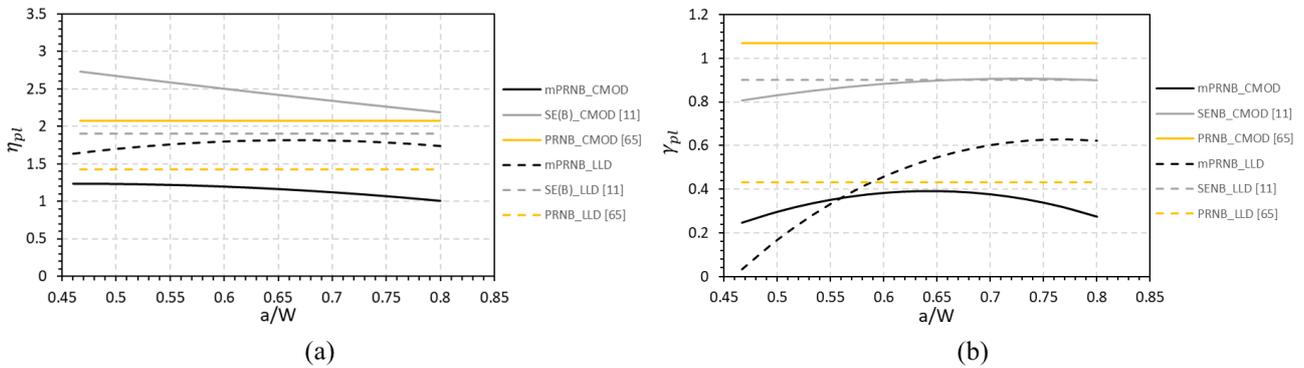
$$\eta_{pl_{LLD}} = -4.394 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 5.845 \left(\frac{a}{W}\right) - 0.125 \quad (35)$$

Les fonctions  $\gamma_{pl_{CMOD}}$  et  $\gamma_{pl_{LLD}}$  sont alors déterminées à partir de  $\eta_{pl_{CMOD}}$  et  $\eta_{pl_{LLD}}$  selon l'équation (8). Les fonctions  $\gamma_{pl}$  alors déterminées sont les suivantes :

$$\gamma_{pl_{CMOD}} = -4.645 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 5.968 \left(\frac{a}{W}\right) - 1.525 \quad (36)$$

$$\gamma_{pl_{LLD}} = -6.958 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 10.549 \left(\frac{a}{W}\right) - 3.368 \quad (37)$$

Les facteurs  $\eta_{pl}$  et  $\gamma_{pl}$  déterminés pour l'éprouvette mPRNB sont tracés en fonction de  $a/W$  avec ceux déterminés sur les éprouvettes  $SE(B)$  [11] et PRNB [64] (voir Figure 85). On constate sur la figure 85-a (en trait continu) que  $\eta_{pl_{CMOD}}$  de l'éprouvette mPRNB est inférieur à celui des éprouvettes  $SE(B)$  et PRNB qui sont plus proches entre eux. Ceci est attendu car la mesure du  $CMOD$  est faite sur des points déportés (0,5 mm plus bas, voir **Figure 75**) par rapport au plan de contact éprouvette-appuis inférieurs. Cela amène à surestimer l'ouverture par rapport à une mesure faite sur des points appartenant à ce plan de contact (cas des éprouvettes  $SE(B)$  et PRNB).  $A_{pl}$  déterminée avec ce  $CMOD$  est de ce fait surestimée pour un même  $J_{pl}$  déterminé par la méthode  $G_\theta$ . Ceci diminue alors la pente de la droite  $J_{pl}(A_{pl})$  et donc la valeur de  $\eta_{pl_{CMOD}}$  déterminée ( $B$  et  $b_0$  étant constants). Quant à  $\eta_{pl_{LLD}}$  (en pointillés sur la figure 85-a), les trois éprouvettes donnent des valeurs proches avec  $\eta_{pl_{LLD}}$  (mPRNB) relativement équivalent à  $\eta_{pl_{LLD}}$  ( $SE(B)$ ).



**Figure 85** (a) Courbes  $\eta_{pl}$  en fonction de  $a/W$  pour les éprouvettes mPRNB,  $SE(B)$  et PRNB (b) Courbes  $\gamma_{pl}$  en fonction de  $a/W$  pour les éprouvettes mPRNB,  $SE(B)$  et PRNB

## V.4. Résultats expérimentaux d'essais mPRNB

Une campagne expérimentale d'essais de ténacité mPRNB est menée sur les deux gaines en acier ODS 9%Cr (T67-M2) et 14%Cr (T73). Des essais sur gaines entaillées par EDM ont d'abord été réalisés à température ambiante pour optimiser la procédure expérimentale sur mPRNB (instrumentation, suivi caméras, programme de chargement...). Par la suite, des essais de mPRNB sur éprouvettes préfiessurées en fatigue en T67-M2 et T73 sont réalisés. Pour finir, les premiers essais de ténacité mPRNB à 650 °C sont réalisés sur éprouvettes entaillées

seulement en T67-M2 et T73. Ces essais ont permis de déterminer la courbe de résistance ( $J - \Delta a$ ) des deux gaines à température ambiante et à 650 °C.

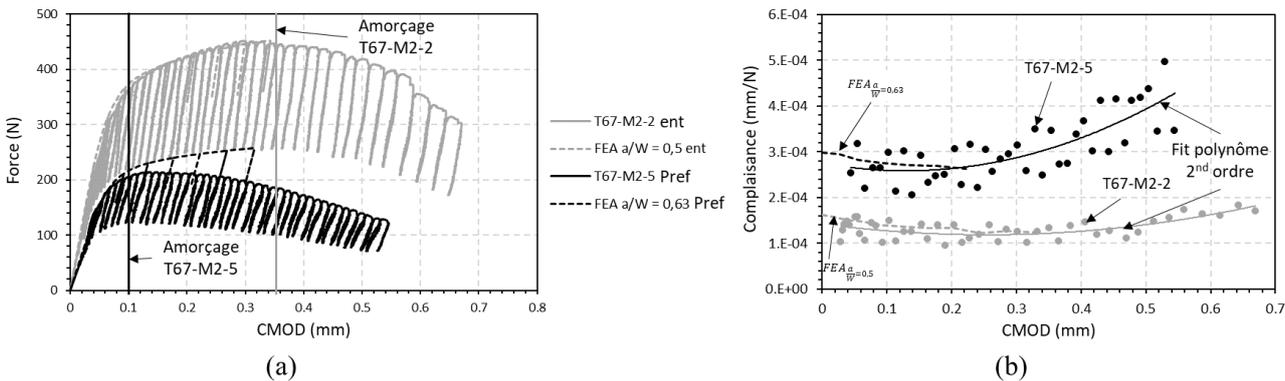
Dans cette section, les résultats d'essais de ténacité mPRNB sur chaque matériau et avec les deux types d'éprouvettes (entaillées et préfissurées) sont présentés et discutés dans un premier temps. C'est ensuite les résultats des essais à haute température qui sont présentés et commentés avant de conclure le chapitre sur l'essai mPRNB.

### V.4.1. Essais mPRNB sur T67-M2 à température ambiante

Des essais de ténacité sont réalisés sur la gaine en acier ODS 9%Cr à température ambiante. Deux éprouvettes mPRNB avec deux entailles symétriques et diamétralement opposées d'environ 0,07 mm de rayon en fond d'entaille chacune sont testées sans préfissuration par fatigue au préalable. Trois essais supplémentaires ont été réalisés sur des éprouvettes mPRNB en T67-M2 préfissurées par fatigue. Les références des éprouvettes, leurs dimensions et les longueurs de fissures initiales et finales sont regroupées sur le tableau 13. Ces essais sont dépouillés avec deux méthodes mono-éprouvette : la méthode des complaisances aux décharges et la méthode de normalisation qui sera présentée plus bas dans cette section lors de son application.

#### Méthode des complaisances aux décharges

Les courbes Force-CMOD expérimentales obtenues sur les éprouvettes T67-M2-2 et 5, seulement entaillée et préfissurée respectivement, sont présentées sur la figure 86-a avec les courbes Force-CMOD numériques élastoplastiques de même  $a_0/W$ . Le comportement élastoplastique expérimental des deux éprouvettes est parfaitement reproduit par les FEA de l'essai mPRNB jusqu'à l'amorçage de la fissure. On remarque aussi que, sur les éprouvettes entaillées, l'amorçage de la fissure se fait bien plus tard que sur les éprouvettes préfissurées. En effet, pour l'éprouvette préfissurée, l'amorçage de la fissure constaté sur les images du suivi vidéo des essais a lieu 20  $\mu\text{m}$  avant d'atteindre le CMOD correspondant à la force maximale ( $F_{max}$ ) atteinte durant l'essai et 30  $\mu\text{m}$  après  $F_{max}$  pour l'éprouvette entaillée seulement. Ces constats sont valables pour les autres éprouvettes testées de même type, dont les courbes ne sont pas présentées dans la figure 86-a par souci de clarté. Un amorçage de la fissure autour de  $F_{max}$  est constaté pour les éprouvettes mPRNB préfissurées contrairement aux éprouvettes PLT préfissurées qui présentent un amorçage de la fissure bien avant d'atteindre  $F_{max}$  (voir figure 17 de l'article au Chapitre IV).



**Figure 86** Courbes expérimentales et numériques (a) Force-CMOD (b) Complaisance-CMOD

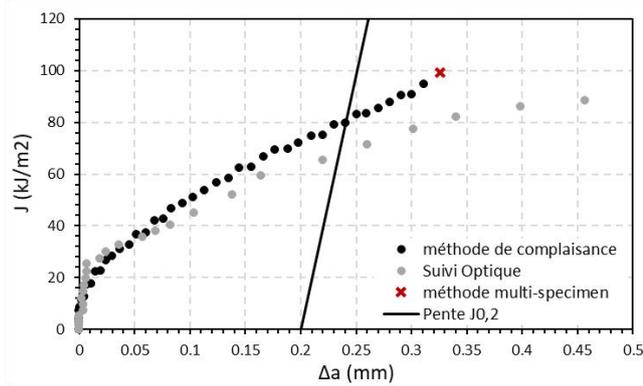
Les courbes Complaisance-CMOD, nommées  $C(CMOD)$ , obtenues sur les deux mêmes éprouvettes sont présentées sur la figure 86-b. La mesure de la complaisance s'avère compliquée à cause des faibles plages de CMOD sur lesquelles les décharges élastiques sont réalisées même si on décharge jusqu'à 60% de la force atteinte en fin de maintien. Un extensomètre de faible rigidité est choisi pour la mesure du CMOD pour éviter

que la force exercée par l'extensomètre lors de son montage sur l'éprouvette ne plastifie cette dernière en pointe de fissure. L'évolution des nuages de points  $C(CMOD)$  obtenue confirme les conclusions précédentes sur l'amorçage de la fissure avec un passage par un  $C_{min}$  aux mêmes  $CMOD$  auxquels l'amorçage est constaté optiquement.

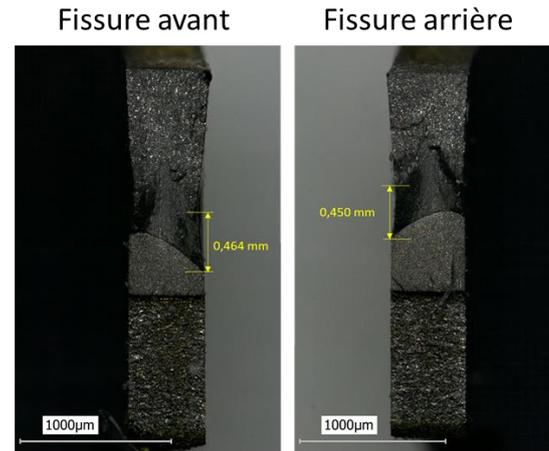
Pour dépouiller les essais par la méthode de complaisance présentée dans la section 2 de l'article (Chapitre 0), les points  $C(CMOD)$  de chaque éprouvette sont fittés par une régression polynomiale d'ordre 2 tel que proposée par Weiss et Nelyas [99] sur  $C(T)$ . La longueur de fissure est alors estimée par la méthode des complaisances aux décharges en appliquant l'équation (29) à ce polynôme (voir Figure 86-b). Ceci permet d'avoir une courbe  $J - \Delta a$  moins dispersée avec un  $\Delta a$  croissant au cours de l'essai en estimant l'avancée de fissure. Pour déterminer  $J_{el}$ ,  $K_I$  est calculé en utilisant l'équation (32). Pour  $J_{pl}$ , c'est l'équation incrémentale (7) qui est appliquée pour les méthodes mono-érouvette. Lorsque c'est la méthode multi-érouvettes (multi-specimen) qui est utilisée,  $J_{pl}$  est calculé à partir de l'équation (6). Dans ce cas, on a choisi de prendre  $A_{pl}$  correspond à l'aire plastique finale,  $\eta_{pl}$  correspond à  $\eta_{pl}(a_f/W)$  ( $a_f/W$  est mesuré post-fissuration),  $B$  correspond à deux fois l'épaisseur de paroi  $t$  et  $b_0$  à la longueur initiale du ligament ( $W - a_0$ ) tel que préconisé dans la norme ASTM E1820-22e1 [11] pour cette méthode. Cette méthode est notée ici multi-specimen car celle-ci nécessite d'utiliser plusieurs éprouvettes pour construire une courbe  $J - \Delta a$  en obtenant un point de cette courbe par éprouvette. Au vu du nombre d'éprouvettes mPRNB testées durant cette thèse, aucune courbe  $J - \Delta a$  n'est construite par cette méthode mais un point est obtenu par celle-ci pour chaque éprouvette testée. Ceci permet de distinguer cette méthode des deux autres méthodes dites « mono-érouvette », car permettant de construire une courbe  $J - \Delta a$  à partir d'une seule éprouvette, utilisée dans cette étude. Ces points ont été ajoutés aux courbes  $J - \Delta a$  présentées plus loin pour comparaison.

Les essais sont dépouillés par trois méthodes : (i) la méthode multi-specimen, permettant d'obtenir un point par éprouvette, (ii) la méthode de complaisance aux décharges comme présentée précédemment permettant d'obtenir une courbe  $J - \Delta a$  par éprouvette testée (iii) la méthode de suivi optique où l'avancée de fissure est mesurée grâce aux images acquises par les caméras avant et arrière (voir Figure 74). Les deux dernières méthodes sont des méthodes mono-érouvettes et diffèrent dans la manière dont  $a_i/W$  est déterminée seulement.

Les courbes  $J - \Delta a$  obtenues avec les deux méthodes mono-érouvette et le point obtenu par la méthode multi-specimen sont tracées sur la figure 87-a, pour une des éprouvettes testées (T67-M2-5). On constate alors que la méthode des complaisances aux décharges et la méthode de suivi optique donnent des courbes  $J - \Delta a$  équivalentes jusqu'à un  $\Delta a$  de 0,09 mm. Au-delà, la méthode de suivi optique surestime l'avancée de fissure par rapport à la méthode des complaisances amenant à sous-estimer le  $J_{0,2}$ . Ceci est dû au fait que l'avancée de fissure soit mesurée en paroi externe seulement alors que l'avancée de fissure n'est pas homogène dans l'épaisseur. Comme on peut le voir sur la figure 87-b, les avancées finales des fissures avant et arrière mesurées en paroi externe post-fissuration sont de 0,464 mm et 0,45 mm alors que celles mesurées selon la méthode des 9 points sont de 0,32 mm et 0,33 mm respectivement expliquant pourquoi l'avancée de fissure est surestimée par le suivi optique. De plus, les avancées de fissures finales estimées à partir du fit des complaisances aux décharges (voir Figure 86-b) et celles mesurées post-fissuration par la méthode des 9 points (voir section V.2.2) sont relativement proches (voir Figure 88). Le point obtenu par la méthode multi-specimen, plus fiable, est dans la continuité de la courbe  $J - \Delta a$  obtenue par la méthode des complaisances aux décharges (voir Figure 87-a).



(a)



(b)

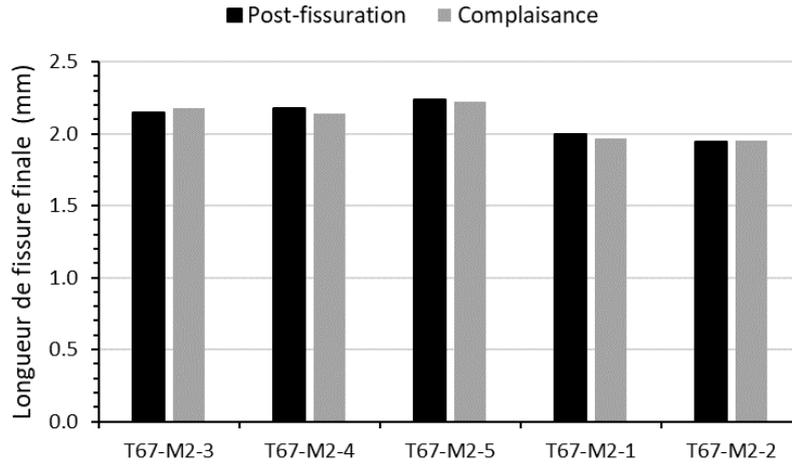
**Figure 87** (a) Courbes  $J - \Delta a$  de l'éprouvette T67-M2-5 déterminées par différentes méthodes (b) Facies de rupture avant et arrière de l'éprouvette T67-M2-5

Pour vérifier la précision de la méthode des complaisances pour l'estimation de la longueur de fissure finale ( $a_f$ ) en passant par le fit polynomial, les longueurs de fissures obtenues par cette méthode sont comparées à celles mesurées post-fissuration par la méthode des 9 points à partir des facies de rupture (voir Figure 88). La méthode des complaisances aux décharges donne des longueurs de fissures finales équivalentes à celles mesurées post-fissuration avec une erreur moyenne de 0,025 mm seulement correspondant à 1,17 % en moyenne des longueurs de fissures mesurées. Une erreur moyenne de 9,3 % est commise sur les avancées de fissures finales  $\Delta a_f$  estimées par la méthode des complaisance comparées aux mesures post-fissuration.

Les courbes  $J - \Delta a$  des essais mPRNB réalisés sur la gaine en acier ODS 9%Cr (T67-M2) sont tracées sur la figure 89-a en déterminant  $J_{el}$  et  $J_{pl}$  selon les équations (4) et (7). La pente  $J_{0,2}$  est la droite de pente  $2\sigma_Y \Delta a$  valant 0 pour  $\Delta a = 0,2 \text{ mm}$  dans le cas de la norme ASTM E1820-22e1. Cette droite a une pente de  $3,75R_m \Delta a$  dans la norme ISO 12135. Les limites de validité des données sont représentées par les deux droites  $J_{max}$  et  $\Delta a_{max}$  en lignes discontinues sur la figure 89. Ces limites sont les mêmes dans les deux normes. Les formules de  $J_{max}$  et  $\Delta a_{max}$  sont rappelées ci-dessous :

$$J_{max} = B\sigma_Y/10 \text{ et } \Delta a_{max} = 0,25 b_0$$

Avec  $b_0$  correspondant à l'éprouvette ayant le plus grand  $a_0/W$  donc le plus petit  $\Delta a_{max}$ .



**Figure 88** Comparaison des longueurs de fissures finales mesurées post-fissuration (9 points) et celles estimées par la méthode des complaisances aux décharges pour les éprouvettes mPRNB en T67- M2

Les essais ont été dépouillés par la méthode des complaisances aux décharges. Les points obtenus sur toutes les éprouvettes par la méthode multi-specimen sont aussi tracés sur la figure 89. On constate alors une très bonne répétabilité des résultats et des courbes  $J - \Delta a$  mono et multi éprouvettes équivalentes.

Les points  $J - \Delta a$  inférieurs à  $J_{limit} = b_0 \sigma_Y / 7,5$  sont ajustés par méthode des moindres carrés pour chaque éprouvette selon :

$$J = \alpha + \beta(\Delta a)^\gamma \quad (38)$$

Avec  $\alpha = 0$  pour ASTM E1820-22e1 et  $\alpha \geq 0$  pour ISO 12135,  $\beta \geq 0$  et  $0 \leq \gamma \leq 1$  pour les deux normes.

Les fonctions puissances ajustées sur les courbes  $J - \Delta a$  obtenues sur toutes les éprouvettes testées sont tracées sur la figure 89-b.  $J_{0,2}$  est alors l'intersection entre la pente  $J_{0,2}$  et la courbe de la fonction puissance  $J(\Delta a)$ .

Les  $J_{0,2}$  déterminés doivent répondre à la condition donnée par l'équation (24) pour être considérés comme  $J_{IC}$ .  $K_{J_{0,2}}$  alors déterminés à partir de  $J_{0,2}$  selon l'équation (26) est considéré comme intrinsèque ou autrement dit facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{J_c}$  à l'amorçage. Sinon, le facteur d'intensité de contrainte dépend de l'épaisseur de l'éprouvette et est noté  $K_{J_{0,2}}(B)$  de même que pour  $J_{0,2}(B)$ .

Les  $J_{0,2}$  déterminés selon la pente d'émoussement de la norme ISO 12135 sont, en moyenne, 5% inférieurs à ceux déterminés selon l'ASTM E1820-22-e1. Ceci est dû au fait que la pente d'émoussement selon la norme ISO 12135, qui est de  $3,75R_m$ , soit plus raide que celle de l'ASTM E1820-22e1, qui est de  $2\sigma_Y$ .

Dans ce qui suit, pour la comparabilité des valeurs de  $J_{0,2}$  obtenues sur mPRNB avec ceux obtenus sur PLT durant cette thèse et avec les résultats de la littérature, seule la pente et les valeurs  $J_{0,2}$  obtenues selon l'ASTM E1820-22e1 sont présentées et discutées pour les deux matériaux.

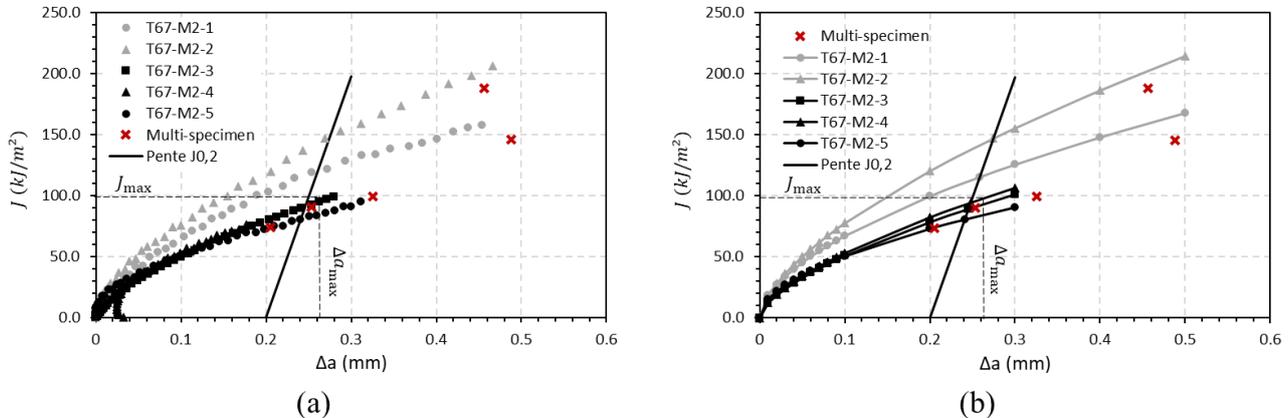
Les courbes  $J - \Delta a$  présentées sur la figure 89-a montrent une excellente répétabilité avec peu de dispersion des courbes. On constate aussi que les points obtenus par la méthode multi-specimen sont en accord avec les courbes obtenues par la méthode de complaisances aux décharges (confondus pour les éprouvettes pré-fissurées) permettant de considérer le dépouillement par la méthode des complaisances tel que décrit précédemment (voir Figure 86-b) comme valide.

On remarque aussi que les essais réalisés sur éprouvettes préfissurées (courbes en noir) donnent des ténacités inférieures aux éprouvettes entaillées (courbes en gris, voir Figure 89-a). Comme précisé précédemment, pour les éprouvettes entaillées, l'amorçage de la fissure est retardé par rapport aux éprouvettes préfissurées. Ceci peut s'expliquer par le fait que la contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  est moins concentrée en pointe de fissure à cause de leur rayon en fond d'entaille plus important (0,07 mm pour les entailles au fil et 0 mm sur les préfissures par fatigue). L'entaille s'émousse alors davantage avant que la fissure s'amorce. Sur des matériaux qui s'émoussent peu, comme l'acier ODS 9%Cr testé, ce rayon en fond d'entaille, même petit, a une influence sur la réponse mécanique lors des essais mPRNB. Seules les éprouvettes mPRNB préfissurées avec un rayon en fond d'entaille nul sont plus représentatives des conditions de contrainte d'une fissure réelle.

Un  $J_{0,2}$  moyen de  $88,1 \pm 4,8 \text{ kJ/m}^2$  est déterminé à partir des courbes  $J(\Delta a)$  ajustées avec l'équation (38) selon la méthode de l'ASTM E1820-22e1. Un  $K_{J_{0,2}}$  de  $140,7 \pm 4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  est déterminé à partir de  $J_{0,2}$  selon l'équation (25). L'épaisseur  $B$  de l'éprouvette mPRNB étant la somme des épaisseurs  $t$  de deux surfaces de fissuration séparées (fissure avant et fissure arrière), la condition donnée par l'équation (24) est vérifiée avec  $t$  au lieu de  $B$ . On obtient alors que  $\frac{10J_{0,2}}{\sigma_Y} = 890 \mu\text{m} > t = 500\mu\text{m}$ . Avec une plage de  $80,7 \text{ kJ/m}^2 \leq J_{0,2} \leq 94,2 \text{ kJ/m}^2$  obtenue sur les essais sur éprouvettes préfissurées, ces essais nécessiteraient des éprouvettes mPRNB dont l'épaisseur de paroi est comprise entre 818  $\mu\text{m}$  et 955  $\mu\text{m}$ .

Le  $K_{J_{0,2}}$  déterminé pour la gaine ODS 9%Cr (T67-M2) à partir des essais mPRNB ne peut donc être considéré comme  $K_{J_C}$ . La valeur de  $K_{J_{0,2}}$  déterminé est alors considérée comme étant un  $K_{J_{0,2}}(t)$ , dépendant de l'épaisseur de l'éprouvette, et sera donc noté :

$$K_{J_{0,2}}^{T67-M2}(t = 0,5) = 140,7 \pm 4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$$



**Figure 89** (a) Courbes  $J - \Delta a$  d'essais mPRNB sur T67-M2 (b) Courbes puissance  $J = \alpha + \beta(\Delta a)^\gamma$  des essais mPRNB sur T67-M2. (en gris : les éprouvettes seulement entaillées et en noir : les éprouvettes préfissurées par fatigue)

#### Méthode de normalisation ou « Normalization method »

Pour les essais à 650 °C, le four à lampes ne permet pas l'instrumentation par un extensomètre au contact classique pour mesurer le CMOD. La mesure optique du CMOD ou de l'avancée de fissure est aussi complexe pour ces essais car il n'est pas possible de filmer les deux fissures diamétralement opposées dans le four. De plus, la longueur de fissure est surestimée lorsqu'elle est mesurée en paroi externe seulement. Ajouté à cela, le comportement viscoplastique des aciers ODS à 650 °C induit des décharges partielles qui ne sont pas élastiques à cette température rendant impossible l'utilisation de la méthode des complaisances aux décharges. Une méthodologie permettant de dépouiller les essais à partir des courbes Force-LLD est alors proposée (LLD pour

*Load Line Displacement* et signifie le déplacement de la ligne de chargement). La souplesse de la machine  $C_M$  (inverse de la rigidité) est d'abord déterminée en utilisant  $C(a/W)_{LLD}$  donné par l'équation (30) comme suit :

$$C_M = C_T - C(a_0/W)_{LLD} \quad (39)$$

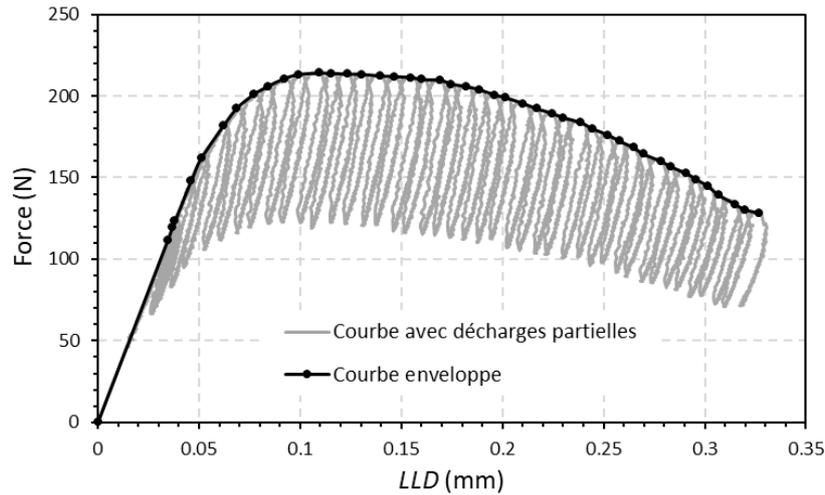
Avec  $C_T$  la complaisance mesurée sur la partie élastique de la courbe brute force- $LLD^*$ .

Le déplacement de la ligne de chargement corrigé ( $LLD$ ) est déterminé selon l'équation suivante :

$$LLD_i = LLD_i^* - P_i C_M \quad (40)$$

Avec  $LLD_i^*$  le déplacement vérin total enregistré en chaque point  $i$  au cours de l'essai.

La méthode de normalisation ou *Normalization method* proposée par la norme ASTM E1820-22e1 [11] est ensuite appliquée à la courbe Force- $LLD$  enveloppe. Cette courbe enveloppe est tracée en ne prenant en compte que les phases de chargement de la courbe avec décharges partielles (voir Figure 90). Ceci revient à considérer la courbe Force- $LLD$  comme une courbe de chargement monotone. Les points  $i(LLD_i, P_i)$  sur lesquels la courbe  $J - \Delta a$  est déterminée par la méthode de normalisation correspondent aux derniers points de chaque phase de chargement (points en noir sur la figure 90).



**Figure 90** Force en fonction du déplacement de la ligne de chargement corrigé  $LLD$  pour l'éprouvette préfissurée T67-M2-5

La méthode de normalisation est proposée dans la norme ASTM E1820-22e1 pour les essais dont les conditions ne permettent pas de mesurer ou d'estimer l'avancée de fissure durant l'essai, comme c'est le cas pour nos essais mPRNB à 650 °C pour les raisons évoquées précédemment. Cette méthode s'appuie sur la théorie de séparabilité de la charge de Ernst et al. [94] détaillée dans la section I.2.2.

A partir de l'équation (15) exprimant la force comme le produit de deux fonctions, l'une dépendante de la longueur de fissure normalisée  $G(a/W)$  et l'autre du déplacement plastique normalisé  $H(V_{pl}/W)$ . Une force normalisée  $P_N$  définie par l'équation (41) ci-dessous est déterminée :

$$P_N = \frac{P}{G(a/W)WB} = H(V_{pl}/W) \frac{1}{WB} \quad (41)$$

Sharobeam et Landes [59], [60] ont démontré que, pour toutes les éprouvettes de la mécanique de la rupture habituellement utilisées dont l'éprouvette  $SE(B)$ ,  $G(a/W)$  peut s'écrire comme suit :

$$G(a/W) = \left(\frac{W-a}{W}\right)^{\eta_{pl}} \quad (42)$$

Cette forme de fonction  $G(a/W)$  est valable aussi pour l'éprouvette mPRNB. La force est alors normalisée en remplaçant  $G(a/W)$  par l'équation (42) dans l'équation (41) en chaque point de la courbe Force-LLD enveloppe. La force normalisée  $P_{Ni}$  en chaque point  $i$  est donnée par la formule suivante :

$$P_{Ni} = \frac{P_i}{WB \left( \frac{W-a_{bi}}{W} \right)^{\eta_{pl}}} \quad (43)$$

Avec  $P_i$  la force enregistrée au point  $i$ ,  $\eta_{pl}$  le facteur de plasticité correspondant à la longueur de fissure normalisée  $a_{bi}/W$  et  $a_{bi}$  la longueur de fissure corrigée par l'émoussement.

Dans cette méthode on considère que l'émoussement évolue selon la formule d'émoussement de la norme ASTM E1820-22e1. Avant l'amorçage de la fissure,  $a_{bi}$  en chaque point  $i$  s'écrit comme suit :

$$a_{bi} = a_0 + \frac{J_i}{2\sigma_Y} \quad (44)$$

Avec  $J_i$  correspondant à l'intégrale  $J$  déterminée selon les équations (3),(4) et (6) en chaque point  $i$  pour une longueur de fissure statique  $a_0$ .

Les points  $P_{Ni}$  sont alors tracés en fonction de  $V_{pl}/W$ , le déplacement plastique normalisé défini par :

$$\frac{V_{pli}}{W} = \frac{LLD_i - P_i C_{LLD}(a_{bi}/W ; LLD/W)}{W} \quad (45)$$

Avec  $LLD$  le déplacement de la ligne de chargement donnée par l'équation (40) et  $C_{LLD}(a_{bi}/W ; LLD/W)$  la complaisance donnée par l'équation (31) qui correspond à la longueur de fissure  $a_{bi}$  (voir Figure 91-a).

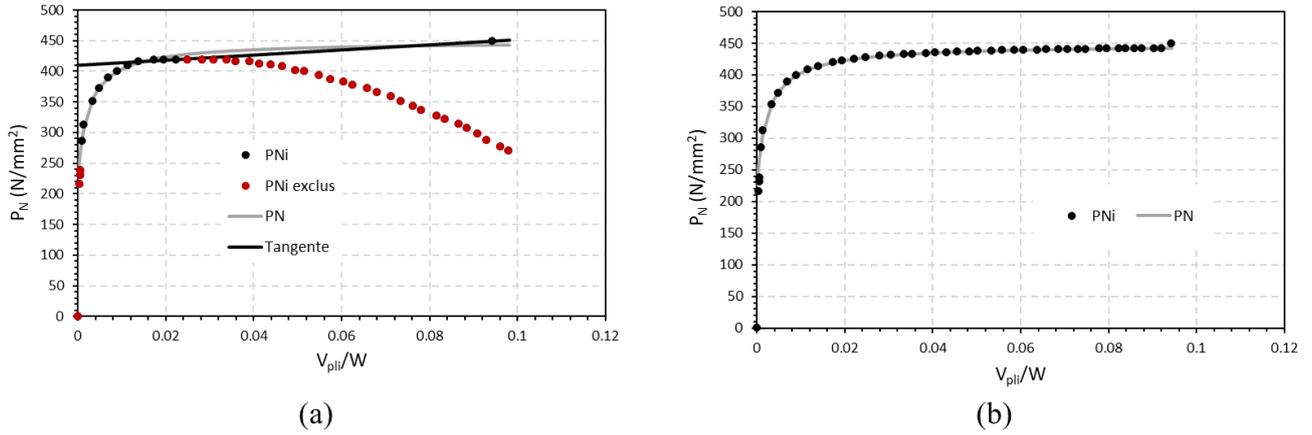
La fonction  $H(V_{pl}/W)$  dépend du matériau et de la géométrie de l'éprouvette. La méthode de normalisation suppose une forme de fonction pour  $H(V_{pl}/W)$ , donc pour  $P_N$  d'après l'équation (41), qui est valable pour de nombreux matériaux, spécifiquement ceux qui s'écrouissent peu comme les aciers ODS [60], [95], [100]–[102]. Cette fonction est de la forme suivante :

$$\frac{1}{WB} H \left( \frac{V_{pl}}{W} \right) = P_N = \frac{\left( L+M \left( \frac{V_{pl}}{W} \right) \right) \left( \frac{V_{pl}}{W} \right)}{N + \left( \frac{V_{pl}}{W} \right)} \quad (46)$$

la fonction  $H(V_{pl}/W)$ , donc la courbe  $P_N$  sur la figure 91-a, est de la forme d'une loi puissance pour les premiers déplacements plastiques et devient linéaire lorsque  $\frac{V_{pl}}{W} \gg N$ .

L'équation (44) n'est valable que dans le cas d'une fissure statique qui s'émousse seulement. Les points dont les longueurs de fissure sont connues, c'est-à-dire les points avant la propagation de la fissure (autrement dit, avant la force maximale) et le point final  $a_{bi\,final}$  qui est mesuré post-fissuration par la méthode des 9 points, sont conservés alors que le reste des points sont exclus (voir Figure 91-a). La norme ASTM E1820 préconise d'avoir au-moins dix points avant la propagation de la fissure en plus du point final. Elle préconise aussi d'éliminer les points dont le  $V_{pl}/W < 0,001$ . Les points alors conservés servent à ajuster les paramètres  $L$ ,  $M$  et  $N$  par méthode des moindres carrés. Les paramètres sont ajustés jusqu'à avoir une courbe  $P_N$  avec moins de 1% d'écart avec les points  $P_{Ni}$  conservés et le point  $P_{Ni}$  final (voir Figure 91-a).

Une fois  $P_N$  ajustée, une méthode itérative est alors utilisée pour forcer tous les points  $P_{Ni}$  (exclus comme conservés) de l'équation (43) à correspondre à la formule  $H(V_{pl}/W)$  en ajustant la longueur de fissure  $a_i$  pour obtenir une courbe  $P_{Ni}(V_{pl}/W)$  correspondante à celle présentée sur la figure 91-b. La norme ASTM E1820-22e1 préconise de ne pas considérer les points dont le  $V_{pl}/W < 0,002$  dans cet ajustement et d'ajuster  $a_i$  jusqu'à ce que la  $P_{Ni}$  mesurée et la valeur la fonction ajustée  $P_N$  se situent à  $\pm 0,1\%$ .



**Figure 91** Courbes d'évolution de la force normalisée en fonction du déplacement plastique normalisé de l'éprouvette T67-M2-5 (a) avant ajustement de  $a_i$  (b) après ajustement de  $a_i$

Une fois les valeurs de  $a_i$  ajustées, l'intégrale  $J$  est déterminée selon l'équation (3). Pour faciliter le suivi, l'application des formules de  $J_{el}$  et  $J_{pl}$  est rappelée ici. La composante élastique de l'intégrale  $J$  est alors déterminée selon l'équation suivante :

$$J_{el} = \frac{\left[ \frac{P_i S}{2t(W)^{3/2}} f\left(\frac{a_i}{W}\right) \right]^2}{E} \quad (47)$$

Avec  $P_i$  correspondant la force mesurée par la machine au point  $i$ ,  $S$  l'entraxe des appuis inférieurs,  $t$  et  $W$  l'épaisseur de paroi et la hauteur effective de l'éprouvette mPRNB respectivement,  $f(a_i/W)$  la fonction géométrique de l'éprouvette mPRNB selon l'équation (33) et  $E$  le module d'Young du matériau. La composante plastique est définie par la formule incrémentale comme suit :

$$J_{pl(i)} = \left( J_{pl(i-1)} + \frac{\eta_{pl(i-1)}}{b_{(i-1)}} \frac{A_{pl(i)} - A_{pl(i-1)}}{2t} \right) \left( 1 - \frac{\gamma_{(i-1)}}{b_{(i-1)}} (a_{(i)} - a_{(i-1)}) \right) \quad (48)$$

Avec :

$$A_{pl(i)} = A_{pl(i-1)} + (P_{(i)} + P_{(i-1)})(V_{pl(i)} - V_{pl(i-1)})/2 ;$$

$$b_{(i-1)} = W - a_{(i-1)} ;$$

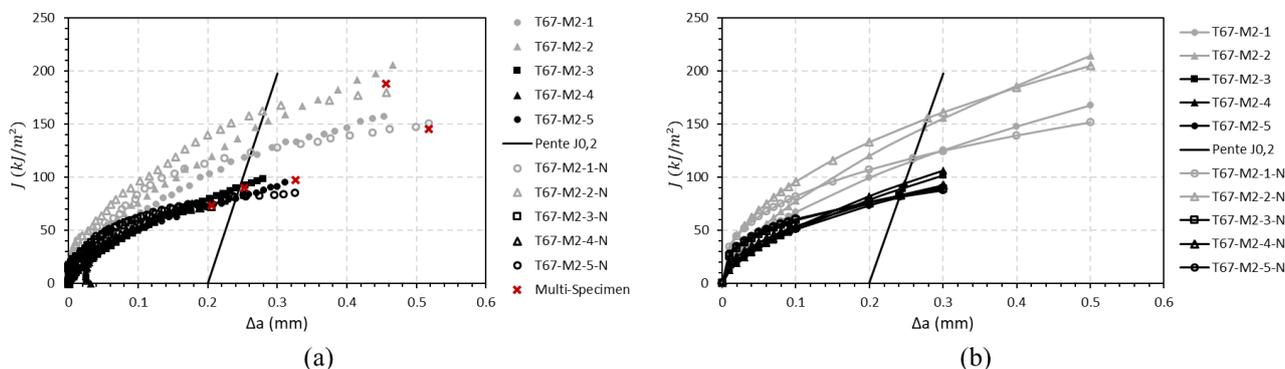
$\eta_{pl(i-1)}$  et  $\gamma_{pl(i-1)}$  les facteurs plastiques calculés selon les équations (35) et (37) lorsque c'est le *LLD* qui est utilisé ou selon les équations (34) et (36) si c'est le *CMOD* qui est utilisé, respectivement.

Dans le cas des essais mPRNB sur T67-M2 à température ambiante dépouillés par la méthode de normalisation, c'est le *LLD* qui est exploité. Les courbes  $J - \Delta a$  obtenues par la méthode de normalisation sont superposées avec celles déterminées par la méthode des complaisances aux décharges sur la figure 92-a (les marqueurs creux pour la méthode de normalisation et les marqueurs pleins pour la méthode des complaisances aux décharges). On constate alors que la méthode de normalisation et la méthode des complaisances telles qu'appliquées dans cette étude donnent des courbes de résistance  $J - \Delta a$  équivalentes. Les points  $J - \Delta a$  obtenus par la méthode de normalisation sont alors ajustés par une loi puissance selon l'équation (38) (voir Figure 92-b). Un  $J_{0,2}$  moyen de  $82,3 \pm 0,6 \text{ kJ/m}^2$  est alors déterminé sur les éprouvettes mPRNB préfiissurées (T67-M2-3-N, 4-N et 5-N). Ce  $J_{0,2}$  moyen déterminé par la méthode de normalisation ( $\overline{J_{0,2N}}$ ) est légèrement inférieur à celui déterminé par la méthode des complaisances aux décharges ( $\overline{J_{0,2C}}$ ) mais reste très proche de celui-ci (6,5 % de moins). De plus, les valeurs  $J_{0,2N}$  déterminées par la méthode de normalisation sont dans la plage de valeurs  $J_{0,2C}$  déterminées par la méthode des complaisances aux décharges. La dispersion expérimentale obtenue sur la valeur de  $J_{0,2N}$  est inférieur à la dispersion obtenue pour le  $J_{0,2C}$  avec un écart moyen de  $0,6 \text{ kJ/m}^2$  et de  $4,9 \text{ kJ/m}^2$

respectivement. On détermine alors à partir de  $J_{0,2N}$  moyen, selon l'équation (38), un facteur d'intensité de contrainte moyen de :

$$K_{J_{0,2N}}^{T67-M2}(t = 0,5) = 136,1 \pm 0,5 \text{ MPa}\sqrt{m}$$

La méthode de normalisation est donc validée et pourra être utilisée pour les essais mPRNB à 650 °C.



**Figure 92** (a) Courbes  $J - \Delta a$  d'essais mPRNB sur la gaine en acier ODS 9%Cr à température ambiante (b) fonctions puissances ajustées sur les points  $J - \Delta a$  de la gaine en acier ODS 9%Cr T67-M2. (symboles pleins pour la méthode des complaisances aux décharges et symboles creux pour la méthode de normalisation)

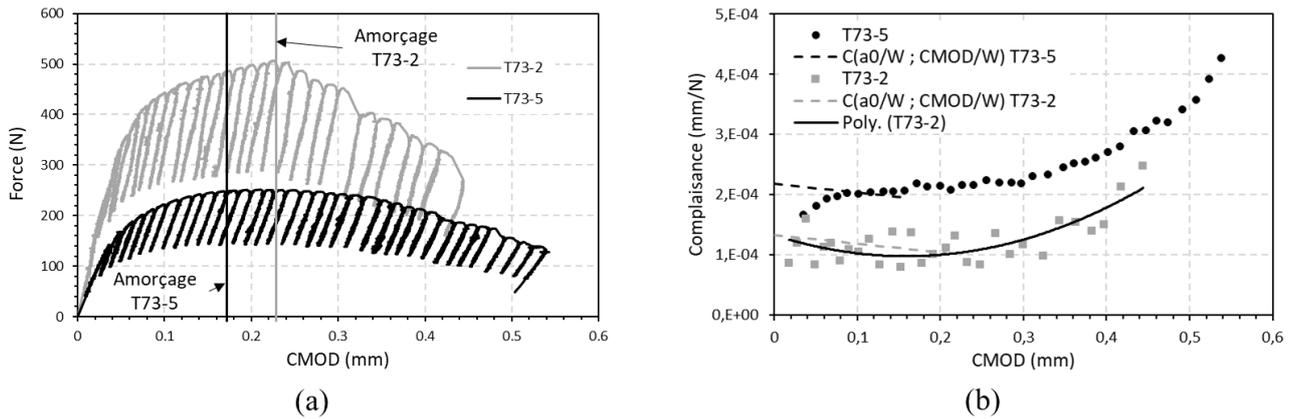
## V.4.2. Essais mPRNB sur T73 à température ambiante

Les résultats expérimentaux obtenus à l'issue de la campagne d'essais mPRNB sur la gaine en acier ODS 14%Cr (T73) sont présentés dans cette section. Un benchmark, présenté dans le chapitre 0 de ce manuscrit, a été réalisé au préalable entre l'essai PLT et l'essai mPRNB pour choisir celui avec lequel les essais de ténacité sur la gaine T73 et les essais de ténacité à 650 °C sur les deux matériaux sont réalisés. C'est à l'issue de ce benchmark que l'essai mPRNB a été choisi pour la suite de l'étude (voir chapitre 0).

### Méthode des complaisances aux décharges

Les courbes force-CMOD et complaisance-CMOD obtenues sur deux des éprouvettes mPRNB en T73 testées, l'une entaillée et l'autre préfissurée en fatigue (T73-2 et T73-5 respectivement), sont présentées sur la figure 93. On constate alors sur les courbes force-CMOD que la force maximale est atteinte à des CMOD équivalents (0,2 mm environ) sur les deux types d'éprouvettes, quelle que soit l'éprouvette considérée (voir Figure 93-a). Ceci peut être dû au fait que sur une des deux entailles, la préfissure par fatigue n'a pas amorcé dans toute l'épaisseur des éprouvettes mPRNB en T73 préfissurées, retardant ainsi l'amorçage de la fissure d'un côté. Ceci est observé sur toutes les éprouvettes préfissurées en T73 testées.

On remarque aussi sur ces courbes force-CMOD et le suivi vidéo des essais mPRNB sur T73 que la gaine ODS 14%Cr présente une propagation de fissure moins stable que le T67-M2 avec des chutes importantes de la force au cours du chargement (Pop-in) accompagnées d'une avancée significative de la fissure. Ces chutes de la force ont lieu après avoir atteint la force maximale et sont plus importantes sur les éprouvettes entaillées (courbe en gris).



