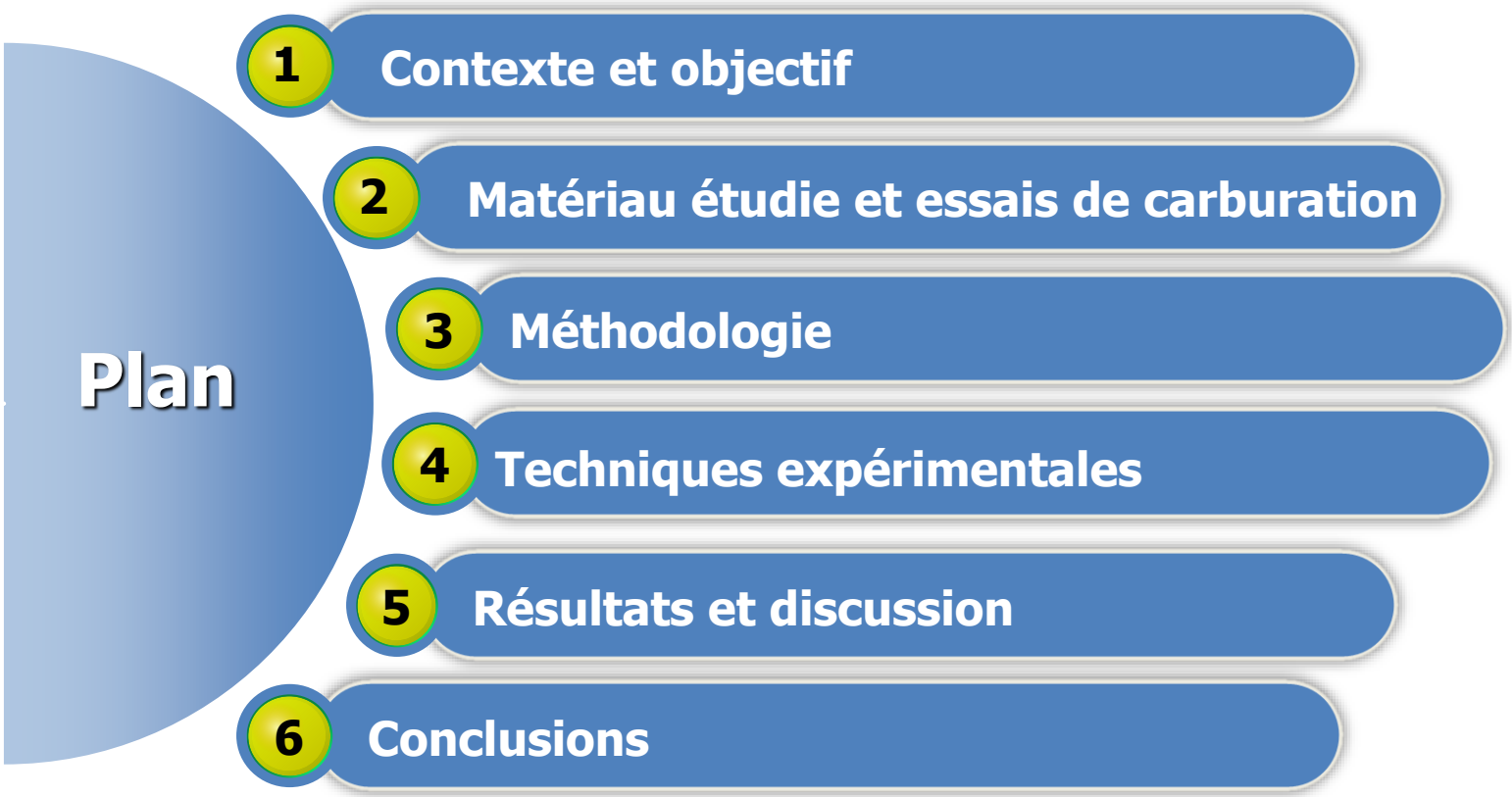
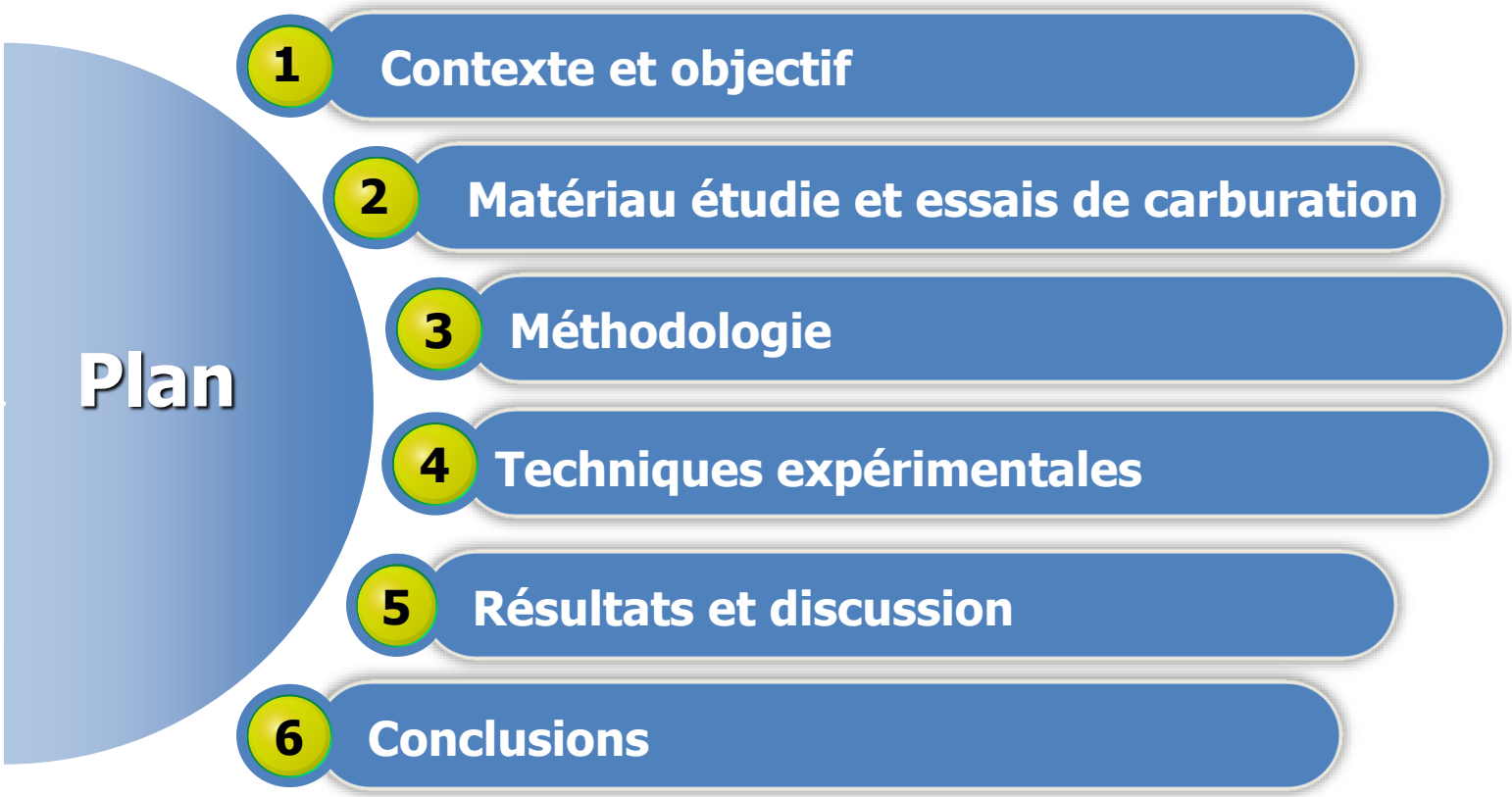
Évaluation du gradient de contraintes résiduelles dans un acier austénitique inoxydable après exposition au sodium de carburation

M. F. SLIM, G. Geandier, F. Rouillard, B. Malard

Plan

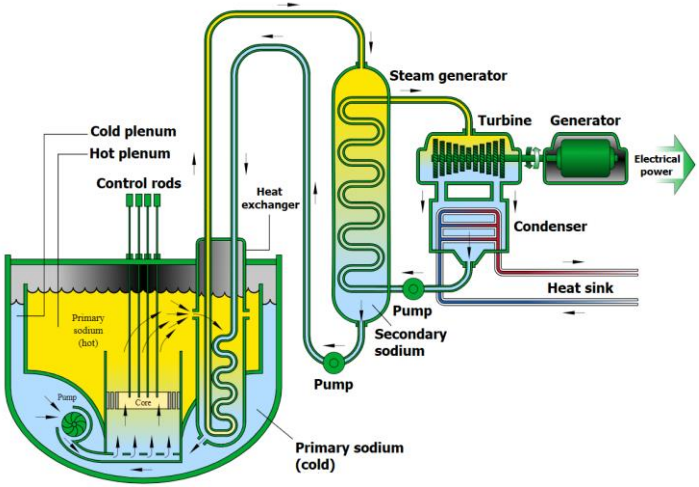

Plan
1
Contexte et objectif
2
Matériau étudie et essais de carburation
3
Méthodologie
4
Techniques expérimentales
5
Résultats et discussion
6
Conclusions

Plan


Plan
1 Contexte et objectif
2 Matériau étudie et essais de carburation
3 Méthodologie
4 Techniques expérimentales
5 Résultats et discussion
6 Conclusions

Contexte et objectif

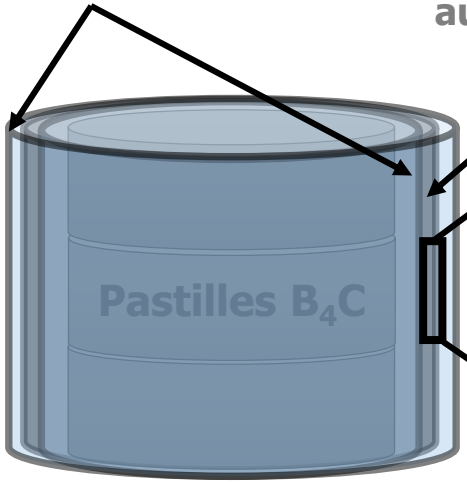
Réacteur à Neutrons Rapides refroidis au sodium



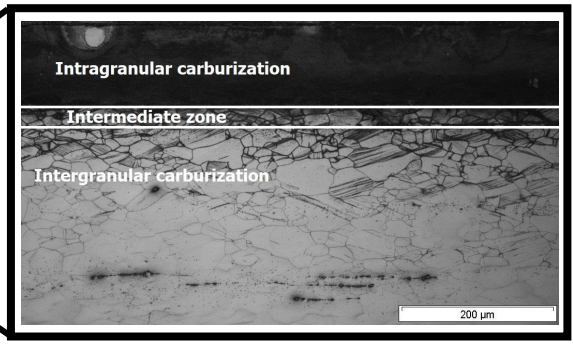
500 °C < T° < 650 °C

Sodium liquide

Gaine en acier austénitique inox



Barre de contrôle

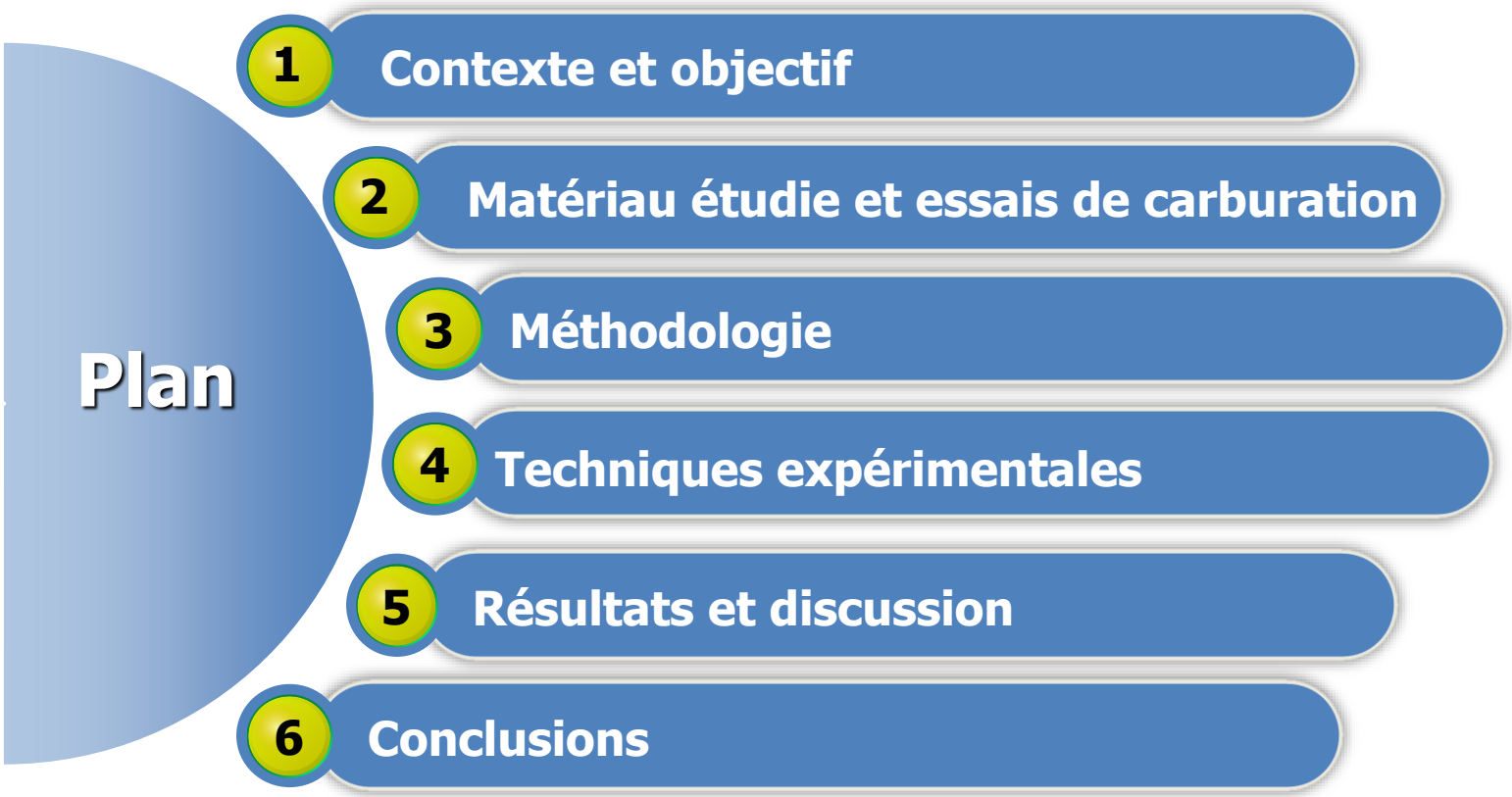


Échantillon carburé

Zone fortement carburée → **Contraintes résiduelles élevées** → **Endommagement et rupture de la gaine**

