

FR 78 0765

INFLUENCE D'UNE ADDITION DE TITANE SUR LE GONFLEMENT DES ACIERS
AUSTENITIQUES ET ALLIAGES DE NICKEL IRRADIES AUX ELECTRONS

IN 5

GILBON D. - DIDCOT G. - LE NAOUR L. - LEVY V.

C.E.A. SACLAY FRANCE

RESUME

Nous avons montré que le titane est un élément d'addition bénéfique pour le gonflement des aciers austénitiques. L'amplitude des effets observés dépend beaucoup de la nature et de la concentration des autres éléments d'addition de la matrice austénitique.

1 - INTRODUCTION

Dès l'origine, les résultats expérimentaux des irradiations effectuées à haute température sur métaux purs et alliages, ont montré la sensibilité du gonflement à de faibles variations de composition du matériau. De très nombreuses études ont ensuite été publiées sur l'effet d'une addition contrôlée d'éléments en solution solide sur le gonflement d'alliages simples ou complexes [1 à 11]. Cependant, bien des inconnues demeurent. Ainsi connaissant la composition d'un matériau donné, on est encore loin de pouvoir prédire son comportement sous irradiation. Cela tient essentiellement au manque de données sur les phénomènes de couplage qui peuvent exister entre les éléments majeurs de la matrice et un élément d'addition d'une part, entre les éléments d'additions entre eux d'autre part, ainsi qu'à l'ignorance presque complète des mécanismes mis en jeu.

Afin d'apporter des informations sur ce sujet nous avons étudié par simulation aux électrons de 1 MeV :

- l'effet du titane sur le gonflement de deux matrices austénitiques différentes : acier 316 et alliage 16 Cr 40 Ni,
- l'influence possible de la concentration d'un autre élément mineur de l'alliage sur l'effet du titane : le silicium pour l'acier 316, le niobium pour l'alliage à haut nickel.

Notre but était de préciser d'une part si l'on peut admettre qu'un élément déterminé agit de la même façon sur le gonflement de matrices austénitiques différentes, d'autre part la nature et l'importance des phénomènes de couplage entre deux éléments mineurs d'un même alliage et plus globalement le rôle de la stabilité structurale de l'alliage sous irradiation, sur le gonflement.

2 - CONDITIONS EXPERIMENTALES

Notre étude a porté essentiellement sur les alliages suivants :

Aciers 316

Ti %	0	0,25	0,25	0,44	0,44
Si %	0,42	0,33	0,60	0,33	0,58

Aciers 16 Cr 40 Ni

Ti %	0	0	0,5	0,75	1,17	1,3	1,3
Nb %	0	3	0	3	0	2	3

Tous les alliages ont été irradiés à l'état hyperefflué depuis une température élevée pour assurer une meilleure mise en solution. Celle-ci a été contrôlée par des mesures de paramètres cristallins par rayons X et des examens au microscope électronique.

Les irradiations aux électrons ont été effectuées dans le microscope à 1 MV avec un flux instantané de 5×10^{-3} dpa/s à des températures comprises entre 450 et 620°C. Les images de la zone irradiée prises tous les 10 dpa nous ont permis de mesurer pour chaque dose le volume moyen des cavités ainsi que leur nombre. L'épaisseur de la couche de métal contenant les cavités a été mesurée par stéréoscopie. Les courbes de gonflement en fonction de la dose ont été déduites de ces différentes mesures. Les marges d'erreurs expérimentales sont importantes, au moins 30 %.

Conférence Internationale sur le Comportement des
matériaux métalliques et des composants des coeurs
des réacteurs rapides.
Ajaccio, France, 5 au 7 Juin 1979
CEA - CONF 4649

3 - RESULTATS

3.1. - Influence du titane sur le gonflement de l'acier 316 et l'alliage 16 Cr 40 Ni

Nos résultats sont dans l'ensemble en bon accord avec ceux déjà publiés par JOHNSTONS [8]. L'addition de titane produit des effets qualitativement similaires sur les deux types d'alliages étudiés. On observe essentiellement :

- Un décalage du pic de gonflement vers les basses températures, décalage d'autant plus important que la teneur en titane est plus élevée. La figure 1 illustre cet effet dans le cas de l'acier 316. Ainsi la température du maximum de gonflement, qui est de 600°C pour l'alliage sans titane, passe à 570°C pour l'alliage à 0,25% Ti et se situe aux environs de 500°C pour l'alliage à 0,44% Ti. Il faut noter que ce décalage vers les basses températures a été également observé dans tous les autres alliages riches en titane que nous avons étudiés : 15-15 Ti, 20-25 Ti, Inconel 706, Incoloy 825, Inconel 718...

