



HAL
open science

compatibilité en sodium de revêtements durs à base d'aluminures

F. Rouillard, B. Duprey, S. Matthieu, Y. Bouizi, M. Vilasi, I. Proriol-Serre,
J.B. Vogt

► **To cite this version:**

F. Rouillard, B. Duprey, S. Matthieu, Y. Bouizi, M. Vilasi, et al.. compatibilité en sodium de revêtements durs à base d'aluminures. NEEDS 2015, Jul 2015, Orleans, France. cea-02491641

HAL Id: cea-02491641

<https://cea.hal.science/cea-02491641>

Submitted on 26 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.

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE



www.cea.fr

COMPATIBILITÉ EN SODIUM DE REVÊTEMENTS DURS A BASE D'ALUMINURES

CEA : F. ROUILLARD, B. DUPREY
IJL : S. MATTHIEU, Y. BOUIZI, M. VILASI
UMET : I. PRORIOL-SERRE, JB. VOGT

Réunion Bilan Projet NEEDS REVE-Na 2014-2016 |

02/07/2015



❑ Recherche de revêtements alternatifs à la Stellite pour une fonction tribologique



Alliage à base cobalt = Activation sous flux neutronique (^{60}Co)

- ❑ Programme tri-partite (CEA-EDF-AREVA) en cours sur des revêtements à base nickel « épais » (2 mm) pour application chandelle de sommier :
- ✓ 3 procédés : **PTA** (industriel extérieur), **laser** (CEA-DPC) et **Projection Plasma** (CEA-DAM)

Suite à des études dans les années 70 à 90 sur les réacteurs RNR-Na dans le monde, d'autres revêtements se sont révélés être d'excellents candidats : **LES ALUMINURES**

- Procédé : Pack-cémentation
- Très bonne compatibilité en Na [1]
- Excellente propriété de frottement [1]
- Gain économique / revêtement base Ni par PTA : facteur 10 [2]

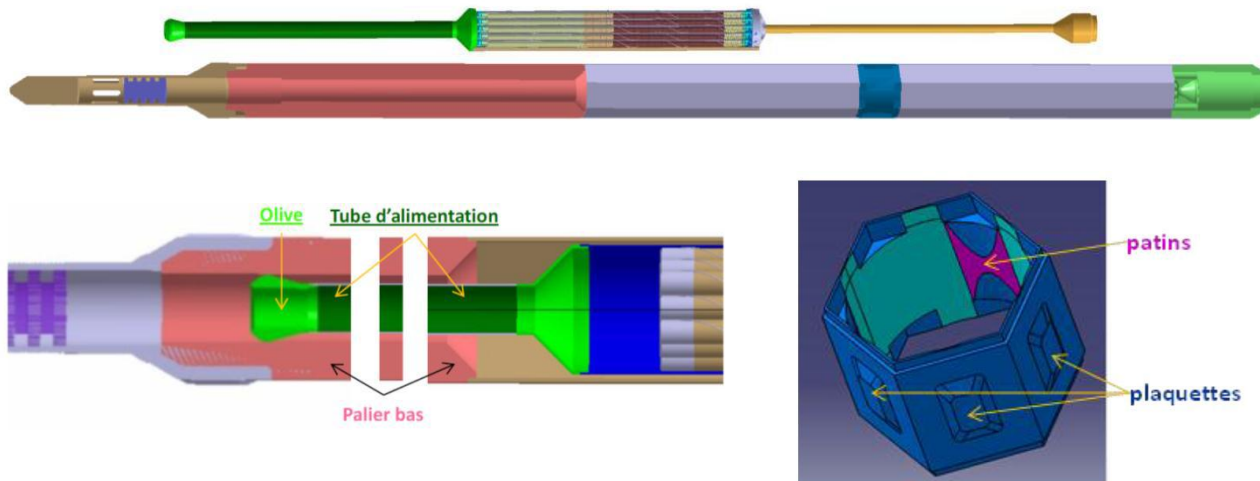
Mais revêtement « fin » = 50 μm jusqu'à quelques 100 μm s

[1] Depierre, Y., et al., *Wear and corrosion-resistance of aluminized coatings on austenitic stainless-steels in liquid sodium* Materials Science and Engineering, 1987. **88**

[2] Depierre, Y., *Matériaux Tribologiques des Réacteurs à Neutrons Rapides - Synthèse*. 1996, CEA. p. 13.

APPLICATION POTENTIELLE

- **Revêtements de pièces mobiles du cœur du réacteur : Dispositifs de Commande et Dispositifs d'Arrêt**
- au niveau du corps d'assemblage : bague porte-patin, palier bas, palier haut
[Aciers 316L ou 316-Ti revêtu Stellite ou autre]
- au niveau de la barre de commande : le corps de barre, le pied de barre (olive)
[EM10 = Acier 9Cr-1Mo]



- **400 à 500°C**
- **720 JEPP
mais 1400
JEPP à terme**



**Matériaux-Métallurgie-
Nanosciences-Plasmas-Surfaces**

Synthèse des revêtements d'aluminures par
« pack cémentation »



Essais mécaniques sur acier revêtu :

- « Small Punch Test » dans Na
- Résistance du revêtement au « choc »



Compatibilité dans Na

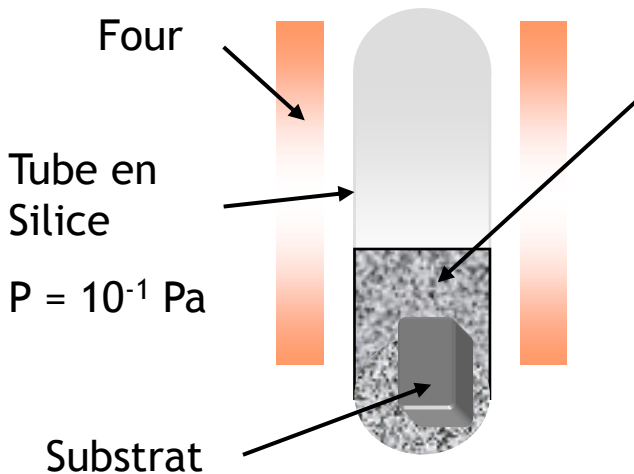
Propriété tribologique dans Na

[Installation spécifique de frottement en Na : TRICO]

1. SYNTHÈSE DES REVÊTEMENTS (IJL)
2. COMPATIBILITÉ DES REVÊTEMENTS DANS NA
3. COMPORTEMENT MÉCANIQUE DU SUBSTRAT REVÊTU (UMET)
4. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