Objectif: **Détermination du profil des contraintes résiduelles générées dans un acier austénitique inoxydable après exposition au sodium liquide de carburation**

Plan

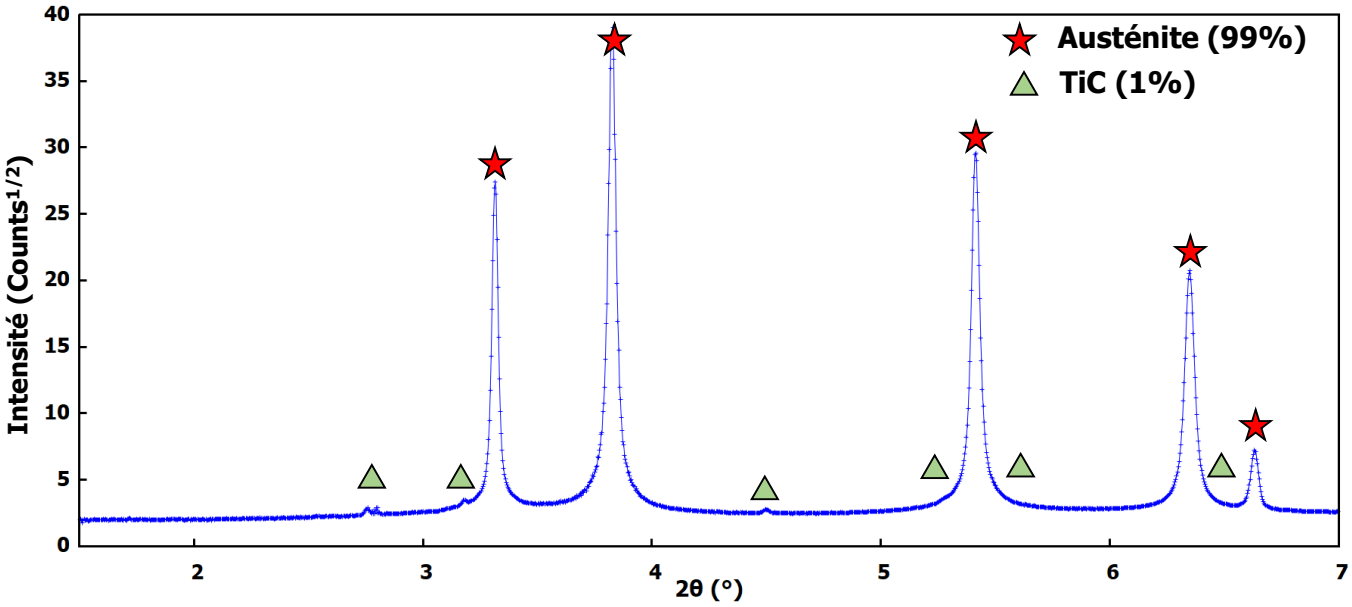

Plan
1 Contexte et objectif
2 Matériau étudie et essais de carburation
3 Méthodologie
4 Techniques expérimentales
5 Résultats et discussion
6 Conclusions

Matériau étudié

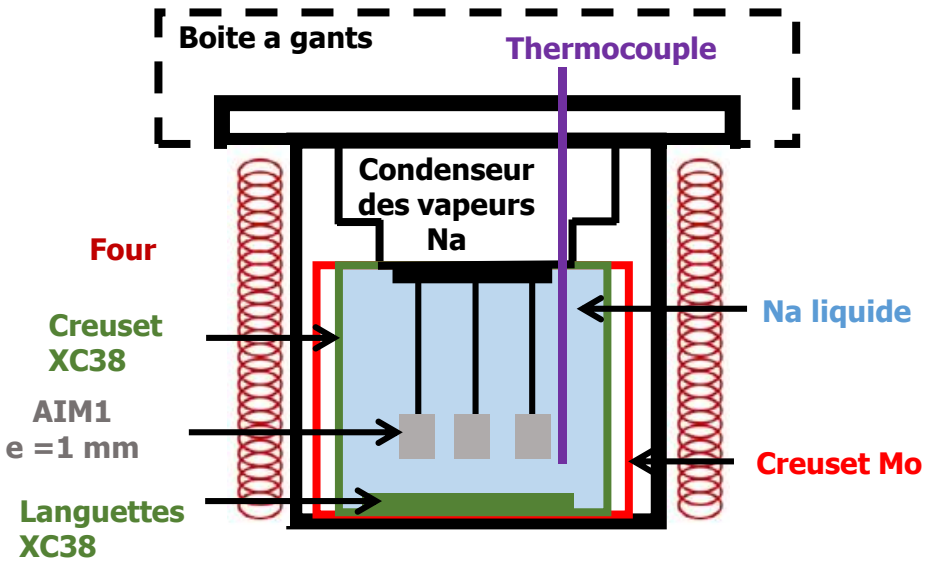
Composition du matériau étudié (acier austénitique inox AIM1)

Éléments	C	Cr	Ni	Mo	Ti	Fe
% mass	0,09	14,35	14,05	1,4	0,36	Base

Phases dans le matériau de référence (DRXHE)

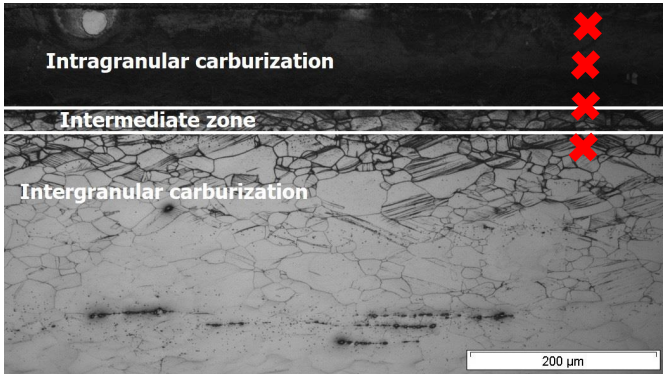


Essais de carburation



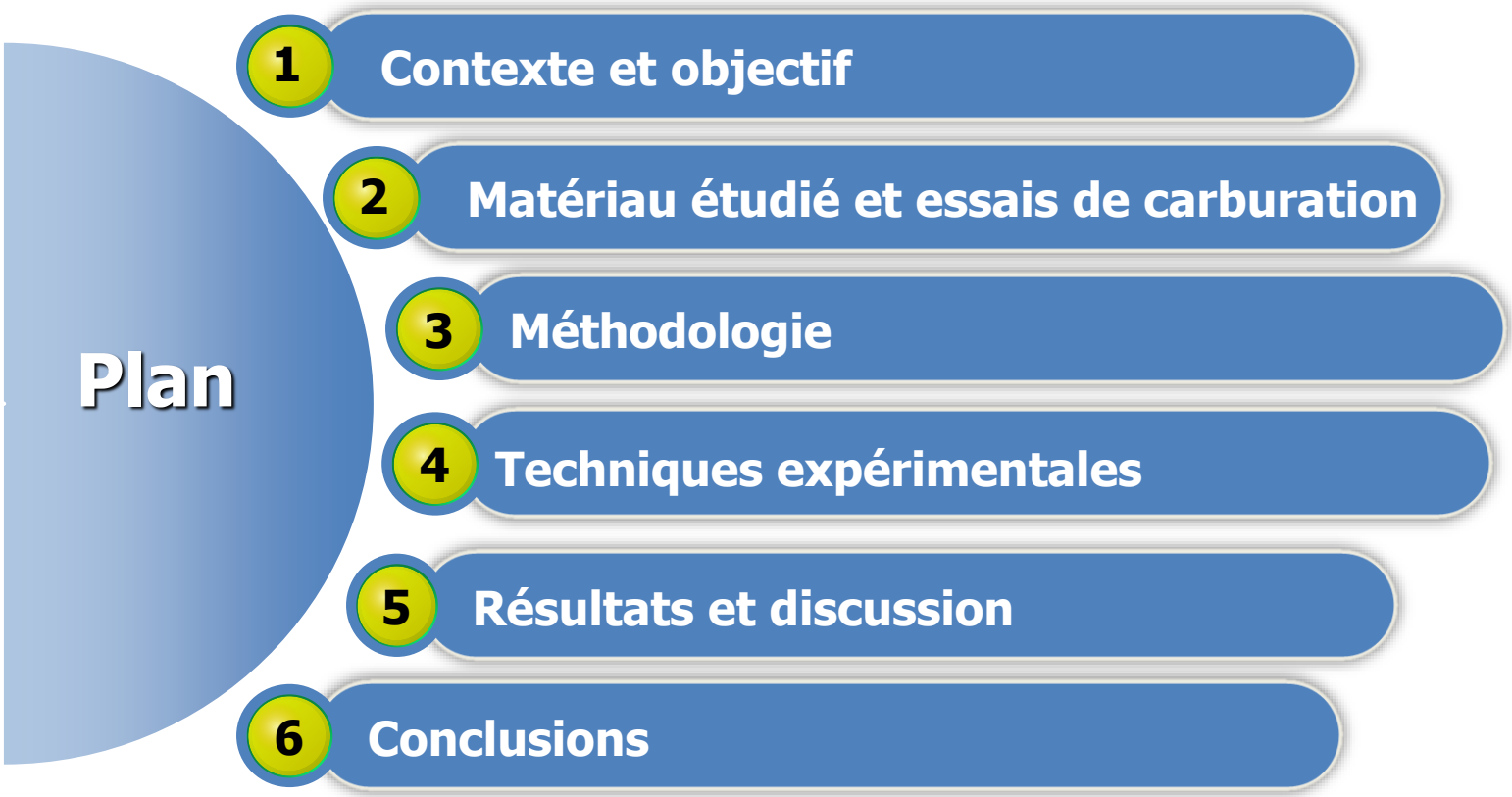
- Coupons AIM1
- Sodium liquide avec activité en carbone a_c>1
- T = 500 °C, 600 °C
- Exposition pendant 1000 h

Échantillon carburé



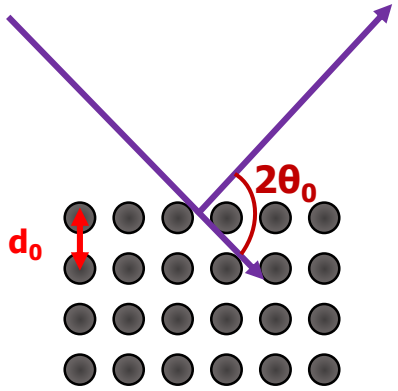
- Matériau multiphasé
- Gradient de microstructure
- Gradient chimique

Plan

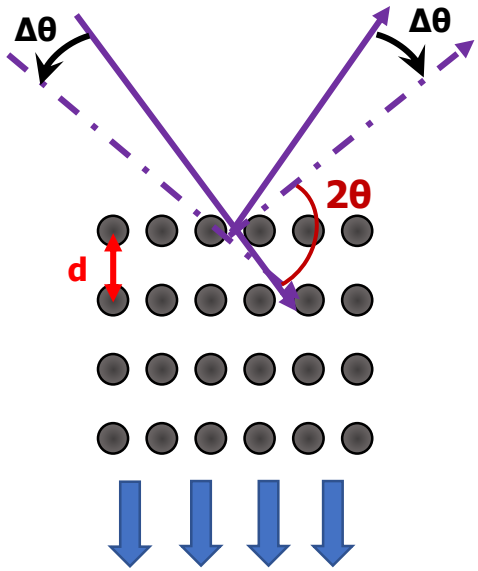

Plan
1 Contexte et objectif
2 Matériau étudié et essais de carburation
3 Méthodologie
4 Techniques expérimentales
5 Résultats et discussion
6 Conclusions

