

Propriétés mécanique à haute température d'aciers ODS ferritiques à 14%Cr

H. Salmon-Legagneur, Af. Gourgues, E. Andrieu, S. Vincent, J. Garnier

▶ **To cite this version:**

H. Salmon-Legagneur, Af. Gourgues, E. Andrieu, S. Vincent, J. Garnier. Propriétés mécanique à haute température d'aciers ODS ferritiques à 14%Cr. Journées annuelles de la SF2M – JA2015, Oct 2015, Paris, France. hal-02445716

HAL Id: hal-02445716
https://cea.hal.science/hal-02445716

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

Propriétés mécanique à haute température d'aciers ODS ferritiques à 14%Cr

Hubert SALMON-LEGAGNEUR
Anne-Françoise GOURGUES-LORENZON
Eric ANDRIEU
Sébastien VINCENT
Jérôme GARNIER

Journées annuelles de la SF2M – JA2015
26-28 OCTOBRE 2015

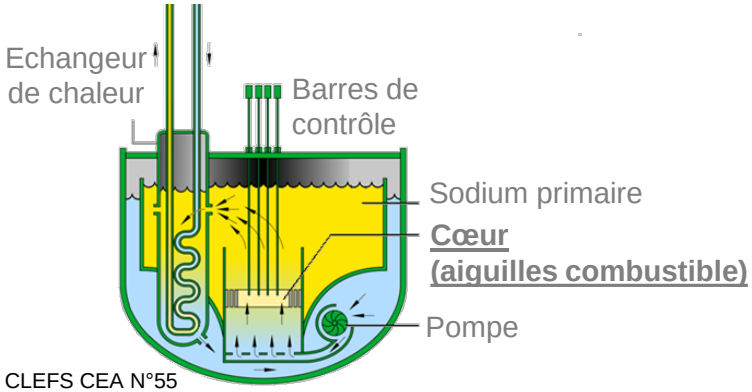
www.cea.fr

Réacteurs de IV^{ème} génération

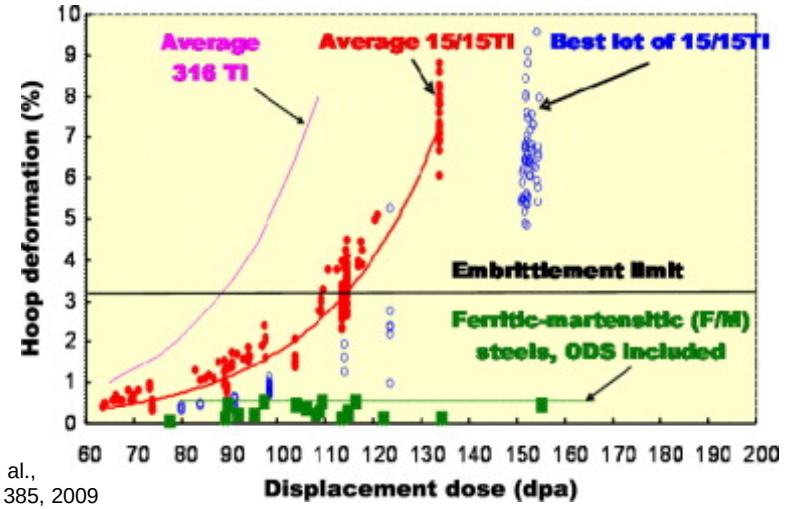
- Meilleure utilisation des ressources en uranium
  Utilisation prolongée des aiguilles combustible

- Cahier des charges du **gainage combustible** :
  - Température : ~400-650°C
  - Pression interne : ~120 bar
  - Irradiation : ~150 dpa

- Avantages des aciers renforcés par dispersion de nano-oxydes (aciers ODS) :
  Bonne résistance au fluage thermique
  Bonne résistance au gonflement sous irradiation



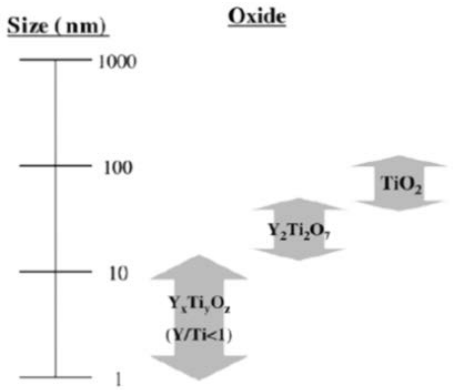
D'après CLEFS CEA N°55



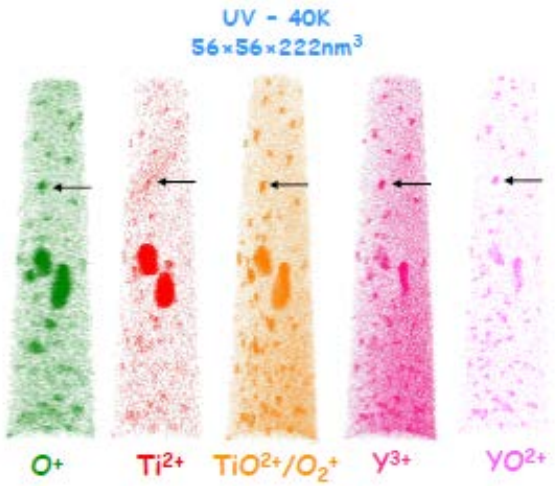
Yvon and al.,
J. of Nucl. Mat., 385, 2009