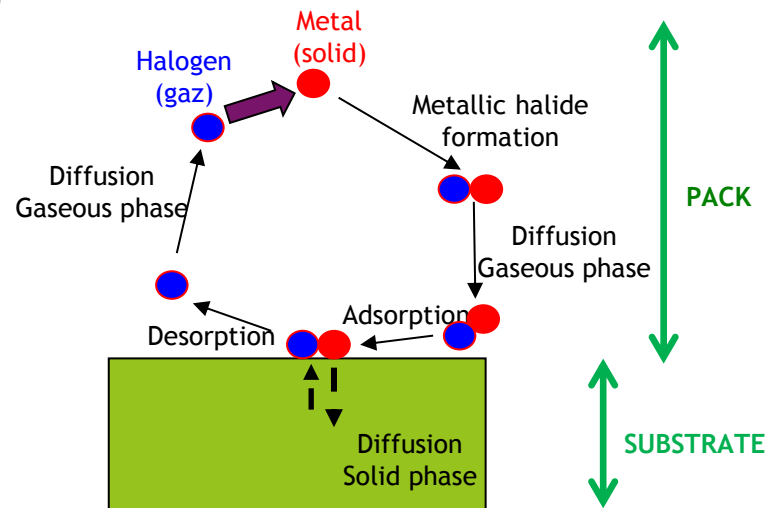
1) SYNTHÈSE DES REVÊTEMENTS

LA « PACK-CÉMENTATION »



Composants de la «pack»

- sels d'halogénure d'activation
- poudre de remplissage inerte (Al_2O_3)
- Alliage mère (Ni_2Al_3)



Etapes réactionnelles

Formation d'halogénure



Diffusion en phase gazeuse



Diffusion en phase solide



Cinétique de croissance limitée par la diffusion

% massique	Fe	Cr	Ni	C	Mn	Si	Mo	Autres
T91	Bal	9	0,2	0,1	0,4	0,3	1	Cu : 0,05 Nb : 0,1 V : 0,2
316L(N)	Bal	17	13,2	0,04	1,6	0,6	2,3	Cu : 0,3 N : 0,06

Équivalents EM10 et 316L

Revêtements « basse activité » en Al dans cément Ni_2Al_3 :

- Sans pré-nickelage
- Avec pré-nickelage

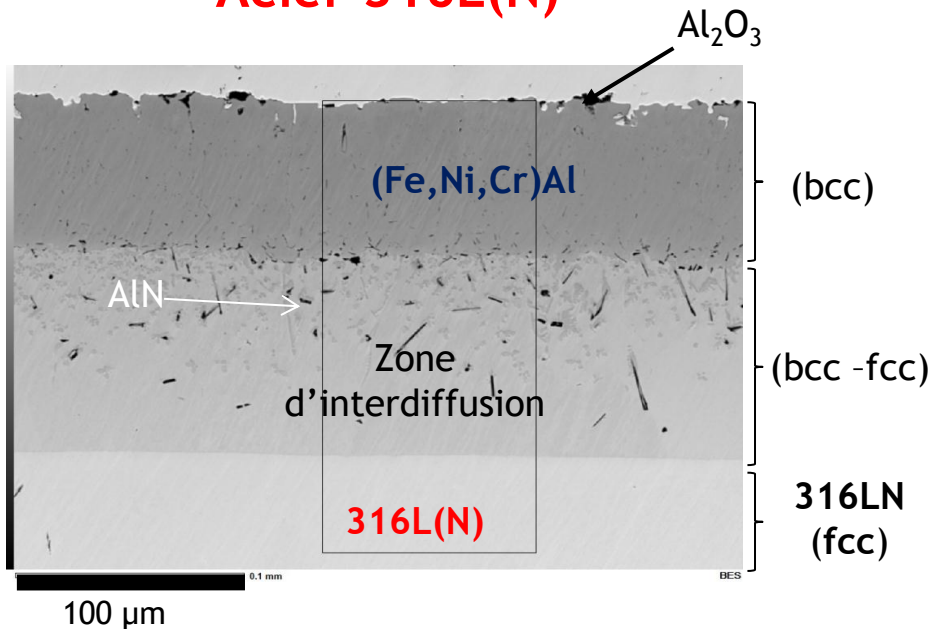
Objectif de la « basse activité » : faire des aluminures moins riches en Al en surface donc moins « fragiles »

Objectif du pré-nickelage : faire des aluminures plus riche en Ni en surface donc encore moins « fragiles » que Fe_xAl_y

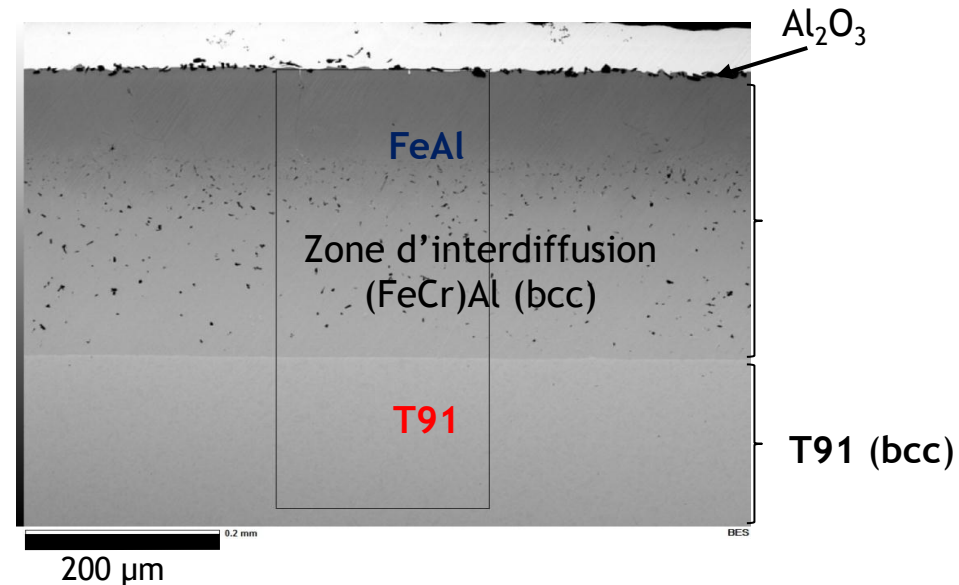
REVÊTEMENTS BASSE ACTIVITÉ EN AL (Ni_2Al_3) SANS PRÉ-NICKELAGE

Conditions du procédé : $T = 950^\circ\text{C} - 25\text{h}$, ciment = Ni_2Al_3

Acier 316L(N)