Méthodologie

Mesure des déformations par DRX



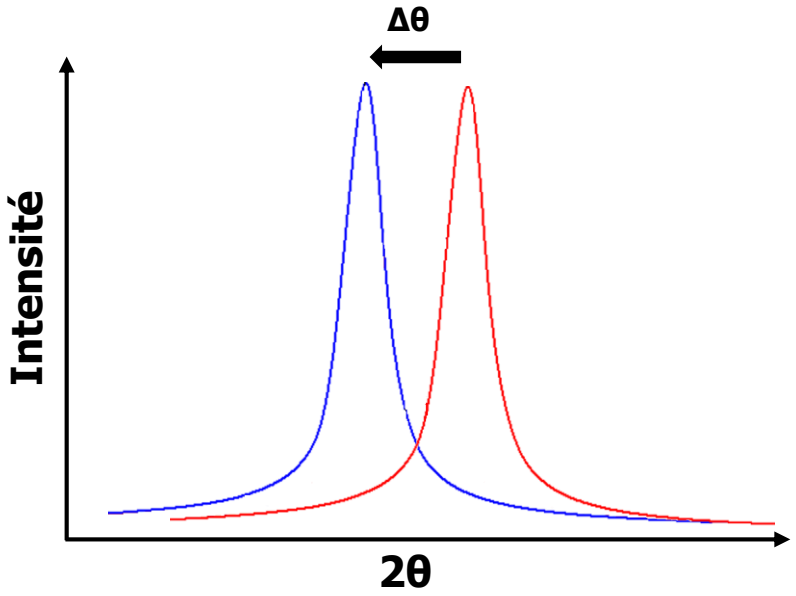
État non déformé



État déformé

Loi de Bragg

$$2\,d\sin\theta = n\,\lambda$$



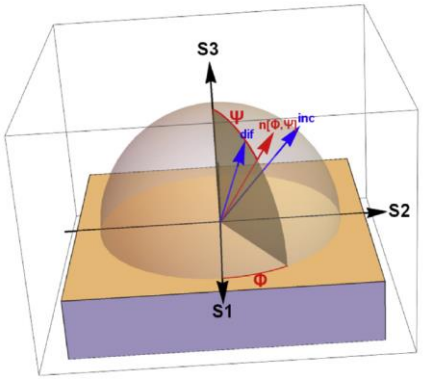
Déformation

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = \mathrm{Ln}\left(\frac{\sin\theta_0^{hkl}}{\sin\theta^{hkl}}\right)$$

Méthodologie

Déformations/contraintes résiduelles

Méthode sin²Ψ



$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \ln\left(\frac{\sin\theta_0^{hkl}}{\sin\theta^{hkl}}\right) = (\varepsilon_\Phi - \varepsilon_{33})\sin^2\Psi + (\varepsilon_{13}\cos\Phi + \varepsilon_{23}\sin\Phi)\sin(2\Psi) + \varepsilon_{33}$$

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \ln\left(\frac{\sin\theta_0^{hkl}}{\sin\theta^{hkl}}\right) = \frac{1}{2}S_2^{hkl}(\sigma_\Phi - \sigma_{33})\sin^2\Psi + \frac{1}{2}S_2^{hkl}\tau_\Phi\sin(2\Psi) + \frac{1}{2}S_2^{hkl}\sigma_{33} + S_1^{hkl}Tr(\bar{\bar{\sigma}})$$

$$\varepsilon_\Phi = \varepsilon_{11}\cos^2\Phi + \varepsilon_{12}\sin 2\Phi + \varepsilon_{22}\sin^2\Phi$$
$$\sigma_\Phi = \sigma_{11}\cos^2\Phi + \sigma_{12}\sin 2\Phi + \sigma_{22}\sin^2\Phi$$

$$\tau_\Phi = \sigma_{13}\cos\Phi + \sigma_{23}\sin\Phi$$

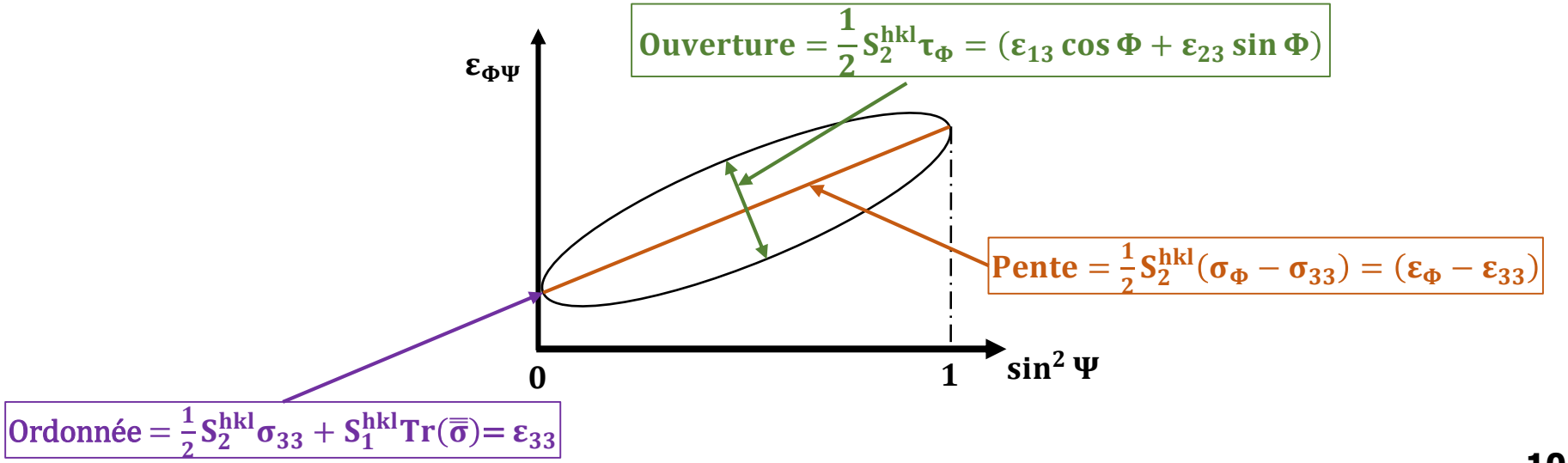
$$Tr(\bar{\bar{\sigma}}) = \sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}$$

$\theta_{\Phi\Psi}^{hkl}$: **état déforme**

θ_0^{hkl} : **état de référence (non déforme)**

σ_{ij} : **Composantes du tenseur des contraintes**

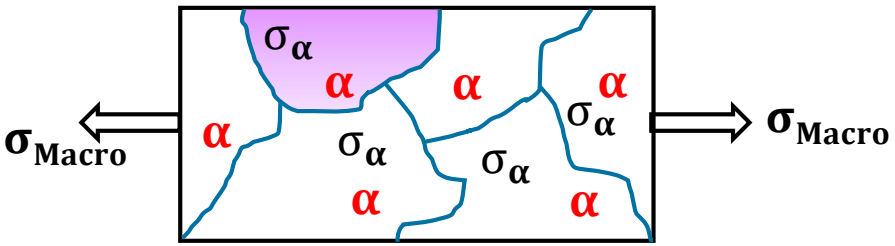
ε_{ij} : **Composantes du tenseur des déformations**



Méthodologie

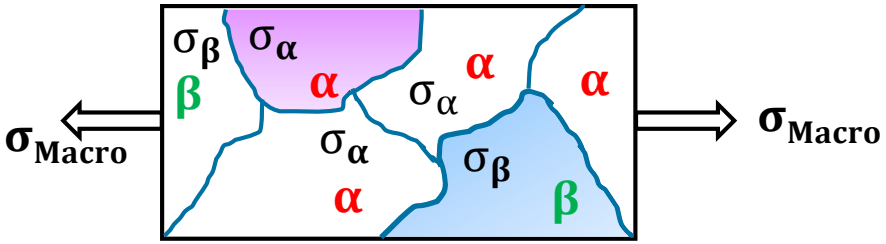
Déformation/contraintes résiduelles

Matériau monophasé



$$\sigma_{Macro} = \sigma_{\alpha}$$

Matériau multiphasé



$$\sigma_{Macro} = V_{\alpha} \cdot \sigma_{\alpha} + V_{\beta} \cdot \sigma_{\beta}$$

Méthodologie

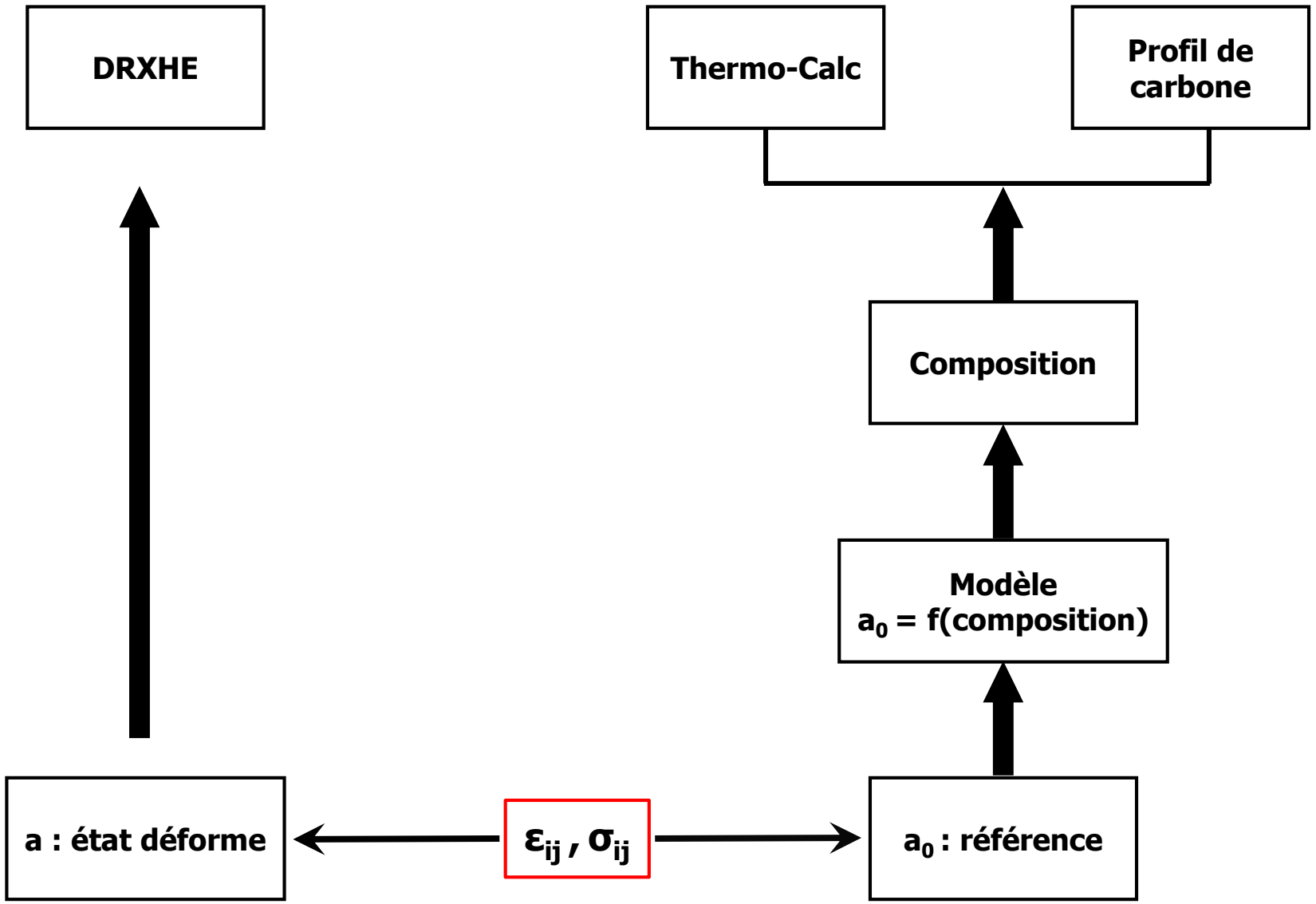
Détermination de l'état de référence θ_0^{hkl}

1) Élaboration d'un échantillon de poudre du matériau à analyser
2) Relaxation des contraintes à l'aide d'un traitement thermique adapté
3) Extraction d'un échantillon de petites dimensions (relaxation des contraintes macroscopiques)

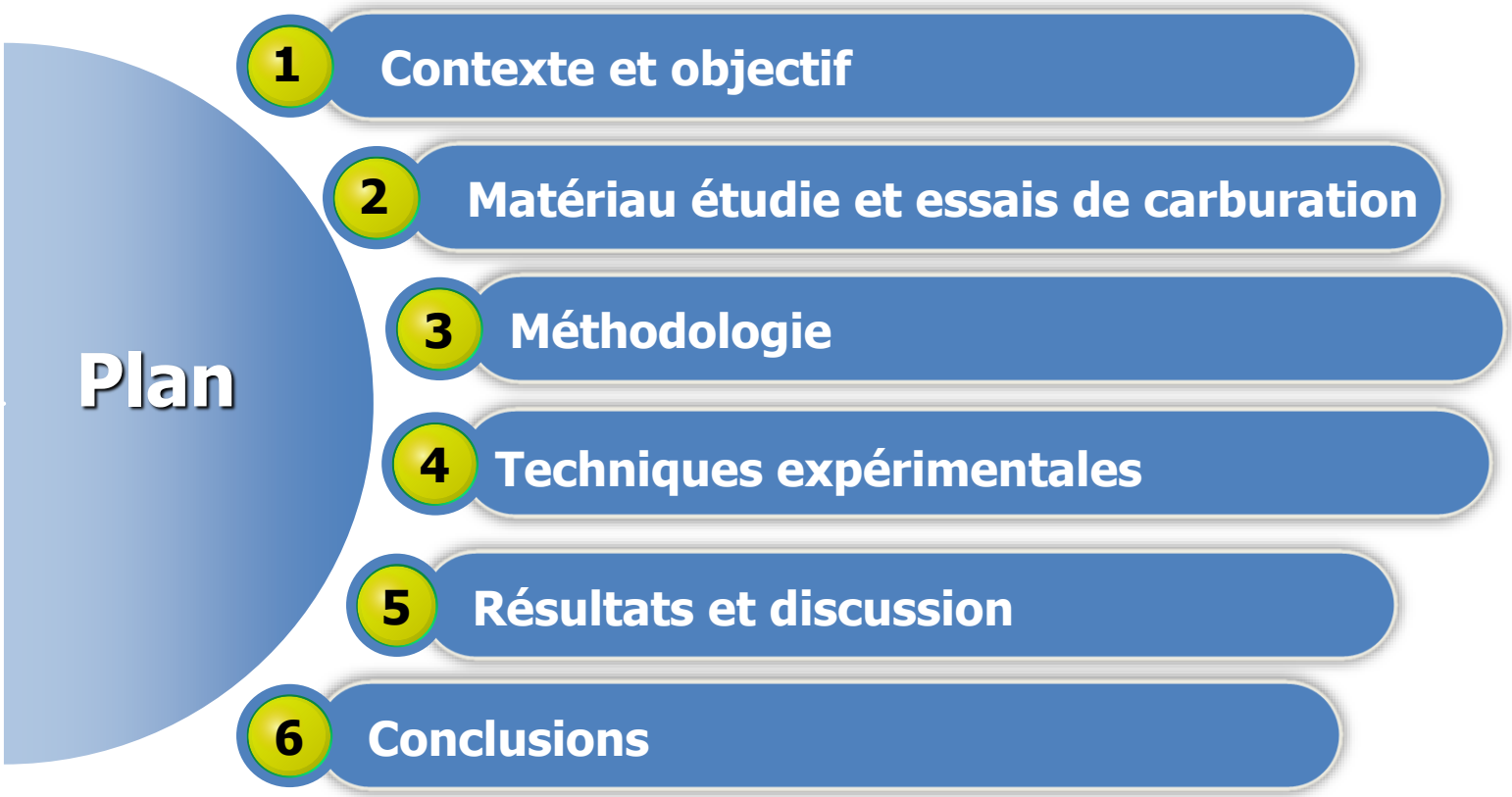
Contraintes/difficultés

1) Fort gradient de composition dans l'épaisseur
2) Changement microstructuraux (précipitation, décomposition, etc.)
3) Très délicat et couteux en temps et en argent sans garantie de réussite

