

EXPERIMENTAL REPORT
RAPPORT D'EXPERIENCE

Programme Committee Proposal Number
N° Projet Comité de Programme
32-02-70

PROJECT TITLE : TITRE DU PROJET :

Oxidation of zirconium alloys : residual stresses measurements in thin oxide films

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 : 9

STARTING DATE

DATE DE DEMARRAGE : 7 mars 1998

AUTHORS : AUTEURS : O.Sicardy, I.Touet, O.Konovalov, F.Rieutord.

EXPERIMENTAL REPORT
RAPPORT D'EXPERIENCE

L'objectif de la présente expérience est la mise au point de la détermination par DRX de contraintes résiduelles au sein de couches très minces de zircone. Cette démarche entre dans le cadre de l'étude des premiers stades d'oxydation des alliages de zirconium.

Les couches à analyser ont une épaisseur de 0,5 μm ou moins. Du fait de la structure particulière de l'oxyde, la mise en œuvre de la méthode du $\sin^2(\Psi)$ sur des équipements de laboratoire classiques se heurte à de nombreuses difficultés. La petite taille de grain et les fortes textures cristallographiques rendent en effet l'utilisation des grands angles de diffraction délicate : raies peu intenses, larges, se chevauchant et variant d'intensité lors des analyses en Ψ .

Une alternative est d'utiliser des raies de bas indices. Elles présentent l'avantage d'être plus intenses et isolées mais l'inconvénient d'être moins sensibles aux déformations. Les caractéristiques du goniomètre multi technique de la ligne IF permettent de résoudre une partie de ces problèmes. Son grand rayon, la petite taille du faisceau et la possibilité de pouvoir travailler avec des longueurs d'onde relativement grandes ont permis d'atteindre la résolution angulaire nécessaire pour mesurer les déformations élastiques de plans (hkl) à bas indices. Il offre en outre la possibilité de réaliser les analyses en Ψ tout en restant en incidence fixe et rasante : la surface irradiée reste constante quelle que soit déclinaison analysée et on peut optimiser le signal diffracté issu de la couche d'oxyde.

Les conditions opératoires adoptées ont été les suivantes :

- le plan cristallin de la zircone utilisé comme jauge de déformation a été le plan (-111) de distance inter réticulaire $d = 3.163 \text{ \AA}$.
- 2 longueurs d'onde de travail ont été testées : 1,77 \AA (7 keV) et 2 \AA (6,2 keV). Ce choix résulte d'un compromis entre l'absorption (à minimiser) et l'angle de diffraction (à maximiser).

- l'échantillon étudié présente un film d'oxyde de 544 nm formé en autoclave sur du Zircaloy-4. L'incidence Γ du faisceau est fixe et a été choisie de manière à ce que le volume analysé englobe toute l'épaisseur d'oxyde sans trop déborder dans le substrat métallique : cela conduit à $\Gamma = 1,3^\circ$ pour $\lambda = 1,77 \text{ \AA}$ et $\Gamma = 1,6^\circ$ pour $\lambda = 2 \text{ \AA}$.
- La gamme de déclinaison explorée est allée de 22° à 62° .

La figure 1 schématise la configuration goniométrique adoptée :

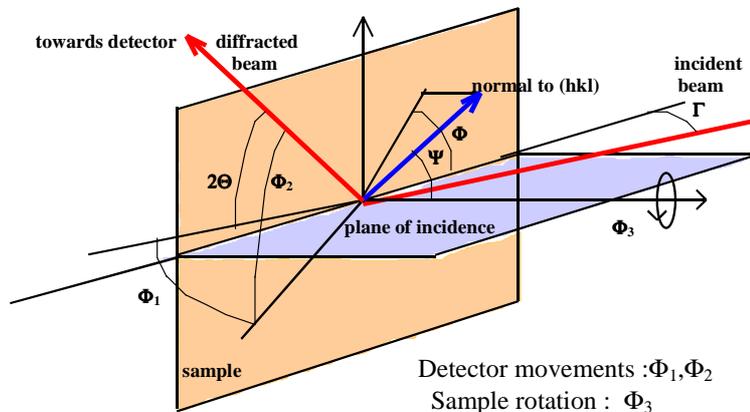


Figure 1 : goniomètre multitechnique – acquisition des scans en 2θ à incidence Γ fixe.

Le couplage des mouvements du détecteur dans le plan d'incidence (Φ_1) et hors de ce plan (Φ_2) permet de scanner la raie de diffraction du plan (hkl) choisi à une déclinaison Ψ donnée.

Un essai réalisé sur une poudre de zircon sans contrainte montre, à $\pm 0,02^\circ$ près, qu'il n'y a pas de dérive en Ψ de la position de la raie (-111). Le déplacement angulaire de la même raie lors de l'analyse effectuée sur la couche d'oxyde est de l'ordre de $-0,13^\circ$ entre $\Psi = 22^\circ$ et $\Psi = 62^\circ$. Cette dérive est faible mais significative compte tenu de la précision et de la stabilité du goniomètre. Les résultats obtenus permettent de montrer que la couche d'oxyde est en forte compression bi axiale. Un calcul effectué à partir des constantes élastiques du poly-cristal texturé de zircon conduit à la valeur très élevée de $-1,6 \text{ GPa}$.

Référence :

O.Sicardy, I.Touet, F.Rieutord, O.Konovalov, *Utilisation du rayonnement synchrotron de l'ESRF pour la détermination des contraintes résiduelles dans les films minces d'oxyde : cas de l'oxydation du Zircaloy-4*, Colloque du Groupement Français d'Analyse des Contraintes, 10-11 septembre 1998, Dijon.