



HAL
open science

Caractérisation a l'échelle locale des propriétés mécaniques en rupture du matériau modèle du combustible irradié

R. Henry, I. Zacharie-Aubrun, J.M. Gatt, C. Langlois, S. Meille

► **To cite this version:**

R. Henry, I. Zacharie-Aubrun, J.M. Gatt, C. Langlois, S. Meille. Caractérisation a l'échelle locale des propriétés mécaniques en rupture du matériau modèle du combustible irradié. GFC 2018 (Journée annuelle du Groupe Français de la Céramique), Mar 2018, Pessac, France. cea-02339112

HAL Id: cea-02339112

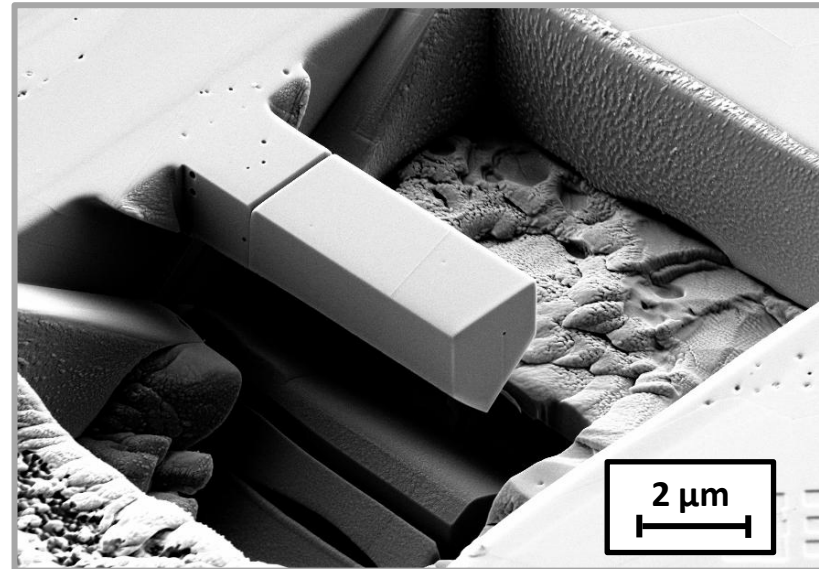
<https://cea.hal.science/cea-02339112>

Submitted on 13 Dec 2019

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

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

*Caractérisation à l'échelle locale des propriétés
mécaniques en rupture du matériau modèle du
combustible irradié*



R. HENRY ¹, I. ZACHARIE-AUBRUN ², J.M. GATT ², C. LANGLOIS ¹, S. MEILLE ¹

¹ INSA-Lyon, MATEIS CNRS UMR 5510, 69621 Villeurbanne, France

² CEA, DEN, DEC, Cadarache, 13108 St Paul Lez Durance, France



I. Contexte

1. *Le combustible nucléaire et sa modélisation*
2. *Propriétés mécaniques à l'échelle micrométrique*
3. *Stratégie et objectifs*

