

**EXPERIMENTAL REPORT**  
**RAPPORT D'EXPERIENCE**

Programme Committee Proposal Number  
N° Projet Comité de Programme  
32-02-115

**PROJECT TITLE : TITRE DU PROJET :**

**Oxidation of Zr alloys : residual stress measurements in zirconia at 300°C**

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 : 15*

**STARTING DATE**

*DATE DE DEMARRAGE : 12 avril 2000*

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

**EXPERIMENTAL REPORT**  
**RAPPORT D'EXPERIENCE**

Des mesures de contraintes et de teneur en zircone quadratique ont été réalisées par diffraction de rayons X sur des couches d'oxyde formées sur 2 alliages de zirconium : le Zircaloy-4 et le Zr-1%Nb.

Le recours au goniomètre multi technique de la ligne IF BM32 a été motivé par plusieurs raisons :

- le GMT permet de mettre en œuvre la méthode classique du  $\sin^2(\psi)$  tout en restant en incidence rasante. Il est ainsi possible de localiser l'analyse dans l'oxyde sans être gêné par les raies de diffraction du métal.
- les raies intéressantes de l'oxyde sont des raies de bas indices ((-111) pour la phase monoclinique et (111) pour la phase quadratique) car elles sont intenses et isolées. Elles ont l'inconvénient d'être peu sensibles aux déformations car situées à des angles de diffraction assez faibles mais l'excellente résolution angulaire du GMT rend néanmoins faisables les mesures.
- la ligne est équipée d'un four pour des analyses in situ en température : il est possible ainsi de faire la part entre contraintes intrinsèques (liées à l'expansion de l'oxyde) et contraintes d'origine thermique.

Les conditions opératoires choisies ont été les suivantes : longueur d'onde  $\lambda = 1,5 \text{ \AA}$ , déclinaison  $\Psi$  entre  $20^\circ$  et  $70^\circ$ , angle d'incidence  $\Gamma$  entre  $0,9^\circ$  et  $4^\circ$  selon l'épaisseur d'oxyde. Les mesures ont été réalisées à l'ambiante et à  $300^\circ\text{C}$  sous un vide de  $10^{-5}$  mbar.

Les résultats obtenus sont illustrés sur les figures 2 et 3 et les conclusions principales sont les suivantes :

- à  $300^\circ\text{C}$ , l'oxyde est le siège de très fortes contraintes de compression. Le niveau est plus élevé pour le Zircaloy-4 que pour le Zr-1%Nb et il diminue quand l'épaisseur d'oxyde augmente. Le retour à l'ambiante entraîne une relaxation partielle des contraintes de compression.
- la teneur en phase quadratique est plus élevée pour le Zircaloy-4 que pour le Zr-1%Nb. Elle diminue quand l'épaisseur d'oxyde augmente. Des analyses à incidence variable ont permis de montrer que la

phase quadratique est présente dans toute l'épaisseur des couches et pas uniquement localisée à l'interface métal-oxyde.

