



HAL
open science

Oxydation d'un acier inoxydable 316L ecroui en milieu primaire des reacteurs a eau sous pression

Marc Maisonneuve, Cecilie Duhamel, Catherine Guerre, Jérôme Crépin, I. de Curieres, L. Verchere

► **To cite this version:**

Marc Maisonneuve, Cecilie Duhamel, Catherine Guerre, Jérôme Crépin, I. de Curieres, et al.. Oxydation d'un acier inoxydable 316L ecroui en milieu primaire des reacteurs a eau sous pression. Commission CSC du CEFRACOR - Journées Jeunes Chercheurs 2017, Jun 2017, Beaune, France. 2017. hal-02419633

HAL Id: hal-02419633

<https://hal.science/hal-02419633v1>

Submitted on 20 Feb 2020

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.

OXYDATION D'UN ACIER INOXYDABLE 316L ÉCROUI EN MILIEU PRIMAIRE DES RÉACTEURS À EAU SOUS PRESSION

Marc Maisonneuve ^(a,b), Cécilie Duhamel ^(b), Catherine Guerre ^(a), Jérôme Crépin ^(b), Ian de Curières ^(c), Léna Verchère ^(a,b)

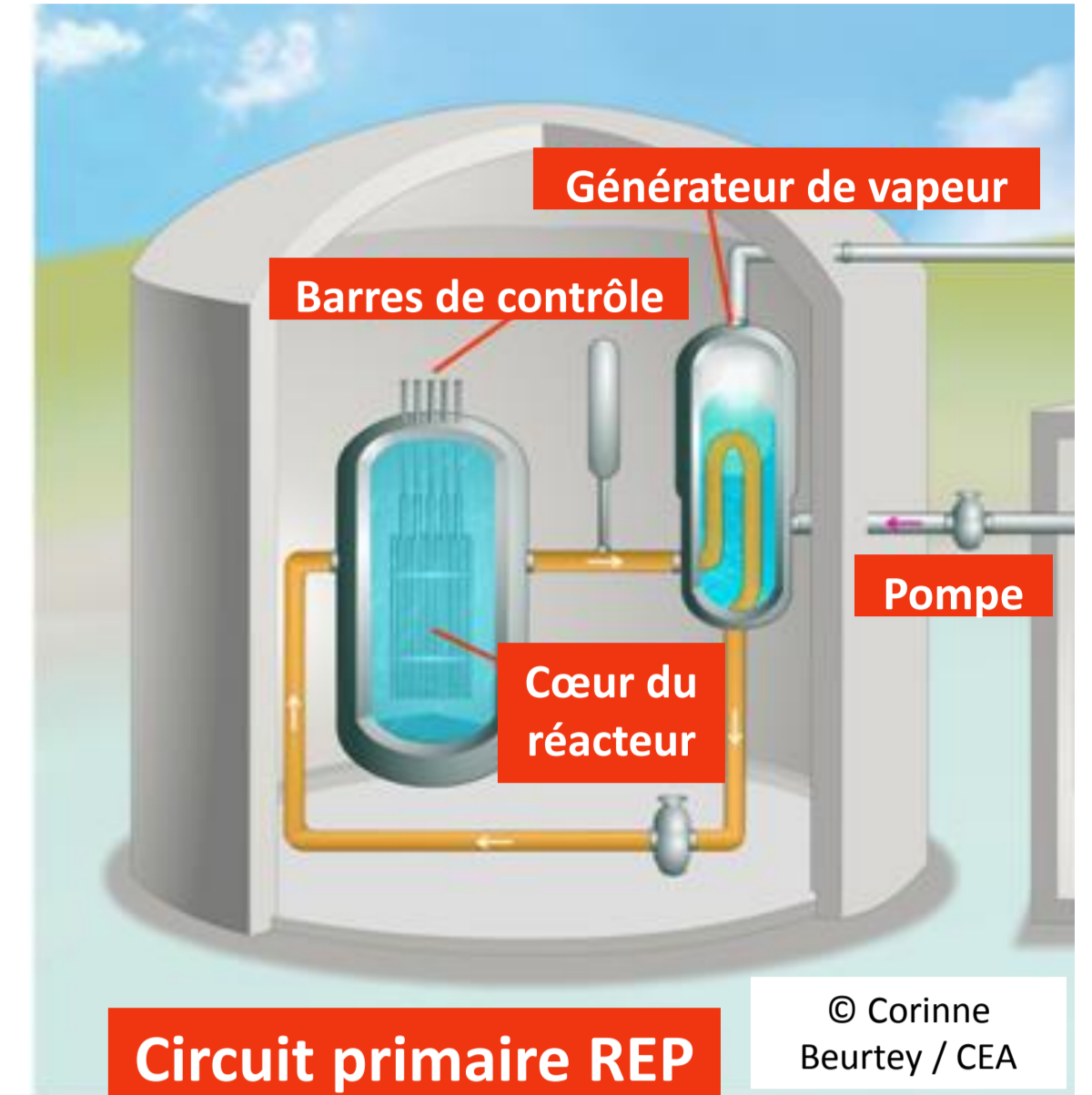
(a) Den-Service de la Corrosion et du Comportement des Matériaux dans leur Environnement (SCCME), CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France

