HAL
open science

Effets de la microstructure, de la texture et du vieillissement thermique sur la rupture fragile des aciers ODS

A.-L. Rouffié, J. Crepin, B. Tanguy, S. Vincent

To cite this version:

A.-L. Rouffié, J. Crepin, B. Tanguy, S. Vincent. Effets de la microstructure, de la texture et du vieillissement thermique sur la rupture fragile des aciers ODS. Journees annuelles de la SF2M, Oct 2015, Paris, France. hal-02445705

HAL Id: hal-02445705

https://cea.hal.science/hal-02445705

Submitted on 20 Jan 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

Effets de la microstructure, de la texture et du vieillissement thermique sur la rupture fragile des aciers ODS

Anne-Laure ROUFFIÉ[a], Jérôme CRÉPIN[b], Benoît TANGUY[c], Sébastien VINCENT[a].

a- CEA DEN,DANS,DMN,SRMA
b- MINES ParisTech, PSL Research University, Centre des Matériaux
c- CEA DEN,DANS,DMN,SEMI

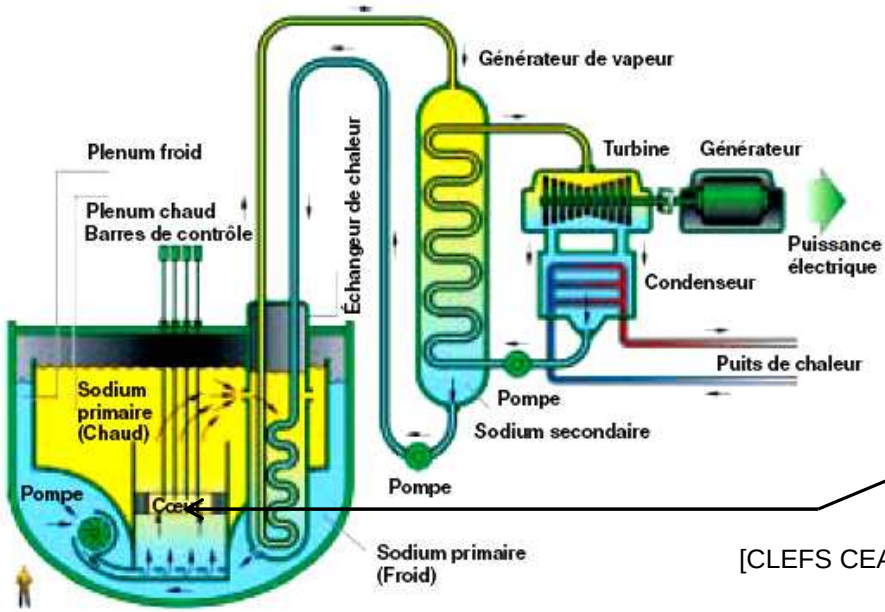
Travaux de thèse de A.-L. Rouffié disponible :
https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-01069061

Cette étude fait partie du programme CEA GEN IV et a été financée par AREVA / AREVA Grants, dans le cadre du programme commun "CPR ODISSEE" financé par AREVA, CEA, CNRS, EDF et Mécachrome sous contrat n°070551.

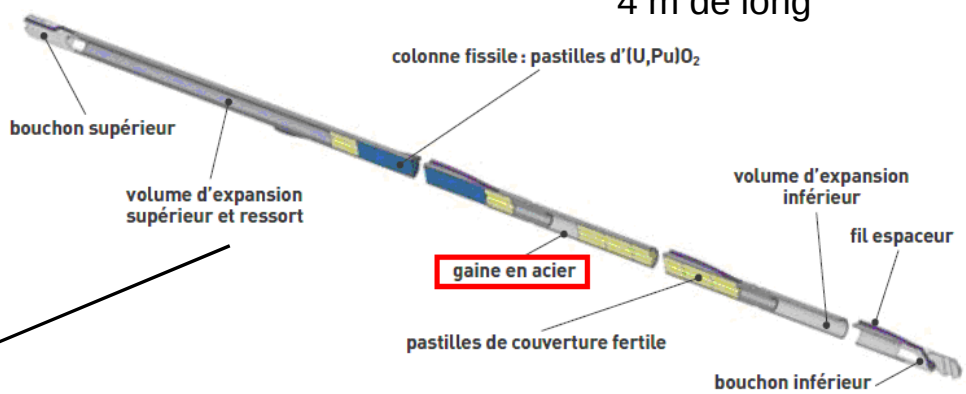
www.cea.fr

CONTEXTE

- Réacteurs refroidis au sodium de Génération IV (RNR-Na) : projet CEA-EDF-AREVA
  - prévoir la pénurie en U_{235} (50 ans) → utilisation du U_{238}
  - réduire la production de déchets ultimes
- Phase d'avant projet du prototype ASTRID :
  utilisation de certains matériaux qualifiés pour Phénix
  - exemple : l'acier austénitique 15/15Ti pour le gainage du combustible (tube)
  - possibilité d'augmenter la durée de vie des gaines



<u>Gaine de combustible</u>
0,5 mm d'épaisseur de paroi
4 m de long



[CLEFS CEA N°55, 2007]

CONTEXTE

- Exemple de cahier des charges du matériau de gainage :

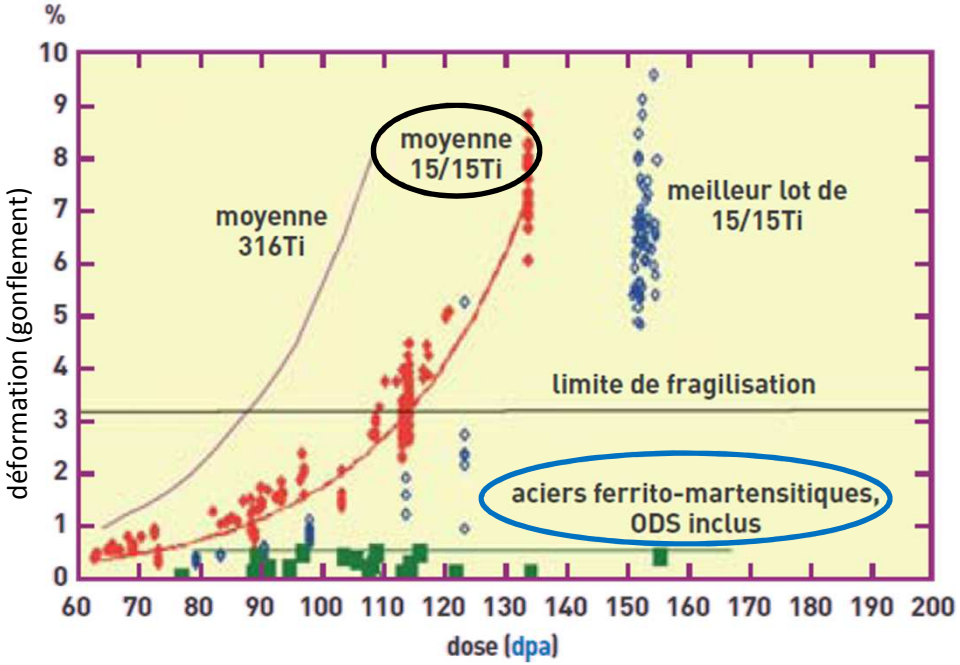
➢ dose d'irradiation maximale de 200 dpa
  - le 15/15 Ti (structure CFC) ne permet pas d'atteindre de telles doses d'irradiation
  - par contre les aciers ferrito-martensitiques (structure CC) sont prometteurs !

➢ pression interne de 120 bar

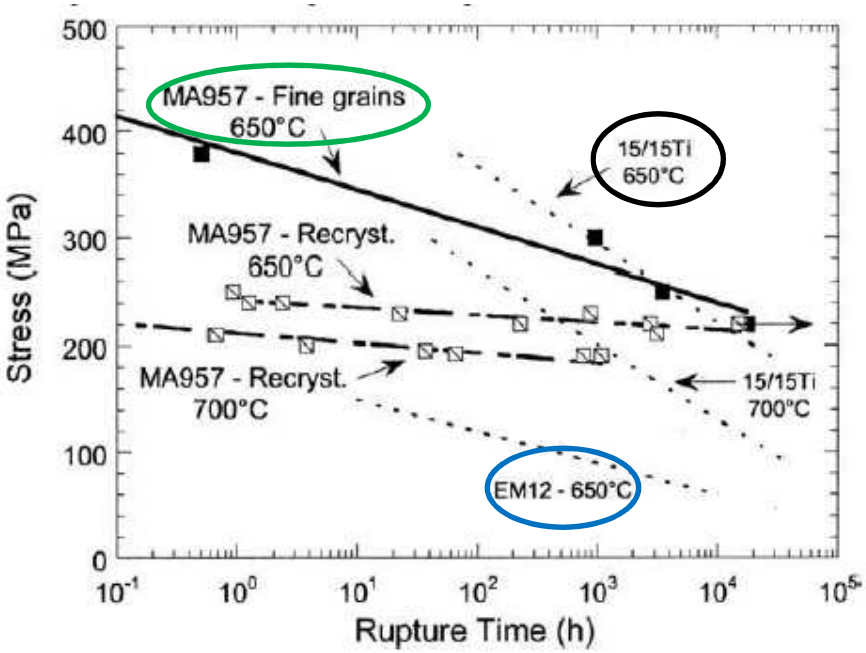
➢ température de 400°C à 650°C

➢ durée de vie de 50000h à 80000h
  - **les aciers ODS sont les meilleurs candidats parmi les aciers F/M**