ACIERS ODS FERRITIQUES À 14% MASS. CR

- Matrice ferritique
  → Bonne résistance au gonflement sous irradiation
- Forte densité de fins précipités
  → Amélioration de la résistance mécanique à haute température



Sakasegawa and al.,
J. of Nucl. Mat., 384 (2), 2009



Hatzoglou and al.,
20th workshop on Fe-Cr alloys, 2012

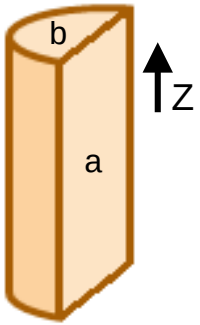
- 14% massique en chrome
  → Bonne résistance à la corrosion

- Composition chimique nominale : Fe-14Cr-1W-*x*Ti-0.3Y_2O_3
- Elaboration : métallurgie des poudres (cobroyage, filage à chaud, recuit)

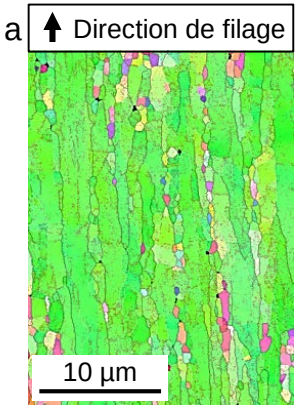
Barre	Ø21	Ø30
Ti (% mass.)	0.3	0.4
Diamètre de barre (mm)	21	30

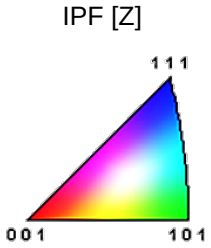
MICROSTRUCTURE DES ACIERS ODS À 14% MASS. CR

- Forte anisotropie
- Texture cristallographique (fibre α) et texture morphologique
- Taille de grain multimodale
- Textures cristallographique et morphologique plus marquées sur la barre Ø21