Méthodologie

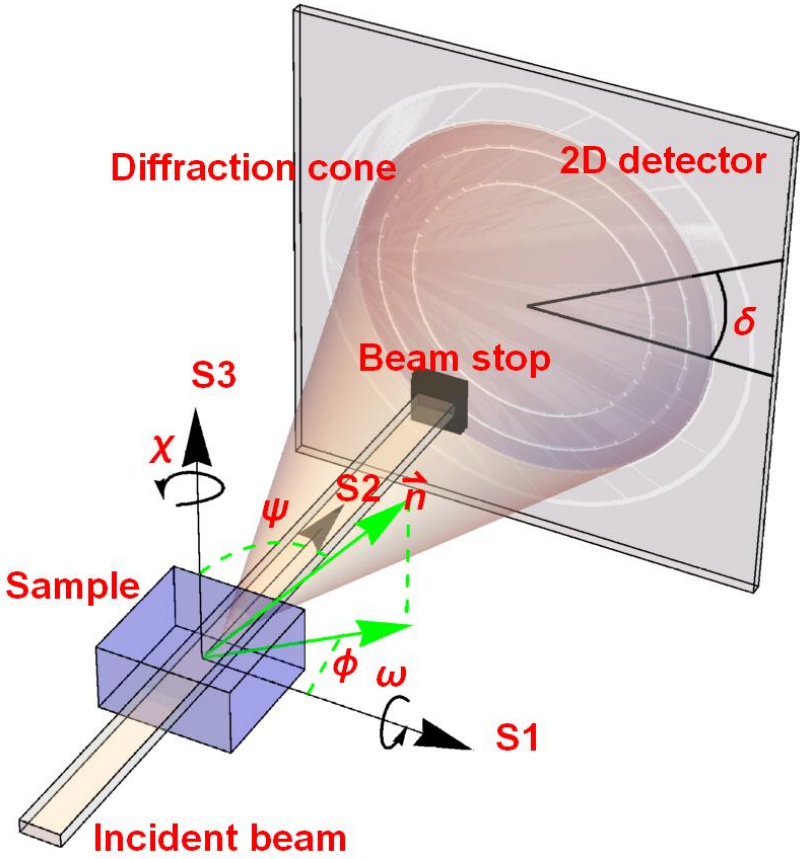


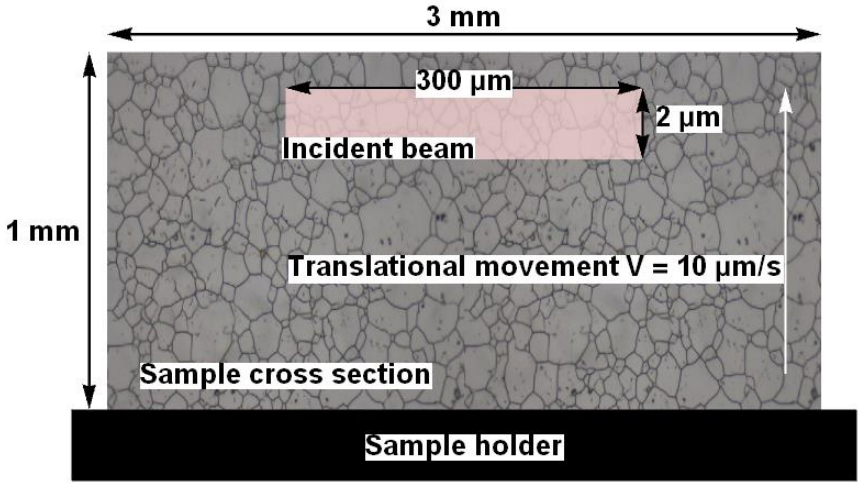
Plan


Plan
1 Contexte et objectif
2 Matériau étudie et essais de carburation
3 Méthodologie
4 Techniques expérimentales
5 Résultats et discussion
6 Conclusions

Techniques expérimentales

DRX à haute énergie





Ligne de lumière : P07-EH2, DESY-Petra III, Hambourg

Faisceau : 300 µm X 2µm
E = 103.4 keV
Détecteur 2D Perkin-Elmer detector: 2048x2048, taille de pixel 200x200 µm², positionné à 1.5 m

Directions de mesure
X = 0°, ±90°

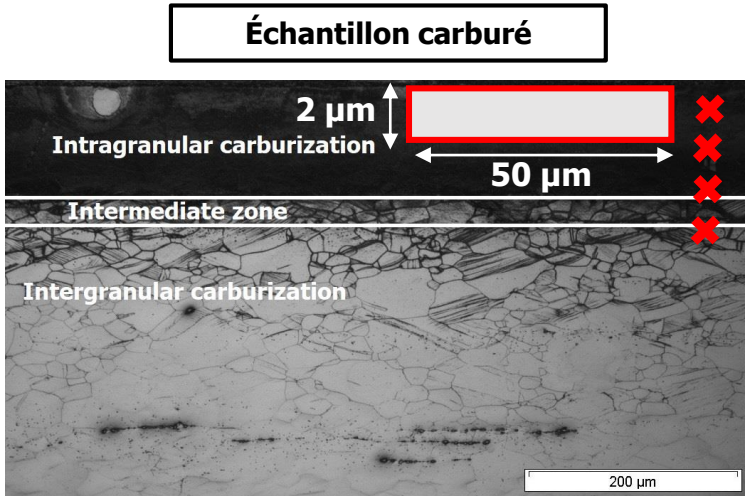
Techniques expérimentales

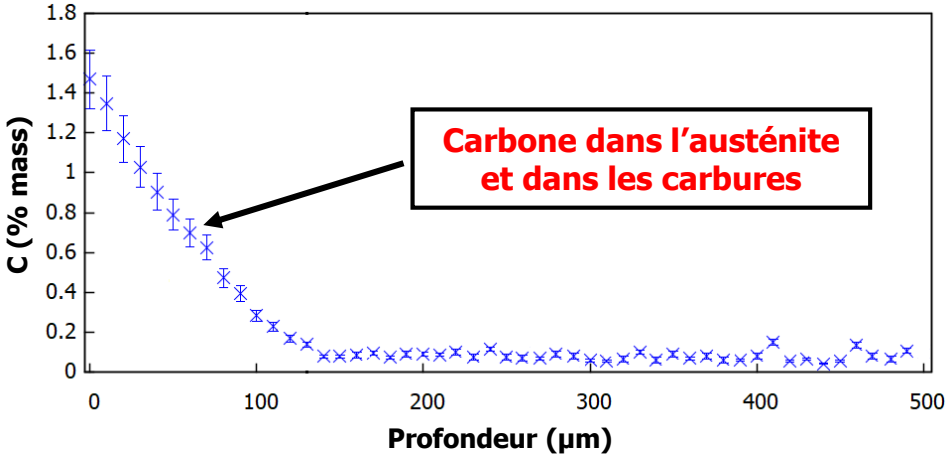
Microsonde de castaing



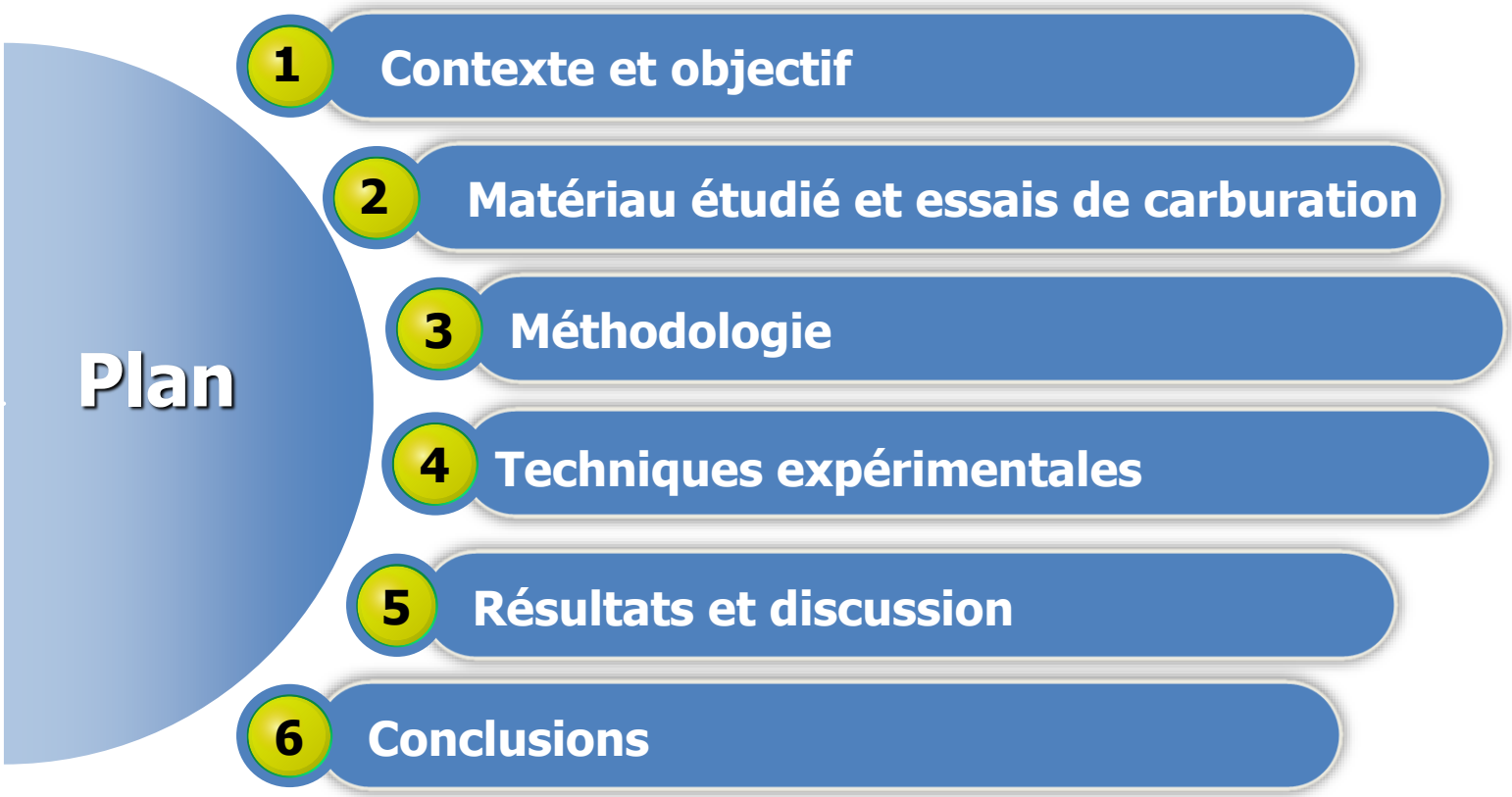
SX 100 CAMECA (CEA)

Méthode : phi-rho-z
Voltage et intensité: 15 kV and 20 nA
Mesure : moyenne de 4 surfaces scannées de 50 µm X 2µm





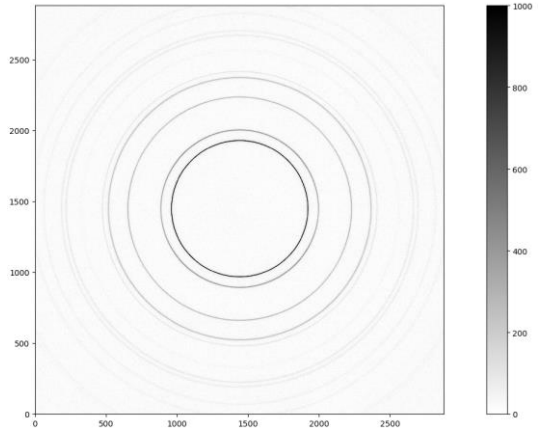
Plan


Plan
1 Contexte et objectif
2 Matériau étudié et essais de carburation
3 Méthodologie
4 Techniques expérimentales
5 Résultats et discussion
6 Conclusions

