

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Centre de Recherche Nucléaire de Draria



Mémoire de projet de fin d'études

pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

**Etude microstructurale et mécanique des soudures en Zircaloy-4 réalisées
par procédé TIG**

Présenté par :

BOUDERHEM Nour el islam

Sous la direction de:

Pr. LARIBI Merzak ENP

Dr. SAHLI Amane CRND

Présenté et soutenu publiquement le 08 juillet 2025

Membres du jury:

Président:	Dr. MERMOUL Soumia	ENP
Examineur:	Dr. DJEMA Oussama	CRTSE
	Dr. Youssef LARBAH	CRNA
Invité	Mr Mohamed SADOUKI	CRND

ENP 2025

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Centre de Recherche Nucléaire de Draria



Mémoire de projet de fin d'études

pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en génie des matériaux

**Etude microstructurale et mécanique des soudures en Zircaloy-4 réalisées
par procédé TIG**

Présenté par :

BOUDERHEM Nour el islam

Sous la direction de:

Pr. LARIBI Merzak **ENP**

Dr. SAHLI Amane **CRND**

Présenté et soutenu publiquement le 08 juillet 2025

Membres du jury:

Président: Dr. MERMOUL Soumia ENP

Examineur: Dr. DJEMA Oussama CRTSE

Dr. Youssef LARBAH CRNA

Invité Mr Mohamed SADOUKI CRND

ENP 2025

الملخص

يركز مشروع نهاية الدراسة على دراسة البنية المجهرية و الخصائص الميكانيكية للحامات سبيكة الزركالوي-4، المنجزة باستخدام طريقة اللحام TIG ، وذلك في إطار تجميع قضبان الوقود لمفاعلات CANDU الهدف الرئيسي هو تحليل تأثير معلمات اللحام على جودة وصلات الغطاء بالأنبوب. تم تنفيذ عدة عمليات لحام في ظروف مختلفة ، ثم تحليلها باستخدام المجهر الضوئي، و المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، وحيود الأشعة السينية (XRD)، وإختبار الصلادة الدقيقة (Vickers) سمحت النتائج بتحديد المناطق المتأثرة باللحام (منطقة اللحام، المنطقة المتأثرة حرارياً، المعدن الأساسي)، وملاحظة بُنى Widmanstätten ، وربط كمية الحرارة المُدخلة بتغير الصلادة و الأداء الميكانيكي.

أكدت اختبارات الانفجار الهيدروليكي مقاومة بعض اللحامات المُحسنة. وفي الختام ، يقترح المشروع توصيات تضمن لحامات موثوقة و مطابقة لمتطلبات الصناعة النووية.

الكلمات المفتاحية : الزركالوي-4، لحام بالتجنستن و الغاز الخامل، منطقة الانصهار ، المنطقة المتأثرة حرارياً، المعدن الأساسي، البنى أو التراكيب الودمانشتيتية.

Abstract

This final-year project focuses on the microstructural and mechanical study of Zircaloy-4 welds performed using the TIG process, in the context of fuel rod assembly for CANDU reactors. The main objective is to analyze the influence of welding parameters on the quality of the plug-to-cladding joints. Several welds were carried out under different conditions and then characterized using optical microscopy, SEM, XRD, and Vickers microhardness testing. The results made it possible to identify the zones affected by welding (fusion zone, heat- affected zone, base metal), to observe Widmanstätten structures, and to correlate thermal input with hardness variation and mechanical performance. Hydraulic burst tests confirmed the strength of certain optimized welds. Finally, the project provides recommendations to ensure reliable welds that meet nuclear industry requirements.

Key words : Zircaloy-4, TIG process, fusion zone, heat-affected zone, base metal, Widmanstätten structures.

Résumé

Ce travail de fin d'études porte sur l'étude microstructurale et mécanique des soudures en Zircaloy-4 réalisées par le procédé TIG, dans le cadre de l'assemblage des crayons combustibles pour réacteurs CANDU. L'objectif principal est d'analyser l'effet des paramètres de soudage sur la qualité des jonctions bouchon-gaine. Pour cela, plusieurs soudures ont été réalisées avec des conditions variables, puis caractérisées par microscopie optique, MEB, DRX et microdureté Vickers. Les résultats ont permis d'identifier les zones affectées par le soudage (ZF, ZAT, MB), d'observer des structures de Widmanstätten, et de corréler les apports thermiques avec les variations de dureté et la tenue mécanique. Les essais d'explosion hydraulique ont confirmé la résistance de certaines soudures optimisées. Le projet propose enfin des recommandations pour garantir une soudure fiable et conforme aux exigences du domaine nucléaire.

Mots-clés : Zircaloy-4, procédé TIG, ZF, ZAT, MB, structures de Widmanstätten.

**“Les résultats de ce travail sont la propriété du
Centre de Recherche Nucléaire de Draria.
Toute publication partielle ou complète des
résultats sans autorisation préalable de la
COMENA fera l'objet de poursuites
judiciaires.”**

Remerciements

Avant toute chose, je rends grâce à Dieu le Tout-Puissant qui m'a guidée, soutenue et accordé la patience et la force nécessaires pour mener à bien mon parcours académique et la réalisation de ce travail.

J'exprime toute ma gratitude et mon amour à ma famille, pour son soutien inconditionnel, ses encouragements constants et sa présence réconfortante à chaque étape de mon chemin.

Je tiens à remercier sincèrement mes promoteurs, Madame Amane Sahli, co-promotrice au Centre de Recherche Nucléaire de Draria (CRND), et Monsieur Merzak Laribi, promoteur à l'École Nationale Polytechnique (ENP), pour leur encadrement, leur disponibilité et leurs précieux conseils.

Je souhaite exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur Mohammed Sadouki pour son engagement, sa disponibilité et son accompagnement constant, qui ont largement contribué à la réussite de ce travail.

J'adresse également mes sincères remerciements aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail, le temps qu'ils y ont consacré et leurs remarques constructives, en particulier à Madame S. Mermoul, Présidente du jury (ENP), à Monsieur O. Djema, Examineur (ENP) et à Monsieur Y. Larbah, Examineur (CRNA),

Je remercie aussi Monsieur Omar Menchi pour son assistance précieuse et sa disponibilité tout au long des travaux expérimentaux.

Je n'oublie pas de remercier l'ensemble du personnel du CRND pour leur accueil chaleureux et leur disponibilité.