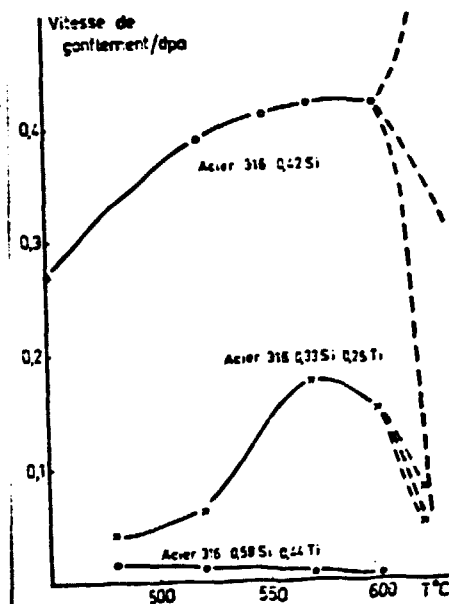


Fig. 1

- Une diminution appréciable du gonflement dans tout le domaine de température. Les figures 2 et 3 mettent en évidence cet effet pour les aciers 316 irradiés à 520°C et pour les alliages 16 Cr 40 Ni irradiés à 600°C.

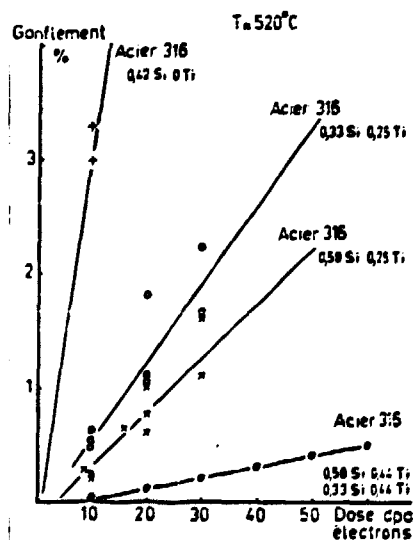


Fig. 2

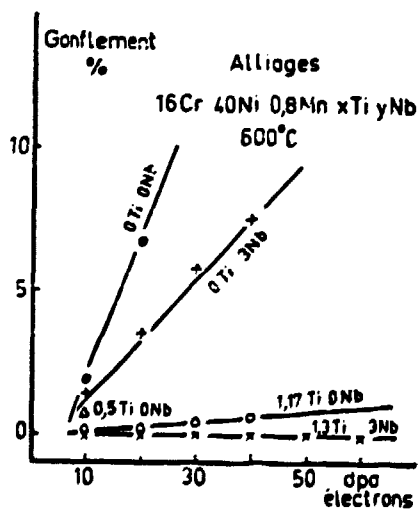
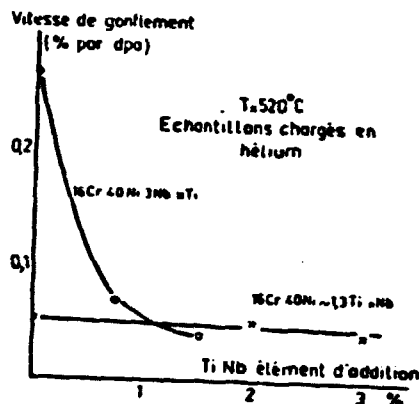


Fig. 3

Cette diminution du gonflement avec la teneur en titane est également observée sur des échantillons préchargés en hélium (50 ppm).

Fig. 4



- L'évolution des paramètres de gonflement, volume moyen et densité de cavités, en fonction de la teneur en titane est encore similaire dans tous les alliages étudiés : pour les faibles teneurs en titane, la diminution de gonflement est essentiellement due à une diminution de la taille des cavités (fig. 5) tandis qu'une addition supplémentaire de titane entraîne alors une réduction importante de la vitesse de germination, réduction qui s'accroît lorsque la température augmente (fig. 6).