15/15Ti : austénitique
EM12 : ferrito-martensitique
MA957 : ferritique ODS



[CLEFS CEA N°55, 2007]



[Alamo et al, 2004]

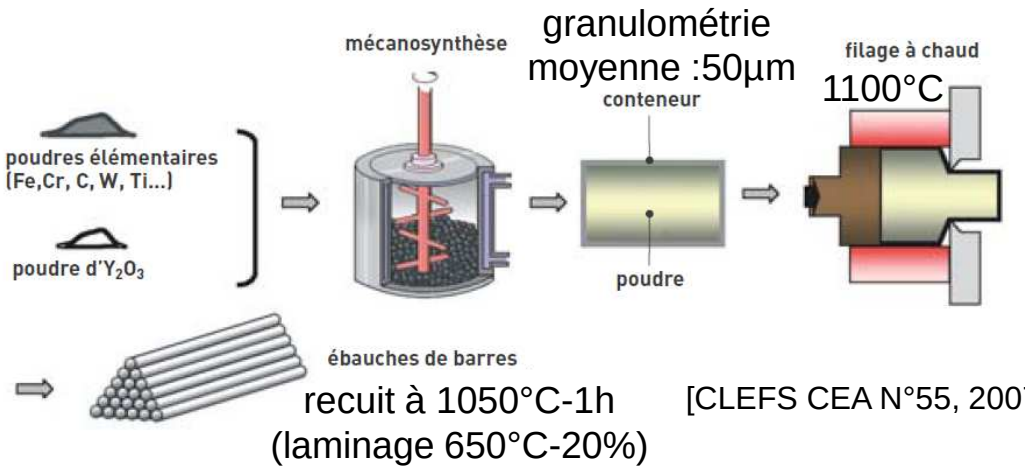
LES ACIERS ODS ÉTUDIÉS

Compositions chimiques :

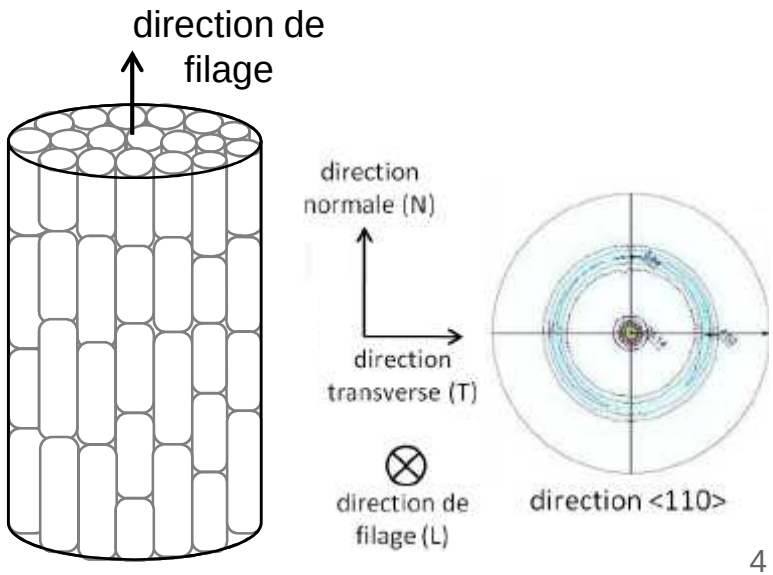
	élément	Fe	Cr	W	Ti	Si	Mn	Ni	Y	O	C
Acier ODS 18%Cr	%mass.	bal.	17,5	0,95	0,31	0,27	0,06	0,18		0,12	0,045
Acier ODS 14%Cr	%mass.	bal.	13,0	0,97	0,35	0,32	0,31	0,16	0,29	0,23	0,034

Procédé de fabrication :

- cobroyage de poudres
  - composition chimique homogène
  - incorporer les éléments Y et O à l'intérieur des grains
- compaction par filage à chaud
  - fabrication de barres
  - **microstructure anisotrope**



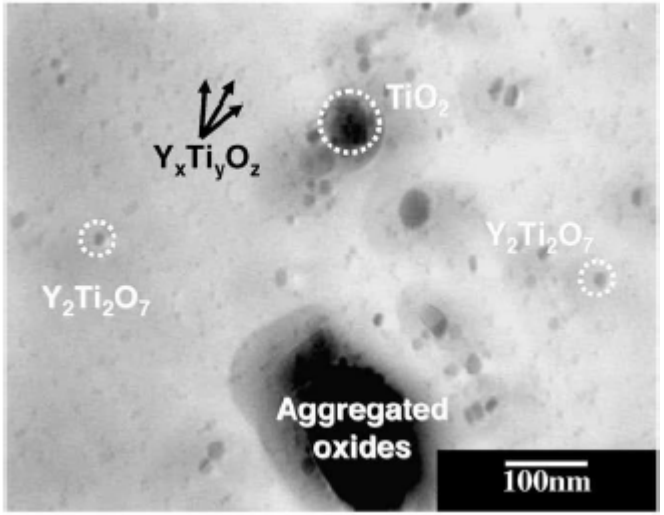
[CLEFS CEA N°55, 2007]



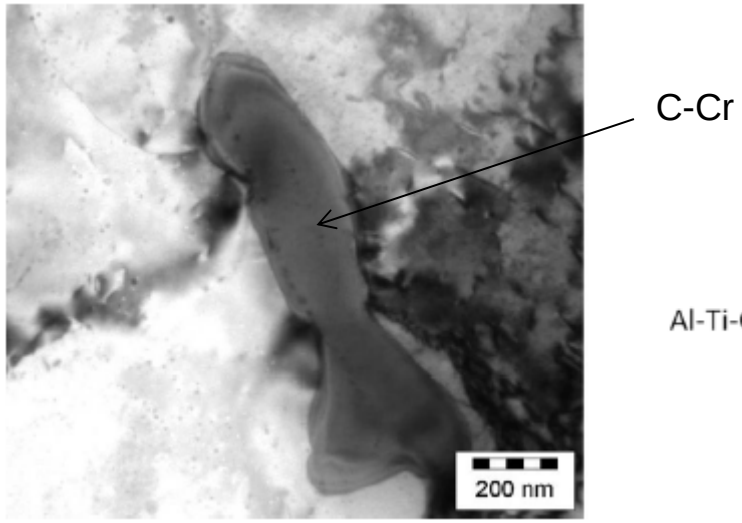
LES ACIERS ODS ÉTUDIÉS

- Précipités attendus :
  - nano-renforts Y-Ti-O (1 à 10 nm)
  - autres oxydes $Y_2Ti_2O_7$ (10 à 100 nm)

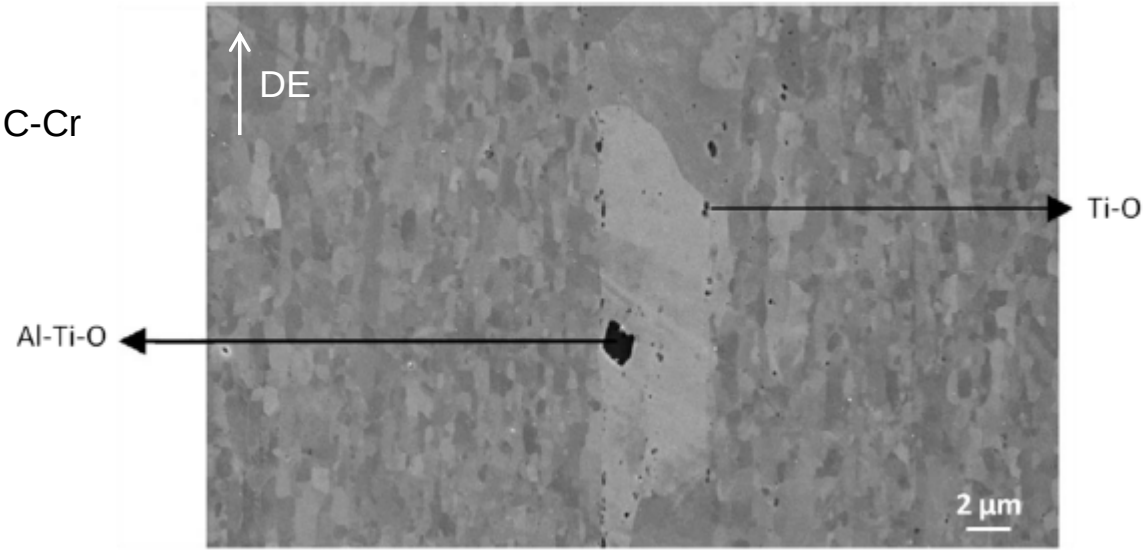
- Précipités non souhaités :
  - TiO_2 de 100 nm
  - gros C-Cr de 1 µm
  - oxydes d'Al de 1-2 µm



[Sakasegawa et al., 2009]