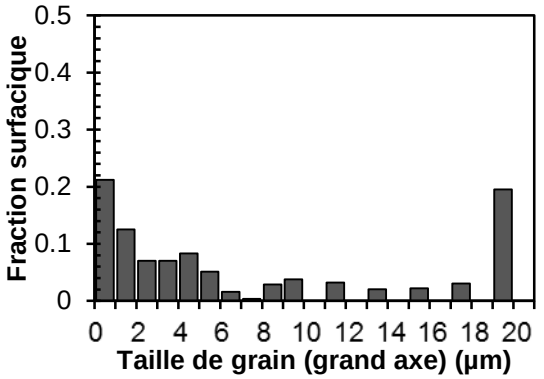


Barre Ø21

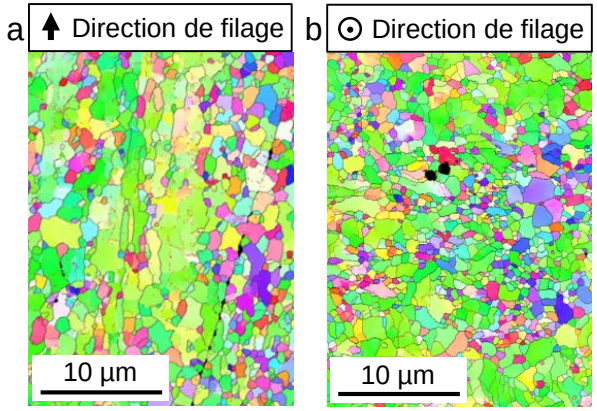


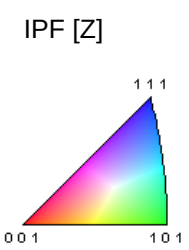


Taille de grain minimale : 200 nm
Désorientation minimale entre grains : 5°

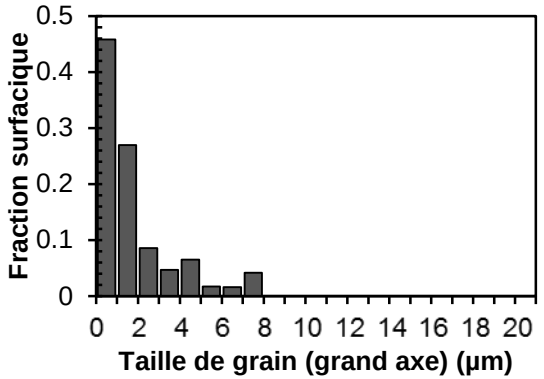


Barre Ø30





Taille de grain minimale : 200 nm
Désorientation minimale entre grains : 5°

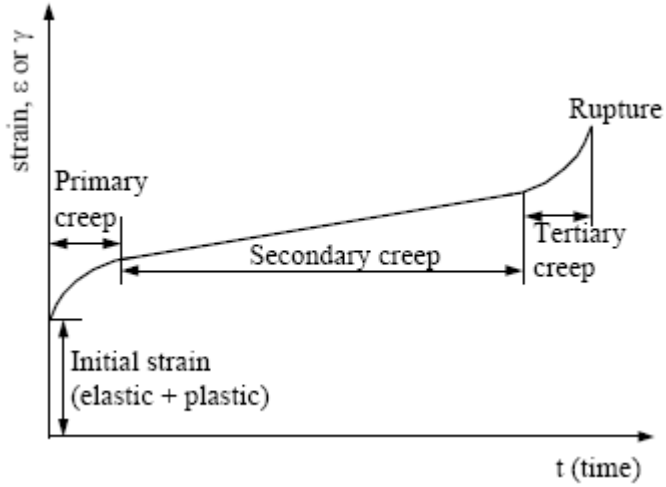


OBJECTIFS

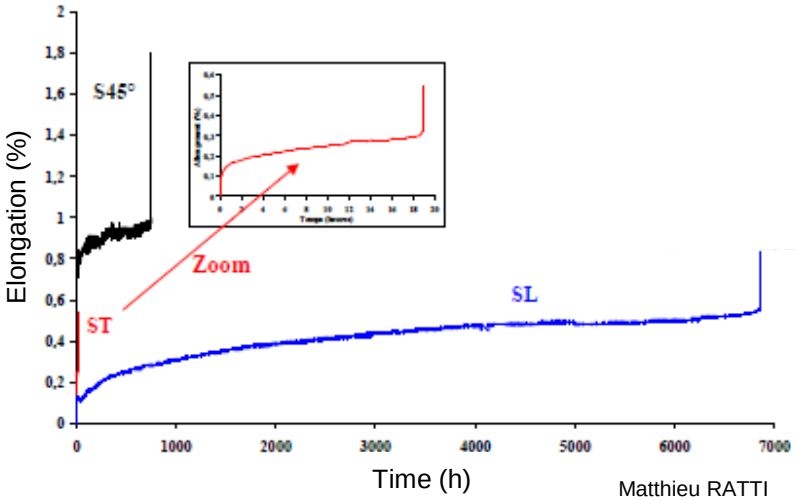
Comportement en fluage des aciers ODS

- Rupture abrupte (stade de fluage tertiaire court, voir inexistant)
- Faible ductilité (0,1 à 1% d'allongement à rupture)
- Temps à rupture fortement dépendant du sens de prélèvement
- Possibles effets de l'environnement chimique sur le comportement

Courbe type de fluage



Courbe de fluage – Acier ODS 18% Cr



Matthieu RATTI
PhD thesis (2010)

Propriétés en fluage des aciers ODS

Propagation de fissure dans les ODS

Endommagement intergranualire
loin des surfaces exterieures
et oxydation des surfaces libres

Propriétés en fluage des aciers ODS

Propagation de fissure dans les ODS

Endommagement intergranualire
loin des surfaces exterieures
et oxydation des surfaces libres

PROPRIÉTÉ EN FLUAGE DES ACIERS ODS À 650°C (BARRE Ø21) – SENS AXIAL

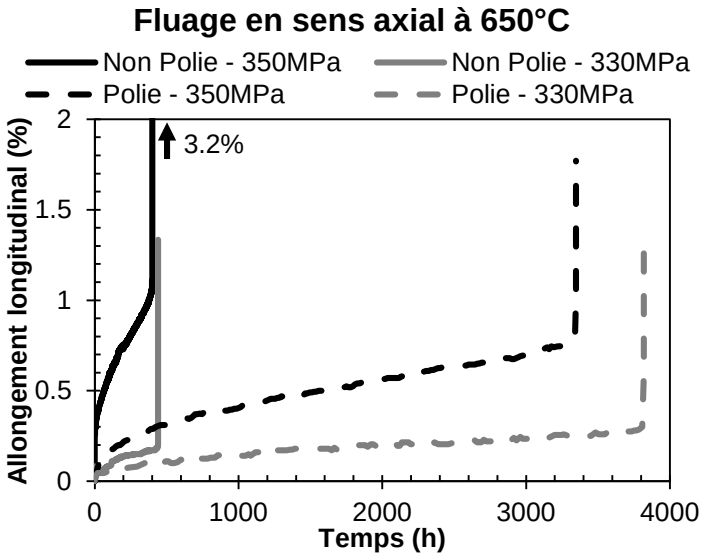
- Rupture des éprouvettes sur des défauts de surface
  - → **Sensibilité** des propriétés en fluage à la préparation des éprouvettes (état de surface)
- Essais après **polissage des surfaces latérales**
  - → **Rupture** dans la partie utile
  - → **Augmentation** de **la durée de vie** et **diminution** de la **vitesse de fluage minimale**
  - → Pas de modification du comportement général (faible ductilité et stade de fluage tertiaire très court)
- **Faciès de rupture**
  - → Fortement **oxydés**
  - → **Fissuration** macroscopiquement plate amorcée sur les **surfaces latérales**
  - → Déchirure finale **ductile**

Eprouvettes « brutes d'usinage » rompues

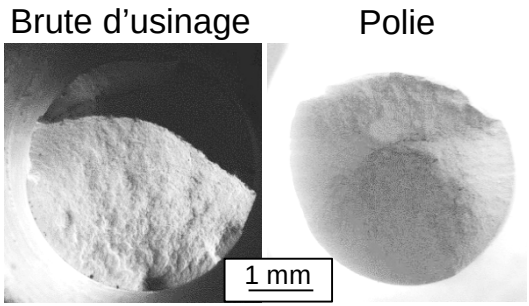


Eprouvettes polies rompues





Faciès de rupture après fluage (330 MPa, 650°C)



