

EXPERIMENTAL REPORT
RAPPORT D'EXPERIENCE

Programme Committee Proposal Number
N° Projet Comité de Programme
32-02-101

PROJECT TITLE : TITRE DU PROJET :

Oxidation of Zr alloys claddings : residual stresses measurements in zirconia

LIGNE :	D2AM	IF
INSTRUMENT :		
PETITS ANGLES	<input type="checkbox"/>	EXAFS <input type="checkbox"/>
7 CERCLES	<input type="checkbox"/>	GM <input checked="" type="checkbox"/>
FIP	<input type="checkbox"/>	SUV <input type="checkbox"/>

NUMBER OF RUNS USED

NOMBRE DE SESSIONS EFFECTUEES : 12

STARTING DATE

DATE DE DEMARRAGE : 7 février 1999

AUTHORS : AUTEURS : O.Sicardy, I.Touet, J.Eymery, F.Rieutord

EXPERIMENTAL REPORT
RAPPORT D'EXPERIENCE

L'expérience a eu pour but la mesure par diffraction X de contraintes dans des films d'oxyde obtenus par corrosion en autoclave de 2 alliages à base zirconium : le Zircaloy-4 et le Zr1%Nb. Ces contraintes stabilisent partiellement la zircone sous forme quadratique et on a également cherché à évaluer la teneur de cette phase dans les couches étudiées. Ces déterminations ont porté, pour chacun des 2 alliages, sur 3 films d'épaisseurs différentes : 0,5, 1 et 2,5 μm pour le Zircaloy-4 et 0,5, 1 et 1,6 μm pour le Zr1%Nb.

La méthode expérimentale utilisée est illustrée par la figure 1 :

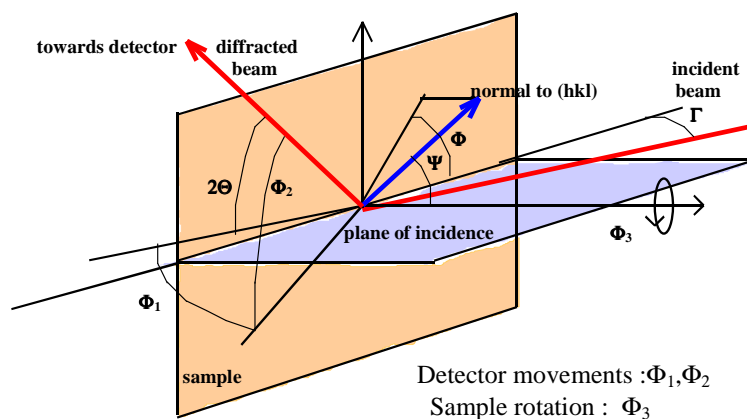


Figure 1 : goniomètre multitechnique – schéma des scans en 2Θ

Le couplage des mouvements Φ_1 et Φ_2 du détecteur et la rotation Φ_3 de l'échantillon permettent de scanner la raie de diffraction du plan (hkl) choisi à une déclinaison Ψ et un azimut Φ donnés. L'intérêt

du montage est de pouvoir opérer à incidence Γ du faisceau fixe. Le choix de différents angles d'incidence, proches de l'angle critique de réflexion totale du faisceau dans la zircone pour les longueurs d'onde choisies, a permis de sonder des profondeurs croissantes dans les couches : il est ainsi possible de voir s'il y a gradient de contrainte et de teneur en phase quadratique dans l'oxyde formé. La gamme d'incidences utilisées est allée de $0,9^\circ$ à 4° selon l'épaisseur des films de zircone.

Les mesures ont été effectuées sur des plans de faibles indices : (-111) et (111) pour la zircone monoclinique et (111) pour la zircone quadratique, car les raies de diffraction associées à ces plans sont intenses et isolées. Afin d'augmenter les angles de diffraction et être ainsi plus sensible aux déformations de réseau, les longueurs d'ondes choisies pour cette expérience sont relativement grandes: $1,5 \text{ \AA}$ et $1,76933 \text{ \AA}$, selon l'épaisseur d'oxyde analysée.

La figure 2 donne un exemple de diagrammes obtenus :

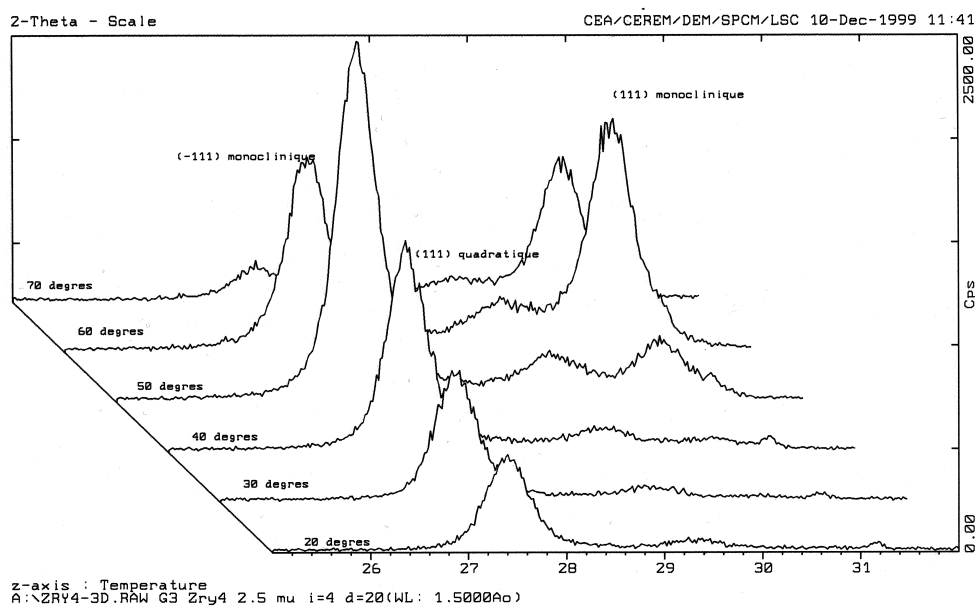


Figure 2 : diagrammes DRX à différentes déclinaisons – $2,5 \mu\text{m}$ d'oxyde sur Zircaloy-4

L'ensemble des résultats obtenus a permis de tirer les conclusions suivantes :

- Le niveau de contrainte dans l'oxyde est plus élevé pour le Zircaloy-4 que pour le Zr1%Nb. Il s'agit de fortes compressions dans le domaine du GPa.
- La teneur en zircone quadratique est plus élevée pour le Zircaloy-4 que pour le Zr1%Nb.
- Le niveau de contrainte et la teneur en zircone quadratique décroissent au fur et à mesure de la croissance de l'oxyde.
- Il n'y a pas de gradient très marqué de contrainte ni de teneur en zircone quadratique au sein des couches (sauf états localisés sur l'interface métal/oxyde que la présente méthode ne peut mettre en évidence).
- L'orientation préférentielle de la zircone quadratique est la même pour les 2 alliages et ne varie pas avec l'épaisseur d'oxyde ou la profondeur analysée. Elle est compatible avec une croissance dans la direction [001].

Référence :

O.Sicardy, I.Touet, F.Rieutord, J.Eymery, *Détermination de Contraintes Résiduelles en Incidence Rasante – Apport du Rayonnement Synchrotron*, Colloque Rayons X et Matière RX99, 7-10 décembre 1999, Strasbourg.

Publié dans Journal de Physique IV France, vol.10 (2000), pp.103-113.