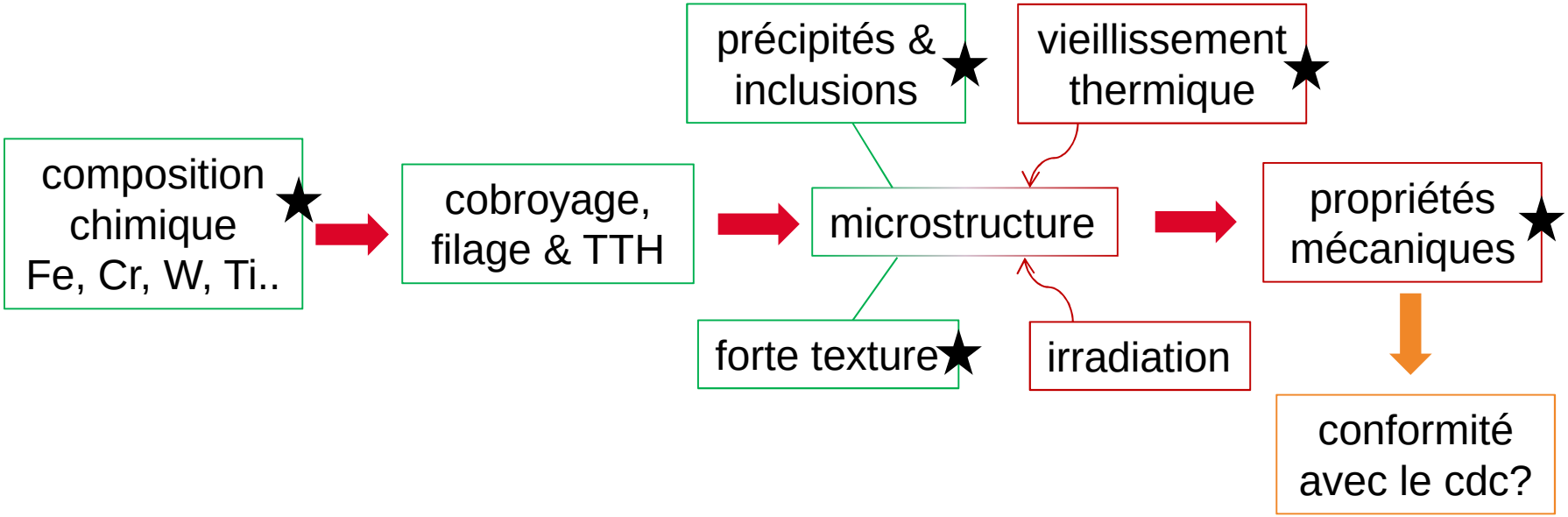
[Olier et al., 2013]



[Olier et al., 2013]

PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

- Facteurs d'influence sur les caractéristiques mécaniques :



- <u>Problématique</u> : assurer l'intégrité des assemblages combustible vis-à-vis de la rupture fragile (rupture brutale) durant les étapes de manutention, de transport et en cas de séisme.

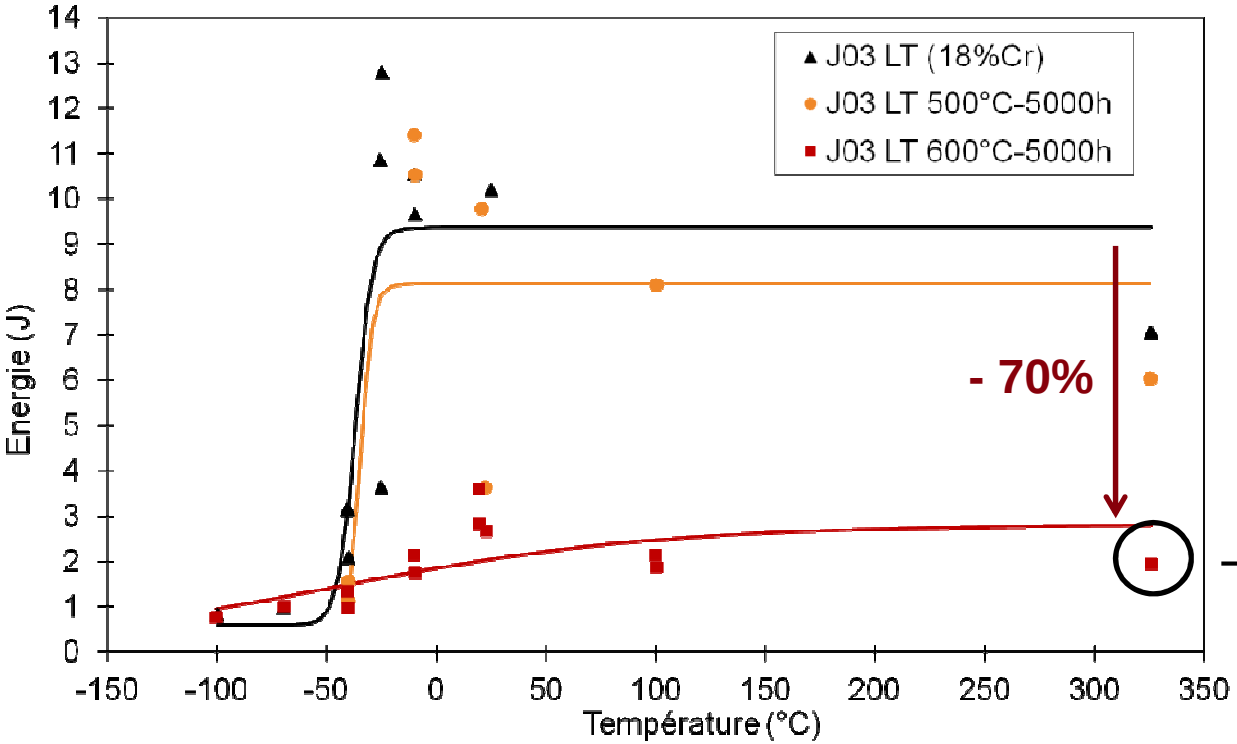
- <u>Objectifs de l'étude</u> : comprendre les effets de divers paramètres : composition chimique, texture et vieillissement thermique, sur l'apparition de la rupture fragile sur les aciers ODS.

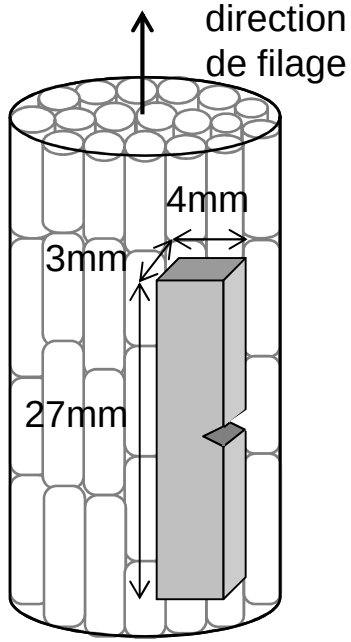
PLAN DE LA PRÉSENTATION

- 1. Effets du **vieillissement thermique** sur la résistance à l'impact pour un acier **ODS à 18 %Cr**
- 2. Effets du **vieillissement thermique** sur la résistance à l'impact pour un acier **ODS à 14 %Cr**
- 3. Etude des **mécanismes de rupture** pour un acier **ODS à 14%Cr**
- Conclusions et perspectives

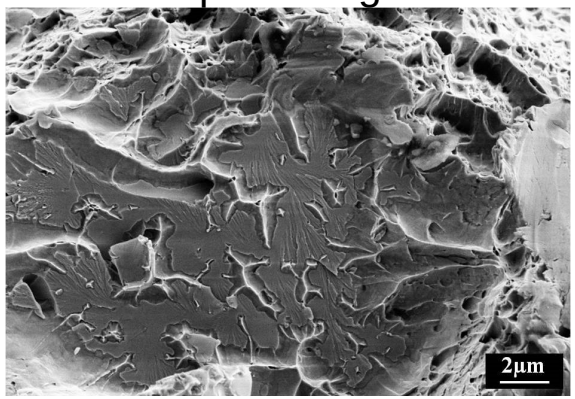
1. VIEILLISSEMENT DE LA NUANCE À 18%Cr

- Comportement à l'impact (essais de résilience mini-Charpy, P. Wident CEA-SRMA)
  - **forte fragilisation après vieillissement à 600°C**





rupture fragile



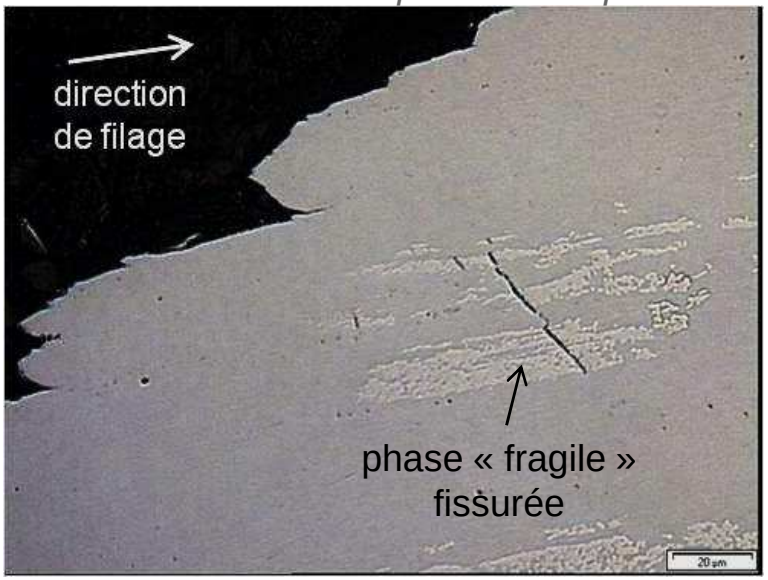
MEB-FEG – P. Bonnaillie (CEA-SRMP)

