

# Caractérisation a l'échelle locale des propriétés mécaniques en rupture du matériau modèle du combustible irradié

R. Henry, I. Zacharie-Aubrun, J.M. Gatt, C. Langlois, S. Meille

► **To cite this version:**

R. Henry, I. Zacharie-Aubrun, J.M. Gatt, C. Langlois, S. Meille. Caractérisation a l'échelle locale des propriétés mécaniques en rupture du matériau modèle du combustible irradié. GFC 2018 (Journée annuelle du Groupe Français de la Céramique), Mar 2018, Pessac, France. cea-02339112

**HAL Id: cea-02339112**

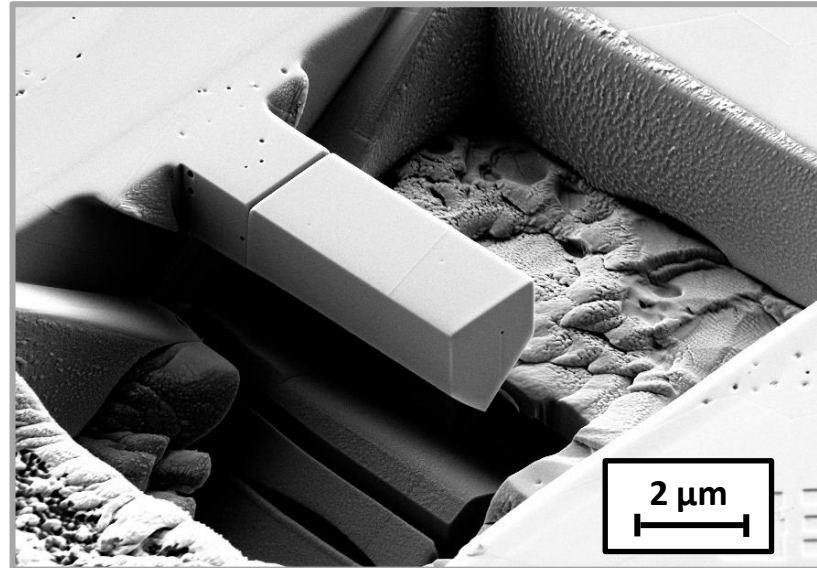
**<https://hal-cea.archives-ouvertes.fr/cea-02339112>**

Submitted on 13 Dec 2019

**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.

*Caractérisation à l'échelle locale des propriétés mécaniques en rupture du matériau modèle du combustible irradié*



R. HENRY <sup>1</sup>, I. ZACHARIE-AUBRUN <sup>2</sup>, J.M. GATT <sup>2</sup>, C. LANGLOIS <sup>1</sup>, S. MEILLE <sup>1</sup>

<sup>1</sup> INSA-Lyon, MATEIS CNRS UMR 5510, 69621 Villeurbanne, France

<sup>2</sup> CEA, DEN, DEC, Cadarache, 13108 St Paul Lez Durance, France



## I. Contexte

1. *Le combustible nucléaire et sa modélisation*
2. *Propriétés mécaniques à l'échelle micrométrique*
3. *Stratégie et objectifs*