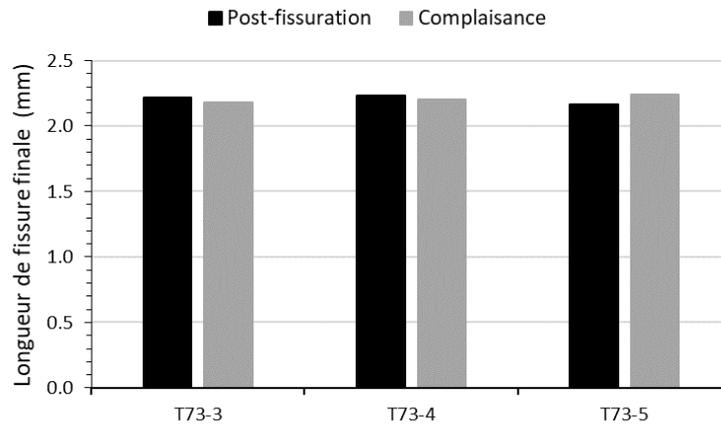
**Figure 93** (a) Courbes Force-CMOD des éprouvettes T73-2 et T73-5 (b) Courbes Complaisance-CMOD des éprouvettes T73-2 et T73-5

On peut voir sur la courbe Complaisance-CMOD de l'éprouvette T73-5 la mesure du CMOD a été améliorée au fil des essais. L'extensomètre utilisé pour mesurer le CMOD des éprouvettes mPRNB est peu rigide pour éviter de plastifier les éprouvettes en pointe de fissure. Celui-ci s'inclinait au cours du chargement par l'effet de son poids perturbant les mesures de CMOD. Un moyen de le maintenir en position verticale au cours du chargement a pu être mis en place en fixant son câblage aux colonnes de la machine de traction. De ce fait, la mesure de la complaisance est plus stable sur les deux dernières éprouvettes testées (T73-4 et 5) donnant lieu à moins de dispersion de la courbe de Complaisance-CMOD (voir Figure 93-b). Pour déterminer l'avancée de fissure  $a_i$  sur ces deux derniers essais durant lesquels les complaisances mesurées sont stables (T73-4 et 5 seulement), l'équation (29) est directement appliquée à la complaisance mesurée sans passer par le fit de  $C(CMOD)$ . Malgré la dissymétrie de longueurs de préfissuration avant et arrière, la méthode des complaisances aux décharges permet d'avoir une bonne estimation de l'avancée de fissure finale comme le montre la figure 94. Une erreur moyenne de 0,048 mm, correspondant à 2,2 % des longueurs finales mesurées, est constatée. Il est tout de même conseillé d'avoir une différence de longueur de préfissure par fatigue inférieure à 100  $\mu\text{m}$  entre les fissures avant et arrière. La préfissuration des éprouvettes mPRNB en acier ODS 14%Cr doit être optimisée car cette différence est supérieure à 200  $\mu\text{m}$  sur les préfissures réalisées (voir Tableau 13).

La dissymétrie initiale des longueurs de préfissuration est rattrapée au cours des essais pour avoir des longueurs de fissures avant et arrière finales équivalentes ou moins dissymétriques sur les trois éprouvettes T73 préfissurées testées. On constate que l'amorçage a systématiquement lieu sur la préfissure la moins avancée et que l'avancée de la fissure est toujours plus importante sur cette dernière. Ceci amène à surestimer le  $J_{0,2}$  car l'amorçage est retardé par la partie non-préfissurée dans l'épaisseur. La dissymétrie entre les deux fissures est ainsi estompée avec des longueurs de fissures finales avant et arrière d'autant plus symétriques que l'avancée de fissure finale est importante.

Les valeurs de l'intégrale  $J$  en chaque point  $i$ , précédant chaque décharge élastique, sont déterminées à partir des courbes Force-CMOD selon les équations (47) et (48) en utilisant  $\eta_{pl}^{CMOD}$  et  $\gamma_{pl}^{CMOD}$ . Les courbes  $J - \Delta a$  obtenues sur les éprouvettes mPRNB en T73 sont présentées sur la figure 95-a. Ces courbes montrent une bonne répétabilité des résultats malgré les dissymétries des longueurs de fissure initiales  $a_0$  avant et arrière sur les éprouvettes préfissurées. On remarque que les courbes  $J - \Delta a$  obtenues sur éprouvettes entaillées et préfissurées sont quasi-équivalentes avec des courbes de résistance légèrement supérieure pour les éprouvettes entaillées. Le fait qu'une des deux préfissures par fatigue n'a pas amorcé dans toute l'épaisseur peut expliquer cela mais aucune conclusion ne peut en être tirée sans réaliser des essais sur des éprouvettes mPRNB en T73 convenablement préfissurées. On constate aussi que les points obtenus par la méthode multi-specimen (croix rouges sur la figure 95) sont en accord avec les courbes obtenues par la méthode de complaisances aux décharges

pour le T73 également. Le dépouillement par la méthode des complaisances tel que décrit précédemment est aussi valide pour le T73 malgré la dissymétrie des  $a_0$  pour les éprouvettes préfissurées.

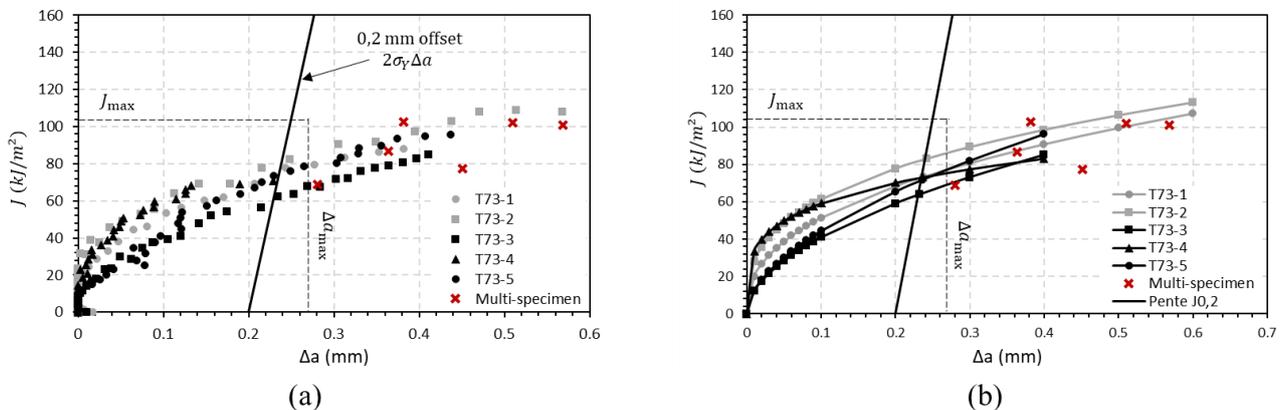


**Figure 94** Comparaison des longueurs de fissure finales mesurées post-fissuration (9 points) et celles estimées par la méthode des complaisances aux décharges pour les éprouvettes mPRNB préfissurées en T73

Un  $J_{0,2}$  moyen de  $73 \pm 4,2 \text{ kJ/m}^2$  est déterminé à partir des fits par une loi puissance selon l'équation (38) des points  $J - \Delta a$  obtenus sur les essais mPRNB sur T73. Le  $J_{0,2}$  alors déterminé pour la gaine en acier ODS 14%Cr ne peut être considéré comme  $J_{IC}$  car il faudrait une épaisseur de paroi  $t > 0,67 \text{ mm}$  selon la condition donnée par l'équation (24).

On détermine alors à partir de  $J_{0,2}$  moyen, selon l'équation (38), un facteur d'intensité de contrainte moyen de :

$$K_{J_{0,2}}^{T73}(t = 0,5) = 129,1 \pm 3,7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$$



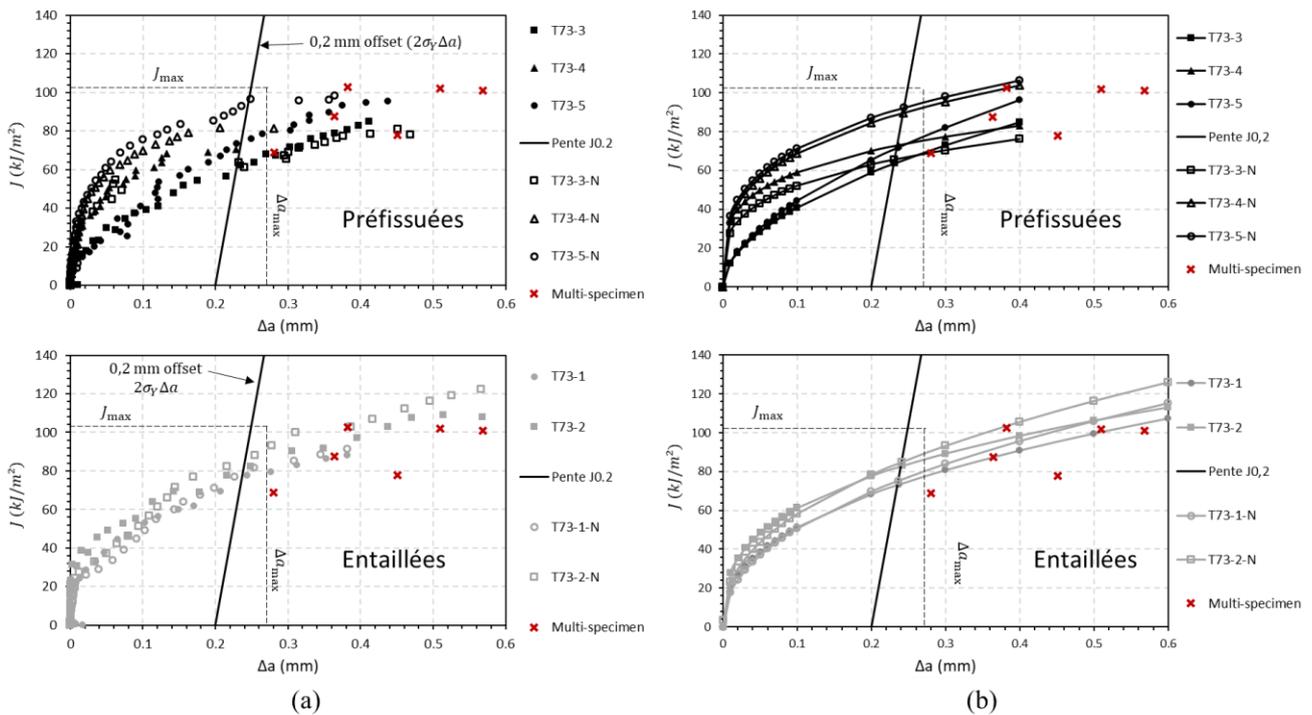
**Figure 95** (a) Courbes  $J - \Delta a$  d'essais mPRNB sur la gaine en acier ODS 14%Cr à température ambiante (b) fonctions puissances ajustées sur les points  $J - \Delta a$  de la gaine en acier ODS 14%Cr T73. (en gris : les éprouvettes seulement entaillées et en noir : les éprouvettes préfissurées par fatigue)

Méthode de normalisation ou « Normalization method »

Comme pour le T67-M2, les courbes Force-LLD des essais de ténacité mPRNB menés sur les éprouvettes en acier ODS 14%Cr (T73) ont été exploitées afin de déterminer les courbes  $J - \Delta a$  de ce matériau par la méthode de normalisation telle qu'expliquée dans la section précédente. Le but étant de vérifier et valider l'applicabilité de cette méthode à ce matériau dans l'optique de l'utiliser pour les essais mPRNB sur T73 à haute température (650 °C).

Les courbes  $J - \Delta a$  obtenues sur T73 par la méthode de normalisation sont tracées avec celles obtenues par la méthode des complaisances aux décharges sur la figure 96-a (les symboles creux pour la méthode de normalisation et les symboles pleins pour la méthode des complaisances aux décharges). On constate alors que la méthode de normalisation et la méthode des complaisances telles qu'appliquées dans cette étude donnent des courbes de résistance  $J - \Delta a$  équivalentes. Une dispersion légèrement plus importante est constatée sur les éprouvettes préfissurées (voir la courbe du haut de la figure 96-a). Cette dispersion peut être attribuée à la dissymétrie des longueurs de fissure avant et arrière.

Même avec la méthode de normalisation, les éprouvettes entaillées seulement (symboles creux en gris) et les éprouvettes préfissurées par fatigue (symboles creux en noir) donnent des courbes  $J - \Delta a$  équivalentes. Ceci nous confirme que ce résultat, constaté sur le T73 seulement, n'est pas attribuable à la méthode de dépouillement mais plutôt aux propriétés mécaniques du matériau ou au fait que la préfissure par fatigue n'ait pas amorcé dans toute l'épaisseur sur une des deux fissures de l'éprouvette, retardant ainsi l'amorçage de la propagation de cette fissure durant l'essai de ténacité.



**Figure 96** (a) Courbes  $J - \Delta a$  d'essais mPRNB sur la gaine en acier ODS 14%Cr à température ambiante, (b) fonctions puissances ajustées sur les points  $J - \Delta a$  de la gaine en acier ODS 14%Cr T73. (symboles pleins pour la méthode des complaisances aux décharges et symboles creux pour la méthode de normalisation)

Un  $J_{0,2}$  moyen de  $81,5 \pm 8,9 \text{ kJ/m}^2$  est alors déterminé sur les courbes  $J - \Delta a$ , obtenues par la méthode de normalisation sur les éprouvettes mPRNB en T73, après les avoir ajustées par une loi puissance tel qu'expliqué dans la section précédente (voir Figure 96-b). Ce  $J_{0,2}$  moyen déterminé par la méthode de normalisation  $\overline{J_{0,2N}}$  est légèrement supérieur à celui déterminé par la méthode des complaisances aux décharges  $\overline{J_{0,2c}}$  (11,66 % de plus) mais reste proche de celui-ci au regard de la dispersion observée sur les courbes  $J - \Delta a$  de ce matériau (voir Figure 96). On détermine alors à partir de  $\overline{J_{0,2N}}$ , selon l'équation (38), un facteur d'intensité de contrainte moyen de :

$$K_{J_{0,2N}}^{T73}(t = 0,5) = 136,7 \pm 7,6 \text{ MPa}\sqrt{m}$$

Ces résultats nous permettent de valider l'applicabilité de la méthode de normalisation aux essais mPRNB sur T73. Cette méthode de dépouillement pourra alors être utilisée pour dépouiller les essais mPRNB sur T73 à 650 °C.

### V.4.3. Essais mPRNB sur T67-M2 et T73 à 650 °C

Comme précisé précédemment dans la section II.3.2. , les essais mPRNB à 650 °C ont été réalisés dans un four à lampe. Un thermocouple en contact avec l'éprouvette est utilisé pour mesurer sa température. Le chargement est lancé lorsque la température de l'éprouvette stabilise à  $650 \pm 3$  °C pendant 15 min. L'application de décharges partielles en cours d'essai s'est avérée impossible car le matériau subit un fluage considérable à cette température à *LLD* constant (lors des phases de maintien). Un chargement monotone de 0,1 mm/min est alors appliqué aux essais mPRNB à 650 °C. Les éprouvettes mPRNB en T67-M2 et T73 ont été testées sans préfissuration préalable. Les essais sont alors dépouillés en utilisant la méthode de normalisation présentée dans la section V.4.1 à partir des courbes Force-*LLD* (voir Figure 97-a). Les courbes  $J - \Delta a$  obtenues sont tracées sur la figure 97-b. Les droites de pente  $2\sigma_Y \Delta a$  pour la détermination de  $J_{0,2}$  sont aussi tracées pour les deux matériaux ainsi que les limites de validités  $J_{max}$  et  $\Delta a_{max}$  selon la norme ASTM E1820-22e1 (voir Figure 97 b et c). Les propriétés mécaniques des deux matériaux à 650 °C ont été caractérisées par des essais de traction sur tuiles et anneaux (voir Section III.2.1) et sont rappelées dans le tableau 12.

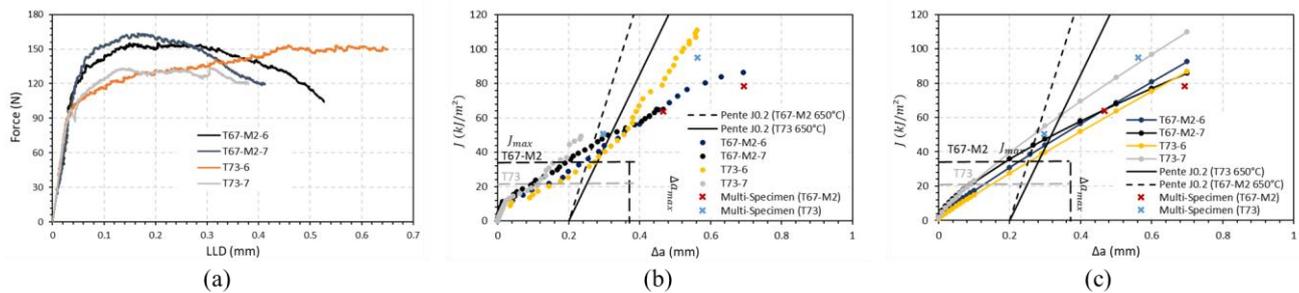
On constate sur les courbes force-*LLD* que la mesure de force est bruitée, ceci est dû aux fluctuations de la température dans le four à lampes (Figure 97-a). En effet, la température mesurée via le thermocouple fluctue de  $\pm 2$  °C induisant une modification de la dilatation thermique des lignes et du montage et donc une évolution de la force appliquée à l'éprouvette. Les courbes  $J - \Delta a$  obtenues sur les deux matériaux montrent une bonne répétabilité des résultats et un accord quasi-parfait avec les points obtenus par la méthode multi-éprouvettes pour les deux matériaux (croix bleues et rouges légendées multi-specimen sur les figure 97 b et c). Les valeurs de  $J_{0,2}$  déterminées sur les deux matériaux, après avoir ajusté leurs courbes  $J - \Delta a$  respectives par une loi puissance (voir Figure 97-c) sont équivalentes avec un  $J_{0,2}^{T67-M2}$  moyen de  $41,1 \pm 2,6$  kJ/m<sup>2</sup> pour la gaine en acier ODS 9%Cr (T67-M2) et un  $J_{0,2}^{T73}$  moyen de  $50 \pm 11,4$  kJ/m<sup>2</sup> pour la gaine acier ODS 14%Cr (T73). Les  $J_{0,2}$  alors déterminés sur les deux gaines à 650 °C ne peuvent être considérés comme  $J_{IC}$  car il faudrait des éprouvettes mPRNB d'épaisseur de paroi  $t > 1,25$  mm pour le T67-M2 et  $t > 2,42$  mm pour le T73, selon la condition donnée par l'équation (24). On détermine alors à partir des  $J_{0,2}$  moyens des deux matériaux, selon l'équation (38), les ténacités  $K_{J_{0,2}}$  moyennes suivantes à 650 °C :

$$K_{J_{0,2}}^{T67-M2}(T = 650^\circ C; t = 0,5) = 83,5 \pm 2,7 \text{ MPa}\sqrt{m}$$

Et

$$K_{J_{0,2}}^{T73}(T = 650^\circ C; t = 0,5) = 90,2 \pm 10,4 \text{ MPa}\sqrt{m}$$

Malgré sa plus faible résistance mécanique, la gaine en acier ODS 14%Cr (T73) montre une ténacité équivalente, voire supérieure, à celle en acier ODS 9%Cr (T67-M2) de plus grande résistance élastique et maximale.



**Figure 97** (a) Courbes Force-LLD des essais mPRNB à 650 °C (b) Courbes  $J - \Delta a$  des essais mPRNB à 650 °C (c) Courbes fonctions puissances ajustées sur les points  $J - \Delta a$  des essais mPRNB à 650 °C

## V.5. Synthèse de l'étude de l'essai mPRNB

Un essai de ténacité sur tubes minces a été développé. Cet essai, nommé mPRNB, pour *miniaturized Pipe Ring notched Bending*, est inspiré d'un essai de ténacité par flexion trois points sur des anneaux extraits de tubes de pipelines de transport d'hydrocarbure dix fois plus grands que les gaines en acier ODS étudiées en terme de diamètre et d'épaisseur de paroi. Une adaptation de cet essai à des géométries gaines de combustible (10,73 mm de diamètre et 0,5 mm d'épaisseur de paroi pour les gaines en acier ODS) a été réalisée pour mesurer la ténacité de gaines de combustible en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr. La procédure expérimentale et les méthodologies de dépouillement mises en place pour l'essai mPRNB permettent de mesurer la ténacité de tubes minces et de déterminer la courbe  $J - \Delta a$  de matériaux ductiles à partir d'une seule éprouvette.

Une première étude expérimentale et numérique de développement, de compréhension et d'optimisation de l'essai mPRNB sur des éprouvettes anneaux homothétiques trois fois plus grands que les gaines ODS en terme de diamètre et d'épaisseur a d'abord été réalisée. L'étude sur éprouvettes homothétiques a été menée dans le but d'augmenter la hauteur de l'anneau par rapport à l'entraxe des appuis inférieurs ( $W/S$ ) tout en ayant une contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  homogène dans l'épaisseur. Un entraxe entre appuis inférieurs  $S$  correspondant à 80% du diamètre externe de l'éprouvette a été choisi. Il en a été conclu qu'un rapport  $W/S$  de 0,375 répondait à cette condition et serait utilisé pour le dimensionnement de l'éprouvette mPRNB. Ceci nous a permis d'usiner des éprouvettes mPRNB de 3 mm de hauteur effective pour un entraxe  $S$  de 8 mm. Des essais peuvent alors être réalisés sur des éprouvettes de ratio  $0,5 \leq a_0/W \leq 0,6$  et avoir une propagation de fissure de  $0,3 \leq \Delta a \leq 0,375$  tout en respectant la limitation de la norme ASTM E1820-e1 :  $\Delta a_{max} = 0,25 (W - a_0)$ .

Une procédure de préfissuration des éprouvettes mPRNB a ensuite été développée et a permis d'obtenir une préfissure par fatigue symétrique entre les fissures avant et arrière des éprouvettes mPRNB en T67-M2. Pour les éprouvettes en T73, l'obtention de deux préfissures symétriques s'est avérée plus compliquée et reste à optimiser.

Les essais de ténacité mPRNB ont été réalisés sur les deux gaines en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr étudiées durant cette thèse. Un suivi vidéo a été mis en place pour suivre la propagation des fissures avant et arrière de la fissure. Les mesures d'avancées de fissure  $\Delta a$  réalisées à partir de ces images estiment l'avancée de la fissure en paroi externe de l'éprouvette seulement or l'observation des faciès de rupture ont révélé que la propagation de fissure n'est pas homogène dans l'épaisseur. Le suivi optique de la fissure n'a donc pas pu être utilisé pour la détermination de  $\Delta a$  dans le dépouillement des essais mPRNB car les mesures optiques en paroi externe surestimaient l'avancée de fissure au bout de 0,1 mm de propagation de fissure. Les images du suivi vidéo ont tout de même permis d'estimer le point d'amorçage de la fissure.

Une étude de simulation par éléments finis (FEA) a été réalisée au préalable pour identifier les fonctions nécessaires pour déterminer analytiquement la courbe de résistance  $J - \Delta a$  à partir des courbes Force-*CMOD* et Force-*LLD* enregistrées :

- La fonction  $C(a/W; CMOD/W)$  déterminée à partir de ces FEA a permis d'identifier la fonction  $a/W(u)$ . Cette fonction permet d'estimer, à partir de la complaisance mesurée, du *CMOD*, et des propriétés élastiques du matériau, la longueur de fissure normalisée  $a_i/W$ . Cette méthode de détermination de l'avancée de fissure est appelée méthode des complaisances aux décharges et présente l'avantage de construire la courbe  $J - \Delta a$  d'un matériau à partir d'une seule éprouvette en mesurant la complaisance à partir des décharges élastiques appliquées au cours du chargement.
- Une fonction  $C_{LLD}(a/W)$  a aussi été déterminée à partir des simulations par éléments finis. Cette fonction permet de soustraire le déplacement dû à la rigidité de la machine au déplacement de la ligne de chargement enregistré par la machine. Cette correction de la courbe Force-*LLD* permet d'utiliser la méthode dite de normalisation proposée dans la norme ASTM E1820-22e1. Cette méthode permet de déterminer les avancées de fissure intermédiaires en utilisant la force normalisée  $P_N$ , la longueur de fissure initiale et la longueur de fissure finale.
- La fonction  $f(a/W)$ , permettant de déterminer  $J_{el}$  à partir de  $K_I$ , est calculée par la méthode  $G_\theta$  et est donnée par l'équation (33).
- Les facteurs de proportionnalité permettant de déduire le travail plastique  $J_{pl}$  à partir de l'aire plastique sous la courbe ( $A_{pl}$ ) sont aussi calculés par la méthode  $G_\theta$ . Un  $\eta_{pl}^{CMOD}$  et un  $\eta_{pl}^{LLD}$  ont été déterminés pour le calcul analytique de  $J_{pl}$  à partir de la courbe Force-*CMOD* et la courbe Force-*LLD* respectivement.

Les résultats expérimentaux d'essais de ténacité obtenus sur les deux matériaux à température ambiante montrent une très bonne répétabilité. Les courbes  $J - \Delta a$  ont pu être déterminées sur les deux matériaux testés (T67-M2 et T73) à température ambiante et à 650 °C. La méthode de complaisance a d'abord été appliquée pour déterminer la courbe de résistance de la gaine en acier ODS 9%Cr à température ambiante. Les longueurs de fissures finales estimées par cette méthode sont équivalentes à celles mesurées post-fissuration par la méthode des 9 points. La méthode multi-specimen donne aussi des points  $J - \Delta a$  (1 point par éprouvette) formant une courbe de résistance confondues avec les courbes  $J - \Delta a$  obtenues par la méthode de complaisance (mono-éprouvette). Ceci nous a permis de valider à température ambiante l'utilisation de cette méthode pour dépouiller les essais mPRNB. La mesure du *CMOD* a été améliorée au fur et à mesure des essais en assurant une position horizontale à l'extensomètre tout au long de l'essai car celui-ci est peu rigide et avait tendance à s'incliner sous l'effet de son poids et de son câblage. Les complaisances mesurées sont désormais stables et la détermination de  $a_i/W(u)$  ne nécessite plus le fit de  $C_i$  (*CMOD*).

Dans le but de valider son utilisation pour le dépouillement des essais mPRNB à 650 °C, la méthode de normalisation a aussi été appliquée aux essais à température ambiante en exploitant les courbes Force-*LLD*. Les courbes  $J - \Delta a$  alors obtenues par cette méthode sont équivalentes à celles obtenues par la méthode des complaisances et la méthode multi-specimen pour les deux matériaux. Ceci a alors permis de valider l'utilisation de cette méthode sur l'éprouvette mPRNB lorsque la méthode des complaisances aux décharges et le suivi de l'avancée de fissure au cours de l'essai ne sont pas possibles (telle qu'en température par exemple).

Quel que soit le matériau ou la température, les  $J_{0,2}$  obtenus sont supérieurs à la limite de validité de la ténacité comme intrinsèque ( $J_{0,2} = J_{IC}$ ). Pour cela, il faudrait des éprouvettes d'épaisseur de paroi plus importante que les gaines ODS. Mais des questions se posent sur l'applicabilité de la formule de  $J_{max}$ , donnée par la norme ASTM E1820-22e1 pour des géométries d'éprouvettes standards, sur nos géométries d'éprouvettes non normalisées. Si l'on se fie aux recommandations de la norme ASTM E1820-22e1 pour les éprouvettes

normalisées, les ténacités  $K_{J_{0,2}}(t)$  moyennes alors obtenues sur les deux matériaux à l'issue de cette campagne expérimentale d'essais mPRNB ne sont valables que pour cette épaisseur. Celles-ci sont données dans le tableau ci-dessous (voir Tableau 14). Les deux gaines montrent alors une ténacité quasi-équivalente à température ambiante et à 650 °C avec une ténacité légèrement plus importante pour le T67-M2 à température ambiante alors qu'elle est équivalente, voire légèrement inférieure, à 650 °C.

**Tableau 14** Ténacité  $K_{J_{0,2}}(t = 0,5 \text{ mm})$  obtenues éprouvettes mPRNB en aciers ODS 9%Cr (T67-M2) et 14%Cr (T73) à température ambiante et à 650 °C

Matériau	Température (°C)	$\overline{J}_{0,2}(t = 0,5 \text{ mm}) \text{ kJ/m}^2$		$\overline{K}_{J_{0,2}}(t = 0,5 \text{ mm}) \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	
T67-M2	Ambiante	88,1 ± 4,8	82,3 ± 0,6*	140,7 ± 4	136,1 ± 0,5*
T73	Ambiante	73 ± 4,2	81,5 ± 8,9*	129,1 ± 3,7	136,7 ± 7,6*
T67-M2	650	41,1 ± 2,6*		83,5 ± 2,7*	
T73	650	50 ± 11,4*		90,2 ± 10,4*	

\* Déterminé à partir de courbes  $J - \Delta a$  obtenues par la méthode de normalisation (*Normalization method*)

## **Resume of mPRNB test study:**

A fracture toughness test on thin walled tubes was developed, named mPRNB, which stands for miniaturized Pipe Ring notched Bending. It draws inspiration from a three-point bending fracture toughness test on rings extracted from hydrocarbon transport pipeline tubes that are ten times larger in terms of diameter and wall thickness than the ODS steel cladding studied. An adaptation of this test to the geometry of fuel cladding (10.73 mm in diameter and 0.5 mm in wall thickness for ODS steel cladding) was carried out to measure the toughness of ODS 9%Cr and 14%Cr fuel cladding. The experimental procedure and analysis methodologies established for the mPRNB test enable the measurement of toughness in thin tubes and the determination of the  $J - R$  curve for ductile materials using a single specimen.

An initial experimental and numerical study was conducted on homothetic ring specimens that were three times larger in terms of diameter and thickness compared to the ODS cladding to develop, understand, and optimize the mPRNB test. This study aimed to increase the ring's height relative to the lower support span ( $W/S$ ) while maintaining a homogeneous  $\sigma_{\theta\theta}$  stress distribution through the thickness. A support span  $S$  corresponding to 80% of the specimen's outer diameter was selected. It was concluded that a  $W/S$  ratio of 0.375 met this condition and would be used for designing the mPRNB specimen. This allowed us to manufacture mPRNB specimens with an effective height of 3 mm for an  $S$  of 8 mm. Tests could then be conducted on specimens with  $0.5 \leq a_0/W \leq 0.6$  and crack growth in the range of  $0.3 \leq \Delta a \leq 0.375$ , all while adhering to the limitation specified in ASTM E1820-e1:  $\Delta a_{max} = 0.25(W - a_0)$ .

A procedure for pre-cracking mPRNB specimens was subsequently developed, resulting in a symmetric fatigue pre-crack between the front and rear cracks in T67-M2 specimens. However, obtaining two symmetric pre-cracks for T73 specimens proved more challenging and requires further optimization.

Toughness tests using mPRNB were conducted on both ODS 9%Cr and 14%Cr cladding materials studied in this thesis. Video monitoring was implemented to track the propagation of front and rear cracks in the specimens. Crack growth measurements ( $\Delta a$ ) obtained from these images estimated the crack advance only in the external wall of the specimen. However, since crack propagation was not uniform through the thickness, optical crack tracking could not be used for determining  $\Delta a$  in the analysis of mPRNB tests. Nevertheless, the video monitoring images allowed for the estimation of crack initiation points.

A finite element simulation (FEA) study was carried out beforehand to identify the functions needed for an analytical determination of the  $J - R$  curve based on the recorded Force-CMOD and Force-LLD curves.

The  $C(a/W; CMOD/W)$  function, determined from FEA, was used to identify the  $a/W(u)$  function. This function allows for the estimation of the normalized crack length  $a_i/W$  based on the measured compliance, CMOD, and material's elastic properties. This method of crack advance determination is known as the compliances during unloading method, offering the advantage of constructing a material's  $J - R$  curve from a single specimen by measuring compliance during elastic unloading.

A  $C_{LLD}(a/W)$  function was also determined from finite element simulations. This function was used to subtract the displacement due to the machine's rigidity from the displacement of the load line recorded by the machine. This correction of the Force-LLD curve enables the use of the normalization method proposed in ASTM E1820-22e1. This method facilitates the determination of intermediate crack extensions using the normalized force  $P_N$ , initial crack length, and final crack length.

The  $f(a/W)$  function, which allows for the determination of  $J_{el}$  from  $K_I$ , was calculated using the  $G_{\theta}$  method and given by equation (33).

The proportionality factors for deducing the plastic work  $J_{pl}$  from the plastic area under the curve ( $A_{pl}$ ) were also calculated using the  $G_\theta$  method.  $\eta_{pl}^{CMOD}$  and  $\eta_{pl}^{LLD}$  were determined for the analytical calculation of  $J_{pl}$  from the Force-CMOD and Force-LLD curves, respectively.

Experimental results from toughness tests on both materials at room temperature demonstrate excellent repeatability.  $J - R$  curves were determined for both tested materials (T67-M2 and T73) at room temperature and 650°C. Initially, the compliances method was applied to determine the resistance curve for ODS 9%Cr cladding at room temperature. The final crack lengths estimated by this method were equivalent to those measured post-cracking using the nine-point method. The multi-specimen method also gives  $J - \Delta a$  points (one point per specimen) that coincided with the  $J - R$  curves obtained by the compliances method (single-specimen). This allowed us to validate the use of this method for analyzing mPRNB tests at room temperature. The CMOD measurement improved over time by ensuring a horizontal position of the extensometer throughout the test since it was not very rigid and tended to tilt due to its weight and cabling. The measured compliances are now stable, and the determination of  $a_i/W(u)$  no longer requires fitting  $C_i(CMOD)$ .

In order to validate its use for analyzing mPRNB tests at 650°C, the normalization method was also applied to tests at room temperature using the Force-LLD curves. The  $J - R$  curves obtained by this method were equivalent to those obtained by the compliances method and the multi-specimen method for both materials. This validated the use of this method for mPRNB specimens when the compliances during unloading method and crack advance tracking during the test are not feasible (such as at high temperatures).

Regardless of the material or temperature, the obtained  $J_{0.2}$  values exceed the intrinsic toughness validity limit ( $J_{0.2} = J_{IC}$ ). To achieve this, specimens with thicker wall thicknesses than the ODS cladding would be required. However, questions arise regarding the applicability of the  $J_{max}$  formula given by ASTM E1820-22e1 for standard specimen geometries to our non-standard specimen geometries. According to the recommendations of ASTM E1820-22e1 for standard specimens, the average  $K_{J_{0.2}}$  toughness values obtained for both materials at the end of this experimental mPRNB campaign are only valid for this thickness. These values are provided in Table 14 below (see Table 14). The two claddings then exhibit nearly equivalent toughness at room temperature and 650°C, with slightly higher toughness for T67-M2 at room temperature, whereas it is equivalent, or slightly lower, at 650°C.



# Chapitre VI : Comparaison et discussion des résultats

---

## VI. Comparaison et discussion des résultats

Un second essai de ténacité (l'essai mPRNB) a été étudié et mis en œuvre dans cette thèse car l'essai PLT présentait certaines limites expérimentales inhérentes à sa géométrie. Dans un premier temps, un benchmark est réalisé entre les deux essais dont le but est de choisir l'essai le plus adapté pour mesurer la ténacité des deux gaines minces en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr. Une comparaison expérimentale et numérique des deux essais est d'abord présentée dans ce chapitre. Comparaison qui a conduit au choix d'un essai de référence pour tester les deux gaines à température ambiante et à 650 °C.

Les comportements macroscopiques des deux matériaux caractérisés à température ambiante et à 650 °C dans les chapitres 4 et 5 sont ensuite comparés et discutés. Les ténacités obtenues sur ces deux gaines sont comparées aux ténacités obtenues au CEA et dans la littérature sur des gaines de combustible ou des barres en aciers ODS de nuances équivalentes. C'est enfin à l'échelle microscopique que le comportement des deux gaines est étudié. Les faciès de rupture des deux matériaux sont alors observés par microscopie électronique à balayage pour identifier les types d'endommagements des deux matériaux à température ambiante et à 650 °C. Des analyses EDX ont aussi été réalisées sur la matrice et les précipités présents en fonds de cupules de déchirure ductile des éprouvettes mPRNB testées à température ambiante. Ces analyses ont permis d'avoir une information semi-quantitative permettant d'identifier le type de précipités favorisant l'endommagement de ces matériaux.

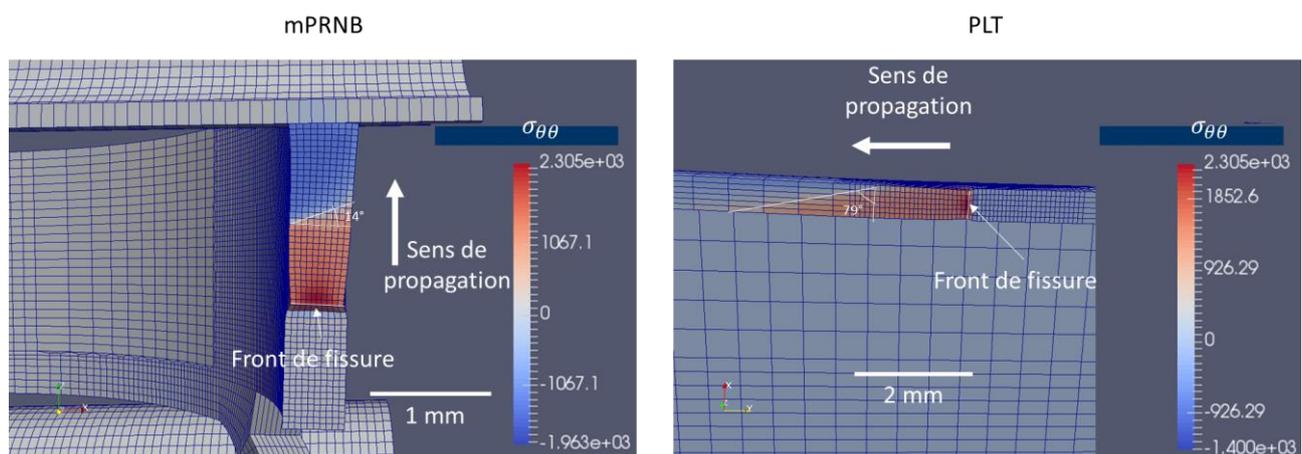
### VI.1. Comparaison des essais mPRNB et PLT

Dans cette section les deux essais mPRNB et PLT sont comparés pour choisir l'essai le plus représentatif des conditions de sollicitation réelles des gaines de combustible et le plus adapté pour caractériser la ténacité de gaines en aciers ODS à température ambiante et à 650 °C.

Les gaines de combustible subissent une pression interne supérieure à la pression externe de leur environnement. Ceci mène à une sollicitation en traction maximale selon le sens  $\theta\theta$ , raison pour laquelle cette thèse s'intéresse au développement d'un essai permettant de mesurer la résistance de ces gaines de combustible à la propagation de fissures axiales sollicitées en  $\theta\theta$ . En présence d'une fissure axiale, le front de fissure subit une sollicitation en mode d'ouverture. L'essai développé doit nous permettre de solliciter en mode d'ouverture (Mode I) une fissure axiale dans un tube mince (gaine) de 10,73 mm de diamètre externe et 0,5 mm d'épaisseur de paroi. En raison de la géométrie tubulaire et des petites dimensions, il est compliqué de solliciter dans le sens  $\theta\theta$  seulement et de manière homogène dans toute l'épaisseur des éprouvettes qui sont extraites de ces gaines. Le but premier est donc de minimiser l'hétérogénéité de contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  dans l'épaisseur. D'autres critères sont aussi pris en compte pour faire ce choix, en l'occurrence le contact et le frottement et leur éventuel effet sur l'estimation de l'avancée de fissure à partir de la complaisance aux décharges. Les deux essais sont alors comparés numériquement (par *FEA*) et expérimentalement.

## VI.1.1. Comparaison numérique

Les champs de contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$ , la contrainte normale à la surface de fissuration des éprouvettes mPRNB et PLT, sont présentés sur la figure 98-a et la figure 98-b respectivement. L'éprouvette mPRNB, à l'amorçage de la fissure, exhibe un champ de contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  sur le ligament typique des éprouvettes sollicitées en flexion trois points, comme l'éprouvette  $SE(B)$ , avec la moitié du ligament proche de la pointe de fissure en traction et la moitié restante en compression. La frontière entre ces deux zones de traction et de compression dans le ligament est la bande de contrainte nulle entre les deux (voir Figure 98-a). Cette dernière n'est pas parallèle au front de fissure de l'éprouvette mPRNB mais légèrement inclinée d'environ  $14^\circ$  par rapport à la ligne parallèle au front de fissure. En ce qui concerne l'éprouvette PLT, celle-ci présente un champ de contrainte normale à la surface de fissuration atypique, l'angle entre la bande de transition entre traction et compression et la ligne parallèle au front de fissure est d'environ  $79^\circ$  (voir Figure 98-b). Au niveau de la paroi externe,  $\sigma_{\theta\theta}$  s'annule à moins de 2 mm de la pointe de fissure. Plus loin, le ligament est en compression au niveau de la paroi externe alors que celui-ci est toujours en traction au niveau de la paroi interne menant à une flexion dans l'épaisseur du ligament. Cet état de contrainte est inhérent à la géométrie de l'éprouvette et des conditions de sollicitation de l'essai PLT. Comme vu dans la section 3.2 de l'article chapitre 0, ajouté au jeu correspondant à la différence entre le rayon des mandrins d'amarrage et le rayon interne de l'éprouvette (voir *Gap* sur Fig. 3-c), il existe un vide entre les deux mandrins semi-cylindriques d'amarrage dans leur position initiale (voir *e* sur Fig. 3-c). Ce *e* est dû à la découpe du cylindre plein en deux demi-cylindres lors de l'usinage de ces amarrages et augmente au cours du chargement. Lors de son chargement, l'éprouvette PLT se déplie pour épouser la forme des mandrins d'amarrage menant à une flexion dans l'épaisseur dans cette zone le long du ligament. Cet effet ne peut être corrigé qu'en ajoutant une pièce intermédiaire entre les deux mandrins. Dans ce cas, la surface interne de l'éprouvette ne serait plus libre et l'avancée de fissure serait influencée par le contact avec la pièce intermédiaire. Cette zone ou bande de transition entre traction et compression du ligament doit être parallèle au front de fissure et à  $b/2$  ou  $(b/2) + \varepsilon$  de la pointe de fissure comme pour les éprouvettes  $SE(B)$  et  $C(T)$ . L'éprouvette mPRNB présente cette caractéristique avec une légère inclinaison de la bande de contrainte nulle par rapport au front de fissure comparé à l'éprouvette PLT qui présente une inclinaison importante de cette bande de contrainte nulle.

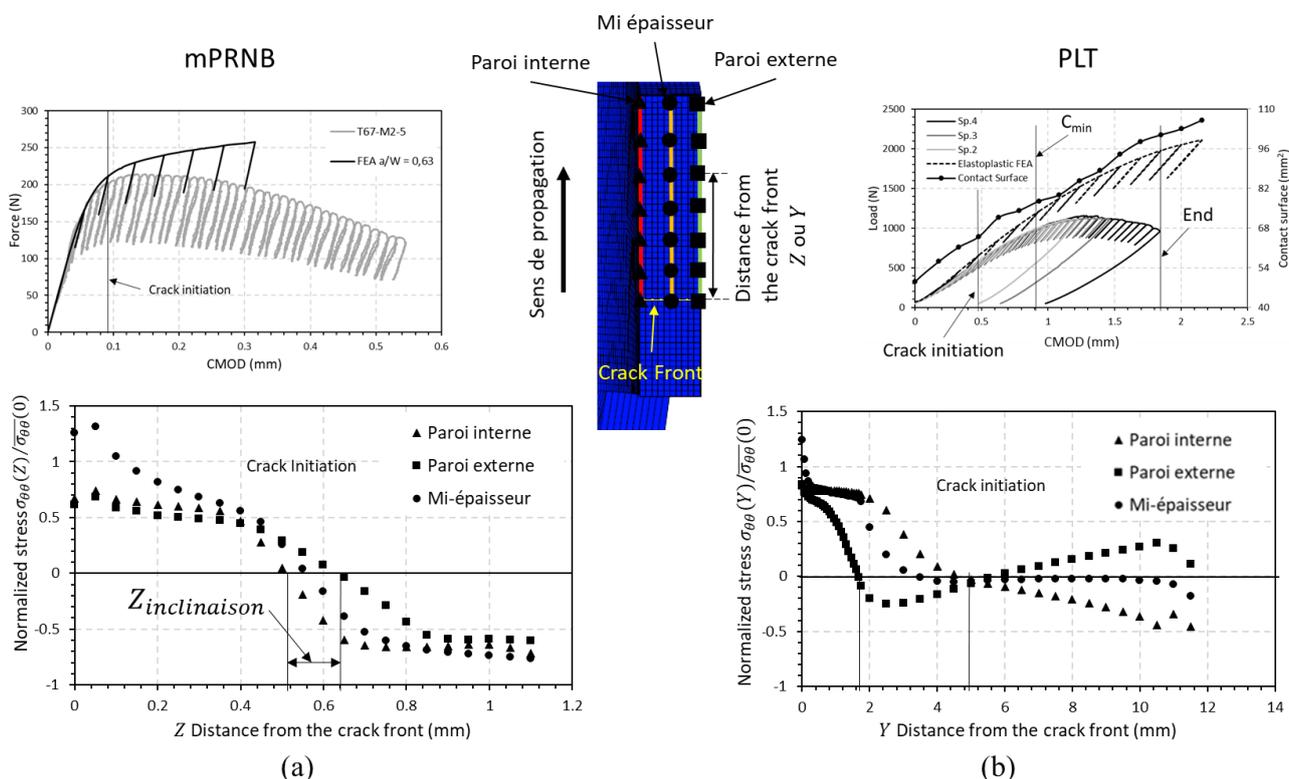


**Figure 98** Champs de contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  numériques sur la surface de fissuration (ligament) à l'amorçage pour (a) l'éprouvette PLT et (b) l'éprouvette mPRNB

Pour analyser de manière plus quantitative cette évolution de la contrainte normale au plan de fissuration ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) le long du ligament, elle a été normalisée en divisant  $\sigma_{\theta\theta}$  en chaque nœud par la contrainte moyenne sur toute la ligne du front de fissure ( $\overline{\sigma_{\theta\theta}}(0)$ ). Le zéro dans entre parenthèses  $\overline{\sigma_{\theta\theta}}(0)$  représente la distance par rapport au front de fissure (Z pour mPRNB et Y pour PLT sur la figure 99). Les évolutions de cette contrainte normalisée en fonction de la distance du front de fissure sur les lignes de nœuds de la paroi interne, de la paroi externe et à

mi-épaisseur sont tracées sur la figure 99 pour les deux éprouvettes. Les courbes alors obtenues confirment sur les deux éprouvettes les remarques faites sur les champs de contraintes. Quelle que soit la ligne de points, la moitié du ligament de l'éprouvette mPRNB est en traction et l'autre en compression sur toute l'épaisseur de ce dernier donnant lieu à un ligament en flexion tel que sur l'éprouvette  $SE(B)$ . La distance  $Z_{inclinasion}$  entre les points d'intersection de des courbes paroi interne et paroi externe avec la droite  $\sigma_{\theta\theta}(Z)/\overline{\sigma_{\theta\theta}}(0) = 0$  donne une information plus précise sur l'inclinaison de la frontière entre la surface en traction, l'angle d'inclinaison étant  $\tanh(Z_{inclinasion}/t)$ ,  $t$  étant l'épaisseur de paroi. Un angle d'inclinaison de  $13,5^{\circ} \pm 2^{\circ}$  est alors trouvé pour l'éprouvette mPRNB (voir Figure 99-a).

