



HAL
open science

Micro-mécanique sur combustible irradié 2 méthodes complémentaires nano-indentation et micro-essais

I. Zacharie-Aubrun

► **To cite this version:**

I. Zacharie-Aubrun. Micro-mécanique sur combustible irradié 2 méthodes complémentaires nano-indentation et micro-essais. Journées CAZAC 2015, May 2015, Rouen, France. cea-02489550

HAL Id: cea-02489550

<https://cea.hal.science/cea-02489550>

Submitted on 24 Feb 2020

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.

Direction de l'Energie Nucléaire
Département d'Etude des Combustibles
Centre de Cadarache

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



Micro-mécanique sur combustible irradié 2 méthodes complémentaires nano-indentation et micro-essais

I. Zacharie-Aubrun

Cadarache/DEC/SA3C/LEMCI
(Travaux de N. Le Roux et M. Lesne
en collaboration avec l'INSA de Lyon
C. Langlois, S.Meille et T. Douillard)



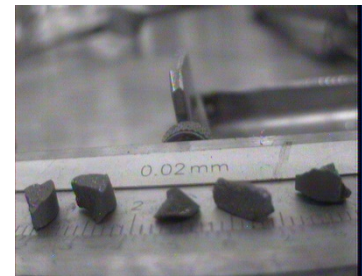
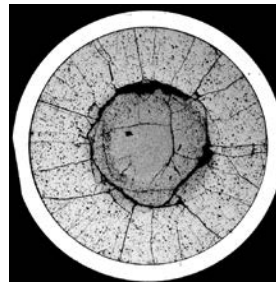
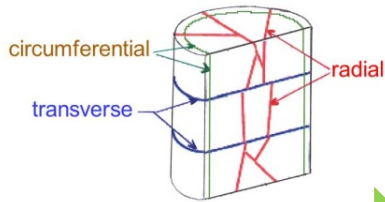
www.cea.fr

Journées du CaZac 20-22/05/2015

Effet de l'irradiation sur les propriétés mécaniques fragiles du combustible irradié

Des contraintes liées à l'échantillon

Combustible irradié hétérogène (fissuration, μ structure)



⇒ Difficile de fabriquer des éprouvettes pour des tests mécaniques conventionnels

Préparer des échantillons combustible "bruts d'irradiation" pastille+gaine

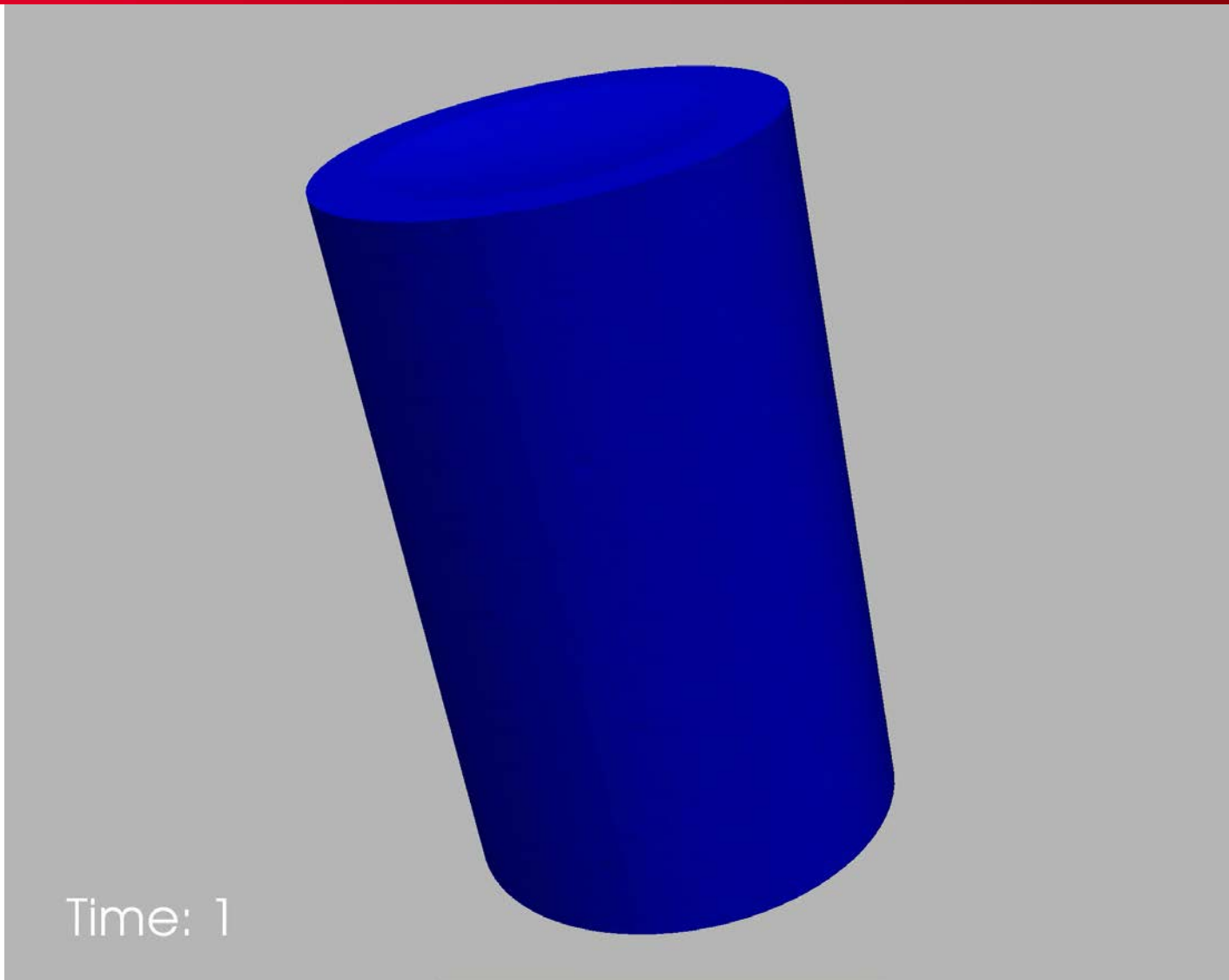
Préparer de micro-éprouvettes homogènes de combustible irradié

Mesure de pptés locales
(nano-micro indentation...)