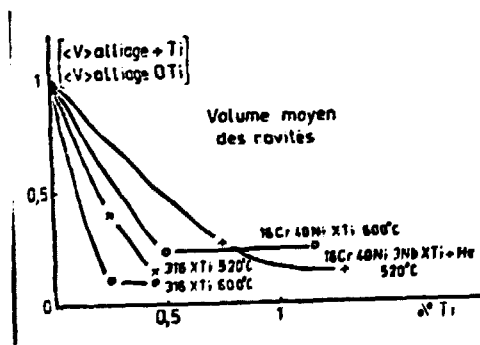


Fig. 5

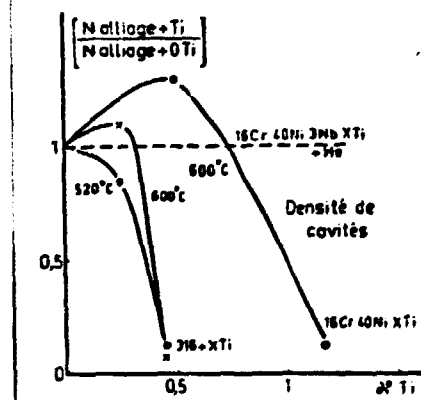


Fig. 6

3.2. - Effets de couplage

Nos résultats montrent clairement que l'ordre de grandeur de l'effet d'un élément d'addition sur le gonflement dépend autant de la nature de la matrice austénitique que de faibles fluctuations de composition des autres éléments mineurs. Ainsi si l'on compare l'effet du titane sur le gonflement des différents matériaux irradiés à 600°C en l'absence d'hélium on constate que :

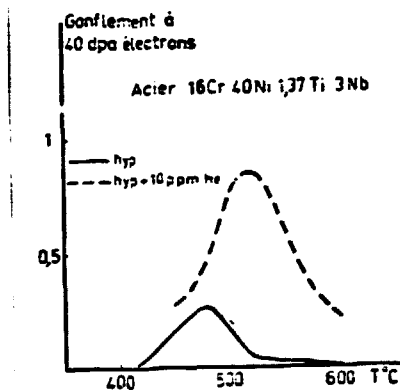
- l'addition de 0,5 % de titane à l'alliage 16 Cr 40 Ni entraîne une réduction de gonflement d'un facteur 7, alors que la même addition dans le cas d'une matrice 316 conduit à un facteur 50. Ainsi le fait de remplacer la matrice 316 par celle du type 16 Cr 40 Ni abaisse l'efficacité d'une telle addition de titane d'un facteur 7.
- dans la matrice 316 une élévation de la teneur en titane de 0,25 à 0,44 % entraîne une diminution de gonflement d'un facteur 50 si la teneur en silicium est de 0,33% et d'un facteur 10 seulement si celle-ci est de 0,58 %. Une variation de 0,3 % dans la teneur en silicium de l'acier 316 modifie donc l'effet du titane d'un facteur tout à fait comparable à celui du changement de matrice.

- dans la matrice 16 Cr 40 Ni enfin, des effets comparables sont observés. Ainsi l'addition de 1,3 % de titane ne fait que réduire le gonflement dans l'alliage sans niobium alors qu'elle le supprime complètement dans l'alliage à 3 % de Nb.

4 - DISCUSSION DES RESULTATS

Un élément d'addition peut influencer la formation des cavités par l'intermédiaire de ses interactions soit avec les espèces mobiles : gaz, lacunes, interstitiels, soit avec les puits de défauts : dislocations, boucles... Parmi ces différents types d'interaction, quels sont ceux susceptibles d'expliquer nos observations sur l'effet du titane dans les aciers austénitiques.

Le piégeage des atomes de gaz de la matrice peut très bien être à l'origine de la diminution de la vitesse de germination des cavités. En effet, une injection d'hélium avant irradiation dans les aciers contenant du titane conduit toujours à une augmentation de gonflement due à une augmentation du nombre de cavités, et ce quelle que soit la température. En outre la densité de cavités alors observée, devient, aux erreurs expérimentales près, indépendante de la teneur en titane (fig. 6).