Enfin, je remercie l'ensemble de mes enseignants de l'ENP et de l'ENS pour la qualité de leur enseignement et les compétences qu'ils m'ont transmises au cours de mon parcours.

Table des matières:

Liste des figures

Liste des Tableaux

Introduction Générale	10
Chapitre 1 : Généralités sur les alliages du zirconium	12
I.1. Introduction.....	13
I.2. Historique du zirconium.....	13
I.3. Le zirconium	14
I.4. Les différentes formes cristallographiques	15
I.5. Les alliages de zirconium.....	16
I.5.1. L'alliage zircaloy-4.....	16
I.5.2. Effet des éléments d'addition	17
I.5.2.1. Les éléments β -gènes :	19
I.5.2.2. Les éléments α -gènes :.....	20
I.6. Applications	22
I.6. Conclusions.....	23
Chapitre 2 : Procédé de soudage TIG	24
II.1. Introduction	25
II.2. Historique du soudage	25
II.3. Quelques définitions.....	26
II.4. Classification des procédés de soudage.....	27
II.5. Les différentes zones du soudage.....	29
II.6. Le soudage TIG.....	30
II.6.1. Polarité et intensité électriques	32
II.6.2. Nature et forme de l'électrode réfractaire	33
II.6.3. Gaz inerte.....	34
II.6.4. Vitesse et distance inter-électrodes	35
II.7. Qualité et défauts de soudure	36
II.7.1. Les défauts d'une soudure	36
II.7.2. Les méthodes de diagnostic de qualité.....	37
II.8. Conclusion	38
Chapitre 3 : Méthodes expérimentales	39
III.1. Introduction	40
III.2. Matériaux	40
III.3. Préparation des Échantillons	42
III.4. Soudage TIG	43
III.5. Caractérisation microstructurale	45

III.6. Caractérisation mécanique	50
III.7. Conclusion.....	53
Chapitre 4 : Résultats et Discussions	54
IV.1. Introduction.....	55
IV.2. Contrôle visuel.....	55
IV.3. Caractérisation Macrographique	57
IV.4. Caractérisation microstructurale	59
IV.5. Caractérisation mécanique.....	64
IV.6. Conclusion	67
Conclusion générale et Perspectives	69
Références	72
Annexes	75

Liste des figures

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

Figure I. 1: « Martin Heinrich Klaproth » Découvreur du zirconium.	13
Figure I. 2: Représentations du réseau cubique centré, phase β -Zr [7].	15
Figure I. 3: Représentations du réseau hexagonal compact, phase α -Zr [7].	15
Figure I. 4: Domaines de phases du Zircaloy-4 [16].	18
Figure I. 5: Influence des éléments d'addition sur les domaines de phases du zirconium [16].	18
Figure I. 6: Diagramme de phase Zr-Cr [12].	19
Figure I. 7: Diagramme de phase Zr-Fe [13].	20
Figure I. 8: Diagramme de phase Zr-O [14].	21
Figure I. 9: Diagramme de phase Zr-Sn [15].	22

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

Figure II. 1: Classification des procédés de soudage selon un critère métallurgique de la liaison [23].	28
Figure II. 2: Classification des procédés de soudage selon la nature de l'énergie utilisée pour réaliser l'assemblage [23].	28
Figure II. 3: Schéma représentatif des différentes zones lors d'un soudage métallique avec fusion des pièces [24].	30
Figure II. 4: Principe général du procédé de soudage TIG [25].	30
Figure II. 5: Équipements pour le soudage TIG manuel, dont ceux d'hygiène et sécurité du soudeur et de l'atelier [25].	32

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

Figure III. 1: Les bouchons utilisés pour le soudage TIG à gauche, et le tube en zircaloy-4 à droite.	40
Figure III. 2: Thermo Scientific Niton XRF Analyzer à gauche et l'interface du logiciel à droite.	41
Figure III. 3: Equipement de Soudage TIG Automatique.	43
Figure III. 4: Chambre de soudage.	44
Figure III. 5: Echantillon enrobé.	46
Figure III. 6: Polisseuse mécanique.	46
Figure III. 7: Photo du Microscope Optique et du dispositif d'éclairage.	47
Figure III. 8: Diffractomètre à poudre PHILIPS X'PERT PRO MPD.	49
Figure III. 9: Microscope électronique à balayages ZEISS Gemini SEM 300.	49
Figure III. 10: Microduromètre semi-automatique à gauche et Exemple d'une empreinte de la Micro-dureté à droite.	50
Figure III. 11: Principe de l'essai Micro-dureté Vickers.	51
Figure III. 12: Eprouvette d'explosion et la forme collerette évasée.	51
Figure III. 13: l'équipement de l'essai d'explosion.	52

Chapitre 4: Résultats et Discussions

Figure IV. 1: L'observation macrographique de l'échantillon.	58
Figure IV. 2: L'observation macrographique d'un autre échantillon.	58
Figure IV. 3: Micrographie transversale d'un assemblage gaine-bouchon en Zircaloy-4 soudé par TIG.	59
Figure IV. 4: Microstructure du métal de base du bouchon et de la gaine.	60
Figure IV. 5: Structures de Widmanstätten.	62
Figure IV. 6: Micrographie par MEB du métal de base et Analyse EDS d'un intermétallique.	62
Figure IV. 7: Observation MEB à 3000x de la ZAT.	63
Figure IV. 8: Diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage Zircaloy-4.	64
Figure IV. 9: Profil de microdureté d'une éprouvette de soudage TIG.	66
Figure IV. 10: Évolution de la contrainte en fonction du temps lors de l'essai d'explosion.	67
Figure IV. 11: Morphologie de l'éprouvette après explosion.	67

Liste des Tableaux

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

Tableau I. 1: Propriétés physiques, thermiques et mécaniques du zirconium [5] [6].	14
Tableau I. 2: Paramètres de maille des deux structures cristallines du zirconium [7].	15

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

Tableau II. 1: Quelques repères chronologiques du soudage [23].	26
---	----

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

Tableau III. 1: Composition en % massique de l'alliage de l'étude Zircaloy4.	41
Tableau III. 2: Les différents paramètres appliqués aux soudures réalisées.	45

Introduction Générale

Introduction Générale

L'industrie nucléaire repose sur un principe incontournable : l'intégrité absolue des assemblages combustibles. Cette exigence devient particulièrement critique pour les réacteurs CANDU (Canada Deuterium Uranium), technologie de référence utilisant l'eau lourde sous pression comme modérateur et caloporteur. Ces réacteurs exploitent des éléments combustibles constitués de crayons tubulaires fabriqués à partir d'alliages de zirconium, matériaux d'exception sélectionnés pour leurs propriétés neutroniques remarquables.