Evaluation des pptés globales

Essais "académiques"
Flexion, compression

Acquérir des pptés mécaniques

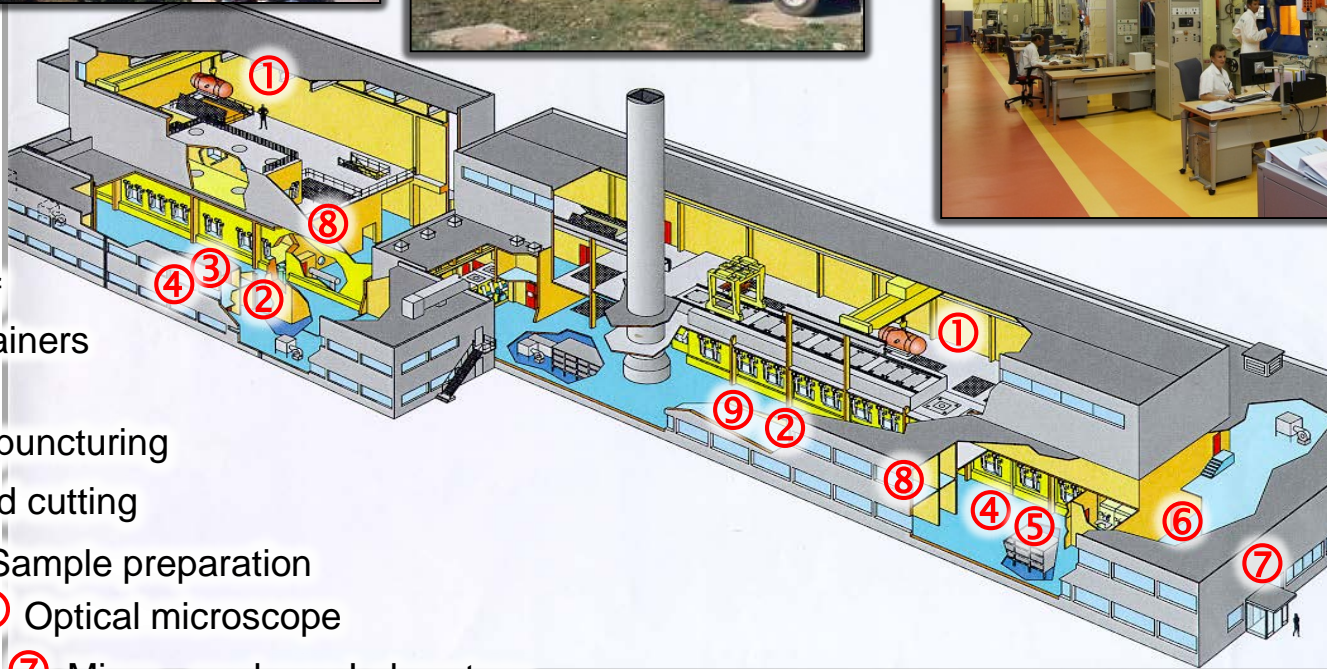


Time: 1

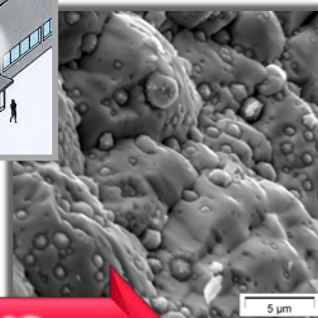
LECA/STAR : dédié à l'examen des combustibles irradiés



22 cellules chaudes



- ① Docking of shielded containers
- ② NDE
- ③ Rod puncturing
- ④ Rod cutting
- ⑤ Sample preparation
- ⑥ Optical microscope
- ⑦ Micro - analyses Laboratory
- ⑧ Annealing test
- ⑨ Fuel rod re - fabrication



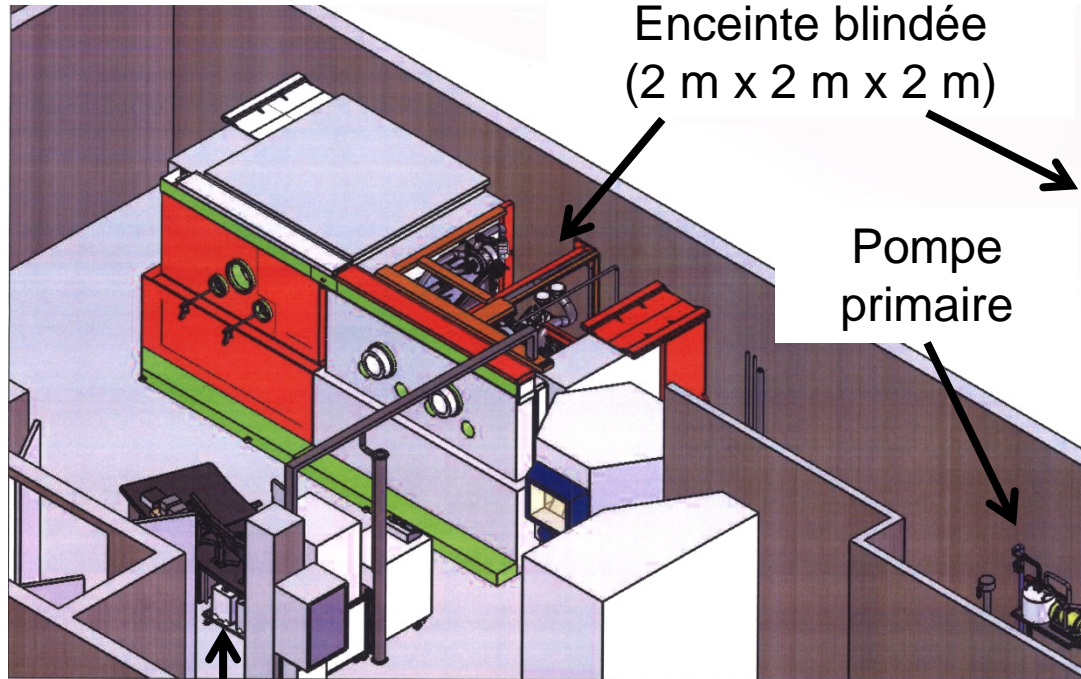
5 μm

Examen du crayon combustible à l'échelle microscopique

Equipements

MEB/FIB +nano-indenteur in situ

INSTALLATION D'UN MEB FIB AURIGA DANS UNE ENCEINTE BLINDÉE DU LECA (CADARACHE)