Le piégeage des gaz peut aussi expliquer en partie le décalage du pic vers les basses températures observé dans les aciers au titane. Ainsi la figure 7 montre que l'addition de 10 ppm d'hélium à l'alliage 16 Cr 40 Ni 1,3 Ti 3 Nb ramène le maximum de gonflement de 480°C à 520°C. Rappelons cependant qu'en l'absence de titane, ce maximum se situerait vers 600°C. D'autre part, la préinjection d'hélium dans les alliages étudiés ne supprime en aucun cas l'effet bénéfique du titane sur le gonflement. Son action ne peut donc pas s'expliquer uniquement par l'interaction titane-gaz.

Fig. 7

Si l'on étudie maintenant l'évolution de la microstructure des alliages dans les premiers temps de l'irradiation, on constate que, dans le cas des aciers de type 316 par exemple (fig. 8), l'addition de titane conduit à une diminution de la vitesse de montée des dislocations à une augmentation de la vitesse de germination des boucles interstitielles.



(a) 0,42 Si

(b) 0,33 Si 0,25 Ti

(c) 0,58 Si 0,44 Ti

Fig. 8 - Evolution de la microstructure à 600°C pour une irradiation de 3 mm à $5 \cdot 10^{-4}$ dpa/s.

Ces observations sont à rapprocher de celles de RISBET [4] effectuées sur des échantillons d'aluminium dopés avec des solutés dont l'énergie de liaison avec les interstitiels est élevée. On peut donc penser que le piégeage des interstitiels par le titane et par conséquent l'augmentation du taux de recombinaison, est un mécanisme qui peut rendre compte de nos expériences. On ne peut écarter non plus la modification de l'absorption des défauts aux crans de dislocations puisque l'addition de titane dans les aciers 316 modifie les vitesses de fluage thermique ainsi que l'énergie de faute d'empilement.

En ce qui concerne les effets de couplage l'analyse est plus difficile. Il semble cependant que plus que la teneur en tel ou tel élément, ou même la proportion d'un élément d'addition par rapport à un autre, se soit l'équilibre global qui importe. En effet, il semble bien que seuls les éléments en solution solide soient actifs sur le gonflement. De ce fait tout phénomène de précipitation sous ou hors irradiation qui conduit à un appauvrissement de la solution solide en élément d'addition bénéfique augmenterait le gonflement. Ceci semble en bon accord avec l'ensemble de nos résultats. Ainsi nous avons pu montrer que tout traitement thermique avant irradiation qui conduit à une précipitation des éléments actifs de la solution solide conduit à une augmentation du gonflement (fig. 9 - 10).

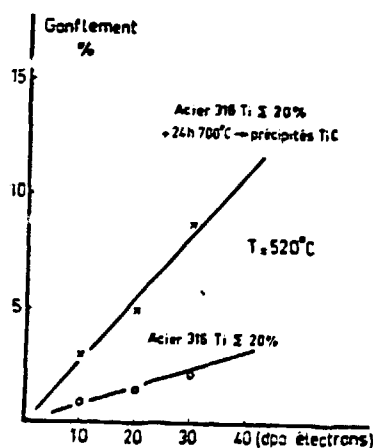


Fig. 9

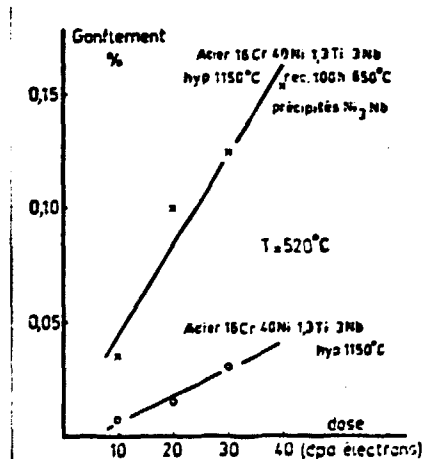
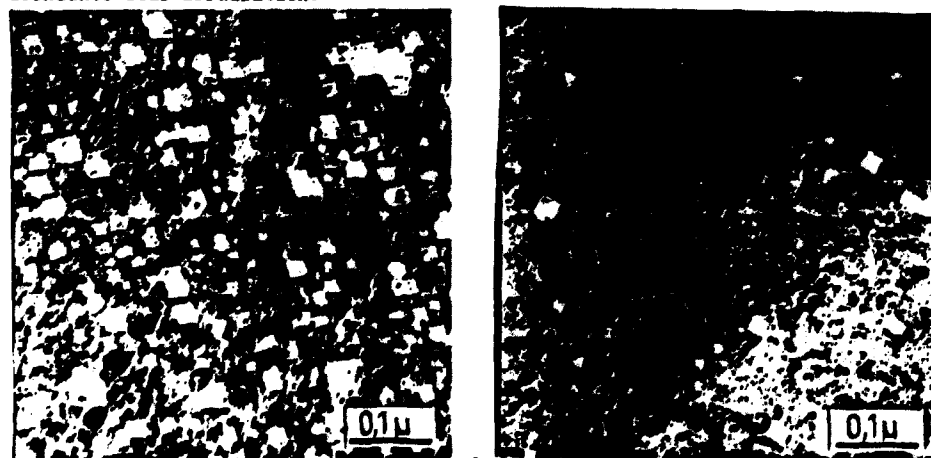