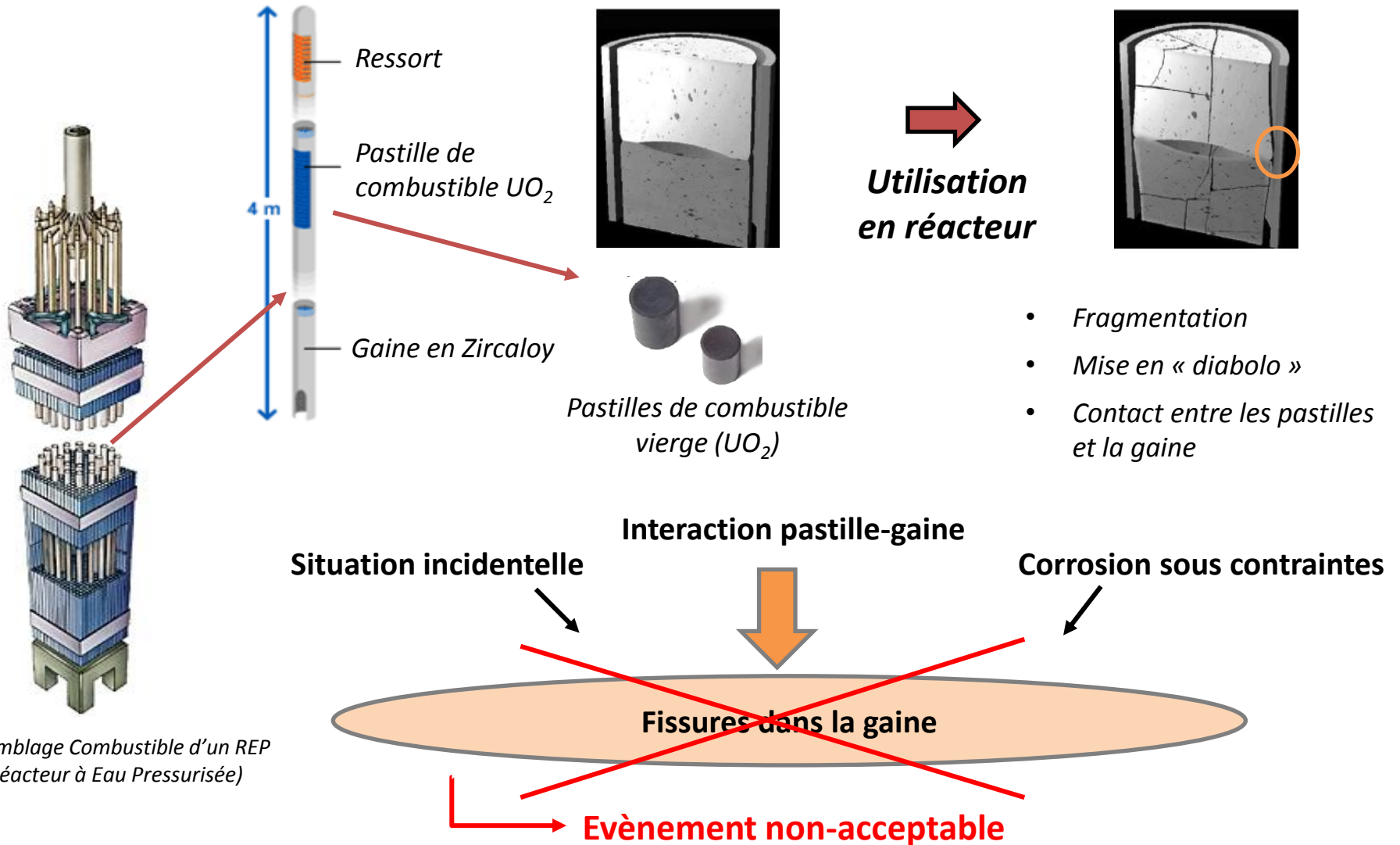
## II. Approche expérimentale et numérique

1. *Modélisation numérique*
2. *Préparation des éprouvettes*
3. *Sollicitation mécanique*

## III. Résultats : ténacité de la zircone 8Y-FSZ

1. *Résultats de la littérature*
2. *Mesure de ténacité*

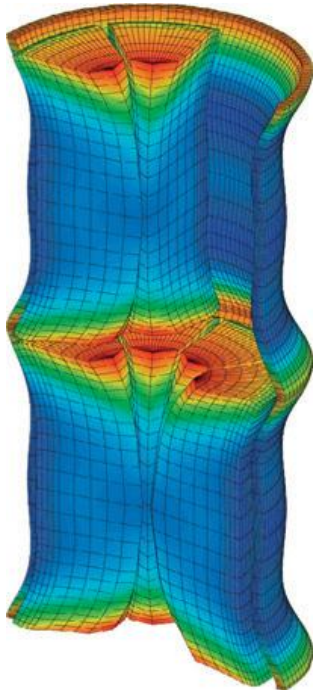
## IV. Conclusion et perspectives



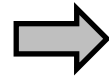
Assemblage Combustible d'un REP (Réacteur à Eau Pressurisée)

Bonne compréhension du comportement requise

➔ Modélisation numérique



Modélisation de la localisation des contraintes dans la gaine et les pastilles de combustible (Réacteur à Eau Pressurisée)



Modélisation du combustible :

- Viscoplasticité à cœur
- Fragile en périphérie

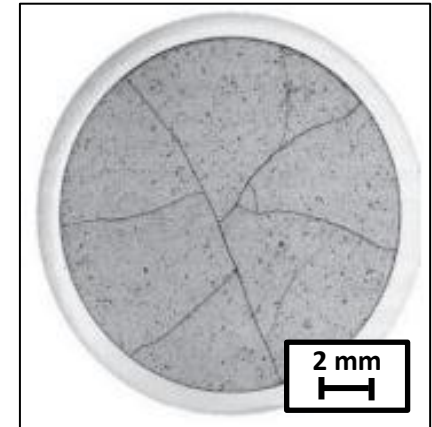
Quand apparait la fissure?  
Comment se propage-t-elle ?