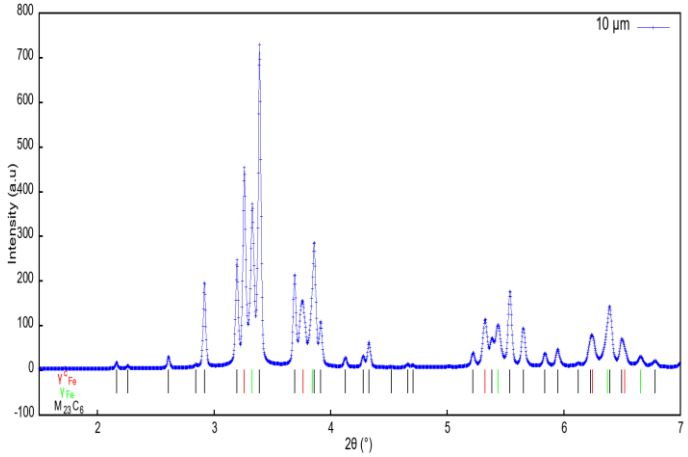
Caractérisation microstructurale

Phases: identification et quantification

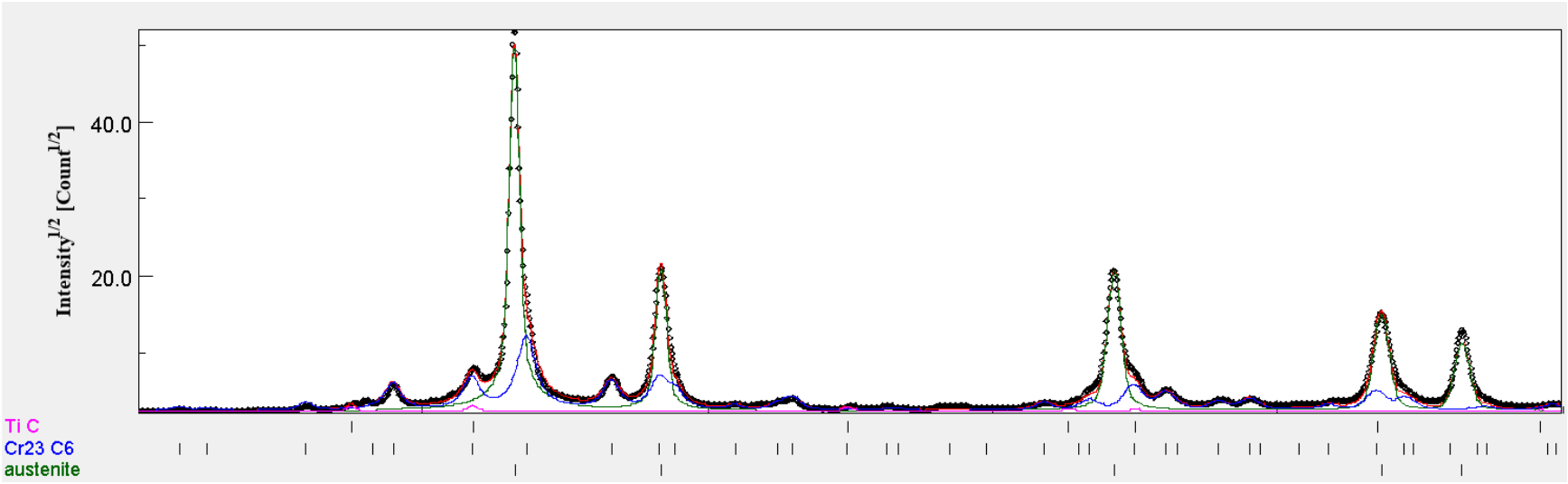
Images 2D (~ 3000 images par échantillon)



Intégration pyFAI (Scripts Python)



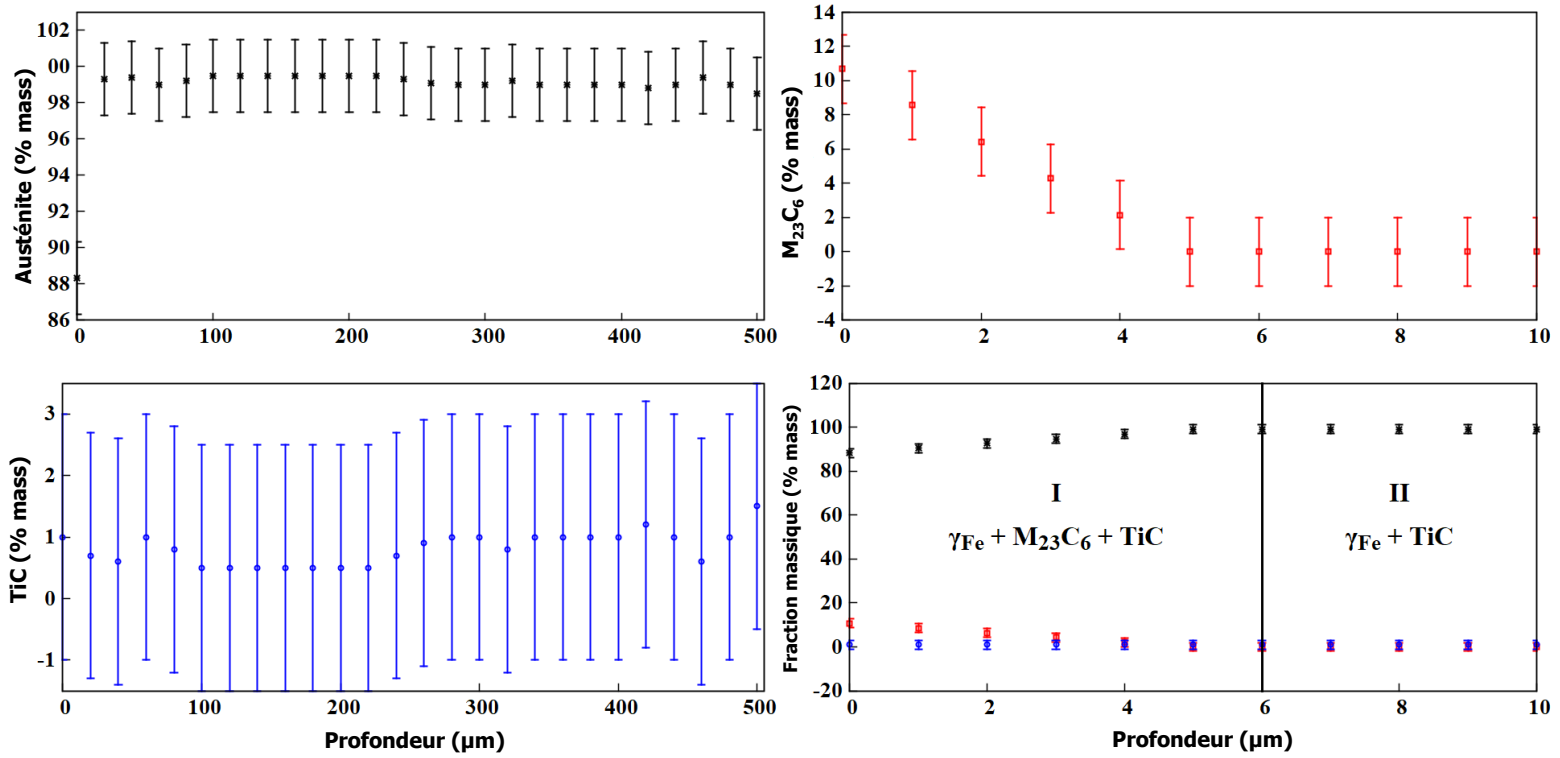
Analyses Rietveld (MAUD)



Caractérisation microstructurale

Carburation à 500°C

Évolution des fractions massiques



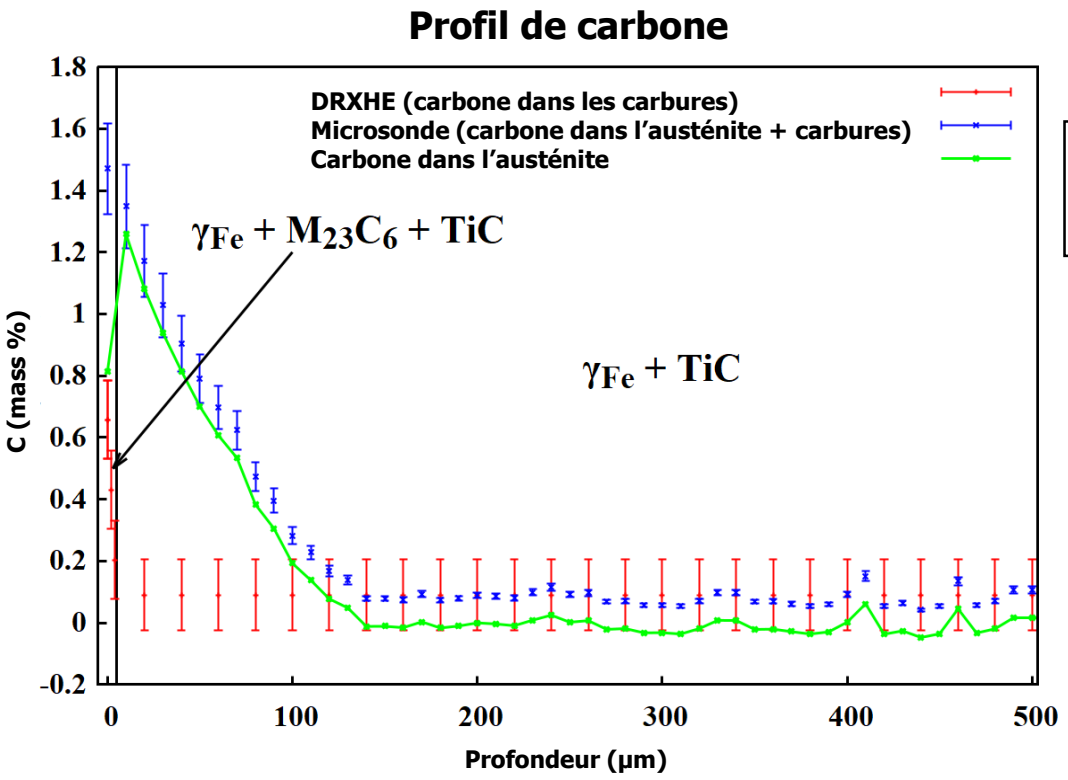
Formation des carbures en extrême surface

?

Y-a t-il une diffusion de carbone au sein de l'échantillon ?
Si oui, où va-t-il ?

Caractérisation microstructurale

Carburation à 500°C



Carbone dans les carbures

$$mass_c^{Carbides}(\%\, mass) = f^{M_{23}C_6}.mass_c^{M_{23}C_6} + f^{TiC}.mass_c^{TiC}$$