  - formation d'une phase lors du vieillissement à 600°C ?
    - → analyses microstructurales

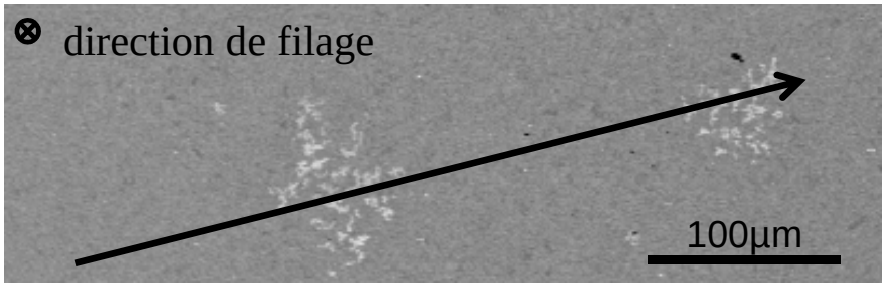
1. VIEILLISSEMENT DE LA NUANCE À 18%Cr

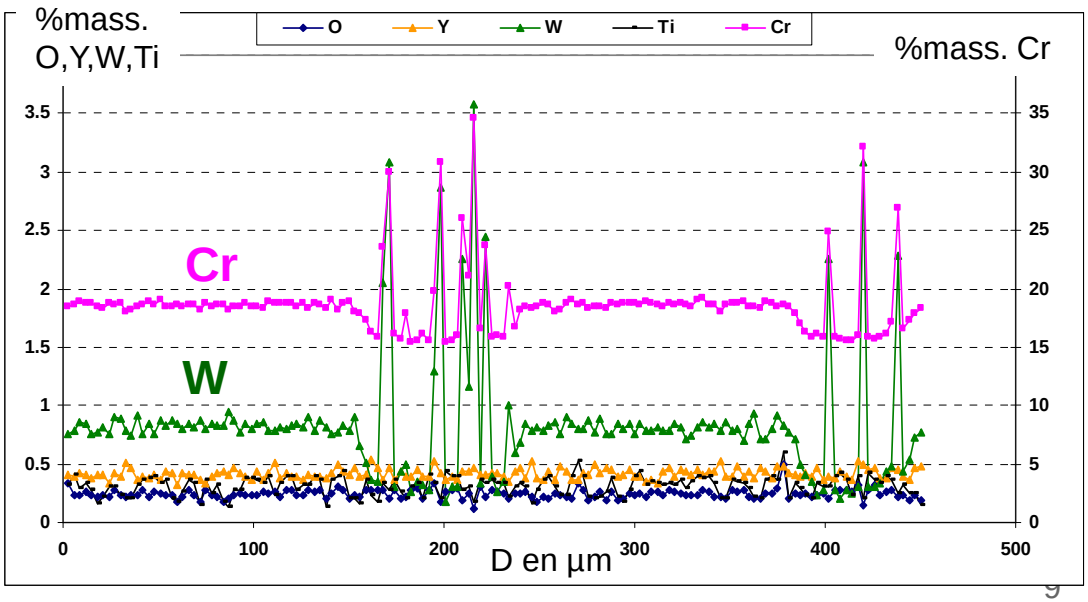
- Analyse microstructurale de la nuance vieillie à 600°C :
  - formation d'une phase fragile d'une taille de 2 à 50 µm
  - phase enrichie en Cr, W et Si

observation au microscope optique d'un faciès de rupture en coupe



microsonde de Castaing – D. Hamon (CEA-SRMA)





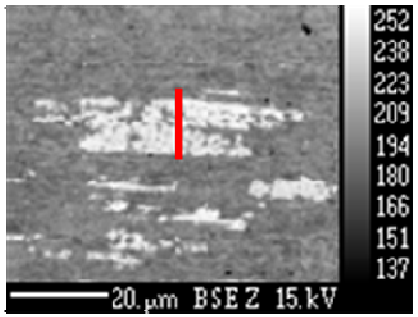
composition chimique en % massique

	Fe	Cr	W	Si
matrice	78.9	18.6	0.86	0.27
phase fragile	57.6	36.3	3.8	1.11

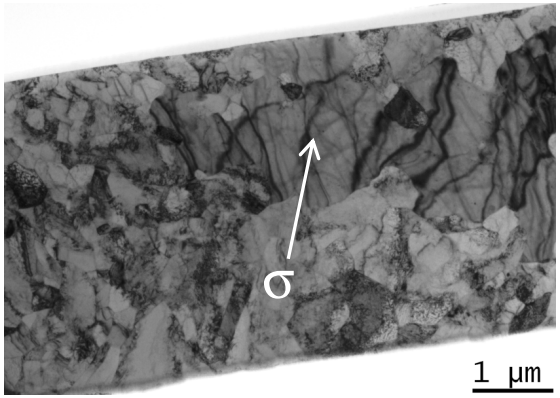
1. VIEILLISSEMENT DE LA NUANCE À 18%Cr

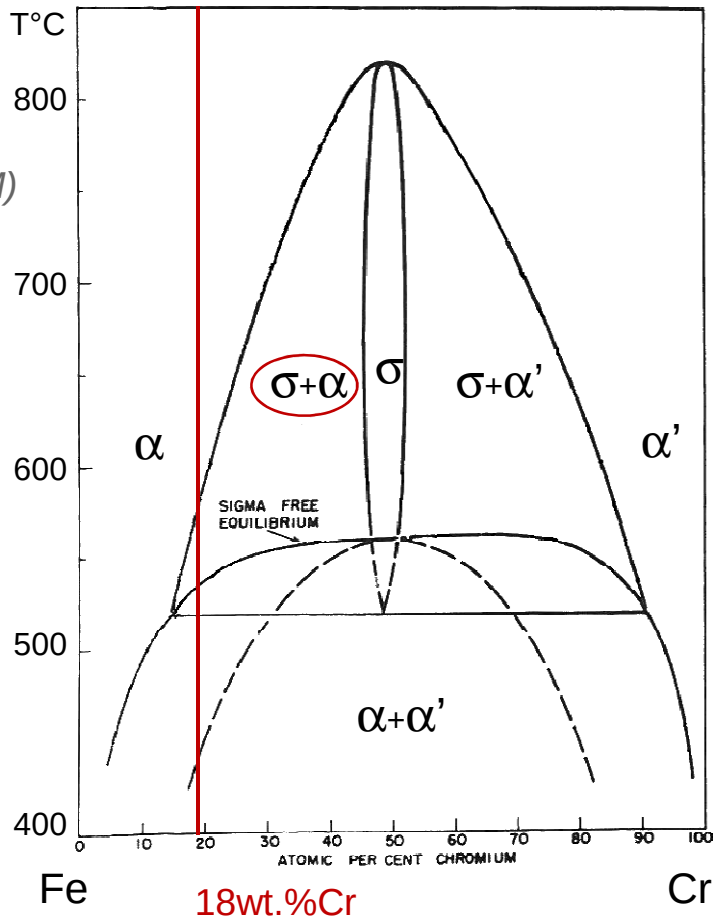
- Identification de la phase fragile :
  - phase intermétallique de type σ
  - σ stabilisée par la forte teneur en Cr

prélèvement au FIB



observations au MET – M.Sennour (CdM)





phase	structure cristalline	paramètres de maille (nm)		
		cette étude	comparaison avec la littérature	
σ	tétragonale	**a = 0,891** **c = 0,467**	a = 0,8812 c = 0,4581	[Kim-1998]
			a = 0,8828 c = 0,4597	[Weiss-1972]