Acier T91

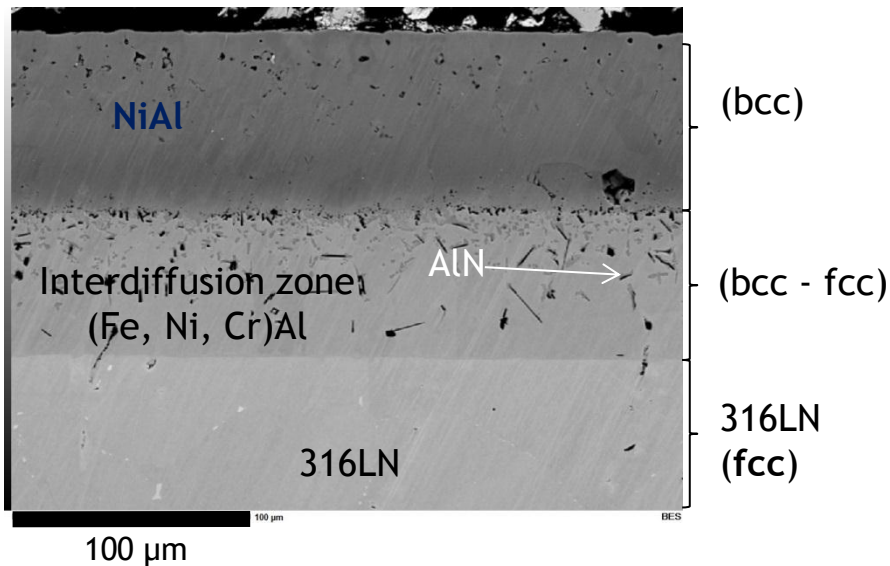


- Continuité de la μ structure entre le substrat et le revêtement
- **FeAl** sur T91 ou $(\text{Fe}, 10\% \text{atCr}, 10\% \text{atNi})\text{Al}$ sur 316L(N)
- « Collage » de particules (Al_2O_3 ou Ni_2Al_3) à la surface: augmentation de la rugosité, influence négative sur propriété de frottement ?
- Revêtement 2 fois plus épais sur acier T91

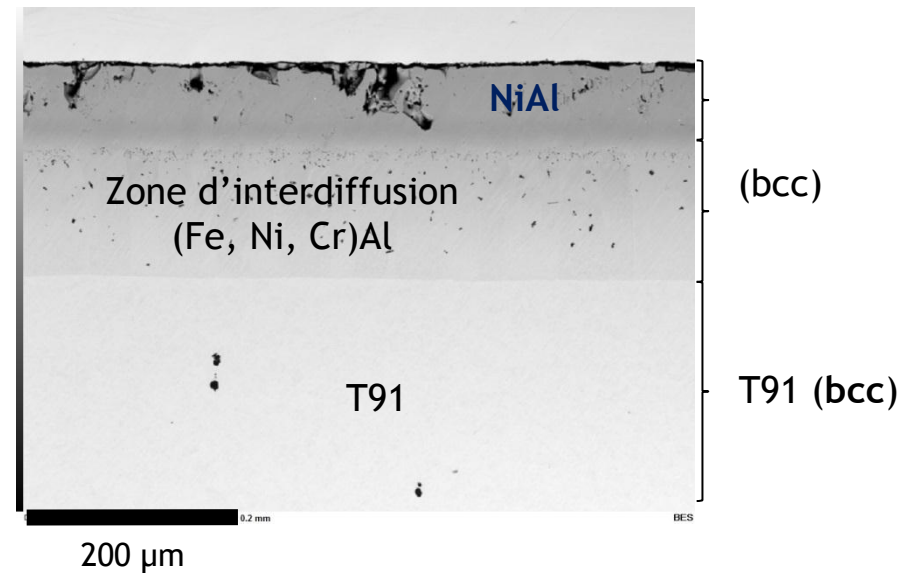
REVÊTEMENTS BASSE ACTIVITÉ EN AL (Ni_2Al_3) AVEC PRÉ-NICKELAGE

Conditions du procédé : $T = 950^\circ\text{C} - 25\text{h}$, ciment = Ni_2Al_3

Acier 316L(N)



Acier T91



- Continuité de la μ structure entre le substrat et le revêtement
- **NiAl** en surface des 2 aciers
- Zone d'interdiffusion plus fine que procédé sans "pré-nickelage"
- Très peu de "collage" de particules en surface donc meilleure rugosité ($R_a < 0,4 \mu\text{m}$)

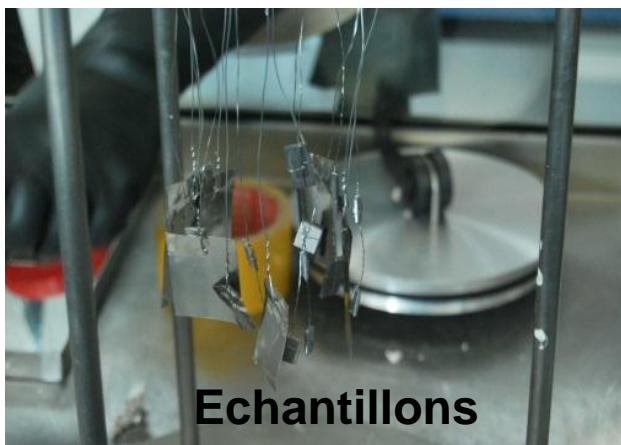
2) COMPATIBILITÉ DES REVÊTEMENTS DANS NA

ESSAI EXPOSITION DANS NA

Expositions d'échantillons revêtus dans Na à 550°C (850h et 4500h)

Installation CORRONa²

- Na purifié de [O] et [C] par Zr (600°C)
- Maintien d'un feuillard de Zr pendant l'essai pour garder [O] faible durant l'essai : [O] < 5 ppm



Boite à gants



ECHANTILLONS EXPOSÉS

Essai :
550°C, 850h et 4500h dans Na

Substrat	Traitement	Température de traitement	Durée du traitement
316L(N)	Al basse activité (Ni ₂ Al ₃)	950°C	4h
316L(N)	<u>Pré-nickelage</u> (18 µm) puis Al basse activité (Ni ₂ Al ₃)	950°C	4h
T91	Al basse activité (Ni ₂ Al ₃)	950°C	4h
T91	<u>Pré-nickelage</u> (18 µm) puis Al basse activité (Ni ₂ Al ₃)	950°C	4h

INTERPRETATION PRISE DE MASSE

Prise de masse / cm²



- Pénétration Na

- Formation composés ternaires (Na-Me-O/C)