% mass de carbone > limite de solubilité de carbone dans l'austénite

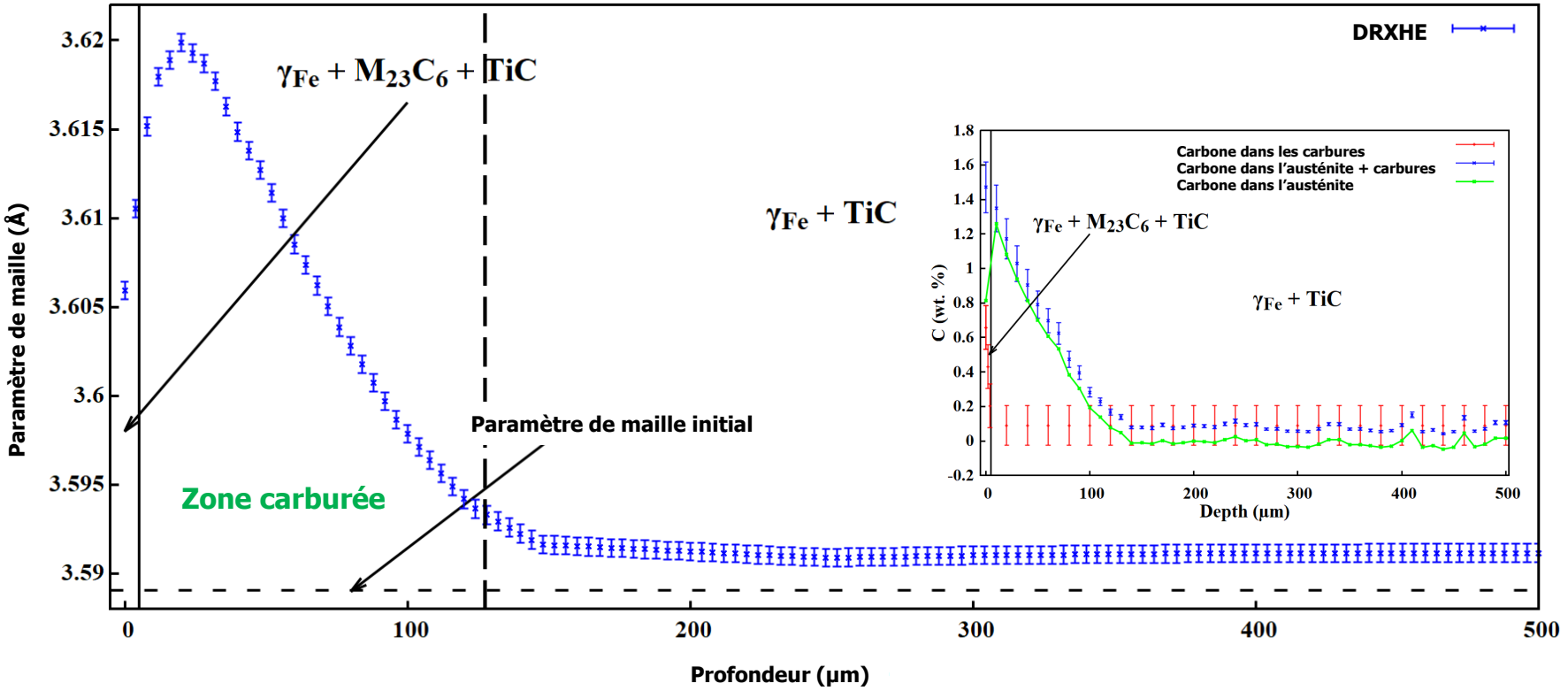
Sursaturation de la maille d'austénite

Zone carburée hors équilibre thermodynamique

Caractérisation microstructurale

Carburation à 500°C

Evolution du paramètre de maille de l'austénite

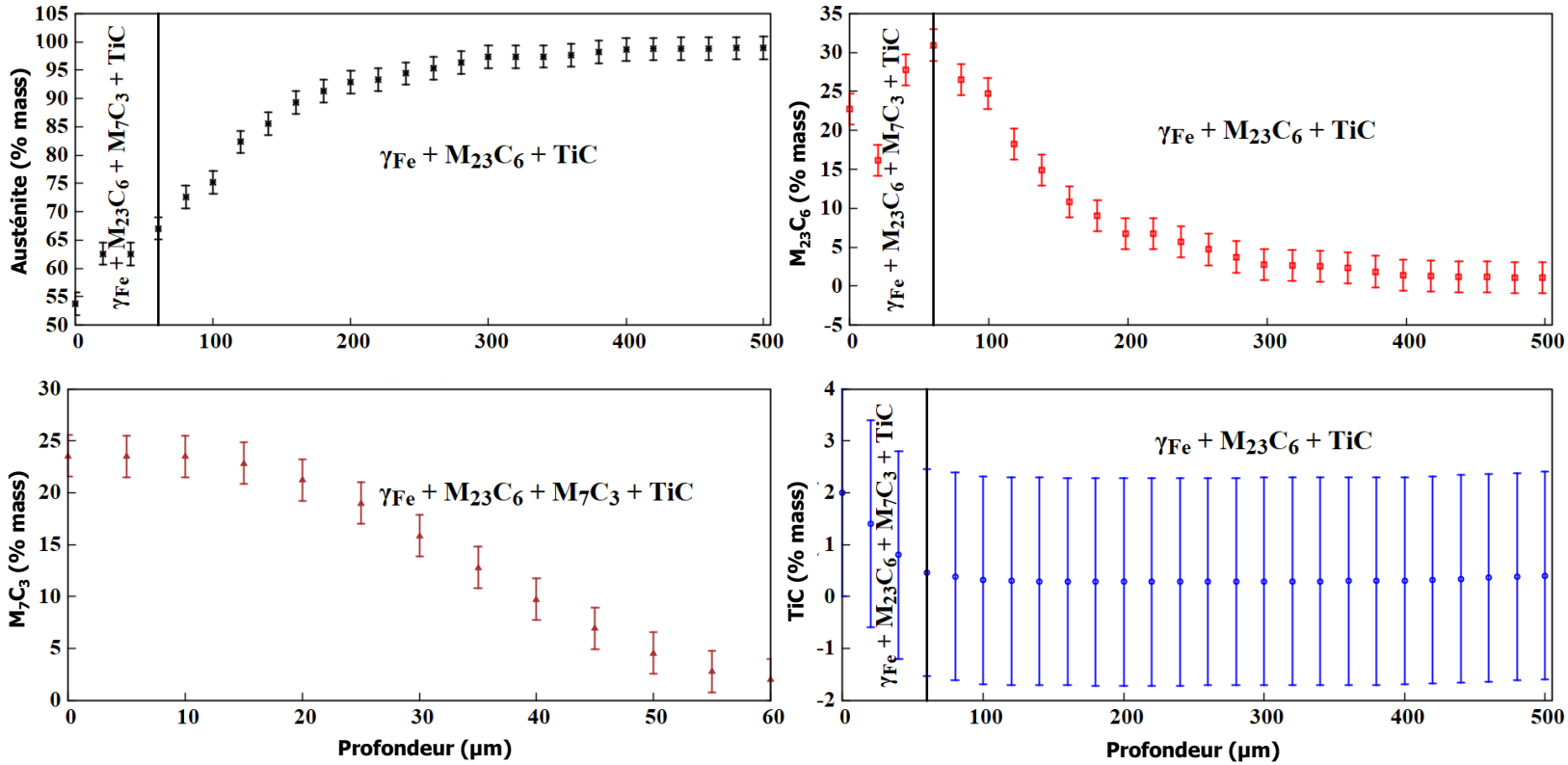


Expansion de la maille d'austénite (Formation d'une austénite expansée)

Caractérisation microstructurale

Carburation à 600°C

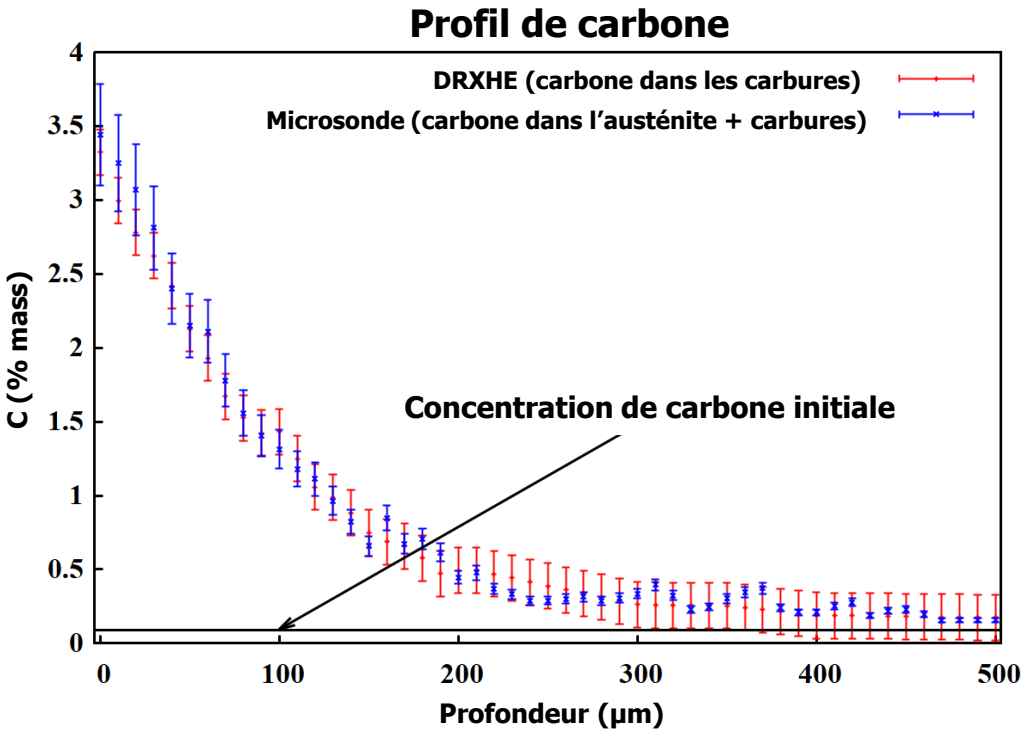
Évolution des fractions massiques



Formation des carbures dans toute l'épaisseur

Caractérisation microstructurale

Carburation à 600°C



Carbone dans les carbures

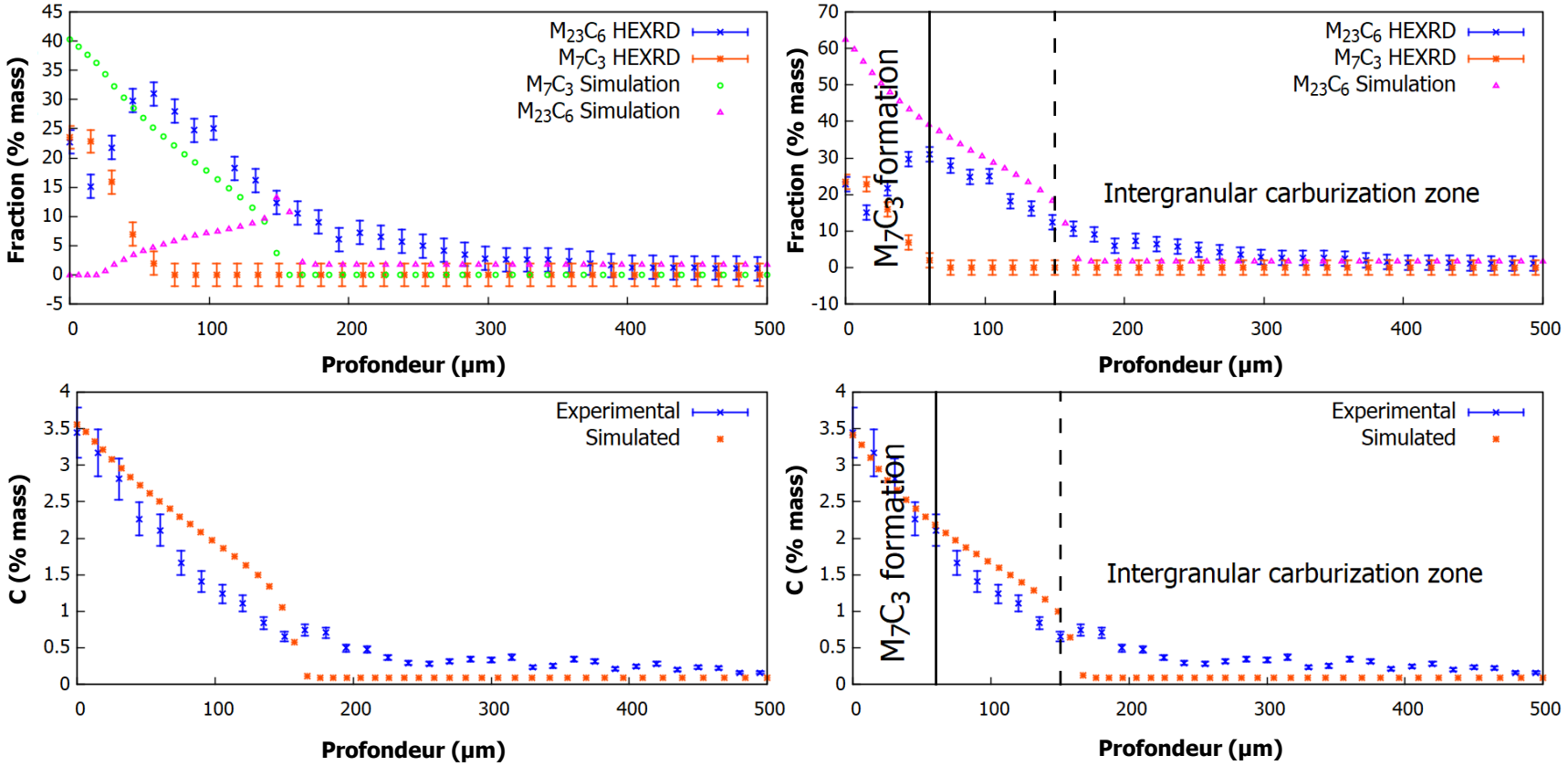
$$mass_c^{Carbides}(\%\, mass) = f^{M_{23}C_6}.mass_c^{M_{23}C_6} + f^{M_{23}C_6}.mass_c^{M_{23}C_6} + f^{TiC}.mass_c^{TiC}$$

Carbone → carbures

Caractérisation microstructurale

Carburation à 600°C

Modélisation de la cinétique de carburation



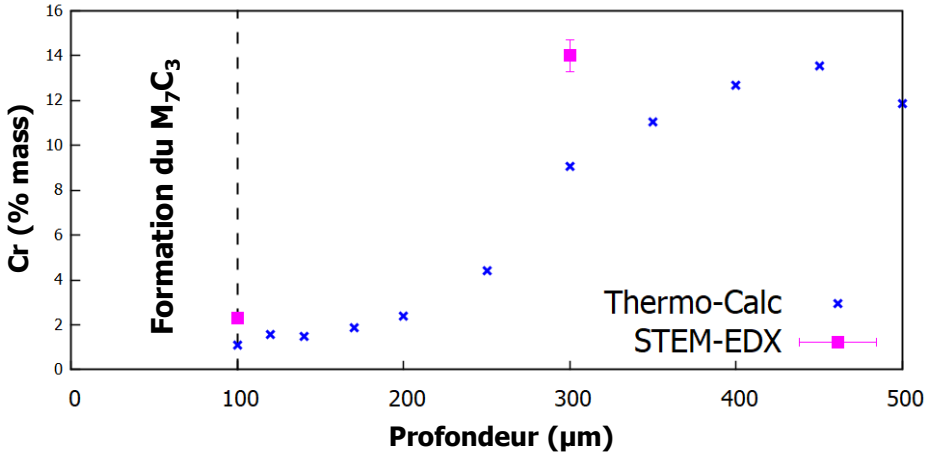
Zone carburée hors équilibre thermodynamique

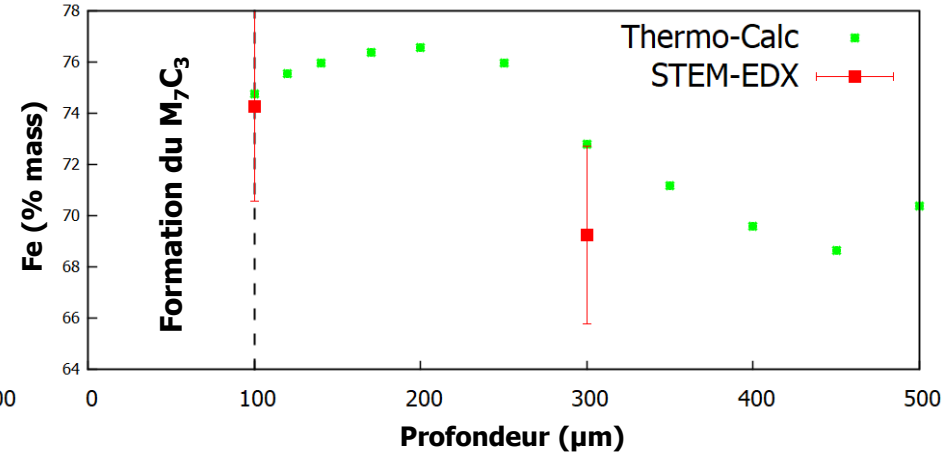
Lente vitesse de transformation de $M_{23}C_6$ en M_7C_3 comparée à l'équilibre