(b) MINES ParisTech, PSL Research University, MAT - Centre des matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Evry, France

(c) IRSN, Pole sûreté nucléaire, 31 avenue de la division Leclerc, BP 17, 92262 Fontenay-aux-Roses cedex

Contexte

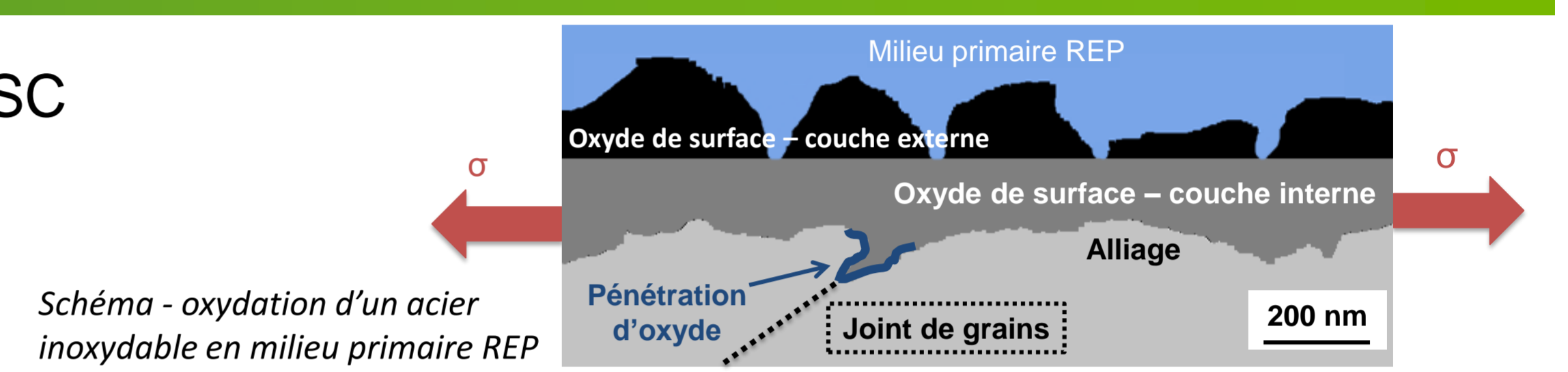
- Production d'électricité par les Réacteurs à Eau sous Pression (REP) en France : 76,3 % du total en 2015 [ME]
- **Retour d'Expérience : fissuration intergranulaire par Corrosion Sous Contrainte (CSC)**, composants en acier inoxydable écroui, circuit primaire REP [1]
- Milieu primaire (MP) REP : eau pure désaérée et hydrogénée, additionnée de Li et B, 150 bars et 290-340° C
- **Transitoires oxygénés** (injection d'espèces oxygénées dans le milieu primaire [2], [3]) = **Facteur aggravant potentiel**
- La présence d'oxygène (teneurs constantes) modifie :
 - Localisation des sites d'amorçage (intra / intergranulaires) [4]
 - Propriétés des couches d'oxydes (morphologie et composition de la couche interne) [5]
- Cependant, **effet des transitoires oxygénés peu investigué** à ce jour



Objectifs

Objectif final de l'étude : déterminer l'effet de la présence d'oxygène dissous sur la sensibilité à la CSC

- Hypothèse : Lien entre comportement en oxydation et sensibilité à la CSC
- En particulier, rôle suspecté des pénétrations d'oxyde



Dans un premier temps, étude de l'effet de la présence d'oxygène dissous

- Sur la cinétique d'oxydation et la nature des couches d'oxydes de surface
- Sur les cinétiques, la morphologie et la nature des pénétrations d'oxyde