Le Zircaloy-4, alliage phare de cette famille, s'impose par ses caractéristiques uniques : une section efficace de capture neutronique exceptionnellement faible, une résistance à la corrosion éprouvée en milieu aqueux haute température, et une tenue mécanique exemplaire face aux contraintes extrêmes du cœur de réacteur. Ces propriétés en font le matériau de choix pour les applications nucléaires les plus exigeantes.

La conception des éléments combustibles CANDU repose sur un assemblage méticuleux de gaines tubulaires en Zircaloy-4, hermétiquement scellées par des bouchons d'extrémité. Cette fermeture étanche représente bien plus qu'un simple assemblage mécanique : elle constitue la barrière primaire de confinement, gardienne ultime contre toute dispersion de matière radioactive dans l'environnement du réacteur.

Face à cet enjeu capital, l'industrie nucléaire s'appuie massivement sur le soudage TIG (Tungsten Inert Gas), procédé d'élection reconnu pour son excellence technique. Cette méthode de soudage se distingue par sa capacité unique à générer des joints de qualité supérieure, caractérisés par leur reproductibilité exemplaire et leur apport thermique maîtrisé. Cette dernière propriété s'avère cruciale pour préserver l'intégrité métallurgique du zirconium, matériau particulièrement sensible aux transformations thermiques.

Le soudage TIG des assemblages bouchons-gaines constitue indéniablement l'une des opérations les plus stratégiques de la chaîne de fabrication. Cette étape détermine simultanément la robustesse mécanique immédiate de l'assemblage et sa fiabilité opérationnelle à long terme en environnement réacteur. Le succès de cette opération exige une maîtrise parfaite de nombreux paramètres interdépendants : intensité du courant de soudage, vitesse de déplacement, composition de l'atmosphère protectrice, et précision du positionnement des composants.

Cette complexité opérationnelle vise un objectif sans compromis : l'élimination totale des défauts critiques tels que les inclusions gazeuses, les fissures de solidification, ou les zones thermiquement altérées susceptibles de compromettre l'intégrité structurelle de l'assemblage.

Cette étude vise à améliorer la compréhension du procédé et à proposer des pistes d'optimisation adaptées aux exigences strictes de l'industrie nucléaire.

Pour répondre à ces objectifs, l'étude s'articule en quatre chapitres :

- Chapitre 1 : Généralités sur les alliages de zirconium, abordant les propriétés, l'évolution, et l'utilisation des alliages de type Zircaloy dans le secteur nucléaire.
- Chapitre 2 : Le soudage TIG, présentant les principes fondamentaux du procédé, les mécanismes thermiques et métallurgiques mis en jeu, ainsi que les paramètres influençant la qualité des joints.
- Chapitre 3 : Méthodes expérimentales, décrivant en détail le protocole appliqué pour la préparation des échantillons, la réalisation du soudage TIG et les différentes techniques de caractérisation utilisées (microscopie optique, MEB, DRX, essais de microdureté et d'étanchéité).
- Chapitre 4 : Résultats et interprétations, analysant les performances microstructurales et mécaniques des soudures obtenues, en vue d'évaluer leur conformité aux exigences industrielles et de proposer des améliorations du procédé.

Ce travail s'inscrit dans une démarche de maîtrise des procédés de soudage appliqués aux matériaux sensibles utilisés en environnement nucléaire.

Chapitre 1

Généralités sur les alliages du zirconium

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

I.1. Introduction

Le zirconium est l'un des métaux les plus importants et irremplaçables du tableau périodique. Ses propriétés chimiques et physiques sont uniques. De ce fait, le zirconium, ses alliages et composés sont indispensables à des industries comme l'énergie nucléaire, le biomédical et les matériaux haute température. [1]

Les alliages de zirconium sont principalement utilisés pour le gainage de combustible dans les réacteurs à eau tels que les Réacteurs à Eau sous Pression (REP) ou les Réacteurs à eau bouillante. Cette application se justifie par leurs bonnes propriétés mécaniques, leur résistance à la corrosion en milieu aqueux mais surtout par leur faible section efficace d'absorption des neutrons thermiques (0,18 barn), beaucoup plus faible que celle d'autres métaux communs. Cette dernière propriété est de première importance pour le gainage du combustible puisqu'une faible valeur signifie que la plupart des neutrons produits seront utilisés pour entretenir la réaction nucléaire. C'est cette propriété qui rend les alliages de zirconium plus attractifs que les aciers puisque le fer possède une section efficace d'absorption des neutrons thermiques de 2,4 barn soit plus de 10 fois supérieure. [2]

Dans ce chapitre, nous découvrirons l'histoire du zirconium et ses caractéristiques, types et utilisations, en particulier le zircaloy-4, qui fait l'objet de mon projet fin d'étude et nous comprendrons également comment les éléments d'addition affectent le zirconium, nous aborderons tout cela sous le nom de "Généralités sur le zirconium et le zircaloy-4".

I.2. Historique du zirconium

Zircone a été découverte par Klaproth en 1789 et le premier métal impur a été préparé par Berzelius en 1824. Ce n'est qu'un siècle plus tard, en 1925, que Van Arkel et De Boers obtiennent du zirconium très pur.

En 1947 commence le développement industriel du zirconium, l'amiral Rickover ayant choisi ce métal, en raison de sa faible section de capture des neutrons thermiques, pour le cœur de la chaudière du premier sous-marin nucléaire. La même année, le procédé Kroll de réduction du titane est mis au point pour le zirconium, procédé qui est encore utilisé aujourd'hui.



Figure I. 1: « Martin Heinrich Klaproth » Découvreur du zirconium.

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

En 1952 l'alliage zircaloy 2 est choisi pour le Nautilus. Cet alliage est encore de nos jours d'un usage général dans les réacteurs de puissance à eau bouillante. En 1959 est construit le premier réacteur nucléaire civil aux États-Unis. La France, pour les mêmes raisons que les États-Unis, c'est-à-dire la construction d'un sous-marin à propulsion nucléaire, entame ses premiers travaux sur l'élaboration du métal en 1954 [3].