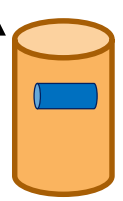
PROPRIÉTÉ EN FLUAGE DES ACIERS ODS À 650°C (BARRE Ø21) – SENS RADIAL

- Géométrie : Ø 2 mm – Lu 3 mm

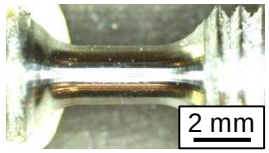
- Comportement :
  - → Rupture abrupte
  - → Faible ductilité
- Faciès de rupture :
  - → Faciès fortement accidenté
  - → Zones de fissuration à plat apparemment amorcées depuis la surface latérale de l'éprouvette

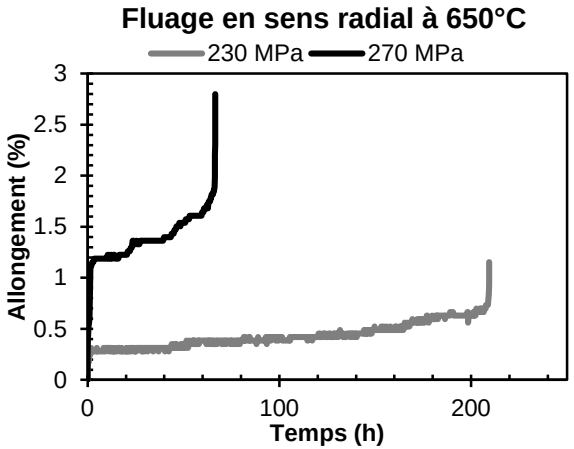
- Comparaison :
  - → Comportement similaire aux essais en sens axial
  - → Faciès de rupture présentant un mécanisme de rupture apparemment similaire
  - → Temps à rupture des éprouvettes en sens radial inférieur de 2 ordres de grandeur

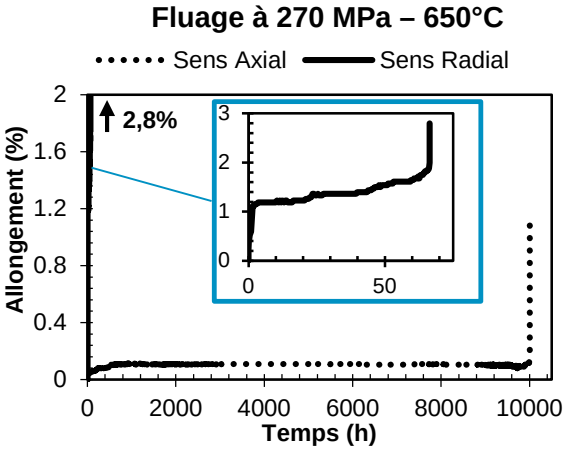
Direction de filage



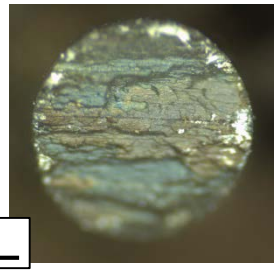
Géométrie initiale

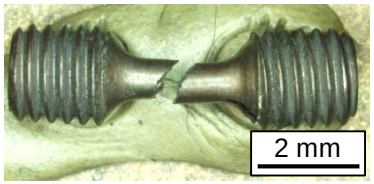






Faciès de rupture après fluage (270 MPa, 650°C)





PROPRIÉTÉS EN FLUAGE DES ACIERS ODS

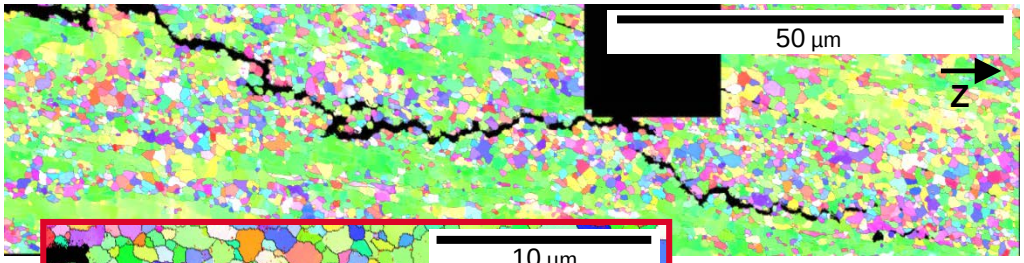
PROPAGATION DE FISSURE DANS LES ODS

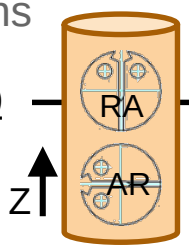
ENDOMMAGEMENT INTERGRANUALIRE
LOIN DES SURFACES EXTERIEURES
ET OXYDATION DES SURFACES LIBRES

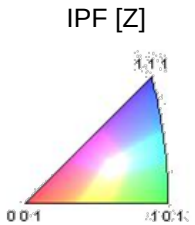
CHEMIN DE PROPAGATION DE FISSURE À 650°C DANS LA BARRE Ø30