Caractérisation microstructurale

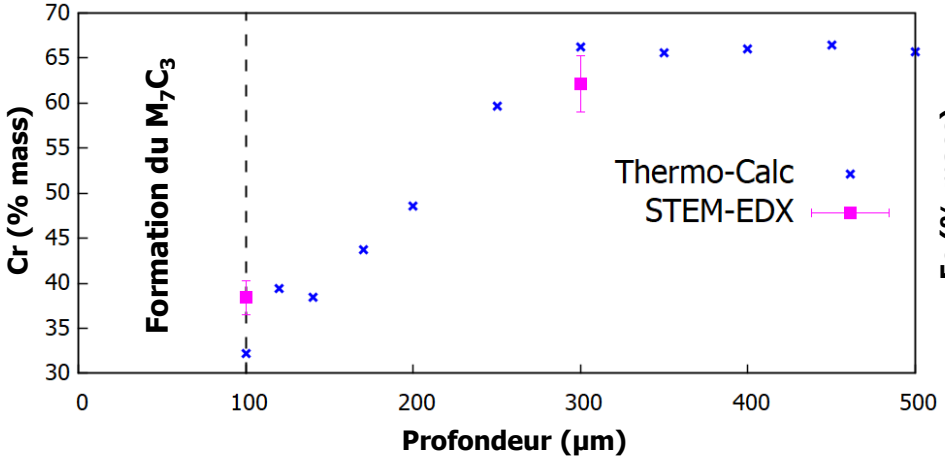
Carburation à 600°C

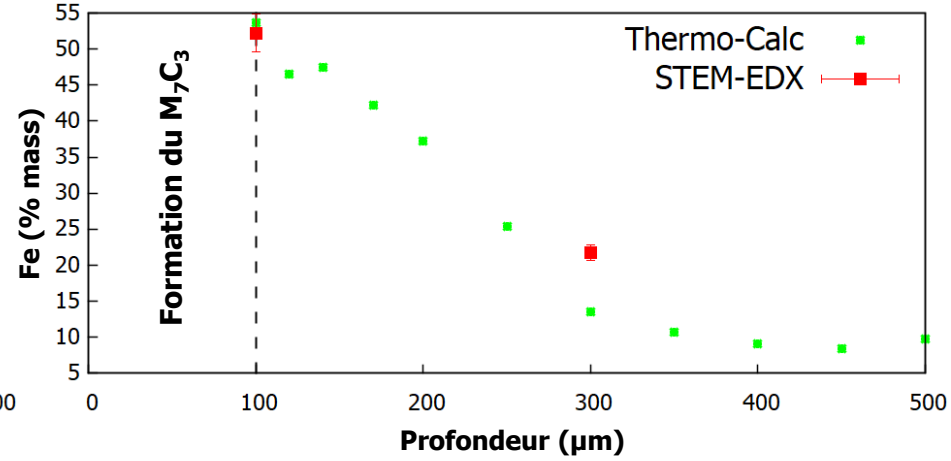
Composition de l'austénite





Composition du $M_{23}C_6$





Paramètre de maille non contraint

Carburation à 500°C

Calcul du paramètre de maille non contraint

[Dyson et Holmes, JISI, 1970]

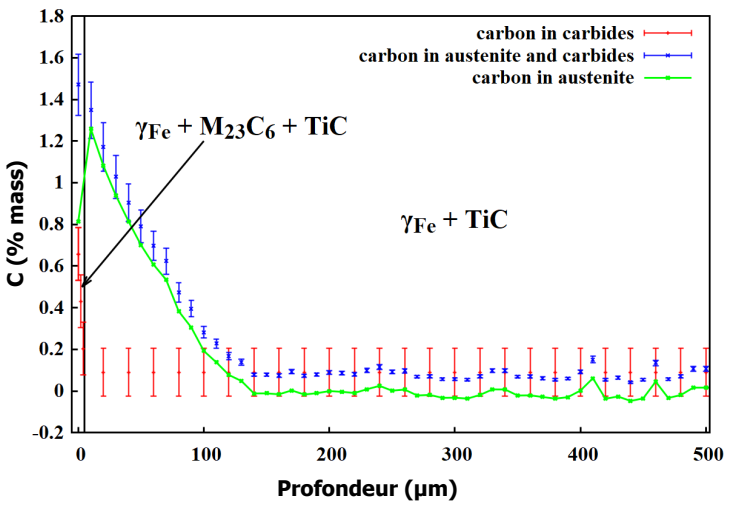
$$a^{\gamma} = a_0 + \beta_C \,.\, \%C^{\gamma} + \beta_{Cr} \,.\, \%Cr^{\gamma}$$

a_0: paramètre de maille du matériau à l'état initial

Littérature

$$0,028 \frac{\text{Å}}{\%\, mass} \leq \beta_C \leq 0,054 \frac{\text{Å}}{\%\, mass}$$

Carbone dans l'austénite

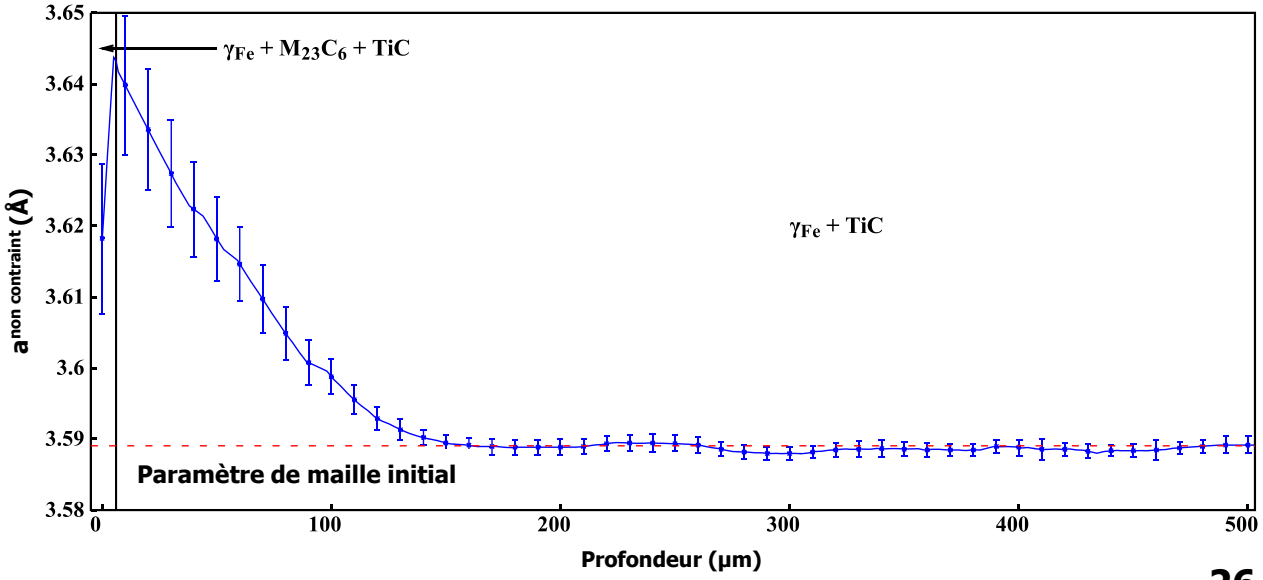


Équilibre des contraintes

$$\int \sigma = 0$$

Valeur optimale

$$\beta_C = 0,0405$$



Paramètre de maille non contraint

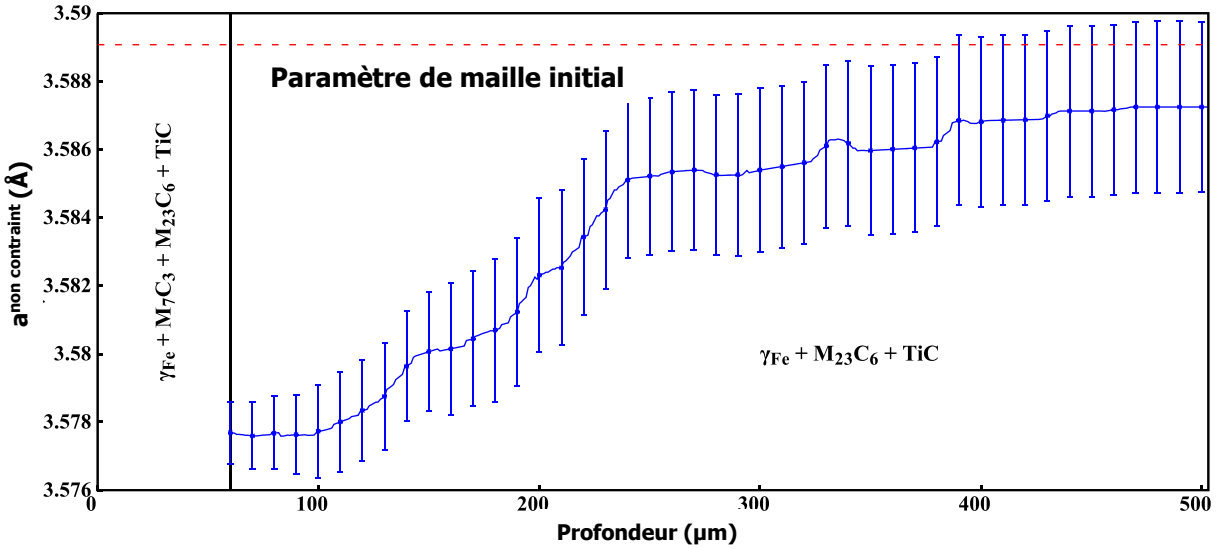
Carburation à 600°C

Austénite

Dyson et Holmes

[Dyson et Holmes, JISI, 1970]

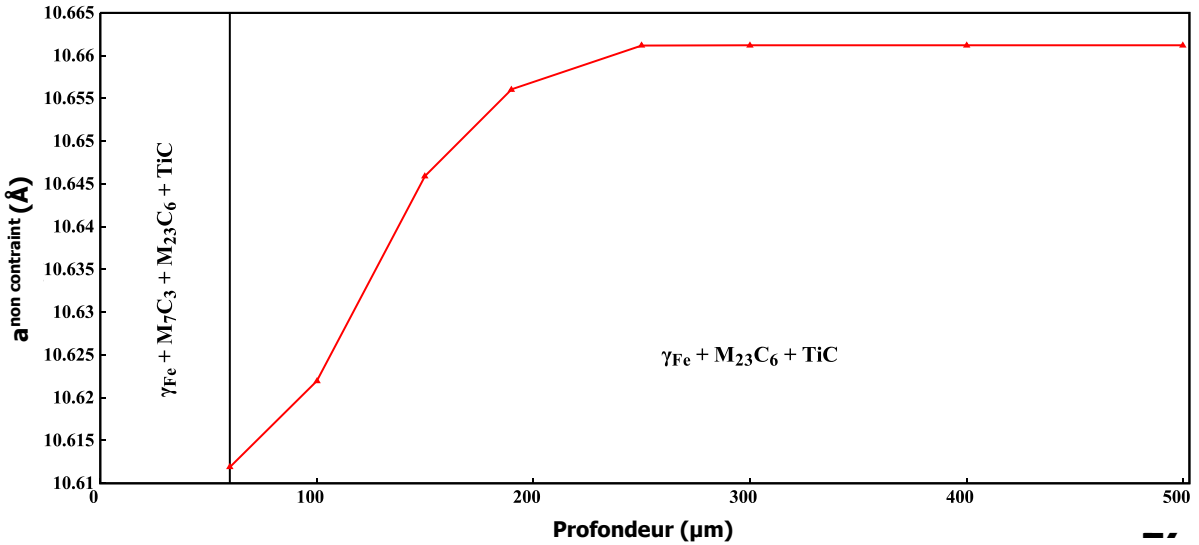
$$a^{\gamma} = a_0 + \sum \beta_X \,.\, \%X^{\gamma}$$