I.3. Le zirconium

Le zirconium existe à l'état naturel sous la forme minéralogique $ZrSiO_4$ (zircon) dont les gisements se situent principalement en Australie et en Afrique du Sud. Le zirconium est un métal de transition, il possède une conductivité thermique particulièrement basse et des propriétés mécaniques qui dépendent de son état métallurgique, c'est-à-dire du traitement thermomécanique qu'il a subi [4]. Les propriétés physiques, thermiques et mécaniques du zirconium trouvées dans la littérature sont données dans le Tableau I.1.

Tableau I. 1: Propriétés physiques, thermiques et mécaniques du zirconium [5] [6].

Masse atomique	91,22 u
Numéro atomique	40
Masse volumique	$6,5 g \cdot cm^{-3}$
Température de fusion	1 852 °C
Conductivité thermique	$22,7 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
Coefficient de dilatation linéique	$5,9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
Module de Young à 20 °C	95 à 100 GPa
Limite d'élasticité R_e 100 à 400 MPa Caractérise un domaine conventionnel de réversibilité	100 à 400 MPa
Résistance à la traction R_m Limite à la rupture	360 MPa
Coefficient de Poisson à 20 °C Caractérise la contraction de la matière perpendiculairement à la direction de l'effort appliqué (constante élastique)	0,32 à 0,35
Allongement à la rupture Mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant rupture	15 à 35%

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

I.4. Les différentes formes cristallographiques

A la pression atmosphérique, le zirconium peut exister sous deux formes cristallographiques :

- la phase α (Figure I. 2) de structure hexagonale compacte (HC) stable à température ambiante ;
- la phase β (Figure I. 3) de structure cubique centrée (CC) stable à partir de 865 °C.

Les caractéristiques cristallographiques de ces deux phases sont décrites dans le Tableau I.2 [7].

Tableau I. 2: Paramètres de maille des deux structures cristallines du zirconium [7].

Phase	Paramètres de la maille élémentaire
α -Zr (HC)	$a = 323,2 \text{ pm à } 25 \text{ °C}$ $c = 514,7 \text{ pm à } 25 \text{ °C}$ $c/a = 1,593$
β -Zr (CC)	$a = 354 \text{ pm à } 870 \text{ °C}$

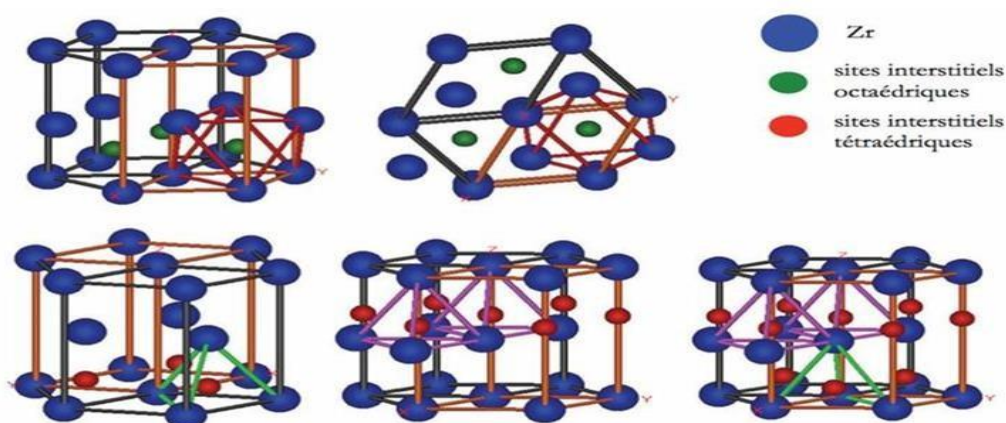


Figure I. 3: Représentations du réseau hexagonal compact, phase α -Zr [7].

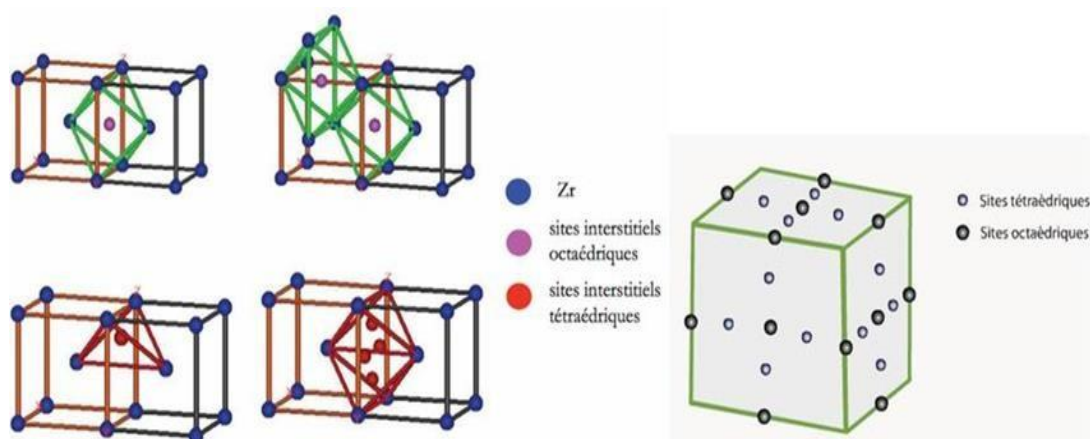


Figure I. 2: Représentations du réseau cubique centré, phase β -Zr [7].

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

I.5. Les alliages de zirconium

Les alliages de zirconium peuvent être globalement groupés en deux familles : ceux qui contiennent du niobium (ASTM 705 et 706) et ceux qui contiennent de l'étain (Zircalloys 2 et 4 ou ASTM 704). Les différentes compositions varient d'une manière légère suivant le domaine d'utilisation :

- Les nuances utilisées dans l'industrie chimique contiennent au maximum 4.5 % d'hafnium. Les caractéristiques de résistance à la corrosion de cet élément étant très similaires à celle de zirconium, il n'est pas nécessaire de les séparer.
- Les nuances nucléaires (Zircalloys) possèdent approximativement les mêmes éléments d'alliage que les nuances chimiques à la différence près qu'elles ne contiennent pas d'hafnium dont le rayon de capture des neutrons est trop important (102 barns) pour des utilisations dans le cœur du réacteur. On élimine pour les mêmes raisons les impuretés comme le bore, le titane ou le cobalt [8].