Échantillons d'acier inoxydable 316L, écrouis/non écrouis, milieu primaire REP

Matériau et milieu

Composition (% massique)	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	N
316L – cette étude	0,016	0,0009	0,026	0,62	1,86	10	16,54	2,03	-	0,022

Traitement thermique d'hypertrempe (1050°C, surpression d'argon, 1h)

→ restauration de la microstructure

Grains équiaxes d'austénite (50 ± 10 µm) et ferrite résiduelle (quelques % en volume)

Pas de précipités → matériau non sensibilisé

Milieu primaire nominal (eau pure, 150 bars, 340°C, pH = 7,0 à 7,2)					
Élément	B	Li	H	O	Chlorures, sulfates, fluorures
Concentration	1000 ppm	2 ppm	25-35 mL/kg (TPN)	< 0,01 ppm	< 0,05 ppm

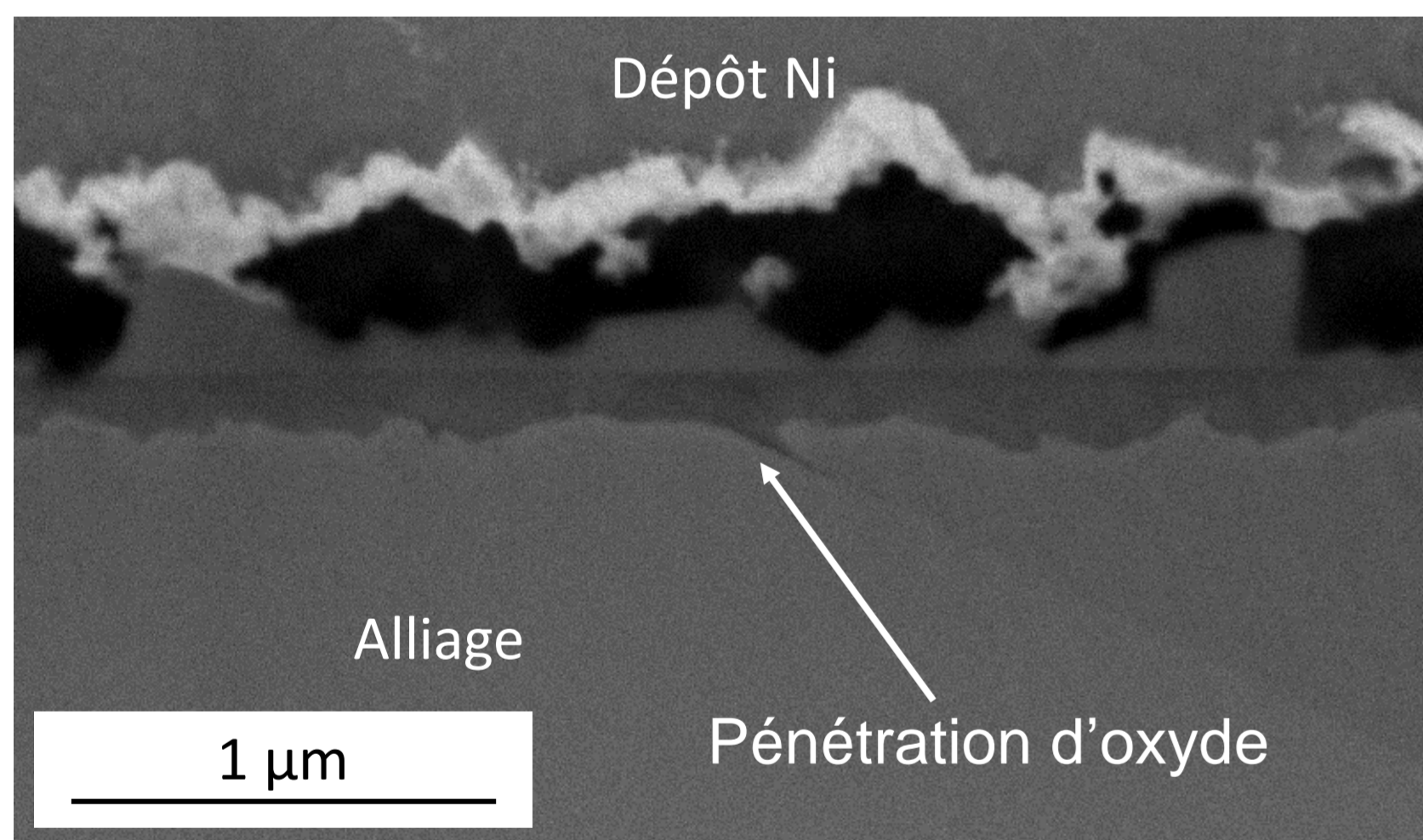
Oxydation en milieu primaire nominal statique