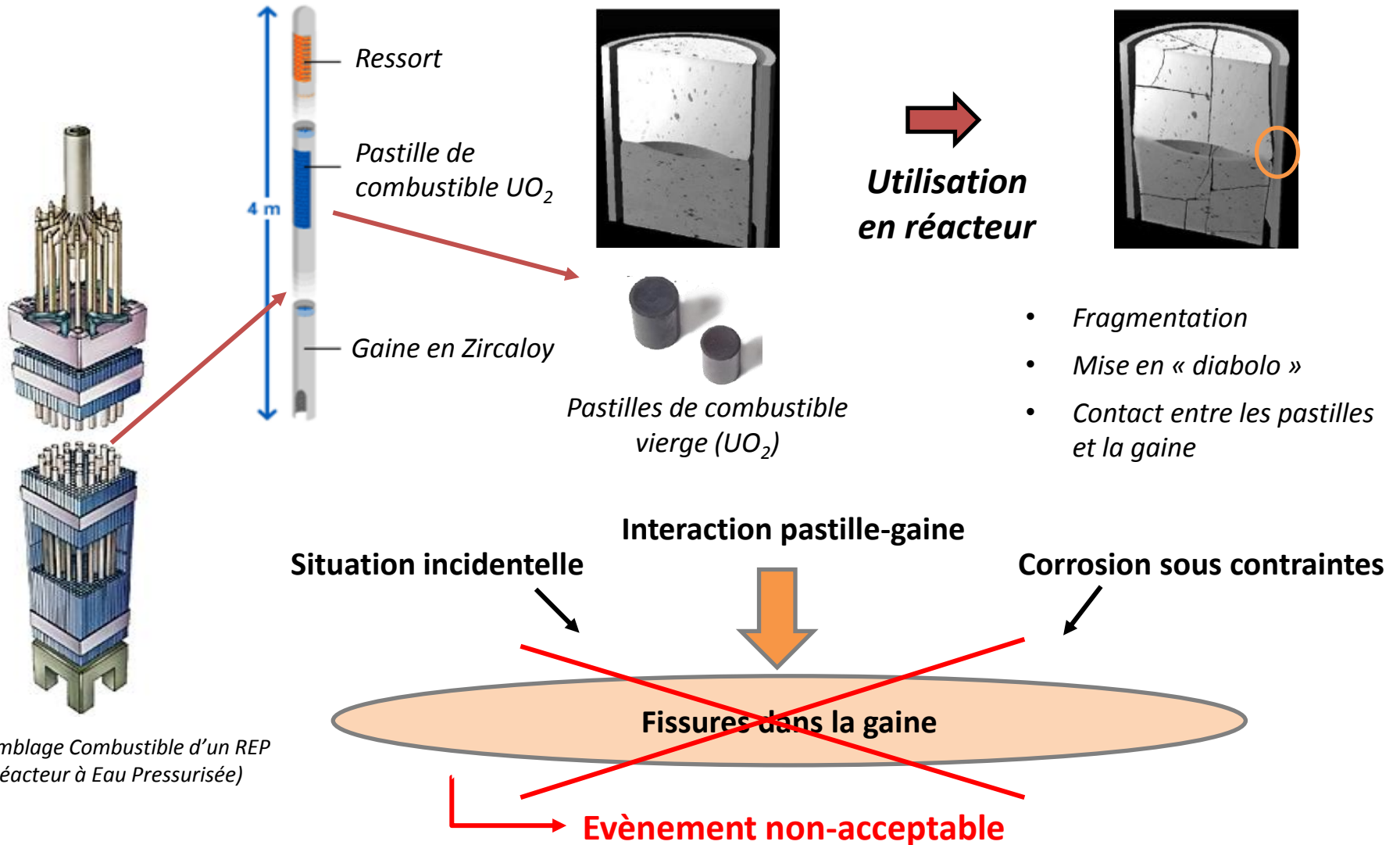
II. Approche expérimentale et numérique

1. *Modélisation numérique*
2. *Préparation des éprouvettes*
3. *Sollicitation mécanique*

III. Résultats : ténacité de la zircone 8Y-FSZ

1. *Résultats de la littérature*
2. *Mesure de ténacité*

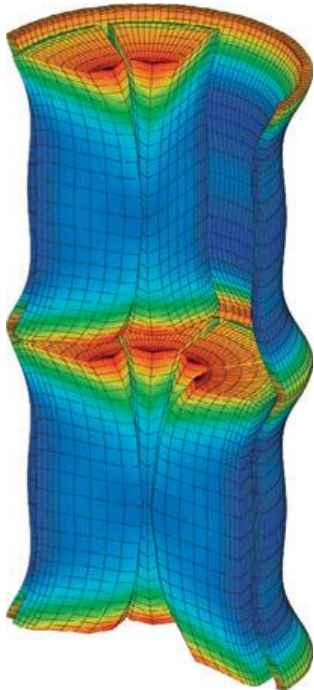
IV. Conclusion et perspectives



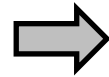
Assemblage Combustible d'un REP (Réacteur à Eau Pressurisée)

Bonne compréhension du comportement requise

➔ Modélisation numérique



Modélisation de la localisation des contraintes dans la gaine et les pastilles de combustible (Réacteur à Eau Pressurisée)



Modélisation du combustible :

- Viscoplasticité à cœur
- Fragile en périphérie

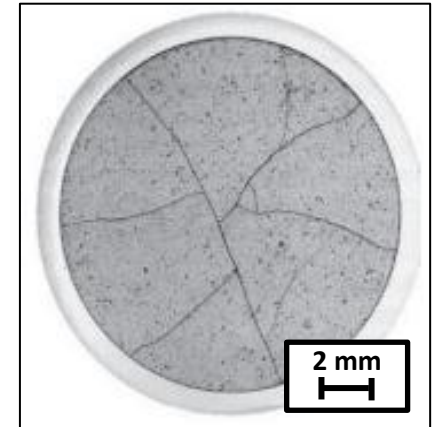
Quand apparait la fissure?
Comment se propage-t-elle ?