- Dissolution d'éléments ou composés ternaires dans Na (pendant l'essai)

- Dissolution composés ternaires (Na-Me-O/C) pendant le lavage (post-essai)

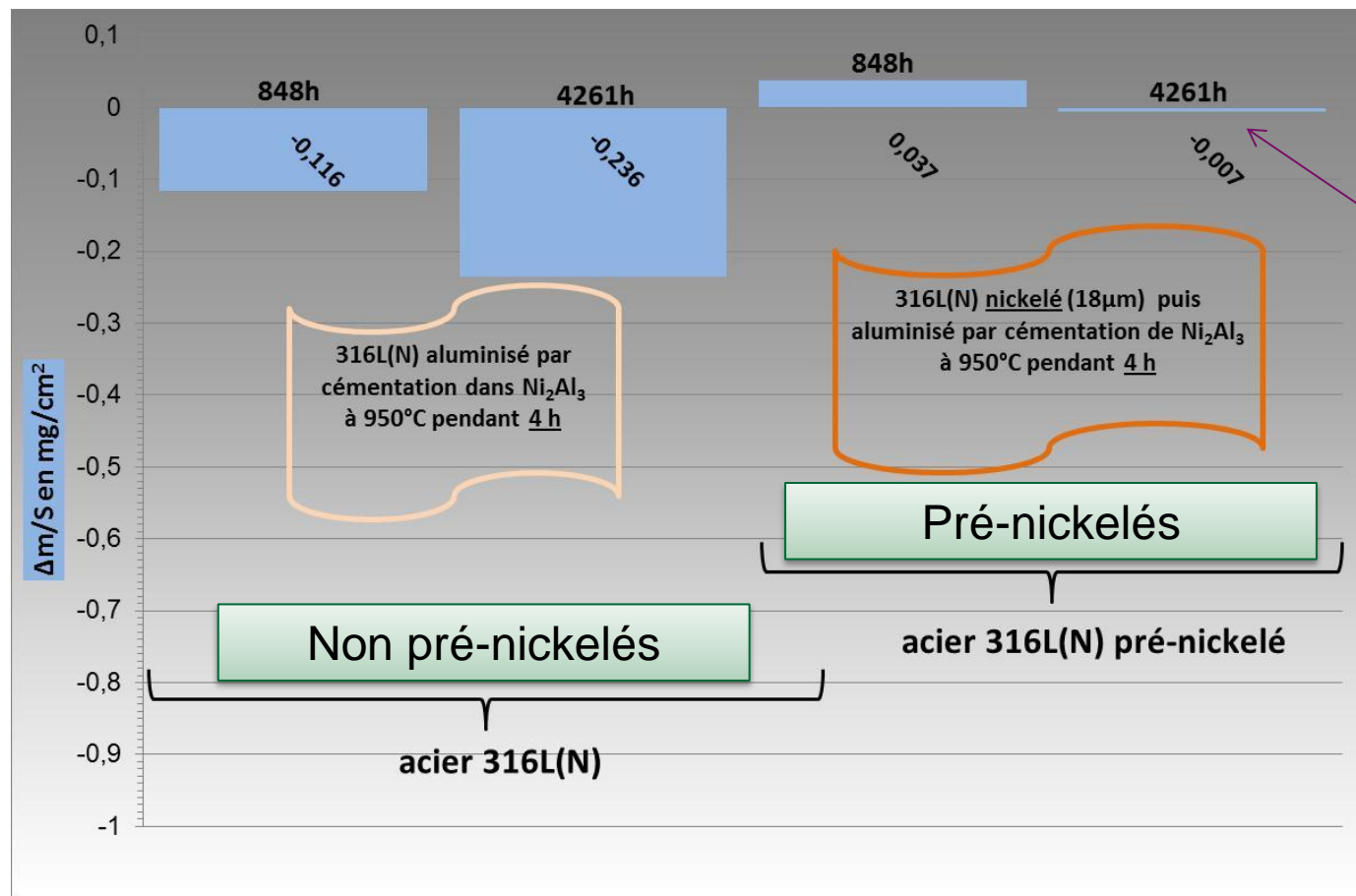
- Détachement des particules « collées » sur le revêtement

Solubilité dans Na à 550°C	Al	Fe	Ni	Cr
ppm	33	0,5	1,5	0,03

[Applied chemistry of the alkali metals, Borgstedt]

316L(N) REVÊTUS APRES 550°C - 4500H DANS NA

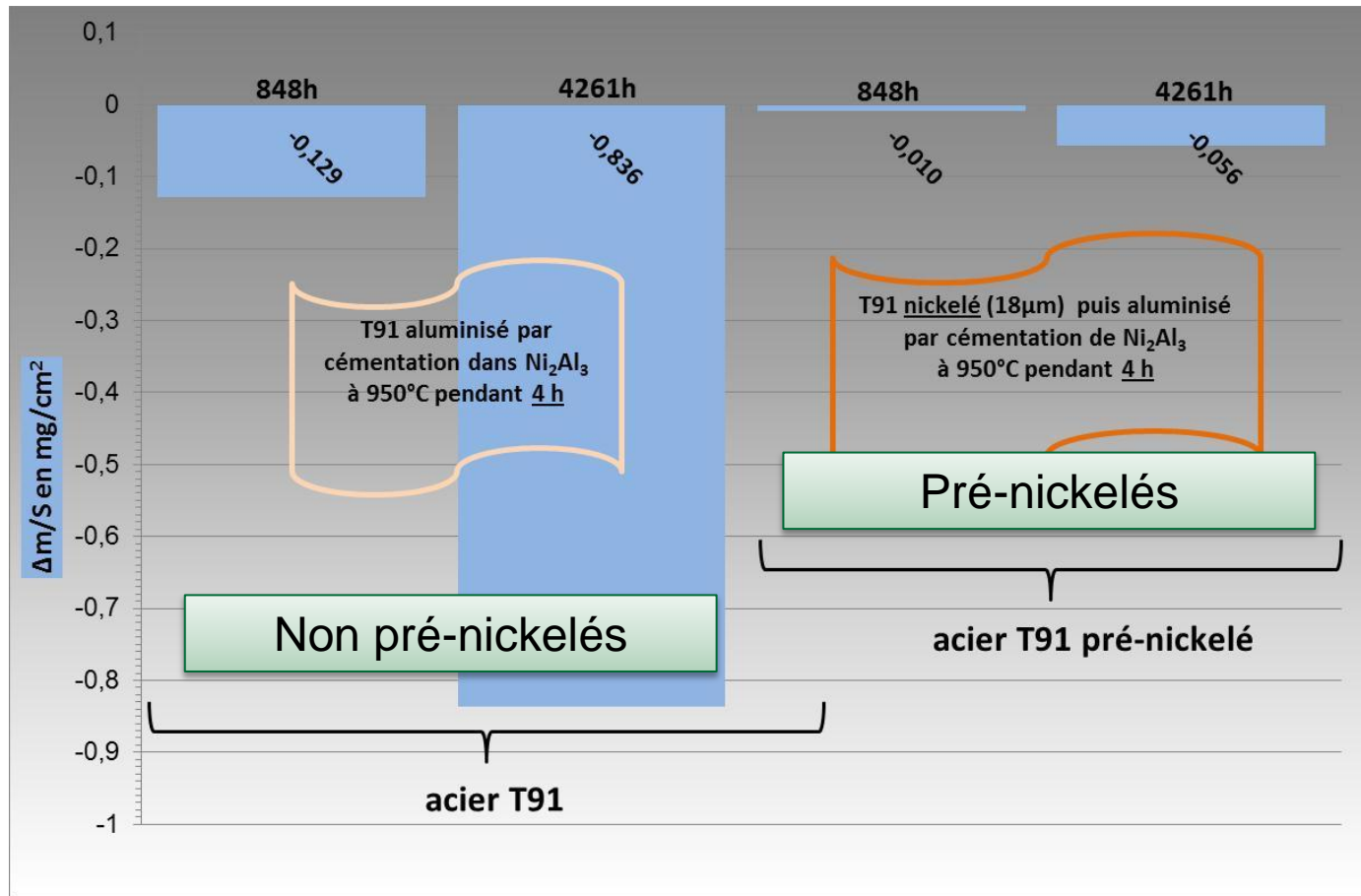
-0.1 mg/cm² correspond à une dissolution d'environ 0,2 μm de FeAl