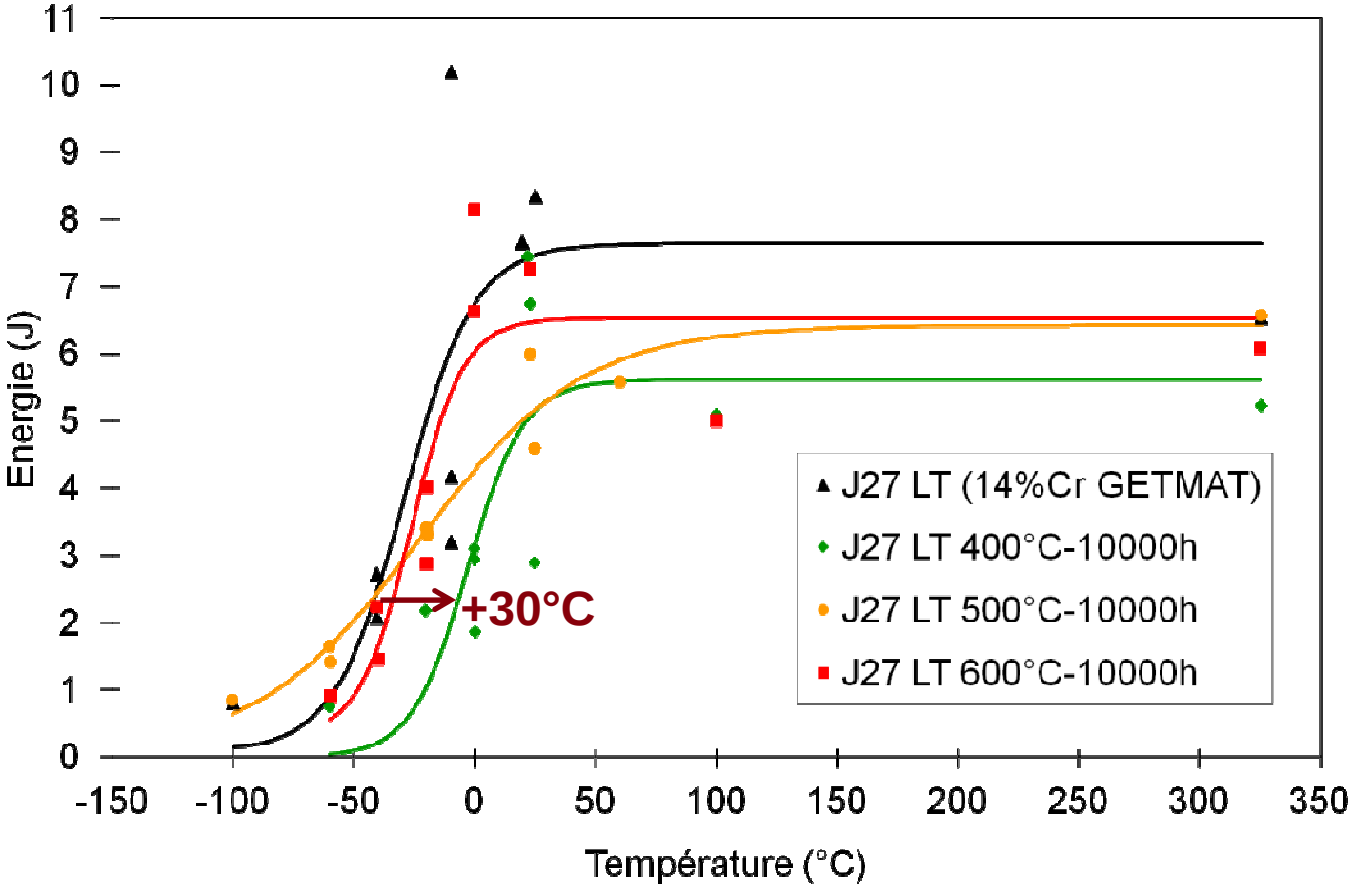
- **La nuance à 18%Cr ne satisfait pas le cahier des charges (fragilisation)**

2. VIEILLISSEMENT DE LA NUANCE À 14%Cr

- Comportement à l'impact :
  - ➢ décalage de la TTDF de +30°C après vieillissement à 400°C-5000h
  - ➢ confirmation du décalage après vieillissement à 400°C-10000h

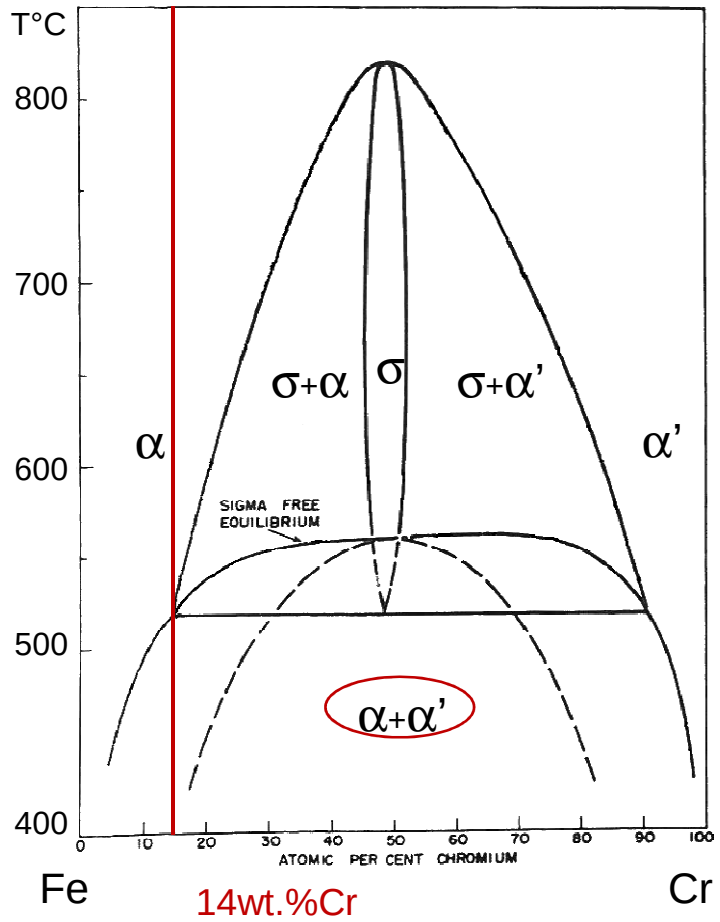
Quelle est l'origine du décalage à 400°C?

→ Analyses microstructurales

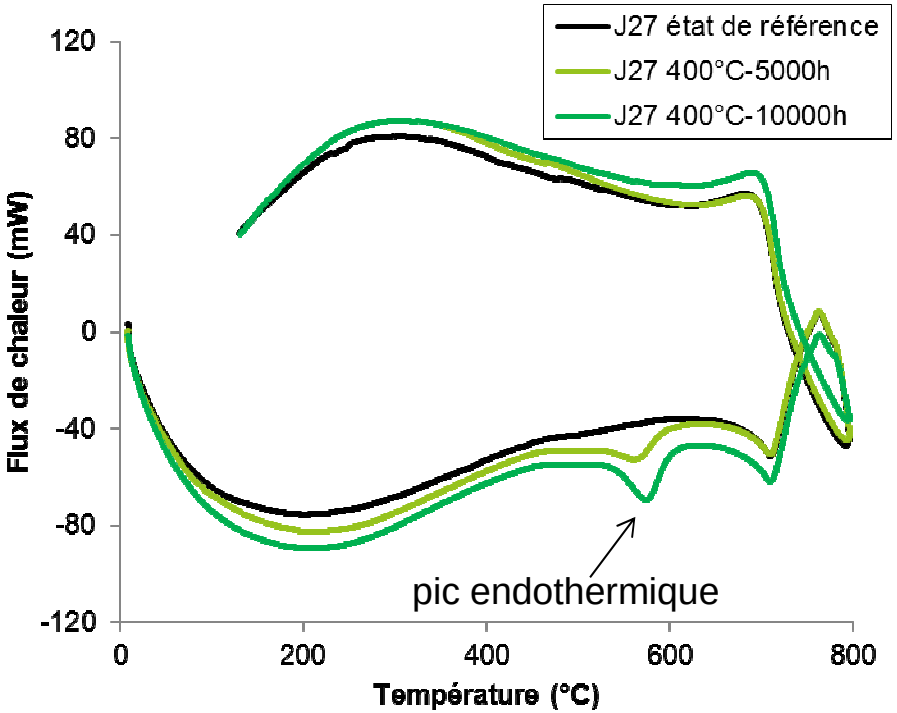


2. VIEILLISSEMENT DE LA NUANCE À 14%Cr

- Analyse microstructurale de la nuance vieillie à 400°C-10000h :
  - diagramme Fe-Cr : supposition d'une réaction α-α'
  - remise en solution d'une famille de précipités vers 570°C
  - preuves de la présence de précipités α' après vieillissement à 400°C-10000h



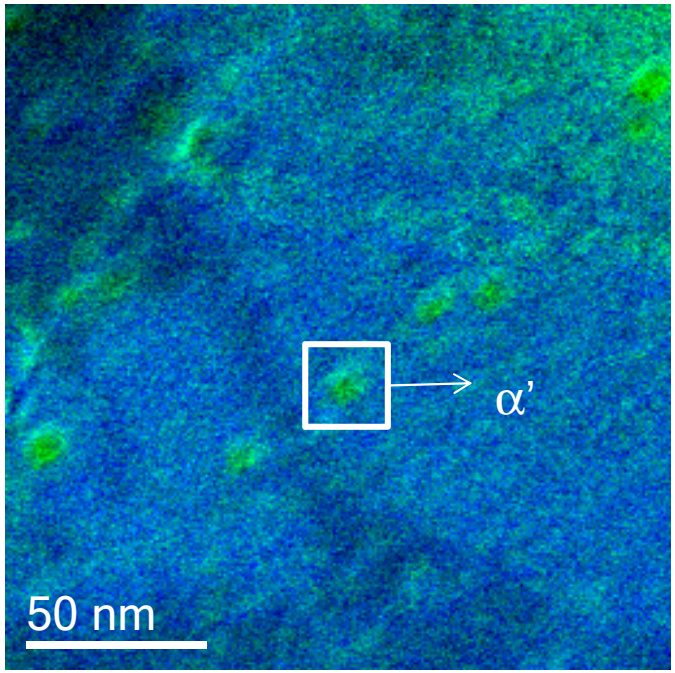
calorimétrie différentielle à balayage – T.Guilbert (CEA-SRMA)