➔ Valeurs expérimentales nécessaires

➔ Besoin de valeurs de ténacité (K_{IC}) et de contrainte à rupture (σ_R)

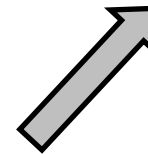
Combustible irradié

➤ Fissuré



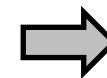
Micrographie optique d'une section de pastille irradiée

Impossible d'usiner des éprouvettes macroscopiques



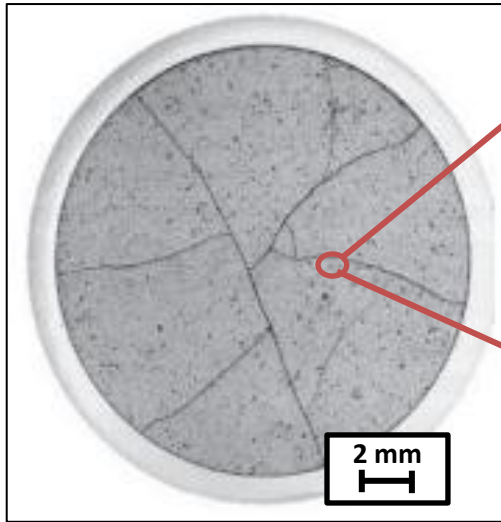
Combustible vierge

➤ OK

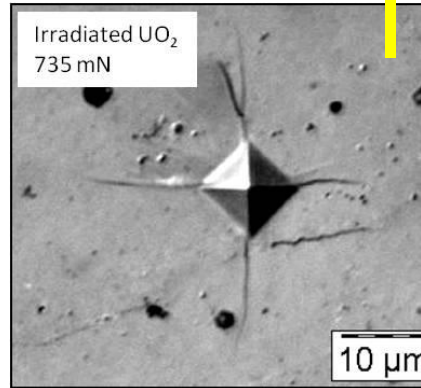


Essais μ -métriques

- Eviter les pores et les fissures
- Mesurer les « vraies » propriétés



Micrographie optique d'une section de pastille irradiée



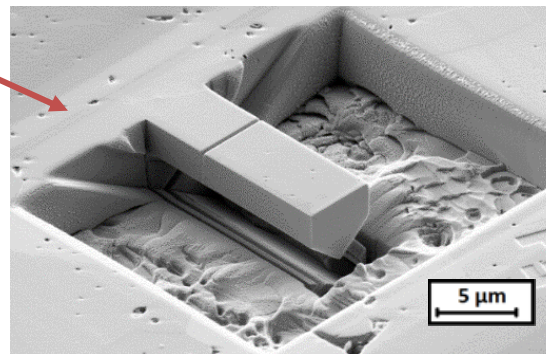
Indentation Vickers sur UO_2 irradié

Indentation

- Solution pratique
 - Etudiée précédemment (N. Leroux; Post-doc)
- Une calibration est nécessaire

Flexion de μ -échantillons entaillés

1^{ère} étape : Mise en place et validation de la méthode



μ -échantillon pré-entaillé pour mesures de ténacité (ZrO_2)

- Plus proche du test de flexion
- Fabrication au MEB/FIB
- Sollicitation avec un nano-indenteur
- Modélisation numérique requise

Mettre en place un protocole de mesure par flexion de μ -éprouvette

Spécifications :

- Taille : $\approx 10 \mu\text{m}$ de long et qq μm de haut et de large

Valider la méthode
Sur un matériau avec :

Propriétés
connues

Propriétés
proches de l' UO_2

8Y-FSZ

Zircone cubique
avec 8 mol% d'Y

Essais sur des plans
cristallographiques

**flexion de μ -éprouvettes :
différentes familles de plans
cristallographiques de la zircone 8Y-FSZ**

	UO_2 (Vierge)	ZrO_2 8Y-FSZ
Groupe d'espace	$\text{Fm}\bar{3}\text{m}$	$\text{Fm}\bar{3}\text{m}$
Paramètre de maille (nm)	0,547	0,517
Taille de grains (μm)	≈ 12	≈ 10
Densité ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	10,97	6,1
Porosité	$\approx 5 \%$	$\approx 7 \%$
Constantes élastiques (macroscopique)	E = 194 GPa Nu = 0,30	E = 160 GPa Nu = 0,30
Contrainte à rupture (25°C) (MPa)	$\approx 100 - 150$	≈ 180
Ténacité ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$)	≈ 1	$\approx 3,5$

Modélisation numérique : pourquoi ?

- Calculer la ténacité
- Ajuster le calcul aux dimensions de l'éprouvette
- Pouvoir modifier le calcul :
 - D'autres propriétés (plasticité, anisotropie...)
 - D'autres géométries (entaille chevron ...)
- Optimiser les essais