316L(N) revêtu
Stellite sur 1 face
(400°C/1000h) :
-0,007 mg/cm²

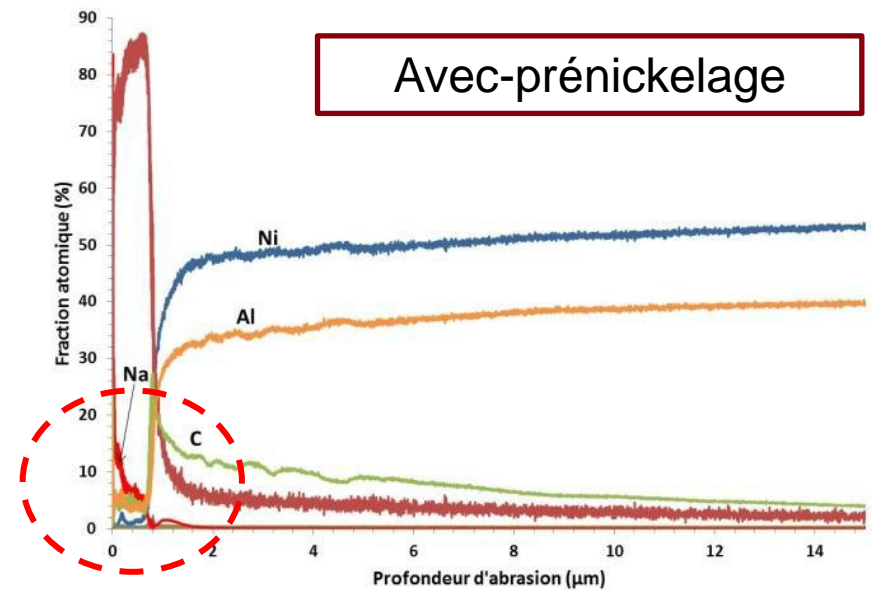
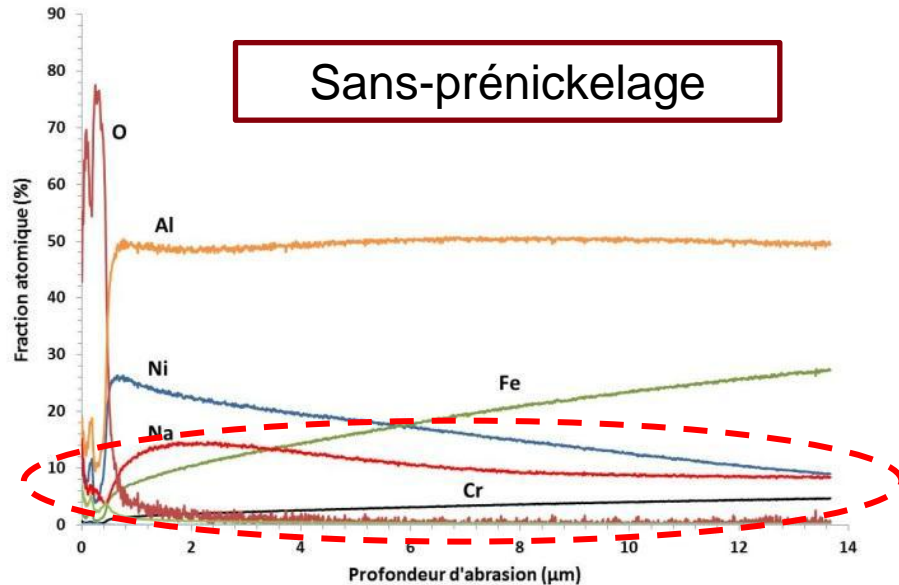
- Très bonne compatibilité des revêtements (peu de dissolution)
- Meilleur comportement des revêtements pré-nickelés

T91 REVÊTUS APRES 550°C - 4500H DANS NA



- Très bonne compatibilité des revêtements (peu de dissolution)
- Meilleur comportement des revêtements pré-nickelés