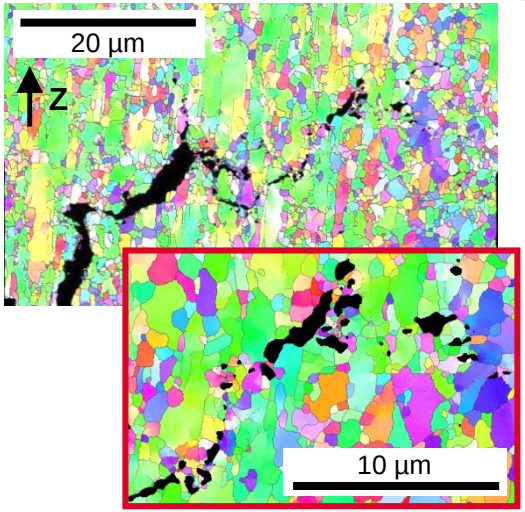
- **Propagation intergranulaire**
  (+ traversement transgranulaire des plus gros grains dans l'échantillon AR)
- Propagation préférentielle dans les zones à grains fins
  - o Eprouvette RA
  - o Eprouvette AR

Cartographie en figure de pole inverse de la pointe de fissure (EBSD)

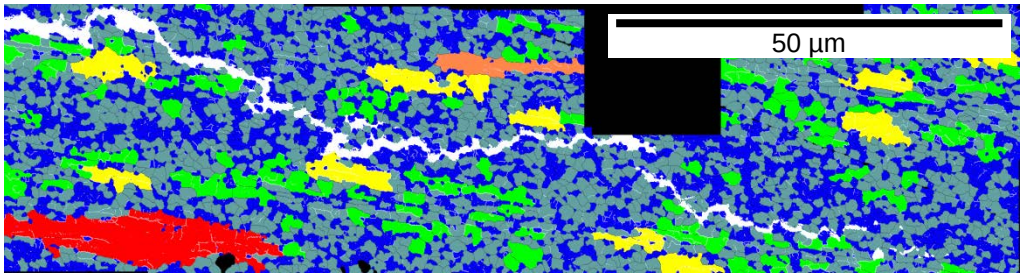






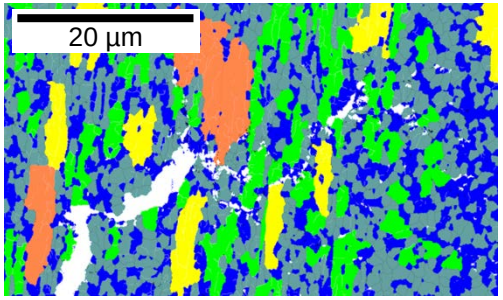


Taille de grain



Taille de grain (µm)

Min	Max
0	1
1	2
2	4
4	6
6	10
10	15



Propriétés en fluage des aciers ODS

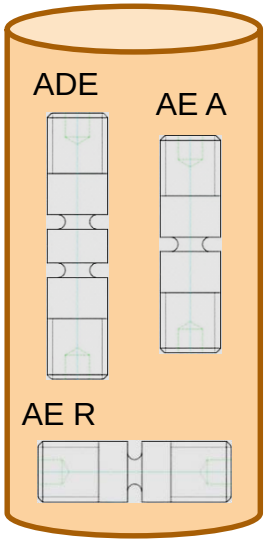
Propagation de fissure dans les ODS

Endommagement intergranualire loin des surfaces exterieures et oxydation des surfaces libres

EPROUVETTE AXISYMETRIQUE ENTAILLÉES (BARRE Ø21)

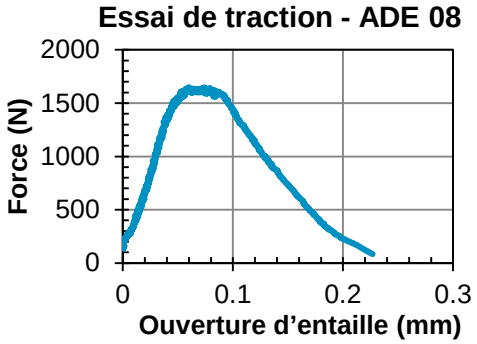
- Géométrie des éprouvettes :

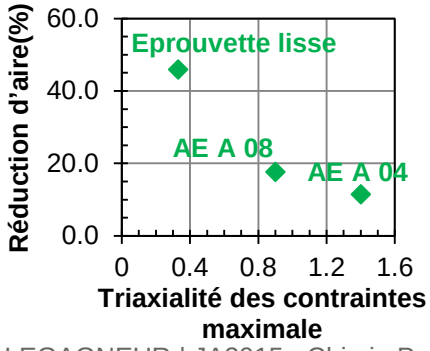
Géométrie	Simple entaille (AE)				Double entaille (ADE)	
Direction	Axiale		Radiale		Axiale	
Rayon d'entaille (mm)	0,4	0,8	0,4	0,8	0,4	0,8
Notation	AE A 04	AE A 08	AE R 04	AE R 08	ADE 04	AED 08
Charge maximale (N)	1820	1690	1460	1320	1760	1650



- Rayon **0,4 mm** : favorise l'amorçage de fissure loin des surfaces latérales.
- Rayon **0,8 mm** : favorise la propagation stable de fissure.