➔ Valeurs expérimentales nécessaires

➔ Besoin de valeurs de ténacité ( $K_{IC}$ ) et de contrainte à rupture ( $\sigma_R$ )

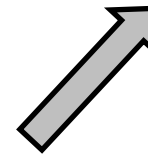
Combustible irradié

➤ Fissuré



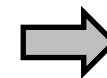
Micrographie optique d'une section de pastille irradiée

Impossible d'usiner des éprouvettes macroscopiques



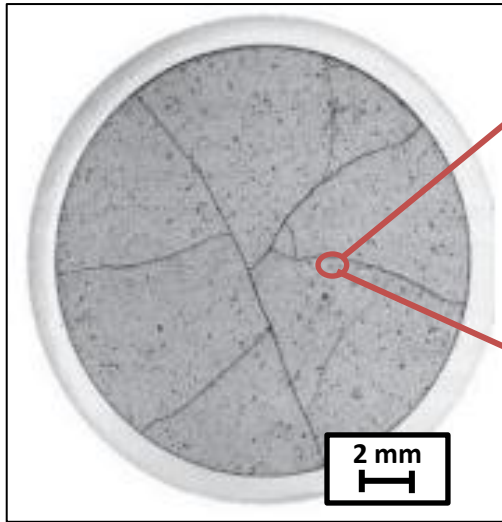
Combustible vierge

➤ OK

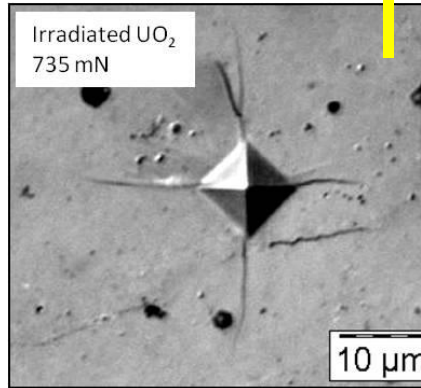


### Essais $\mu$ -métriques

- Eviter les pores et les fissures
- Mesurer les « vraies » propriétés



Micrographie optique d'une section de pastille irradiée



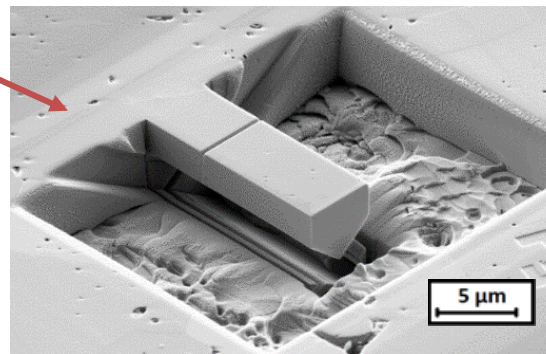
Indentation Vickers sur  $UO_2$  irradié

### Indentation

- Solution pratique
  - Etudiée précédemment (N. Leroux; Post-doc)
- Une calibration est nécessaire

### Flexion de $\mu$ -échantillons entaillés

#### 1<sup>ère</sup> étape : Mise en place et validation de la méthode



$\mu$ -échantillon pré-entaillé pour mesures de ténacité ( $ZrO_2$ )

- Plus proche du test de flexion
- Fabrication au MEB/FIB
- Sollicitation avec un nano-indenteur
- Modélisation numérique requise



**Mettre en place un protocole de mesure par flexion de  $\mu$ -éprouvette**

Spécifications :

- Taille :  $\approx 10 \mu\text{m}$  de long et qq  $\mu\text{m}$  de haut et de large

Valider la méthode  
Sur un matériau avec :

Propriétés  
connues

Propriétés  
proches de l' $\text{UO}_2$

**8Y-FSZ**

Zircone cubique  
avec 8 mol% d'Y

**Essais sur des plans  
cristallographiques**

**flexion de  $\mu$ -éprouvettes :  
différentes familles de plans  
cristallographiques de la zircone 8Y-FSZ**

	<b><math>\text{UO}_2</math> (Vierge)</b>	<b><math>\text{ZrO}_2</math> 8Y-FSZ</b>
Groupe d'espace	$\text{Fm}\bar{3}\text{m}$	$\text{Fm}\bar{3}\text{m}$
Paramètre de maille (nm)	0,547	0,517
Taille de grains ( $\mu\text{m}$ )	$\approx 12$	$\approx 10$
Densité ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ )	10,97	6,1
Porosité	$\approx 5 \%$	$\approx 7 \%$
Constantes élastiques (macroscopique)	E = 194 GPa Nu = 0,30	E = 160 GPa Nu = 0,30
Contrainte à rupture (25°C) (MPa)	$\approx 100 - 150$	$\approx 180$
Ténacité ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ )	$\approx 1$	$\approx 3,5$

### Modélisation numérique : pourquoi ?

- Calculer la ténacité
- Ajuster le calcul aux dimensions de l'éprouvette
- Pouvoir modifier le calcul :
  - D'autres propriétés (plasticité, anisotropie...)
  - D'autres géométries (entaille chevron ...)
- Optimiser les essais



**1<sup>st</sup> étape : profondeur d'entaille =  $a$**

$P_c$  appliquée → Energie élastique  $E_1$

**2<sup>nd</sup> étape : profondeur d'entaille =  $a + da$**

$P_c$  appliquée → Energie élastique  $E_2$

Taux de libération d'énergie :

$$G = \frac{E_1 - E_2}{B \cdot da}$$

Ténacité :