Le ligament de l'éprouvette PLT montre une évolution de la contrainte normalisée selon les trois lignes plus compliquée (voir Figure 99-b). En effet l'épaisseur du ligament est entièrement en traction jusqu'à environ 2 mm de la pointe de fissure. Ensuite la paroi interne est en traction et la paroi externe en compression jusqu'à une distance  $b/2$  du front de fissure ( $b$  est la longueur de ligament restant qui vaut environ 12 mm pour cette éprouvette PLT). La ligne de points à mi-épaisseur est quant à elle en traction jusqu'à environ 4 mm du front de fissure, la contrainte est ensuite nulle au-delà et jusqu'à  $b/2$ . Sur l'autre moitié du ligament ( $Y > b/2$ ), la flexion dans l'épaisseur est inversée, avec la paroi externe en traction, la paroi interne en compression et une contrainte à mi-épaisseur nulle. Il résulte de cet état de contrainte, qui est inhérent à la géométrie de l'essai, une mise en contact progressive et par conséquent une évolution anormale de la complaisance au cours du chargement constatée sur l'essai PLT (une décroissance initiale jusqu'à atteindre un  $C_{min}$ , voir la figure 58-b du chapitre 0). Comme pour l'éprouvette mPRNB, l'angle d'inclinaison de la frontière entre la surface en traction et celle en compression est estimé pour l'éprouvette PLT aussi. Un angle d'inclinaison de  $81,1^{\circ} \pm 0,5^{\circ}$  est trouvé.

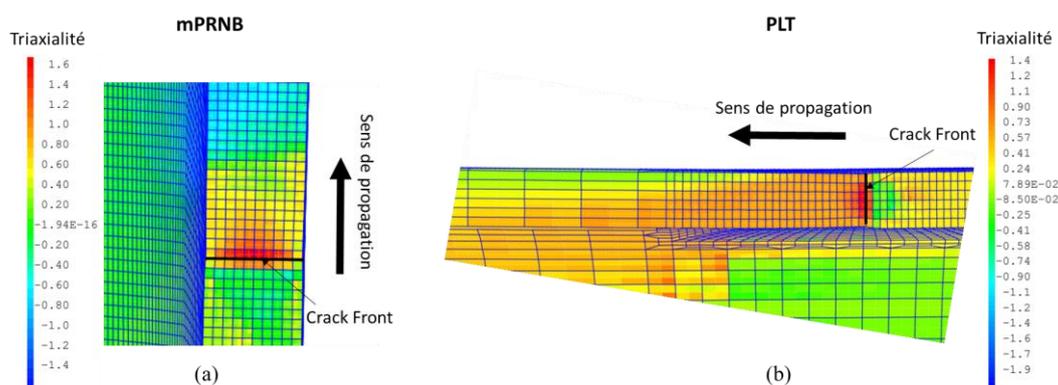


**Figure 99** Evolution de la contrainte normalisée  $\sigma_{\theta\theta}/\overline{\sigma_{\theta\theta}}(0)$  le long du ligament, en fonction de la distance du front de fissure, en paroi interne, en paroi externe et à mi-épaisseur (a) sur l'éprouvette mPRNB et (b) sur l'éprouvette PLT

En terme de sollicitation, l'éprouvette mPRNB présente un champs de contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  plus homogène dans l'épaisseur avec une contrainte plus importante à mi-épaisseur par rapport au bord et des contraintes en paroi

interne et en paroi externe équivalentes. Le ligament non rompu est soumis à une flexion pure, là où l'essai PLT présente une contrainte plus hétérogène avec la présence d'une flexion dans l'épaisseur. Avec l'essai PLT, la fissure se propage sous une sollicitation en modes mixtes et non en mode d'ouverture seulement (mode I). Cette sollicitation de la fissure en mode mixte est fortement minimisée avec l'essai mPRNB. On en conclut que les ténacités obtenues sur les éprouvettes mPRNB sont plus fiables car cet essai présente un état de contrainte plus proche de celui des éprouvettes standards et des conditions de sollicitation en service. La ténacité de la gaine en acier ODS 9%Cr (T67-M2) testée est donc sous-estimée en la caractérisant avec l'essai PLT.

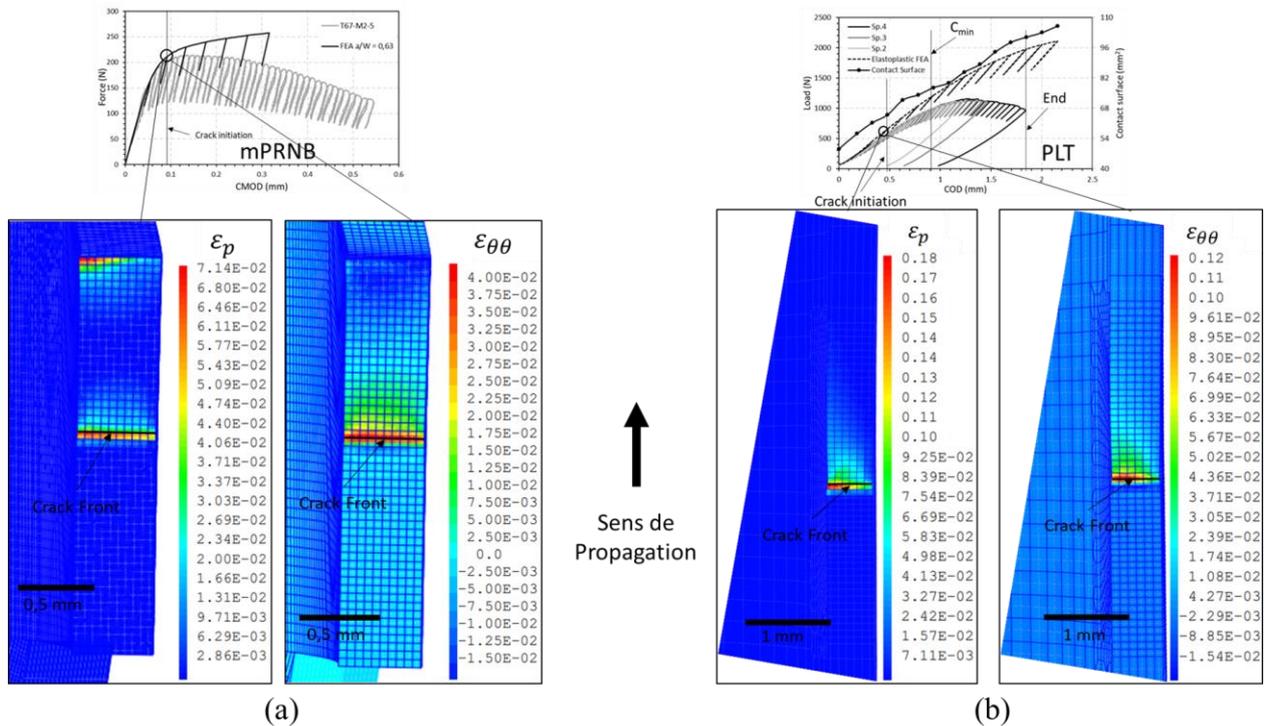
En ce qui concerne la triaxialité des contraintes, au niveau du front de fissure, les deux éprouvettes montrent une triaxialité à cœur d'environ 1,6 pour la mPRNB et de 1,44 pour la PLT (voir Figure 100). Celle-ci est plus importante à cœur que sur les bords. Ces triaxialités sont équivalentes à ce qu'on retrouve habituellement sur des essais de ténacité standard, c'est-à-dire une triaxialité comprise entre 1.5 et 2.



**Figure 100** Champs de triaxialité des contraintes sur la surface de fissuration (ligament) à l'amorçage pour (a) l'éprouvette mPRNB et (b) l'éprouvette PLT

Les champs de déformation plastique équivalente au sens de Von Mises  $\varepsilon_p$  et de déformation normale à la surface de fissuration  $\varepsilon_{\theta\theta}$  à l'amorçage de la fissure pour les deux éprouvettes sont présentées sur la figure 101. Les deux éprouvettes présentent une déformation  $\varepsilon_p$  et  $\varepsilon_{\theta\theta}$  plus importante à mi-épaisseur par rapport au bord. Les déformations  $\varepsilon_p$  et  $\varepsilon_{\theta\theta}$  sont concentrées dans une zone proche du front de fissure en forme de chevron, expliquant les fronts de fissures en forme de chevrons observés sur les éprouvettes mPRNB et PLT. L'éprouvette mPRNB présente tout de même un meilleur confinement plastique avec une zone plastique développée en pointe de fissure de plus petit rayon à l'amorçage.

La complaisance normalisée en fonction de  $a/W$  déterminée numériquement est tracée sur la figure 102-a avec les complaisances initiales normalisées mesurées expérimentalement sur les éprouvettes mPRNB en T67-M2 et T73. La complaisance est normalisée par les dimensions de l'éprouvette et le module d'Young du matériau sur la figure 102-a car les points expérimentaux tracés sur cette courbe correspondent à deux matériaux différents, en l'occurrence le T67-M2 et le T73, alors que sur la figure 102-b les points expérimentaux correspondent au T67-M2 seulement. Avec une contrainte normale plus homogène et une surface de contact constante durant le chargement, l'essai mPRNB permet une très bonne estimation de la complaisance et donc de la longueur de fissure par la méthode des complaisances aux décharges. Les complaisances initiales expérimentales sont peu dispersées autour de la fonction  $C(a/W)$  déterminée par FEA (voir Figure 102-a).



**Figure 101** Champs de déformation plastique équivalente au sens de Von Mises ( $\varepsilon_p$ ) et de déformation circulaire ( $\varepsilon_{\theta\theta}$ ) obtenus par simulation éléments finis des essais (a) mPRNB et (b) PLT

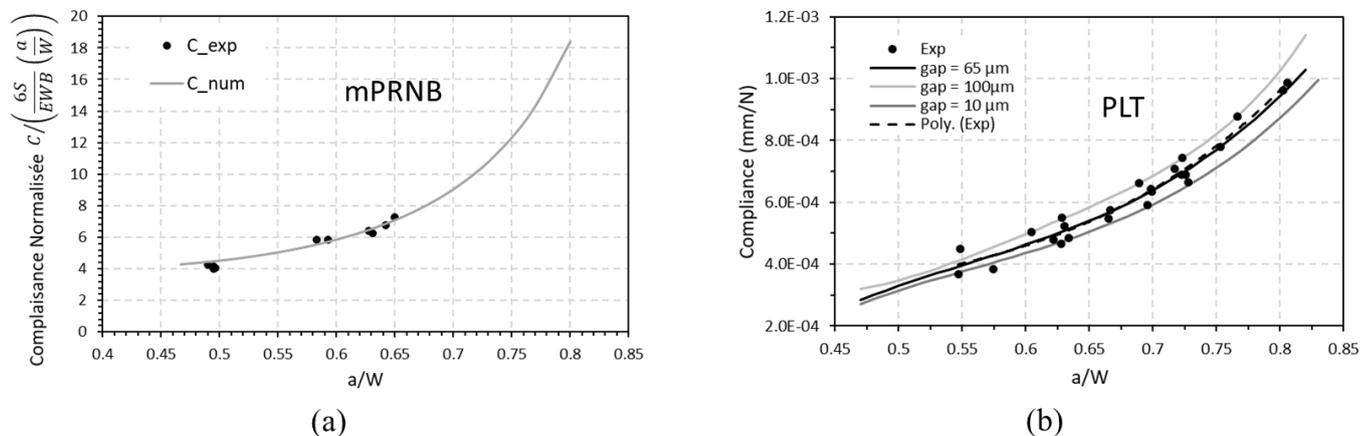
A cause d'une mise en contact progressive résultant d'une sollicitation multiaxiale de l'éprouvette PLT, dans le cas de matériaux peu ductiles tel que les aciers ODS, la longueur de fissure ne peut être estimée par la méthode des complaisances aux décharges dès l'amorçage, nécessitant le suivi optique de l'avancée de fissure pendant les premières phases de propagation. Ceci est dû au fait que l'amorçage de la propagation de fissure a lieu bien avant que la complaisance ait convergé vers le  $C_{min}$ . De plus, à cause d'un jeu (noté gap sur la figure 102-b) entre la paroi interne de l'éprouvette et le rayon des mandrins de chargement ( $R_{int} - R_{mand}$ ) qui varie à  $\pm 35 \mu\text{m}$  selon la longueur de la gaine dans laquelle sont usinées les éprouvettes PLT et mPRNB, les complaisances initiales et finales mesurées expérimentalement sont plus dispersées autour de la fonction  $C(a/W)$  déterminée numériquement pour l'éprouvette PLT (voir Figure 102-b).

L'éprouvette mPRNB présente deux avantages par rapport à l'éprouvette PLT en ce qui concerne l'estimation de l'avancée de fissure au cours de l'essai par la méthode de complaisance aux décharges :

- Il est possible, sur l'éprouvette mPRNB, de déterminer la longueur de fissure par la méthode des complaisances aux décharges dès l'amorçage de la fissure.
- Les complaisances expérimentales sont moins dispersées car la sollicitation de l'éprouvette mPRNB est plus proche d'une sollicitation uniaxiale  $\sigma_{\theta\theta}$  et que la problématique de l'évolution du contact en cours d'essai impactant la valeur de la complaisance est éliminée.

L'inconvénient principal que présente l'essai mPRNB est une faible longueur de ligament restant et donc une amplitude de propagation de fissure maximale  $\Delta a_{max}$  limitée à 0,375 mm pour un  $a_0/W = 0,5$  alors que pour l'essai PLT,  $\Delta a_{max} = 3,56$  mm pour un même  $a_0/W$ . Ceci ne présente pas vraiment un inconvénient car comme vu précédemment dans le cas de l'essai PLT, seul  $J_{0,2}$  est dans le carré délimité par  $J_{max}$  et  $\Delta a_{max}$  pour la gaine en acier ODS 9%Cr testée (voir Fig. 19 de l'article chapitre 0), une propagation de fissure de 0,3 mm aurait suffi.  $J_{0,2}$  se trouve même supérieur à  $J_{max}$  dans le cas des éprouvettes mPRNB sur les deux gaines ODS testées. La dimension critique de l'éprouvette mPRNB reste tout de même l'épaisseur de paroi  $t$ . Avec la faible

hauteur des anneaux et donc les faibles valeurs de  $a, b$  et  $W$  pour l'éprouvette mPRNB, on obtient une complaisance plus sensible à la variation de la longueur de fissure  $a$  comparé à l'éprouvette PLT. En effet une variation de  $\Delta a/W$  de 0,1 représente une avancée de fissure de 0,3 mm pour l'éprouvette mPRNB contre 2,85 mm pour l'essai PLT. Cette sensibilité de la complaisance à la variation de la longueur de fissure permet de mieux estimer l'avancée de fissure entre l'amorçage et 0,3 mm par la méthode des complaisances aux décharges.



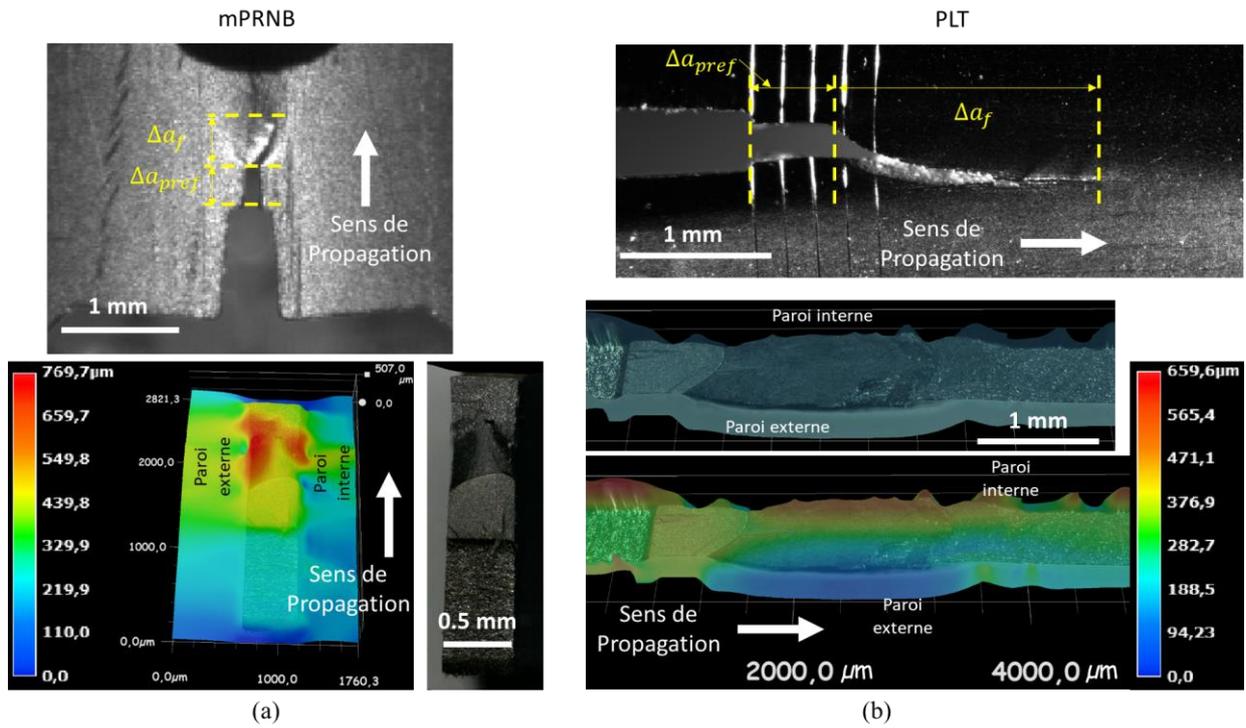
**Figure 102** (a) Complaisance normalisée en fonction de  $a/W$  pour l'éprouvettes mPRNB (b) Complaisance en fonction de  $a/W$  pour l'éprouvette PLT

## VI.1.2. Comparaison expérimentale

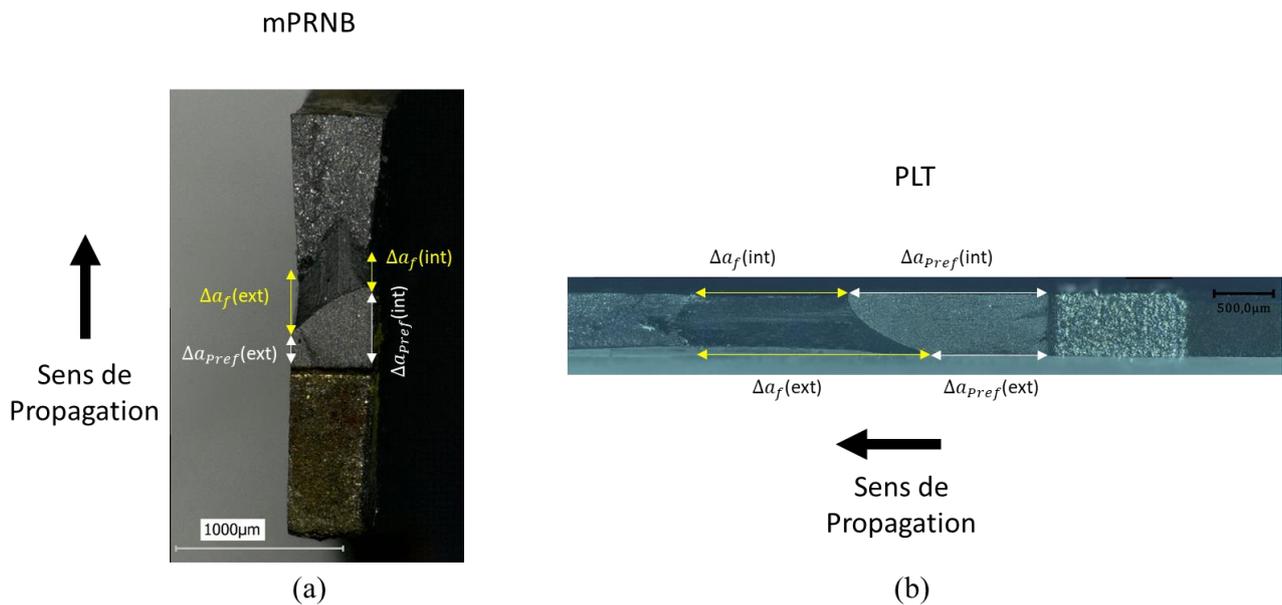
Le chemin de fissuration et les facies de rupture obtenus expérimentalement sur les deux éprouvettes mPRNB et PLT sont analysés à l'échelle macroscopique pour mieux comprendre le comportement à la rupture des deux types d'éprouvette sur un même matériau. On observe alors sur les images du suivi caméra qu'en paroi externe du tube les deux éprouvettes présentent une bifurcation de la fissure dès l'amorçage avant que celle-ci ne se remette progressivement dans un axe parallèle à l'axe de propagation (voir Figure 103). En les confrontant aux reconstitutions 3D de leurs facies de rupture, les bifurcations observées ne sont pas dues à la même raison. En effet, sur le facies de rupture de l'éprouvette mPRNB (voir Figure 103-a), cette bifurcation n'a lieu que sur les bords de la surface de fissuration tandis qu'à mi-épaisseur la fissure reste sur le même plan. La surface fissurée restée sur le plan initial de la fissure est en forme de chevron. Ce comportement de la fissure lors de sa propagation est observé sur les deux matériaux testés par l'essai mPRNB (T67-M2 et T73).

Quant à l'éprouvette PLT, la bifurcation observée en paroi externe est due à une rotation de  $45^\circ$  du plan de la fissure autour de l'axe de propagation. Cette rotation du plan de fissuration à  $45^\circ$  est observée sur toutes les éprouvettes PLT testées. Elle est due à la flexion dans l'épaisseur évoquée précédemment et donc à la sollicitation de la fissure en mode mixte et non en mode I seulement (voir Figure 103-b).

Lorsque les facies de rupture sont observés (voir Figure 104), les deux types d'éprouvettes montrent un front de préfissure par fatigue de la forme d'un quart d'ellipse avec une propagation plus importante en paroi interne. En ce qui concerne la propagation au cours des essais de ténacité, la fissure avance en chevron sur les deux types d'éprouvettes avec une avancée de fissure plus importante à mi-épaisseur comparée aux bords. L'avancée de fissure finale est aussi plus importante en paroi externe par rapport à la paroi interne rattrapant la différence de longueur de préfissure initiale entre les deux parois et donnant lieu à des longueurs de fissure finales équivalentes aux bords.



**Figure 103** Analyse 3D avec topographie des facies de rupture obtenue par microscopie optique et l'image du suivi caméra au cours de l'essai juste avant la décharge finale correspondante pour (a) la fissure arrière de l'éprouvette mPRNB-T67-M2-3 et (b) la fissure avant de l'éprouvette PLT Sp.4



**Figure 104** Analyse 2D des facies de rupture obtenus par microscopie optique de (a) la fissure avant de l'éprouvette mPRNB T67-M2-3 et (b) de la fissure avant de l'éprouvette PLT Sp.1

Un benchmark entre les deux essais est réalisé sur le tableau 15 en cochant la case de l'essai qui est meilleur selon les critères cités (cases noires). Lorsque les deux essais présentent tous les deux un avantage équivalent vis-à-vis d'un critère, les deux cases sont cochées. Avec une meilleure homogénéité de  $\sigma_{\theta\theta}$ , une meilleure estimation de l'avancée de fissure et les autres critères cités dans le tableau 15, l'essai mPRNB est choisi pour caractériser la résistance à la propagation de fissure dans deux gaines en acier ODS à température ambiante et à 650 °C. En effet, malgré les petites dimensions de l'éprouvette et de l'amarrage, l'essai mPRNB ne nécessite

pas de suivi caméra pour caractériser la ténacité de tubes minces à l’amorçage et pour déterminer la courbe de résistance du matériau sur une seule éprouvette. De plus, quatre éprouvettes mPRNB peuvent être usinées dans un tronçon de tube de même longueur que l’éprouvette PLT, ce qui représente un gain de matière conséquent.

**Tableau 15** Benchmark essai PLT – essai mPRNB

Critère	Essai ou éprouvette	
	PLT	mPRNB
Homogénéité de la contrainte d’ouverture $\sigma_{\theta\theta}$ dans l’épaisseur et sollicitation en mode I	□	■
Longueur de fissure maximale qu’il est possible de propager	■	□
Estimation de l’avancée de fissure par la méthode des complaisances aux décharges	□	■
Préfiissuration par fatigue	■	■
Forme de front de fissure	□	□
Simplicité de mise en œuvre	■	□
Possibilité d’application à 650 °C	■	■
Possibilité d’application en cellule blindée sur matériau irradié	■	■
Economie de matière	□	■

## VI.2. Comparaison matériaux sur l’essai mPRNB

Pour les raisons évoquées dans la section précédente, c’est l’essai mPRNB qui est choisi pour caractériser la ténacité des deux gaines de combustible en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr (T67-M2 et T73 respectivement). Dans cette section, sont d’abord comparés, les comportements macroscopiques des deux matériaux à la fissuration à partir des valeurs de ténacité obtenues lors des essais mPRNB à température ambiante et à 650 °C. Ces ténacités sont aussi comparées à celles obtenues auparavant, au CEA et dans la littérature, sur des aciers ODS de nuances martensitiques et ferritiques proches à partir d’essais de ténacité sur gaines ou sur des éprouvettes  $DC(T)$  extraites de barres filées.

Les comportements des deux matériaux sont ensuite comparés à l’échelle microscopique aussi. Une analyse fractographique au MEB des facies de rupture des éprouvettes mPRNB testées à température ambiantes et à 650 °C est réalisée. Les endommagements des deux matériaux sont alors analysés et comparés.

### VI.2.1. Ténacité

Les essais mPRNB sur éprouvettes entaillées seulement, en T67-M2 et T73, ont été réalisés comme essais préliminaires permettant à la fois d’optimiser la procédure expérimentale en terme de programme de chargement

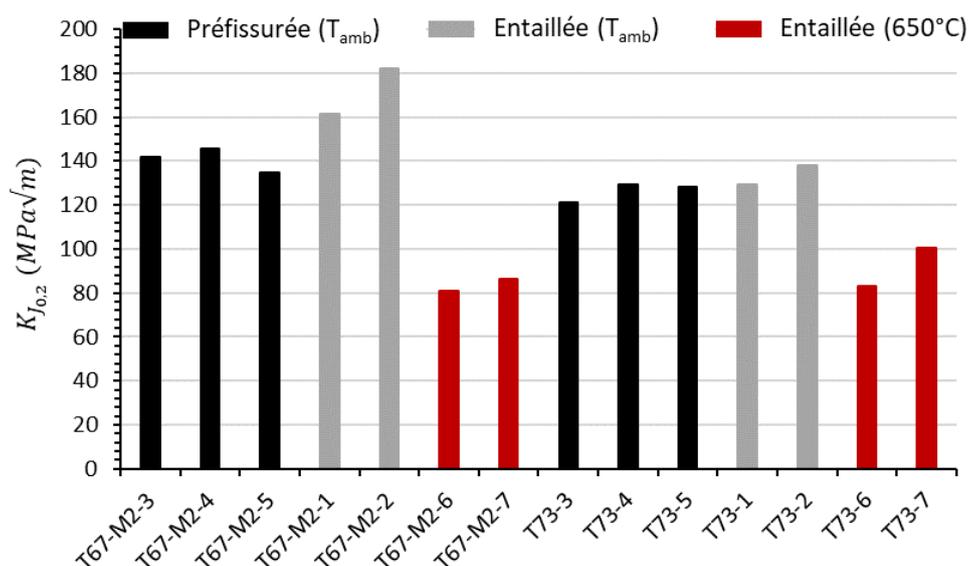
et d'instrumentation et de vérifier si avec un aussi faible rayon en fond d'entaille ( $70 \mu\text{m}$ ) on pouvait se passer de l'étape de préfissuration par fatigue sur ces matériaux à l'avenir. La préfissuration par fatigue des éprouvettes mPRNB est bien sûr nécessaire avant de réaliser les essais de ténacité car, malgré le faible rayon en fond d'entaille, le matériau n'est pas très ductile et la pointe de fissure s'émousse peu avant l'amorçage (voir Figure 108 et Figure 110). Lors de ces essais sur éprouvettes entaillées il a tout de même été relevé que les éprouvettes entaillées en T73 présentaient une propagation de fissure moins stable par rapport aux éprouvettes entaillées en T67-M2 avec un amorçage de la fissure plus précoce ( $0,22 \text{ mm}$  de CMOD pour le T73 et  $0,35 \text{ mm}$  de CMOD pour le T67-M2). Les ténacités obtenues sur ces éprouvettes entaillées sont généralement plus importantes que celles obtenues sur éprouvettes préfissurées car la concentration de la contrainte en pointe de fissure diminue avec l'augmentation du rayon en fond d'entaille. La contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  étant donc moins concentrée en pointe de fissure sur les éprouvettes entaillées, ceci a pour effet de retarder l'amorçage de la fissure (voir Figure 105).

Les ténacités  $K_{J_{0,2}}$  obtenues sur les éprouvettes mPRNB entaillées et préfissurées en T67-M2 et T73 à température ambiante et entaillées à  $650 \text{ }^\circ\text{C}$  sont présentées sur la figure 105. On constate alors sur cette figure que sur éprouvettes préfissurées (barres noires sur l'histogramme figure 105), l'acier ODS 9%Cr (T67-M2) présente une ténacité 11% plus importante que celle de l'acier ODS 14%Cr (T73) en moyenne à température ambiante. Les ténacités obtenues sur les éprouvettes mPRNB en T73 sont à prendre avec des pincettes car lors de la préfissuration par fatigue de ces éprouvettes, sur une des deux fissures, la préfissure par fatigue ne s'est pas propagée dans toute l'épaisseur. Cela pourrait expliquer le fait que les ténacités obtenues sur T73 préfissurées soit équivalentes à celles obtenues sur éprouvettes seulement entaillées de même nuance.

Les *Tearing Modulus* « $T_{0,1-0,2}$ » adimensionnels, tel que définis par l'équation (2), déterminés pour les deux matériaux, dans la plage  $0,1 \text{ mm} \leq \Delta a \leq 0,2 \text{ mm}$ , sont de  $61,3 \pm 6,2$  pour le T67-M2 et de  $36,4 \pm 6,3$  pour le T73.  $T_{0,1-0,2}$  est déterminé à titre indicatif, même si conventionnellement, c'est le  $dJ/da$  en MPa qui est déterminé et sur une plage de  $0,2 \text{ mm} \leq \Delta a \leq 1 \text{ mm}$ . Ces résultats démontrent que l'acier ODS 9%Cr présente une propagation de fissure plus stable que l'acier ODS 14%Cr à température ambiante dans cette plage de propagation de fissure. En effet, une propagation de fissure moins stable a été observée pendant les essais mPRNB sur T73. Ceci se traduisait par des chutes brutales de la force, lors des phases de chargement ou de maintien (Pop-in). Cette propagation instable de la fissure peut être due à sa microstructure fibreuse et texturée avec des grains allongés dans le sens axial du tube. L'énergie plastique dépensée à l'amorçage des fissures des deux matériaux est équivalente à l'énergie élastique sur les deux matériaux avec une part  $J_{el}$  de  $48,4 \pm 3\%$  de l'énergie totale  $J$  à l'amorçage pour le T67-M2 et de  $54,3 \pm 8,2\%$  pour le T73. Les valeurs sont plus dispersées sur le T73 à cause des problèmes de préfissuration des éprouvettes mPRNB en T73 cités ci-dessus. La part élastique dans l'intégrale  $J$  à l'amorçage plus importante dans le cas du T73 pourrait expliquer la propagation moins stable de la fissure sur ce matériau, d'autant plus qu'avec une préfissure par fatigue propagée dans l'ensemble de l'épaisseur de paroi sur ce matériau, l'amorçage ne peut qu'avoir lieu plus tôt pendant l'essai et donc une part  $J_{el}/J$  qui ne peut qu'augmenter. Ces résultats vont dans le sens des ductilités constatées sur les deux matériaux à température ambiante en traction sur anneaux avec un allongement total plus important pour le T67-M2 par rapport à T73 traduisant une meilleure ductilité (voir Figure 52-b). Cet écart de ductilité entre T73 et T67-M2 est compensé, dans la ténacité, par une meilleure résistance mécanique du T73 à température ambiante.

Il n'est pas à exclure que les pop-in observés, non systématiques et intervenants après la force maximale, aient une origine purement mécanique, résultant de l'interaction entre la résistance à la propagation de fissure du matériau et l'énergie élastique stockée dans le système (lignes et montage d'amarrage) [103]–[105]. Ce type d'instabilité, observé sur des alliages d'aluminium irradiés présentant un endommagement ductile, a récemment été étudié et bien expliqué par Tom Petit durant sa thèse [106].

A 650 °C, la tendance s'inverse, l'acier ODS 14%Cr (T73) présente une ténacité  $K_{J_{0,2}}$  équivalente, voire un peu plus élevée, que celle de l'acier ODS 9%Cr (T67-M2) en moyenne et un *Tearing Modulus* deux fois plus grand. La part du travail plastique dans l'énergie totale  $J$  à l'amorçage de la fissure est aussi plus importante pour le T73 ( $90,2 \pm 0,6\%$ ) par rapport au T67-M2 ( $86,8 \pm 0,3\%$ ). En traction sur anneaux, à 650 °C, le T73 présente aussi une meilleure ductilité que le T67-M2 mais une moins bonne résistance mécanique, réduisant l'écart de ténacité comme dans le cas du T67-M2 à température ambiante. Pour une comparaison plus fiable des résistances à la propagation de fissure des deux matériaux à 650 °C, des essais mPRNB sur éprouvettes préfissurées sont à prévoir. Au vu de la ductilité affichée par les deux matériaux à cette température, les ténacités déterminées sur les éprouvette préfissurées sont probablement équivalentes à celles obtenues sur les éprouvettes entaillées. Ceci reste tout de même à démontrer en réalisant les essais sur éprouvettes préfissurées.

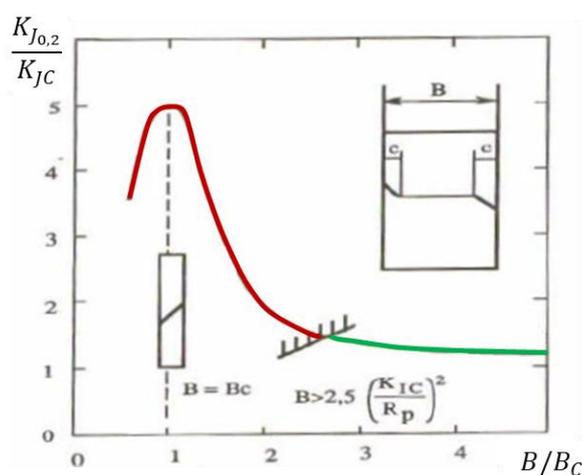


**Figure 105** Histogramme des valeurs de  $K_{J_{0,2}}$  ( $t = 0,5 \text{ mm}$ ) obtenues sur T67-M2 et su T73 à température ambiante et à 650 °C par essai mPRNB

Le tableau 16 présente une liste exhaustive des ténacités obtenues jusqu'à maintenant sur des gaines de combustible en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr au CEA et dans la littérature. Les ténacités obtenues sur éprouvettes C(T) (ou CTR5) de 5 mm d'épaisseur extraites de barres filées sont aussi présentées dans cette liste. Ces éprouvettes sont extraites de barre filées en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr n'ayant pas subi de laminage post filage contrairement aux gaines de combustible. Seuls les résultats obtenus sur les éprouvettes C(T) prélevées dans le sens RA des barres, R est pour radial et représente le sens de chargement et A est pour axial et représente le sens de propagation, sont présentés car seules les éprouvettes prélevées dans ce sens présentent les mêmes directions de sollicitation et de propagation que les éprouvettes mPRNB, PLT. Sur ce tableau 16, la validité des  $K_{J_{0,2}}$  ou  $K_Q$  obtenus comme  $K_{JC}$  ou  $K_{IC}$  signifie que les  $J_{0,2}$  ( $J_Q$  pour la norme ASTM E1820) et  $K_Q$  déterminés lors de ces essais sont valides et répondent aux conditions données par les normes ASTM E1820-22e1 [11] et ISO 12135 [10] ( $J_{max} > J_{0,2}$  lorsque c'est  $K_{JC}$  qui est déterminé à partir de  $J_{0,2}$ ,  $a_0, B, (W - a_0) \geq 2,5 (K_Q/R_{p0,2})^2$  et  $P_{max}/P_Q < 1,1$  lorsque c'est  $K_{IC}$  à partir de  $K_Q$ ). Les essais où seul le facteur d'intensité de contrainte  $K_Q$  est déterminé sont exploités selon la méthode présentée dans la section I.2.1. Ces valeurs de  $K_Q$  sont aussi comparées au  $K_{J_{0,2}}$  car les deux facteurs d'intensité de contrainte sont considérés comme des ténacités à l'amorçage. Pour les épaisseurs d'éprouvettes,  $B$  est spécifié pour les éprouvettes CT, et l'épaisseur de paroi  $t$  pour les éprouvettes mPRNB et PLT.

On constate alors que les résultats obtenus auparavant sur gaines ou barres ODS vont dans le sens des résultats obtenus sur les deux gaines de combustible en aciers ODS étudiées durant cette thèse. Quel que soit le type d'éprouvette ou le type d'essai :

- les aciers ODS 9%Cr présentent une meilleure ténacité que les aciers ODS 14%Cr à température ambiante,
- les deux matériaux présentent des ténacités équivalentes à 650 °C,
- les éprouvettes entaillées (sans préfissuration par fatigue) présentent des ténacités surestimées par rapport à celles des éprouvettes équivalentes préfissurées par fatigue.
- On constate aussi que, quel que soit le matériau ou la température d'essai, les éprouvettes extraites de gaines (mPRNB, PLT, ICM) donnent des ténacités plus élevées que celles obtenues sur éprouvettes C(T) extraites de barres filées. Ceci peut être dû à la faible épaisseur de paroi des gaines de combustible dont la ténacité est située dans le domaine où celle-ci dépend encore de l'épaisseur de l'éprouvette ( $t < 2,5(K_{IC}/R_p)^2$ ) alors que les éprouvettes C(T) en acier ODS ont une épaisseur  $B > 2,5(K_{IC}/R_p)^2$  dix fois plus importante et sont donc situées dans le domaine vert des éprouvettes normalisées (voir Figure 106). Ceci n'exclue pas la différence d'états métallurgiques entre barre filée et tube laminé des causes de cette augmentation de la ténacité.



**Figure 106** Evolution de la ténacité en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette utilisée

**Tableau 16** Résultats essais de ténacités sur tubes minces laminés et barres filées en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr

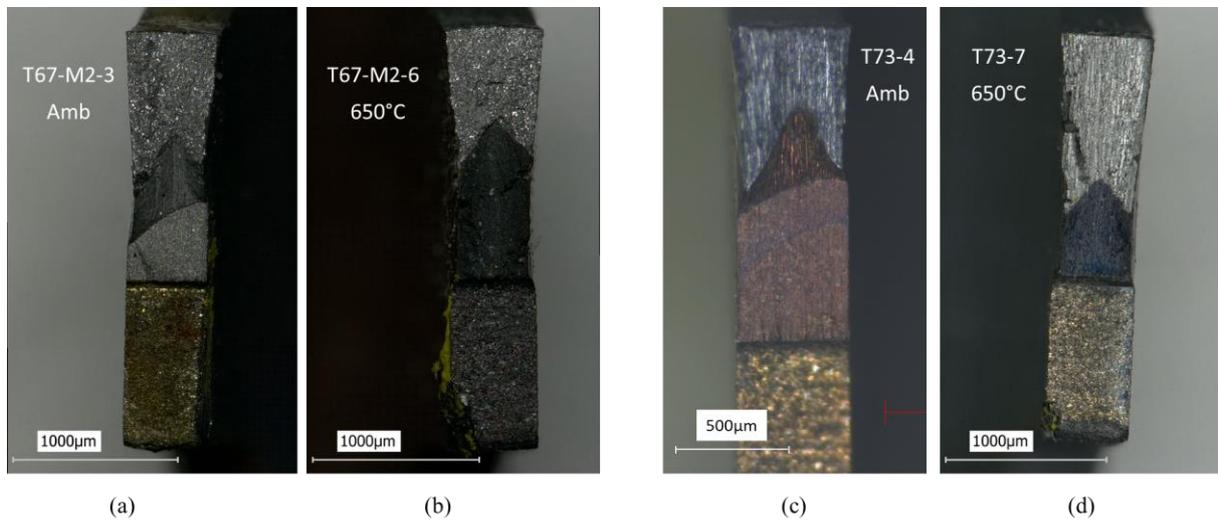
Référence éprouvette ou code SRMA	Température d'essai	Type d'essai de ténacité	Préfissuration par fatigue	W (mm)	B ou t (mm)	$K_I(B), K_Q$ ou $K_{J0,2}(B)$ (MPa√m)	Validité $K_{IC}$ ou $K_{JC}$ (MPa√m)
<b>Aciers ODS 9%Cr</b>							
<b>T67-M2-1</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Non</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>161,1</b>	<b>Non</b>
<b>T67-M2-2</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Non</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>181,8</b>	<b>Non</b>
<b>T67-M2-3</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Oui</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>141,7</b>	<b>Non</b>
<b>T67-M2-4</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Oui</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>145,6</b>	<b>Non</b>
<b>T67-M2-5</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Oui</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>134,8</b>	<b>Non</b>
K30-M2-1[107]	T <sub>amb</sub>	ICM	Oui	90	0,5	177	Non
K30-M2-2[107]	T <sub>amb</sub>	ICM	Oui	90	0,5	155	Non

K30-M3-1[107]	T <sub>amb</sub>	ICM	Oui	90	0,5	130	Non
K30-M3-1[107]	T <sub>amb</sub>	ICM	Oui	90	0,5	178	Non
Fe-9Cr-test1[47]	T <sub>amb</sub>	PLT	Non	18,5	0,6	135,6	Non
Fe-9Cr-test2[47]	T <sub>amb</sub>	PLT	Non	18,5	0,6	144,9	Non
Fe-9Cr-test3[47]	T <sub>amb</sub>	PLT	Non	18,5	0,6	136,5	Non
J84-49 [41]	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	49,4	Non
<b>T67-M2-6</b>	<b>650 °C</b>	<b>mPRNB</b>	<b>Non</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>80,8</b>	<b>Non</b>
<b>T67-M2-7</b>	<b>650 °C</b>	<b>mPRNB</b>	<b>Non</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>86,2</b>	<b>Non</b>
J84-50 [41]	650 °C	DC(T)	Oui	10	5	15,7	Oui
J84-51 [41]	650 °C	DC(T)	Oui	10	5	11	Oui
Aciers ODS 14%Cr							
<b>T73-1</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Non</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>129,6</b>	<b>Non</b>
<b>T73-2</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Non</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>137,8</b>	<b>Non</b>
<b>T73-3</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Oui</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>120,9</b>	<b>Non</b>
<b>T73-4</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Oui</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>129,4</b>	<b>Non</b>
<b>T73-5</b>	<b>T<sub>amb</sub></b>	<b>mPRNB</b>	<b>Oui</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>137,8</b>	<b>Non</b>
K48-T1-1[107]	T <sub>amb</sub>	ICM	Oui	90	0,5	124	Non
K48-T1-2[107]	T <sub>amb</sub>	ICM	Oui	90	0,5	156	Non
J37-1 [107]	T <sub>amb</sub>	ICM	Oui	90	0,5	80	Non
Fe-14Cr-test1[47]	T <sub>amb</sub>	PLT	Non	18,5	0,6	122,2	Non
Fe-14Cr-test2[47]	T <sub>amb</sub>	PLT	Non	18,5	0,6	121,9	Non
Fe-14Cr-test3[47]	T <sub>amb</sub>	PLT	Non	18,5	0,6	122,5	Non
CEA_GD-1 [9]	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	31,8	Non
CEA_GD-2 [9]	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	30,6	Non
J62-15	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	44	Oui
J62-16	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	28	Oui
J62-17	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	38	Oui
J62-18	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	38,6	Oui
J05-63 [41]	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	19	Non
J05-65 [41]	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	19	Oui
J05-66 [41]	T <sub>amb</sub>	DC(T)	Oui	10	5	30	Oui
<b>T73-6</b>	<b>650 °C</b>	<b>mPRNB</b>	<b>Non</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>81,6</b>	<b>Non</b>
<b>T73-7</b>	<b>650 °C</b>	<b>mPRNB</b>	<b>Non</b>	<b>3</b>	<b>0,5</b>	<b>100,6</b>	<b>Non</b>
CEA_GD-3 [9]	650 °C	DC(T)	Oui	10	5	10,7	Non
CEA_GD-4 [9]	650 °C	DC(T)	Oui	10	5	8,8	Non
CPR_2-1 [9]	650 °C	DC(T)	Oui	10	5	7,8	Non
CPR_2-2 [9]	650 °C	DC(T)	Oui	10	5	7,8	Non
CPR_2-3 [9]	650 °C	DC(T)	Non	10	5	14,3	Non

## VI.2.2. Rupture et endommagement

Les éprouvettes mPRNB en acier ODS 9%Cr (T67-M2) et en acier ODS 14%Cr (T73) testées à température ambiante et à 650 °C et rompues à -196°C post-fissuration présentent, à l'échelle mésoscopique, les faciès de ruptures ci-dessous (voir Figure 107). On constate que quel que soit le matériau ou la température d'essai, les éprouvettes présentent une avancée de fissure en chevrons. Les éprouvettes testées à 650 °C présentent, à première vue, une surface fissurée fortement oxydée (voir Figure 107 b et d). Dès 1914, des marquages

d'avancées de fissures en chevrons ont été observés et décrits sur des faciès de rupture fragiles. Depuis, ce type de marquage a été observé sur des faciès de rupture de matériaux cristallins et non cristallins. Ces marques en chevrons sont par exemple typiquement associées à la rupture fragile des plaques minces en aciers [96]–[98], [108].



**Figure 107** Fractographies par microscopie optique des éprouvettes mPRNB (a) T67-M2 à Tamb (b) T67-M2 à 650 °C (c) T73 à Tamb (d) T73 à 650 °C

Une analyse fractographique est réalisée au MEB sur ces éprouvettes. L'endommagement et la fissuration des différentes éprouvettes mPRNB testées à température ambiante et à 650 °C sont étudiés et présentés ci-dessous.