Fig. 10

Dans le cas de la matrice 16 Cr 40 Ni on peut penser que l'effet principal d'une addition de niobium à l'acier contenant 1,3 de Ti est de favoriser la précipitation de la phase Ni_3Nb au lieu de Ni_3Ti permettant ainsi à l'élément actifs (Ti) de rester dans la solution solide.

Enfin et surtout nous avons pu observer (fig. 11) que dans le cas des aciers 316 Ti l'alliage qui gonfle le plus est précisément celui qui a eu la précipitation la plus abondante sous irradiation.



(A) 0,33 Si 0,25 Ti

(b) 0,58 Si 0,44 Ti

Fig. 11 - Aciers 316 irradiés à 520°C à une dose de 20 dpa.

Il nous semble donc extrêmement important d'effectuer des études précises sur la stabilité des alliages complexes sous irradiation car il est important de remarquer que les deux alliages de la figure 11 ont une stabilité tout à fait comparable hors irradiation, et que l'alliage qui précipite le plus est celui qui contient le moins de silicium et de titane.

6. CONCLUSION

En conclusion nos expériences ont montré que le titane est un élément d'addition bénéfique pour le gonflement des aciers austénitiques. Cet effet semble pouvoir s'expliquer à la fois par l'interaction atomes de titane - gaz, qui réduit la vitesse de germination des cavités, et par l'existence probable d'une interaction entre les atomes de titane et les interstitiels qui conduit à une augmentation des recombinaisons.

En outre nous avons pu montrer que l'amplitude des effets engendrés par une addition de titane dépend beaucoup de la concentration et de la nature des autres éléments d'addition de la matrice austénitique. La stabilité structurale de l'alliage sous irradiation est certainement un facteur important dans sa tenue au gonflement.

7. BIBLIOGRAPHIE

- (1) HOLMES J.J. - Trans. A.N.S. vol. 12 (1969) p. 117
- (2) SMIDT F.A. - WATSON H.E. - Met. Trans. 3 20 65 (1972)
- (3) LABBE M. - POIRIER J.P. - Journal des Matériaux Nucléaires 46 86 (1972)
- (4) RISBET A. - Thèse de Doctorat - ORSAY (1974)
- (5) CORBETT J.W. - IANELLO L.C. - Radiation Induced Voids in Metals International Conference ALBANY (1972)
- (6) BLEIBERG M.L. - BENNETT J.W. - Radiation Effects in Breeder Reactor Structural Materials - International Conference SCOTTSDALE (1977)
- (7) Radiation Effects and Tritium Technology
Oak Ridge National Laboratory - Rapport conf. 750989
- (8) JOHNSTONS W.G. - LAURITZEN T. - ROSOLOWSKY J.H. - TURKAL A.M. -
Report N° 76 CRD 019 Janv. (1976) General Electric
- (9) BLOOM E.E. - STIEGLER J.O. - ROWCLIFFE A.J. - LEITNAKER J.M.
Scripta Metal. 10 4 303 (1976)
- (10) BLOOM E.E. - STIEGLER J.O. - Trans. A.N.S. 15 (1) 253 (1972)
- (11) ELLIS J.A. - APPLEBY W.K. - LAURITZEN E. Trans. A.N.S. 21 153 (1975)