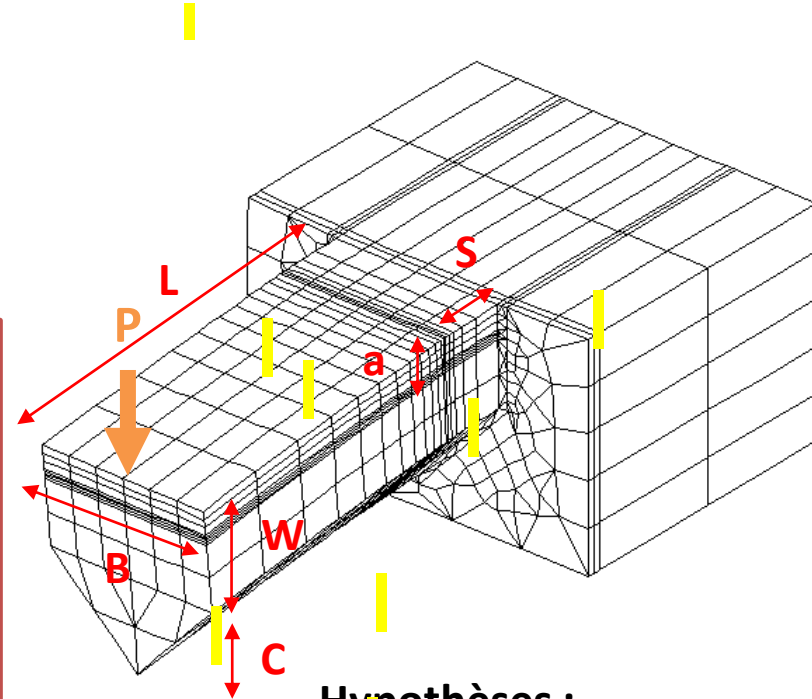
$$K_{IC} = \sqrt{G \cdot E'}$$

### Entrées du calcul :



- Force à rupture
- Dimensions de la  $\mu$ -poutre et de l'entaille

### Modélisation par Eléments Finis (Cast3m® (CEA, France))



### Hypothèses :

- Matériau fragile (élastique jusqu'à rupture)
- Entaille parfaite



### Usinage FIB avec des ions Ga<sup>+</sup> 30 kV

Zeiss Nvision 40

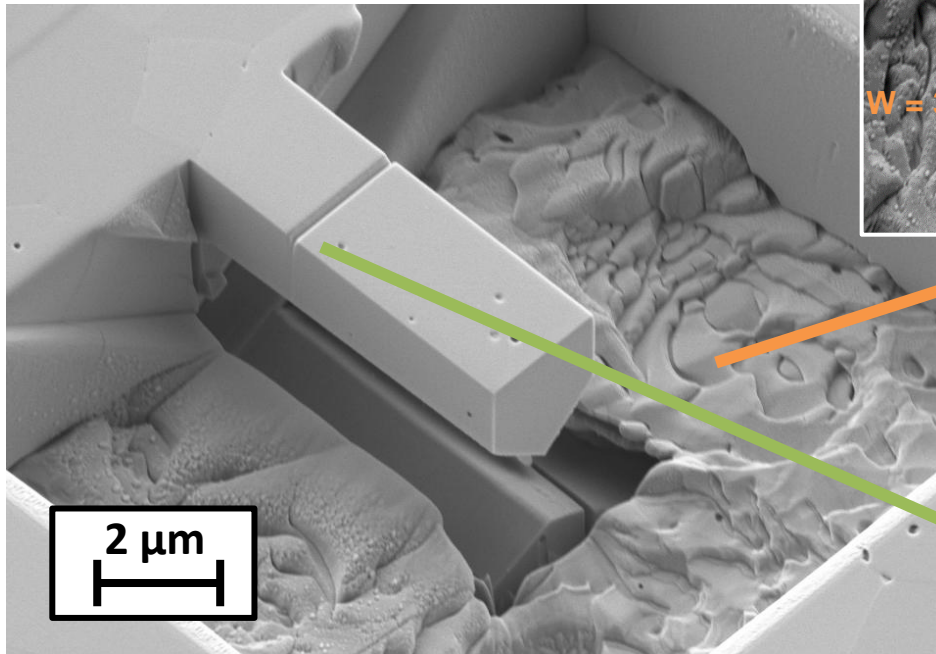
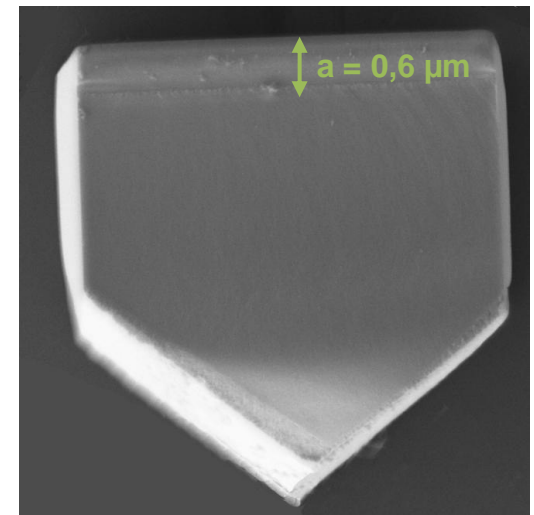
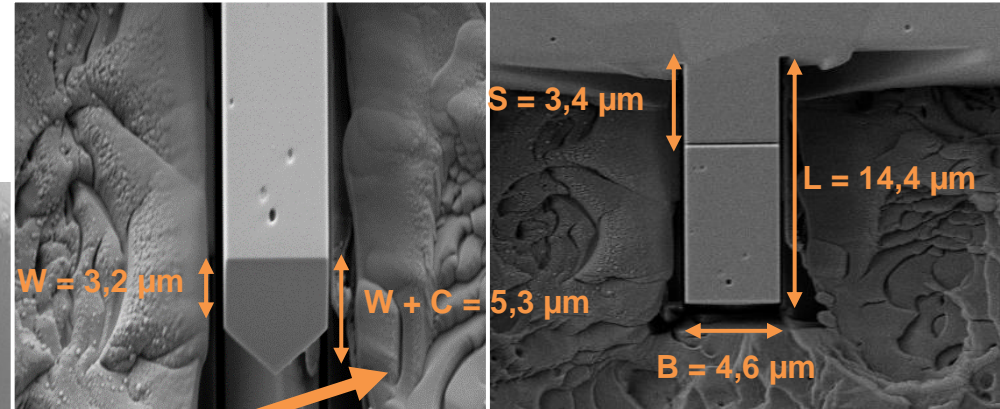