#### Éprouvettes T67-M2 et T73 testées à température ambiante

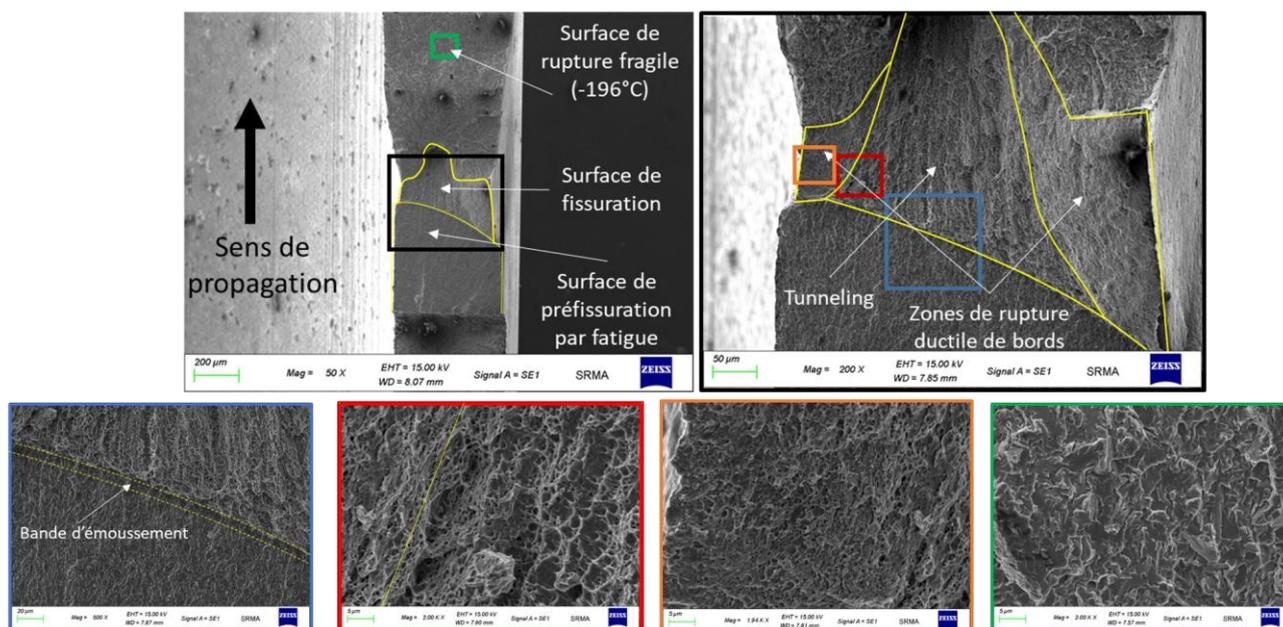
Les images MEB, obtenues par électrons secondaires, du faciès de rupture de l'éprouvette mPRNB en acier ODS 9%Cr testée à température ambiante (T67-M2-3) sont présentées sur la figure 108. Les différentes zones de fissuration sont aussi indiquées. On distingue alors, sur l'image au zoom  $\times 50$ , les trois surfaces de fissuration principales : la surface de préfissuration par fatigue, la surface de fissuration et la surface de rupture fragile à -196 °C (voir Figure 108). On observe sur l'image encadrée en bleu que le T67-M2 présente, à température ambiante, une bande d'émoussement de faible épaisseur (quelque micromètres seulement) traduisant un faible émoussement en pointe de fissure avant l'amorçage (voir Figure 108). Ceci explique l'amorçage précoce de la propagation de fissure sur les éprouvettes mPRNB en T67-M2 préfissurées testées à température ambiante.

On observe sur la surface de fissuration deux zones de fissuration ductile distinctes (voir l'image MEB encadrée en noir sur la figure 108) :

- une première zone d'amorçage en forme oblique ou triangulaire de côté légèrement incurvés, pointant dans la direction de propagation et centrée selon l'épaisseur,
- une seconde zone, composées de deux surfaces plus proches des parois reliant la zone d'amorçage aux bords de la fissure.

A l'amorçage, la première zone oblique centrée a une largeur importante, par rapport à l'épaisseur de l'éprouvette, puis devient de moins en moins large en s'éloignant du front de fissure (voir image MEB encadrée en noir sur la figure 108). Cette zone présente principalement de la déchirure ductile avec des cupules ductiles de diamètre micrométrique (voir image MEB encadrée en rouge sur la figure 108). Les zones de bords présentent un faciès de rupture avec des cupules ductiles de plus petite taille, principalement submicronique, traduisant une croissance moins importante des cupules avant la rupture et donc un endommagement relativement moins ductile pour ces zones-là (voir image MEB encadrée en orange figure 108). Ce phénomène est nommé *Tunneling* et a déjà été observé par Sowards *et al.* [98] lors d'essais de fissuration sur des plaques de 8mm d'épaisseur en

un acier de pipeline à haute résistance de référence API X100. En effet, sur les éprouvettes mPRNB en T67-M2 à température ambiante, une sorte de tunnel est creusé par cette zone d'amorçage au centre avec une rupture principalement ductile. La largeur de cette zone d'amorçage au centre diminue en s'éloignant du front de fissure laissant place à des surfaces de rupture moins stables, plus importantes et de plus en plus hautes aux bords, formant un espace allongé entre deux zones plus élevées « une vallée » (voir image MEB encadrée en noir sur la figure 108). Ceci est associé à une forte déformation plastique macroscopique.

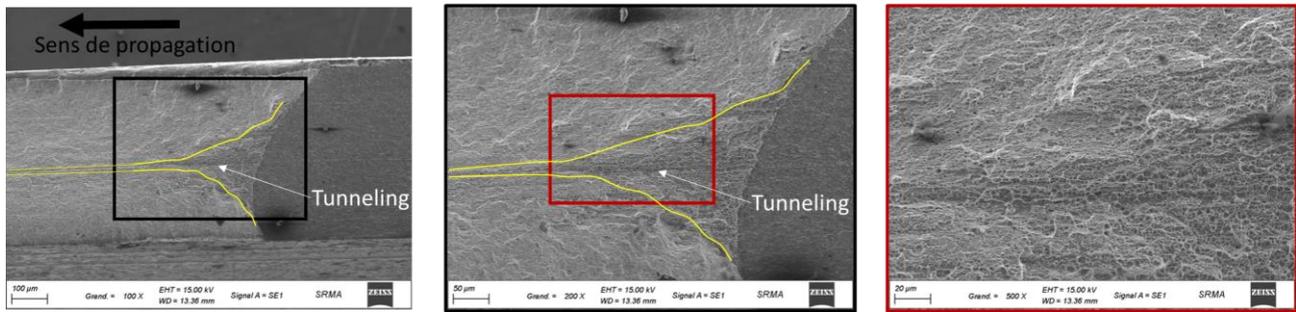


**Figure 108** Fractographies MEB en électrons secondaires de l'éprouvette mPRNB en acier ODS 9%Cr testée à température ambiante T67-M2-3

Ce *Tunneling* est également observé sur les éprouvettes PLT en T67-M2 testées à température ambiante et est davantage visible sur celles-ci car l'amplitude de propagation de fissure est plus importante (voir Figure 109).

Ce *tunneling* associé à une avancée de fissure en chevrons, ou en vallée, explique la bifurcation la fissure observée dès l'amorçage, en paroi externe de l'éprouvette, sur les images du suivi caméra au cours des essais mPRNB sur T67-M2 à température ambiante avant que la fissure ne se propage dans une direction parallèle à l'axe de fissuration (voir Figure 103-a). Dans le cas de la plaque en acier de pipeline X100, après le *Tunneling*, la fissure avance par intermittence de zones de rupture fragile en forme de chevrons séparées par des zones de déchirure ductile en forme de chevrons aussi mais de moindre épaisseur. Cette avancée de fissure en intermittence est absente dans le cas de la gaine combustible en acier ODS 9%Cr à température ambiante.

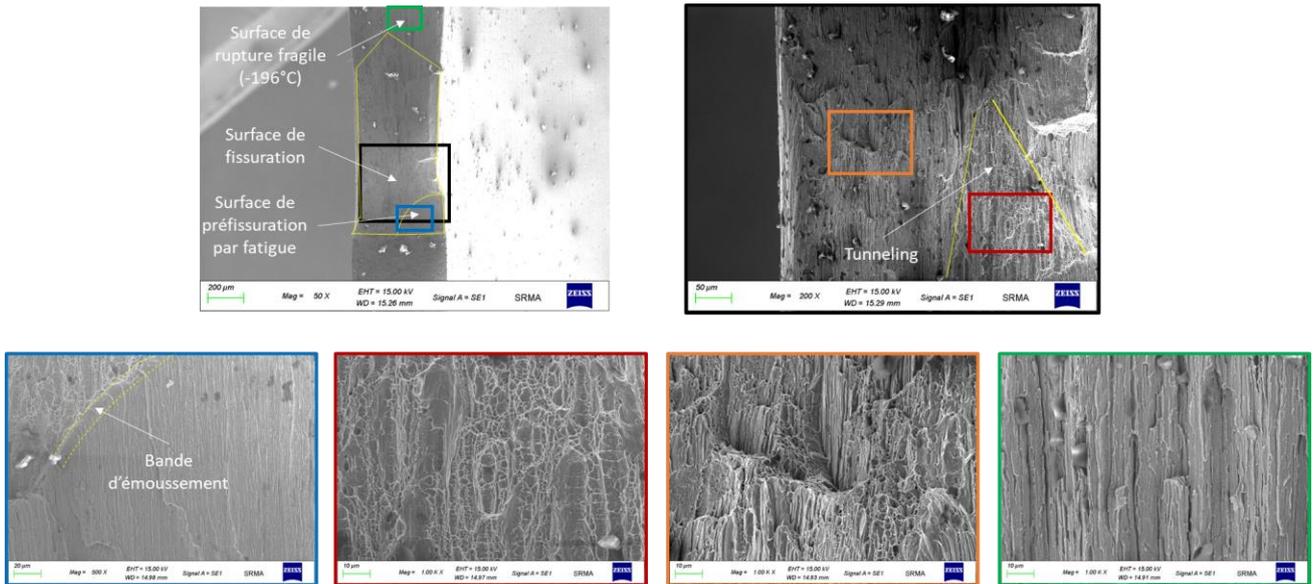
La zone de rupture fragile à -196°C présente, quant à elle, un faciès typique de rupture fragile par clivage (voir cliché MEB encadrée en vert sur la figure 108).



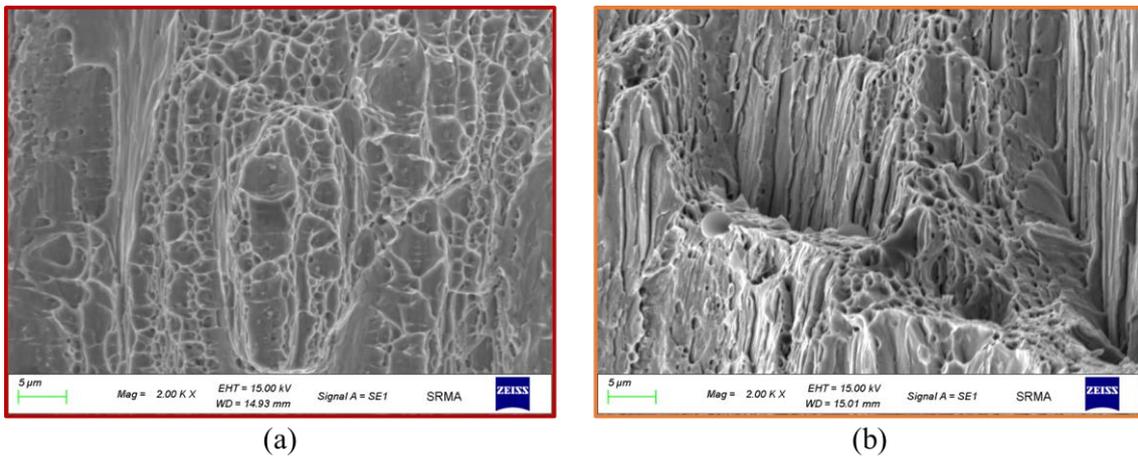
**Figure 109** Fractographies MEB en électrons secondaires d'une éprouvette PLT en acier ODS 9%Cr (T67-M2) testée à température ambiante (Tunneling)

Les images MEB, obtenues par électrons secondaires, du faciès de rupture de l'éprouvette mPRNB en acier ODS 14%Cr (T73) testée à température ambiante, sont présentées sur la figure 110. Celles-ci présentent exactement les mêmes caractéristiques que celles de l'éprouvette mPRNB en T67-M2 (voir Figure 108). On observe aussi sur le T73, un front de fissure en chevron (voir image MEB zoom  $\times 50$  sur la figure 110) et une bande d'émoussement de faible épaisseur (voir image MEB encadrée en bleu sur la figure 110). Deux zones d'endommagements distinctes sont aussi observées sur la surface de fissuration. Un *Tunneling* à l'amorçage caractérisé par une déchirure ductile avec la présence de cupules de taille micrométrique (voir Figure 111-a). Ces cupules sont allongées dans le sens de propagation de fissure (sens longitudinal du tube). Cette forme de cupules a déjà été observée sur des barres en acier ODS 14%Cr filées à chaud et semble être due à la morphologie des grains de cette nuance [41]. Une seconde zone de rupture mixte aux bords avec la présence de cupules de plus petite taille et moins concentrées sur un endommagement principalement intergranulaire (voir Figure 111-b). La même bifurcation est aussi observée en paroi externe de l'éprouvette mPRNB en T73 due à une topographie du faciès de rupture en vallée aussi. La surface de rupture fragile à  $-196^{\circ}\text{C}$  du T73 présente un endommagement fragile (voir image MEB encadrée en vert sur la figure 110). La faible ténacité de la gaine en aciers ODS 14%Cr, par rapport à la gaine en acier ODS 9%Cr, peut, entre autres, s'expliquer par sa microstructure fibreuse avec des grains allongés selon l'axe de fissuration favorisant la propagation de la fissure intergranulaire dans cet axe tel qu'observé par Salmon-Legagneur sur des barres filées en acier ODS 14%Cr [9].

La faible taille de cupules et de grains des gaines de combustible en aciers ODS justifie, entre autres, la faible ténacité de ces matériaux comparé aux gaines en Zircaloy 4 qui présentent, sur des éprouvettes PLT d'épaisseur équivalente (0,6 mm d'épaisseur de paroi pour les gaines en Zircaloy), une ténacité 50% plus importante [69].



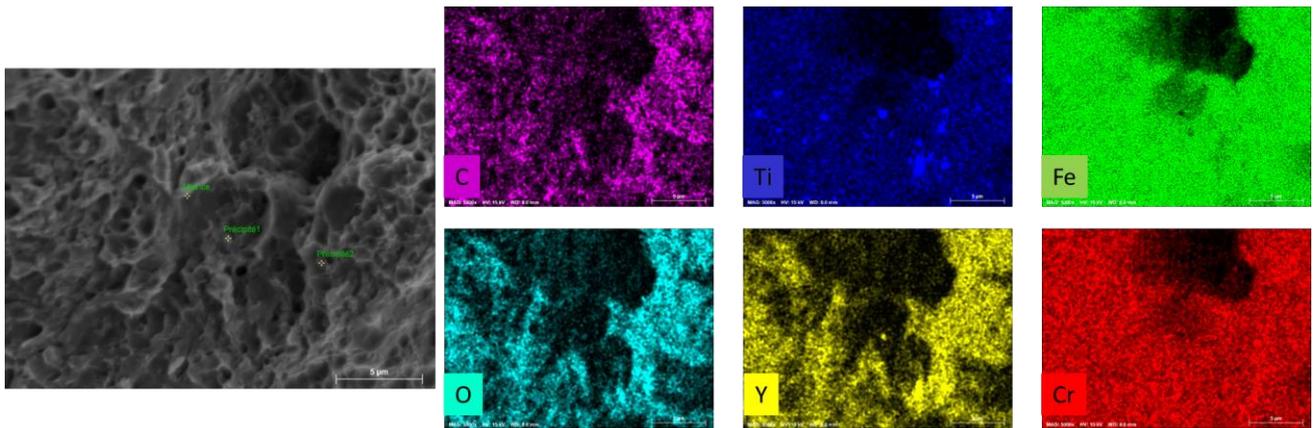
**Figure 110** Fractographies MEB en électrons secondaires d'une éprouvette mPRNB en acier ODS 14%Cr (T73) testée à température ambiante



**Figure 111** Zoom dans la surface de fissuration sur (a) la zone de Tunneling et (b) la zone d'endommagement mixte aux bords

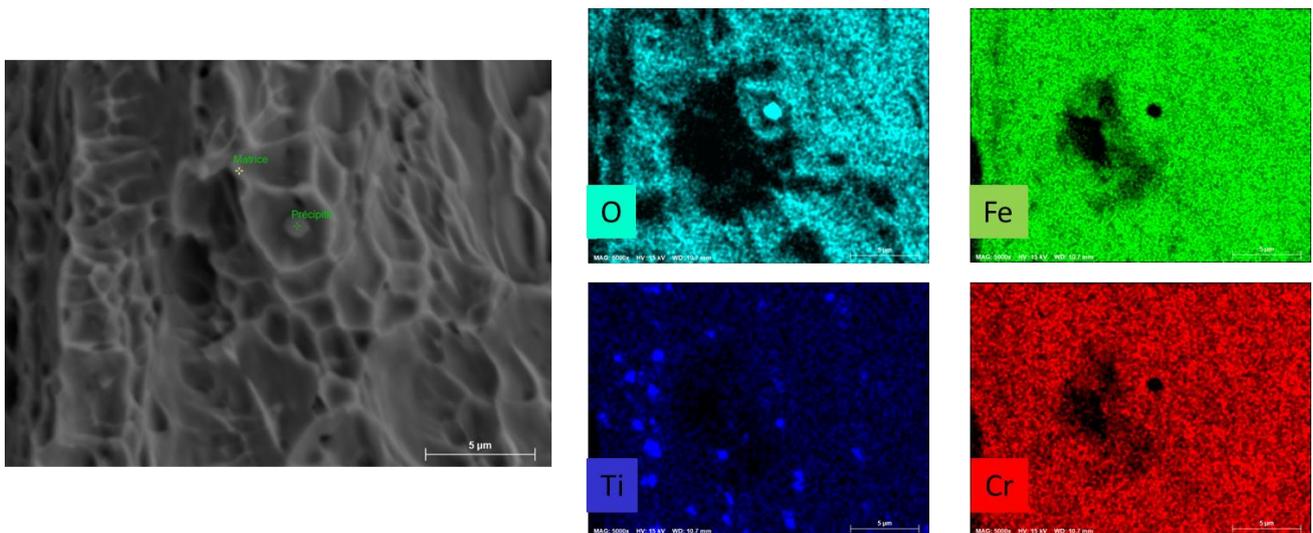
Des analyses EDX des zones d'amorçage (zones de *Tunneling*) des deux éprouvettes en aciers ODS 9%Cr (T67-M2) et 14Cr% (T73) testées à température ambiante sont réalisées. Ces analyses semi-quantitatives permettent d'identifier la nature des précipités en fond de cupules favorisant l'endommagement des deux matériaux.

Les cartographies EDX d'une éprouvette en acier ODS 9%Cr (T67-M2) testée à température ambiante sont présentées sur la figure 112. On observe principalement des précipités riches en titane et pauvres en fer et en chrome de taille submicronique au fond des cupules de la zone d'amorçage de ce matériau. Le tableau donnant la composition chimique en % atomique de deux de ces particule et de la matrice est présenté sur la figure 112. Ces valeurs semi-quantitatives des concentrations des différents éléments en présence dans ces particules ne donnent pas la composition chimique exacte mais permettent de se faire une idée de leurs natures. Ces particules peuvent donc être identifiées comme étant les oxydes de titane ou les précipités de composition stœchiométrique  $Y_2Ti_2O_7$  de taille submicronique observés auparavant dans les aciers ODS développés au CEA [17], [31]- [32].



Spectrum	carbone	oxygène	titane	chrome	fer	yttrium
Précipité1	4.9	4.1	12.7	7.6	62.9	6.2
Précipité2	4.5	9.7	12.2	8.1	64.6	
Matrice	3.3			7.3	89.4	

**Figure 112** Cartographies EDX d'une surface de la zone d'amorçage et tableau des compositions chimiques (% atomique) issus des analyses EDX de la matrice et de deux précipités en fond de cupule dans la zone d'amorçage (surface Tunneling) de l'éprouvette mPRNB en T67-M2 testée à  $T_{amb}$



Spectrum	carbone	oxygène	aluminium	titane	chrome	fer
Précipité	7.8	32.5	43.3	0.45	2.9	13.2
Matrice	8.3				13.3	77.4

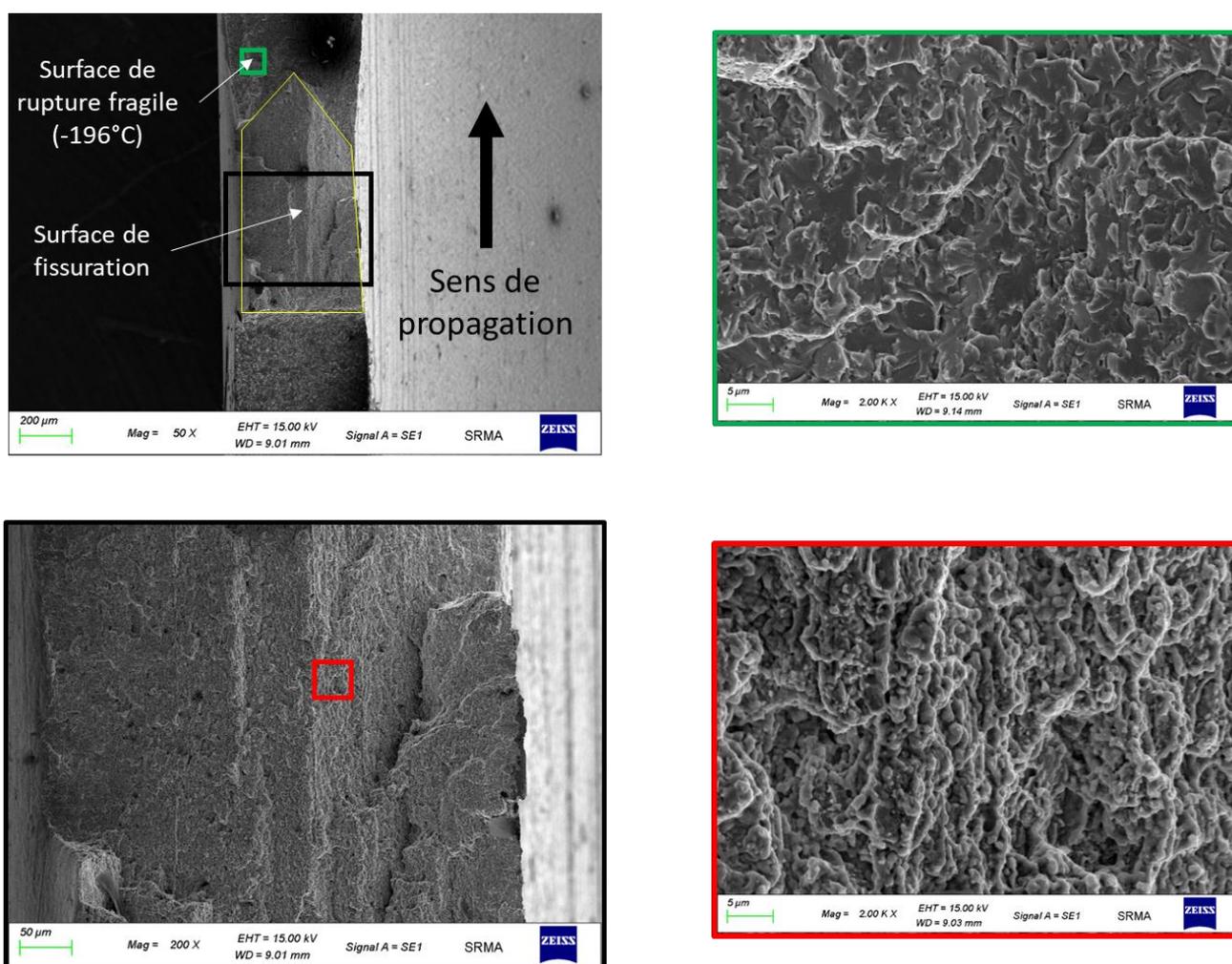
**Figure 113** Cartographies EDX d'une surface de la zone d'amorçage et tableau des compositions chimiques (% atomique) issus des analyses EDX de la matrice et de deux précipités en fond de cupule dans la zone d'amorçage (surface Tunneling) de l'éprouvette mPRNB en T73 testée à  $T_{amb}$

Sur la zone d'amorçage des éprouvettes mPRNB en acier ODS 14%Cr (T73) testées à température ambiante, c'est principalement des particules de taille submicronique qui sont observées en fond de cupules aussi (voir Figure 113). Des particules de taille micrométrique, moins importantes en nombre sont aussi observées dans cette zone. Ces particules sont riches en oxygène et en aluminium et pauvre en fer et en chrome (voir tableau

des concentrations en %atomique sur la figure 113). Ce sont probablement les précipités d'alumine de taille micrométrique déjà observés sur des aciers ODS développés au CEA [16], [35]. Ces précipités nuisent à la ductilité des aciers ODS sans augmenter leurs caractéristiques mécaniques et n'ont été observés que sur la gaine combustible en acier ODS 14%Cr (T73). Ceci explique peut-être la propagation moins stable de la fissure et la ténacité plus faible à température ambiante de ce matériau, comparé à l'acier ODS 9%Cr (T67-M2).

### Eprouvettes en T67-M2 et T73 testées à 650 °C

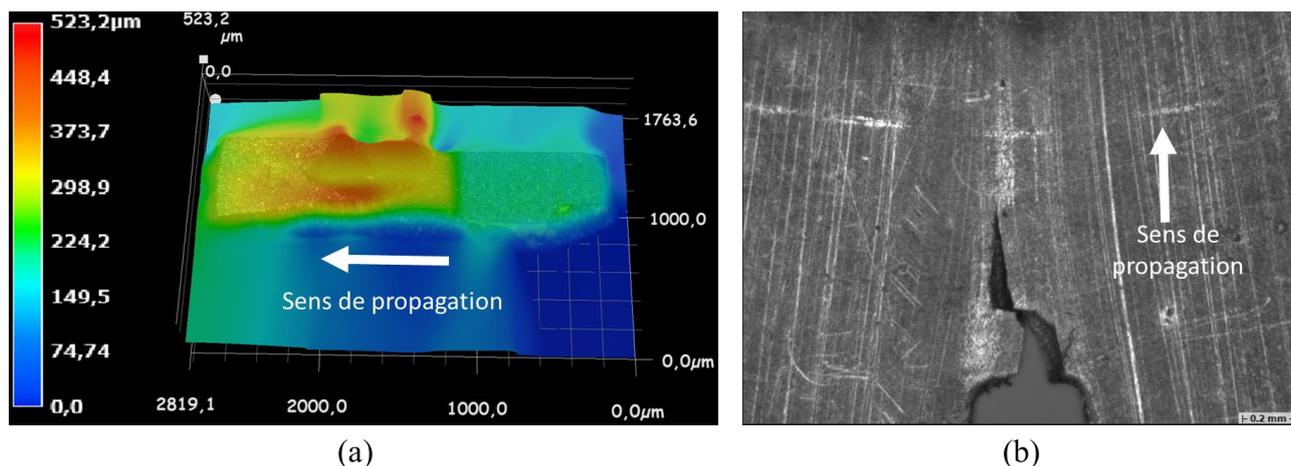
Le faciès de rupture de l'éprouvette mPRNB en acier ODS 9%Cr testée à 650 °C (T67-M2-6) et rompue par la suite à -196°C est présenté sur la figure 114. La surface de fissuration exhibe un faciès de rupture fortement oxydé et plus accidenté qu'à température ambiante. Ce faciès de rupture présente principalement un endommagement par décohésion intergranulaire avec la présence, en faible concentration, de quelques cupules synonymes d'endommagement ductile (voir image MEB encadrée en rouge sur la Figure 114). Ce type d'endommagement est obtenu par Jaumier *et al* [8] aussi sur le faciès de rupture en fluage à 650 °C sur anneaux en acier ODS 9%Cr. Praud [41] observe aussi le même type d'endommagement sur ses éprouvettes de traction en acier ODS 9%Cr testées à 650 °C Quant à la zone de rupture fragile à -196°C, celle-ci présente un faciès de rupture fragile par clivage (voir image MEB encadrée en vert sur la figure 114).



**Figure 114** Fractographies MEB en électrons secondaires sur une moitié de l'éprouvette mPRNB T67-M2-6 testée à 650 °C

On n'observe pas de *Tunneling* semblable à ce que l'on a pu observer à température ambiante avec la distinction de deux types de rupture sur la surface de fissuration. A 650 °C, le front de fissure est tout de même en forme

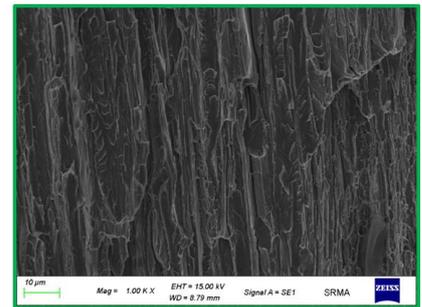
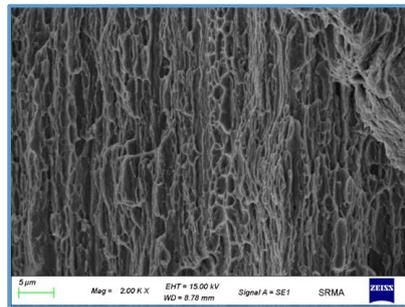
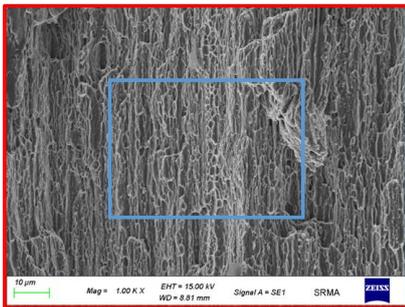
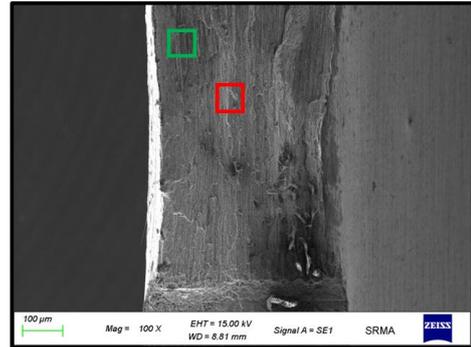
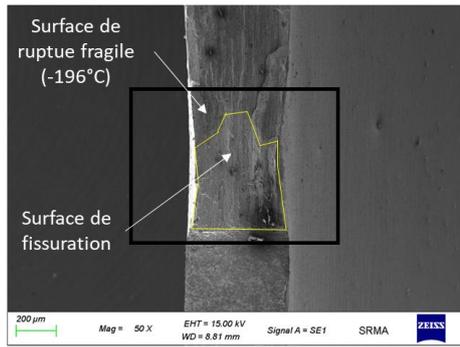
de chevrons avec une fissure qui ne dévie pas de son plan dès l'amorçage. Après quelques dizaines de micromètres de propagation on observe un faciès de rupture plus accidenté avec une topographie en forme de vallée ou en forme de toit, selon quelle moitié de l'éprouvette est observée (voir Figure 115-a). Des sortes de marches sont créées lors de la propagation de la fissure permettant de former ce faciès de rupture en vallée (ou toit) avec la partie centrale (ligne médiane selon l'axe de propagation à mi-épaisseur) qui reste sur le plan initial de la fissure. Cette propagation de fissure en vallée induit une bifurcation progressive de la fissure vers le sens perpendiculaire à son axe de propagation avant de regagner, rapidement et brutalement, un axe de propagation parallèle à cet axe de propagation initial formant un angle net de 90° (voir Figure 115-b).



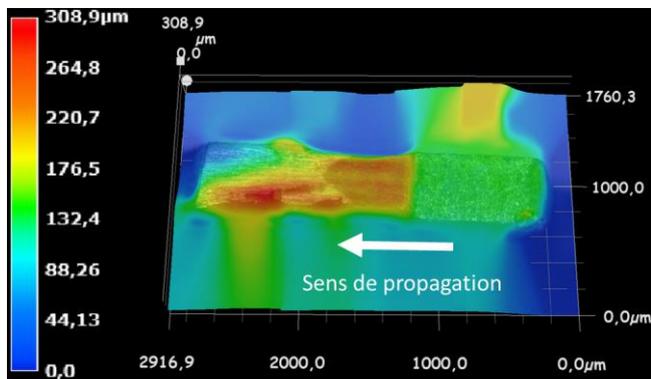
**Figure 115** (a) Reconstitution 3D par microscopie optique du faciès de rupture de l'autre moitié de l'éprouvette mPRNB T67-M2-6 observée au MEB (b) Bifurcation de la fissure observée par microscopie optique en paroi externe de l'éprouvette mPRNB T67-M2-6

Quant au faciès de rupture de l'éprouvette mPRNB en acier ODS 14%Cr testée à 650 °C (T73-7), sa surface de fissuration présente un endommagement ductile avec un faciès de rupture à cupules (voir Figure 116). Ce type d'endommagement a déjà été observé par Salmon-Legagneur [9] sur les faciès de rupture d'éprouvettes C(T) prélevées dans le sens RA d'une barre filée en acier ODS 14%Cr et testées à 650 °C. La zone de rupture fragile à -196°C présente un faciès de rupture fragile par clivage.

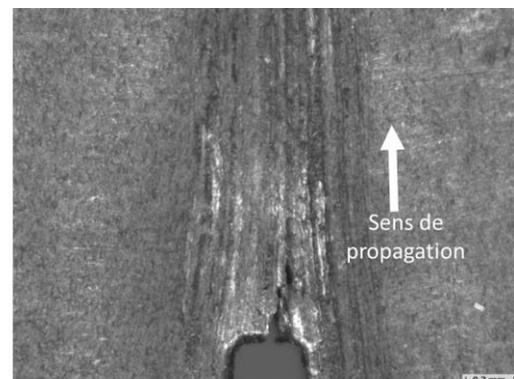
Un front de fissure en chevrons est aussi observé sur les éprouvettes mPRNB en T73 testées à 650 °C. Il est normal d'avoir des avancées de fissures en chevrons sur toutes les éprouvettes quel que soit le matériau et quelle que soit la température car cette forme de fissure est liée à la faible épaisseur des éprouvettes. Ni *Tunneling* ni topographie particulière de la zone de fissuration ne sont observés sur ces éprouvettes (voir Figure 117-a). La fissure reste souvent sur le même plan. Aucune bifurcation n'est observée sur la majorité des éprouvettes en T73 testées à 650 °C mais des petits sauts de plans sont parfois observés pour certaines fissures propagées (voir Figure 117-b). Ces sauts de plans ont aussi été observés par H. Salmon-Legagneur sur ces éprouvettes en acier ODS 14%Cr prélevées dans le sens RA et testées à 650 °C. Dans son cas, c'est une avancée de fissure par paliers de propagation reliés par ces sauts de plans alors que dans le cas des gaines en T73 ces sauts ne sont pas systématiques, des fissures sans bifurcation ni saut de plan sont observées aussi. En revanche, ces sauts semblent aussi liés à la texture morphologique des grains qui sont allongés dans le sens de propagation de la fissure [9].



**Figure 116** Fractographies MEB en électrons secondaires sur la moitié de l'éprouvette mPRNB T73-7 testée à 650 °C



(a)



(b)

**Figure 117** (a) Reconstitution 3D par microscopie optique du faciès de rupture de l'autre moitié de l'éprouvette mPRNB T73-7 observée au MEB (b) Bifurcation de la fissure observée par microscopie optique en paroi externe de l'éprouvette mPRNB T73-7

### VI.3. Vers un modèle d'endommagement de Rice et Tracey

Cette section, est une première pierre à l'édifice pour proposer un modèle d'endommagement permettant de prédire le comportement à la rupture de l'aciers ODS 9%Cr testé durant cette thèse à température ambiante dans un premier temps. Le modèle relativement simple et non-couplé de Rice et Tracey [109] est alors proposé pour modéliser l'endommagement de ce matériau. Ce modèle décrit la croissance d'une cavité sphérique dans une

matrice infinie, rigide et parfaitement plastique (au sens de von Mises). Le taux de croissance d'une cavité de rayon  $R$  est alors donné comme suit :

$$\frac{dR}{R} = \alpha e^{\left(\beta \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right)} d\varepsilon_p \quad (49)$$

Où  $\alpha$  et  $\beta$  sont des paramètres généralement égaux 0,283 et 1,5 respectivement,  $\sigma_m = 1/3 \text{Tr}(\sigma)$  la contrainte moyenne,  $\sigma_{eq}$  la contrainte équivalente de von Mises et  $d\varepsilon_p$  l'incrément de déformation plastique équivalente. Le rapport  $\sigma_m/\sigma_{eq}$  représente le taux de triaxialité des contraintes  $\tau$  ou ce qui est appelé dans cette thèse la triaxialité.

Un critère de rupture peut alors être défini en intégrant l'équation (49) sur le chemin de chargement comme suit :

$$\ln\left(\frac{R}{R_0}\right) = \int_{\varepsilon_p^c}^{\varepsilon_p} \alpha e^{(\beta \tau)} d\varepsilon_p \quad (50)$$

Où  $R_0$  et  $R$  sont respectivement le rayon de cavité initial et courant,  $\varepsilon_p^c$  et  $\varepsilon_p$  sont respectivement la déformation plastique équivalente critique à laquelle débute la croissance et courante. Un critère d'amorçage défini par un taux de croissance de cavité critique «  $(R/R_0)_c$  » peut alors être déterminé [110].

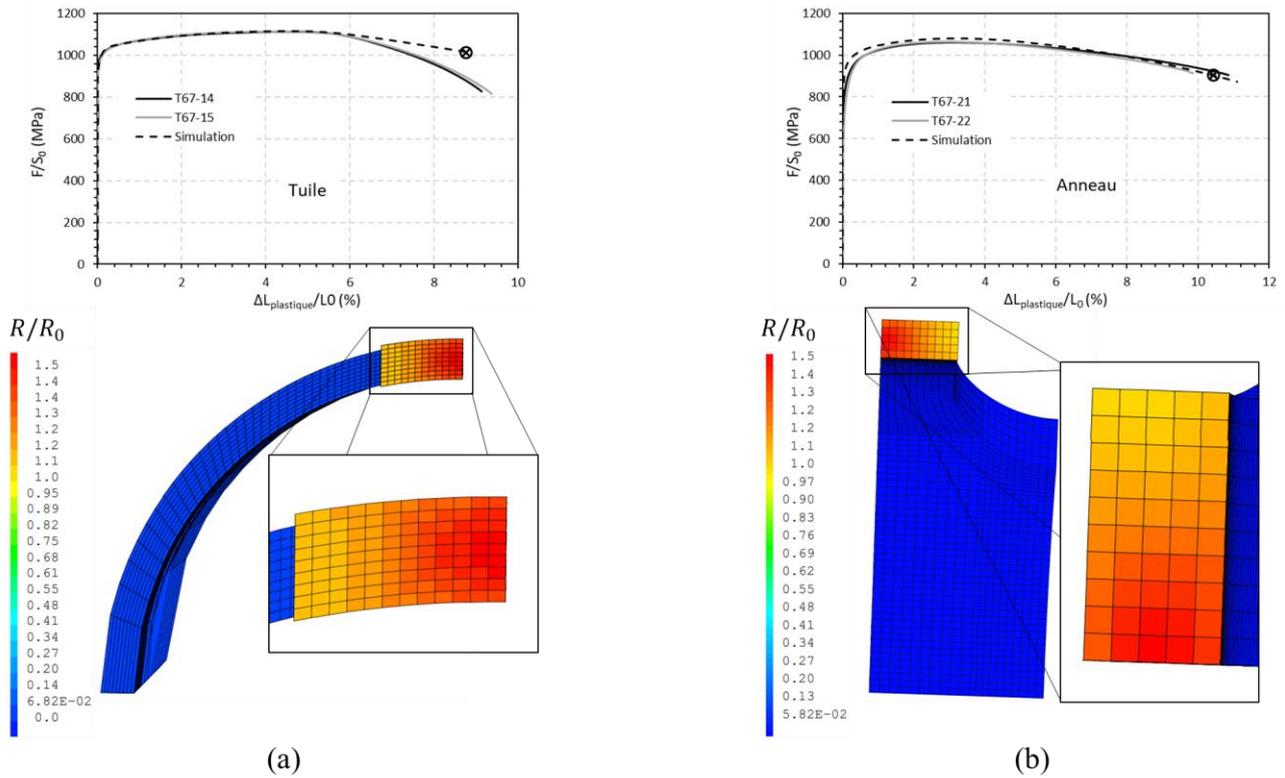
Ce modèle ne prend en compte que la croissance des cavités, qui dépend non-linéairement de la triaxialité des contraintes, ne considère pas l'interaction entre les cavités mais intègre tout de même les ingrédients nécessaires à la description de la rupture ductile. La germination est représentée par  $\varepsilon_p^c$  et la coalescence et rupture par  $(R/R_0)_c$  [111]. Marini *et al.* [110] proposent, par exemple, une méthode expérimentale pour la détermination de  $(R/R_0)_c$  sur un acier A508 utilisé pour la fabrication de réacteurs nucléaires à eau sous pression. Celle-ci consiste à mesurer  $R_0$ , le rayon moyen de précipités responsables de la rupture du matériau, sur des micrographies et  $R$ , le rayon moyen de cavités, sur les facies de ruptures d'éprouvettes de traction. Quant à  $\varepsilon_p^c$ , celui-ci est considéré égal à 0. Ils démontrent que cette dernière simplification de  $\varepsilon_p^c$  ne modifie pas drastiquement les résultats sur ce matériau.

Ici, une méthode plus simpliste est proposée. Celle-ci consiste à :

- 1- Confronter les simulations par éléments finis élasto-plastiques aux résultats expérimentaux de traction sur tuile et sur anneau pour identifier le point correspondant à la rupture totale des éprouvettes de traction.
- 2- Déterminer un  $(R/R_0)_c$  à partir de ces simulations par éléments finis des essais de traction sur tuile et anneau.
- 3- Estimer une avancée de fissure  $\Delta a$  sur les simulations par éléments finis de l'essai de ténacité mPRNB à partir de ce  $(R/R_0)_c$  pour une intégrale  $J$ , déterminée par la méthode  $G_\theta$ , correspondante à la valeur de  $J_{0,2}$  déterminée expérimentalement.

Si le  $\Delta a$  déterminé numériquement correspond bien à une avancée de fissure d'environ 0,2 mm, nous pouvons considérer que le modèle décrit relativement bien l'endommagement de la gaine en acier ODS 9% Cr à température ambiante et que les paramètres déterminés par cette méthode ( $\varepsilon_p^c$  et  $(R/R_0)_c$ ) sont bons. C'est l'application de cette méthode qui est présentée plus bas.

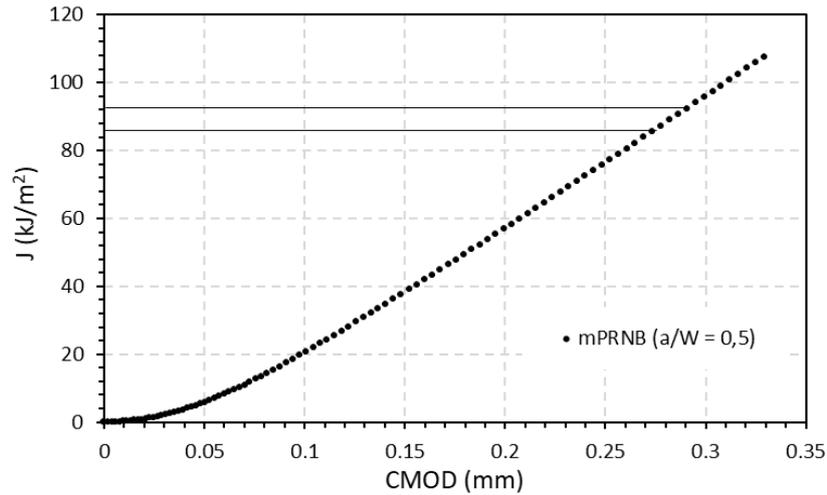
Une autre manière de faire aurait été d'inverser le sens de vérification dans la troisième étape de cette méthode. C'est-à-dire estimer par *FEA*, via la méthode  $G_\theta$ , la valeur d'intégrale  $J$  correspondante à un  $\Delta a$  numérique de 0,2 mm en utilisant les paramètres ( $\varepsilon_p^c$  et  $(R/R_0)_c$ ) déterminés aux étapes 1 et 2. Cette valeur d'intégrale  $J$  déterminée par *FEA* peut ensuite être comparée au  $J_{0,2}$  déterminé expérimentalement pour valider le modèle.



**Figure 118** (a) Champ  $R/R_0$  moyen par élément à la rupture, pour  $\varepsilon_p^c = 0$ , sur la section utile de l'éprouvette de traction (a) tuile et (b) anneau

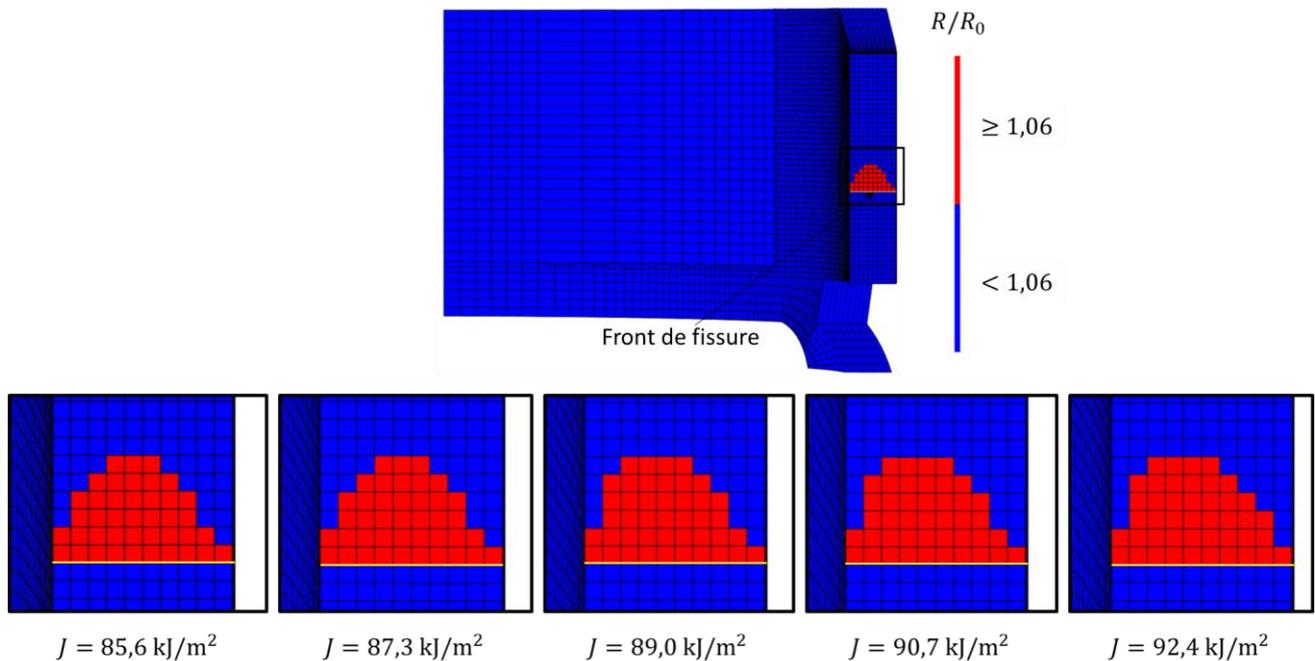
Le modèle de Rice et Tracey [109] est simple à appliquer car celui-ci est un modèle découplé intervenant en post-traitement d'un calcul élastoplastique. Celui-ci est alors appliqué à la couche d'éléments en contact avec le plan de symétrie et qui correspond à la section utile ( $S_0$ ) des éprouvettes de traction. Le taux de croissance de cavités  $R/R_0$  moyen est alors calculé pour chaque élément. Les champs de taux de croissance de cavités à la rupture obtenus sont présentés sur la figure 118-a pour l'éprouvette tuile et la figure 118-b pour l'éprouvette anneau. On peut d'ores et déjà constater qu'un champ  $R/R_0$  à la rupture quasi-identique est identifié dans les deux sens de sollicitation. Ceci va dans le sens de la microstructure quasi-isotrope du T67-M2 en terme de morphologie et de texture et des résultats obtenus en traction avec des allongements à ruptures équivalents dans les deux sens pour ce matériau.  $\varepsilon_p^c$  est d'abord choisi égal à 0 en se basant sur les travaux de Marini *et al.* [110]. Un taux de croissance de cavités critique  $(R/R_0)_c = 1,06$  est identifié. C'est le  $(R/R_0)_{min}$  obtenu sur les éléments du bord extérieur de la section de l'éprouvette anneau (voir Figure 118-b) qui est choisi comme taux de croissance de cavités critique. Ce choix,  $(R/R_0)_c = (R/R_0)_{min}$ , est fait car on suppose que l'éprouvette est totalement rompue à cet instant et donc que la coalescence et la rupture interviennent à ce taux de croissance aux bords. Au centre de la section de l'éprouvette, là où les éléments présentent un taux de croissance moyen plus élevé sur la figure 118-b, on considère que la coalescence et la rupture ont déjà eu lieu avant cet instant.