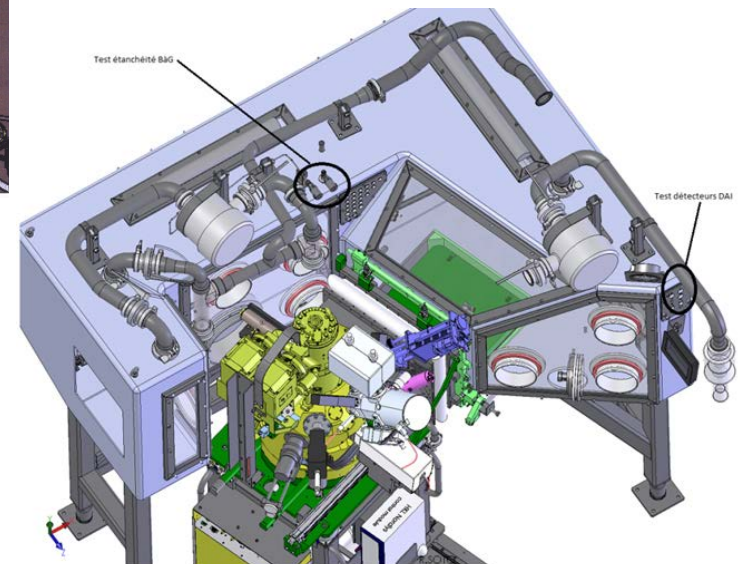
Enceinte blindée vide



Contrôle

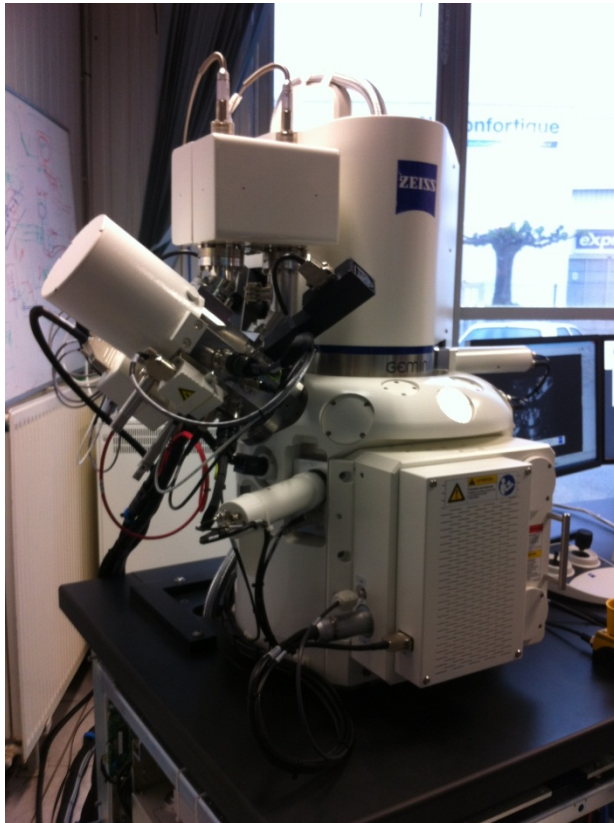
Commande déporté

Chargement à
distance en pince

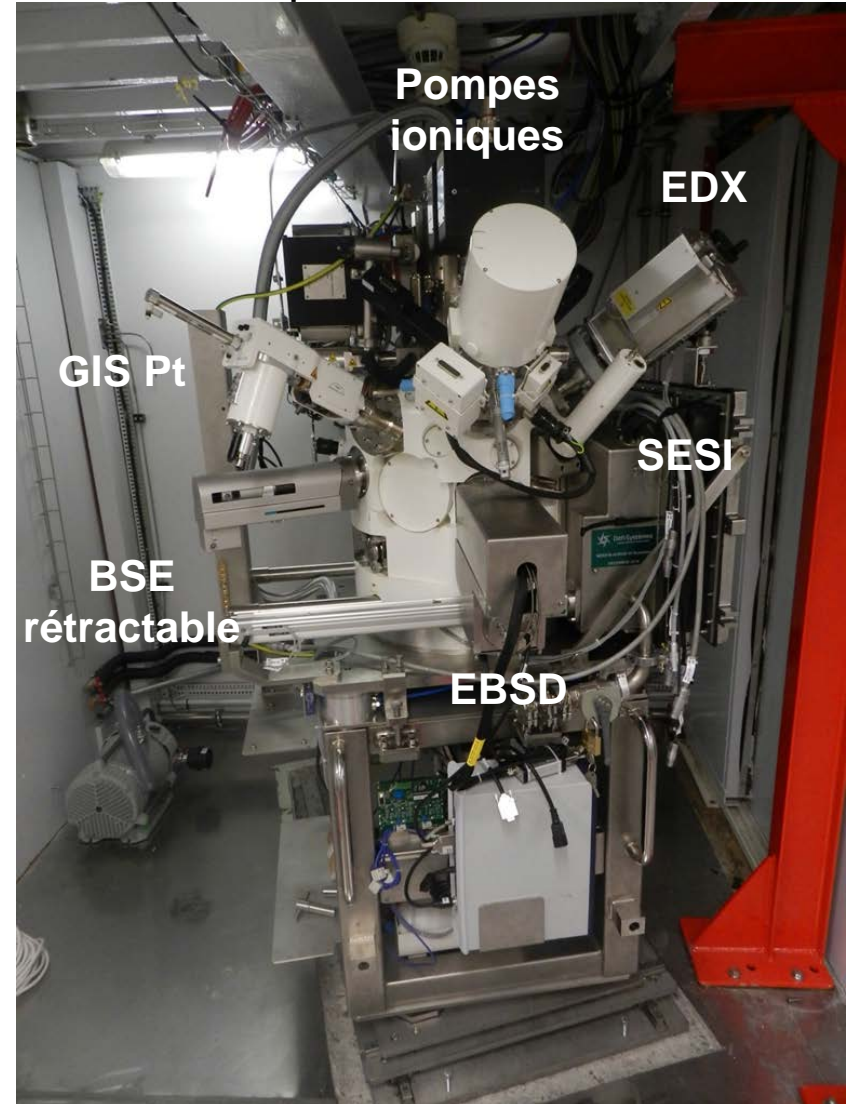


MEB FIB AURIGA 40 CARL ZEISS

Avant nucléarisation

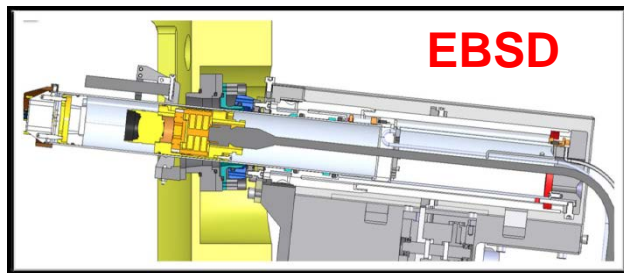


Après nucléarisation



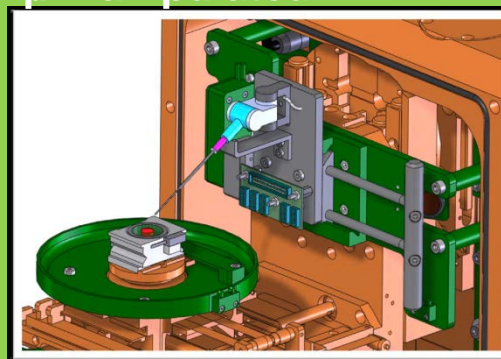
UN MICROSCOPE AVEC DE NOMBREUX DÉTECTEURS ET ACCESSOIRES

4 détecteurs périphériques d'électrons secondaires et rétro-diffusés

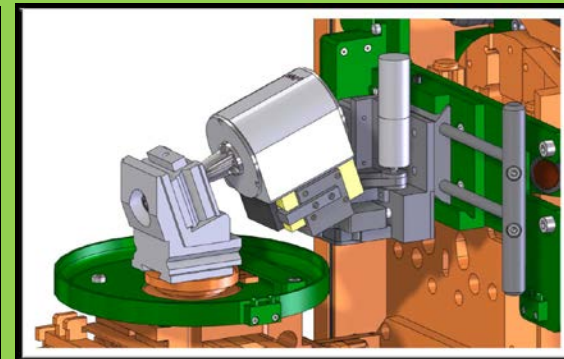


2 accessoires sur porte

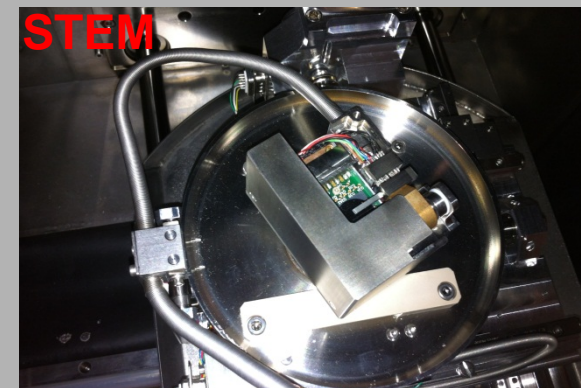
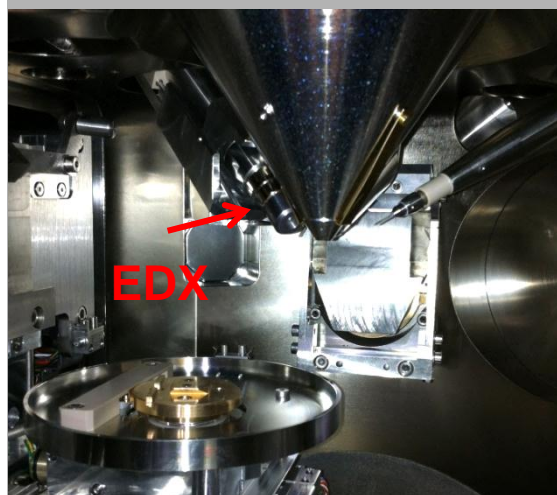
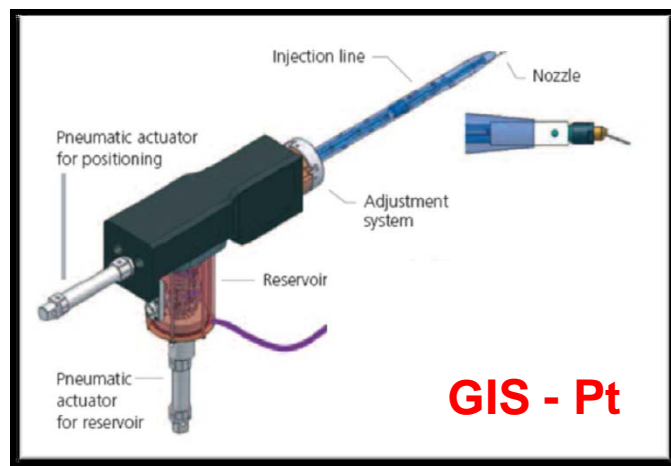