Les alliages les plus répandus sont :

- **Zircaloy-1 (Zry-1)** : avec 2,5%Sn, il se corrode avec le temps ce qui présente un obstacle pour son utilisation.
- **Zircaloy-2 (Zry-2)** : alliage de zirconium composé d'étain, du fer, du nickel et de chrome. Il est utilisé principalement dans les réacteurs à eau bouillante REB.
- **Zircaloy-4 (Zry-4)** : avec les mêmes éléments d'addition que le zry-2 mais de pourcentage massique différent. Il est développé pour les matériaux de gainage des réacteurs REP et des CANDU.
- **ZrNb** : composé des éléments additifs dont le principal est le niobium, Ces alliages présentent des caractéristiques d'élasticité, de résistance à la rupture ou au fluage plus élevées que les autres alliages de zirconium [9].

I.5.1. L'alliage zircaloy-4

Dans leur travaux, Mardon [10] et Lemaignan [11] ont décrit la composition et les propriétés de l'alliage zircaloy-4 qui est constitué de zirconium, d'étain, de fer, de chrome et d'autres éléments à l'état de trace. La présence d'étain améliore la limite élastique du zirconium et la résistance au fluage. Cependant, l'ajout d'étain diminue la résistance à la corrosion du

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

matériau. La présence d'oxygène améliore les propriétés mécaniques de l'alliage. L'ajout des éléments fer et chrome a pour but d'améliorer la résistance à la corrosion de l'alliage [7].

Dans ses travaux, Okamoto a présenté les diagrammes de phase Cr - Zr [12], Fe - Zr [13], O - Zr [14] et Sn - Zr [15]. Le fer et le chrome présentent une limite de solubilité faible et forment avec le zirconium des phases intermétalliques de structure hexagonale, appelées « phases de Laves » $Zr(Fe, Cr)_2$ qui précipitent dans la matrice. Ce sont des éléments bêtagènes, c'est-à-dire qu'ils réduisent le domaine de stabilité de la phase α et élargissent celui de la phase β . Afin de garantir les propriétés de l'alliage, les « phases de Laves » ne doivent pas être localisées aux joints de grains. L'étain et l'oxygène ont une solubilité dans le zirconium plus élevée que celle du fer et du chrome. Ce sont des éléments alphagènes qui élargissent le domaine de stabilité de la phase α -Zr. Ainsi, la température de transformation α -Zr $\rightarrow$ β -Zr augmente avec la teneur en étain et en oxygène [7].

Le zircaloy-4 possède les mêmes propriétés cristallographiques que le zirconium, seules les températures de transition changent. En outre, des précipités intermétalliques apparaissent dans certaines gammes de température :

- jusqu'à 810 °C : phase α et précipités $Zr(Fe, Cr)_2$;
- de 810 °C à 863 °C : phases α et β et précipités $Zr(Fe, Cr)_2$;
- de 863 °C à 980 °C - 1 000 °C : phases α et β ;
- au-delà de 980 °C - 1 000 °C : phase β [5].

Élément d'alliage	Sn	Fe	Cr
Composition (wt.%)	1,2 à 1,7 %	0,18 à 0,24 %	0,07-0,13 %

I.5.2. Effet des éléments d'addition

Les besoins constants concernant l'amélioration des propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion du zirconium pur ont inévitablement conduit à l'étude systématique d'alliages, en vue de compenser les inconvénients du métal pur.

En fonction du degré de solubilité des éléments d'alliages dans les formes allotropique du Zr, ces derniers (substitutionnels ou interstitiels) peuvent être séparés en deux familles : les éléments α -gènes et les éléments β -gènes.

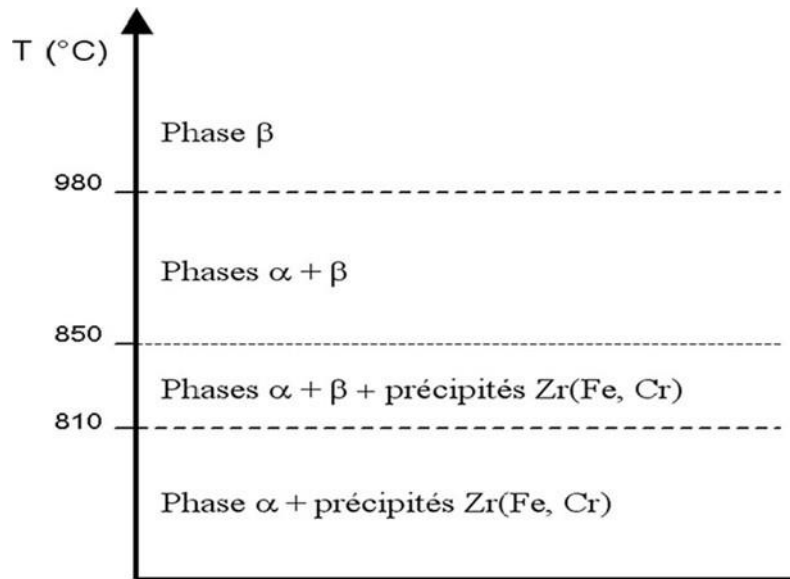


Figure I. 4: Domaines de phases du Zircaloy-4 [16].

A noter que le zirconium α possède deux types de sites interstitiels : les sites tétraédriques de rayon égal à 0.37 Å et les sites octaédriques de rayon égal à 0.68 Å. Seuls ces derniers sites sont susceptibles d'accueillir les éléments d'addition de type interstitiel comme l'oxygène [17].

		Influence sur le diagramme de phase	Elements
Alphagènes			O, Sn, Al, N, Hf
Bétagènes	Isomorphes		Ti
	Eutectoïdes		Fe, Cr, Ni, Nb, Cu, V

Figure I. 5: Influence des éléments d'addition sur les domaines de phases du zirconium [16].

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

I.5.2.1. Les éléments β -gènes :

L'ajout des éléments β -gènes (comme le niobium, le fer, le chrome et le nickel), élargie le domaine d'existence de la phase β . Ces éléments sont plus solubles en β qu'en α . Les solubilités du fer, chrome ou nickel en α sont inférieures à la centaine de ppm à 750 °C [18].

Par ailleurs, l'addition de ces éléments au zirconium pur conduit en général à des diagrammes binaires présentant des réactions invariante type eutectoïde côté riche en Zr [18].