- Essais de traction à 650°C – vitesse de déplacement 80µm/h
- **Charge maximale atteinte reproductible** entre éprouvettes AE et ADE (pour une direction et un rayon d'entaille identiques)
- Charge maximale atteinte **anisotrope** (plus faible dans la direction radiale)

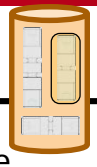






FACIÈS DE RUPTURE DES ÉPROUVETTES SIMPLE ENTAILLE (BARRE Ø21)

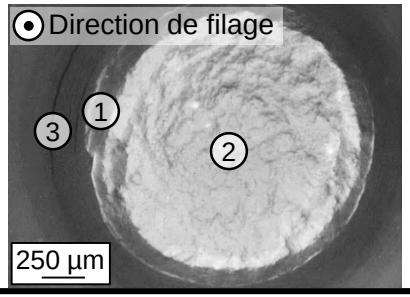
Axial direction

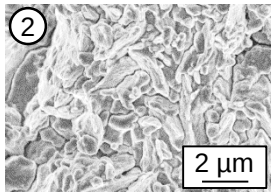


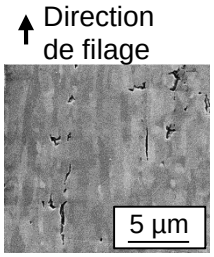
AE 04

AE A 04

1 – Proche de la surface latérale : déchirure ductile
2 – Loin de la surface latérale : endommagement intergranulaire et forte oxydation du faciès de rupture
3 – Présence d'une fissure peu profonde (interrompue) dans l'entaille



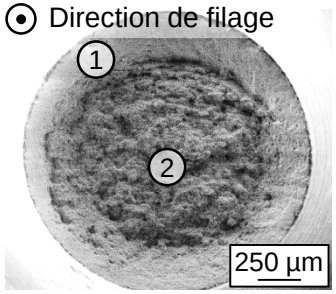


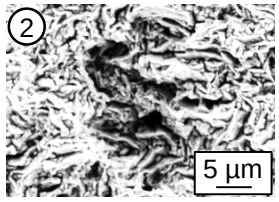


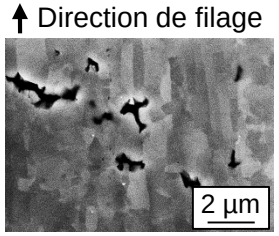
AE 08

AE A 08

1 – Proche de la surface latérale : déchirure ductile
2 – Loin de la surface latérale : endommagement intergranulaire et forte oxydation du faciès de rupture







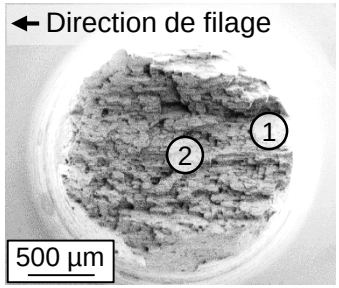
Radial direction

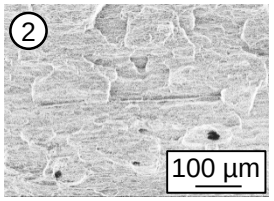


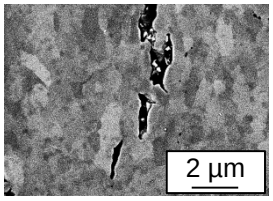
AE 04

AE R 04

1 – Proche de la surface latérale : déchirure ductile
2 – Loin de la surface latérale : faciès de rupture accidenté et fortement oxydé
endommagement intergranulaire – micro-fissures



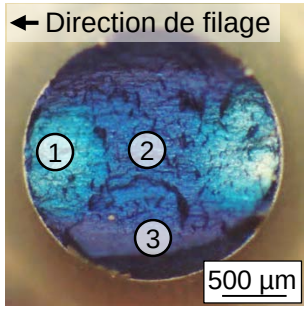


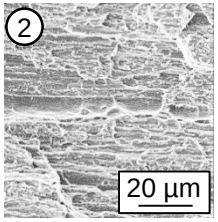


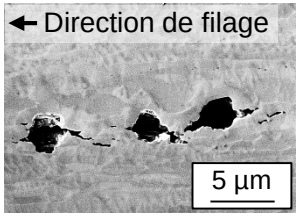
AE 08

AE R 08

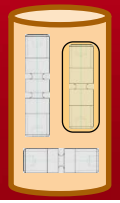
1 – Proche de la surface latérale : zones fortement oxydées
2 – Loin de la surface latérale : forte oxydation et endommagement intergranulaire
3 – Sur les bords : déchirure ductile



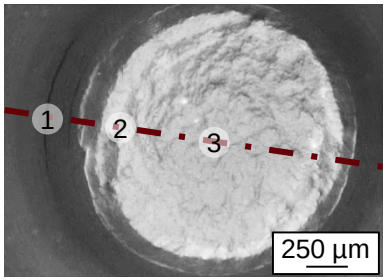


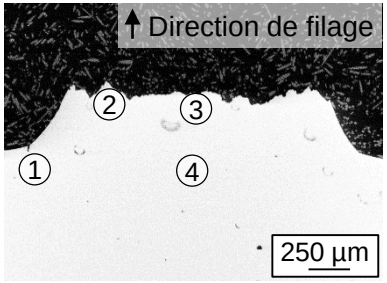


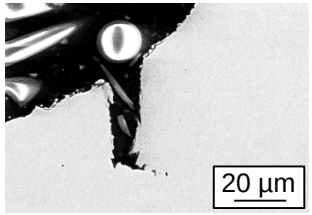
OBSERVATION EN COUPE POLIE D'UNE ÉPROUVETTE AE A 04



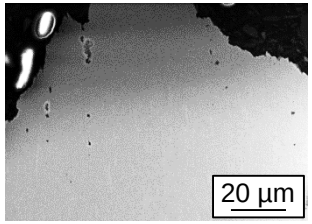
Observation de coupe polie



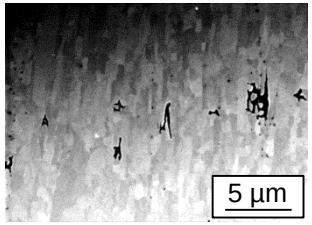


① 

Surface de l'entaille :
Faible propagation de fissure
(~30 µm)