μ -manipulateur



Nano-indenteur

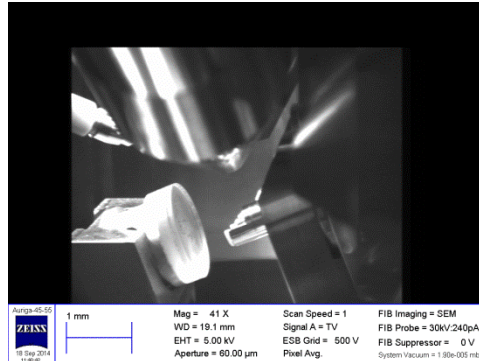
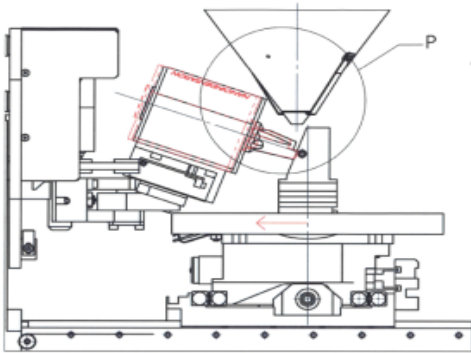


2 détecteurs EDX et STEM pour échantillons faiblement irradiants :



- Caractérisation morphologique, cristallographique et chimique en 2D et en 3D, fabrication de micro-échantillons et tests de micro-mécanique

NANO-INDENTEUR IN SITU - NHT2 CSM



Caractéristiques du nano-indenteur NHT2 :

Maximum déplacement: 200 μ m

Résolution du déplacement : 0.04 nm

Maximum force : 500 mN

Résolution de la force : 0.04 μ N

Inclinaison de la tête = 20°

Test d'irradiation carte pré-ampli : 170 Gy (ech = 35 mGy/h – 200 jours)

Choix d'un matériau modèle :