A. Le fer et le chrome :

Leur solubilité est faible dans la phase α (près de 200 ppm à 800 °C). Ils sont présents sous forme de précipités du type $Zr(Fe, Cr)_2$ de structure hexagonale, appelés phases de Laves [19]. Ils améliorent la tenue à la corrosion du matériau, limitent la croissance des grains lors des traitements de recristallisation favorisant ainsi ses propriétés mécaniques, et stabilisent la phase β de l'alliage [20].

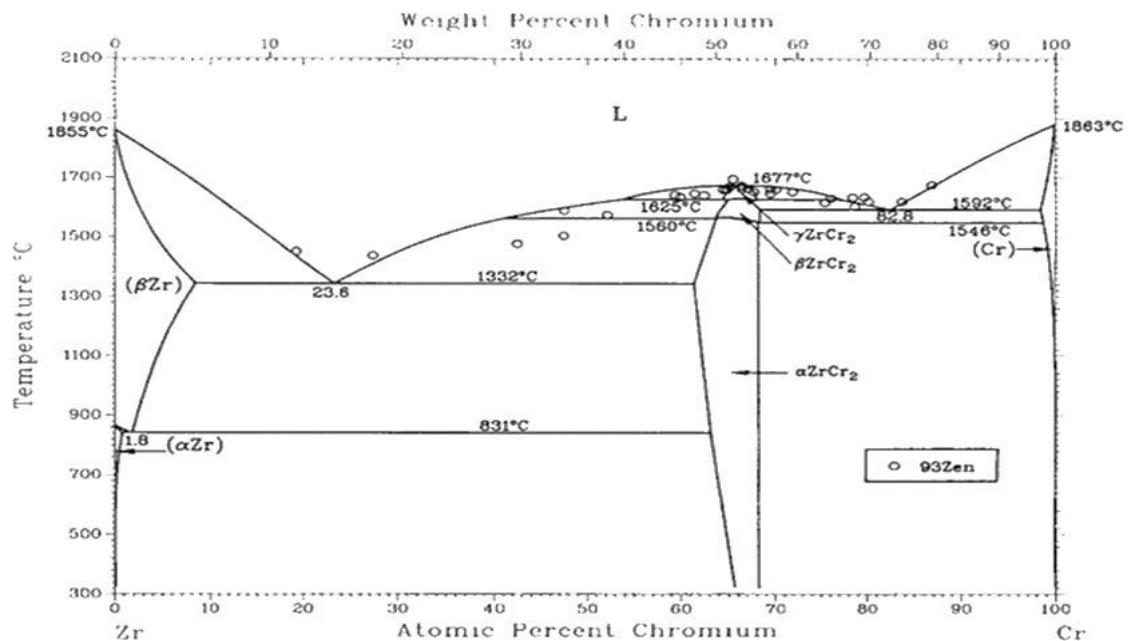


Figure I. 6: Diagramme de phase Zr-Cr [12].

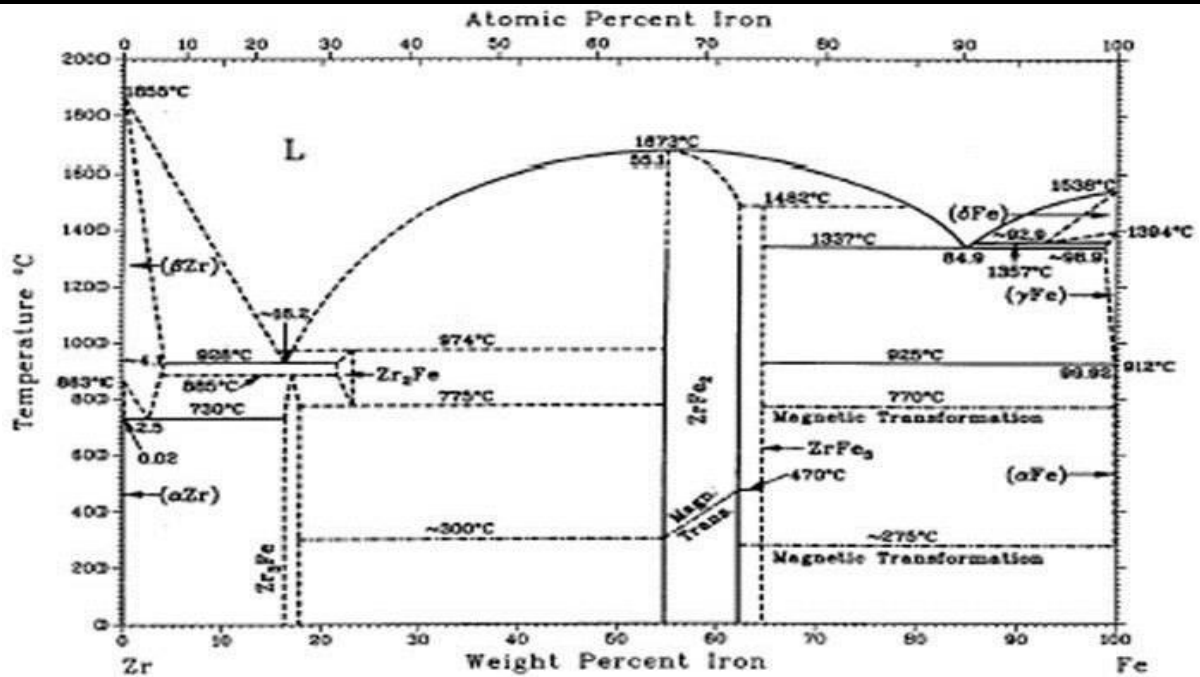


Figure I. 7: Diagramme de phase Zr-Fe [13].

I.5.2.2. Les éléments α -gènes :

Certains éléments comme l'oxygène, l'azote, l'étain, sont des éléments dits alphagènes car ils élargissent le domaine d'existence de la phase α . L'addition de ces éléments au zirconium conduit à des diagrammes binaires présentant généralement une réaction invariante de type péritectoïde côté riche en zirconium [18].

Ces éléments, de grande solubilité dans la phase α du zirconium, ont pour effet d'augmenter également la température délimitant les domaines $\alpha + \beta$ et β [18].

A. Effets de l'oxygène

La limite de solubilité de l'oxygène dans la phase α du zirconium est d'environ 30 %at. quelle que soit la température. Par ailleurs, le domaine de solubilité de l'oxygène en phase α s'étend à haute température jusqu'à la fusion [18].