Image MEB d'une  $\mu$ -poutre pré-entaillée dans 8Y-FSZ

### Mesures des dimensions



Mesure de profondeur d'entaille

➤ Après rupture

### Sélection de plans cristallographiques

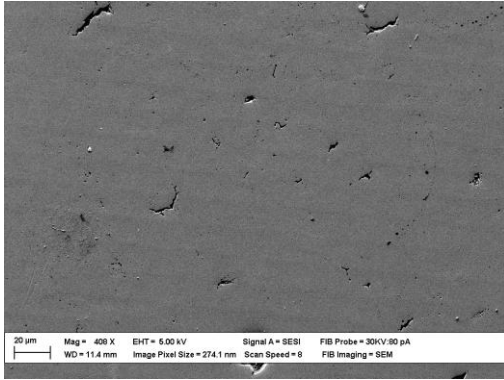
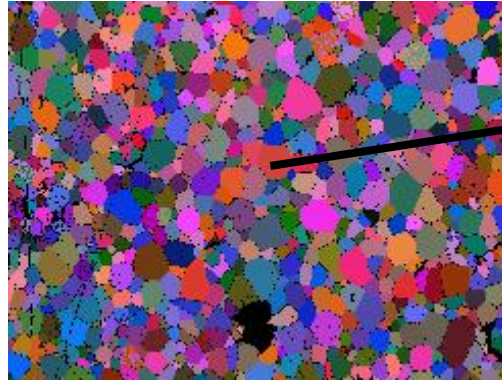
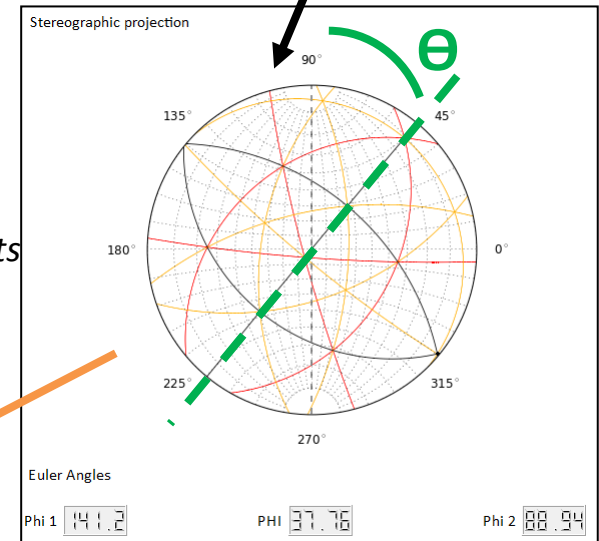


Image MEB de la zone cartographiée

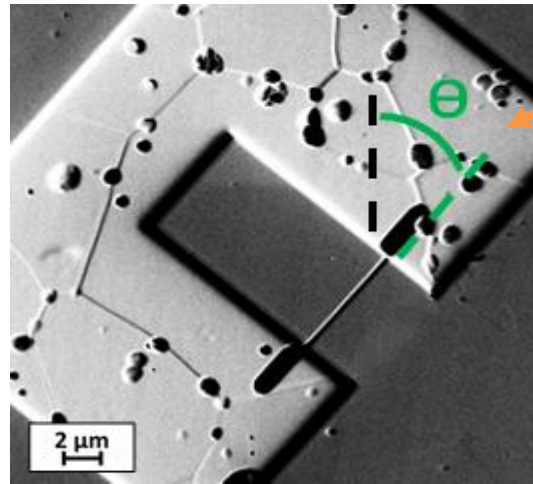


Cartographie EBSD

Sélection d'un grain convenable



Faire l'entaille en 1<sup>er</sup> permet d'éviter les effets de bords : le fond est rectiligne