zircone yttrée avec 8 mol% Y₂O₃ : 8Y-FSZ ZrO₂

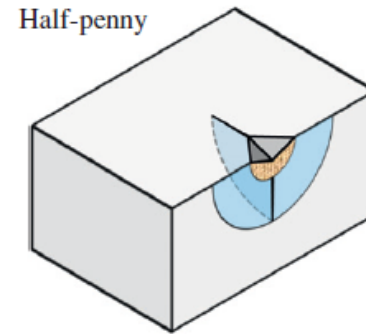
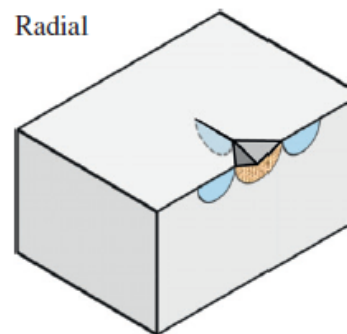
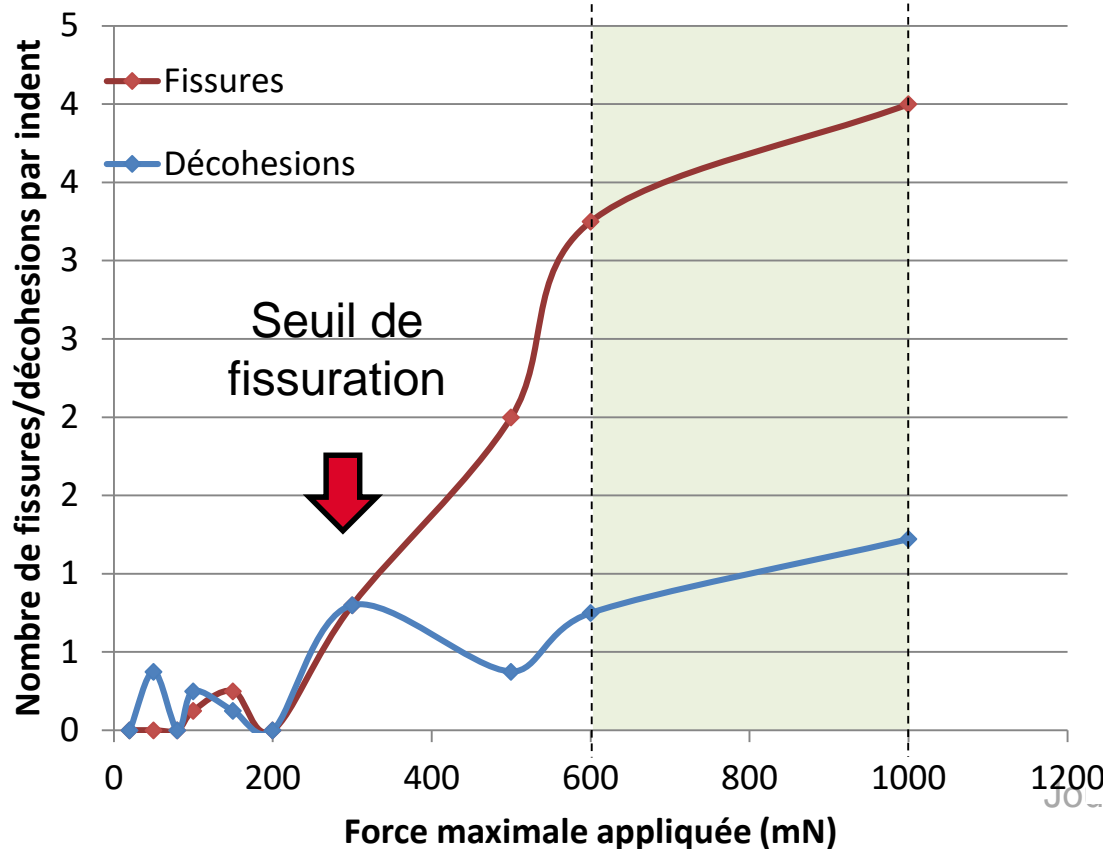
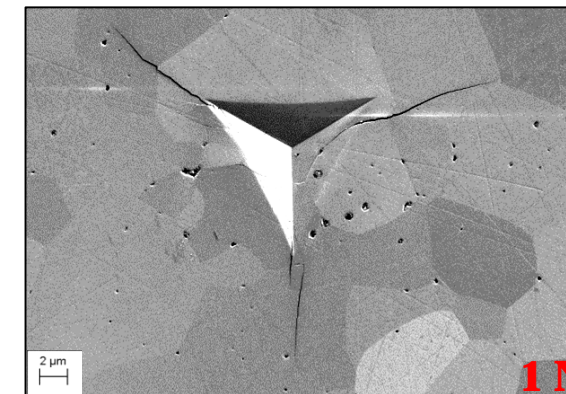
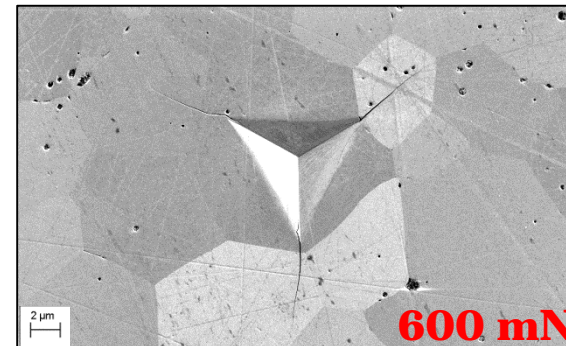
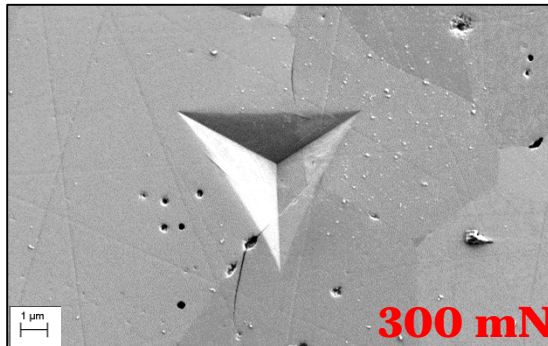
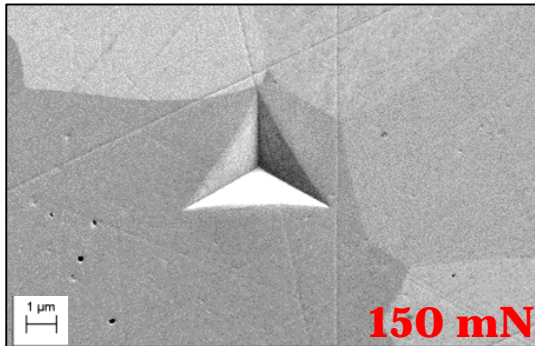
Material	Young's Modulus (GPa)	Hardness (GPa)	Fracture toughness (MPa.m ^{1/2})	Electrical conductivity at 25°C (S.cm ⁻¹)	Porosity (%)	Grain size (μ m)
UO ₂	194	6,6 - 9	1	10 ⁻⁴	5	10 - 60
8Y-FSZ	200 - 220	12 - 14	3,5	10 ⁻⁸	2.1 ± 0.5	6.5 ± 3.1

Nano-indentation

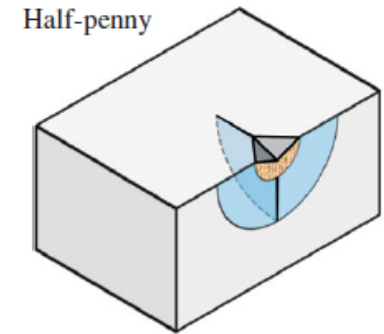
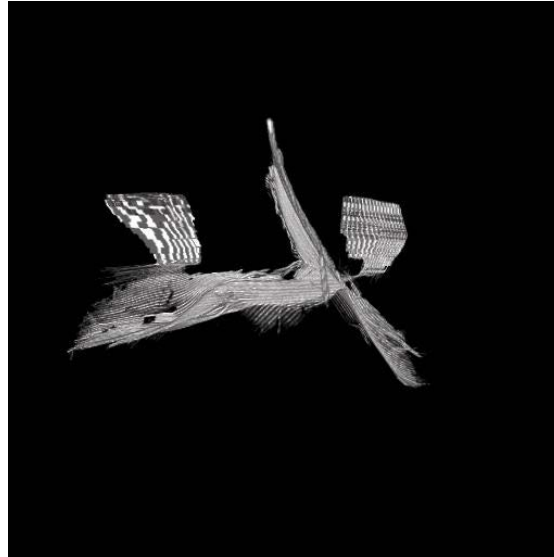
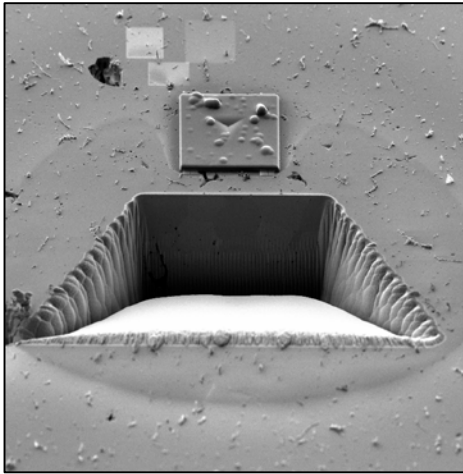
Carl Zeiss FIB SEM NVISION 40
Nano-indenteur indépendant Agilent G200-XP
(50 nN - 500 mN)

Nano-indentation sur zircone yttrée

Calcul de la ténacité à partir des essais d'indentation Berkovich (600 mN - 1 N)