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

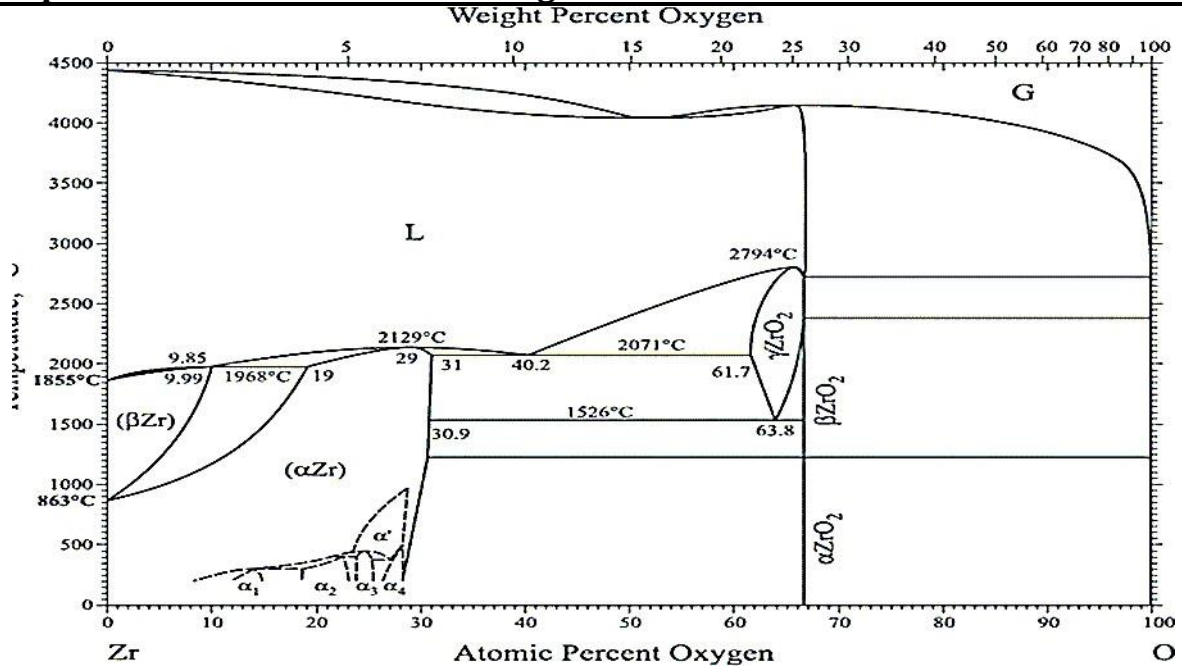


Figure I. 8: Diagramme de phase Zr-O [14].

B. Effets de l'étain (Sn)

L'étain se caractérise par une grande facilité de mise en solution dans le zirconium en phases α et β respectivement. La solubilité de cet élément dans la forme α du zirconium a été estimée à environ 3 %at. à 800°C, et à 8 %at. à 980 °C [21]. Au delà de cette limite, l'étain se combine avec le zirconium et la phase intermétallique Zr₄Sn. Cette phase est très rarement rencontrée alliages industriels (teneurs habituelles de 0 → 1.5 %poids). Notons, que dans ces alliages l'étain est par conséquent en solution solide de substitution.

L'étain est l'élément qui diffuse le plus lentement dans le zirconium. Son coefficient de diffusion est de l'ordre de $10^{-12} \text{cm}^2/\text{s}$ à 900°C [22]. Ce coefficient est comparable à celui de l'autodiffusion du zirconium.

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

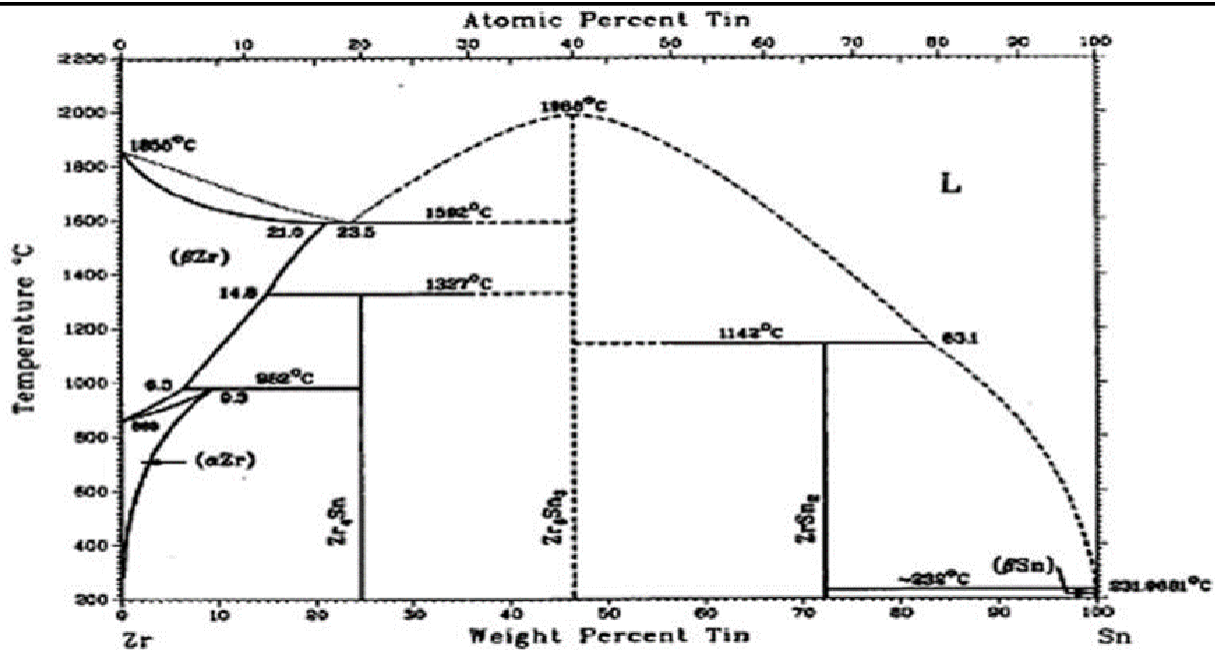


Figure I. 9: Diagramme de phase Zr-Sn [15].

I.6. Applications

La principale application des alliages de zirconium concerne le gainage de l'oxyde d'uranium et la structure des assemblages combustibles dans les divers réacteurs nucléaires de puissance: réacteur à eau pressurisée et à eau bouillante en occident et, réacteur de type CANDU à eau lourde dans les pays de l'ex-URSS.