1st étape : profondeur d'entaille = a

P_c appliquée → Energie élastique E_1

2nd étape : profondeur d'entaille = $a + da$

P_c appliquée → Energie élastique E_2

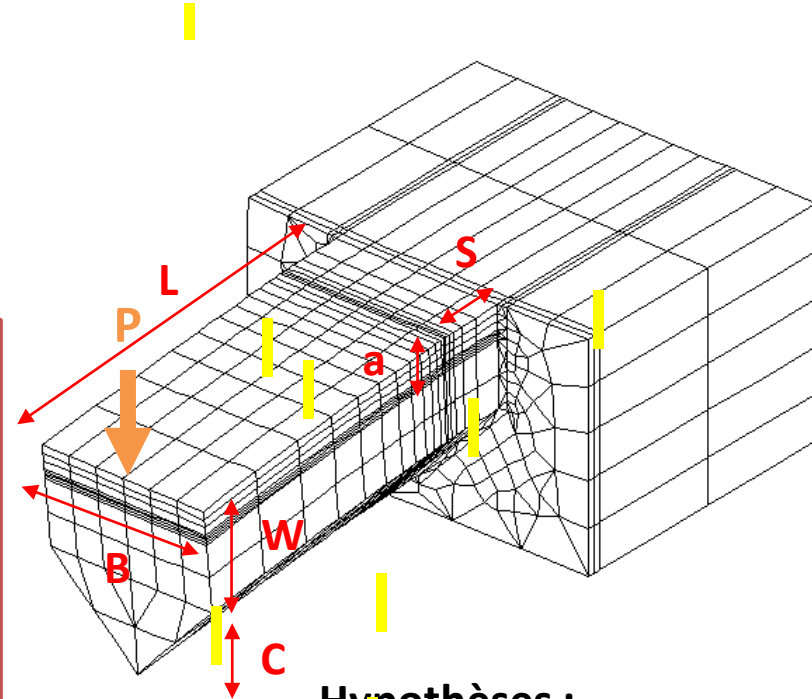
Taux de libération d'énergie :

$$G = \frac{E_1 - E_2}{B \cdot da}$$

Ténacité :

$$K_{IC} = \sqrt{G \cdot E'}$$

Modélisation par Eléments Finis (Cast3m® (CEA, France))



Hypothèses :

- Matériau fragile (élastique jusqu'à rupture)
- Entaille parfaite

Entrées du calcul :



- Force à rupture
- Dimensions de la μ -poutre et de l'entaille

Usinage FIB avec des ions Ga⁺ 30 kV

Zeiss Nvision 40

Mesures des dimensions

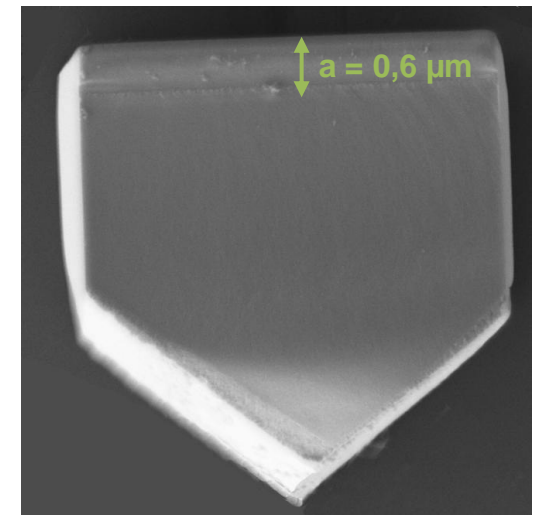
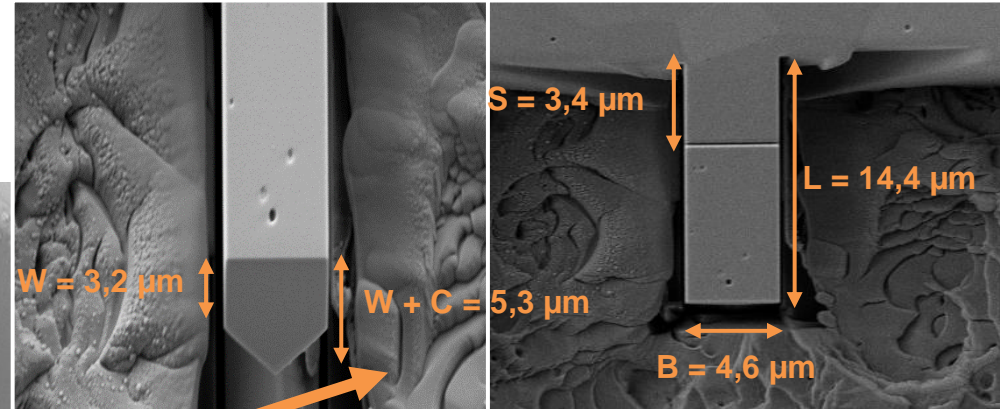
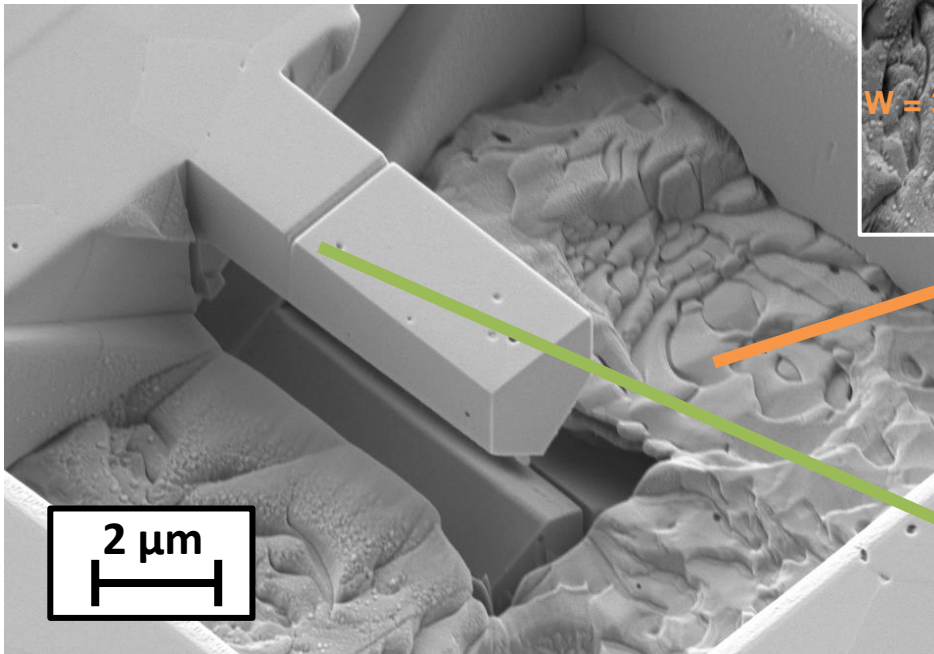