FIB tomographie de l'indent

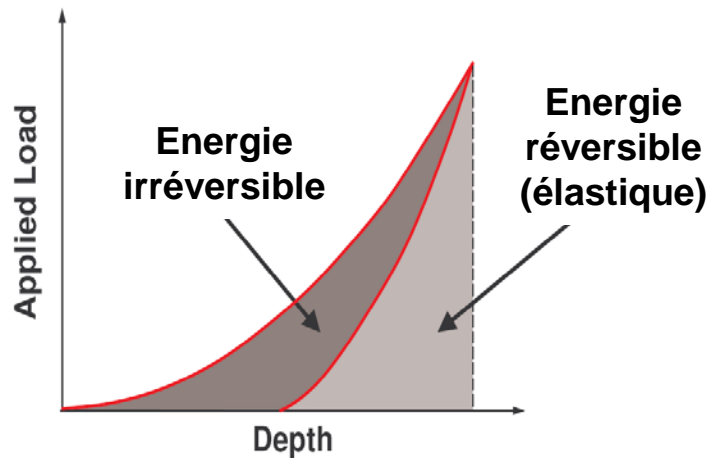


$$K_{Ic} = 0.022 \left[\frac{a}{l} \right]^{\frac{1}{2}} \left[\frac{E}{H} \right]^{\frac{2}{3}} \left[\frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \right]$$

N. Cuadrado et al., *Scripta Materialia*, vol. 66(9), 670-673 (2012)

$$K_{Ic} : 3 \pm 0.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$$

- Fissures : géométrie proche de half-penny, présence de fissures latérales
- Pas d'influence des joints de grain sur le trajet des fissures
- ❑ Comparaison avec les résultats d'essais de flexion sur éprouvettes entaillées : 2.90, 3.05, 3.17 MPa√m (*J. Soulacroix CEA*)
- ❑ Données fournisseur (Microcertec): 3.5 MPa√m

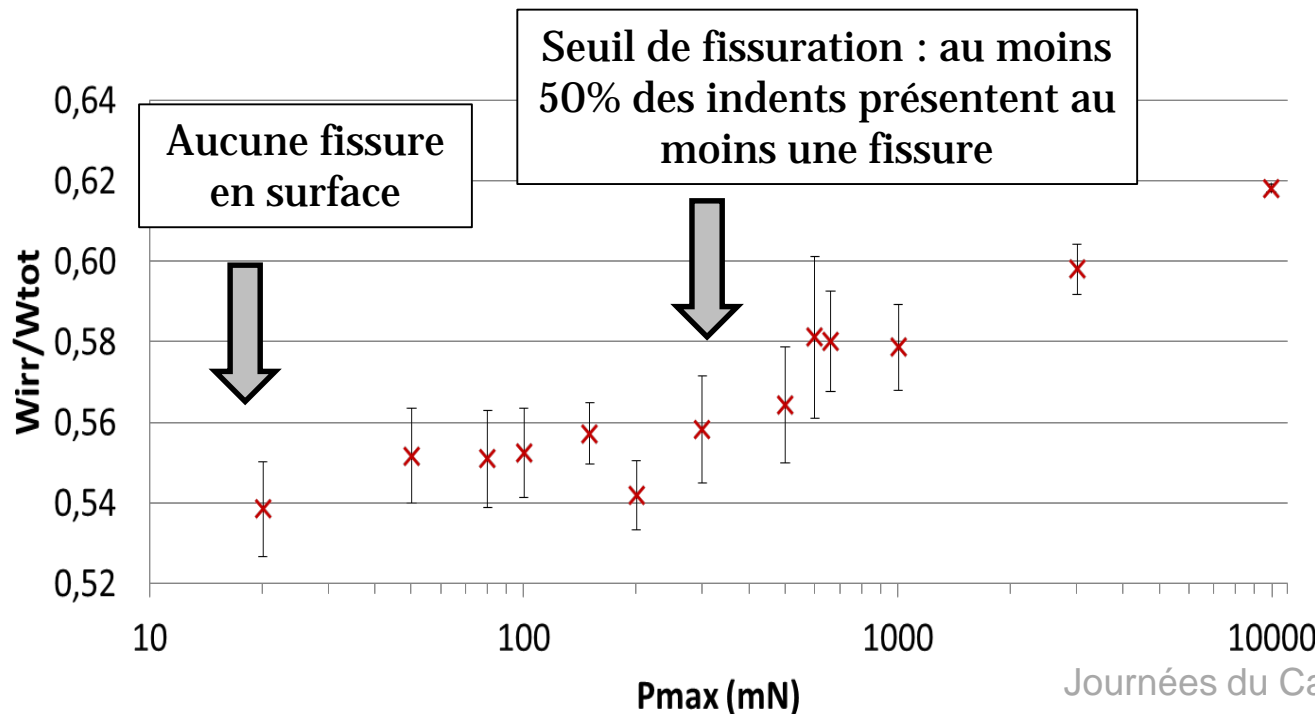


Modèles basés sur l'analyse énergétique:

— Basés sur la courbe force-déplacement (pas de mesure de longueurs de fissures)

$$W_{\text{tot}} = W_e + W_{\text{irr}}$$

$$W_{\text{irr}} = W_p + U_{\text{fra}} + W_{\text{other}}$$



➤ $W_{\text{irr}}/W_p = \text{constante}$ aux faibles charges

Hypothèses :

- A faibles charges, $W_{\text{irr}} = W_p$
- W_p/W_{tot} constant quelle que soit la charge appliquée

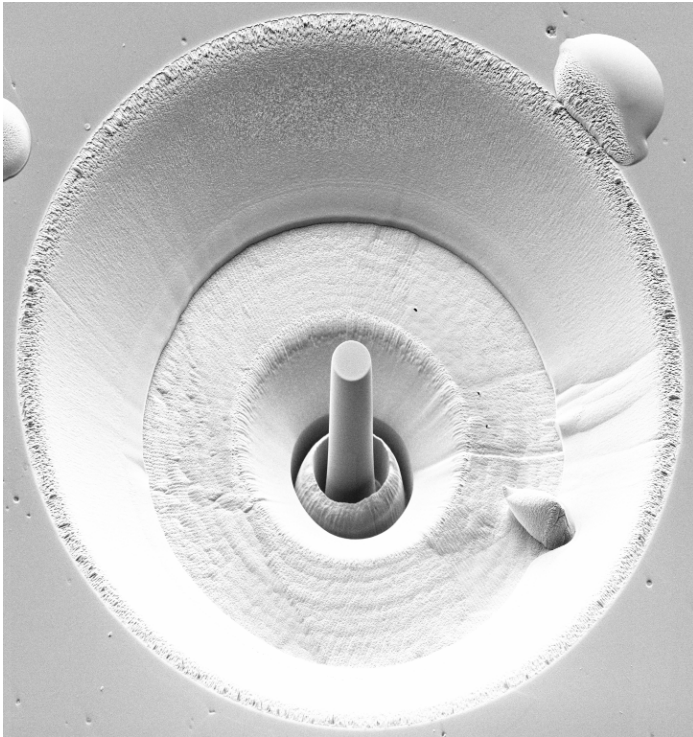
Load (mN)	A (m ²)	U _{fra} (mN.nm)	U _{fra} (nJ)	G _c (J/m ²)	K _{Ic} (MPa.m ^{1/2})	Ecart type
500	3.9E-10	6399	6.4	16.3	2.1	0.3
600	5.8E-10	13269	13	22.4	2.4	0.5
661	5.5E-10	11853	12	21.6	2.6	0.5
1000	9.3E-10	18891	19	20.7	2.5	0.3
3000	3.3E-09	175590	179	55.2	4.1	0.4
10000	1.7E-08	1519491	1519	90.7	5.3	0.2