### Projection stéréographique

→ Le plan visé est normal à la surface de l'échantillon

1. Usinage de l'entaille dans le plan sélectionné

2. Fabrication de la poutre autour de l'entaille

### Attention !

→ Il faut suivre la forme du grain pendant l'usinage

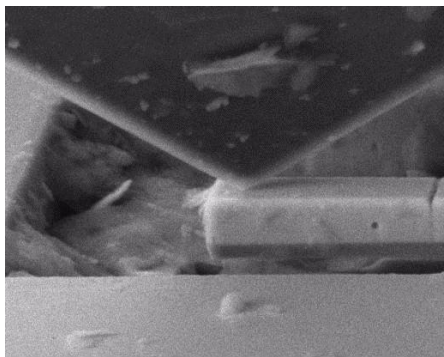
### Force à rupture mesurée avec un nano-indenteur

- *Ex situ* : Agilent Technologies G200



Micrographie optique d'une poutre visée

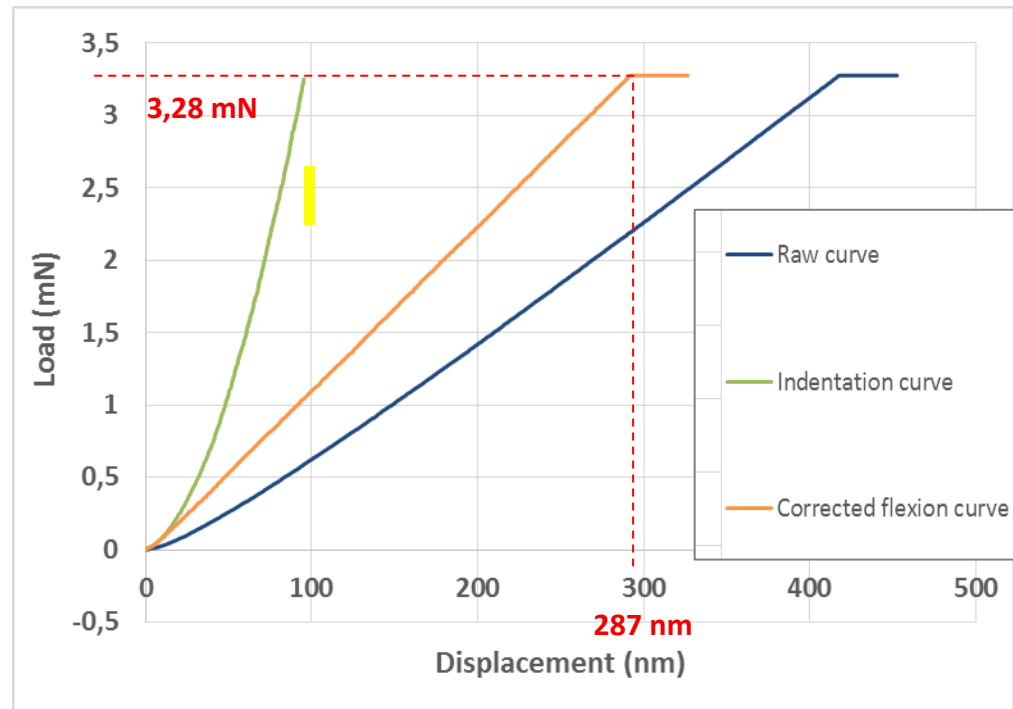
- *In situ* : Hysitron PI 85L PicoIndenter



Images MEB de flexion in situ

### Correction de l'indentation effectuée

- Soustraction de la courbe d'indentation à la courbe brute



### Courbe force-déplacement linéaire

- Comportement élastique jusqu'à rupture

### Ténacité de la zircone cubique 8Y-FSZ : Mesures macroscopiques

➤ *Méthode SENB (flexion de poutres pré-entaillées)*

	Monocristaux			Polycristaux
Plans	{100}	{110}	{111}	-
$K_{IC}$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )	<b>1,9</b> [1]	<b>1,48</b> [1] <b>1,50</b> [2]	-	<b>1,54</b> [3] <b>2,00</b> [4]

➤ *Méthode par indentation Vickers*

	Monocristaux			Polycristaux
Plans	{100}	{110}	{111}	-
$K_{IC}$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )	<b>1,3</b> [5] <b>1,8</b> [6]	<b>0,84</b> [5] <b>1,10</b> [6]	<b>1,48</b> [7]	<b>1,5</b> [8] <b>1,7</b> [9]