Sur les essais mPRNB à température ambiante sur le T67-M2, un  $J_{0,2}$  de  $88,1 \pm 4,8 \text{ kJ/m}^2$  a été obtenu. Sur un calcul par éléments finis de l'essai de ténacité mPRNB avec le modèle de comportement élastoplastique du T67-M2, l'intégrale  $J$  d'un contour, choisi tel qu'expliqué dans la section V.3.3 (voir Figure 81-a), est calculée grâce à la procédure  $G_\theta$  implémentée dans Cast3M 21 [79] pour différents niveaux de chargement. Comme pour les calculs éléments finis précédents de l'essai mPRNB, un quart de l'assemblage est modélisé à l'aide d'éléments hexaédriques linéaires quasi-incompressibles (ICC8). Le long du ligament et dans toute la zone autour du front de fissure, le maillage est constitué d'éléments cubiques de  $50 \mu\text{m}$  de longueur d'arrête. Les valeurs d'intégrale  $J$  obtenues sont tracées en fonction du CMOD sur la figure 119.



**Figure 119** Courbe intégrale  $J$  en fonction de CMOD du calcul par éléments finis de l'essai mPRNB avec le modèle élastoplastique du T67-M2 pour un  $a/W = 0,5$

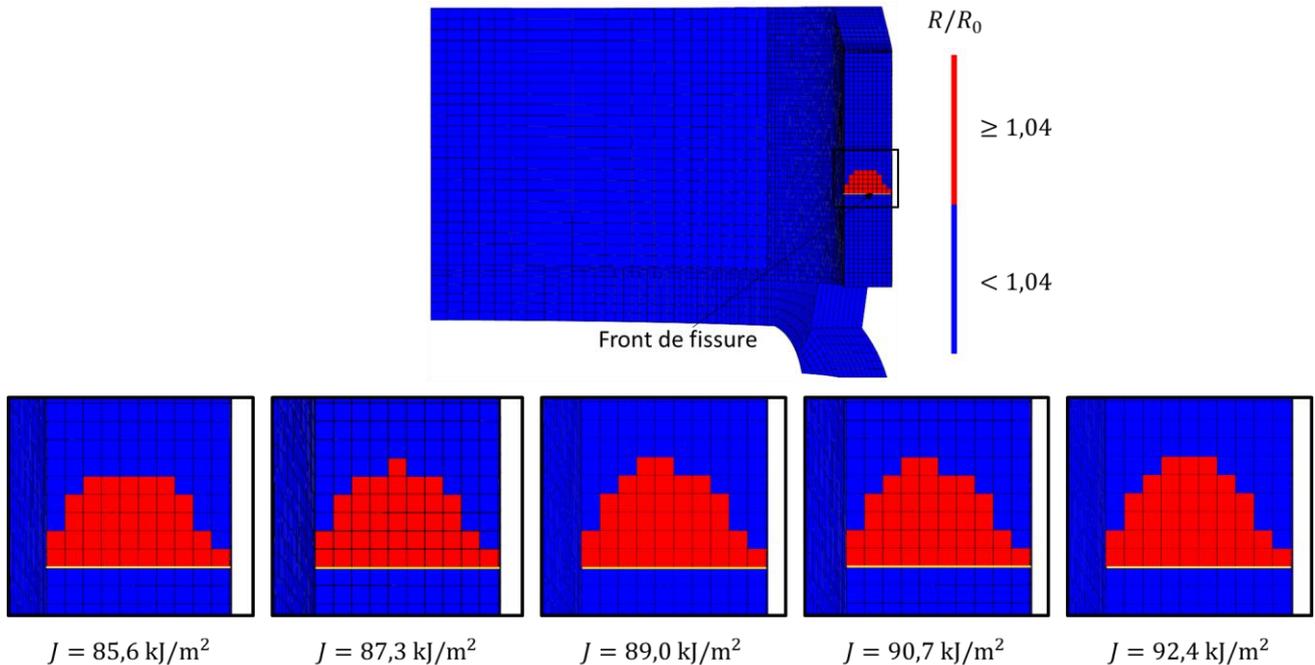
Pour les points dont la valeur de  $J$  correspond à la plage de  $J_{0,2}$  obtenues expérimentalement, les champs de taux de croissance de cavités  $R/R_0$  moyens sur chaque élément du ligament non rompu sont déterminés pour  $\varepsilon_p^c = 0$  et  $(R/R_0)_c = 1,06$ . Ces champs sont obtenus via la procédure « Critloc », implémentée dans Cast3M, qui utilise le modèle de Rice et Tracey [109] pour calculer le taux de croissance  $R/R_0$  moyen sur chaque élément en introduisant comme données d'entrées les valeurs de  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\varepsilon_p^c$ .  $R/R_0$  est alors calculé, pour chaque élément, en fonction du taux de triaxialité des contraintes selon l'équation (50). Les champs  $R/R_0$  alors obtenus sur 5 points du calculs dont la valeur de l'intégrale  $J$  est comprise dans la plage de  $J_{0,2}$  obtenues expérimentalement sont présentés sur la figure 120.



**Figure 120** Champs du taux de croissance de cavités  $R/R_0$  obtenus pour  $\alpha = 0,286$ ,  $\beta = 1,5$  et  $\varepsilon_p^c = 0$  pour une éprouvette mPRNB de  $a/W = 0,5$  et le modèle de comportement élastoplastique du T67-M2 (en rouge les éléments dont le  $R/R_0 \geq 1,06$  et en bleu les éléments dont le  $R/R_0 < 1,06$ )

Sur cette figure, les éléments dont le  $R/R_0$  moyen est supérieur ou égal à  $(R/R_0)_c$  sont considérés comme rompus et sont en rouge (voir figure 120). Les éléments dont le  $R/R_0$  moyen y est inférieur sont quant à eux en bleu. Avec une taille d'élément de  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ , la surface d'éléments rompus pour ces 5 points correspondent à une plage de propagation de fissure de  $0,205 \text{ mm} \leq \Delta a \leq 0,220 \text{ mm}$ .

Ceci correspond parfaitement à la longueur de fissure attendue pour une valeur d'intégrale  $J$  qui correspond à  $J_{0,2}$ . Ces résultats permettent donc de valider ces paramètres ( $\varepsilon_p^c$  et  $(R/R_0)_c$ ) et de considérer que le modèle de Rice et Tracey [109] décrit relativement bien l'endommagement de la gaine en acier ODS 9%Cr (T67-M2) à température ambiante. D'autant plus que le front de la zone rompue obtenue en appliquant le modèle est en forme de chevron.



**Figure 121** Champs du taux de croissance de cavités  $R/R_0$  obtenus pour  $\alpha = 0,286$ ,  $\beta = 1,5$  et  $\varepsilon_p^c = 0,035$  pour une éprouvette mPRNB de  $a/W = 0,5$  et le modèle de comportement élastoplastique du T67-M2 (en rouge les éléments dont le  $R/R_0 \geq 1,04$  et en bleu les éléments dont le  $R/R_0 < 1,04$ )

Afin de vérifier l'influence de  $\varepsilon_p^c$  sur le taux de croissance de cavités critique  $(R/R_0)_c$  et le  $\Delta a$  obtenus sur l'essai mPRNB, un second jeu de paramètres est testé.  $\varepsilon_p^c$  est supposé égal à l'allongement généralisé ( $A_g$ ) obtenu lors des essais expérimentaux de traction sur anneaux en T67-M2 à température ambiante ( $\varepsilon_p^c = 0,035$ ). Un  $(R/R_0)_c = 1,04$  est alors obtenu sur les calculs par éléments finis de l'essai de traction sur anneau pour  $\varepsilon_p^c = 0,035$  et les mêmes paramètres  $\alpha$  et  $\beta$ . Comme expliqué pour le jeu de paramètres précédent, cet  $\varepsilon_p^c$  est introduit dans le calcul par éléments finis de l'essai mPRNB pour le même modèle de comportement mécanique et le même  $a/W$ . Sur les champs  $R/R_0$  obtenus cette fois-ci (voir Figure 121), sont considérés comme rompus (en rouge sur la figure 121), les éléments dont le  $R/R_0 \geq 1,04$ . Sur les mêmes 5 points de calcul, et donc les mêmes valeurs d'intégrale  $J$  et de triaxialité, une plage d'avancée de fissures de  $0,190 \text{ mm} \leq \Delta a \leq 0,205 \text{ mm}$  est obtenue. Ce jeu de paramètre (un  $\varepsilon_p^c = 0,035$  et un  $(R/R_0)_c = 1,04$ ) donne aussi une bonne estimation de l'avancée de fissure et permettrait de modéliser l'endommagement de la gaine T67-M2 à température ambiante.

Effectivement, l'utilisation d'un  $\varepsilon_p^c$  nul au lieu d'un  $\varepsilon_p^c = 0,035$  ne modifie pas drastiquement les résultats obtenus que ce soit en terme de taux de croissance de cavités critique, qui ne varie que de 1,9%, ou en terme

d'avancée de fissure qui ne varie que de 0,015 mm entre les deux jeux de paramètres pour une même valeur de triaxialité et d'intégrale  $J$ .

La seconde étape serait de coupler ce modèle d'endommagement au modèle de comportement élastoplastique du matériau pour prédire son comportement jusqu'à la rupture à température ambiante. Une procédure basée sur le modèle de Rice et Tracey [109] basique et des jeux de paramètres tels que définis dans cette section permettrait de le faire. La procédure nommée « Perso1 » implémentée dans Cast3M permet, à chaque pas de calcul, de calculer le  $R/R_0$  des éléments du ligament non rompu. Ensuite, avant de passer au pas de calcul suivant, de relâcher le blocage mécanique (CL) imposé aux éléments dont le  $R/R_0 \geq (R/R_0)_c$  et propager une fissure lors de la simulation par éléments finis de l'essai de ténacité.

### **Résumé de la discussion des résultats de ténacité**

L'essai mPRNB apparaît comme l'essai le plus adapté pour réaliser l'étude de la résistance à la propagation de fissure des gaines de combustibles. C'est pourquoi il a été choisi pour la caractérisation de la ténacité des gaines en acier ODS 14%Cr ainsi que pour les essais en température (voir Chapitre 5).

Les raisons sont les suivantes :

- L'essai mPRNB présente une contrainte normale au plan de fissuration  $\sigma_{\theta\theta}$  plus homogène dans l'épaisseur et une triaxialité plus élevée en pointe de fissure.
- Il présente aussi une meilleure estimation de l'avancée de fissure par la méthode des complaisances aux décharges dès l'amorçage de la propagation de fissure.
- Il est applicable à 650 °C sans instrumentation en utilisant la méthode de normalisation pour déterminer l'avancée de fissure au cours du chargement à partir des courbes Force-LLD.

Les inconvénients principaux que présente l'essai mPRNB par rapport à l'essai PLT sont :

- Une amplitude de propagation maximale limitée pour l'éprouvette mPRNB ( $\Delta a_{max} = 0,375$  mm pour un  $a_0/W = 0,5$ ).
- Son application en cellule blindée pour tester des gaines irradiées reste à développer à cause de la miniaturisation de l'ensemble éprouvette + amarrages qui doit être manipulé par des bras robotisés et non par les mains de l'opérateur pour réaliser les essais.

En ce qui concerne la comparaison des propriétés macroscopiques des deux aciers ODS 9%Cr et 14%Cr dont la ténacité a été caractérisée à température ambiante et à 650° C sur éprouvettes mPRNB durant cette thèse, les résultats suivant ont été obtenus :

- L'acier ODS 9%Cr présente une ténacité  $K_{J_{0,2}}(t = 0,5 \text{ mm})$  11% plus importante que celle de acier ODS 14%Cr en moyenne à température ambiante.
- A 650 °C, les deux matériaux présentent des ténacités  $K_{J_{0,2}}(t = 0,5 \text{ mm})$  équivalentes. Il est à noter que les essais mPRNB à haute température ont été réalisés sur des éprouvettes entaillées seulement. Les ténacités obtenues sont peut-être surestimées. Des essais sur éprouvettes préfissurées devraient être réalisés pour le confirmer.
- L'acier ODS 9%Cr présente une propagation plus stable de la fissure à température ambiante avec un *Tearing Modulus* ( $T$ ) deux fois plus important que l'acier ODS 14%Cr. Cette tendance s'inverse à 650 °C avec, cette fois-ci, l'ODS 14%Cr qui présente un  $T$  deux fois plus élevé que l'ODS 9%Cr.
- Quel que soit le matériau ou la température d'essai, l'épaisseur des gaines ne permet pas l'obtention d'une ténacité indépendante de l'épaisseur d'éprouvette. Les ténacités alors obtenues sont systématiquement supérieures à celles obtenues sur des éprouvettes DC(T) normalisées 10 fois plus épaisses extraites de barres de la même nuance.

Pour la comparaison des propriétés de fissuration des deux matériaux à l'échelle microscopique à travers l'analyse fractographique au MEB des facies de ruptures, on conclut que :

- A température ambiante, les deux matériaux présentent des facies de ruptures identiques avec la présence d'une zone d'amorçage avec un *Tunneling* caractérisé par un endommagement principalement ductile à cupules, d'une zone de rupture moins ductile aux bords et d'une topographie en vallée de la surface de fissuration avec un front de fissure en chevrons. Seule différence entre les deux matériaux et la microstructure fibreuse de l'acier ODS 14%Cr réduisant sa résistance à l'amorçage et à la propagation de fissures.
- En plus des précipités submicroniques  $Y_2Ti_2O_3$  observés dans les deux matériaux, des précipités d'alumine de taille micrométrique ont été observés en fond de cupules sur la zone d'amorçage des éprouvettes en acier ODS 14%Cr testées à température ambiante. Ces précipités sont néfastes pour

la ténacité des aciers ODS et justifient aussi la plus faible résistance à l'amorçage du T73 mesurée à température ambiante.

- A 650 °C, les deux matériaux présentent aussi une avancée de fissure en chevrons. Cependant, l'acier ODS 9%Cr présente une surface de fissure très oxydée avec un endommagement par décohésion intergranulaire alors que l'acier ODS 14%Cr présente une surface de fissuration moins oxydée et une rupture mixte avec la présence de cupules ductiles sur un endommagement intergranulaire.

Une application relativement simple du modèle d'endommagement de Rice et Tracey est aussi proposée dans ce chapitre. Cette méthode, principalement basée sur les calculs par éléments finis des essais de traction sur tuile et anneau, a permis de déterminer un jeu de paramètres pour la prédiction de la rupture du T67-M2 à température ambiante. Ce jeu de paramètres a permis une très bonne prédiction de l'avancée de fissure sur éprouvette mPRNB pour une valeur d'intégrale  $J$  correspondante à  $J_{0,2}$ .

### **Summary of the Fracture Toughness Results Discussion:**

The mPRNB test has emerged as the most suitable method for studying crack propagation resistance in fuel cladding. It was chosen for characterizing the toughness of 14%Cr steel cladding and for tests at different temperatures (as discussed in Chapter 5). The selection of mPRNB was based on the following reasons:

- The mPRNB test provides a more uniform normal stress ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) at the crack plane and better plastic confinement.
- It offers a more accurate estimation of crack growth using the compliances method right from the initiation of crack propagation.
- It can be applied at 650 °C without additional instrumentation, by utilizing the normalization method to determine crack growth during loading through Force-*LLD* curves.

However, mPRNB also comes with certain disadvantages compared to the PLT test, including:

- A limited maximum crack growth amplitude for mPRNB specimens ( $\Delta a_{max} = 0.375$  mm for  $a_0/W = 0.5$ ).
- Its application in shielded cells for testing irradiated cladding still needs development due to the miniaturization of the test specimen + fixtures. This necessitates handling by robotic arms rather than manual operation.

Regarding the comparison of macroscopic properties between the two ODS steels, 9%Cr and 14%Cr, with toughness characterized at room temperature and 650 °C using mPRNB specimens, the following results were obtained:

- At room temperature, the 9%Cr ODS steel exhibited, on average, 11% higher toughness ( $K_{J_{0.2}}$  at  $t = 0.5$  mm) compared to the 14%Cr ODS steel.
- At 650 °C, both materials showed equivalent toughness ( $K_{J_{0.2}}$  at  $t = 0.5$  mm). It is worth noting that high-temperature mPRNB tests were performed on notched specimens only, which might lead to an overestimation of the fracture toughness. Tests on pre-cracked specimens should be conducted to confirm this.

Additionally, the 9%Cr ODS steel showed more stable crack propagation at room temperature with a Tearing Modulus ( $T$ ) that was twice higher than that of the 14%Cr ODS steel. This trend reversed at 650 °C, with the 14%Cr ODS steel exhibiting a Tearing Modulus twice higher than the 9%Cr ODS steel, indicating improved crack stability.

Regardless of the material or test temperature, the cladding thickness does not allow the attainment of thickness-independent toughness. The obtained toughness values are consistently higher than those obtained from standardized  $DC(T)$  specimens, which are ten times thicker and extracted from bars of the same grade. In the microscopic analysis of fracture properties through fractographic examination using scanning electron microscopy (SEM), the following conclusions were made:

- At room temperature, both materials exhibited identical fracture features, including an initiation zone characterized by ductile cup-and-cone damage, a less ductile rupture zone at the edges, and chevron-like fracture surfaces. The only difference observed was the fibrous microstructure in the 14%Cr ODS steel, reducing its resistance to crack initiation and propagation.
- In addition to submicron  $Y_2Ti_2O_3$  precipitates observed in both materials, micrometric-sized alumina precipitates were found at the bottom of cup-and-cone regions in the initiation zone of the 14%Cr ODS steel tested at room temperature. These precipitates have an adverse effect on the toughness of ODS steels and may explain the lower crack initiation resistance in T73 at room temperature.
- At 650 °C, both materials displayed chevron-shape crack propagation features. However, the 9%Cr ODS steel exhibited heavily oxidized fracture surfaces with intergranular decohesion, while the 14%Cr ODS steel showed less oxidized fracture surfaces and a mixed-mode fracture with ductile cup-and-cone features on an intergranular damage background.

Furthermore, a relatively straightforward application of the Rice and Tracey damage model is proposed in this chapter. This method is primarily based on finite element analysis of tile and ring tensile tests and has enabled the determination of a set of parameters for predicting the fracture of T67-M2 at room temperature. This parameter set provided excellent predictions of crack growth in mPRNB specimens for a corresponding  $J_{0.2}$  integral value.



# CONCLUSIONS

---

Des travaux de développement des aciers ODS comme matériau de gainages combustibles des réacteurs de génération IV (RnR-Na) sont menés depuis plusieurs années au CEA. Cette étude s'inscrit dans la continuité de ces travaux. Son objectif principal est de développer un essai de ténacité sur tubes minces et une méthodologie de dépouillement permettant de caractériser la résistance de tubes minces à la fissuration axiale sous une sollicitation circonférentielle. Elle est ensuite appliquée pour la caractérisation de gaines de combustible en aciers ODS présentant des microstructures différentes afin d'identifier les mécanismes d'endommagement et d'en optimiser les performances. Pour atteindre ces objectifs, un dialogue simulation par éléments finis-expérience est utilisé. Des essais de traction sur tuiles et anneaux ont permis de déterminer la loi de comportement élastoplastique des aciers ODS étudiés. Ces lois de comportement mécanique sont utilisées comme données d'entrée pour la simulation par éléments finis des essais de ténacité sur tubes étudiés. La simulation par éléments finis (FEA) de ces derniers a permis de déterminer les fonctions géométriques nécessaires pour calculer analytiquement l'intégrale  $J$  et estimer l'avancée de la fissure au cours de l'essai. L'essai de ténacité alors développé est utilisé pour caractériser deux gaines de combustible en aciers ODS 9%Cr et 14%Cr (T67-M2 et T73) à température ambiante et à 650 °C. Les ténacités et les mécanismes d'endommagement de ces gaines sont enfin identifiés et comparés. La méthodologie, ainsi développée, a un caractère générique et pourra s'appliquer à d'autres matériaux ductiles et les résultats obtenus pourront ainsi servir de référence pour les travaux futurs sur la résistance à la propagation de fissures des gaines de combustible en aciers ODS ou tout autre matériau ductile.

## *Propriétés microstructurales et mécaniques des aciers ODS étudiés*

En ce qui concerne les propriétés microstructurales des deux gaines en aciers ODS étudiées, le tube en acier ODS 14%Cr (T73) présente une anisotropie morphologique et de texture avec des grains allongés dans la direction de laminage contrairement au tube en acier ODS 9%Cr (T67-M2) qui présente une microstructure à grains equiaxes et une texture cristallographique quasi-isotrope.

Quant aux propriétés en traction, les deux tubes en aciers ODS présentent des résistances mécaniques équivalentes quelle que soit la température et le sens de sollicitation. En terme de ductilité, les deux matériaux présentent des propriétés équivalentes dans le sens longitudinal alors que dans le sens circonférentiel le T67-M2 présente un allongement à la rupture supérieur à celui du T73 à température ambiante et jusqu'à 550°C. Au-delà la tendance s'inverse et le T73 est plus ductile.

Les matériaux de l'étude présentent un comportement élastoplastique isotrope d'après les lois de comportement élastoplastique déterminées à partir des essais de traction sur tuiles et validées par la FEA des essais de traction sur tuile et anneau. La comparaison des résultats de FEA aux résultats expérimentaux d'essai de traction sur anneau valide alors l'utilisation d'un critère de Von Mises pour la modélisation de l'écoulement plastique des deux aciers ODS.

## *Essais de ténacité sur tubes*

Deux essais de ténacité ont été étudiés en détails, expérimentalement et numériquement, durant cette thèse. Le premier, l'essai PLT, est un essai déjà utilisé dans la communauté scientifique pour mesurer la ténacité de gaines de combustible en Zicaloy et plus récemment sur des gaines en aciers ODS. Un chargement monotone est utilisé et seule la part élastique de l'énergie de fissuration de ces gaines ODS est déterminée or les gaines de combustible en aciers ODS présentent une propagation de fissure stable avec un travail plastique nécessaire pour propager une fissure équivalent au travail élastique pour une énergie totale de fissuration  $J$ . Une

méthodologie mono-éprouvette de dépouillement de l'essai PLT a alors été développée. Cette méthodologie permet de mesurer la ténacité de tubes minces en matériaux ductiles. Le dépouillement de cet essai présente tout de même des limitations. Ces limitations se traduisent par des problèmes de linéarité de la courbe Force-CMOD à des niveaux de chargement bas (régime macroscopique élastique). Ces problèmes de linéarité sont dus à une flexion dans l'épaisseur du ligament en amont du front de fissure causée par le dépliement du tube et la mise en contact progressive de sa paroi interne avec les mandrins d'amarrage. Ceci mène, dans le cas d'une fissure statique, à une diminution de la complaisance aux décharges de l'éprouvette au cours du chargement avant de converger vers une complaisance minimale à des niveaux de chargement élevés. Cette flexion dans l'épaisseur disparaît à des niveaux de chargement élevés or les éprouvettes PLT pré-fissurées en aciers ODS présentent un amorçage précoce de la propagation de fissure. Avec un amorçage de la fissure dans le régime de mise en contact progressive, la méthode des complaisances aux décharges est impossible à appliquer à l'essai PLT dès l'amorçage. Une méthode de suivi optique, avec une caméra, de l'avancée de fissure est nécessaire pour la détermination de  $\Delta a$  pour les premiers pas de propagation de la fissure au cours de l'essai, de l'amorçage jusqu'à 400  $\mu\text{m}$  de propagation, en moyenne, avant que la méthode des complaisances aux décharges prenne le relais. Les fonctions géométriques  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  ainsi que la fonction  $a/W(u)$  ont été déterminées par FEA. Ces fonctions ont permis de déduire  $J_{el}$ ,  $J_{pl}$  et  $\Delta a$  respectivement de la courbe Force-CMOD. A cause de l'état de contrainte particulier de l'éprouvette PLT à des niveaux de chargements bas et la faible résistance à l'amorçage de fissures des aciers ODS, l'essai PLT sous-estime la résistance à la propagation de fissure axiale de ces matériaux dans des tubes minces sous une sollicitation  $\sigma_{\theta\theta}$  (en mode I).

A cause de toutes ces limitations inhérentes à la géométrie de l'essai PLT, un second essai de ténacité sur tubes minces, nommé mPRNB, est développé durant cette thèse.

L'essai mPRNB (pour *miniaturized Pipe Ring Notched Bending*) est inspiré d'un essai de flexion 3 points sur anneau nommé PRNB (*Pipe Ring Notched Bending*) développé en 2014 pour caractériser la ténacité de pipeline de transport d'hydrocarbures. Cet essai a été adapté aux géométries de tubes 10 fois plus petits en terme de diamètre et d'épaisseur de paroi (les gaines de combustible en acier ODS fabriqués au CEA). A cause des petites dimensions des éprouvettes mPRNB, celles-ci ont une géométrie particulière avec l'ajout de deux rainures symétriques et diamétralement opposées sur la partie supérieure des éprouvettes. Ces rainures permettent d'améliorer le centrage de l'éprouvette par rapport aux trois appuis. Aussi, les encoches d'insertion d'un extensomètre sont décalées par rapport au plan de contact entre la partie inférieure de l'éprouvette mPRNB et les rouleaux d'appuis inférieurs. La norme ASTM E1820-22e1 donne des limitations géométriques pour les éprouvettes  $SE(B)$ , l'essai standard auquel l'essai mPRNB et sa méthodologie de dépouillement sont développés par analogie, sous forme de plage de rapports  $W/B$  et  $W/S$ . Ces limitations ne peuvent être respectées pour l'éprouvette mPRNB car l'épaisseur et le diamètre de l'éprouvette étant imposés, la longueur de ligament non-rompu ne permettrait pas de propager une fissure assez longue pour déterminer un  $J_{0,2}$ . Un rapport  $W/S = 0,375$  pour un entraxe  $S$  correspondant à 80% du diamètre externe de l'éprouvette ( $D$ ) sont alors utilisés. Ce rapport  $W/S$  permet d'avoir un  $\Delta a_{max} = 0,375$  mm pour un  $a_0/W = 0,5$  et permet de déterminer  $J_{0,2}$  à température ambiante et à 650 °C sans extrapolation. Malgré cette amplitude de propagation de fissure limitée amenant à l'utilisation d'un rapport  $W/S$  supérieur aux limitations des normes de la mécanique de la rupture, l'essai mPRNB présente, contrairement à l'essai PLT, un champ de contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  relativement homogène dans l'épaisseur du ligament et un champ de contrainte équivalente et de déformation plastique équivalente plus proches de ceux observés sur l'essai standard dont il est l'analogie. Ceci permet de déterminer une ténacité à l'amorçage  $J_{0,2}$  plus fiable. De plus, la méthode des complaisances aux décharges, lorsqu'elle est appliquée à l'essai mPRNB, permet d'estimer l'avancée de fissure au cours de l'essai dès l'amorçage de la propagation de fissure et jusqu'à la fin de l'essai. Pour tous ses avantages, comparé à l'essai PLT, c'est l'essai mPRNB qui est choisi pour caractériser la ténacité, à température ambiante et à 650 °C, des deux gaines de combustible en aciers ODS étudiées durant cette thèse.

### *Méthodologie de dépouillement des essais de ténacité sur tubes minces*

La principale méthode mono-éprouvette de dépouillement des essais de ténacité recommandée par les normes est la méthode des complaisances aux décharges. Cette méthode consiste à effectuer des cycles de déchargement élastique pendant l'essai et à évaluer la complaisance instantanée  $C_i$ . Cette complaisance permet d'estimer la longueur instantanée de la fissure  $a_i$  et de construire la courbe  $J - \Delta a$  à partir d'une seule éprouvette s'ou l'appellation mono-specimen ou mono-éprouvette. Pour pouvoir appliquer cette méthode, les fonctions géométriques  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  doivent être déterminés pour l'éprouvette testée (mPRNB ou PLT) lorsque celle-ci diffère géométriquement des éprouvettes standards ou des éprouvettes extraites de tubes minces proposées dans la littérature pour lesquelles ces fonctions sont déjà identifiées.  $a/W(u)$  permet d'estimer l'avancée de fissure à partir de la complaisance à la décharge,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  sont des facteurs de proportionnalité permettant de déterminer  $J_{el}$  et  $J_{pl}$  à partir de la force appliquée et de l'aire plastique sous la courbe de chargement respectivement. La simulation par éléments finis (FEA) de l'essai de ténacité étudié est utilisée pour déterminer ces fonctions géométriques. Pour cela, seul le comportement élastoplastique du matériau étudié est nécessaire. Ces fonctions dépendent de la géométrie de l'éprouvette seulement et non de l'écoulement plastique du matériau, il n'est donc pas primordial de déterminer la loi de comportement élastoplastique de chaque matériau étudié. Pour les essais étudiés dans cette thèse, les fonctions  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  sont alors déterminées par FEA en utilisant la loi de comportement élastoplastique de l'acier ODS 9%Cr (T67-M2).

Pour déterminer les fonctions  $a/W(u)$  et  $f(a/W)$ , des simulation par éléments finis élastiques sont effectués pour différentes longueurs de fissure ( $0,47 \leq a/W \leq 0,8$ ). Pour déterminer  $\eta_{pl}$ , c'est le comportement élastoplastique du matériau qui est modélisé. La courbe force-CMOD numérique est alors exploitée pour les déterminer ces fonctions. Deux méthodes, dites méthode de complaisance et méthode  $G_\theta$ , sont proposées pour déterminer  $f(a/W)$  analytiquement ou via le calcul de l'intégrale d'un contour respectivement. Pour le facteur  $\eta_{pl}$ , ce sont trois méthodes qui sont proposées, deux analytiques,  $S_{ij}$  et  $F_L$ , et une basée sur le calcul de l'intégrale d'un contour  $G_\theta$ . Celles-ci sont applicables sous certaines conditions. La déformation plastique doit être confinée dans le ligament pour que la théorie de séparabilité de la charge soit valide. Pour la méthode  $S_{ij}$  seulement,  $\eta_{pl}$  relatif à l'éprouvette étudiée doit être constant ou peu dépendant de la longueur de fissure pour que l'application de celle-ci soit possible car cette méthode donne un facteur plastique  $\eta_{pl}$  constant. Les deux autres méthodes donnent des facteurs  $\eta_{pl}$  dépendants de la longueur de fissure avec un avantage supplémentaire pour la méthode  $G_\theta$  qui ne nécessite pas de dérivation en plus de l'ajustement de fonction polynomiale. Il est à noter que la méthode  $F_L$  n'est valable que si c'est le déplacement du ou des points d'application de la force qui est considéré dans le dépouillement. Elle n'est pas valable pour déterminer le  $\eta_{pl}$  utilisé pour calculer  $J_{pl}$  à partir de la courbe force-CMOD dans le cas d'un essai de ténacité en flexion trois ou quatre points par exemple. Toutes ces fonctions sont déterminées en analogie à celle proposées dans la norme ASTM E1820-22e1. Les courbes force-CMOD avec décharges partielles des essais de ténacités réalisés sur les matériaux étudiés durant cette thèse à température ambiante sont alors exploitées pour définir leurs courbes de résistance  $J - \Delta a$ .

Pour les essais de ténacité mPRNB réalisés à 650 °C, il n'est pas possible d'insérer un extensomètre pour mesurer le CMOD. Pour des raisons d'encombrement dues au four, la mesure de ce CMOD optiquement est compliqué aussi. Une méthode alternative est également proposée dans la norme ASTM E1820-e1 et est appelée "méthode de normalisation". Elle permet de construire la courbe de résistance d'un matériau à partir d'une seule éprouvette lorsque la mesure ou l'estimation de l'avancée de fissure instantanée au cours de l'essai n'est pas possible. Cette méthode permet, en exploitant la courbe force-LLD, de déterminer les longueurs de fissure intermédiaires, sans les mesurer, à partir de la charge normalisée  $P_N$ , de la longueur de fissure initiale  $a_0$ , de la longueur de fissure finale  $a_f$  et des propriétés mécaniques en traction du matériau ( $R_{p0,2}$  et  $R_m$ ). Pour pouvoir

appliquer cette méthode, les fonction  $C_{LLD}(a/W)$  et  $\eta_{pLLD}$  ont préalablement été déterminées à partir des *FEA* de l'essai mPRNB.

Les fonctions géométriques déterminées ne sont valables que pour des éprouvettes de géométrie similaire ou proches de celle étudiées durant cette thèse avec des rapports  $t/W$  et  $D/W$ , et  $S/W$  pour l'éprouvette mPRNB, similaires ou proches (homothétie).

#### *Résistance et comportement en fissuration des gaines de combustible en aciers ODS étudiées*

Deux gaines en aciers ODS 9%Cr (T67-M2) et 14%Cr (T73) sont alors testées à température ambiante et à 650 °C en utilisant l'essai mPRNB. Le T67-M2 présente une ténacité à l'amorçage de la fissure supérieure à celle du T73 à température ambiante. A 650 °C, les deux matériaux présentent une ténacité équivalente à l'amorçage sur des éprouvettes entaillées. Des essais sur éprouvettes préfissurées par fatigue doivent être réalisés pour confirmer cette dernière conclusion. En terme de stabilité de la propagation de la fissure, le T67-M2 présente un *Tearing Modulus* deux fois plus important que le T73 à température ambiante et vice versa à 650 °C. Les deux gaines présentent, grâce à leur faible épaisseur de paroi, des ténacités à l'amorçage supérieures à celles obtenues sur des éprouvettes  $C(T)$  de nuances similaires 5 à 10 fois plus épaisses extraites de barres filées à chaud.

Une étude fractographique au MEB des faciès de rupture des éprouvettes mPRNB des deux matériaux est réalisée. A température ambiante, les deux matériaux présentent des faciès de ruptures identiques avec la présence d'une zone d'amorçage à cœur avec un *Tunneling* caractérisé par un endommagement principalement ductile à cupule, d'une zone de rupture moins ductile aux bords et d'une topographie en vallée de la surface de fissuration avec un front de fissure en chevron. Seule différence entre les deux matériaux et la microstructure fibreuse de l'acier ODS 14%Cr réduisant sa résistance à l'amorçage et à la propagation de fissures. A 650 °C, les deux matériaux présentent une avancée de fissure en chevron aussi. Par contre, l'acier ODS 9%Cr présente une surface de fissuration très oxydée avec un endommagement intergranulaire alors que l'acier ODS 14%Cr présente une surface de fissuration moins oxydée et un endommagement ductile à cupules.

A l'issue de l'analyse EDX des particules en fonds de cupules des éprouvettes testées à température ambiante, en plus des précipités submicroniques  $Y_2Ti_2O_3$  trouvés dans les deux matériaux, des précipités d'alumine de taille micrométrique ont été observés en fond de cupules dans la zone d'amorçage des éprouvettes en acier ODS 14%Cr. Ces précipités sont néfastes pour la ténacité des aciers ODS et leur observation sur les faciès de rupture du T73 seulement justifierait peut-être aussi sa plus faible résistance à l'amorçage par rapport au T67-M2 à température ambiante.

## PERSPECTIVES

---

Quelques perspectives sont proposées pour améliorer l'essai mPRNB et poursuivre l'étude de la résistance à la propagation de fissures des gaines de combustible en aciers ODS ou tout autre matériau à différentes températures et différents niveau d'irradiation ou différents vieillissement:

### *Perspectives Numériques*

Afin de généraliser les fonctions géométriques déterminés au cours de cette thèse, des *FEA* doivent être réalisés sur des éprouvettes mPRNB présentant différents rapports  $t/W$  et  $D/W$ , couvrants la plage d'épaisseur et de diamètre des différents concepts de gaines de combustible utilisées dans le monde. Ceci permettra soit la détermination de fonctions  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  uniques et généralisées à toute cette plage d'épaisseur et de diamètre ou l'établissement d'abaques pour le dépouillement des essais mPRNB en fonction de l'épaisseur et le diamètre de la gaine.

Pour déterminer la pente d'émoussement des éprouvettes mPRNB, le déplacement de la ligne de points correspondante au front de fissure doit être déterminé à partir des *FEA* sur les modèles élastoplastiques déterminés durant cette thèse et confronté à l'intégrale  $J$  calculée par la méthode  $G_\theta$ . Le facteur de proportionnalité reliant  $J$  à  $\sigma_y \Delta a$  pourra alors être déterminé pour l'éprouvette mPRNB, comparé à ceux donnés par les normes ASTM E1820 et ISO 12135 et discuté.

L'utilisation d'un critère local de Rice et Tracey est une méthode simple qui pourrait être utilisée pour simuler par éléments finis la propagation de la fissure en relâchant les éléments atteignant un taux de croissance de cavités critique  $(R/R_0)_c$  au court du chargement. Le  $(R/R_0)_c$  et la déformation plastique cumulée critique peuvent être déterminés tel que présenté dans la section VI.3 ou à partir des micrographies MEB des faciès de rupture des essais de traction sur anneaux pour plus de précision. Un couplage du modèle de Rice et Tracey au calcul élastoplastique de l'essai mPRNB avec les paramètres déterminés dans la section VI.3 sera un point de départ pour simuler la propagation de fissure dans la gaine de combustible de l'acier ODS 9%Cr étudié durant cette thèse.

Pour étudier l'effet de la dissymétrie des longueurs de fissures avant et arrière après préfissuration et le rattrapage de cette dissymétrie durant les essais de ténacité, des calculs EF avec et sans endommagement, sur demi-éprouvette cette fois-ci, et avec deux fissures dissymétriques, sont à prévoir.

Une perspective numérique à plus long terme serait d'étudier, grâce à des modèles de comportements mécaniques anisotropes, l'effet de l'anisotropie sur la détermination de l'intégrale  $J$  et de la courbe de résistance  $J - \Delta a$  des matériaux.

### *Perspectives expérimentales*

Des essais mPRNB à 650 °C doivent être réalisés sur des éprouvettes préfissurées pour avoir une valeur plus fiable de la ténacité des deux matériaux à l'amorçage à cette température.

Une étude fractographique au MEB plus approfondie doit être réalisée pour utiliser des critères d'endommagement adaptés aux comportement des différentes nuances aciers ODS étudiées aux différentes températures d'intérêt pour simuler le comportement de ces matériaux en introduisant l'endommagement dans les modèles de comportement mécanique.

Pour améliorer la mesure du CMOD sur l'éprouvette mPRNB, la conception de l'éprouvette mPRNB peut être améliorée en augmentant le décalage entre les points de mesure du CMOD et le plan de contact entre la partie

inférieure de l'éprouvette et le appuis inférieurs. Ceci permettra d'amplifier le CMOD pour que les valeurs d'ouvertures extensomètre soit de meilleure résolution et que les complaisances soient déterminées avec une meilleure précision sans avoir à augmenter les amplitudes de décharges élastique ni diminuer la vitesse de décharges. Ce concept d'éprouvette serait plus gourmand en matière que celui présenté dans cette étude car un tronçon de tube plus long doit être utilisé pour son usinage mais présenterait des résultats plus précis et moins dispersés.

La conception du montage de traction inversé peut aussi être modifiée ou améliorée pour permettre la réalisation de l'essai mPRNB en cellule blindée pour tester des gaines de combustible irradiées. La possibilité de mise en place robotisée de l'éprouvette et de l'extensomètre avant le chargement doit être au cœur de la réflexion.

## Références bibliographiques

- [1] rte-france.com, “<https://bilan-electrique-2019.rte-france.com/nucleaire/>.”
- [2] Ch. Poinssot et al., “Assessment of the environmental footprint of nuclear energy systems. Comparison between closed and open fuel cycles,” *Energy*, vol. 69, pp. 199–211, 2014.
- [3] F. Gauché, J. Guidez, and F. Ternon-Morin, “Editorial – Les réacteurs nucléaires du futur : quatrième génération et SMR,” *Revue Générale Nucléaire*, no. 2, pp. 19–22, 2014.
- [4] B. Barré, “<https://revue-progressistes.org/2015/02/28/le-nucleaire-precursur-de-leconomie-circulaire-bertrand-barre/>,” 2015.
- [5] J. Guidez, *Phénix: the experience feedback*. Les Ulis: EDP Sciences, 2013.
- [6] J.-L. Séran and M. Le Flem, “Irradiation-resistant austenitic steels as core materials for Generation IV nuclear reactors,” in *Structural Materials for Generation IV Nuclear Reactors*, Elsevier, 2017, pp. 285–328.
- [7] M. Ratti, “Développement de nouvelles nuances d’aciers ferritiques-martensitiques pour le gainage d’éléments combustibles des réacteurs à neutrons rapides au sodium,” CEA Saclay, Direction des systèmes d’information, 2010.
- [8] T. Jaumier, S. Vincent, L. Vincent, S. Desmorat. Creep and damage anisotropies of 9%Cr and 14%Cr ODS steel cladding. *Journal of Nuclear Materials* 2019; 518:274-286., .
- [9] H. Salmon legagneur, “Characterisation of high-temperature damage mechanisms of oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic steels,” Theses, PSL Research University, 2017.
- [10] “ISO 12135-2002(E), Metallic materials-unified method of test for the determination of quasistatic fracture toughness. International Standards, Switzerland, 2002.” Dec. 2002.
- [11] American Society for Testing and Materials. Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness. ASTM E1820-22e1; 2022., .
- [12] P. Yvon and F. Carré, “Structural materials challenges for advanced reactor systems,” *Journal of nuclear materials*, vol. 385, no. 2, pp. 217–222, 2009.
- [13] J.-J. Huet, “Possible Fast-Reactor canning material strengthned and stabilized by dispersion,” *Powder Metallurgy*, vol. 10, no. 20, pp. 208–215, Sep. 1967.
- [14] F. A. Garner, M. B. Toloczko, and B. H. Sencer, “Comparison of swelling and irradiation creep behavior of fcc-austenitic and bcc-ferritic/martensitic alloys at high neutron exposure,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 276, no. 1–3, pp. 123–142, 2000.
- [15] W. D. Coolidge, Tungsten and method of making the same for use as filaments of incandescent electric lamps and for other purposes. Google Patents, 1913.
- [16] A. Steckmeyer, “Experimental study and modelling of the high temperature mechanical behaviour of oxide dispersion strengthened ferritic steels,” Theses, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012.
- [17] M. Laurent-Brocq, “Synthèse et caractérisation d’un acier ODS préparé par un procédé inspiré du broyage réactif-Etude de l’influence des conditions de broyage et recuit.” 2010.
- [18] M. Dadé et al., “Influence of microstructural parameters on the mechanical properties of oxide dispersion strengthened Fe-14Cr steels,” *Acta Materialia*, vol. 127, pp. 165–177, 2017.

- [19] “J. Benjamin, Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. Metallurgical Transactions, vol. 1, pp. 2943-2951, 1970”.
- [20] “J. Benjamin Mechanical alloying-history and future potential. Advances in powder metallurgy and material processing, vol. 7, pp. 155-168, 1992”.
- [21] M. Couvrat, “Fabrication d’aciers ODS à haute performance: relation procédé, microstructure, propriétés mécaniques,” CEA Saclay, Direction des systèmes d’information, 2013.
- [22] Gabriel Spartacus, Joël Malaplate, Frédéric De Geuser, Amélie Gangloff, Alexis Deschamps. Nano-oxide precipitation kinetics during the consolidation process of a ferritic oxide dispersion strengthened steel. Scripta Materialia 2020; 188:10-15.
- [23] T. Liu, H. Shen, C. Wang, and W. Chou, “Structure evolution of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticle/Fe composite during mechanical milling and annealing,” Progress in Natural Science: Materials International, vol. 23, no. 4, pp. 434–439, 2013.
- [24] CEA, “Les matériaux métalliques, une des clés de la 4ème génération,” 55, 2007.
- [25] L. Toulabi, C. Cayron, P. Olier, J. Malaplate, M.-H. Mathon, E. Rouesne et al. Assessment of a new fabrication route for Fe–9Cr–1W ODS cladding tubes. Journal of Nuclear Materials 2012; 428:47-53., .
- [26] J.-P. Cunat, Techniques de l’ingénieur lien : <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-conception-et-production-tiagc/archive-1/aciers-inoxydables-m4540/structure-des-aciers-inoxydables-m4540niv10002.html#niv-sl4078144>. 2000.
- [27] H. Sakasegawa, L. Chaffron, F. Legendre, T. Cozzika, Y. de Carlan. Correlation between chemical composition and size of very small oxide particles in the MA957 ODS ferritic alloy. Journal of Nuclear Materials 2009; 384:115-118.
- [28] M. K. Miller, K. F. Russell, and D. T. Hoelzer, “Characterization of precipitates in MA/ODS ferritic alloys,” Journal of Nuclear Materials, vol. 351, no. 1–3, pp. 261–268, 2006.
- [29] Y. Wu, E. M. Haney, N. J. Cunningham, and G. R. Odette, “Transmission electron microscopy characterization of the nanofeatures in nanostructured ferritic alloy MA957,” Acta Materialia, vol. 60, no. 8, pp. 3456–3468, 2012.
- [30] Sheng-Yi Zhong, Joel Ribis, Nicolas Lochet, Vincent Klosek, Marie-Hélène Mathon. The Effect of Y/Ti Ratio on Oxide Precipitate Evolution in ODS Fe-14 Wt Pct Cr Alloys. Metallurgical and Materials Transactions A 2015; 46:1413-1418.
- [31] N. Sallez, “Recrystallization, abnormal grain growth and ultrafine microstructure of ODS ferritic steels,” 2014.
- [32] C. Hatzoglou, “Quantification et correction des biais inhérents à l’analyse parsonde atomique tomographique des nano-particules d’un acier ODS:Application à l’étude de leur formation et de leur comportement sous irradiation,” 2015.
- [33] M. Loyer-Prost, J-S. Merot, J. Ribis, L. Chaffron. High resolution Transmission Electron Microscopy characterization of a milled oxide dispersion strengthened steel powder. Journal of Nuclear Materials 2016; 479:76-84.
- [34] S. Ohtsuka, J. Takekawa. Effect of Additions of B and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Fine Powders on the Sintering of SKH51 Steel Powder. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy 2004; 51:27-30.