➤ Valeurs de K_{Ic} obtenues cohérentes

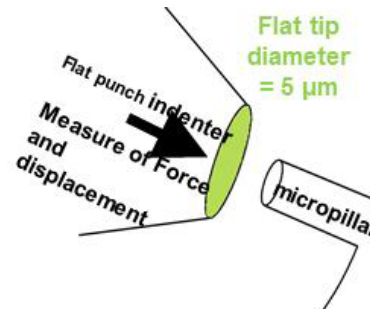
Micro-essais mécaniques

TEST DE COMPRESSION SUR MICRO-PILIER

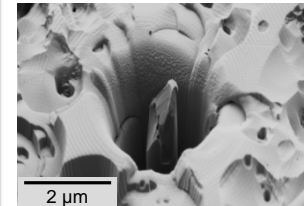
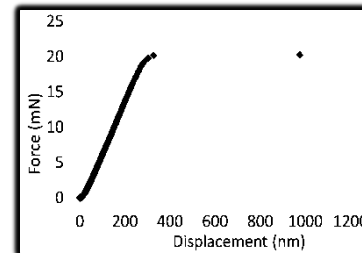
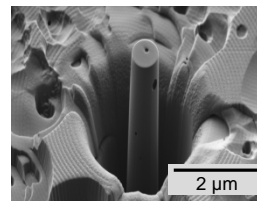
Fabrication de micro-pilier par FIB



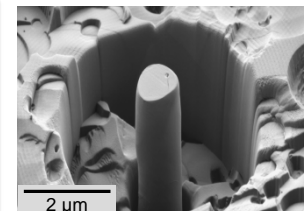
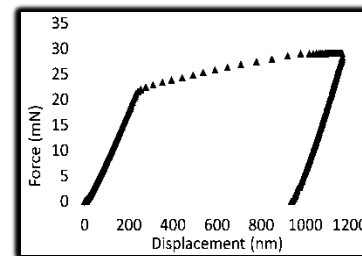
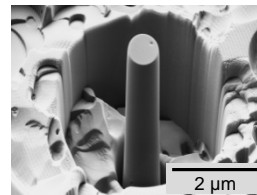
Pilier obtenu :
 Diamètre : $2.3 \mu\text{m}$
 Hauteur : $> 5.2 \mu\text{m}$
 Conicité : 2.5°



Test de compression d'un micro-pilier



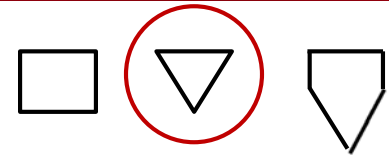
Rupture du pilier



Compression du pilier

TEST DE FLEXION SUR MICRO-POUTRE

Fabrication d'une poutre



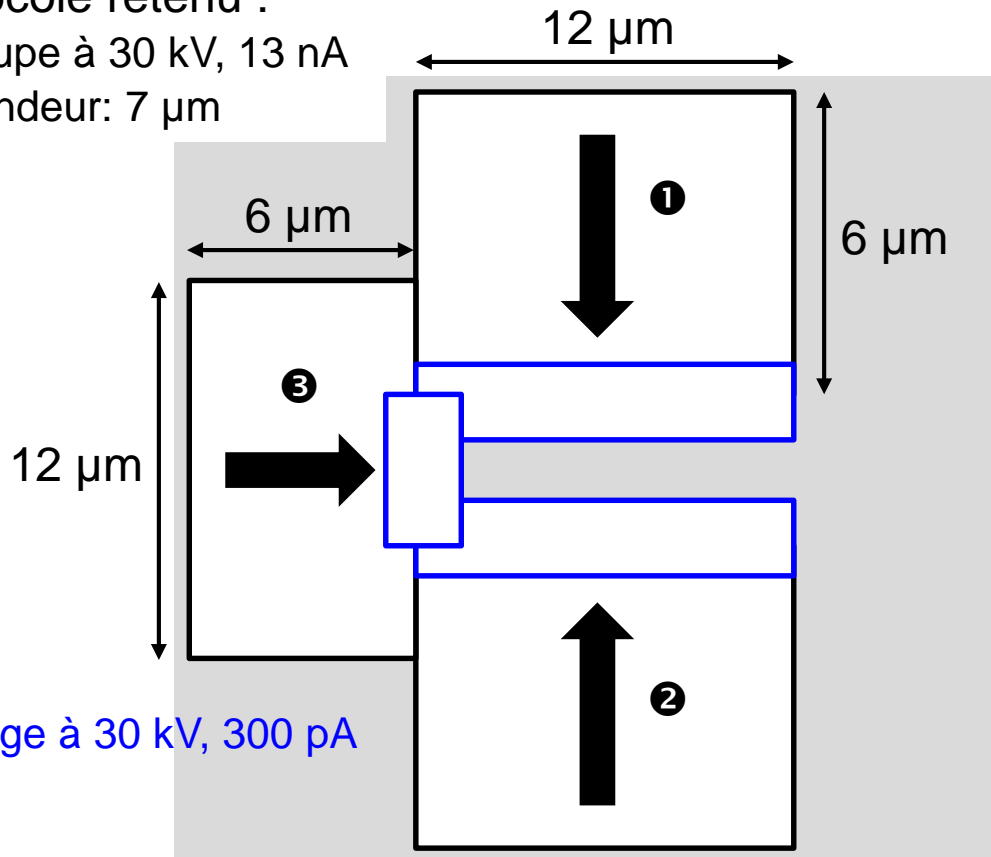
Géométries possibles :

- Sections rectangulaires, triangulaires, carrées, pentagonales
- Découpe rectangulaire, en escalier
- Découpe d'une entaille

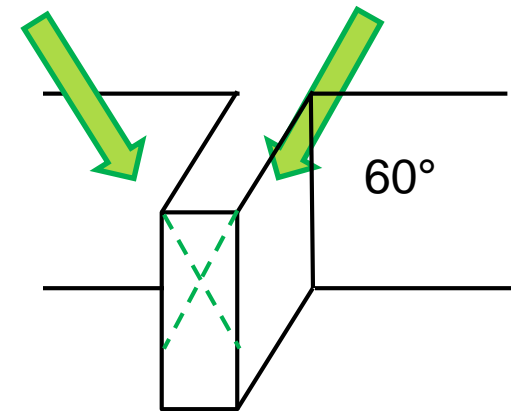
Protocole retenu :