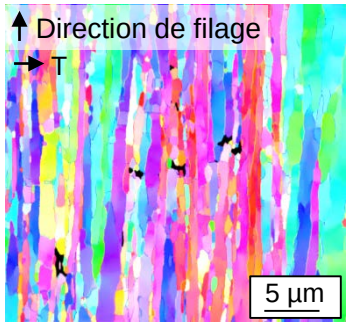
② 

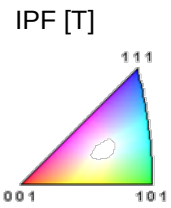
Près de la surface de l'entaille:
cavités rondes et oxydées
→ endommagement ductile

③ 

Loin de la surface de l'entaille:
micro-fissure intergranulaires
→ endommagement fragile

Orientation cristallographique (EBSD)



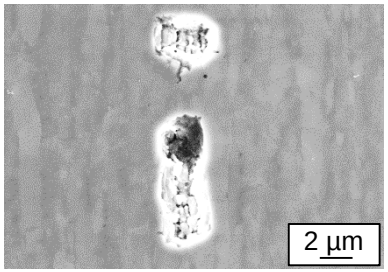


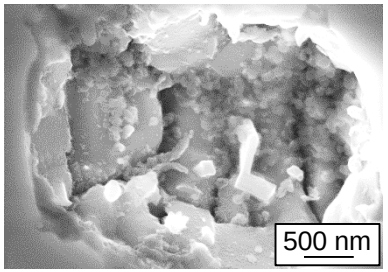
Endommagement intergranulaire

Cavités visibles dans les zones à petits et à gros grains

Cavités majoritairement présentes sur des joints de grains de désorientation >15°

Réactivité des surfaces libres

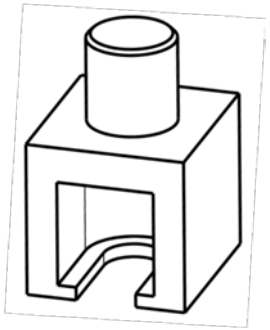
④ 



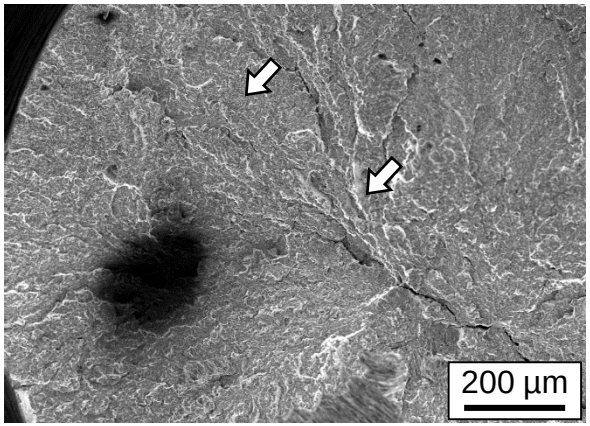
Cavités présentes loin du faciès de rupture
(non connectée à l'environnement extérieur)
Forte densité de particules dans certaines de ces cavités
→ à confirmer par l'observation de cavités révélées
sans préparation de l'échantillon par polissage

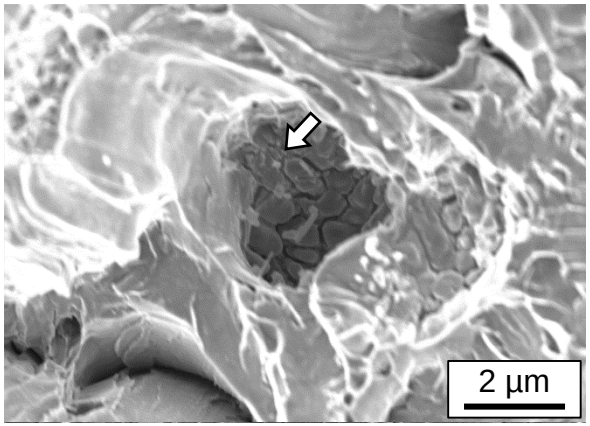
ZONES ENDOMMAGÉES À HAUTE TEMPÉRATURE SANS INTERACTION AVEC L'ENVIRONNEMENT EXTÉRIEUR

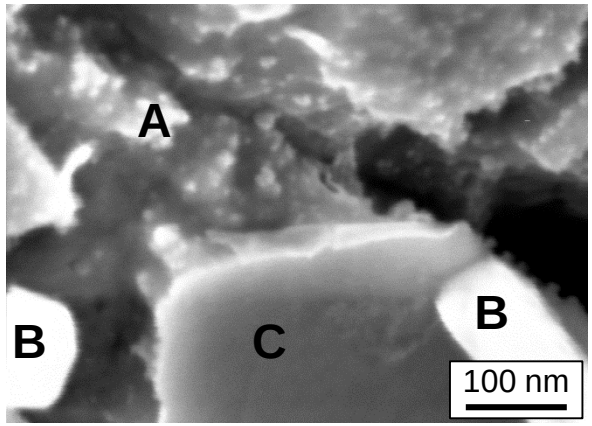
- Essai de traction à 650°C sur une ADE – vitesse de déplacement 80 µm/h
- Entaille non rompue de l'éprouvette ADE **rompue en traction sous azote liquide** (-196°C)
- Faciès de rupture en clivage non oxydé.
  Présence de petites zones de dommage intergranulaire loin des surfaces latérales
- Présence d'un grand nombre de particules similaires à celles observées en coupe polies sur les éprouvettes AE rompues