- [35] P. Olier et al., “Chemical and microstructural evolution on ODS Fe–14CrWTi steel during manufacturing stages,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 428, no. 1–3, pp. 40–46, Sep. 2012.
- [36] A. Das et al., “Microstructure and fracture toughness characterization of three 9Cr ODS EUROFER steels with different thermo-mechanical treatments,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 542, p. 152464, 2020.
- [37] X. Z. Zhang and J. F. Knott, “Cleavage fracture in bainitic and martensitic microstructures,” *Acta Materialia*, vol. 47, no. 12, pp. 3483–3495, 1999.
- [38] W.-J. Yang, B.-S. Lee, Y.-J. Oh, M.-Y. Huh, and J.-H. Hong, “Microstructural parameters governing cleavage fracture behaviors in the ductile–brittle transition region in reactor pressure vessel steels,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 379, no. 1–2, pp. 17–26, 2004.
- [39] L. Toualbi, *Optimisation de la gamme de fabrication de tubes en aciers renforcés par une dispersion nanométrique d’oxydes (ODS): compréhension des relations microstructure / propriétés mécaniques*; 2012, <https://www.theses.fr/2012ENMP0052>,
- [40] A. Karch, “Étude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d’aciers ferritiques renforcés par dispersion d’oxydes,” 2014.
- [41] M. Praud, “Plasticité d’alliages renforcés par nano-précipitation,” Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2012.
- [42] T. Jaumier. Study of the tensile anisotropy of extruded ODS steel tubes using notched rings. 16th European Mechanics of Materials Conference 2018.
- [43] D. A. McClintock, M. A. Sokolov, D. T. Hoelzer, and R. K. Nanstad, “Mechanical properties of irradiated ODS-EUROFER and nanocluster strengthened 14YWT,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 392, no. 2, pp. 353–359, 2009.
- [44] M. Dadé, “Plasticité d’alliages nanorenforcés pour le gainage combustible des réacteurs de 4<sup>ème</sup> génération : Compréhension et modélisation de l’influence des différents paramètres microstructuraux sur le comportement d’alliages modèles.,” 2015.
- [45] R. Chaouadi, G. Coen, E. Lucon, and V. Massaut, “Crack resistance behavior of ODS and standard 9%Cr-containing steels at high temperature,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 403, no. 1–3, pp. 15–18, 2010.
- [46] T. S. Byun, J. H. Kim, J. H. Yoon, and D. T. Hoelzer, “High temperature fracture characteristics of a nanostructured ferritic alloy (NFA),” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 407, no. 2, pp. 78–82, 2010.
- [47] A. Nitu, M. Abrudeanu, V. Radu, “Investigation of the Fracture Mechanics Properties of Small Tubes from Oxide Dispersion Strengthened Steels,” Dec. 2018.
- [48] V. Grigoriev, B. Josefsson, A. Lind, B. Rosborg. Fracture Toughness of Zircaloy Cladding Tubes. ASTM STP 1295, Er Bradley, Gp Sabol, Editors. Zirconium in the Nuclear Industry: 11th International Symposium; 1995, p. 431-447.
- [49] B. Fournier et al., “Mechanical behaviour of ferritic ODS steels – Temperature dependency and anisotropy,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 430, no. 1–3, pp. 142–149, 2012.
- [50] C Sainte-Catherine, D Le Boulch, S Carassou, C Lemaignan. An Internal Conical Mandrel Technique for Fracture Toughness Measurements on Nuclear Fuel Cladding. *Journal of Testing and Evaluation* 2006; 34:373-382.
- [51] W. Musraty et al., “Ductile fracture of pipe-ring notched bend specimens – Micromechanical analysis,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 175, pp. 247–261, 2017.

- [52] F. Rivalin, J. Besson, A. Pineau, and F. Di, "Ductile tearing of pipeline-steel wide plates. II. Modeling of in-plane crack propagation," *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 68, no. 3, pp. 347–364, 2000.
- [53] M. K. Samal, G. Sanyal, and J. K. Chakravartty, "An experimental and numerical study of the fracture behaviour of tubular specimens in a pin-loading-tension set-up," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science*, vol. 224, no. 1, pp. 1–12, 2010.
- [54] J. R. Rice, P. C. Paris, J. G. Merkle. Some Further Results of J-Integral Analysis and Estimates. ASTM International, J. G. Kaufman, J. L. Swedlow, H. T. Corten, J. E. Srawley, R. H. Heyer, E. T. Wessel, G. R. Irwin, Editors. *Progress in Flaw Growth and Fracture Toughness Testing*, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959; 1973, p. 231-245.
- [55] C. Le Guyader, "Mécanique de la rupture et endommagement d'un alliage d'aluminium 2219 T87 pour application aérospatiale," PSL Research University, 2015.
- [56] HA Ernst, P. C. Paris, J. D. Landes. Estimation on J-Integral and Tearing Modulus T from a Single Specimen Test Record. *Fracture Mechanics:Thirteenth Conference*. ASTM STP 743, Richard Roberts, Editors. American Society for Testing and Materials; 1981, p. 476-502.
- [57] J. G. Merkle and H. T. Corten, "A J Integral Analysis for the Compact Specimen, Considering Axial Force as Well as Bending Effects," *Journal of Pressure Vessel Technology*, vol. 96, Nov. 1974.
- [58] G. Clarke and J. Landes, "Evaluation of the J Integral for the Compact Specimen," *Journal of Testing and Evaluation*, vol. 7, no. 5, p. 264, 1979.
- [59] M.H. Sharobeam, J.D. Landes. The load separation criterion and methodology in ductile fracture mechanics. *International Journal of Fracture* 1991; 47:81–104.
- [60] M. H. Sharobeam, J. D. Landes. The load separation and  $\eta_{pl}$ . *International Journal of Fracture* 1993; 59:213–226.
- [61] J. R. Rice, "Mathematical analysis in the mechanics of fracture," *Mathematical Fundamentals*, vol. 2, 1968.
- [62] P. Yvon, C. S. Catherine, C. Duguay, N. Hourdequin, S. Carassou, B. Cazalis, C. Bernaudat. Development of new techniques to assess the mechanical behaviour of Zircaloy-4 during an RIA. Fuel behaviour under transient and LOCA conditions 2002; 111-122.
- [63] H.-H. Hsu, "An evaluation of hydrided Zircaloy-4 cladding fracture behavior by X-specimen test," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 426, Dec. 2006.
- [64] A. Likeb, N. Gubeljak, Y. G. Matvienko. Finite element estimation of the plastic  $\eta_{pl}$  factors for pipe-ring notched bend specimen using the load separation method. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 2014; 37:1319-1329.
- [65] K. Edsinger, J. Davies, and R. Adamson, "Degraded Fuel Cladding Fractography and Fracture Behavior," in *Zirconium in the Nuclear Industry: Twelfth International Symposium*, G. Sabol and G. Moan, Eds., West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 2000, pp. 316-316–24.
- [66] V. Grigoriev, B. Josefsson, and B. Rosborg, "Fracture Toughness of Zircaloy Cladding Tubes," in *Zirconium in the Nuclear Industry: Eleventh International Symposium*, Er Bradley and Gp Sabol, Eds., 1996.

- [67] V. Grigoriev and R. Jakobsson, "Application of the pin-loading tension test to measurements of delayed hydride cracking velocity in Zircaloy cladding," Swedish Nuclear Power Inspectorate, 2000.
- [68] V. Grigoriev, "A novel fracture toughness testing method for irradiated tubing - Experimental results and 3D numerical evaluation," Proc. 14th Int. Conf. on Structural Mechanics in Reactor Technology, 1997.
- [69] G. Sanyal, M.K. Samal, J.K. Chakravartty, A.K. Suri. Prediction of J–R curves of thin-walled fuel pin specimens in a PLT setup. *Engineering Fracture Mechanics* 2011; 78:1029-1043.
- [70] A. G. Miller, "Review of limit loads of structures containing defects," *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 32, no. 1–4, pp. 197–327, 1988.
- [71] N. Gubeljak, A. Likeb, and Y. Matvienko, "Fracture Toughness Measurement by Using Pipe-ring Specimens," *Procedia Materials Science*, vol. 3, pp. 1934–1940, 2014.
- [72] D. Damjanović, D. Kozak, N. Gubeljak, and V. Tropša, "Proposal of New Pipe-Ring Specimen for Fracture Mechanics," *Procedia Engineering*, vol. 149, pp. 33–39, 2016.
- [73] N. Gubeljak, A. Likeb, J. Predan, and Yu. G. Matvienko, "Comparison between Fracture Behaviour of Pipe-Line Ring Specimens and Standard Specimens," *Key Engineering Materials*, vol. 577–578, pp. 637–640, Sep. 2013.
- [74] A. Likeb, N. Gubeljak, and Y. Matvienko, "Stress Intensity Factor and Limit Load Solutions for New Pipe-ring Specimen with Axial Cracks," *Procedia Materials Science*, vol. 3, pp. 1941–1946, 2014.
- [75] HH Hsu, KF Chien, HC Chu, PK Liaw. An X-Specimen Test for Determination of Thin-Walled Tube Fracture Toughness. ASTM STP 1406, R. Chona, Editors. *Fatigue and Fracture Mechanics*, West Conshohocken, PA: American Society For Testing and Materials; 2001, p. 214-226.
- [76] Thibaud Jaumier, "Caractérisation de l'anisotropie de comportement en traction de tubes en aciers ODS envisagés comme matériau de gainage combustible dans les réacteurs nucléaires de 4ème génération," 2016.
- [77] E. Haye, "Substitution anioniques et cationiques de films minces d'orthoferrite de lanthane LaFeO<sub>3</sub> élaborés par pulvérisation cathodique magnétron," 2016.
- [78] H. Salmon-Legagneur, S. Vincent, J. Garnier, A. F. Gourgues-Lorenzon, E. Andrieu. Anisotropic intergranular damage development and fracture in a 14Cr ferritic ODS steel under high-temperature tension and creep. *Materials Science and Engineering: A* 2018; 722:231-241.
- [79] Cast3M21. <http://www-cast3m.cea.fr/>; 2021.
- [80] V. Grigoriev, B. Josefsson, A. Lind. A pin-loading tension test for evaluation of thin-walled tubular materials. *Scripta Metallurgica et Materialia* 1995; 33:109-114.
- [81] A. Nitu, M. Abrudeanu, V. Radu. New Fracture Mechanics Method for the ODS Steel Testing. *Journal of Nuclear Research and Development* 2018; 21-28.
- [82] A-M Alvarez Holston, J. Stjärnsäter. On the effect of temperature on the threshold stress intensity factor of delayed hydride cracking in light water reactor fuel cladding. *Nuclear Engineering and Technology* 2017; 49:663-667.
- [83] A. Saxena, J. D. Landes, and J. L. Bassani, *Nonlinear Fracture Mechanics: Elastic-Plastic Fracture*, vol. 995. ASTM International, 1988.

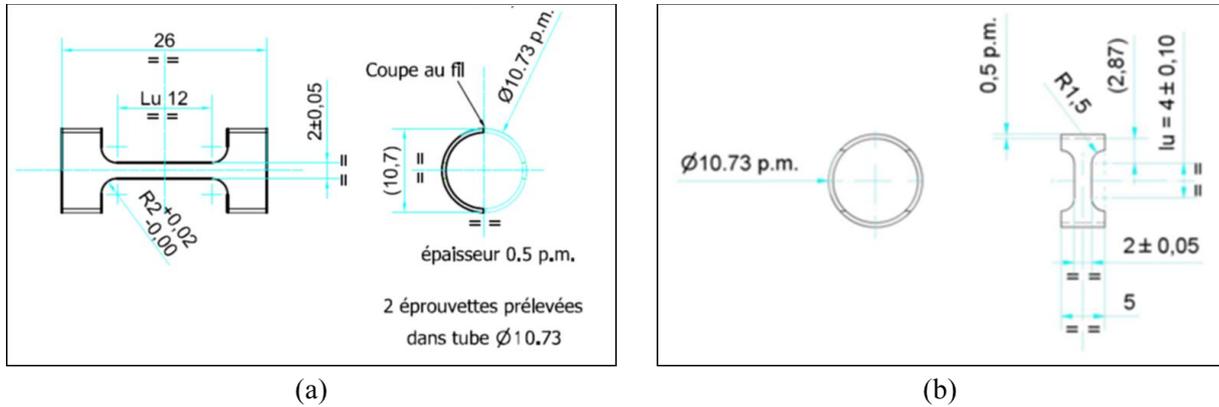
- [84] T.L. Anderson. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. 3rd ed. 6000 Broken Sound Parkway Northwest, Boca Raton; 2017.
- [85] M. Praud, F. Momprou, J. Malaplate, J. Garnier, B. Fournier. Study of the deformation mechanisms in a Fe–14% Cr ODS alloy. *Journal of Nuclear Materials* 2012; 428:90-97.
- [86] N. Sallez, C. Hatzoglou, F. Delabrouille, L. Chaffron, B. Radiguet, P. Donnadiou. Precipitates and boundaries interaction in ferritic ODS steels. *Journal of Nuclear Materials* 2016; 472:118-126.
- [87] M. Laurent-Brocq, F. Legendre, M-H. Mathon, S. Poissonnet, P. Pareige, O. Leseigneur. Influence of ball-milling and annealing conditions on nanocluster characteristics in oxide dispersion strengthened steels. *Acta Materialia* 2012; 60:7150-7159.
- [88] C. Hatzoglou, B. Radiguet, F. Vurpillot. A chemical composition correction model for nanoclusters observed by APT - Application to ODS steel nanoparticles. *Journal of Nuclear Materials* 2018; 505:240-248.
- [89] F. Nagase, T. Fuketa, T. Sugiyama. Optimized Ring Tensile Test Method and Hydrogen Effect on Mechanical Properties of Zircaloy Cladding in Hoop Direction. *Journal of Nuclear Science and Technology* 2009; 46:545-552.
- [90] G. Sanyal, M. K. Samal. A geometry-dependent generalized shape function for calculation of stress intensity factor for axially cracked thin-walled tubes. *International Journal of Advanced Structural Engineering* 2014; 6:1-11.
- [91] S. Cravero, C. Ruggieri. Estimation procedure of J-resistance curves for SE(T) fracture specimens using unloading compliance. *Engineering Fracture Mechanics* 2007; 74:2735-2757.
- [92] M.N. Vu, S. Geniaut, P. Massin. Numerical investigation on corner singularities in cracked plates using the G-theta method with an adapted  $\theta$  field. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 2015; 77:59-68.
- [93] C. Runge. Über empirische Funktionen und die Interpolation zwischen äquidistanten Ordinaten. *Zeitschrift für Mathematik und Physik* 1901; 46:224-243.
- [94] P.C. Paris, H. Ernst, C.E. Turner. A J-Integral approach to Development of  $\eta$ -Factors. *Fracture Mechanics: Twelfth Conference* 1980; 11:338- 351.
- [95] H.A. Ernst, P.C. Paris. *Techniques of Analysis of Load-Displacement Records by J-Integral Methods*. Nuclear Regulatory Commission, NUREG/CR-1222 1980.
- [96] J. Besson, C.N. McCowan, E.S. Drexler. Modeling flat to slant fracture transition using the computational cell methodology. *Engineering Fracture Mechanics* 2013; 104:80-95.
- [97] S.A. El-Naaman, K.L. Nielsen. Observations on Mode I ductile tearing in sheet metals. *European Journal of Mechanics - A/Solids* 2013; 42:54-62.
- [98] J. W. Sowards, C. N. McCowan, and E. S. Drexler, “Interpretation and significance of reverse chevron-shaped markings on fracture surfaces of API X100 pipeline steels,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 551, pp. 140–148, 2012.
- [99] K. Weiss and A. Nyilas, “Specific aspects on crack advance during J-test method for structural materials at cryogenic temperatures,” *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, vol. 29, no. 2, pp. 83–92, 2006.
- [100] J. Landes, Z. Zhou, K. Lee, and R. Herrera, “Normalization method for developing JR curves with the LMN function,” *Journal of testing and evaluation*, vol. 19, no. 4, pp. 305–311, 1991.

- [101] K. Lee and J. D. Landes, “Developing JR curves without displacement measurement using normalization,” in *Fracture Mechanics: Twenty-Third Symposium*, ASTM International, 1993.
- [102] K. Lee, *Elastic-plastic fracture toughness determination under some difficult conditions*. The University of Tennessee, 1995.
- [103] P. Paris, H. Tada, A. Zahoor, and H. Ernst, “The theory of instability of the tearing mode of elastic-plastic crack growth,” in *Elastic-plastic fracture*, ASTM International, 1979.
- [104] H. A. Ernst, *Some salient features of the tearing instability theory*. ASTM International, 1983.
- [105] T. Petit, C. Ritter, J. Besson, and T. F. Morgeneyer, “Impact of machine stiffness on “pop-in” crack propagation instabilities,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 202, pp. 405–422, 2018.
- [106] “T. Petit, Comprehension and modeling of toughness tests with pop-in: application to 6061-T6 aluminum and effect of neutron irradiation, Thesis, MINES Paristech, 2018.” [Online]. Available: <http://www.theses.fr/s157382>
- [107] T. Le Jolu, S. Le Maitre, J.P. Pizzanelli, J.P. Bonthonneau, P. Wiedent, and L. Ziolk, “Détermination de la ténacité de gaines ODS à travers la réalisation d’essais ICM,” 2015.
- [108] ASM Handbook Committee, *Metals Handbook, Vol. 12: Fractography*, Ninth Ed., ASM, International, Metals Park, OH, 1987, pp. 107–112.
- [109] J. R. Rice and D. M. Tracey, “On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields\*,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 17, no. 3, pp. 201–217, 1969.
- [110] B. Marini, F. Mudry, and A. Pineau, “Ductile rupture of A508 steel under nonradial loading,” *Engineering fracture mechanics*, vol. 22, no. 3, pp. 375–386, 1985.
- [111] J. BESSON, “Méthodes numériques pour la rupture ductile,” *Modélisation numérique en mécanique fortement non linéaire: Contact et rupture*, p. 149, 2023.

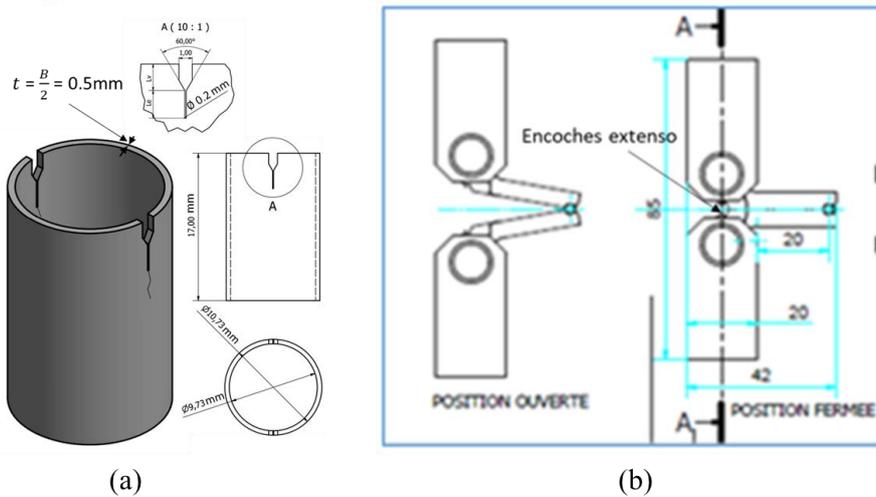


## Annexe 1. Plans des éprouvettes

Les plans et les dimensions des éprouvettes tuile et anneau pour la traction, et tube pour l'essai de ténacité, sont présentées sur les figures ci-dessous :



**Figure 122** Plans (a) de l'éprouvette de traction tuile et (b) de l'éprouvette de traction anneau (dimensions en mm)



**Figure 123** Plan (a) de l'éprouvette de ténacité PLT et (b) des amarrages (dimensions en mm)

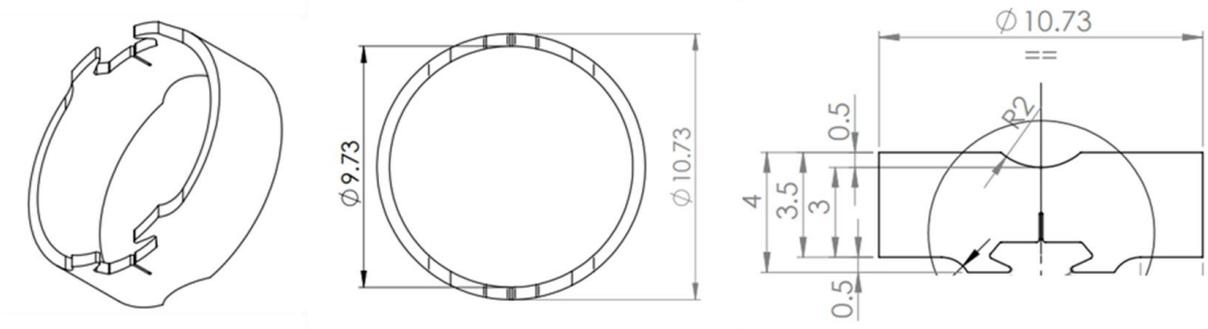


Figure 124 Plan éprouvette de ténacité mPRNB (dimensions en mm)

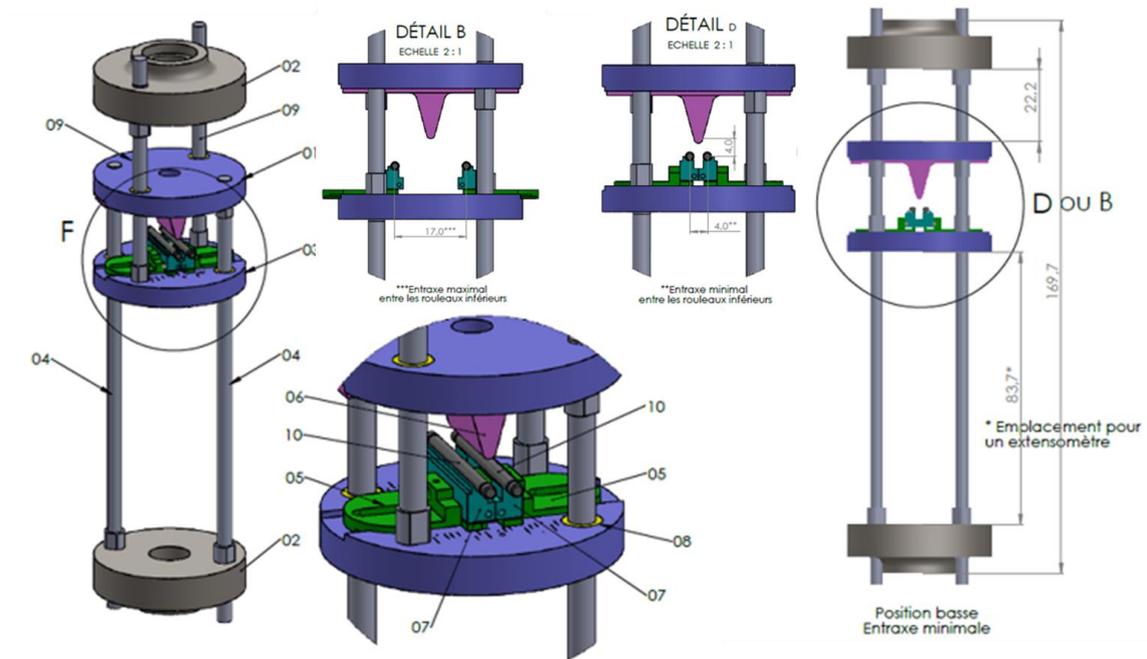
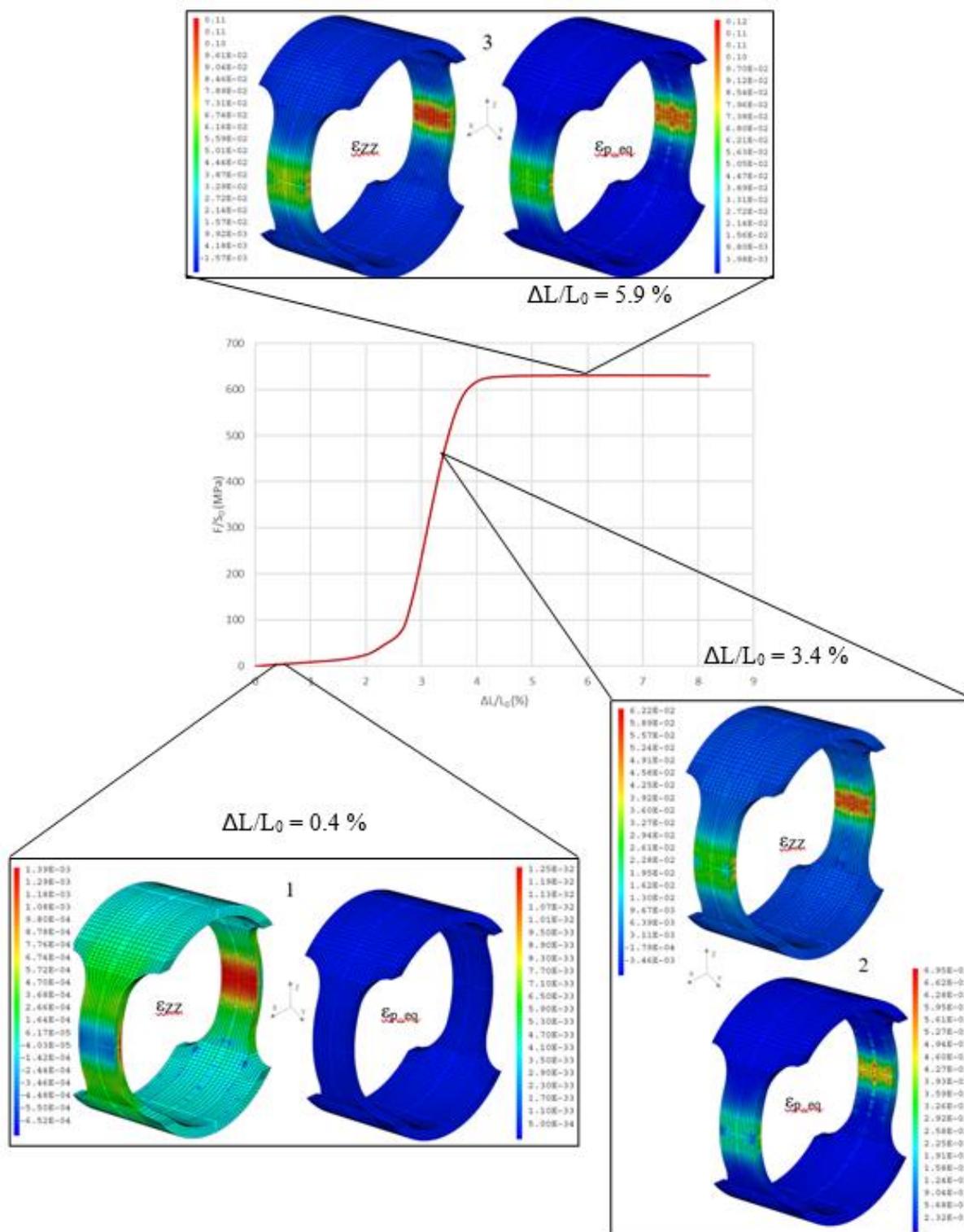


Figure 125 Plan amarrage mPRNB

## Annexe 2. Traction anneaux

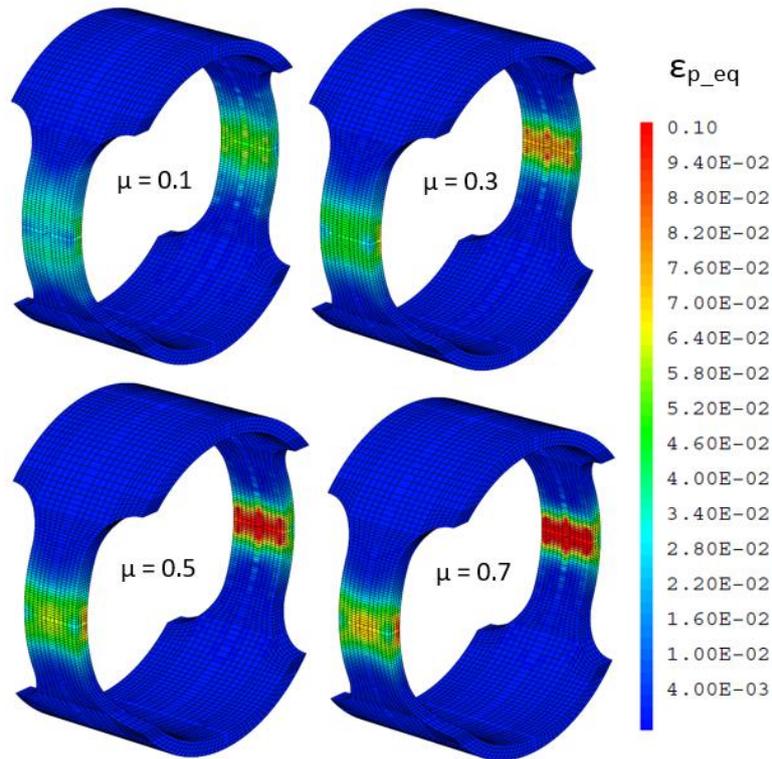
Avant de comparer les courbes de traction expérimentales et simulées, nous nous sommes intéressés de plus près à cet essai de traction sur anneau. Cet essai est dépouillé exactement comme l'essai expérimental c'est-à-dire en divisant le déplacement par la longueur des deux zones utiles pour la déformation et la force par la section initiale de ces zones utiles pour la contrainte. La courbe ainsi dépouillée est présentée sur la figure 126. On constate sur cette courbe que l'essai de traction anneau est composé de 3 phases :

- Une première phase qui représente la mise en contact progressive entre la peau interne de l'anneau et la surface du mandrin car il y a un jeu de  $10\mu\text{m}$  entre le rayon du mandrin et le rayon interne de l'anneau. Pendant cette phase, les pattes (zones utiles) se « redressent » jusqu'à la mise en contact de la totalité de la surface du mandrin avec la paroi interne de l'anneau. On peut observer sur le champ de déformation 1 de la figure 126 que la longueur utile de l'anneau est en flexion aux faibles déformations ( $< 1\%$ ) avant que la peau externe ne se mette en traction. Cette phase n'est pas apparente sur les essais expérimentaux parce qu'une précharge est imposée avant le départ de l'essai.
- La seconde phase, qui est séparée de la première par une inflexion de la courbe, est le régime élastique. Durant cette phase, l'ensemble de la zone utile est en traction avec tout de même une concentration de la déformation dans une petite zone des pattes de l'anneau. Un gradient de déformation dans l'épaisseur est toujours présent même si la peau externe est en traction. La déformation est toujours plus importante en peau interne qu'en peau externe du tube avec une concentration de la déformation dans une petite zone au centre de la zone utile (voir champs de déformation 2 sur la figure 126). Ceci peut être attribué au gradient de contrainte dans l'épaisseur et donc au fait que le chargement n'est pas uniaxé à cause de la géométrie de l'éprouvette. On constate aussi dans cette phase l'apparition de déformation plastique dans la zone de concentration de la déformation. Ceci n'est pas détecté sur la courbe macroscopique car elle est concentrée dans une petite partie de ce que l'on considère comme étant la zone utile. Cette zone de concentration de la déformation plastique équivalente est la même que celle de la déformation selon Z. Les gradients de champs dans les pattes de l'anneau sont aussi équivalents même si la déformation selon Z ne représente pas tout à fait notre déformation circonférentielle.
- La troisième phase, est le régime plastique. Durant cette phase, la concentration de la déformation est toujours présente ainsi que le gradient de déformation dans l'épaisseur avec une déformation plus importante en peau interne (Cf. champ de déformation 3 de la figure 126).

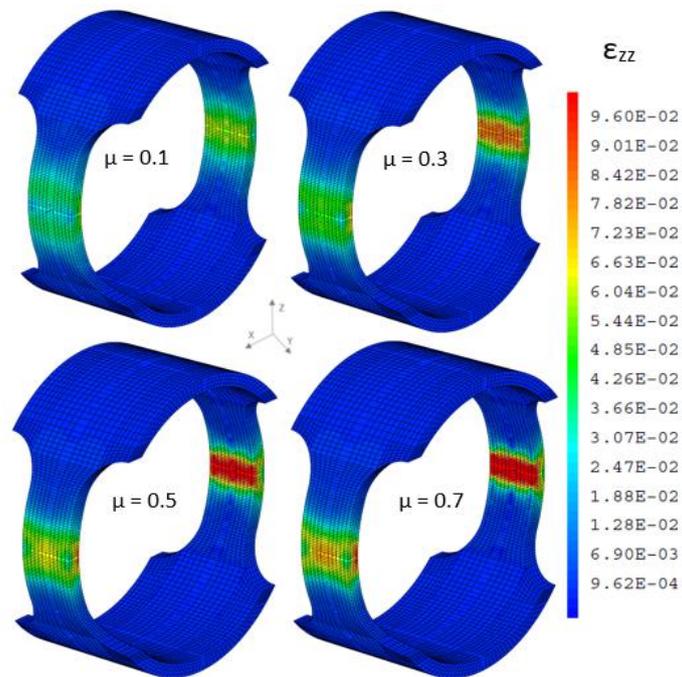


**Figure 126** Courbe de traction sur anneau avec champs de déformation selon l'axe Z «  $\epsilon_{zz}$  » et champs de déformation plastique équivalente «  $\epsilon_{p\_eq}$  »

Cet effet de concentration de la déformation est accentué par le frottement comme le montre les champs de déformation ci-dessous (voir Figure 127 et Figure 128). Le coefficient de frottement est noté  $\mu$ .

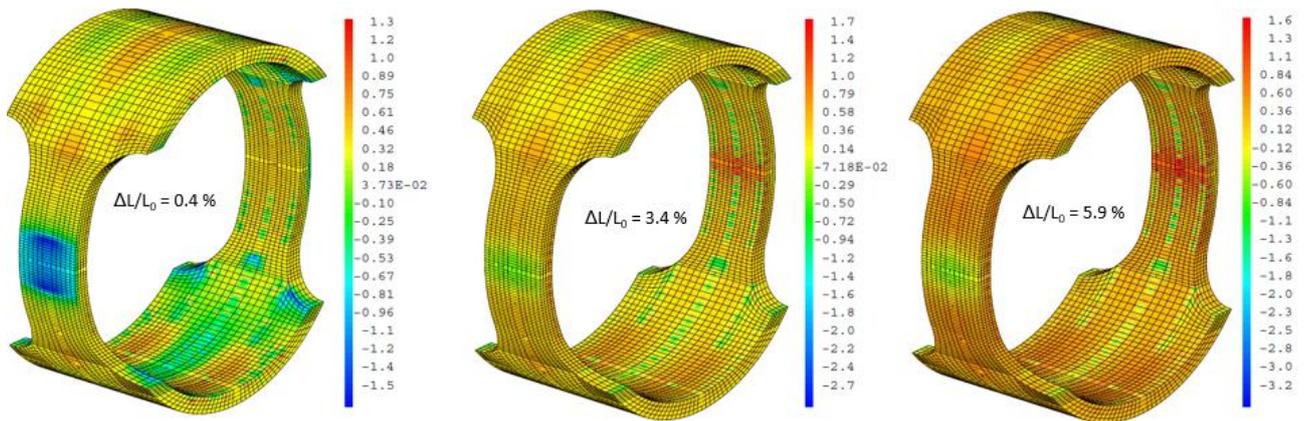


**Figure 127** Champs de déformation plastique équivalente (échelle sans unité)



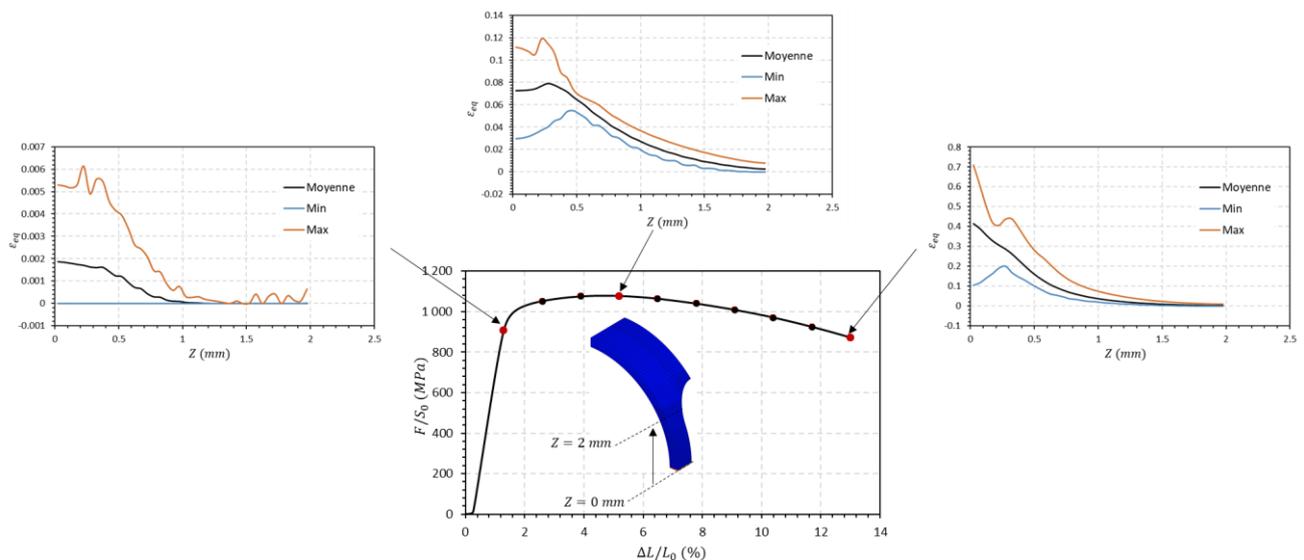
**Figure 128** Champs de déformation selon l'axe z «  $\epsilon_{zz}$  » pour différents coefficients de frottement

On conclut de tout cela que le dépouillement de l'essai de traction sur anneau présente deux difficultés majeures. La première est le changement de trajet de chargement qui fait que la triaxialité évolue au cours de l'essai comme le montre la figure 129.

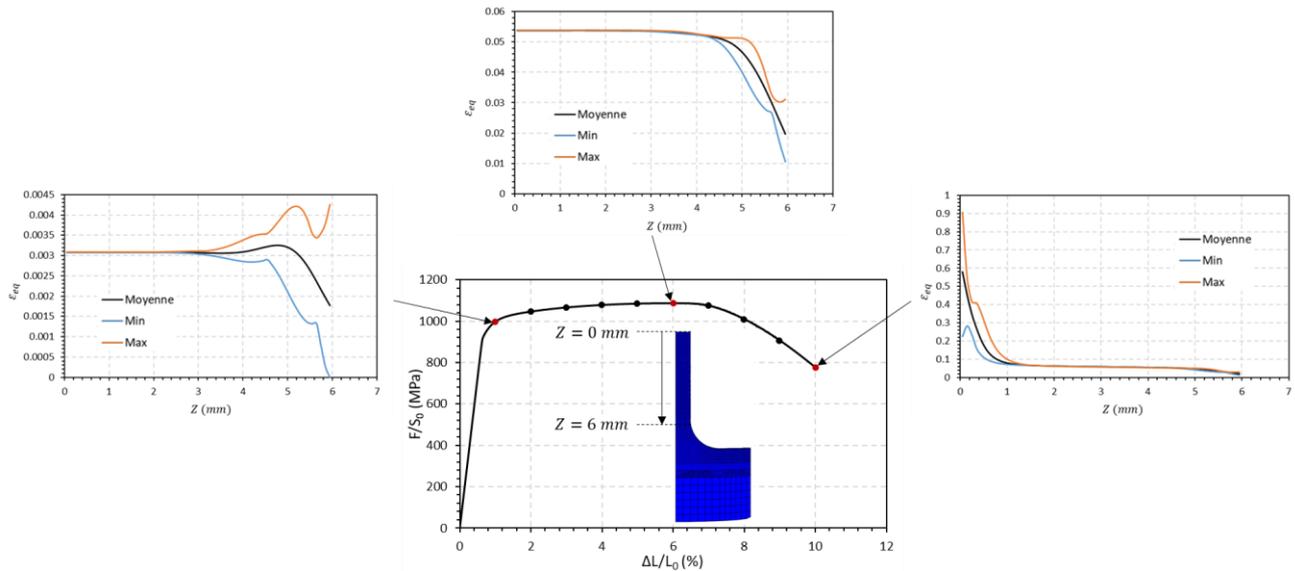


**Figure 129** Champs de triaxialité des contraintes

La seconde est l'hétérogénéité de la déformation, ou de la contrainte, dans la section utile ajoutée à la concentration de la déformation plastique équivalente sur une petite partie de la zone utile rendant compliqué le calcul de la déformation. En effet, on observe sur la figure 130 que sur l'essai de traction sur anneau, la déformation plastique équivalente moyenne dans la section varie le long de la longueur utile avec une concentration de celle-ci au niveau du plan de symétrie dès le début de l'apparition de la déformation plastique macroscopique. Cette déformation plastique équivalente est censé être homogène dans la longueur utile, et donc avoir une valeur constante quelle que soit la position dans toute la longueur utile comme on peut l'observer sur la figure 131 pour l'éprouvette tôle. En plus de sa variation le long de la longueur utile, cette déformation plastique équivalente est aussi hétérogène dans la section pour l'essai de traction anneau. On observe sur la figure 130 qu'en plus de leur variation en fonction de  $Z$ , les déformations plastiques équivalentes maximale, moyenne et minimale sont différentes. Ce qui n'est pas le cas dans un essai de traction uniaxé (voir essai de traction tôle sur la figure 131).



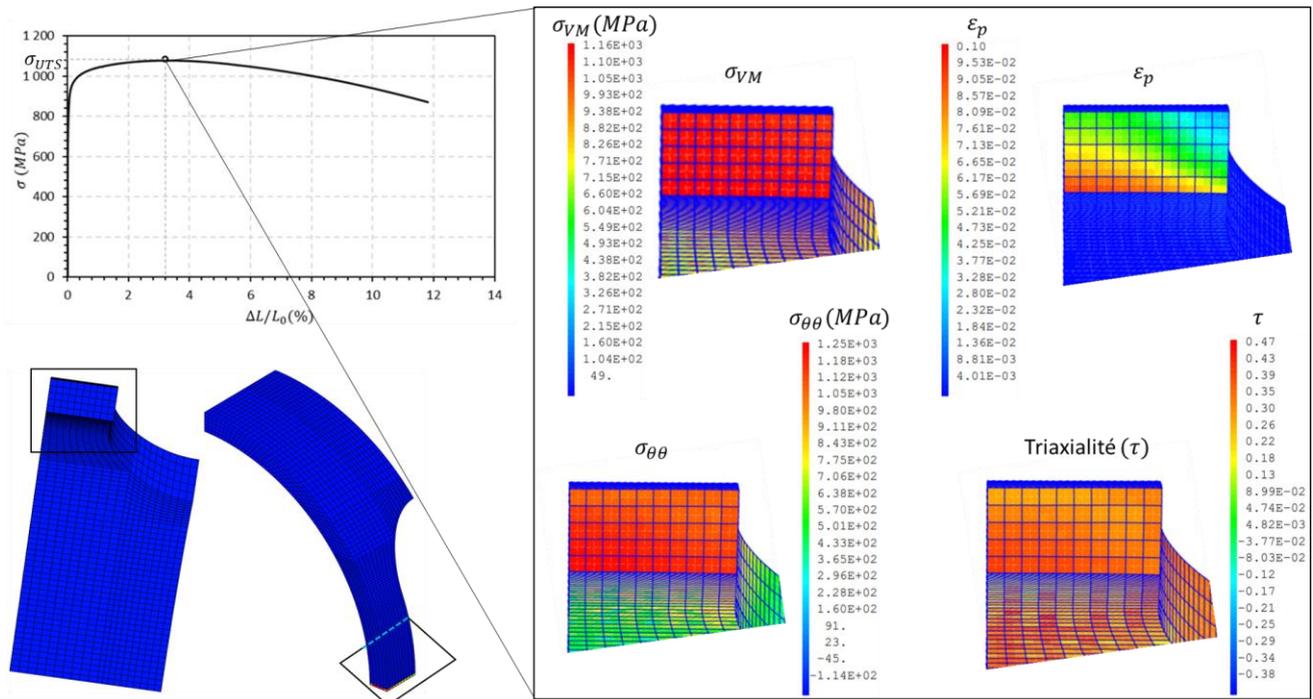
**Figure 130** Courbes d'évolution de la déformation plastique équivalente moyenne, maximale et minimale dans la section utile en fonction de la distance du plan de symétrie (le long de la longueur utile) à différents niveaux de déformation macroscopique  $\Delta L/L_0$  (Au début de la déformation plastique, à  $R_m$  et à la rupture) pour l'essai de traction sur anneau



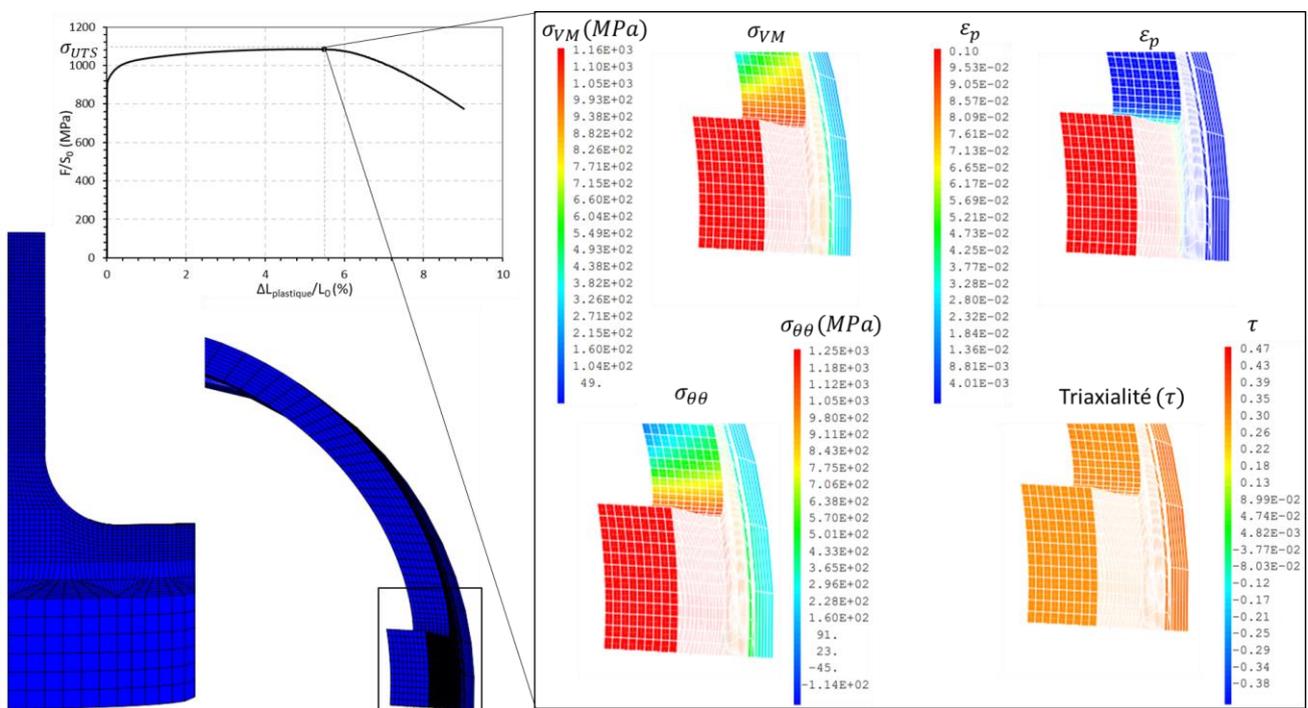
**Figure 131** Courbes d'évolution de la déformation plastique équivalente moyenne, maximale et minimale dans la section en fonction de la distance du plan de symétrie (le long de la longueur utile) à différents niveaux de déformation macroscopique  $\Delta L/L_0$  (Au début de la déformation plastique, à  $R_m$  et à la rupture) pour l'essai de traction sur tuile

Afin de mieux visualiser cette hétérogénéité de contrainte et de déformation de l'essai de traction sur anneau, les champs de contrainte équivalente de Von Mises  $\sigma_{VM}$ , de déformation plastique équivalente  $\varepsilon_p$ , de contrainte circonférentielle  $\sigma_{\theta\theta}$  et de triaxialité, le plan de symétrie de la section utile sont présentés sur la figure 132.