PROFILOMÉTRIE SDL SUR 316L(N) – 850H DANS NA

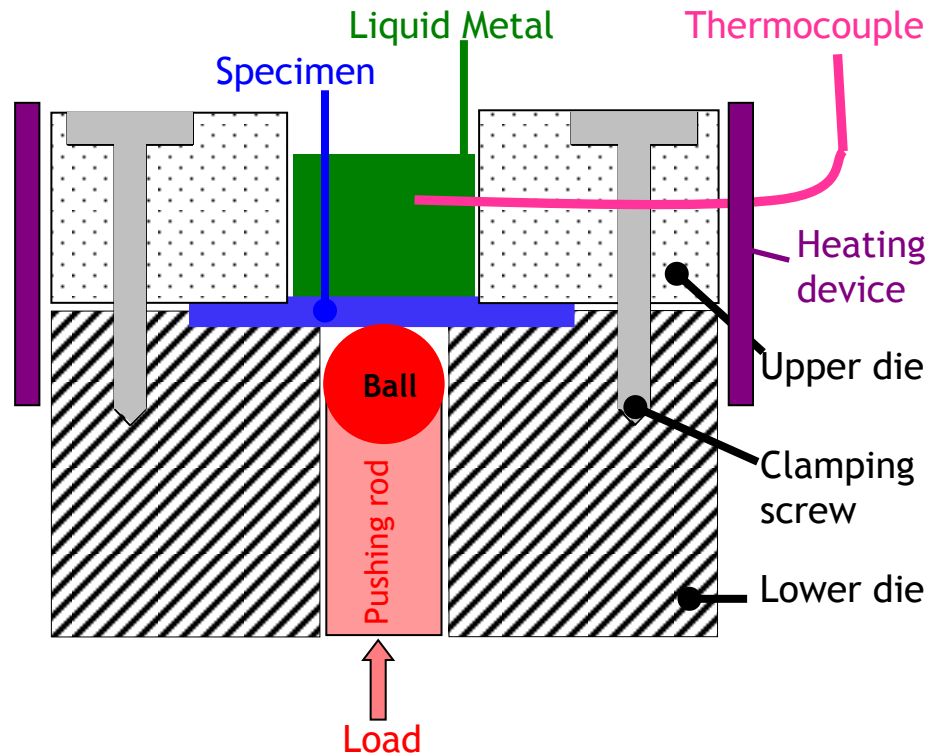


- Légère dissolution de Fe et Al sur revêtement (peu visible)
- **Pénétration de Na** et dissolution moins importante sur revêtement avec-prénickelage : influence des « fissures » initiales ? NiAl moins fragile ?
- Influence de cette pénétration de Na sur propriété de frottement ?

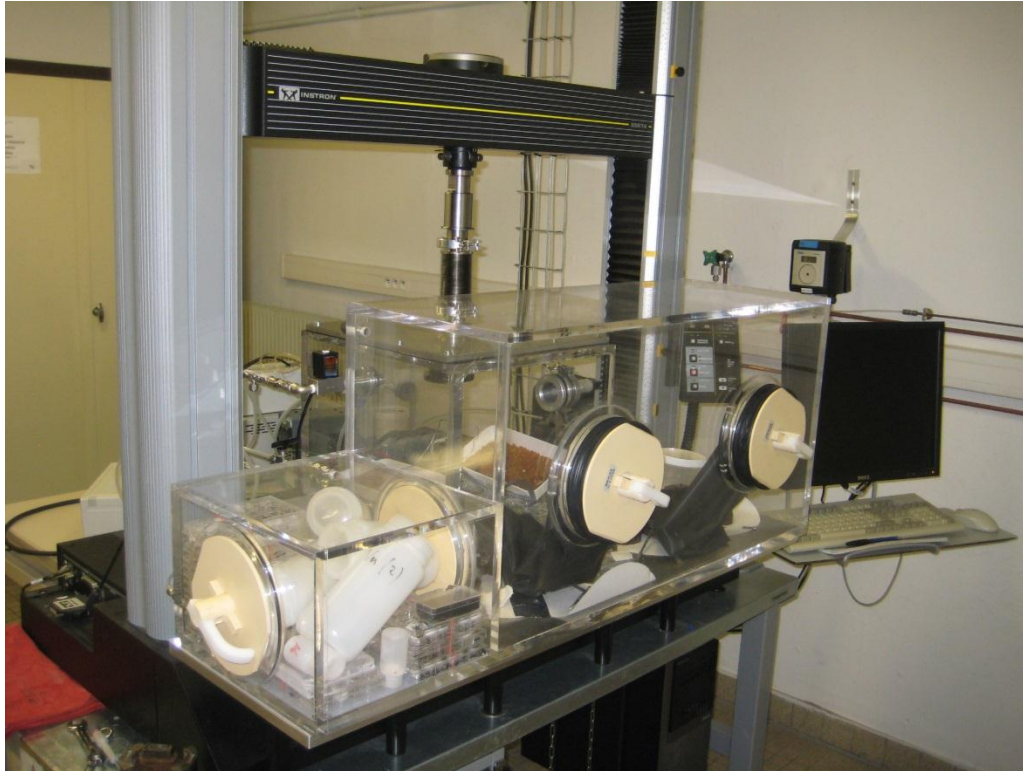
3) COMPORTEMENT MÉCANIQUE DU SUBSTRAT REVÊTU

Objectifs de l'essai SPT :

- Evaluer l'influence du revêtement sur la résistance mécanique du substrat
- Evaluer la résistance à la Fragilisation par Métaux Liquides des revêtements [Serre and Vogt, *NED 237 (2007) 677-685*]
- Caractérisation de la fissuration du revêtement et de l'interface Revêtement-Substrat