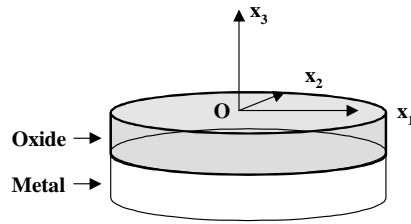


Figure 1 : schéma des échantillons et repérage des directions

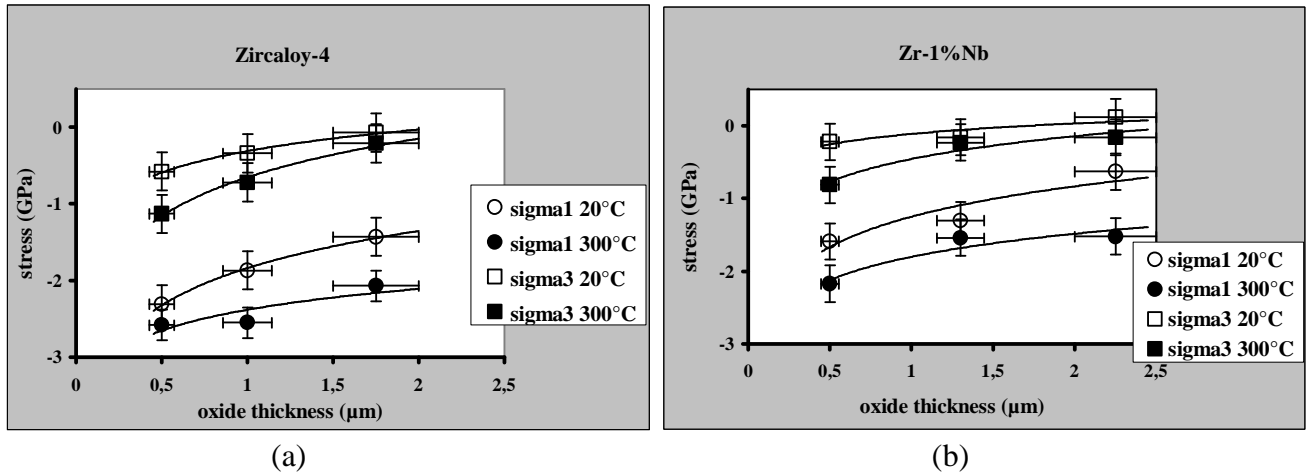


Figure 2 : contraintes dans l'oxyde en fonction de la température et de l'épaisseur  
(a) cas du Zircaloy-4 (b) cas du Zr-1%Nb

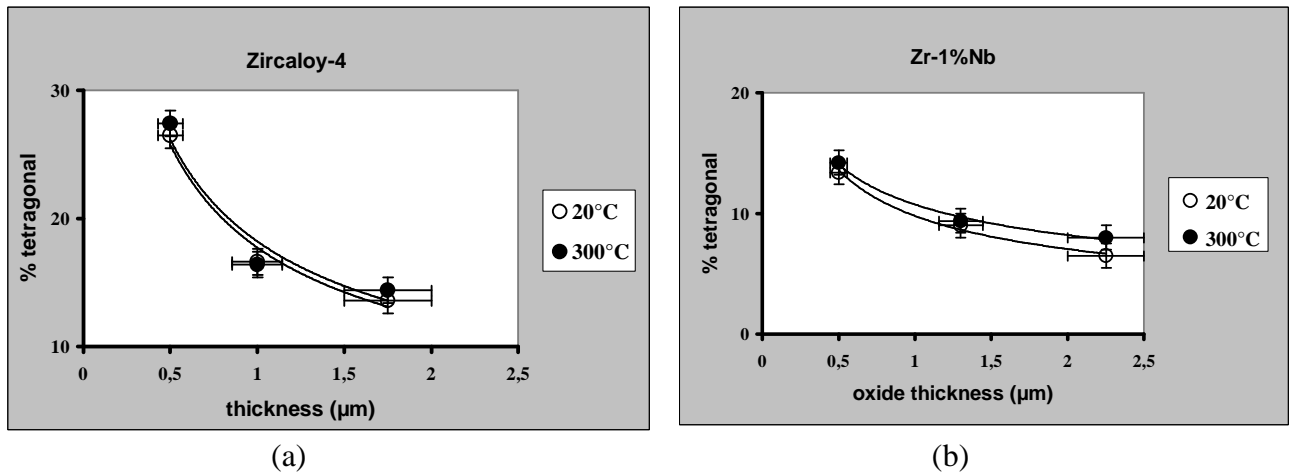


Figure 3 : teneur en phase quadratique dans l'oxyde en fonction de la température et de l'épaisseur  
(a) cas du Zircaloy-4 (b) cas du Zr-1%Nb

Référence :

O. Sicardy, I. Touet, F. Rieutord, J. Eymery, *Stress Measurements in Thin Zirconia Films at 300°C Using Synchrotron Radiation*, Conference MECA-SENS 2000 "Stress Evaluation with Neutrons and Synchrotron Radiation", December 13-14 2000, Reims.

Publié dans : Journal of Neutron Research, vol.9 (2001), pp. 263-272.