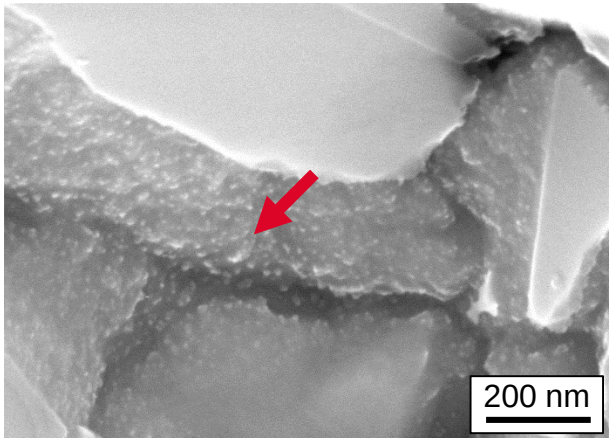


ZONES ENDOMMAGÉES À HAUTE TEMPÉRATURE SANS INTERACTION AVEC L'ENVIRONNEMENT EXTÉRIEUR

- 3 types de particules :

Particules A

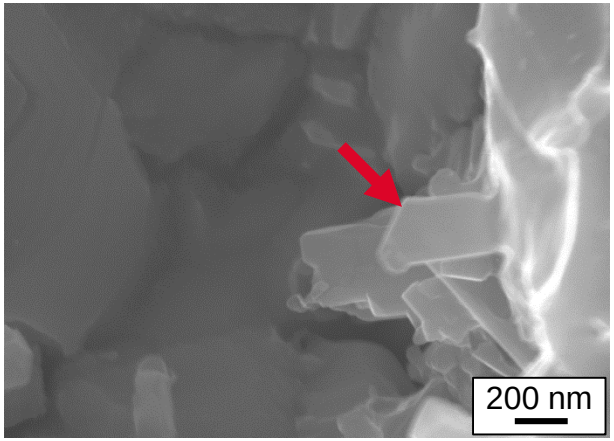
Fins précipités sphériques (taille ~20 nm)



Taille comparable à celles des particules $Y_2Ti_2O_7$ grossière

Particules B

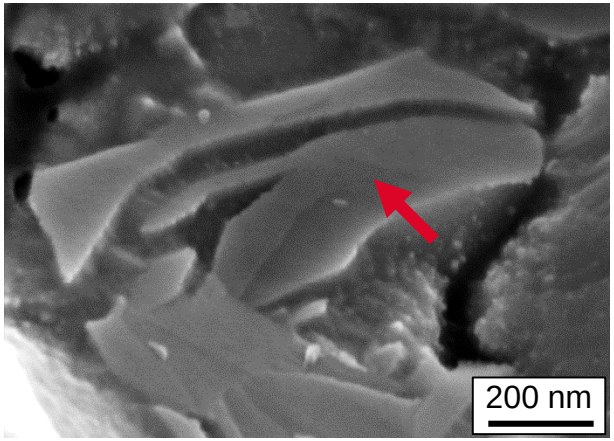
Petites structure cristallines (taille ~100 nm – 1 µm)



Non conducteur électrique
Pourrait être des oxydes

Particules C

Fine pellicule sur la surface des grains (épaisseur ~20 nm)



Bilan

- Les **propriétés en fluage** des aciers ODS sont fortement dépendantes de l'**état de surface** des éprouvettes testées. **La forte oxydation** des faciès de rupture empêche leur analyse approfondie.

- Après des **essais de ténacité interrompus** à 650°C, les éprouvettes présentent des fissures intergranulaires qui propagent à travers les zones à **plus petits grains** du matériaux.

- Les éprouvettes axisymétriques entaillées favorisent un endommagement **intergranulaire** loin des surface latérales. La **sensibilité** à l'**état de surface** et à l'**environnement** est donc réduite par l'utilisation de ces éprouvettes.

- Les premiers essais menés sur AE08 montrent une **propagation stable de fissure** amorcée à cœur de l'éprouvette (loin des surfaces latérales). Des essais de traction à haute température **interrompus**, suivi d'une **rupture finale à basse température** sont donc possible mais n'ont pas encore été réalisé avec succès.

- Après traction à 650°C d'une éprouvettes ADE et rupture d'une entaille, la seconde entaille a été rompue sous azote liquide. Les observations ont révélé des zones d'endommagement intergranulaire, témoins d'une **forte réactivité chimique des surfaces libres**.

Merci de votre attention

This work was supported by the joint program "CPR ODISSEE" funded by AREVA, CEA, CNRS, EDF and Mécachrome under contract n°070551.

Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives
Centre de Saclay | 91191 Gif-sur-Yvette Cedex
T. +33 (0)1 69 08 30 80 | F. +33 (0)1 69 08 71 67
hubert.salmon-legagneur@cea.fr

DEN/DANS
DMN
SRMA

Etablissement public à caractère industriel et commercial | R.C.S Paris B 775 685 019