**Echantillon miniature :**

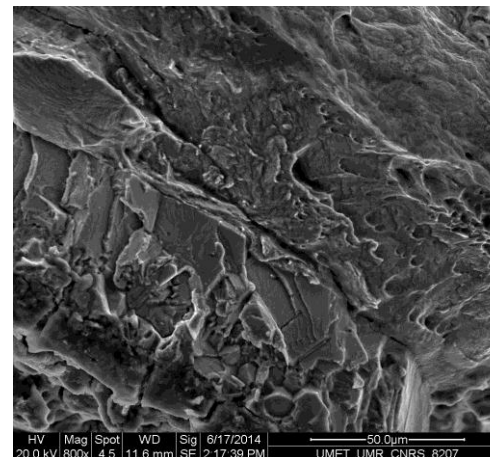
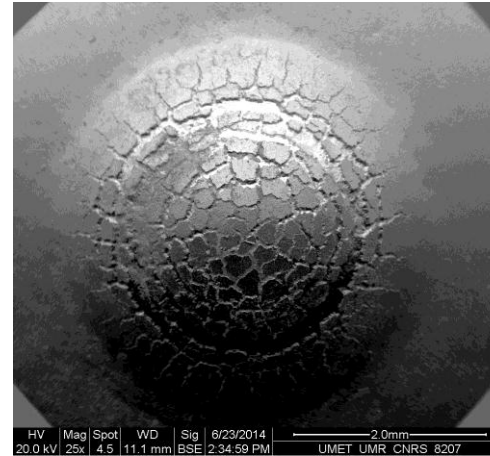
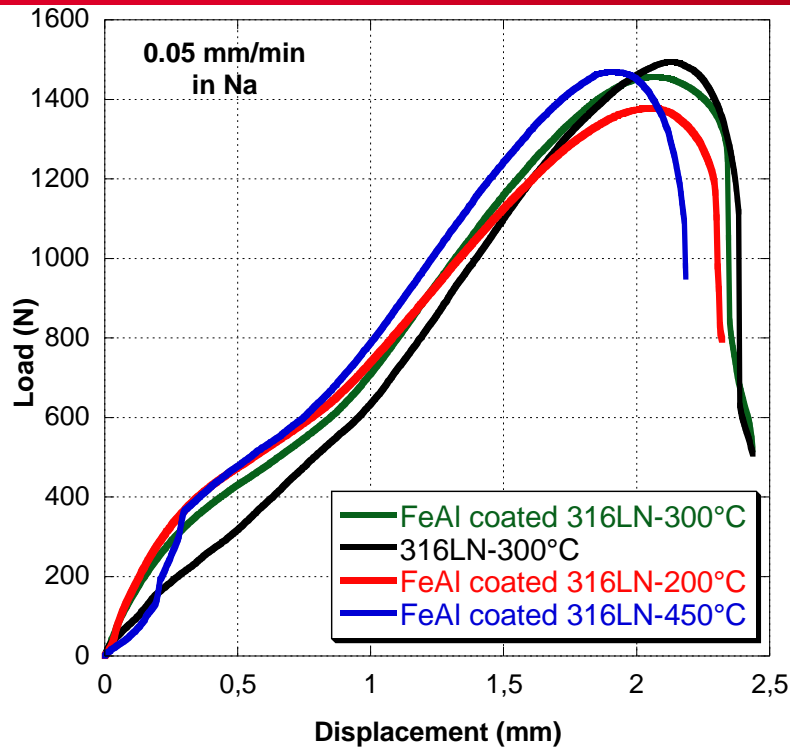
disque : diamètre = 8.9 mm et épaisseur = 500 μm



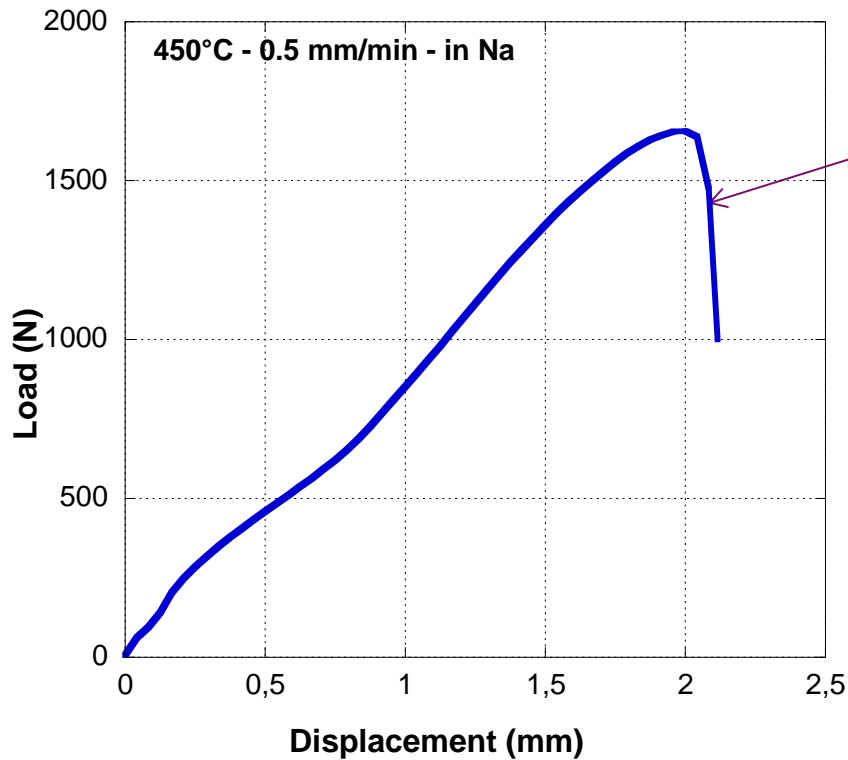
Conditions d'essai :

- Températures : entre **150 °C** et **550 °C**
- Vitesse de déplacement de l'axe: entre **0.0005 mm/min** et **0.5 mm/min**
- Environnements : **air**, **sodium**

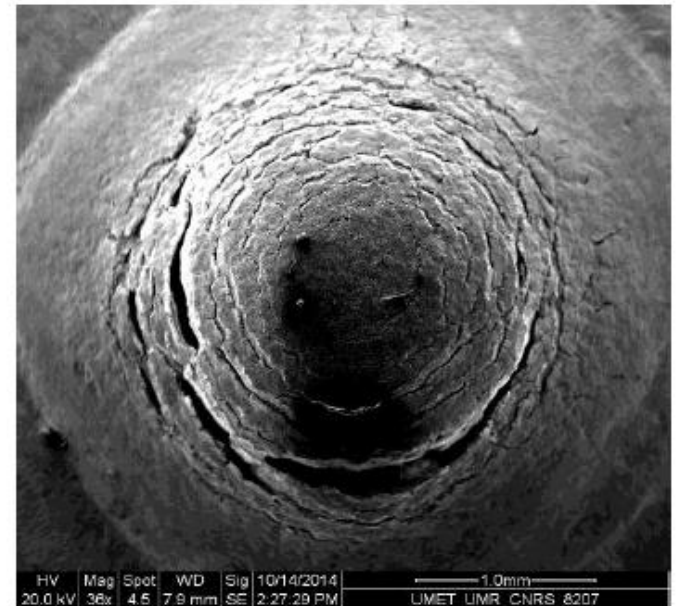
Essais mécaniques sous Na avec Argon purifié
(P_{O_2} et $P_{H_2O} < 100$ ppm)



- **Pas de fragilisation** du substrat induite par présence du revêtement
- Rupture fragile du revêtement et ductile de l'acier
- **Faièncage du revêtement** et présence de fissures entre le substrat et le revêtement



Basse activité (Ni_2Al_3) : 950 °C / 1h
puis revenu (750 °C / 1 h)



- Pas de fragilisation du substrat induite par présence du revêtement
- Rupture fragile du revêtement et ductile de l'acier
- Absence de « faïençage »

4) CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

- Faisabilité de revêtements d'aluminures par « pack-cémentation » sur acier austénitique 316L(N) et acier ferrito-martensitique T91