C2
Coupon
Oxydation statique - 500 h
Sans pré-déformation

C1
Coupon
Oxydation statique - 1000 h
Sans pré-déformation

EP1
Éprouvette de traction
Oxydation statique - 500 h
11% de pré-déformation

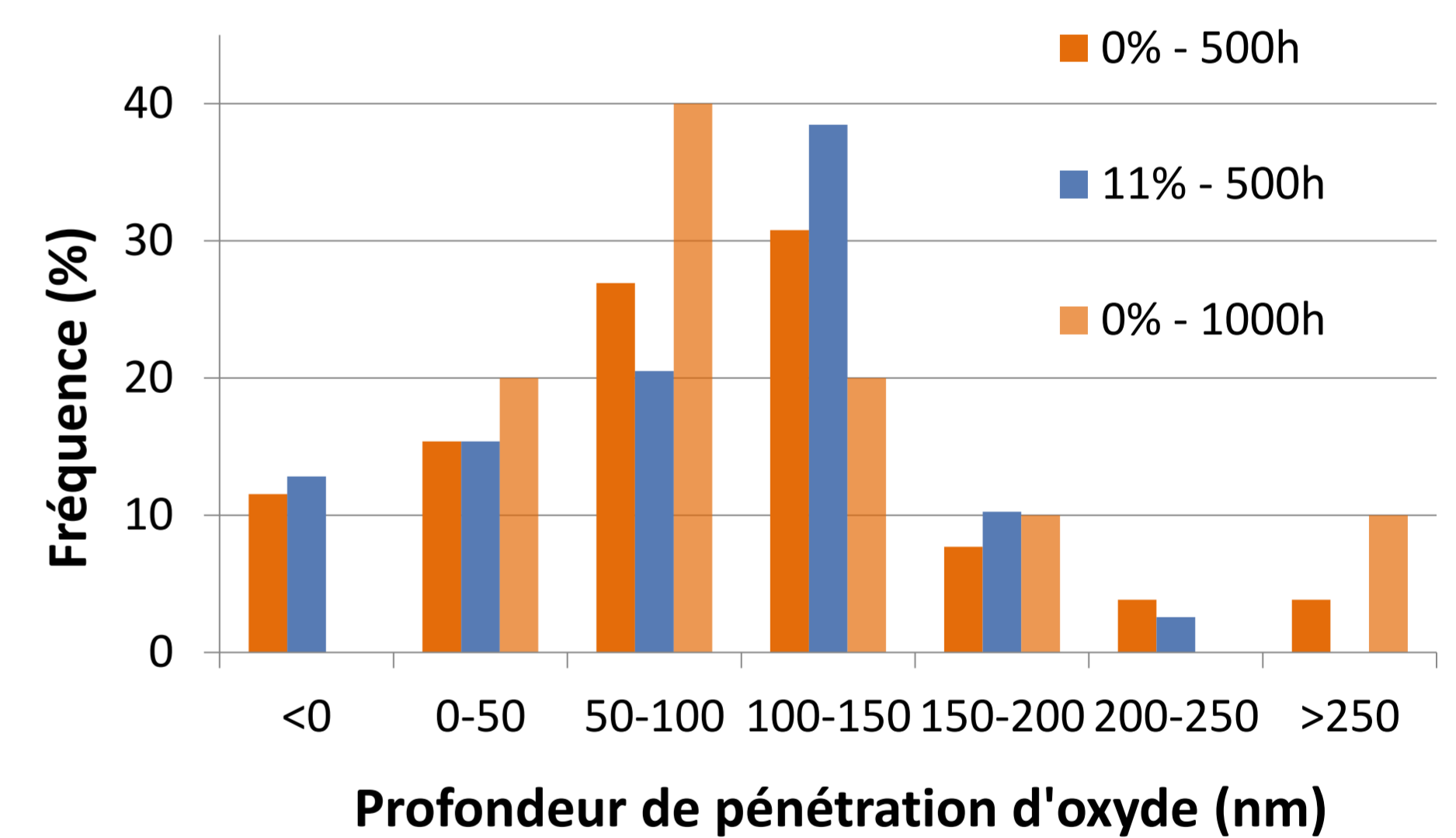
Résultats



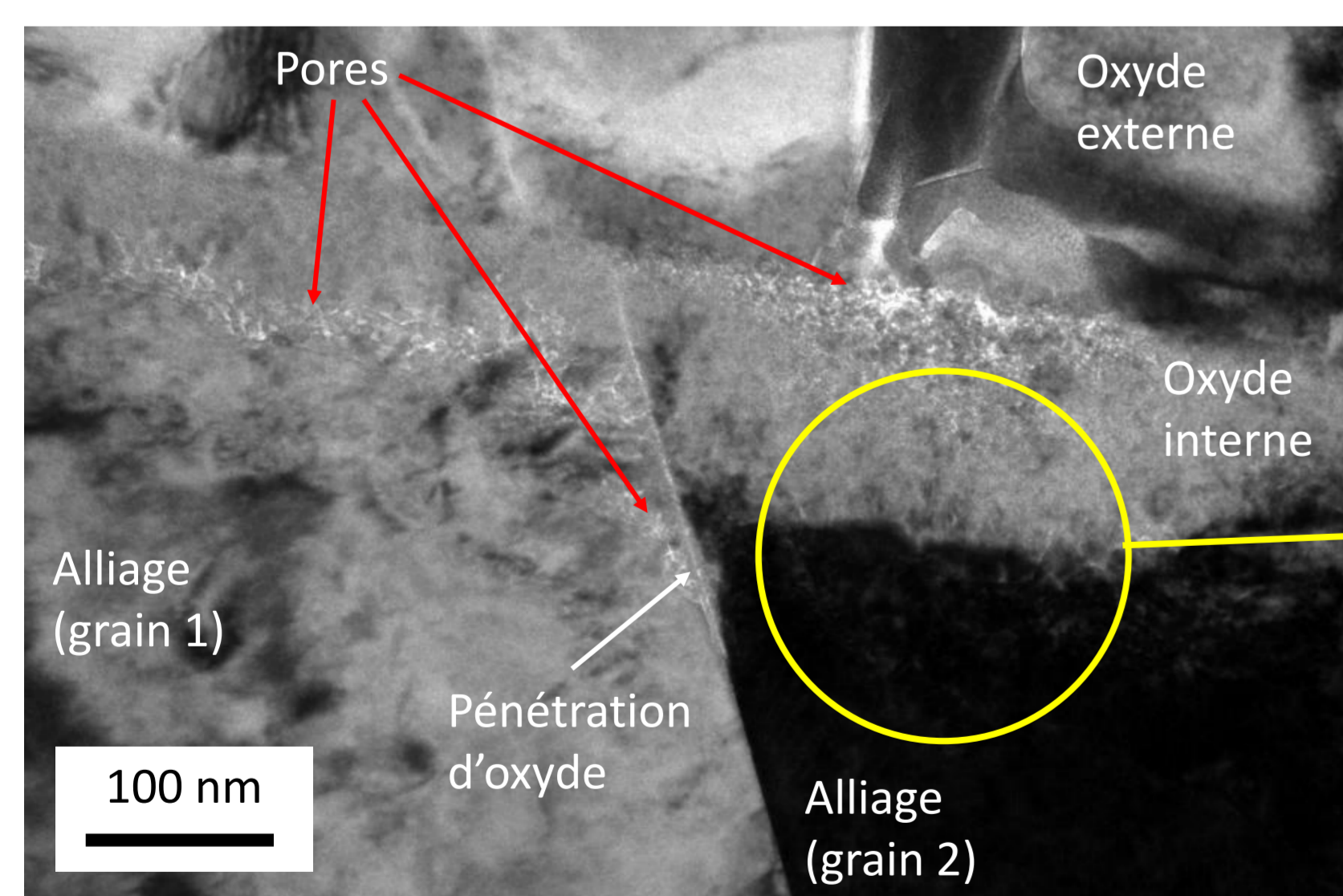
Cliché MEB en coupe transverse (électrons rétrodiffusés), coupon C2