$M_{23}C_6$

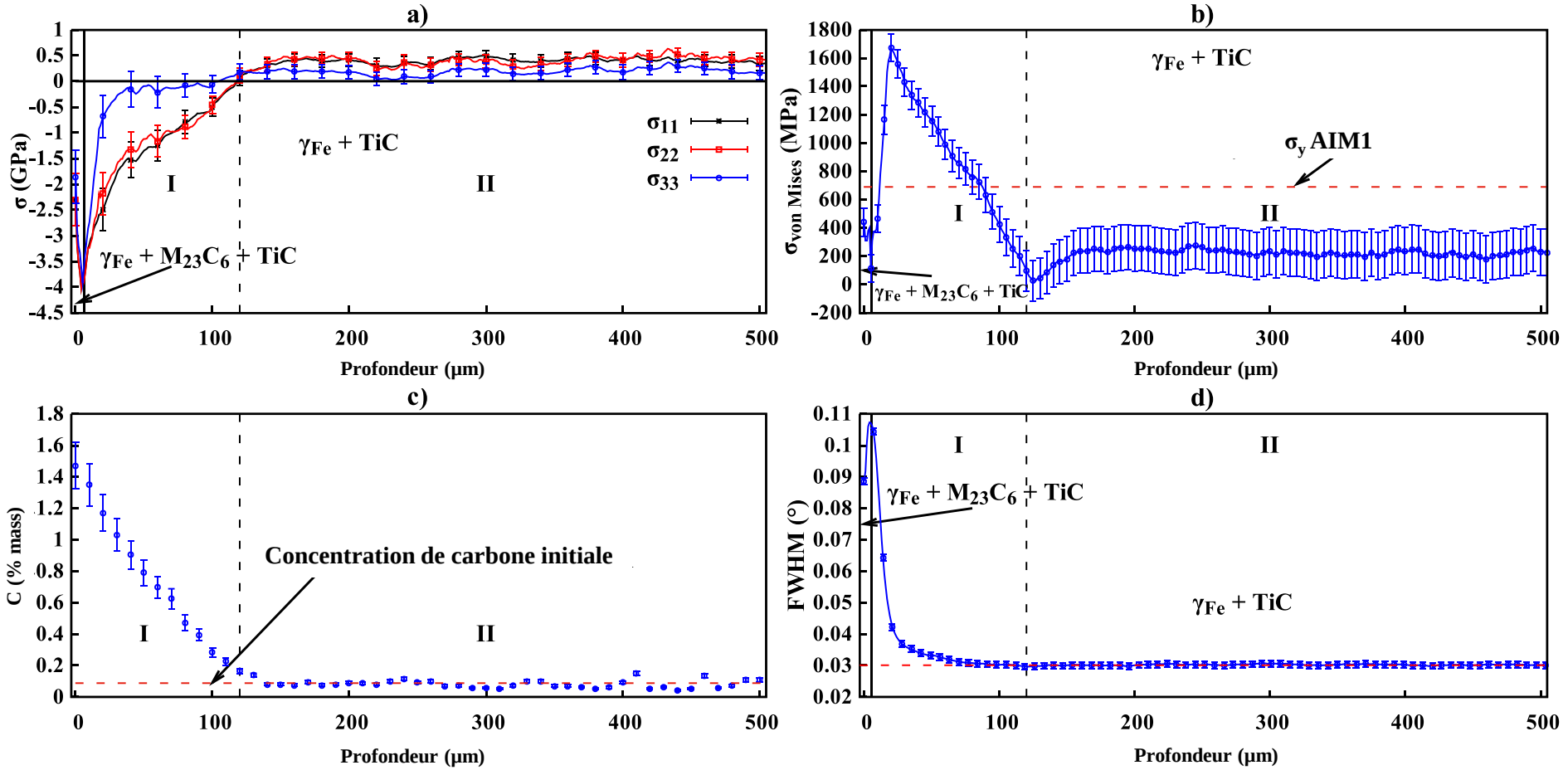
Données ab-initio + loi de mélange

$$a^{M_{23}C_6} = f(composition)$$



Contraintes résiduelles

Carburation à 500°C

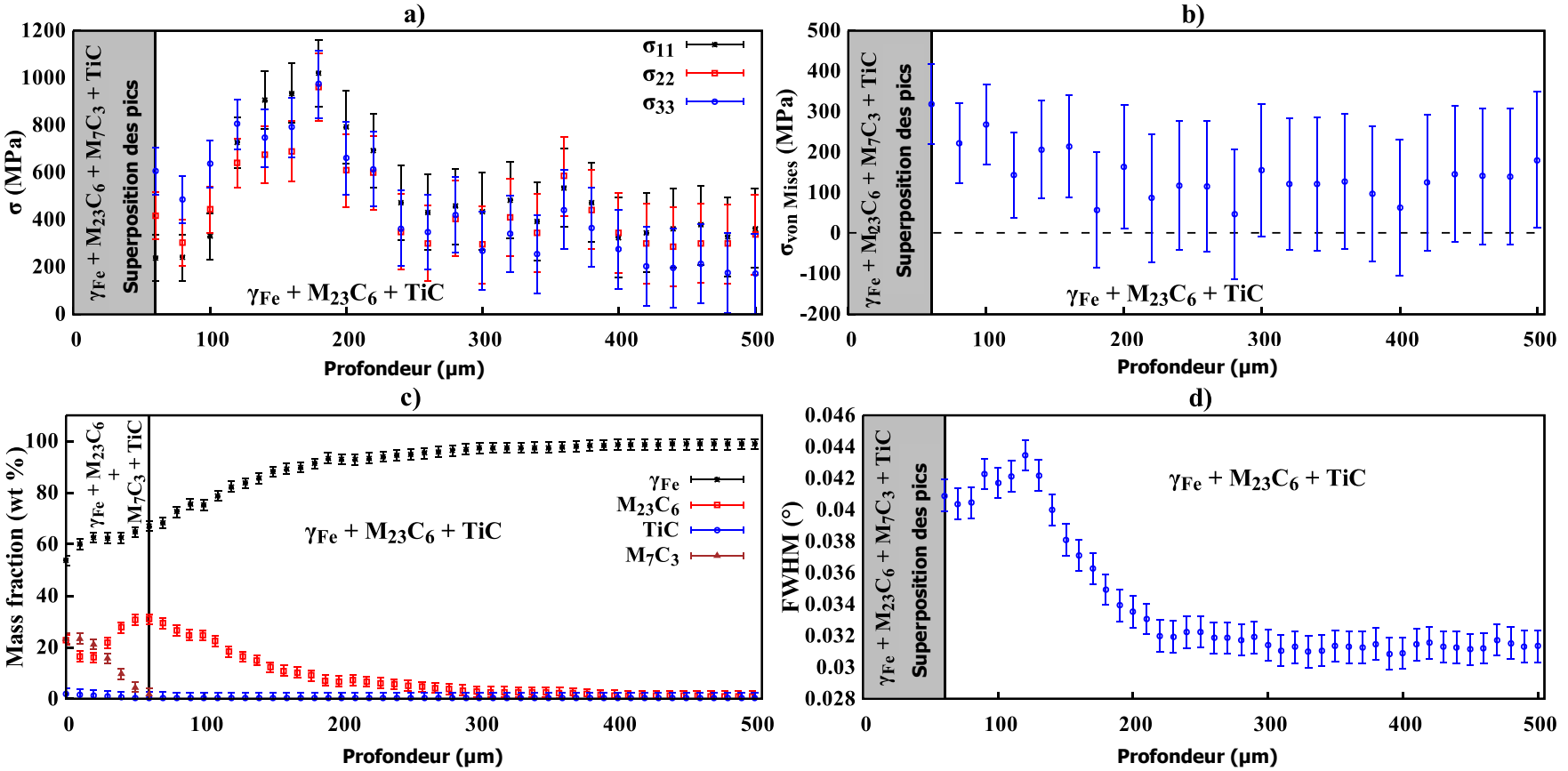


Zone carburée : compression
Zone non carburée : traction

Contraintes résiduelles

Carburation à 600°C

Contraintes dans l'austénite

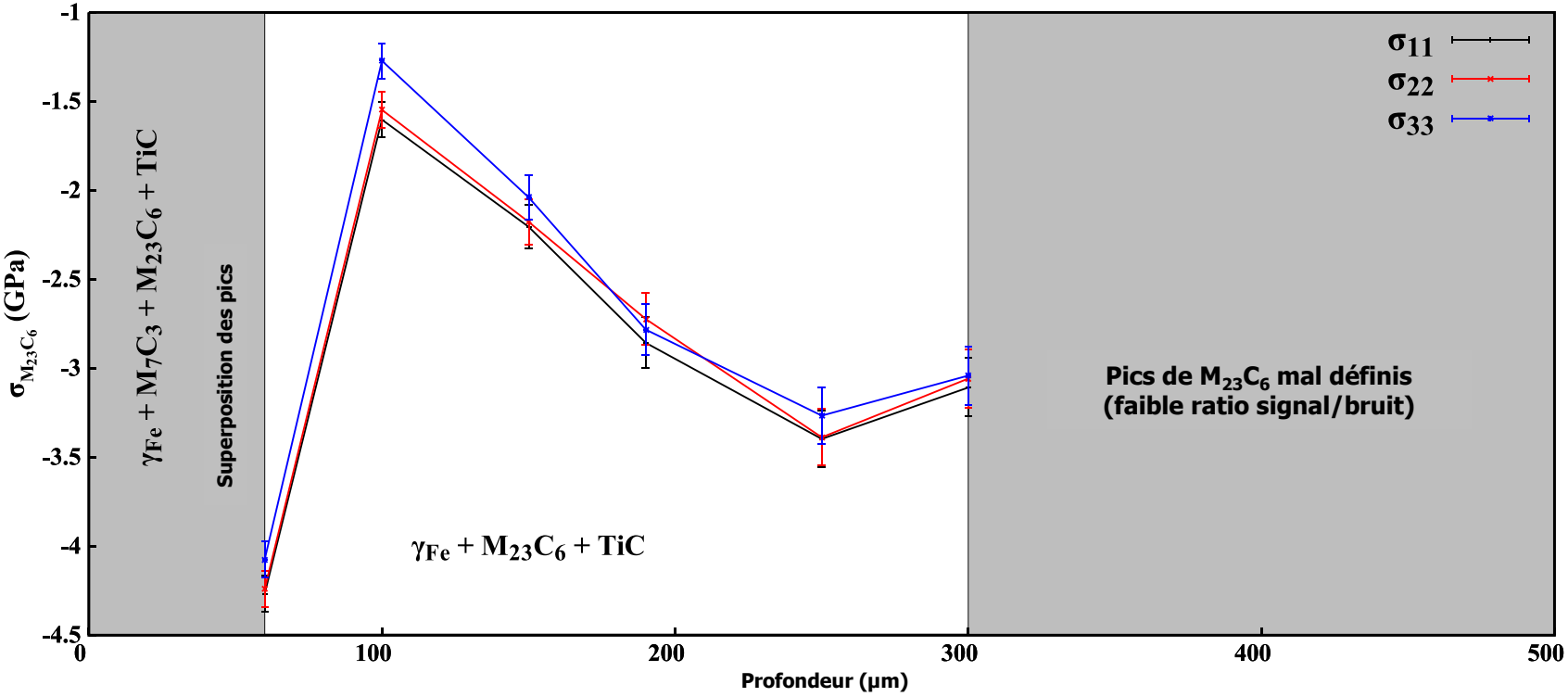


Contraintes de tension

Contraintes résiduelles

Carburation à 600°C

Contraintes dans $M_{23}C_6$

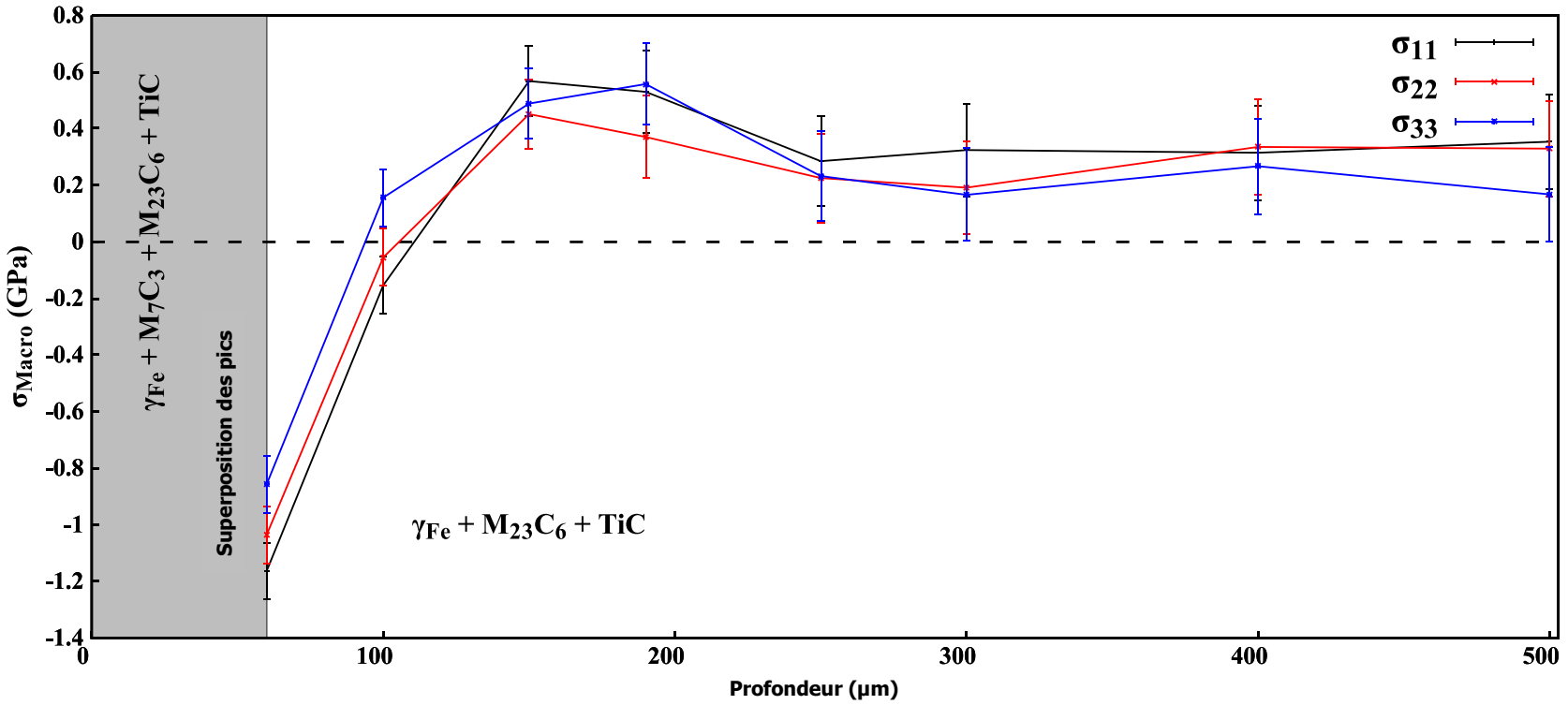


Contraintes de compression

Contraintes résiduelles

Carburation à 600°C

Contraintes macroscopiques



Zone carburée : compression
Zone non carburée : traction

Conclusions

At 500°C:

- **Formation des carbures $M_{23}C_6$ qu'en extrême surface**
- **Sursaturation de la maille d'austénite en carbone**
- **Développent d'une austénite expansée**
- **Zone carburée hors équilibre thermodynamique**
- **Contraintes de Compression dans la zone carburée et de traction dans la zone non carburée**

At 600°C:

- **Tout le carbone forme des carbures $M_{23}C_6$ et M_7C_3**
- **Zone carburée hors équilibre thermodynamique**
- **Lente cinétique de transformation de $M_{23}C_6$ en M_7C_3 comparée a l'équilibre**
- **Contraintes de tension dans l'austénite et de compression dans $M_{23}C_6$**
- **Contraintes de Compression dans la zone carburée et de traction dans la zone non carburée**

Merci