Image MEB d'une μ -poutre pré-entaillée dans 8Y-FSZ

Mesure de profondeur d'entaille

➤ Après rupture

Sélection de plans cristallographiques

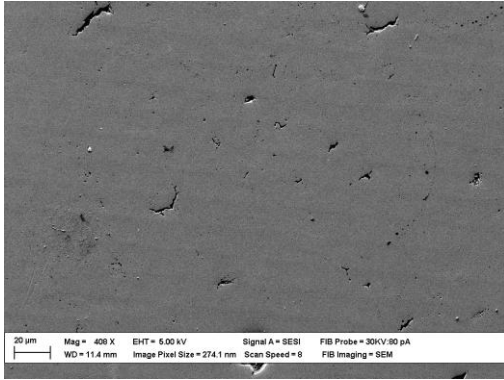
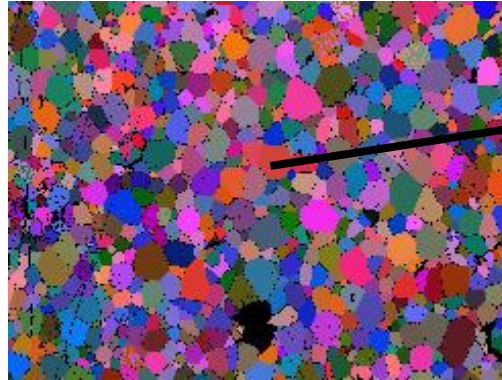
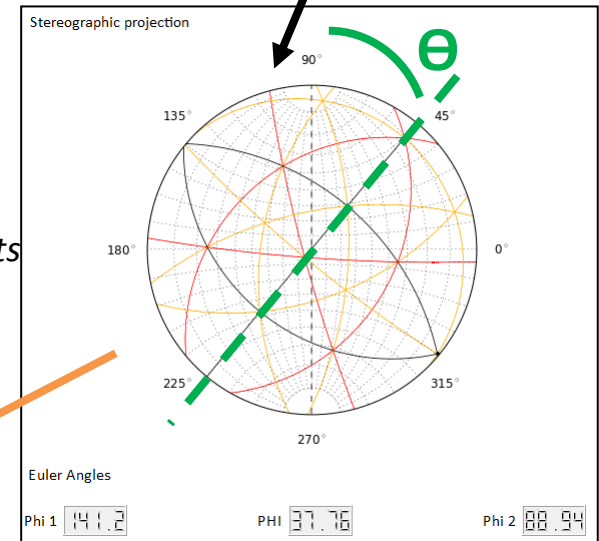


Image MEB de la zone cartographiée

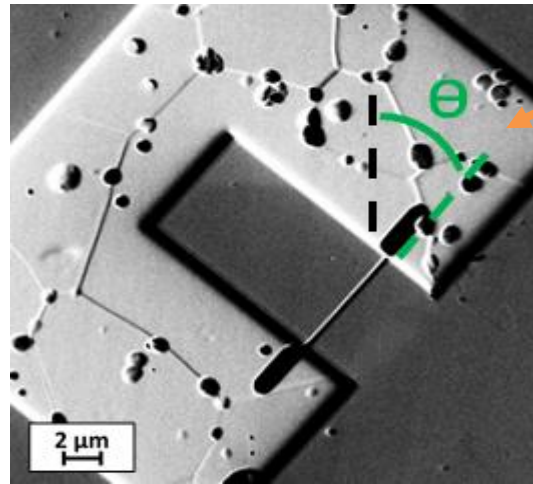


Cartographie EBSD

Sélection d'un grain convenable



Faire l'entaille en 1^{er} permet d'éviter les effets de bords : le fond est rectiligne



Projection stéréographique

→ Le plan visé est normal à la surface de l'échantillon

1. Usinage de l'entaille dans le plan sélectionné

2. Fabrication de la poutre autour de l'entaille

Attention !