Découpe à 30 kV, 13 nA

Profondeur: 7 μm

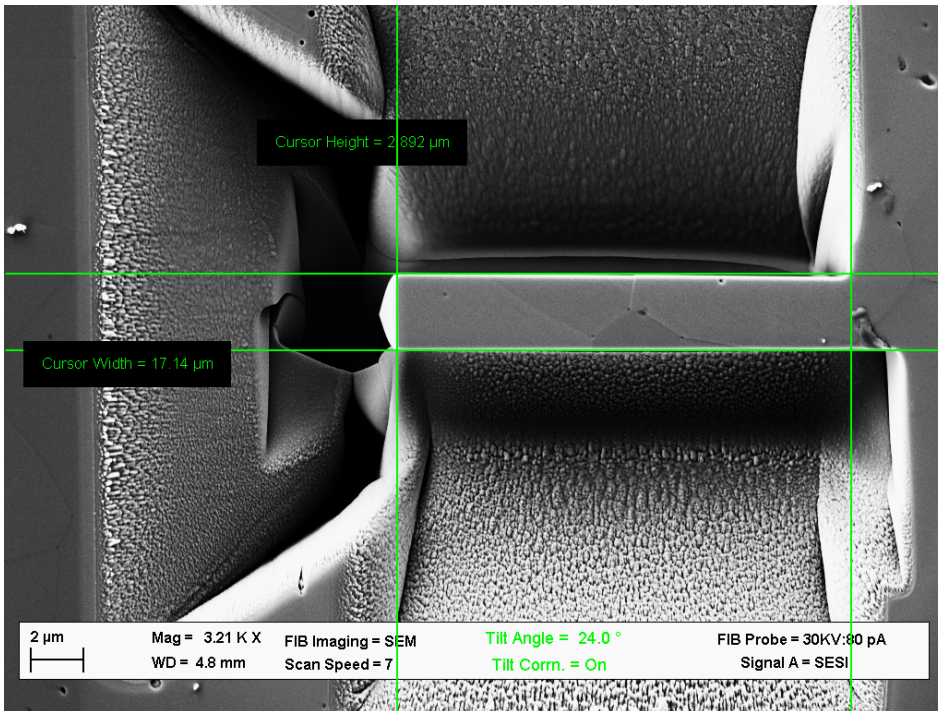
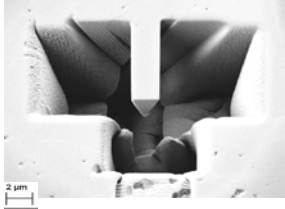


Découpe de la section triangulaire à 30 kV, 3 nA puis affinage à 80 pA

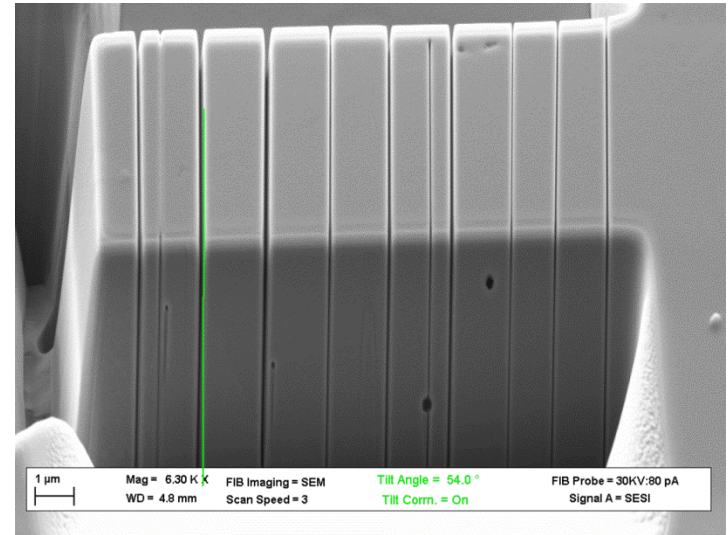


TEST DE FLEXION SUR MICRO-POUTRE

Fabrication d'une micro-poutre triangulaire par FIB

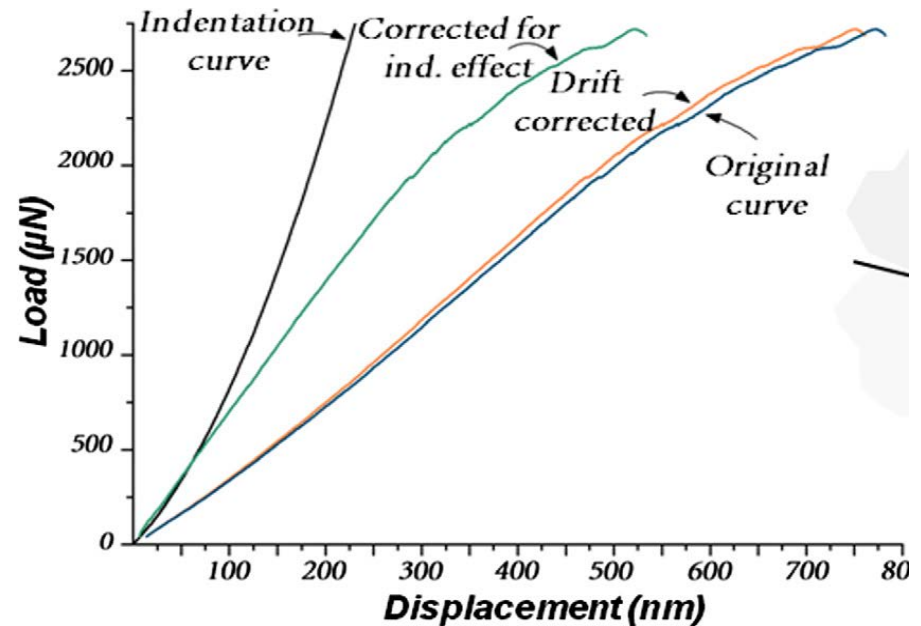
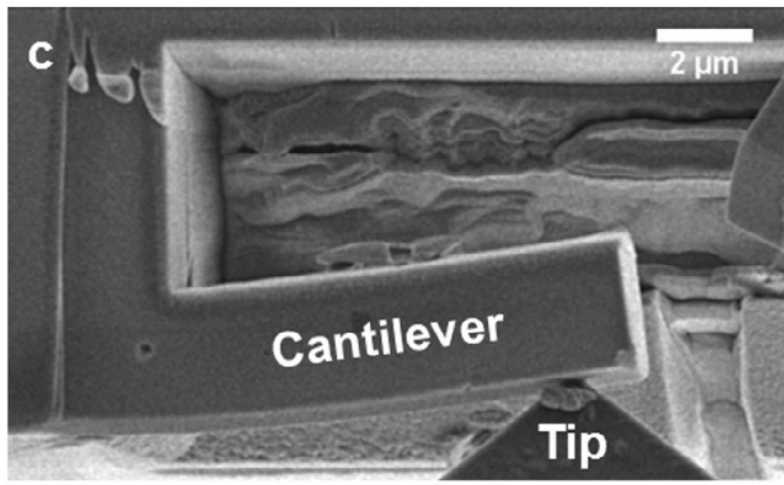


Fabrication d'une entaille dans d'une micro-poutre triangulaire par FIB



TEST DE FLEXION SUR MICRO-POUTRE

Extrait de : "Small scale mechanical behavior of zirconia"
E. Camposilvan et al. / *Acta Materialia* 80 (2014) 239–249



The original curve is first drift-corrected using the calculated thermal drift value and then corrected for the indentation effect using the fitted indentation curve, which appears on the left side of the chart.

Merci de votre attention