\* *Références en annexe*

### Mesures de ténacité des plans cristallographiques (8Y-FSZ)

- 1<sup>ère</sup> méthode : calcul en isotrope (le plus répandu)

Plans	{111}	{110}	{100}
$K_{IC}$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )	<b>1,45 ± 0,14</b>	<b>1,65 ± 0,04</b>	<b>1,49 ± 0,13</b>
Nombre d'essais	7	3	4

- 2<sup>nde</sup> méthode : calcul en anisotrope ([10])

Plans	{111}	{110}	{100}
$K_{IC}$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )	<b>1,33 ± 0,14</b>	<b>1,50 ± 0,04</b>	<b>1,68 ± 0,16</b>
Nombre d'essais	7	3	4

**[10]** : Brinckmann, S., Kirchlechner, C., & Dehm, G. (2017). Stress intensity factor dependence on anisotropy and geometry during microfracture experiments. *Scripta Materialia*, 127, 76-78.



## Objectifs initiaux :

- **Mise en place d'une méthode de mesure à l'échelle micrométrique de la ténacité**
  - Permet de mesurer la ténacité de plans cristallographiques sélectionnés
- **Valider la méthode sur 8Y-FSZ**
  - Valeurs en bon accord avec la littérature

## Limites :

- **Effet du faisceau sur les mesures ?**
  - Implantation de Gallium [11]
  - Effet de rayon de fond d'entaille [11]

**PAS DE PROPAGATION VISIBLE**

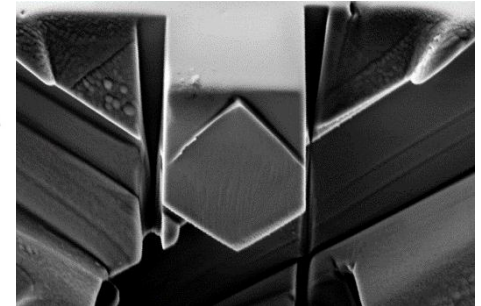
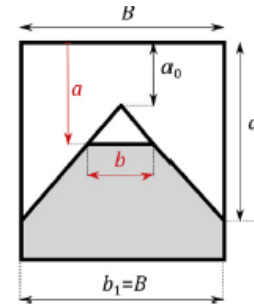


Schéma [12] et image MEB d'une entaille chevron (après rupture)

Propagation d'une fissure avant rupture  
 ➔ Entaille chevron [12]

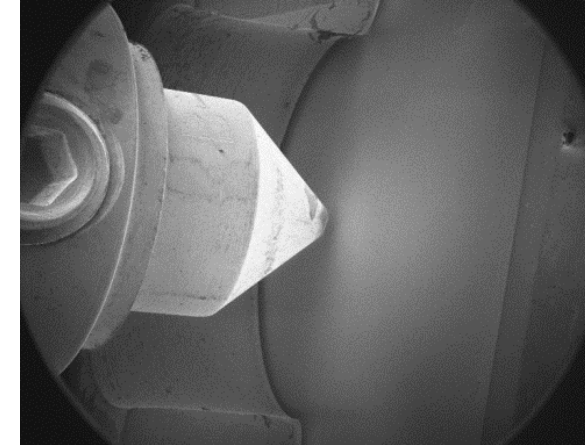
[11] Norton, A. D. & al. (2015). Microcantilever investigation of fracture toughness and subcritical crack growth on the scale of the microstructure in  $Al_2O_3$ . *Journal of the European Ceramic Society*, 35(16), 4521-4533.

[12] Mueller, M. G. & al. (2015). Fracture toughness testing of nanocrystalline alumina and fused quartz using chevron-notched microbeams. *Acta Materialia*, 86, 385-395.

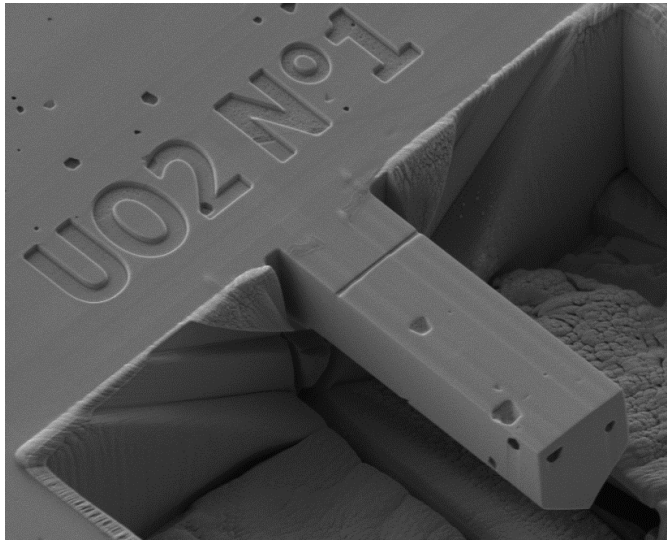


## Equipements dédiés aux matériaux irradiés/irradiants

- **Microscope FIB/SEM Zeiss Auriga 40 (Oberkochen, Germany)**
  - Nucléarisé : protection contre les radiations
- ***In situ* nano-indenter CSM NHT<sup>2</sup> (Peseux, Switzerland)**
  - Préparation et sollicitation des éprouvettes dans le MEB