2. VIEILLISSEMENT DE LA NUANCE À 14%Cr

- Analyse microstructurale de la nuance vieillie à 400°C-10000h :
  - observation des précipités α' au MET
  - quantification de la fraction volumique et de la taille des précipités en DNPA

EFTEM – J. Ribis (CEA-SRMA)



: Fe
: Cr

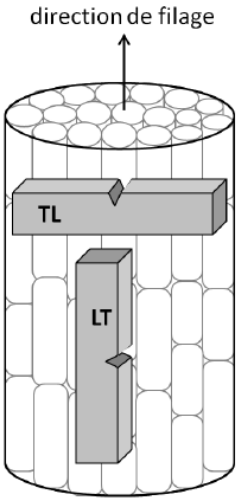
diffusion des neutrons aux petits angles – M.H. Mathon (LLB)

État matériau	Rayon (nm)	Écart-type	Fraction volumique (%)
Vieilli 400°C–5000h	1,7	0,4	1,3
Vieilli 400°C–10000h	1,8	0,4	2,1

- Pas de fragilisation comme la nuance à 18%Cr
- **Mais quelle sera l'influence de la phase α' après 50000h ? …**

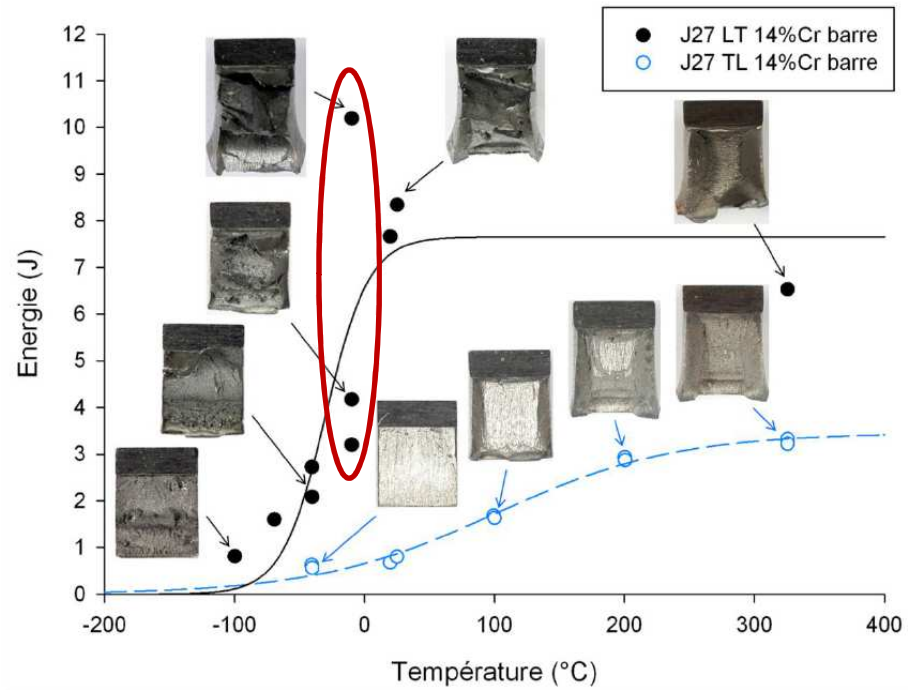
3. ETUDE DES MÉCANISMES DE RUPTURE

- Essais de résilience sur produits pleins à 14%Cr :
  - géométrie barre : texture de fibre similaire à celle des tubes
  - anisotropie, focus sur la sollicitation LT



géométrie barre

rupture par bifurcation



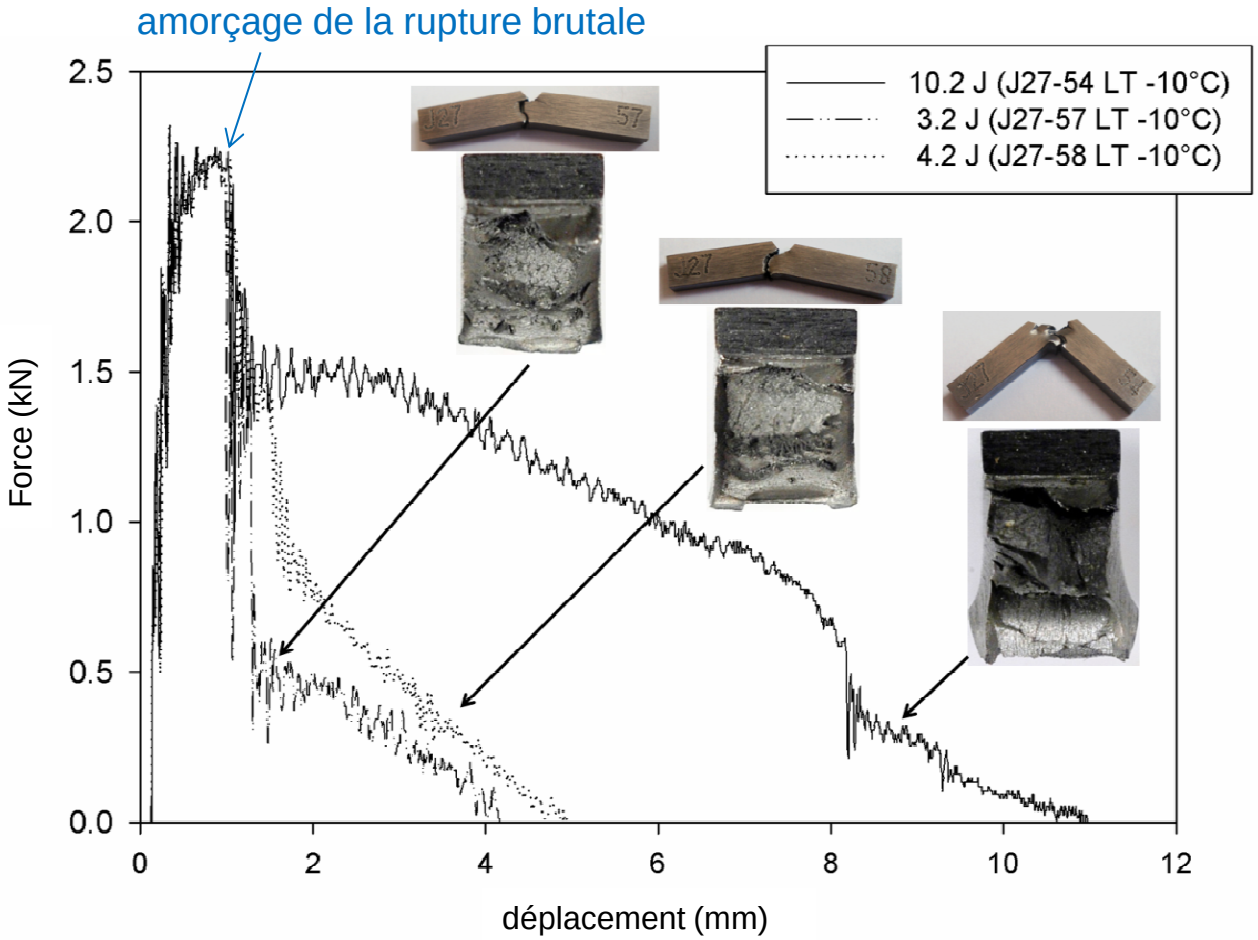
3. RUPTURE PAR BIFURCATION / DÉLAMINAGE

- Dispersion sur les courbes en énergie en sollicitation LT :

➢ même énergie à l'amorçage de la rupture brutale entre les 3 essais à -10°C

➢ mais présence d'un palier qui accroît l'énergie consommée sur une des 3 éprouvettes