→ Il faut suivre la forme du grain pendant l'usinage

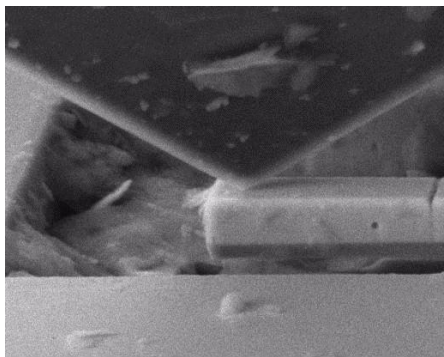
Force à rupture mesurée avec un nano-indenteur

- *Ex situ* : Agilent Technologies G200



Micrographie optique d'une poutre visée

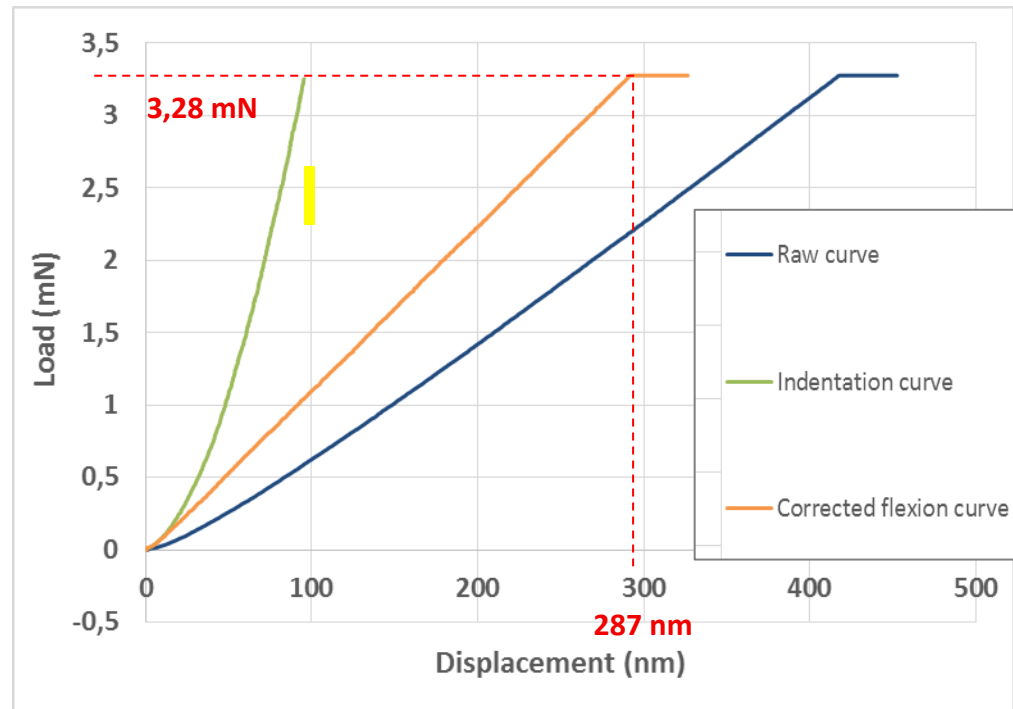
- *In situ* : Hysitron PI 85L PicoIndenter



Images MEB de flexion in situ

Correction de l'indentation effectuée

- Soustraction de la courbe d'indentation à la courbe brute



Courbe force-déplacement linéaire

- Comportement élastique jusqu'à rupture

Ténacité de la zircone cubique 8Y-FSZ : Mesures macroscopiques

➤ *Méthode SENB (flexion de poutres pré-entaillées)*

	Monocristaux			Polycristaux
Plans	{100}	{110}	{111}	-
K_{IC} (MPa.m ^{0,5})	1,9 [1]	1,48 [1] 1,50 [2]	-	1,54 [3] 2,00 [4]

➤ *Méthode par indentation Vickers*

	Monocristaux			Polycristaux
Plans	{100}	{110}	{111}	-
K_{IC} (MPa.m ^{0,5})	1,3 [5] 1,8 [6]	0,84 [5] 1,10 [6]	1,48 [7]	1,5 [8] 1,7 [9]

* *Références en annexe*

Mesures de ténacité des plans cristallographiques (8Y-FSZ)