Étude de la cinétique d'oxydation

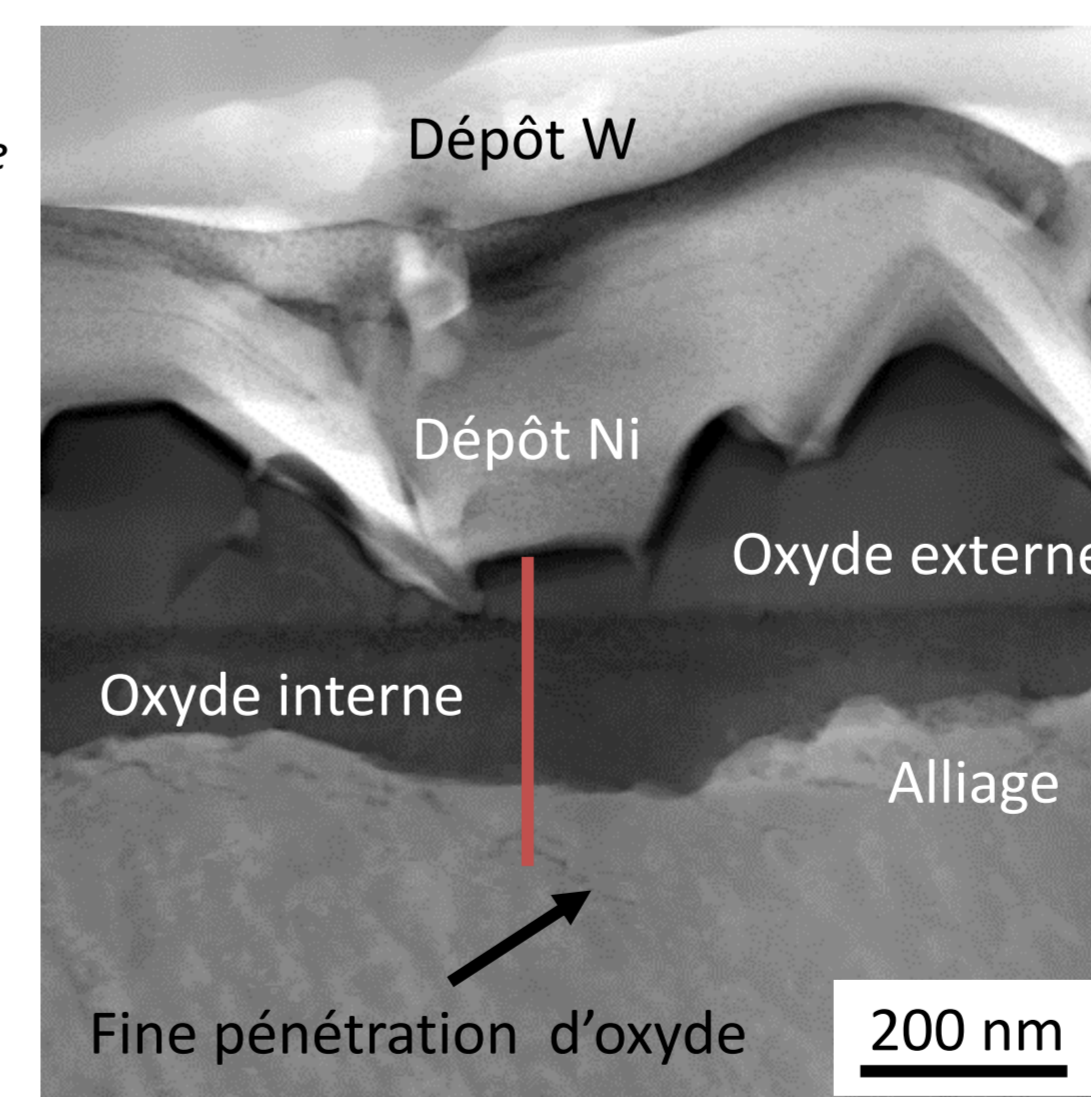
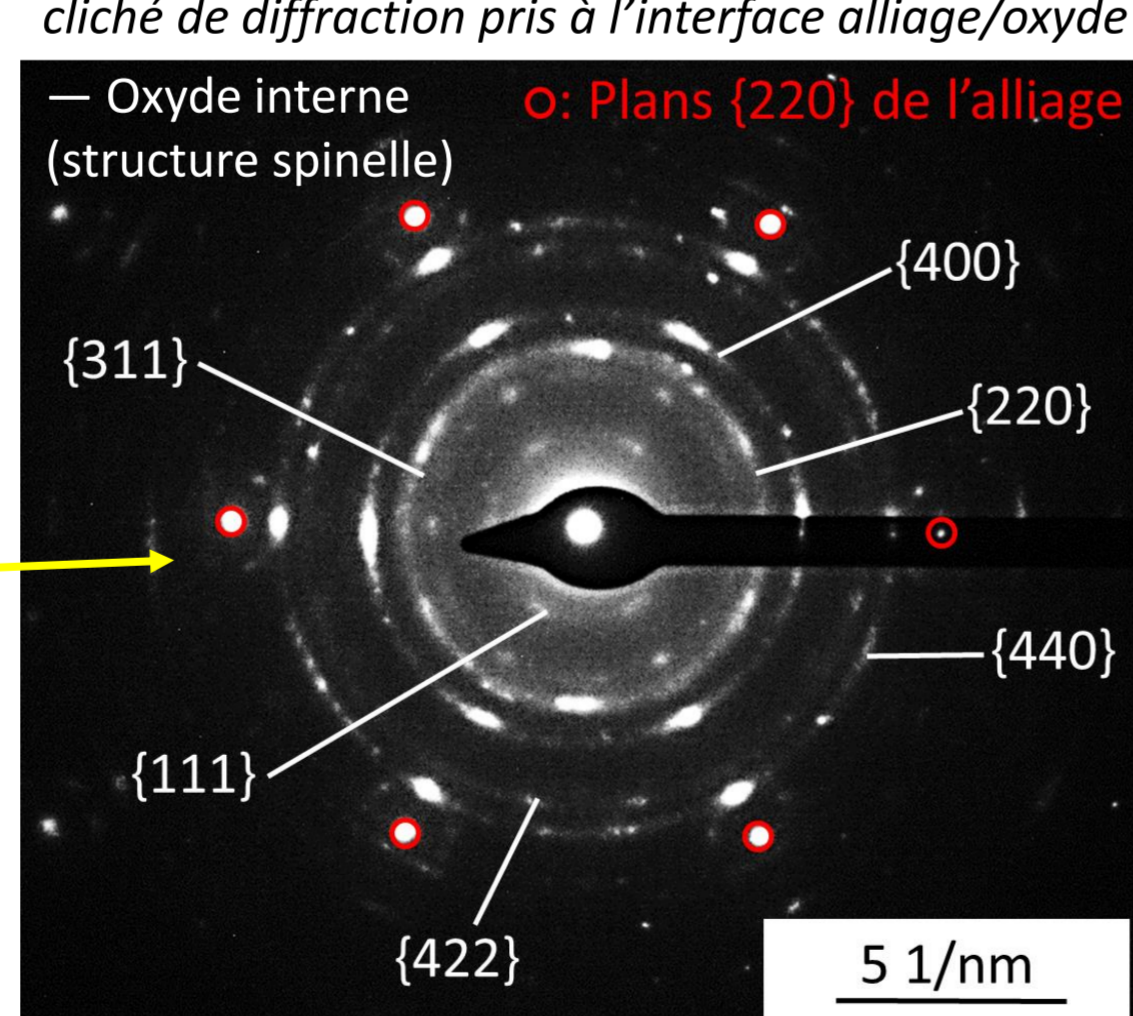
Échantillon	Épaisseur moyenne d'oxydation (nm)	Profondeur moyenne des pénétrations (nm)
500 h	140 ± 41	92 ± 78
11% - 500 h	89 ± 43	87 ± 64
1000 h	146 ± 42	105 ± 74