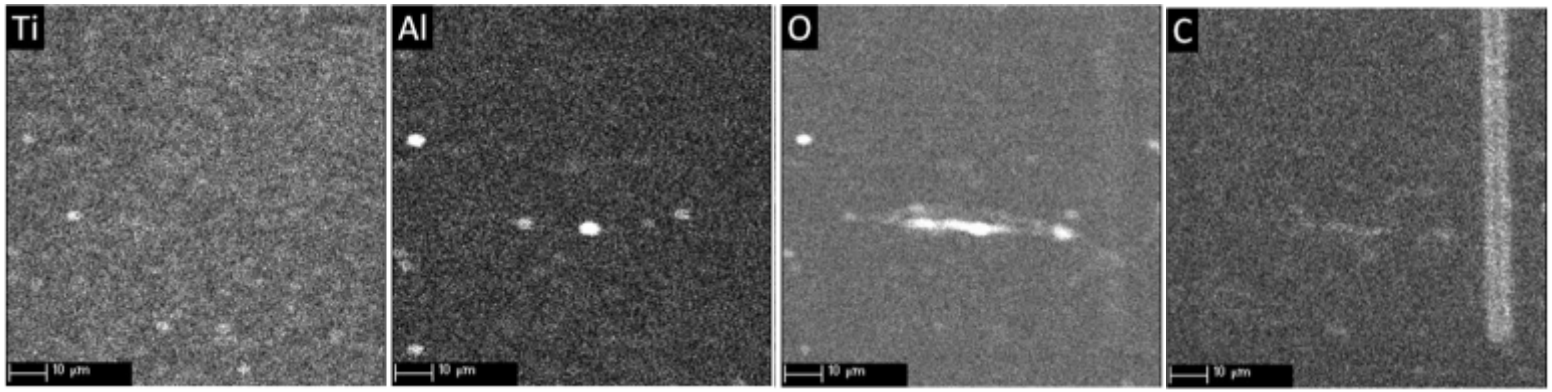
➢ **à quoi est dû le palier ?**

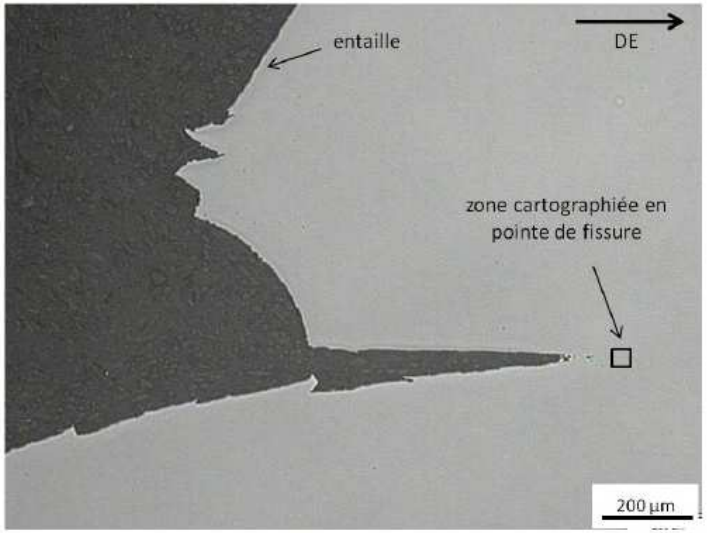


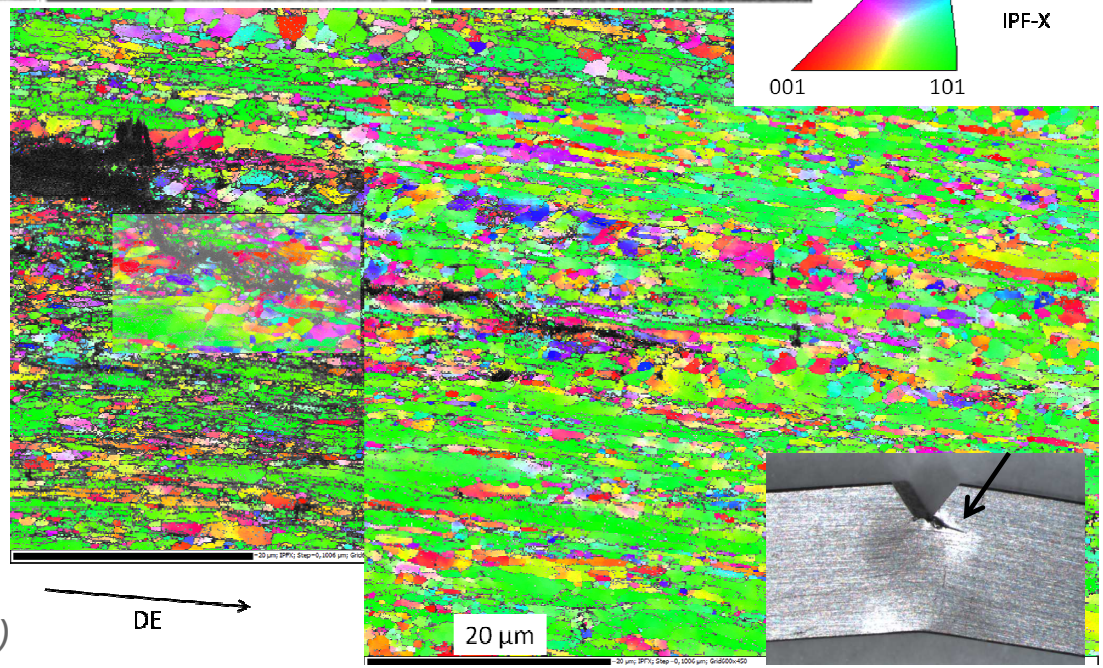
3. RUPTURE PAR BIFURCATION / DÉLAMINAGE

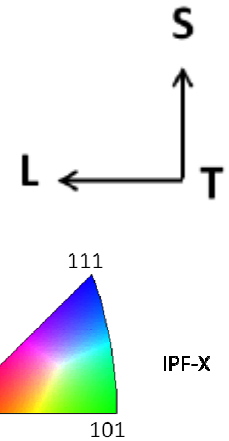
- Etude du mécanisme de bifurcation (géométrie barre J27) :
  - pas d'alignements d'oxydes de titane, mais la fissure suit les alignements de grains « hors texture »

Microsonde de Castaing – S. Poissonnet (CEA-SRMP)





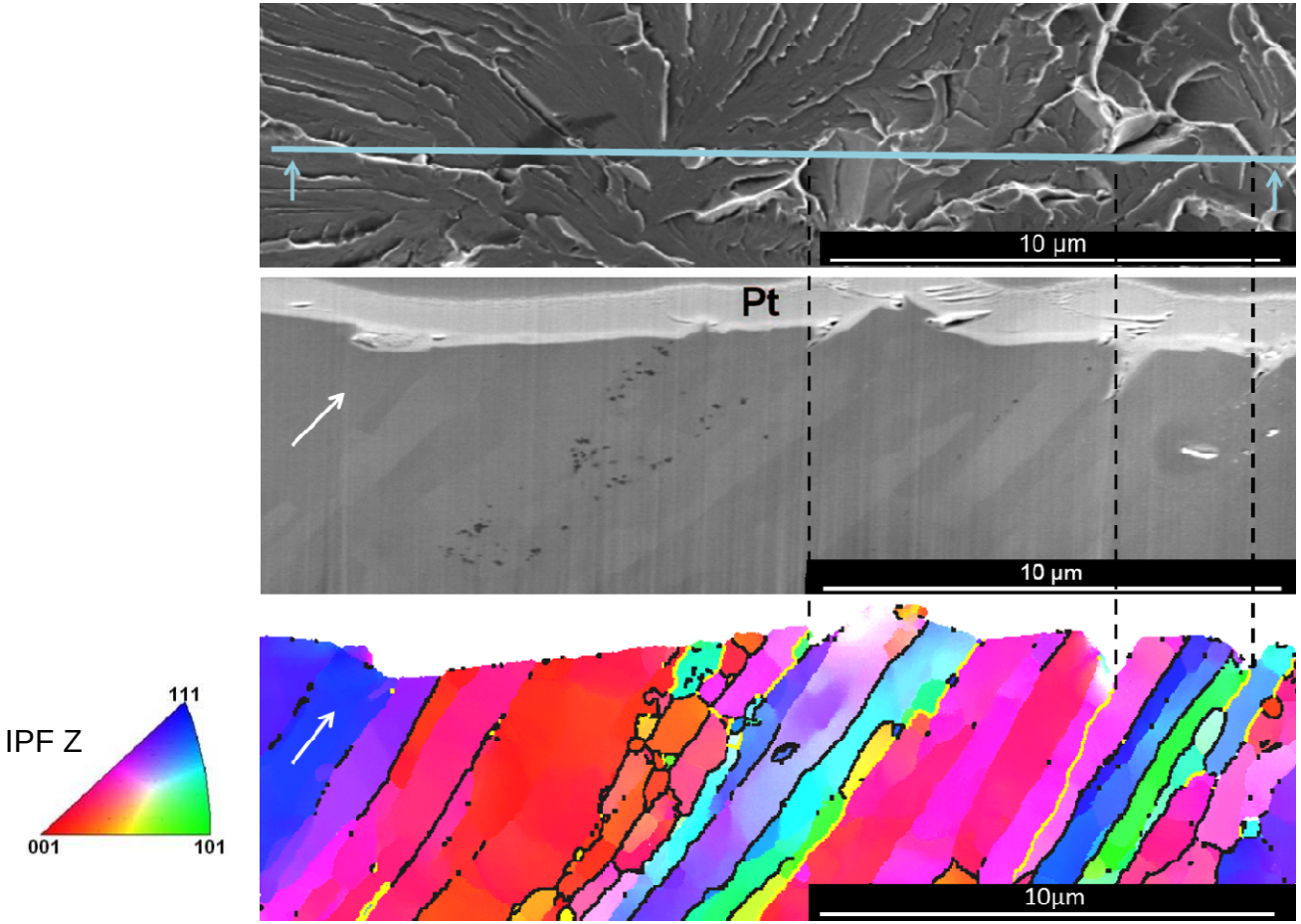




EBSD – F. Barcelo (CEA-SRMA)

3. RUPTURE PAR BIFURCATION / DÉLAMINAGE

- Identification de l'entité microstructurale qui contrôle la propagation du clivage :
  - mise en évidence de grains effectifs du point de vue du clivage (désorientation < 15°)
  - similitude avec les aciers bainitiques (Lambert et al., 2004, Nohava et al., 2004)
  - **micromécanismes de clivage régis par l'effet de texture**