- 1^{ère} méthode : calcul en isotrope (le plus répandu)

Plans	{111}	{110}	{100}
K_{IC} (MPa.m ^{0,5})	1,45 ± 0,14	1,65 ± 0,04	1,49 ± 0,13
Nombre d'essais	7	3	4

- 2^{nde} méthode : calcul en anisotrope ([10])

Plans	{111}	{110}	{100}
K_{IC} (MPa.m ^{0,5})	1,33 ± 0,14	1,50 ± 0,04	1,68 ± 0,16
Nombre d'essais	7	3	4

[10] : Brinckmann, S., Kirchlechner, C., & Dehm, G. (2017). Stress intensity factor dependence on anisotropy and geometry during microfracture experiments. *Scripta Materialia*, 127, 76-78.

Objectifs initiaux :

- **Mise en place d'une méthode de mesure à l'échelle micrométrique de la ténacité**
 - Permet de mesurer la ténacité de plans cristallographiques sélectionnés
- **Valider la méthode sur 8Y-FSZ**
 - Valeurs en bon accord avec la littérature

Limites :

- **Effet du faisceau sur les mesures ?**
 - Implantation de Gallium [11]
 - Effet de rayon de fond d'entaille [11]

PAS DE PROPAGATION VISIBLE

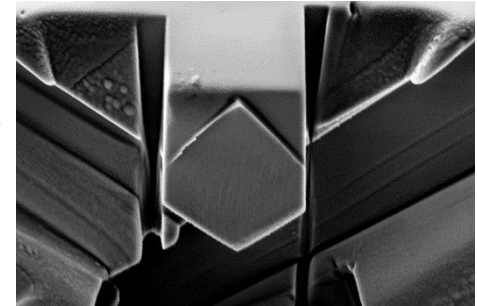
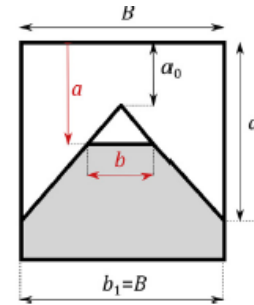


Schéma [12] et image MEB d'une entaille chevron (après rupture)

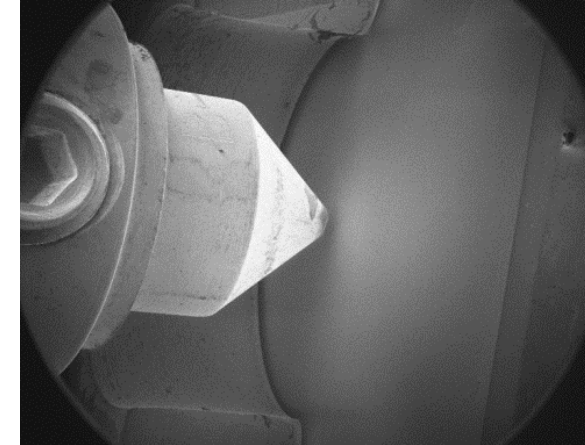
Propagation d'une fissure avant rupture
 ➔ Entaille chevron [12]

[11] Norton, A. D. & al. (2015). Microcantilever investigation of fracture toughness and subcritical crack growth on the scale of the microstructure in Al_2O_3 . *Journal of the European Ceramic Society*, 35(16), 4521-4533.

[12] Mueller, M. G. & al. (2015). Fracture toughness testing of nanocrystalline alumina and fused quartz using chevron-notched microbeams. *Acta Materialia*, 86, 385-395.

Equipements dédiés aux matériaux irradiés/irradiants

- **Microscope FIB/SEM Zeiss Auriga 40 (Oberkochen, Germany)**
 - Nucléarisé : protection contre les radiations
- ***In situ* nano-indenter CSM NHT² (Peseux, Switzerland)**
 - Préparation et sollicitation des éprouvettes dans le MEB