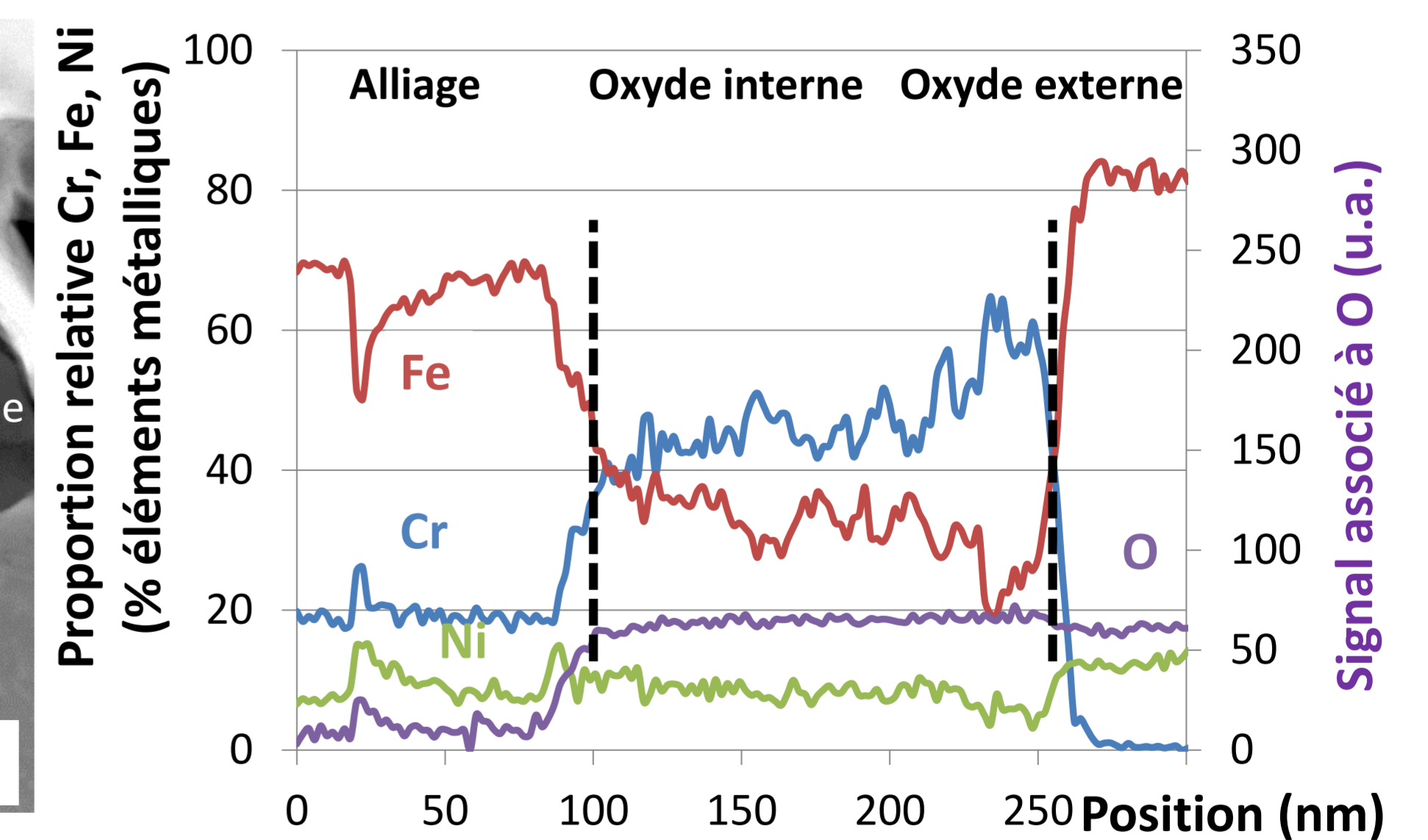
Caractérisation par MET – coupon oxydé 500h sans prédéformation