- Très bonne compatibilité des revêtements dans Na

Effet bénéfique d'un pré-nickelage

- Pas d'influence majeure observée du revêtement sur le comportement mécanique du substrat en Na

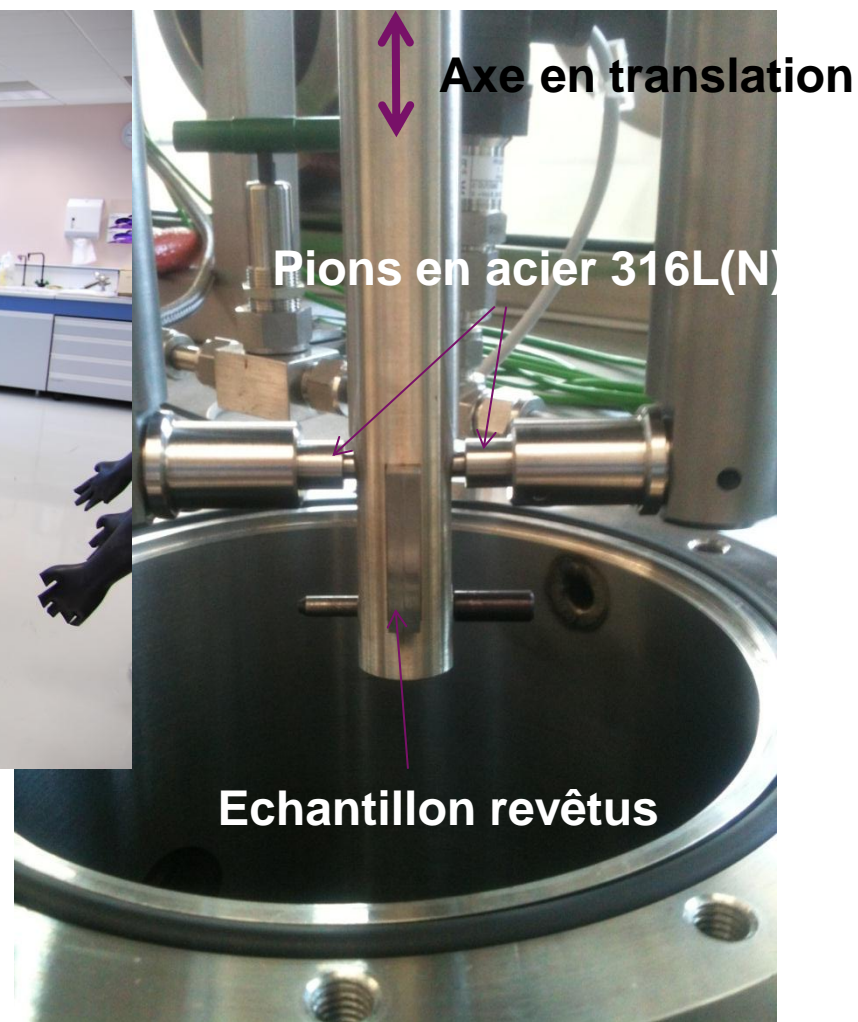
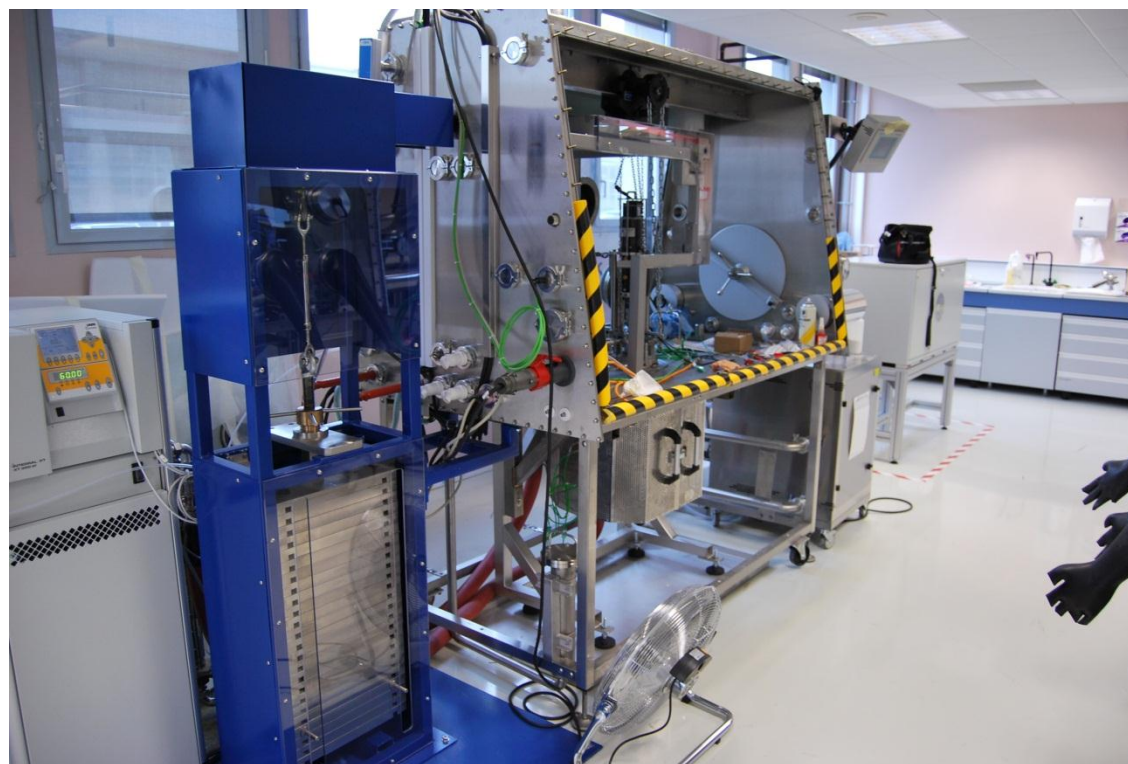
- Fabrication de revêtement Al à haute activité suivi de recuits pour obtenir un revêtement multi-phasé : optimisation du « parcours thermique »

- Autres revêtements : chromisation, aluminures avec « talc »

- Conception d'un montage pour essai mécanique de résistance au « choc » : morphologie de la fissuration ? Faièncage ? Desquamation du revêtement ?

- Essais de frottement 316L(N)/acier revêtu en température sur module TRICO de l'installation CORRONa²

MODULE TRICO : TRIBOLOGIE EN Na



Milieu : Na

Températures : $T < 600^{\circ}\text{C}$

Contraintes : $F < 900\text{ N}$ (45 MPa)

Données : mode d'usure, coefficient de frottement