Vision au MEB durant un essai d'indentation

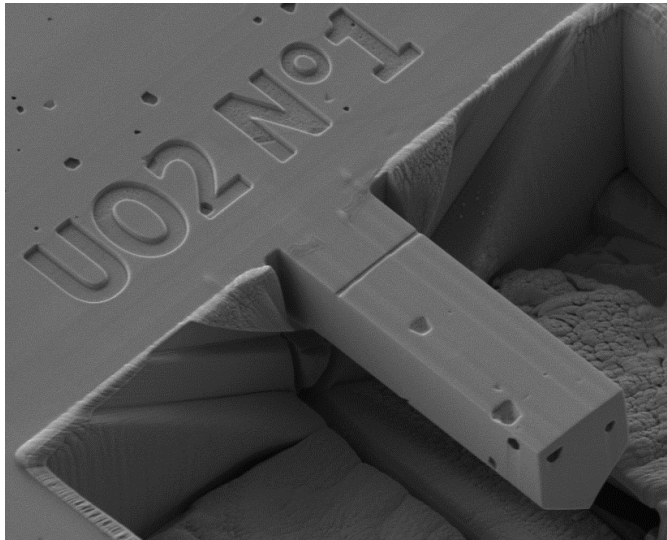


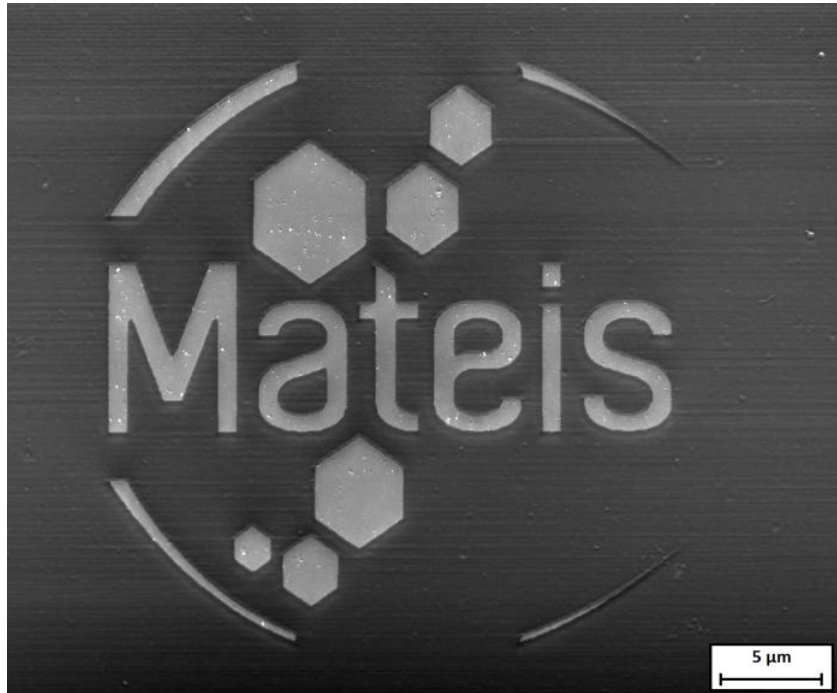
Image MEB d'une μ -éprouvette préparée sur UO_2 vierge

Mesures sur combustibles nucléaires

- **Appliquer la méthode de flexion de μ -poutres**
 - Sur différents types de combustibles (vierges, irradiées, dopés...)
 - Sur des joints de grains
 - A différents taux de combustion



Merci pour votre attention



ronan.henry@insa-lyon.fr

Publications sur les propriétés en rupture de la zircone

- [1] Pajares and F. Guiberteau, "Microhardness and Fracture Toughness Anisotropy in Cubic Zirconium Oxide Single Crystals," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 71, no. 7, p. C332-C333, 1988.
- [2] J. Chevalier, A. H. De Aza, L. Grémillard, R. Zenati, and G. Fatozzi, "Slow Crack Growth in Zirconia Ceramics : From the single crystal to the composite," *Mater. Eng.*, vol. 12, no. 2, pp. 159–178, 2001.
- [3] R. A. Cutler, J. R. Reynolds, and A. Jones, "Sintering and Characterization of Polycrystalline Monoclinic, Tetragonal, and Cubic Zirconia," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 75, no. 8, pp. 2173–2183, 1992.
- [4] N. Khan and B. C. H. Steele, "ZrO₂-CeO₂-Y₂O₃ : electrical and mechanical property relationships with the microstructure," vol. 8, pp. 265–271, 1991.
- [5] G. N. Morscher, P. Pirouz, and A. H. Heuer, "Temperature Dependence of Hardness in Yttria Stabilized Zirconia Single Crystals," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 74, no. 3, pp. 491–500, 1991.
- [6] D. Michel, L. Mazerolles, and M. Perez Y. Jorba, "Fracture of metastable tetragonal zirconia crystals," *J. Mater. Sci.*, vol. 18, no. 9, pp. 2618–2628, 1983.
- [7] J. D. Stanescu and H. M. Chan, "Indentation study of fracture toughness anisotropy in cubic zirconium oxide single crystals," vol. 11, pp. 1364–1365, 1992.
- [8] S. Tekeli, "Influence of alumina addition on grain growth and room temperature mechanical properties of 8YSCZ/Al₂O₃ composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 6, pp. 967–972, 2005.
- [9] K. Hiraga, K. Morita, B. N. Kim, and Y. Sakka, "Fracture toughness of yttria-stabilized cubic zirconia (8Y-CSZ) doped with pure silica," *Nippon Kinzoku Gakkaishi/Journal Japan Inst. Met.*, vol. 69, no. 10, pp. 928–932, 2005.

Précision des essais *ex situ*