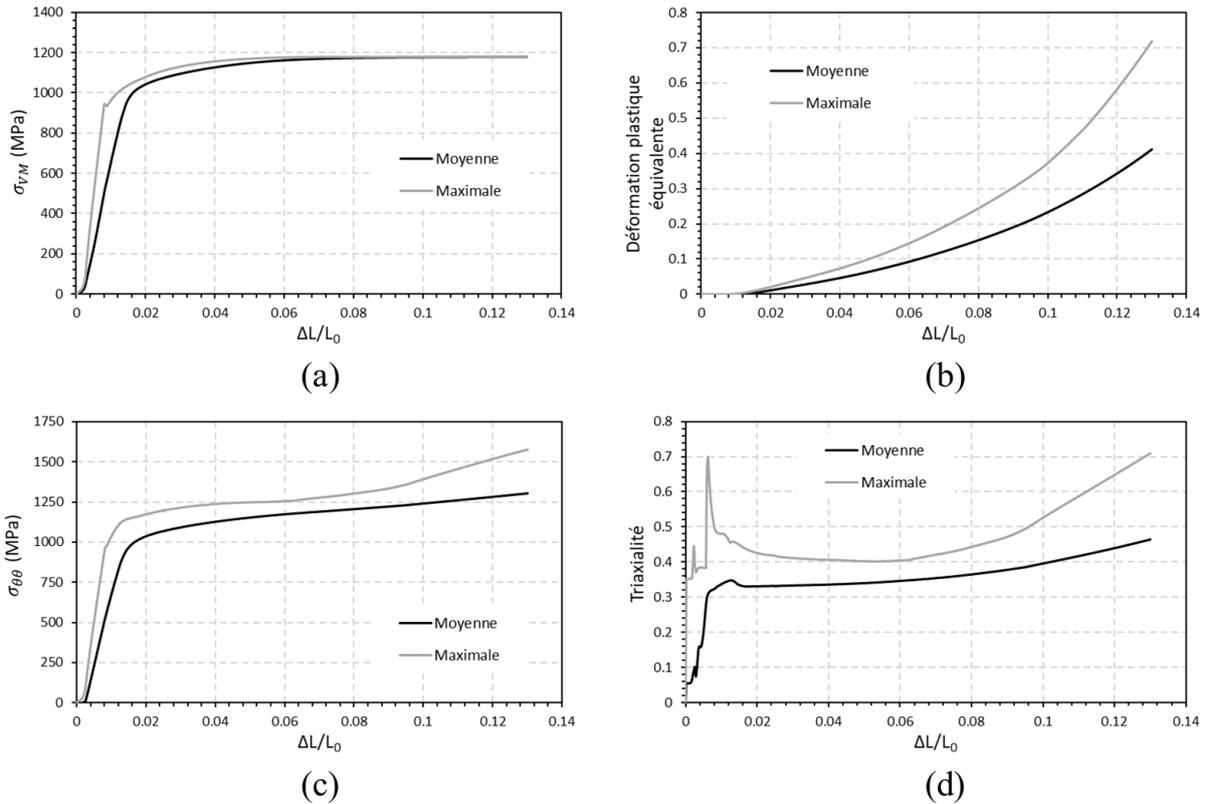
Tous ces champs sont censés être homogènes dans toute la section utile et toute la longueur utile lorsque le chargement est uniaxé comme pour l'éprouvette tuile (voir Figure 133). L'essai de traction sur anneaux, à cause de son chargement multiaxé, présente des champs de déformation plastique équivalente, de contrainte circonférentielle, de triaxialité hétérogènes dans sa section utile (voir Figure 132). Afin de mieux quantifier cette hétérogénéité, les courbes  $\sigma_{VM}$ ,  $\varepsilon_p$ ,  $\sigma_{\theta\theta}$  et triaxialité moyennes et maximales numériques dans cette section utile au niveau du plan de symétrie sont tracées en fonction de la déformation macroscopique totale ( $\Delta L/L_0$ ) (voir Figure 134). On constate alors que tout au long de l'essai de traction l'anneau présente, sur sa section utile au niveau du plan de symétrie, une déformation plastique ( $\varepsilon_p$ ) moyenne 42% inférieure à la déformation plastique maximale, une contrainte circonférentielle ( $\sigma_{\theta\theta}$ ) maximale 17% supérieure à la contrainte circonférentielle moyenne moyenne, et une triaxialité moyenne 34% inférieure à la triaxialité maximale en fin d'essai. Seule la contrainte équivalente de von Mises ( $\sigma_{VM}$ ).



**Figure 132** Champs de contrainte équivalente de Von Mises, déformation plastique équivalente, contrainte circonférentielle et triaxialité dans le plan de symétrie de la section utile pour l'éprouvette anneau de traction à  $R_m$



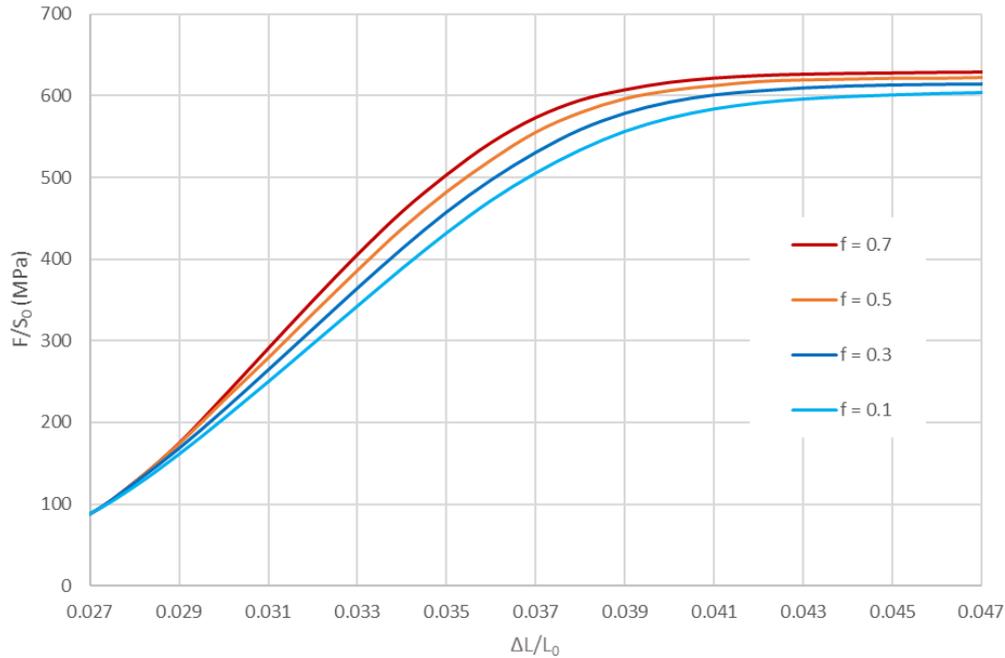
**Figure 133** Champs de contrainte équivalente de Von Mises, déformation plastique équivalente, contrainte circonférentielle et triaxialité dans le plan de symétrie de la section utile pour l'éprouvette tuile de traction à  $R_m$



**Figure 134** Courbes d'évolution de (a) Contraintes équivalentes de Von Mises maximale et moyenne, (b) Déformation plastique équivalente maximale et moyenne, (c) Contrainte normale à la section ou circonférentielle maximale et moyenne, (d) Triaxialité maximale et moyenne, dans la section utile (au niveau du plan de symétrie) de l'anneau au cours du chargement.

Ces hétérogénéités mettent en doute l'interprétation de l'isotropie ou non du comportement mécanique des matériaux à partir des essais de traction expérimentaux sur tuiles et anneaux seulement. Il est nécessaire de faire appel à la simulation par éléments finis et de comparer à l'expérience en utilisant la même méthode de dépouillement.

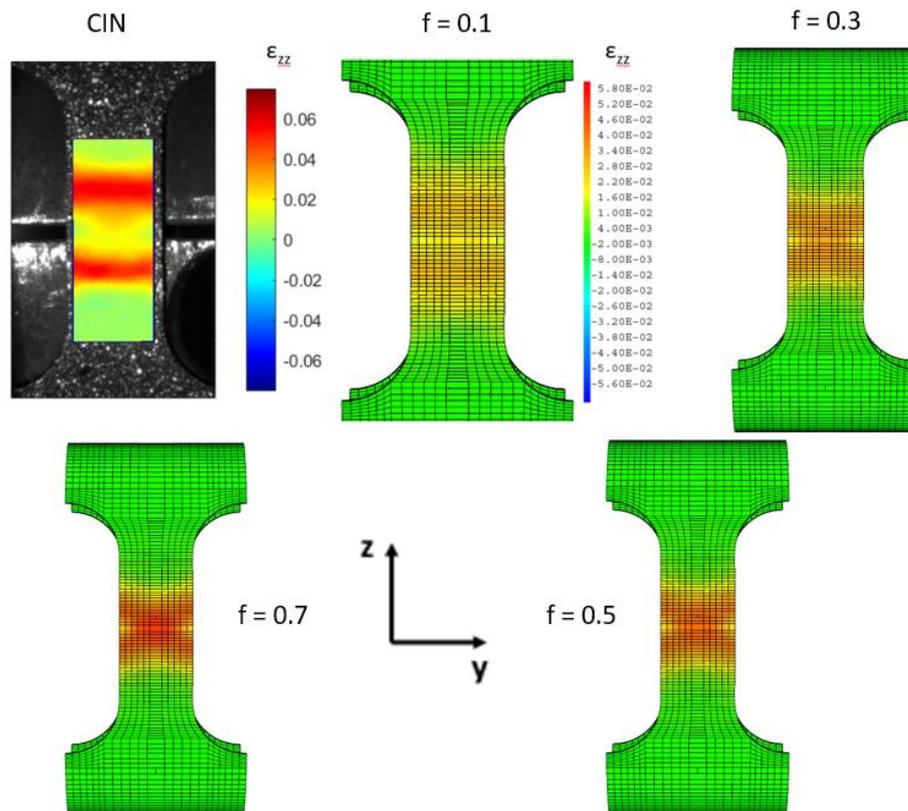
La surface de contact étant importante sur cet essai, nous avons aussi tracé les courbes de traction conventionnelles pour différents coefficients de frottement pour mieux comprendre l'effet du frottement sur celles-ci (voir Figure 135). On constate alors que l'augmentation du coefficient de frottement a pour effet d'augmenter légèrement le niveau de contraintes. Une augmentation du coefficient de frottement de 0,3 à 0,7 représente une augmentation du  $R_m$  de 2 %. Sachant que cette variation est équivalente aux dispersions expérimentales, ceci nous permet de nous fier à nos simulations éléments finis pour comparer les courbes de traction expérimentales et simulées en terme de résistance mécanique.



**Figure 135** Courbes de traction conventionnelles de l'essai de traction sur anneau à différents coefficients de frottement

Par contre, nous avons constaté sur la figure 135 une variation de la pente élastique en fonction du coefficient de frottement. Celle-ci est plus importante lorsque le coefficient de frottement augmente. Entre des coefficients de frottement de 0,3 et de 0,7 la raideur apparente augmente de plus de 15%. Cet effet n'est pas négligeable. Ces résultats montrent qu'il ne faut surtout pas recalculer la pente élastique par le module d'Young. Une bonne connaissance du coefficient de frottement est nécessaire à la bonne simulation du régime élastique de l'essai de traction sur anneau.

On constate donc que le frottement a un effet sur rigidité et le gradient de déformation. Nous pourrions donc déterminer le coefficient de frottement en comparant les champs de déformation simulés aux champs de déformation expérimentaux. Nous avons alors comparé les champs de déformation selon l'axe Z issus de la corrélation d'image numérique à ceux obtenus par simulation éléments finis à  $\Delta L/L_0 = 4\%$  (Voir Figure 136). On constate qu'il est difficile de conclure qu'un coefficient de frottement donne un champ de déformation simulée présentant une meilleure similarité avec la corrélation d'image par rapport aux autres. D'autant plus qu'un mouvement hors plan est présent au cours du chargement.



**Figure 136** comparaison des champs de déformation issus de la corrélation d'images numériques à ceux de la simulation par éléments finis

Deux solutions sont alors nécessaires pour pouvoir comparer la totalité des courbes de traction expérimentales et simulées :

- l'utilisation de l'extensométrie sur les essais expérimentaux pour s'affranchir de la rigidité machine car le recalage par le module d'Young n'est pas possible le chargement n'étant pas uniaxe,
- la connaissance de la valeur du coefficient de frottement pour mieux simuler par éléments finis cet essai de traction sur anneau et l'essai de ténacité PLT. La connaissance de la bonne pente élastique grâce à l'extensomètre permettrait aussi de choisir un bon coefficient de frottement.

### Annexe 3. Validation des méthodes de détermination des fonctions $f(a/W), \eta_{pl}$

Comme mentionné dans l'introduction de ce manuscrit, pour permettre le calcul analytique de l'intégrale  $J$  à partir de la courbe force-déplacement et l'estimation de l'avancée de fissure au cours des essais à partir des décharges élastique, certaines fonctions dépendantes de la géométrie d'éprouvette ( $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  pour la détermination analytique de  $J_{el}$  et  $J_{pl}$  respectivement et  $a/W(u)$  pour l'estimation de  $\Delta a$  au cours de l'essai) doivent être déterminée pour les essais sur tube étudiés durant cette thèse. Pour se faire, il existe dans la littérature des méthodes, analytiques ou numériques, qui permettent de déterminer ces fonctions géométriques. Cette annexe a pour but la validation de ces méthodes sur des éprouvettes standards ( $C(T)$  et  $SE(B)$ ) en comparant les fonctions  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  déterminées par celles-ci aux fonctions  $a/W(u)$ ,  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  données par la norme ASTM E1820-22e1 pour ces éprouvettes standards.

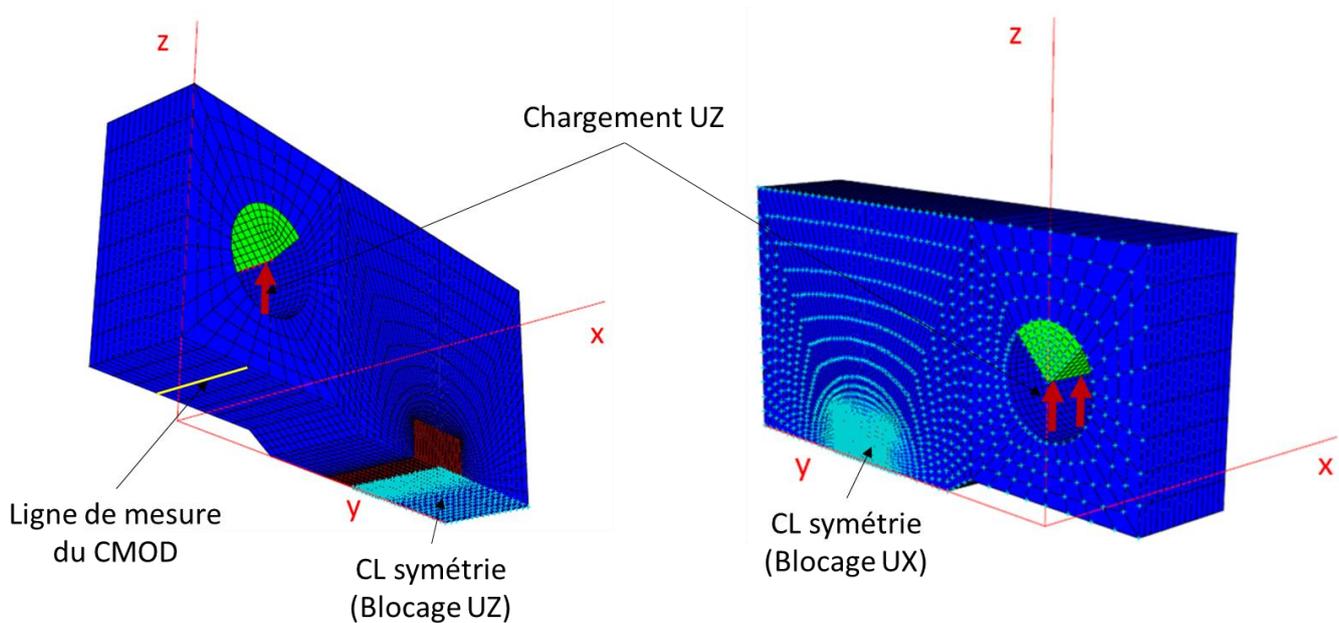
#### L'éprouvette Compact Tension $C(T)$

Des analyses détaillées par éléments finis (FE) de l'essai de ténacité sur éprouvette  $C(T)$  ont été réalisées sur Cast3M 21 [79]. Trois fonctions doivent être déterminées. (i) L'évolution de la complaisance en fonction de la longueur normalisée de la fissure  $a/W$ . Cette fonction permet d'estimer l'avancée de la fissure pendant les essais utilisant la méthode des complaisances aux décharges. (ii) La fonction utilisée pour déterminer le facteur d'intensité des contraintes (et donc la partie élastique de l'intégrale  $J$ ) :  $f(a/W)$ . (iii) Les fonctions  $\eta_{pl}$  et  $\gamma_{pl}$  facteurs de proportionnalité permettant de déterminer la partie plastique de l'intégrale  $J$  à partir de l'aire plastique sous la courbe force-CMOD ( $A_{pl}$ ). Tous les ajustements des fonctions déterminées dans ce travail sont effectués par régression polynomiale avec un coefficient de détermination  $R^2 \geq 0,99$ . Si nécessaire, l'ordre de la fonction est augmenté pour obtenir cette valeur.

Le maillage FE avec les conditions aux limites et le chargement est présenté sur la figure 137. En raison des symétries, un quart de l'assemblage est modélisé à l'aide d'éléments hexaédriques linéaires quasi-incompressibles (ICC8). Le maillage étant assez raffiné autour de la pointe de fissure, ce type d'élément donne les mêmes résultats que les éléments hexaédriques quadratiques avec un temps de calcul réduit. Le maillage est affiné autour de la pointe de la fissure pour obtenir une charge macroscopique convergente et une description détaillée du champ de contrainte et de déformation dans cette zone. Le chargement de l'éprouvette  $C(T)$  est imposé par le déplacement selon Z de la ligne de points de la de la goupille comme indiqué sur la figure 137.

Le comportement élastoplastique du T67-M2 est utilisé. La contrainte d'écoulement est représentée par deux lois de type Voce. Le module d'Young est égal à 225 GPa pour l'éprouvette et la goupille de chargement. Le coefficient de Poisson est fixé à 0,3. Pour les calculs élasto-plastiques, l'écoulement plastique est supposé suivre le critère de plasticité de Von Mises.

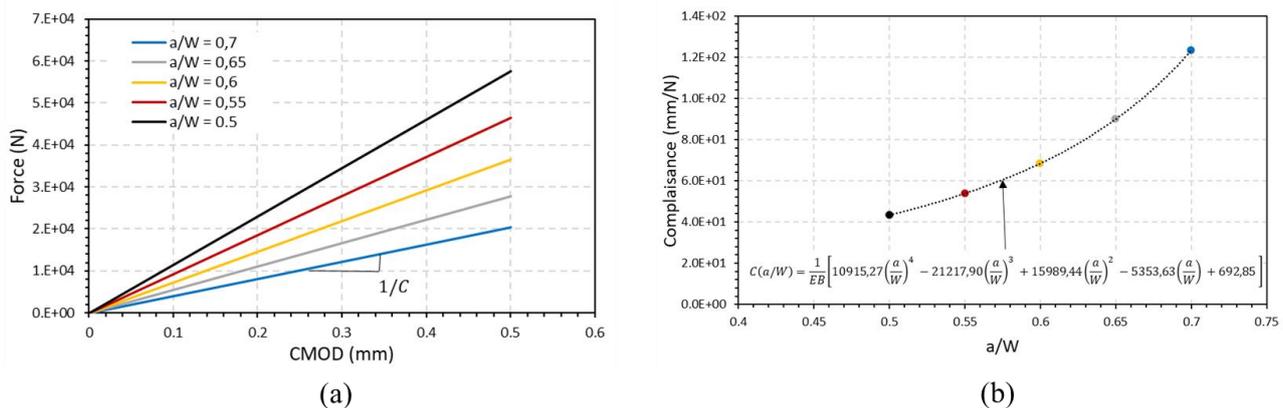
Les méthodes de détermination des fonctions géométriques citées en (i), (ii) et (iii) et présentées dans les sections V.3.2, V.3.3 et V.3.4 ont été appliquées par FEA sur l'éprouvette  $C(T)$  standard dans la plage de  $a/W$  recommandée par la norme ASTM E1820-22e1 [11]. Les fonctions géométriques alors obtenues sont comparées à celles données par la norme pour les valider.



**Figure 137** Maillage et conditions aux limites du quart (1/4) d'éprouvette C(T)

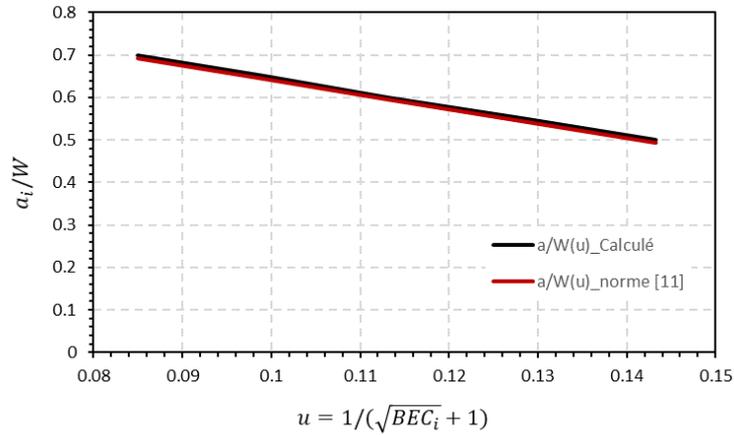
Méthode de détermination des fonctions  $C(a/W)$  et  $a_i/W(u)$

La méthode des décharges élastiques partielle consiste à mesurer la complaisance des décharges élastiques appliquées pendant l'essai. À partir de la complaisance mesurée,  $a/W$  est déterminé en utilisant la fonction de longueur de fissure normalisée  $a/W(u)$ . A partir des courbes force-CMOD élastiques et pour différentes longueurs de fissure ( $0,5 \leq a/W \leq 0,7$ ) (voir Figure 138-a), les complaisances sont déterminées pour un petit déplacement d'ouverture. La force est déterminée à partir de la force de réaction  $P_z$  des points sur lesquels le déplacement est imposé. Le CMOD est déterminé à partir du déplacement  $UZ$  de la ligne de mesure du déplacement d'ouverture identifiée sur la figure 137. Les complaisances déterminées pour un petit déplacement d'ouverture (0.01 mm) sont tracées en fonction de  $a/W$  et fittée pour obtenir la fonction  $C(a/W)$  (voir Figure 138-b)



**Figure 138** (a) Courbes Force-CMOD numérique élastiques pour différents  $a/W$  (b) Courbe complaisance en fonction de  $a/W$

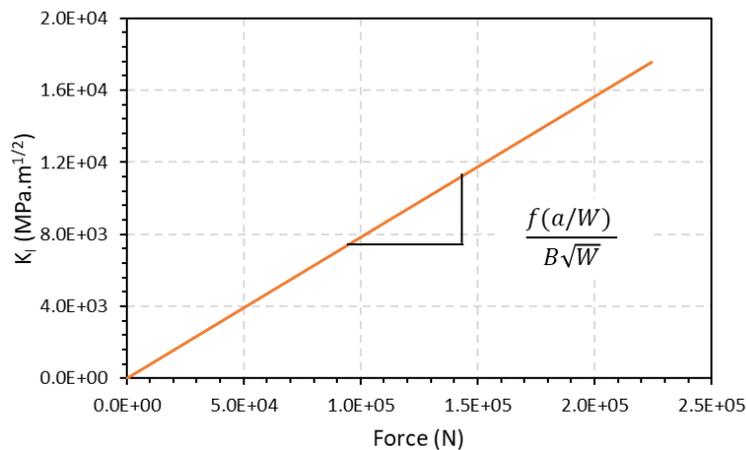
$a/W$  est tracée en fonction de la complaisance normalisée  $u$ . La fonction  $a_i/W(u)$  ajustée est alors tracée avec celle donnée par la norme ASTM E1820-22e1 (voir Figure 139). La méthode de détermination de la fonction  $a/W(u)$  est alors validée et pourra être utilisée pour les éprouvettes mPRNB et PLT.



**Figure 139** Longueur de fissure normalisée en fonction de la complaisance normalisée tel que donnée par la norme ASTM E1820-22e1 pour l'éprouvette  $C(T)$

Méthodes de détermination de la fonction  $f(a/W)$

Pour la détermination de la fonction géométrique  $f(a/W)$  les deux méthodes, présentées dans les sections 4.3.1 et 4.3.2 de l'article chapitre 0, sont appliquées à l'éprouvette  $C(T)$ . La première méthode est la méthode de complaisance, celle-ci consiste à dériver la fonction  $C(a/W)$  ajustée précédemment (voir Figure 138-b) puis déterminer la fonction  $f(a/W)$  selon l'équation (11).

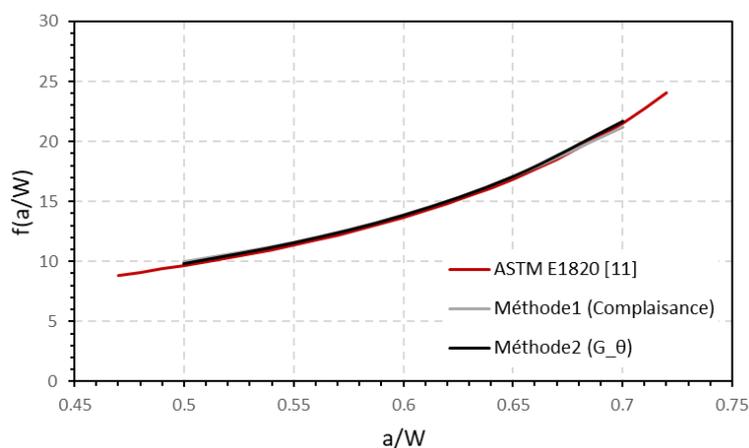


**Figure 140** Facteur d'intensité de contrainte en fonction de la force pour la détermination de  $f(a/W)$

La seconde méthode appliquée est la méthode  $G_\theta$ . Celle-ci consiste à calculer l'intégrale d'un contour autour de la pointe de fissure à partir des calculs élastiques réalisés dans la plage de longueur de fissure normalisée  $0,5 \leq a/W \leq 0,7$ , l'intégrale  $J$  est calculée grâce à la fonction  $G_\theta$ . Le modèle de comportement mécanique étant purement élastique, l'intégrale  $J$  alors déterminée est purement élastique aussi ( $J = J_{el} + 0$ ).  $K_I$  est alors déduit de  $J_{el}$  selon l'équation (4). Selon l'équation (5), la relation entre le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  et la force

$P$  est linéaire.  $K_I$  est alors tracé en fonction de la force et  $f(a/W)$  est déterminé à partir de la pente de la droite  $K_I(P)$  (voir Figure 140).

Les fonction géométriques alors obtenues par les deux méthodes sont comparées à celle donnée par la norme ASTM E1820-22e1 [11] (voir Figure 141). Quelle que soit la méthode utilisée, la fonction  $f(a/W)$  déterminée correspond à celle donnée par la norme ASTM E1820-22e1.



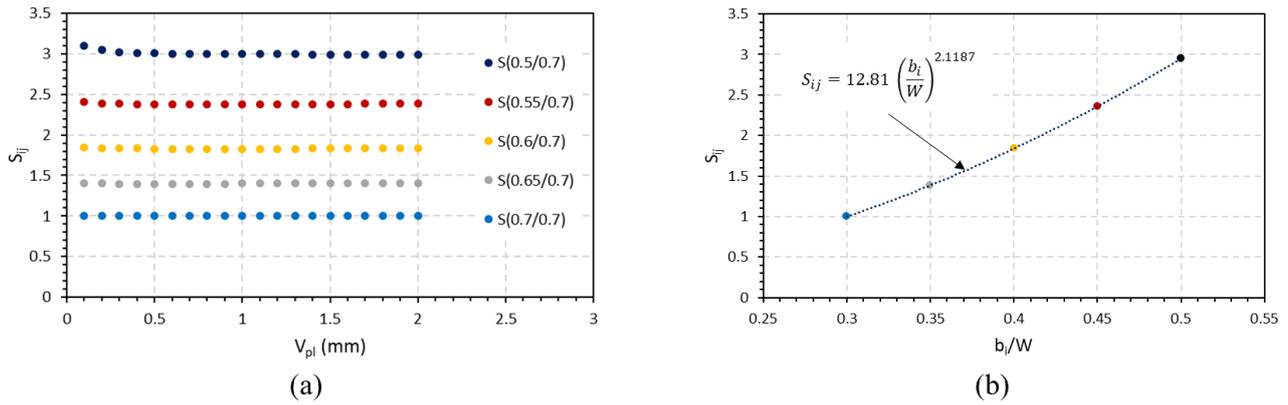
**Figure 141** Fonctions  $f(a/W)$  obtenues par l'équation donnée par la norme ASTM E1820, par la méthode de complaisance et par la méthode  $G_\theta$

#### Méthodes de détermination des facteur de plasticité $\eta_{pl}$ et $\gamma_{pl}$

Pour la détermination du facteur plastique  $\eta_{pl}$ , trois méthodes proposées dans la littérature sont appliquées à l'éprouvette  $C(T)$  pour validation :

- La première méthode est la méthode  $S_{ij}$ .

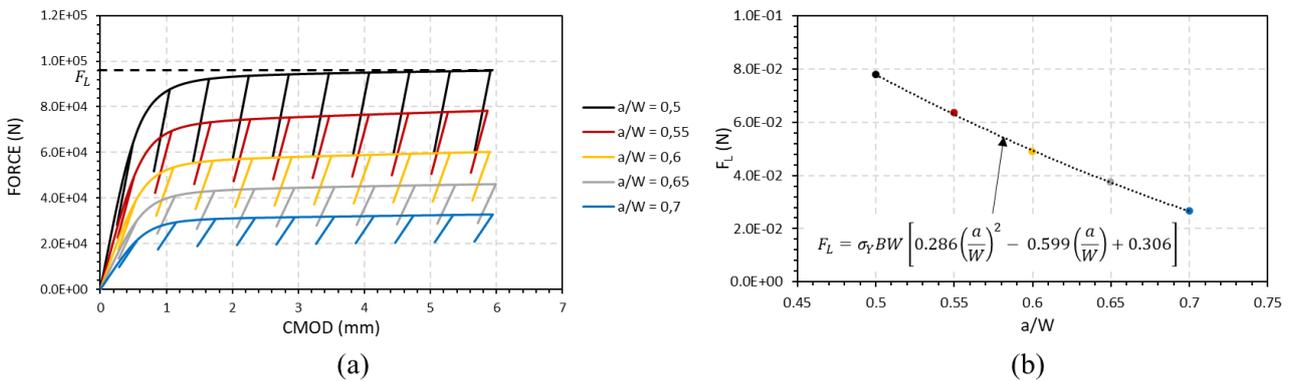
Cette méthode est proposée par Sharobeam et Landes [59], [60] pour déterminer le facteur  $\eta_{pl}$  pour des éprouvettes pour lesquelles  $\eta_{pl}$  ne dépend pas ou peu de la longueur de fissure tel que l'éprouvette  $C(T)$ . Le facteur de séparabilité  $S_{ij}$  est introduit. Ce facteur est le rapport de force entre deux éprouvettes de longueurs de ligaments normalisées  $b_i/W$  et  $b_j/W$  au même déplacement plastique  $V_{pl}$  (voir équation (16)). Dans le cas d'une fissure statique (cas des FEA élastoplastiques),  $S_{ij}$  est constant quel que soit  $V_{pl}$ . L'éprouvette de longueur de fissure  $a_j/W = 0,7$  est alors définie comme référence,  $b_j/W = 0,3$  est alors constant.  $S_{ij}$  est alors déterminé pour chaque éprouvette de longueur de fissure  $0,5 \leq a_i/W \leq 0,7$ . Les facteurs  $S_{ij}$  obtenus sont présentés sur la figure 142-a. L'évolution de  $S_{ij}$  en fonction de  $b_i/W$  peut être définie par une loi puissance dont l'exposant est  $\eta_{pl}$  (voir équation (17)).  $S_{ij}$  est alors tracée en fonction de  $b_i/W$  et ajustée par une fonction puissance et  $\eta_{pl}$  est déterminé (voir Figure 142-b).



**Figure 142** (a)  $S_{ij}$  en fonction de l'ouverture plastique (b)  $S_{ij}$  en fonction de  $b_i/W$

- La seconde méthode est la méthode de force limite «  $F_L$  » proposée par Sanyal et Samal [69].

Celle-ci consiste à effectuer des FEA de l'essai étudié pour la même plage de longueur de fissure normalisée (voir Figure 143-a). Cette fois-ci le modèle de comportement mécanique du matériau est élastoplastique (celui du T67-M2). La force maximale atteinte  $F_L$  pour une longueur de fissure statique est tracée en fonction de la longueur de fissure normalisée  $a/W$ . Une fonction polynomiale  $F_L(a/W)$  est ajustée (voir Figure 143-b) et le facteur  $\eta_{pl}$  est alors déterminé selon l'équation (19).

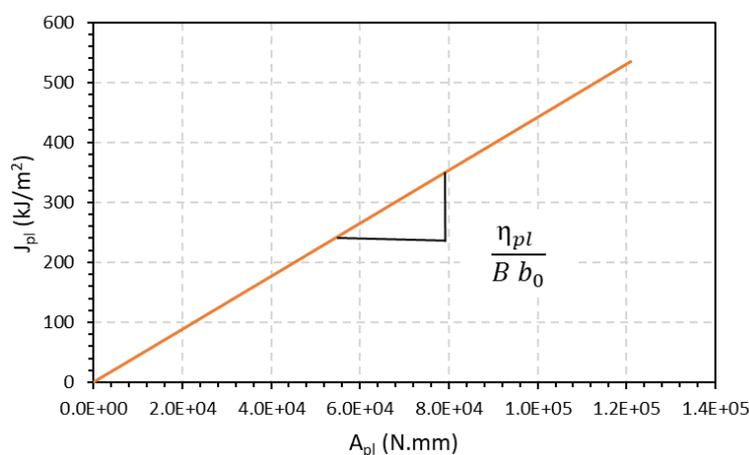


**Figure 143** (a) courbes force-CMOD élastoplastiques (b)  $F_L$  en fonction de  $a/W$

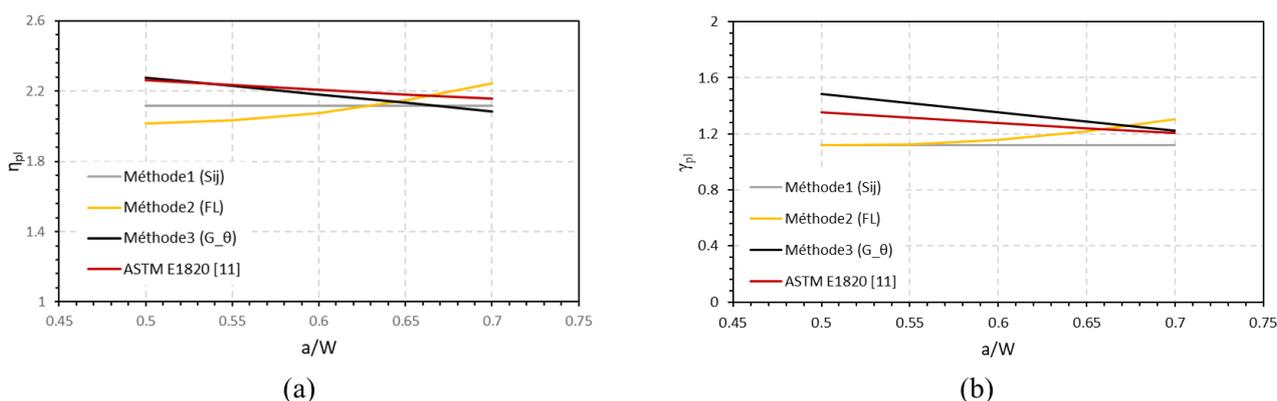
- La troisième méthode est la méthode  $G_\theta$ .

Celle-ci est basée sur le calcul de l'intégrale  $J$  d'un contour défini selon les conditions citées dans la section V.3.3 (voir Figure 81-a). L'intégrale  $J$  alors calculée est élastoplastique ( $J_{pl} > 0$ ) et connaissant  $f(a/W)$ , déterminés à partir des calculs élastique en utilisant la même méthode,  $J_{pl}$  est calculé en soustrayant  $J_{el}$  au  $J$  total déterminé par la fonction  $G_\theta$ . Etant dans le cas d'une fissure statique ( $a/W$  constant), la relation entre  $J_{pl}$  et l'aire plastique sous la courbe  $A_{pl}$  est linéaire (voir équation (6)) et  $\eta_{pl}$  peut être déterminé à partir de la pente de la droite  $J_{pl}$  en fonction de  $A_{pl}$  (voir Figure 144). L'exercice est répété pour différentes éprouvettes de longueurs de fissures normalisées différentes ( $0,5 \leq a/W \leq 0,7$ ) et les  $\eta_{pl}$  déterminés pour chaque éprouvette sont tracés en fonction de  $a/W$  est sont ajusté par une fonction polynomiale.

$\gamma_{pl}$  est ensuite déterminé pour chaque méthode selon l'équation (8). Les facteurs  $\eta_{pl}$  et  $\gamma_{pl}$  obtenus sont tracés avec ceux donné par la norme ASTM E1820-22e1 [11] (voir Figure 145). La "méthode  $G_\theta$ " semble être une méthode plus appropriée pour déterminer  $\eta_{pl}$  pour les éprouvettes  $C(T)$ .



**Figure 144** Courbe  $J_{pl}$  en fonction de l'aire plastique sous la courbe force-CMOD



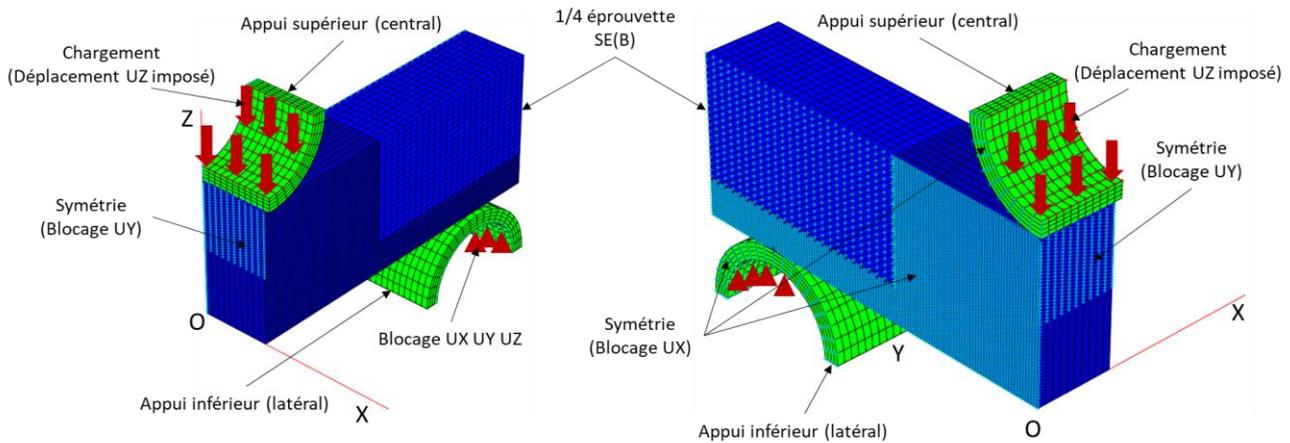
**Figure 145** (a)  $\eta_{pl}$  et (b)  $\gamma_{pl}$  , en fonction de  $a/W$  pour les différentes méthodes

### L'éprouvette Single Edge Bend $SE(B)$

Le même exercice est réalisé sur l'éprouvette  $SE(B)$ . Pour cette éprouvette-là, seule la méthode  $G_\theta$  est appliquée et validée pour la détermination de  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  car cette dernière donne une meilleure estimation de ces fonctions sur  $C(T)$ . De plus, c'est cette méthode qui a été utilisées pour déterminer ces fonctions géométriques pour l'éprouvette mPRNB, l'essai qui s'inspire de l'essai de flexion trois points sur  $SE(B)$ . Des simulations par éléments finis (FEA) de l'essai de flexion trois points sur éprouvette  $SE(B)$  sont alors réalisées dans la plage de  $a/W$  recommandée par la norme ASTM E1820-22e1 [11]. Les fonctions géométriques alors obtenues sont comparées à celles données par la norme pour être validées.

Le maillage FE avec les conditions aux limites et le chargement est présenté sur la figure 146. En raison des symétries, un quart de l'assemblage est modélisé à l'aide d'éléments hexaédriques linéaires quasi-incompressibles (ICC8). Le maillage étant assez raffiné autour de la pointe de fissure, ce type d'élément donne les mêmes résultats que les éléments hexaédriques quadratiques avec un temps de calcul réduit. Le maillage est

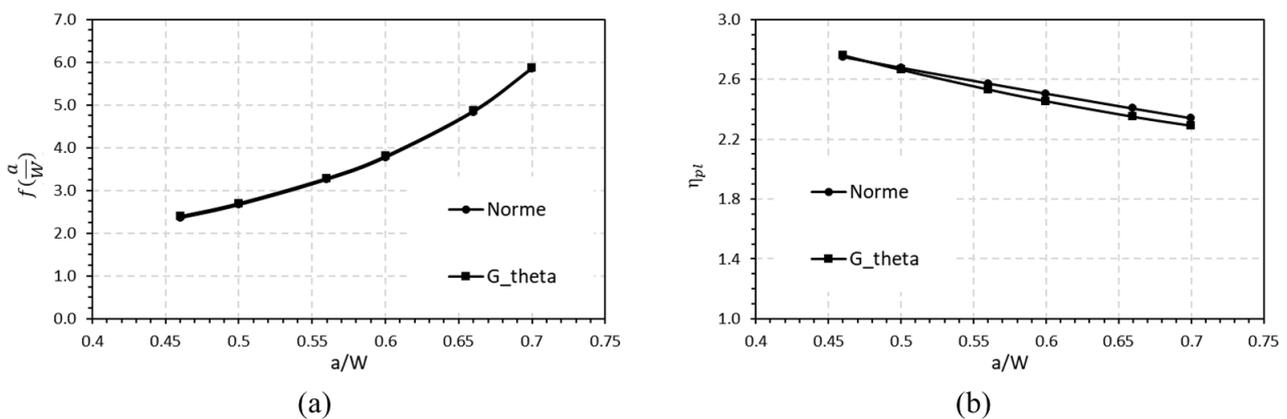
affiné autour de la pointe de la fissure pour obtenir une charge macroscopique convergente et une description détaillée du champ de contrainte et de déformation dans cette zone. L'éprouvette  $SE(B)$  est chargée en imposant un déplacement selon  $Z$  à tous les nœuds de la surface interne de l'appui supérieur comme indiqué sur la figure 146. Le déplacement de tous les nœuds de la surface interne de l'appui inférieur est bloqué dans toutes les directions (voir figure 146). Un contact avec un frottement nul est imposé entre l'éprouvette et les appuis pour éviter l'interpénétration des maillages et représenter la rotation libre de l'appui inférieur.



**Figure 146** Maillage et conditions aux limites du 1/4 d'éprouvette SE(B)

Le comportement élastoplastique du T67-M2 est utilisé. La contrainte d'écoulement est représentée par deux lois de type Voce. Le module d'Young est égal à 225 GPa pour l'éprouvette et les appuis. Le coefficient de Poisson est fixé à 0,3. Pour les calculs élasto-plastiques, l'écoulement plastique est supposé suivre le critère de plasticité de Von Mises.

Comme pour l'éprouvette  $C(T)$ , différents calculs éléments finis, avec un modèle de comportement mécanique élastiques et élastoplastique, sont réalisés dans la plage de longueurs de fissures normalisées  $0.47 \leq a/W \leq 0.7$ . Comme le montre la figure 147-a la fonction géométrique  $f(a/W)$  calculée par la méthode  $G_\theta$  et celle donnée par la norme sont superposées. Idem pour le facteur plastique  $\eta_{pl}$  comme le montre la figure 147-b.



**Figure 147** (a) Fonction géométrique en fonction de  $a/W$  (b) Facteur de plasticité en fonction de  $a/W$

Ces résultats permettent de valider encore une fois l'utilisation de cette méthode  $G_\theta$  pour la détermination des fonctions  $f(a/W)$  et  $\eta_{pl}$  pour l'éprouvette mPRNB qui s'inspire de l'éprouvette  $SE(B)$  avec un chargement en flexion trois points.

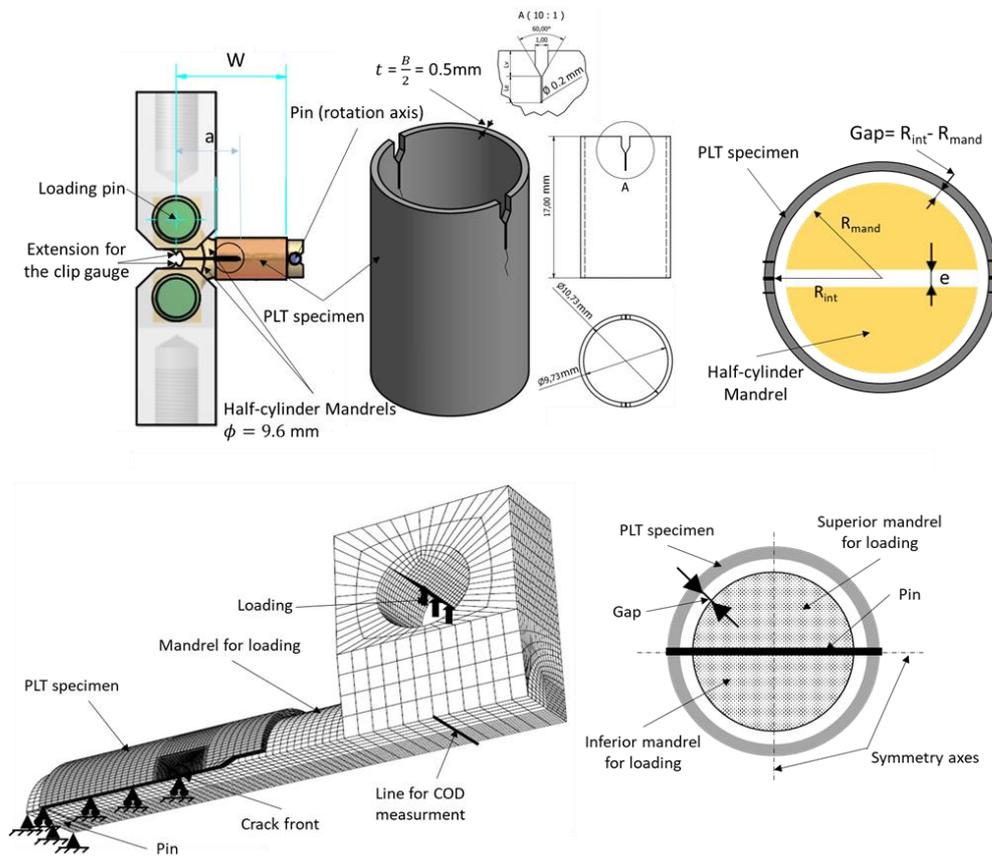
## Annexe 4. Comparaison essais PLT, PLT-Patin, X-Specimen et mPRNB

Dans cette annexe, les essais de ténacité sur éprouvette tubulaire ou extraite d'un tube mince trouvée dans la littérature ouverte et sélectionnés à l'issue de l'étude bibliographique ont été étudiés numériquement (par FEA) pour vérifier l'état de contrainte du ligament non rompu (surface de fissuration). Cette étude est réalisée dans le but de remédier au phénomène de flexion dans l'épaisseur constaté sur l'essai PLT. Les éprouvettes étudiées sont au nombre de quatre :

- l'éprouvette PLT, qui est l'essai de référence,
- l'éprouvette PLT-Patin, un concept d'éprouvette PLT modifié conçu de manière à éliminer le contact progressif constaté sur l'essai PLT,
- l'éprouvette X-specimen, proposée par Hsu *et al.* [75],
- l'éprouvette PRNB, proposée par Gubeljak *et al.* [73]. Celle-ci a été adaptée aux géométries gaines de combustible et est nommé mPRNB pour *miniaturized Pipe Ring Notched Bending*.