EDF R&D - F. Delabrouille

désorientation > 50°

désorientation > 15°

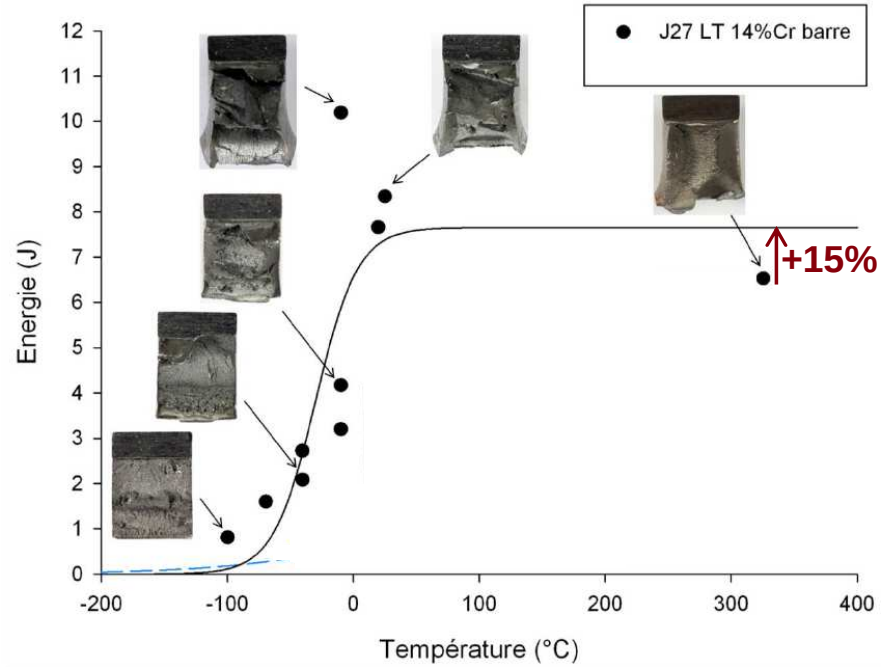
cartographie EBSD

3. RUPTURE PAR BIFURCATION / DÉLAMINAGE

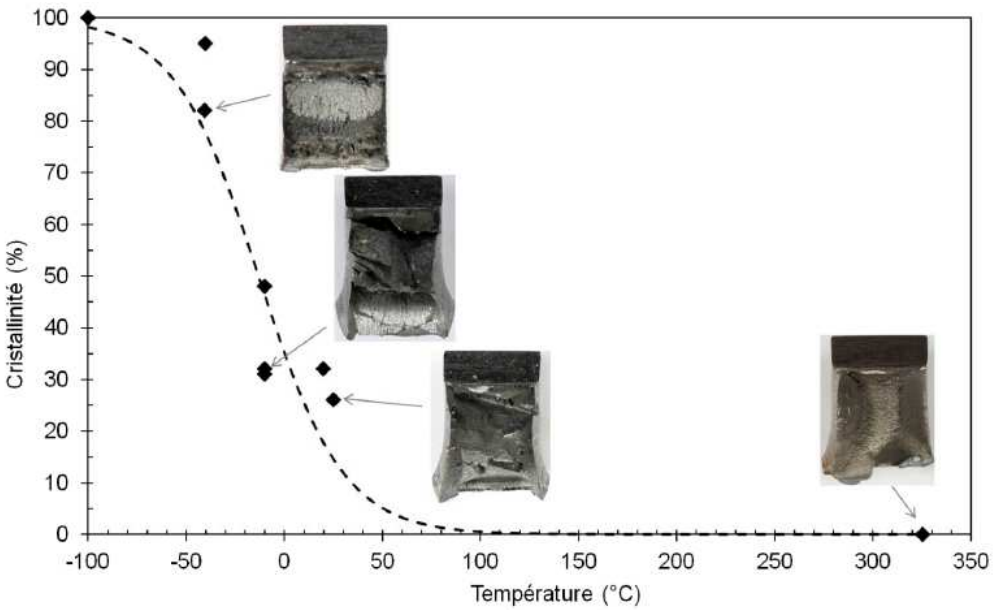
- La méthode standard pour définir la TTDF et l'USE n'est pas adaptée à ce type de comportement :

- l'USE est surestimée (+15%)
- la TTDF est sous-estimée (-20°C)

évolution de l'énergie à rupture, **TTDF = -30°C**



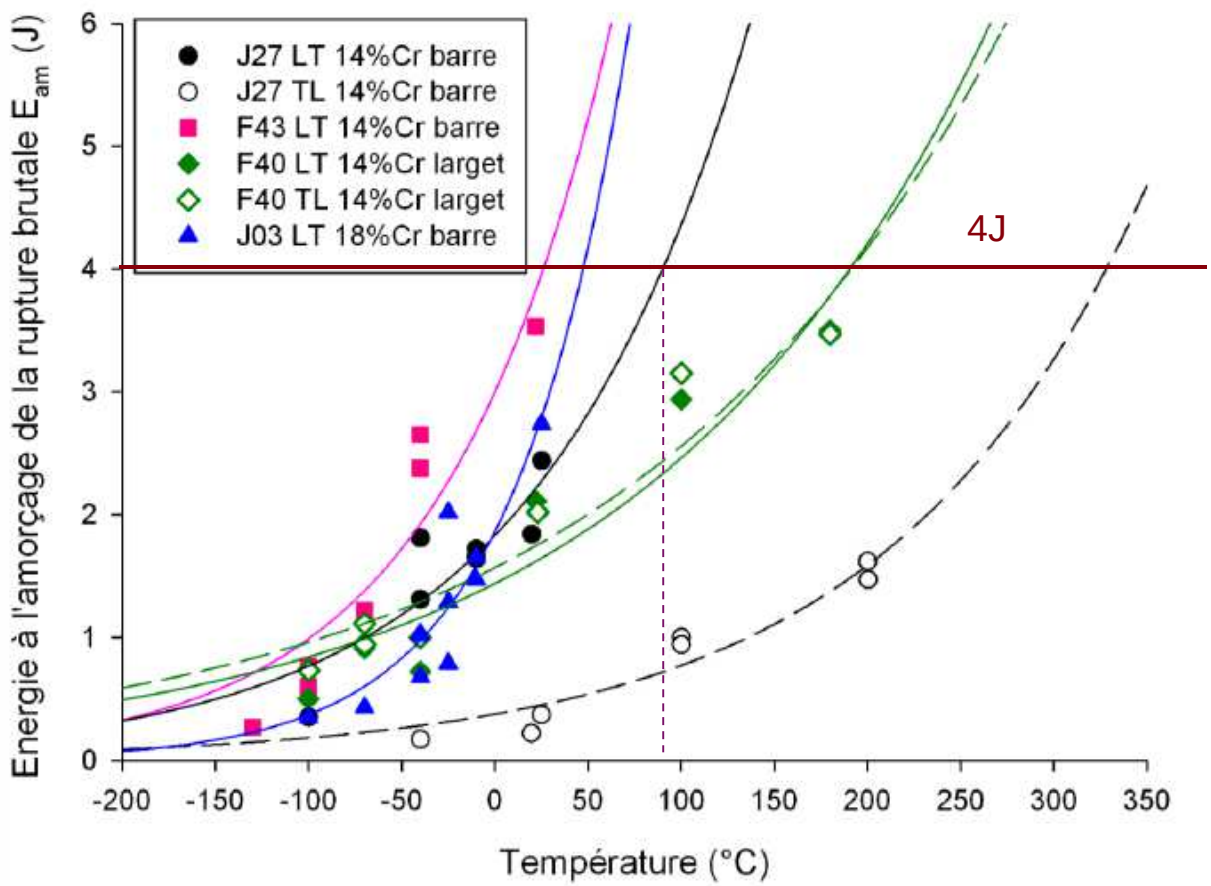
évolution de la cristallinité, **TTDF = -10°C**



- Il est préférable de se baser sur les énergies à l' amorçage de la rupture brutale

3. RUPTURE PAR BIFURCATION / DÉLAMINAGE

- Proposition d'un critère de comparaison basé sur Eam (J) :
  - critère modulable en fonction du cahier des charges (ex : 4J)
  - correspondance avec la T°C lorsque le taux de cristallinité = 0% (J27 ~+100°C)
  - permet de s'affranchir de la dispersion due à l'apparition de la bifurcation



CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

- Vieillissement thermique :

➢ nuance à 18%Cr fragilisée par la phase σ à 600°C
➢ nuance à 14%Cr prometteuse mais présence de phases α' à 400°C
➢ décalage de la TTDF stable entre 5000h et 10000h, **même tendance à 50000h?**
➢ **quels effets sous irradiation ?**

- Effets de la texture morphologique et cristallographique :

➢ bifurcation récurrente influencée par la texture morphologique
➢ comparaison des énergies à l'amorçage de la rupture
➢ **bifurcation favorisée par l'irradiation ?**
➢ micromécanismes de clivage régis par les grains effectifs (unité cristallographique)
➢ amorçage sur inclusions d'Al → maitriser les pollutions