Cliché MET en fond clair, vue en coupe, coupon C2 et cliché de diffraction pris à l'interface alliage/oxyde interne



Cliché STEM-HAADF des couches d'oxyde de surface et profils EDS correspondants, échantillon C2



Conclusions et perspectives

Observations MEB des premiers essais d'oxydation en milieu primaire nominal

- Couche duplex d'oxyde de surface
- Pénétrations d'oxyde localisées aux joints de grains ou aux bandes de glissement
- Prédéformation → épaisseur moyenne d'oxydation sensiblement plus faible
- Durée d'oxydation croissante → nombre de pénétrations profondes croissant

Caractérisation par MET du coupon oxydé 500h sans prédéformation

- Couche interne = nano-grains de structure spinelle orientés dans toutes les directions, de composition (Fe,Ni)(Fe,Cr)₂O₄
- Couche externe de composition riche en Fe, magnétite Fe₃O₄ à confirmer

- Perspectives →
- En milieu primaire nominal : Effet de la prédéformation sur l'oxydation, cinétique d'oxydation
 - Mise au point des essais en milieu primaire aéré
 - Essais d'oxydation en milieu aéré, comparaison avec les résultats en milieu de référence → effet de la présence d'O₂ dissous

[ME] : Commissariat à l'Énergie Atomique, Mémento sur l'énergie 2016, 2016
[1] : ILEVBARÉ, G., et al, Fontevraud 7, Avignon, 2010

[2] : COMBRADE, P., et al, Dossier Technique de l'ingénieur, bn3756, 2014
[3] : BETOVA, I., et al, rapport VTT-R-00699-12, 2012

[4] : HUIN, N., et al, EnvDeg 2015
[5] : TERACHI, T., et al, 61st NACEexpo, Paper 06608, 2006
[6] : SOULAS, R., thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2012