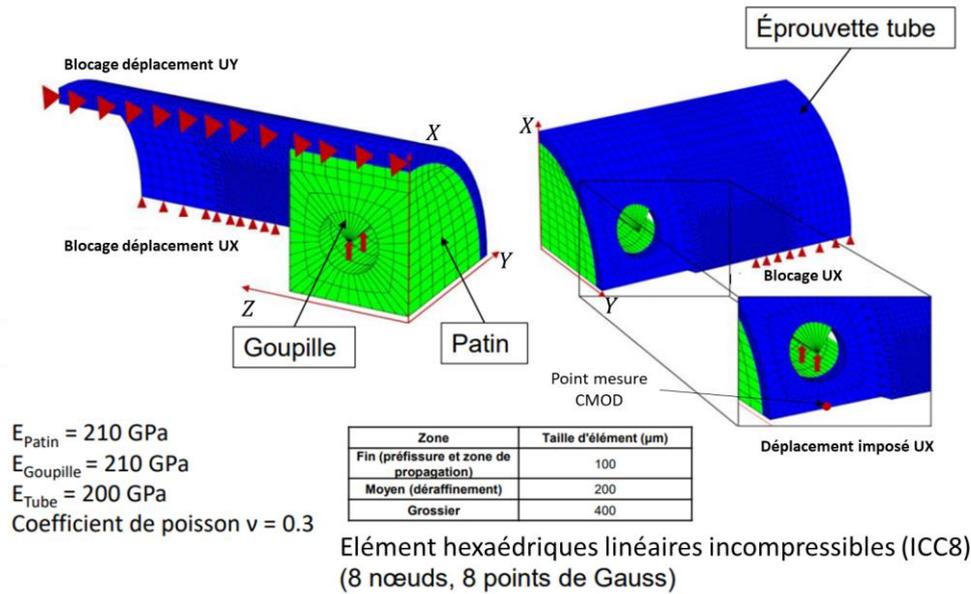
A l'issue de cette étude, l'essai présentant le champs contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  (contrainte normale à la surface de fissuration :  $\sigma_{xx}$  pour les éprouvettes PLT, PLT-Patin et X-specimen,  $\sigma_{yy}$  pour l'éprouvette PRNB) le plus homogène dans l'épaisseur et le plus proche de celui l'éprouvette standard dont l'essai est inspiré.

L'essai PLT tel que présenté sur le schéma figure 148 et décrit ci-dessus est simulé par élément finis (FEA), la procédure numérique est décrite dans la section 4.1 de l'article chapitre 0. Un modèle de comportement mécanique élastique est utilisé dans les FEA. Les propriétés élastiques de l'éprouvette sont données dans le tableau « Table 1 » de l'article. Comme précisé précédemment, cet essai est inspiré de l'essai de ténacité sur éprouvette  $C(T)$ .



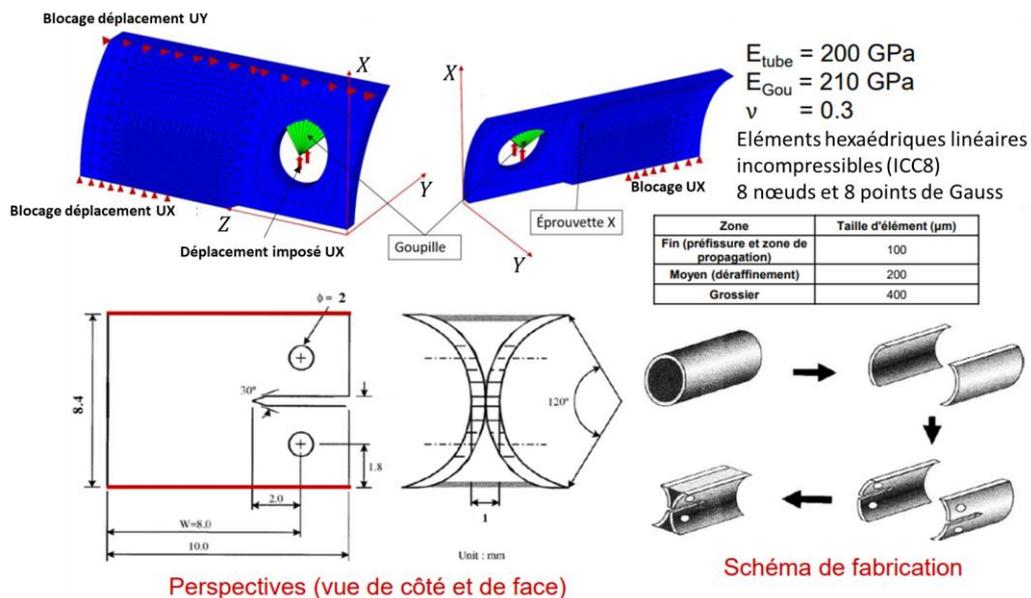
**Figure 148** Schéma et maillage élément finis de l'essai PLT

L'essai PLT-Patin est une version modifiée de l'essai PLT. En effet, dans le but de s'affranchir de la mise en contact progressive constatée sur l'essai PLT, les mandrins sont remplacés par un patin. Des trous de goupille sont usinés dans le patin et l'éprouvette afin d'y insérer une goupille pour charger l'éprouvette (voir Figure 149). Un quart de l'ensemble éprouvette-patin est maillé pour la FEA grâce aux symétries géométriques.



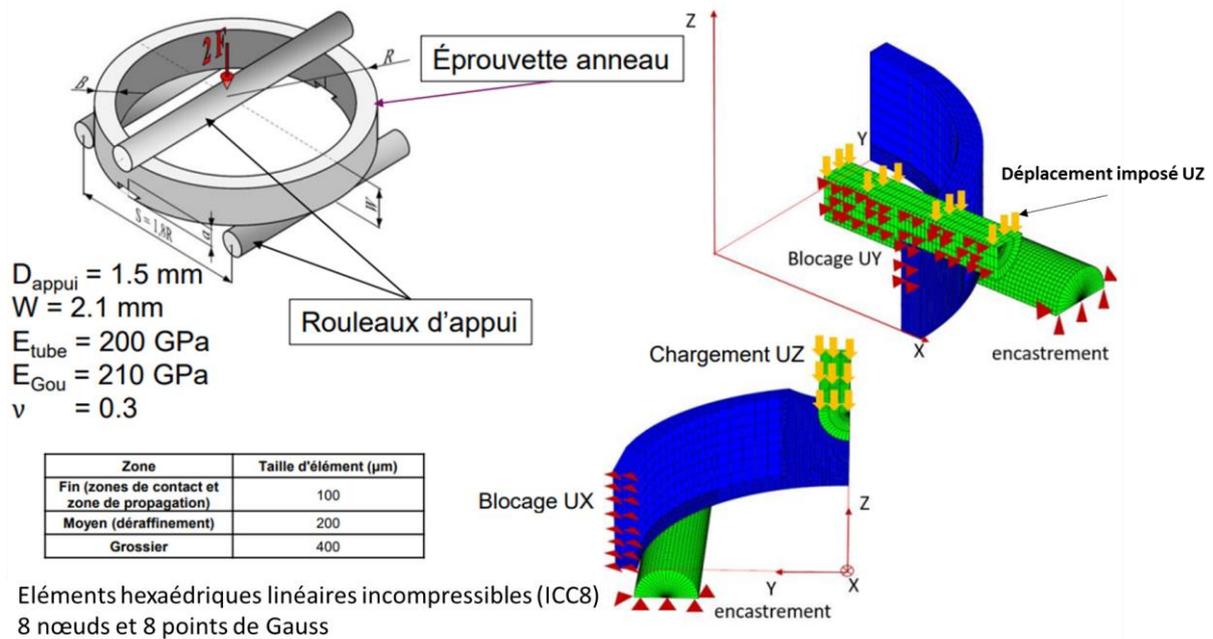
**Figure 149** Schéma et maillage élément finis de l'essai PLT-Patin

Cet essai a été proposé par Hsu *et al.* en 2002 [75] et est inspiré de l'essai de ténacité sur éprouvette C(T). Nommée *X-Specimen Test* ou éprouvette en X, le but de cet essai est de mesurer la résistance à la propagation de fissures axiales dans des tubes minces. La fabrication de l'éprouvette X-Specimen est schématisée sur la figure 150.



**Figure 150** Schéma et maillage élément finis de l'essai X-Specimen

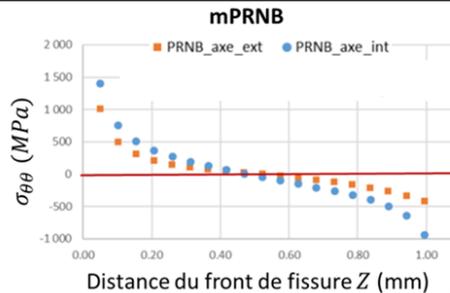
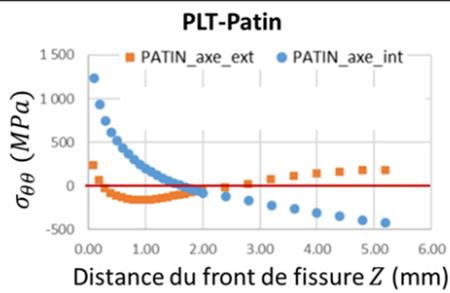
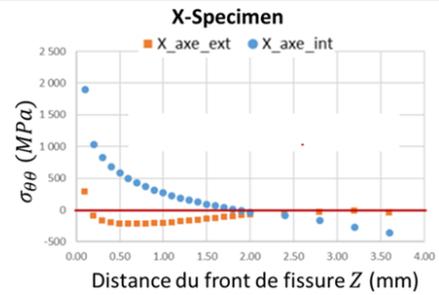
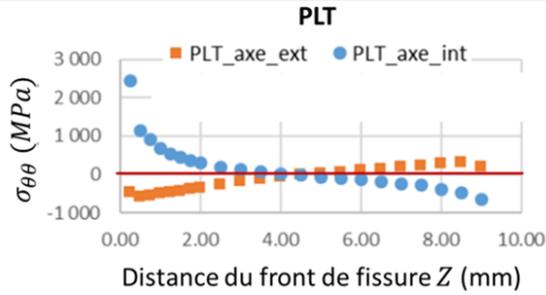
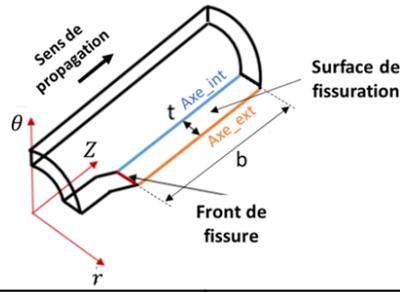
L'essai mPRNB, tel que présenté sur le Schéma figure 148 et décrit ci-dessus, est simulé par FE aussi. La procédure numérique est décrite dans la section V.3.1. Contrairement aux autres essais de ténacité sur tubes, cet essai est inspiré de l'essai de flexion trois points sur éprouvette *SE(B)*.



**Figure 151** Schéma et maillage élément finis de l'essai mPRNB

Pour toutes les éprouvettes, le maillage est affiné autour de la pointe de la fissure pour obtenir une charge macroscopique convergente et une description détaillée du champ de contrainte et de déformation dans cette zone. Les matériaux sont supposés élastiques dans les modèles FE de tous les essais. Les maillages, les conditions aux limites et les propriétés élastiques des matériaux sont présentés sur les figures 124, 125, 126 et 127 pour les éprouvettes PLT, PLT-Patin, X-Specimen et mPRNB respectivement.

La contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  le long du ligament au niveau de la paroi interne et la paroi externe des éprouvettes (nommé Axe\_int et Axe\_ext sur le schéma de la figure 152) est tracée en fonction de la distance par rapport au front de fissure. Le but est de vérifier si à une distance du front de fissure  $Z$  donnée  $\sigma_{\theta\theta}$  est la même en paroi interne qu'en paroi externe de l'éprouvette ou du moins de même signe. On constate alors que pour les essais PLT, PLT-Patin et X-Specimen, une flexion dans l'épaisseur a lieu avec la paroi interne en traction et la paroi externe en compression en amont du front de fissure pour  $Z \leq b/2$ . Au-delà, la tendance s'inverse pour les essais PLT et PLT-Patin avec la paroi interne en compression et la paroi externe en compression pour  $Z \geq b/2$ . Pour l'essai X-Specimen, la paroi interne est en compression aussi mais en paroi externe, la contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  est nulle. Seul, l'essai mPRNB ne présente pas de flexion dans l'épaisseur avec un ligament en traction pour  $Z \leq b/2$  et en compression pour  $Z \geq b/2$  sur toute l'épaisseur. Ces résultats justifient le choix l'essai mPRNB pour être étudié plus en détails, numériquement et expérimentalement, en parallèle de l'étude de l'essai PLT. Celui-ci est ensuite choisi pour tester les gaines de combustible en aciers ODS étudiées.



**Figure 152** Comparaison des profils de contrainte  $\sigma_{\theta\theta}$  le long de la surface de fissuration, en parois interne et externe, en fonction de la distance de la pointe de fissure des essais PLT, PLT-Patin, X-Specimen et mPRNB

## Annexe 5. Essais de traction réalisés durant la thèse

Cette annexe présente un tableau récapitulatif qui regroupe tous les essais de traction de type tuile et anneau réalisés sur les tubes de gainage combustible étudiés durant cette thèse avec les températures d'essais et les valeurs de la limite d'élasticité  $R_{p0,2}$ , la contrainte maximale  $R_m$ , l'allongement généralisé  $A_g$ , l'allongement total  $A$  ainsi que, lorsque déterminé, le coefficient de striction  $Z$  associés à chaque éprouvette (voir Tableau 17).

**Tableau 17** Essais de traction tuile anneau réalisés sur les tubes T73, T77 et T67-M2

Matériau	Type d'éprouvette	Ref éprouvette / Type essai	T (°C)	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	Ag (%)	A (%)	Z (%)
<b>Tube gaine Acier ODS 14% Cr (T73)</b>	<b>Tuile</b>	T73-06 / Traction	25	1071	1146	6.69	11.62	58.7
		T73-07 / Traction	25	1034	1085	3.94	8.21	56.1
		T73-08 / Traction	25	1009	1090	4.02	8.05	55.9
		T73-02 / Traction	400	866	895	0.87	5.93	48.6
		T73-03 / Traction	500	714	735	1.25	8.49	41.4
		T73-01 / Traction	550	644	661	0.39	20.91	50.1
		T73-11 / Traction	600	524	547	0.52	15.81	59.1
		T73-09 / Traction	650	439	451	1.23	22.13	62
		T73-10 / Traction	650	404	441	1.59	18.95	61.9
		T73-04 / Traction	700	358	365	1.57	14.01	52.2
		T73-05 / Traction	750	317	338	1.75	13.66	62.85
		T73-12 / Traction	750	314	335	1.92	10.8	62.1
	<b>Anneau</b>	T73-25 / Traction	25	987	1073	1.58	1.78	8.25
		T73-27 / Traction	25	1021	1098	1.55	2.17	10.05
		T73-28 / Traction	25	997	1076	1.21	1.45	12.67
		T73-17 / Traction	400	A<0.2%	748	0.16	0.19	9.25
		T73-18 / Traction	500	510	659	1.92	2.44	11.05
		T73-22 / Traction	550	439	494	2.68	5.27	27.62
		T73-31 / Traction	600	241	327	11.75	22.41	38.28
		T73-29 / Traction	650	170	256	15.24	24.48	40.50
		T73-30 / Traction	600	261	332	9.15	20.49	38.65
		T73-20 / Traction	700	136	208	8.53	13.02	40.43
T73-21 / Traction	750	113	186	10.82	16.28	37.02		
T73-23 / Traction	750	127	208	12.59	17.41	28.57		

<b>Tube gaine Acier non renforcé 14% Cr (T77)</b>	<b>Tuile</b>	T77-01 / Traction	25	591	612	1.34	7.47	
	<b>Anneau</b>	T77-04 / Traction	25	585	629	1.48	4.34	
<b>Tube gaine Acier ODS 9% Cr (T67-M2)</b>	<b>Tuile</b>	T67-14 / Traction	25	1023	1112	4.18	9.56	
		T67-15 / Traction	25	1022	1114	4.02	9.82	
		T67-01 / Traction	400	824	871	2.17	7.21	
		T67-02 / Traction	400	835	881	2.37	7.81	
		T67-03 / Traction	500	676	705	1.46	17.51	
		T67-04 / Traction	500	671	704	1.46	11.87	
		T67-05 / Traction	550	557	574	1.58	13.74	
		T67-06 / Traction	550	546	573	1.57	15.1	
		T67-07 / Traction	600	428	472	2.31	27.95	
		T67-09 / Traction	600	437	485	2.38	21.29	
		T67-12 / Traction	650	334	369	3.54	24.29	
		T67-13 / Traction	650	337	372	3.67	29.08	
		T67-10 / Traction	700	263	298	5.96	21.44	
		T67-11 / Traction	700	249	297	6.56	21	
<b>Anneau</b>	T67-21 / Traction	25	917	1059	3.38	11.52		
	T67-22 / Traction	25	894	1064	3.14	10.4		
	T67-24 / Traction	25	941	1054	3.11	10.86		
	T67-25 / Traction	25	825	1061	4.17	12.06		
	T67-28 / Traction	400	762	831	2.09	4.74		
	T67-29 / Traction	400	783	842	1.74	6.32		
	T67-30 / Traction	500	632	686	1.78	7.29		
	T67-31 / Traction	500	641	681	1.39	11.38		
	T67-32 / Traction	600	412	466	2.18	13.08		

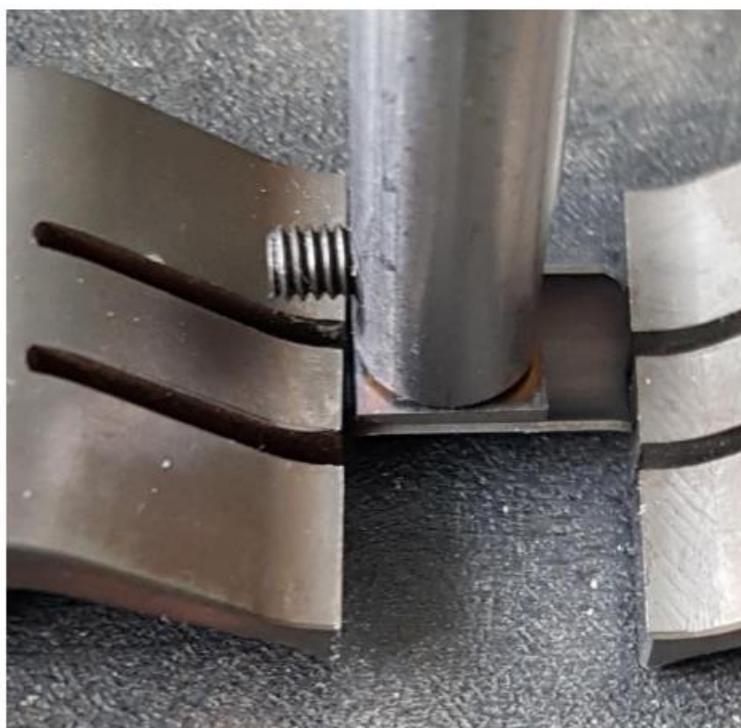
		T67-33 / Traction	600	429	483	2.1	11.98	
		T67-20 / Traction	650	315	372	2.86	11.25	
		T67-26 / Traction	650	275	349	3.68	7.41	
		T67-27 / Traction	650	305	358	2.98	10.33	
		T67-34 / Traction	700	256	302	3.51	10.06	
		T67-35 / Traction	700	269	310	2.95	11.23	

## Annexe 6. Rapport essais tribologiques

### 1. Introduction

Des essais ont été menés au Campus de Châlons-en-Champagne des Arts et Métiers ParisTech sur un tribomètre linéaire afin de déterminer le coefficient de frottement entre deux matériaux antagonistes (voir Figure 153). Lors des essais, des pions semi cylindriques en super alliage à base de Nickel d'appellation PER2U (matériau amarrages) ont été mis en contact sur les plans semi-cylindre creux de l'éprouvette en acier ODS 14%Cr (T73). Ces éprouvettes sont des chutes d'usinage des éprouvettes tuiles. Les conditions suivantes ont été adoptées :

- Vitesse de glissement de  $3 \mu\text{m.s}^{-1}$ ,
- Charge de 100 N,
- 9 essais à température ambiante, 2 essais à  $450 \text{ }^\circ\text{C}$  et un essai à  $650 \text{ }^\circ\text{C}$ ,
- Distance parcourue 4 mm.



**Figure 153** Photographie du montage avec le pion et plan juste avant le démarrage de l'essai

Le programme des essais à basse vitesse est détaillé dans le tableau 18. Le pion utilisé pour les essais oxydés a été mis dans un four à  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant 1h. Durant les essais, le coefficient de frottement a été enregistré. Pour chacun des trois états du pion, 3 essais ont été réalisés à la température ambiante. En plus de cela, un essai à  $450 \text{ }^\circ\text{C}$  a été réalisé sur le pion non revêtu. En plus des essais à l'ambiante, deux essais en température ont été réalisés sur le pion revêtu, à  $450 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $650 \text{ }^\circ\text{C}$ .

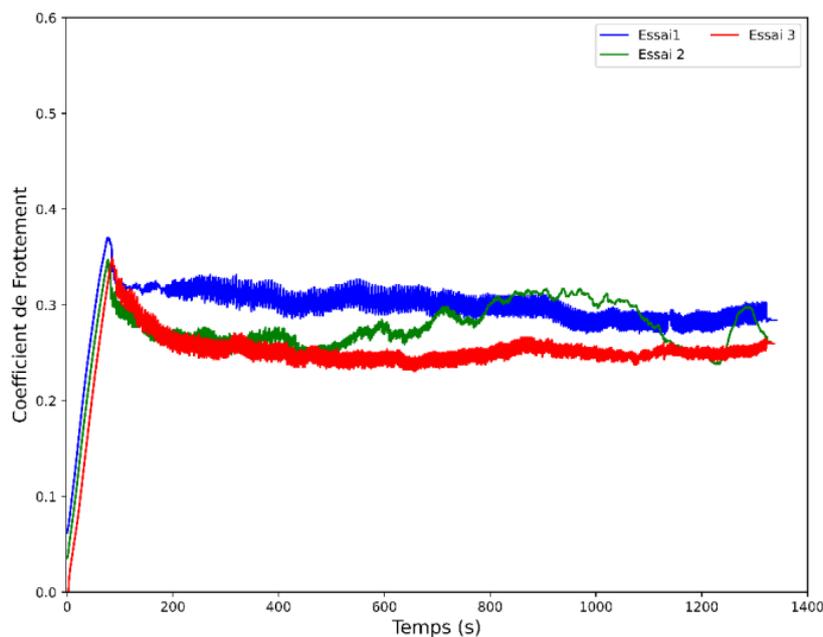
Tableau 18 Essais de frottement réalisés

Essais de frottement	Pion non revêtu	Pion oxydé	Pion revêtu
Eprouvettes	<ul style="list-style-type: none"><li>• 3 à <math>T_{\text{amb}}</math></li><li>• 1 à <math>450 \text{ }^\circ\text{C}</math></li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• 3 à <math>T_{\text{amb}}</math></li><li>• 1 à <math>650 \text{ }^\circ\text{C}</math></li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• 3 à <math>T_{\text{amb}}</math></li><li>• 1 à <math>450 \text{ }^\circ\text{C}</math></li></ul>

## 2. Résultats

### 2.1. Essais avec le pion non-revêtu

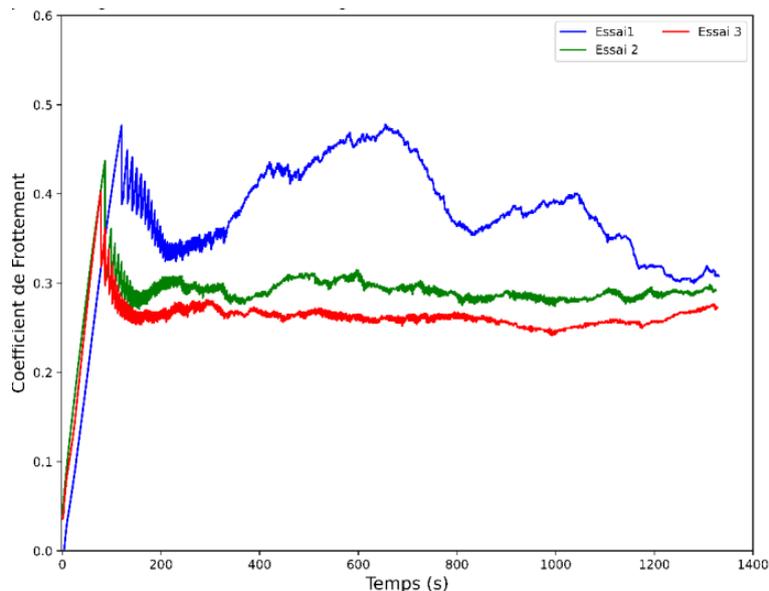
La figure 154 présente la courbe du coefficient de frottement en fonction du temps pour les trois essais. Cette courbe montre une courbe typique de coefficient de frottement en fonction du temps avec une phase d'augmentation du coefficient de frottement jusqu'à une valeur maximale correspondant au frottement statique suivi d'une légère chute pour atteindre une valeur stable correspondant au frottement dynamique. En effet, lorsque que l'on veut produire un glissement relatif, à une vitesse faible (de l'ordre de quelques  $\mu\text{m/s}$ ) le glissement ne se déclenche pas avant d'atteindre une force minimale appelé force de frottement statique. Mais une fois le glissement amorcé, la force de frottement dynamique ne varie quasiment plus. Ce que l'on observe bien sur cette figure. Les valeurs du coefficient de frottement statique sont très proches pour les trois essais et sont respectivement de 0.37, 0.35 et 0.35 pour les essais 1, 2 et 3, réalisés à la température ambiante. Le frottement dynamique est de 0.3, 0.28, 0.25 respectivement pour les essais 1, 2 et 3. La reproductibilité des essais est vérifiée, les trois courbes se superposant relativement bien. Cependant, la valeur du coefficient dynamique est légèrement différente entre les trois essais. Ceci peut être expliqué par des états de surface différents du pion qui a servi pour les trois essais. En effet, la différence vient sûrement de la modification de l'état de surface avec écrêtage de la micro rugosité : le running-in (ou rodage). Ce phénomène permet soit d'améliorer l'alignement des pièces en contact, soit d'améliorer l'état de finition de surface ou de générer un film de transfert. Dans le cas des essais, il s'agit de l'amélioration de l'état de surface. Des phénomènes dit de stick-slip (oscillations très rapide du signal) sont également visibles sur la figure 154 (mouvement en cascade glissement/adhérence/glissement/adhérence...). Durant la phase de stick, le coefficient de frottement augmente jusqu'à un certain seuil à partir duquel le pion glisse et libère l'énergie emmagasinée. Ce phénomène se produit juste après la diminution du coefficient de frottement vers la valeur dynamique et se produit jusqu'au bout. Excepté dans le cas de l'essai 2, ou ce phénomène s'arrête vers 500 secondes suivi d'une évolution du coefficient de frottement moins stable.



**Figure 154** Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour les essais réalisés avec le pion non-revêtu, à la température ambiante

## 2.2. Essais avec le pion oxydé

Pour ces essais, le pion a été oxydé à 500 °C durant 1h. Ces essais sont réalisés car, au fil des essais, les amarrages ont été soumis à différents cycles thermique et sont donc déjà oxydés. Cette essai avec pion oxydé est plus représentatif de la réalité. La figure 155 présente la courbe du coefficient de frottement en fonction du temps pour les trois essais (courbe typique de frottement). Le frottement statique est de 0.48, 0.44 et de 0.4 respectivement pour les essais 1, 2 et 3. Le frottement dynamique est de 0.38, 0.29, 0.26 respectivement pour les essais 1, 2 et 3. Comme précédemment ces différences sont probablement dues à une modification de l'état de surface du pion après chaque essai. La différence étant plus marquée entre l'essai 1 et les essais 2 et 3. Pour l'essai 1, les valeurs sont plus importantes et l'évolution du coefficient de frottement montre des fluctuations importantes dans la zone de frottement dynamique. Par contre, pour les essais 2 et 3, l'évolution du coefficient de frottement est similaire et les courbes sont proches. Durant l'essai 1, le pion subit une modification importante de l'état de surface (écrêtage de la micro rugosité) qui est moindre après l'essai 2. Ceci montre l'importance de l'état de surface (dégradé après oxydation) sur les valeurs du coefficient de frottement. Cet état de surface s'améliore d'un essai à l'autre et les valeurs obtenues après l'essai 3 sont comparables à celles obtenues avec l'essai 1 du pion non-revêtu. Une fois les phases de rodages passées, les pions oxydés et non revêtu présente un coefficient des coefficients de frottement équivalents. Enfin, comparés aux essais réalisés avec le pion non revêtu, les phases de stick-slip sont limitées au 300 premières secondes après avoir passé le pic du frottement statique.



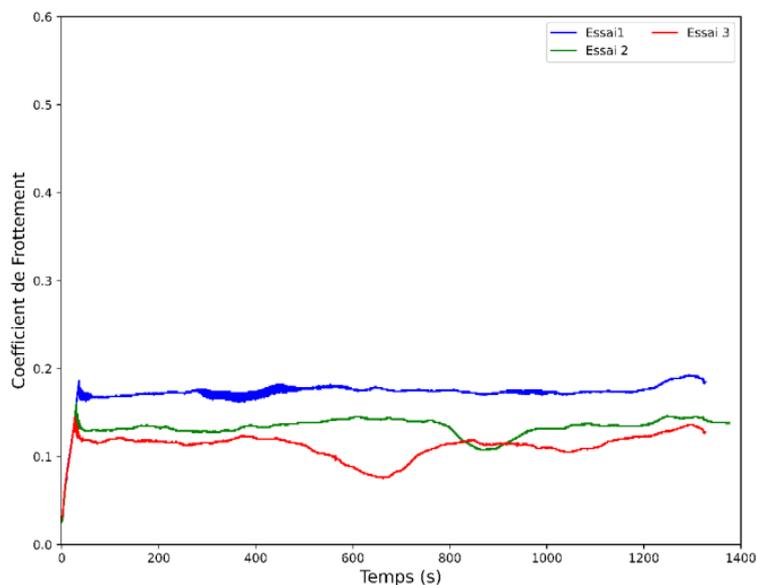
**Figure 155** Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour les essais réalisés avec le pion oxydé, à température ambiante.

## 2.3. Essais avec le pion revêtu

Des essais sur pion revêtu sont réalisés aussi. La figure 156 présente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour les essais réalisés avec le pion revêtu. Après polissage, un revêtement de  $3 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m}$  d'épaisseur de type TiAlN est appliqué par pulvérisation cathodique magnétron sur ce pion avant de réaliser les essais. Comme pour les essais précédents, une courbe typique de frottement est visible et la répétabilité est bien assurée.

Le frottement statique est de 0.23, 0.16 et de 0.15 respectivement pour les essais 1, 2 et 3. Le frottement dynamique est de 0.19, 0.13, 0.11 respectivement pour les essais 1, 2 et 3. La même tendance à la diminution

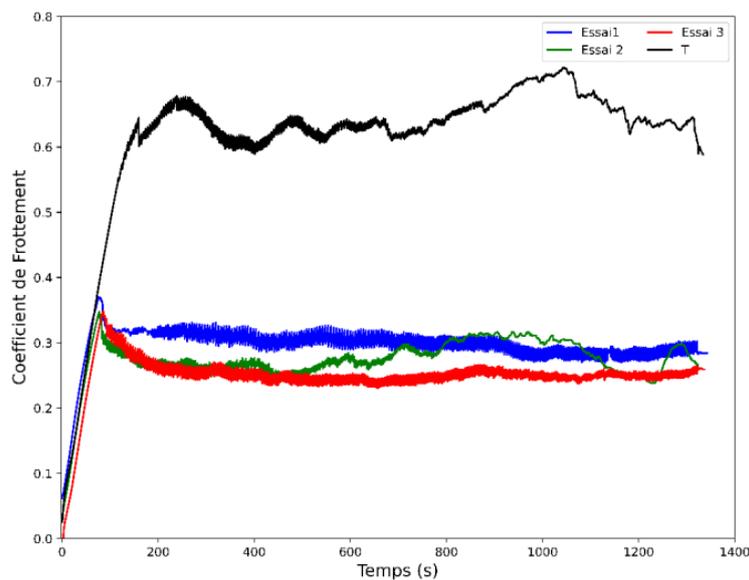
du coefficient de frottement entre chaque essai est également visible. Les signaux ne présentent pas de variations importantes ni de stick/slip. Il est également clair que le revêtement anti-friction joue bien son rôle et diminue d'un facteur 2 environ le coefficient de frottement par rapport aux essais avec les pions non-revêtu et oxydé.



**Figure 156** Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour les essais réalisés avec le pion revêtu, à température ambiante.

## 2.4. Essais à haute température

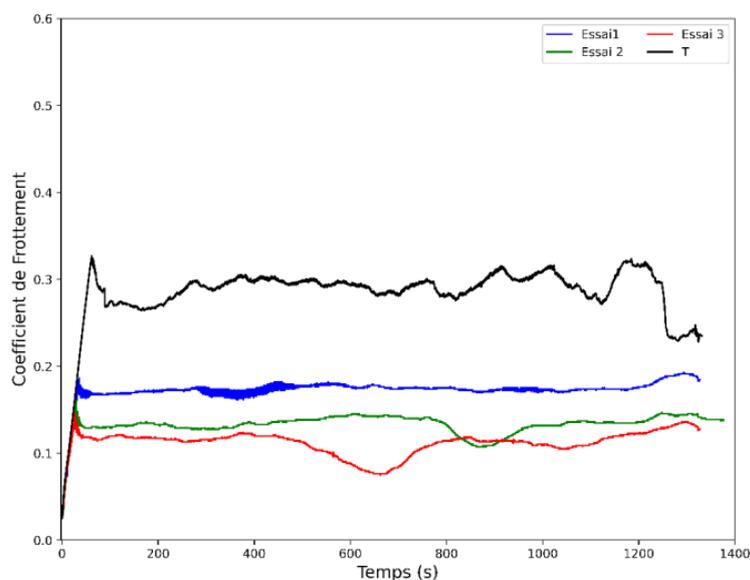
La figure 157 présente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour l'essai avec le pion non revêtu à 450 °C. Afin de comparer les résultats, les essais à température ambiante ont également été tracés sur cette figure.



**Figure 157** Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour les essais réalisés avec le pion non revêtu, à 450 °C.

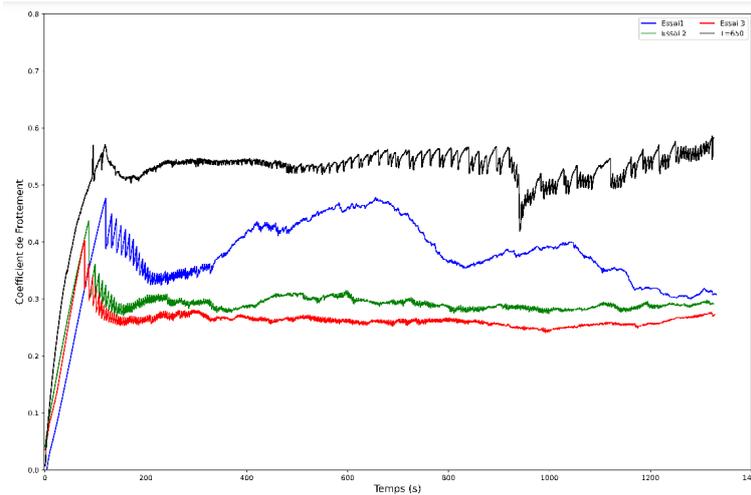
La courbe à 450 °C présente une évolution comparable : augmentation du coefficient de frottement jusqu'au pic de frottement statique puis une relative stabilisation du coefficient de frottement. Les valeurs sont de 0.64 pour le frottement statique et de 0.64 pour le frottement dynamique, quasiment le double par rapport aux essais à température ambiante. La dégradation du coefficient de frottement à température élevée est clairement visible et double comparée aux essais à température ambiante. De plus, l'évolution de la courbe (partie dynamique) à 450 °C présente des variations et est moins stable qu'à température ambiante.

L'essai à 450 °C avec le pion revêtu est présenté sur la figure 158. Comme précédemment, les essais à température ambiante sont également représentés. Comme pour les essais avec le pion non revêtu, le coefficient de frottement se dégrade à température élevée. Les coefficients de frottement statique et dynamique sont respectivement de 0.33 et de 0.29, valeurs qui restent inférieures aux valeurs obtenues à température ambiante avec le pion non revêtu.



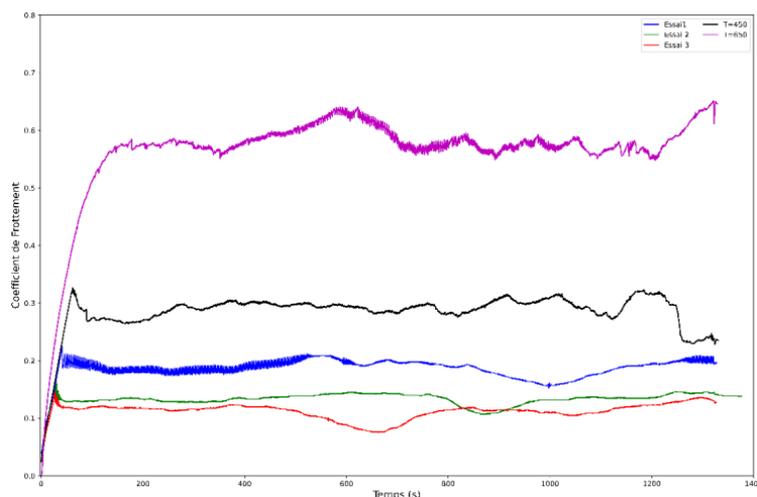
**Figure 158** Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour les essais réalisés avec le pion revêtu, à 450 °C.

La figure 159 présente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour l'essai avec le pion oxydé à 650 °C. Afin de comparer les résultats, les essais à température ambiante ont également été tracés sur cette figure.



**Figure 159** Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour les essais réalisés avec le pion oxydé, à 650 °C.

La courbe à 650 °C présente une évolution comparable, augmentation du coefficient de frottement jusqu'au pic de frottement statique puis une relative stabilisation du coefficient de frottement. Les valeurs sont de 0.57 pour le frottement statique et de 0.53 pour le frottement dynamique. La dégradation du coefficient de frottement à température élevée est clairement visible. De plus, l'évolution de la courbe (partie dynamique) à 650 °C présente, après une certaine distance parcourue (correspondant à  $t = 450$  s) des phénomènes de stick slip de plus en plus importants, faible amplitude entre 500 et 700 secondes, suivi d'une augmentation de ces amplitudes jusqu'à environ 950 secondes ou un phénomène se produit faisant chuter le coefficient de frottement. Par la suite le coefficient de frottement augmente (en gardant les phénomènes de stick slip) jusqu'à la valeur avant la chute. L'essai à 650 °C avec le pion revêtu est présenté sur la figure 160. Sur la figure 160 sont représentés les essais à température ambiante et les deux essais à 450 et 650 °C. Le coefficient de frottement se dégrade avec la température qui augmente. Les coefficients de frottement statique à 450 et 650 °C sont respectivement de 0.33 et de 0.57 et les coefficients de frottement dynamique sont respectivement de 0.29 et 0.57 à 450 et 650 °C. Une dégradation du coefficient de frottement avec la température est visible. Cette dégradation est beaucoup plus importante à 650 °C. Cependant, comparé aux essais haute température avec le pion oxydé, l'évolution du coefficient de frottement est plus stable. Les phénomènes de stick slip sont très faibles voire quasiment absents. La dégradation importante du coefficient de frottement peut-elle être due à un couplage entre l'effet de température et des éventuelles effets de bords ou usure de la contre-pièce ? Des essais avec de nouveaux pions et contre pièce permettrait d'assurer la répétabilité et d'annuler les phénomènes autres que l'effet de la température.



**Figure 160** Evolution du coefficient de frottement en fonction du temps pour les essais réalisés avec le pion revêtu, à 450 °C et 650 °C.

### 3. Conclusion

Ces essais tribologiques nous ont permis de déterminer le coefficient de frottement entre les mandrins d'amarrage, représentés par les pions usinés dans le même matériau, et l'éprouvette pour nos essais de traction sur anneau et PLT. Les coefficients de frottement dynamiques déterminés au cours de cette étude sont présentés sur le tableau 19.

Les essais à température ambiante avec le pion oxydé nous ont permis de déterminer le coefficient de frottement correspondant aux réelles conditions de nos essais de traction sur anneau et de ténacité PLT car les mandrins d'amarrage ont été oxydés au fil des essais réalisés avec à haute température (jusqu'à 750 °C). Ce coefficient de frottement est donc pris égal à 0.3 pour simuler par éléments finis les essais de traction anneau et de ténacité PLT.

**Tableau 19** Résultats de tous les essais tribologiques (coefficients de frottement dynamique)

Essais de frottement		Pion non revêtu	Pion oxydé	Pion revêtu
Température ambiante	<b>Valeurs essais</b>	0.3	0.38	0.19
		0.28	0.29	0.13
		0.25	0.26	0.11
	<b>Moyenne</b>	0.28	0.31	0.13
450°C		0.64		0.29
650 °C			0.57	

Les essais avec pion revêtu nous ont montré que le revêtement lubrifiant ne permet pas d'avoir un coefficient de frottement proche de 0 mais le diminue de plus de 50% (autour de 0.13). Sachant qu'il serait délicat d'assurer l'intégrité du revêtement des amarrages lors de leur manipulation et lors des successions d'essais à haute température (coefficient de frottement pouvant évoluer), ce résultat à mener au choix de réaliser les essais sur les amarrages non-revêtus. Dans ce cas il est conseillé d'oxyder les amarrages si le montage est neuf afin d'éviter une évolution du coefficient de frottement au cours des essais de traction sur anneau ou de ténacité PLT.

Les essais à 450 °C et à 650 °C nous ont permis de confirmer que ce coefficient de frottement dépend de la température d'essai et de réfléchir à développer un second essai moins dépendant du coefficient du frottement. Il aurait fallu simuler les essais de traction et de ténacité à toutes les températures pour déterminer la fonction de complaisance car la rigidité dépend du coefficient de frottement et que ce dernier varie beaucoup (du simple au double) entre la température ambiante et 650 °C. Au final, il est constaté, sur les simulations par éléments finis de l'essai PLT à différents coefficient de frottement, que  $C(a/W)$  évoluent très peu entre 0,3 et 0,6 de coefficient de frottement.

## RÉSUMÉ

---

Les aciers renforcés par dispersion d'oxydes (Aciers ODS) sont envisagés pour le gainage combustible des réacteurs de 4<sup>ème</sup> génération, mais leur ductilité est limitée. Il est donc essentiel de caractériser leur ténacité pour dimensionner correctement les composants de gainage et garantir leur bon fonctionnement.

Cependant, la mesure de la ténacité des alliages ductiles nécessite l'utilisation d'éprouvettes suffisamment épaisses selon le front de fissure pour assurer des conditions de confinement plastique et de triaxialité maximale. Les tubes minces étudiés (10.73 mm de diamètre externe, 0.5 mm d'épaisseur) ne répondent pas à ces conditions. Leur ténacité peut donc dépendre à la fois du matériau et de sa géométrie.

Des essais de ténacité ont déjà été réalisés au CEA sur des aciers ODS, mais avec des éprouvettes prélevées sur des produits semi-finis (barres). Les étapes finales de fabrication induisent une modification irréversible de la microstructure des tubes ODS, justifiant, avec la faible épaisseur des composants, la nécessité de les caractériser dans leur géométrie finale.

L'étude vise à développer des essais de ténacité pour caractériser la résistance à la propagation de fissure dans des tubes minces, en particulier pour les gaines de combustible en aciers ODS. Un dialogue entre l'expérience et la simulation par éléments finis a été utilisé pour atteindre cet objectif.

Pour cela, des essais de traction sur tuiles et anneaux ont caractérisé le comportement mécanique des matériaux à différentes températures, et ces données ont été utilisées dans les simulations par éléments finis des essais de ténacité sur les tubes étudiés. Les simulations ont également permis de déterminer les fonctions géométriques nécessaires pour calculer les composantes élastiques et plastiques de l'intégrale J. Deux essais ont été comparés, numériquement et expérimentalement, avant de sélectionner le mieux adapté pour mesurer la ténacité des gaines de combustible à température ambiante et à haute température.

## MOTS CLÉS

---

Ténacité, Acier ODS, Tube mince, Gaine de combustible

## ABSTRACT

---

Oxide Dispersion Strengthened steels (ODS) are being considered for the fuel cladding of fast neutron reactors, but they exhibit limited ductility. It is crucial to characterize their fracture toughness to ensure their performance. However, measuring the fracture toughness of ductile alloys requires using specimens with sufficient thickness according to the crack front to ensure plastic confinement and maximum triaxiality. The thin tubes under study (10.73 mm outer diameter, 0.5 mm thickness) do not meet these conditions. Therefore, their fracture toughness can depend on both the material and its geometry.

Fracture toughness tests have already been conducted on ODS steels at CEA, but with specimens taken from semi-finished products (bars). Whereas, the final manufacturing steps lead to irreversible changes in the microstructure of ODS steel tubes, which, added to the thinness of the component, justify the need to characterize them in their final geometry.

The study aims to develop a fracture toughness test to assess crack propagation resistance in thin walled tubes, especially for ODS steel fuel cladding. An approach involving both experimental tests and finite element simulations was used to achieve this goal.

To accomplish this, tensile tests on tile and ring specimens were used to characterize the mechanical behavior of the materials at different temperatures. These data were then incorporated into finite element simulations of the studied fracture toughness tests on thin walled tubes. The simulations also allowed the determination of the necessary geometric functions to calculate the elastic and plastic components of the J integral. Two tests were compared, both numerically and experimentally, before selecting the one suitable for measuring cladding toughness at room and high temperatures.

## KEYWORDS

---

Fracture toughness, ODS steel, Thin walled tube, Fuel cladding