*Vision au MEB durant un essai d'indentation*



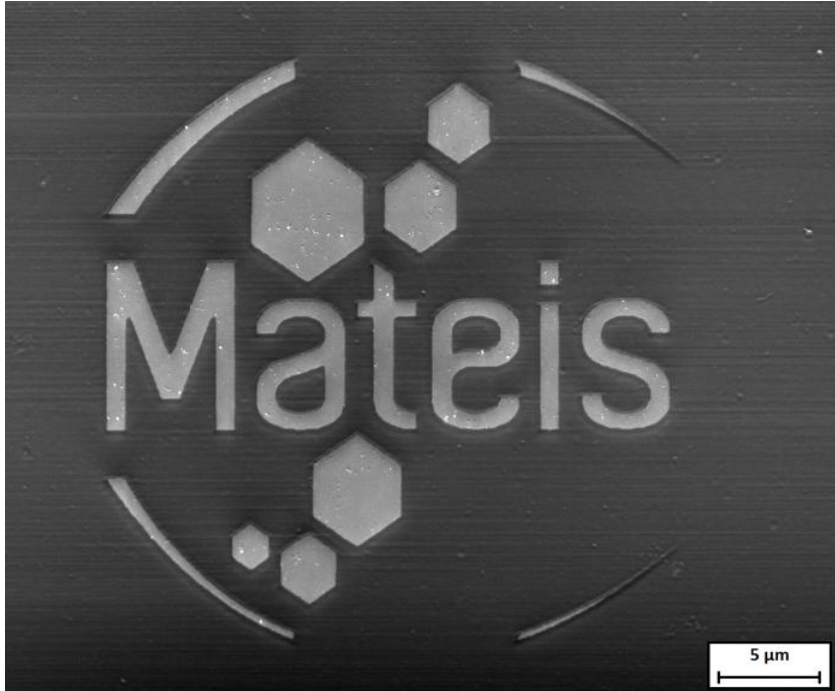
*Image MEB d'une  $\mu$ -éprouvette préparée sur  $UO_2$  vierge*

## Mesures sur combustibles nucléaires

- **Appliquer la méthode de flexion de  $\mu$ -poutres**
  - Sur différents types de combustibles (vierges, irradiées, dopés...)
  - Sur des joints de grains
  - A différents taux de combustion



*Merci pour votre attention*



*ronan.henry@insa-lyon.fr*

## Publications sur les propriétés en rupture de la zircone

- [1] Pajares and F. Guiberteau, "Microhardness and Fracture Toughness Anisotropy in Cubic Zirconium Oxide Single Crystals," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 71, no. 7, p. C332-C333, 1988.
- [2] J. Chevalier, A. H. De Aza, L. Grémillard, R. Zenati, and G. Fatozzi, "Slow Crack Growth in Zirconia Ceramics : From the single crystal to the composite," *Mater. Eng.*, vol. 12, no. 2, pp. 159–178, 2001.
- [3] R. A. Cutler, J. R. Reynolds, and A. Jones, "Sintering and Characterization of Polycrystalline Monoclinic, Tetragonal, and Cubic Zirconia," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 75, no. 8, pp. 2173–2183, 1992.
- [4] N. Khan and B. C. H. Steele, "ZrO<sub>2</sub>-CeO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : electrical and mechanical property relationships with the microstructure," vol. 8, pp. 265–271, 1991.
- [5] G. N. Morscher, P. Pirouz, and A. H. Heuer, "Temperature Dependence of Hardness in Yttria Stabilized Zirconia Single Crystals," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 74, no. 3, pp. 491–500, 1991.
- [6] D. Michel, L. Mazerolles, and M. Perez Y. Jorba, "Fracture of metastable tetragonal zirconia crystals," *J. Mater. Sci.*, vol. 18, no. 9, pp. 2618–2628, 1983.
- [7] J. D. Stanescu and H. M. Chan, "Indentation study of fracture toughness anisotropy in cubic zirconium oxide single crystals," vol. 11, pp. 1364–1365, 1992.
- [8] S. Tekeli, "Influence of alumina addition on grain growth and room temperature mechanical properties of 8YSCZ/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 65, no. 6, pp. 967–972, 2005.
- [9] K. Hiraga, K. Morita, B. N. Kim, and Y. Sakka, "Fracture toughness of yttria-stabilized cubic zirconia (8Y-CSZ) doped with pure silica," *Nippon Kinzoku Gakkaishi/Journal Japan Inst. Met.*, vol. 69, no. 10, pp. 928–932, 2005.

## Précision des essais *ex situ*