Les principales propriétés requises sont :

- Transparence aux neutrons thermiques,
- Résistance à la corrosion par l'eau et les produits de fission de 280 à 340 °C,
- Ductilité associée à une bonne résistance mécanique à chaud,
- Soudabilité et stabilité sous irradiation,
- Etanchéité aux produits de fission comme le tritium.

La seconde application concerne son utilisation dans l'industrie chimique grâce à sa bonne tenue à la corrosion dans de nombreux milieux agressifs.

Les autres applications sont marginales et concernent l'ajout de zirconium comme élément d'alliage dans des alliages à base de magnésium, d'aluminium et de cuivre. Ces applications non nucléaires représentent environ 10 % de l'emploi du zirconium métal [2].

Chapitre 1: Généralités sur les alliages du zirconium

I.6. Conclusions

Le zirconium et ses alliages, notamment le Zircaloy-4, sont des matériaux stratégiques dans le domaine nucléaire, en particulier pour les gaines de combustibles et les structures internes des assemblages. Leurs excellentes propriétés mécaniques à chaud, leur bonne tenue à la corrosion en environnement réacteur et leur faible absorption des neutrons thermiques justifient leur large adoption dans les réacteurs REP, REB et CANDU.

Chapitre 2

Procédé de soudage TIG

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

II.1. Introduction

Le soudage TIG (Tungsten Inert Gas) est un procédé utilisant une électrode de tungstène non consommable et un gaz inerte pour protéger la soudure. Il permet d'obtenir des soudures de haute qualité sur de nombreux métaux, avec une grande précision et une excellente propreté. Principalement utilisé dans les secteurs exigeants comme l'aéronautique et le nucléaire, il demande cependant une bonne maîtrise technique.

II.2. Historique du soudage

Le soudage est une pratique employée depuis l'apparition de l'utilisation des métaux. En effet, des expertises métallurgiques effectuées sur des objets métalliques archéologiques datant d'avant notre ère montrent l'exécution de soudures au sens actuel du terme, c'est-à-dire l'assemblage de plusieurs pièces élémentaires exécutées séparément, dans le but de réaliser un objet macroscopique, fini, complexe dans sa forme et/ou dans sa nature dont les différentes parties ont été unies à l'échelle atomique. Aujourd'hui de telles soudures ne sont plus utilisées que par des forgerons d'art. Cette technique d'assemblage, qui répond sans ambiguïté à la définition actuelle du soudage, est restée la seule réellement pratiquée jusqu'à la fin du XIX^e siècle, c'est-à-dire jusqu'à la découverte de l'acétylène et du chalumeau oxyacétylénique, même si l'on trouve quelques tentatives d'utilisation des procédés utilisant l'électricité au XIX^e siècle (soudage par résistance, premières utilisations de l'arc électrique).

Le tableau II. 1 recense, dans l'ordre chronologique, quelques découvertes et événements en relation avec les principaux procédés de soudage tels qu'on les connaît aujourd'hui. Ainsi, on constate que la découverte des procédés utilisant l'électricité comme source d'énergie de soudage est, pour tous, postérieure à la découverte de la dynamo par Gramme (1871). Jusqu'à cette date en effet, la pile de Volta (1800) constituait la seule source d'énergie électrique dont disposait le physicien, c'est-à-dire une source mal adaptée aux applications nécessitant des

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

puissances importantes et dont il était difficile de moduler les caractéristiques. L'effet Joule et l'arc électrique étaient des phénomènes connus depuis le début du siècle, mais l'émergence de nouveaux procédés de soudage utilisant l'électricité était peu probable pour des raisons purement pratiques et économiques. [23]

Tableau II. 1: Quelques repères chronologiques du soudage [23].

1877	Brevet d'invention du soudage par résistance
1885	Soudage par résistance par point Soudage à l'arc électrique avec électrode au charbon
1890	Soudage à l'arc électrique
1900	Premières constructions métalliques par soudage à l'arc électrique
1935	Mise au point des électrodes enrobées basiques Soudage sous flux en poudre
1938	Soudage à l'arc électrique sous protection gazeuse à électrode réfractaire (TIG)
1940	Soudage par résistance à la molette
1944	Soudage à l'arc électrique sous protection gazeuse inerte à électrode fusible (MIG) Soudage à l'arc électrique sous protection gazeuse active à électrode fusible (MAG)
1950	Mise au point des électrodes enrobées synthétiques Soudage plasma
1980	Utilisation industrielle du soudage laser
1990	Utilisation industrielle du soudage par friction-malaxage

II.3. Quelques définitions

Soudage : opération consistant à réunir deux ou plusieurs parties constitutives d'un assemblage, de manière à assurer la continuité entre les parties à assembler (continuité de la nature des matériaux assemblés : matériau métallique, matière plastique, etc.) soit par chauffage, soit par intervention de pression, soit par l'un et l'autre, avec ou sans emploi d'un

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

produit d'apport dont la température de fusion est du même ordre de grandeur que celle du matériau de base.

Soudure : c'est le résultat de l'opération de soudage.

Brasage : opération consistant à assembler des surfaces métalliques à l'aide d'un métal ou alliage d'apport à l'état liquide, ayant une température de fusion inférieure à celle des pièces à réunir, et mouillant les surfaces qui ne participent pas par leur fusion à la constitution du joint brasé.

Joint brasé : c'est le résultat de l'opération de brasage.

Soudobrasage : procédé de « brasage fort » dans lequel le joint soudobrasé est obtenu de proche en proche, par une technique opératoire analogue à celle du soudage par fusion, mais sans action capillaire comme dans le brasage, ni fusion intentionnelle du métal de base. La température de fusion du métal ou de l'alliage d'apport est inférieure à celle du métal de base, mais supérieure à 450 °C. [23]

II.4. Classification des procédés de soudage

Les quatre procédés de soudage les plus couramment utilisés sont : la soudure à l'électrode enrobée, également appelée soudage à l'arc ou MMA (Manual Metal Arc), la soudure MIG/MAG, la soudure TIG et la soudure au chalumeau (soudure à la flamme).

Les figures II.1 et II.2 présentent les deux principales classifications des procédés de soudage :

- La classification selon la nature de l'énergie utilisée pour réaliser l'assemblage,
- Et la classification selon un critère métallurgique lié au type de liaison obtenue.

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

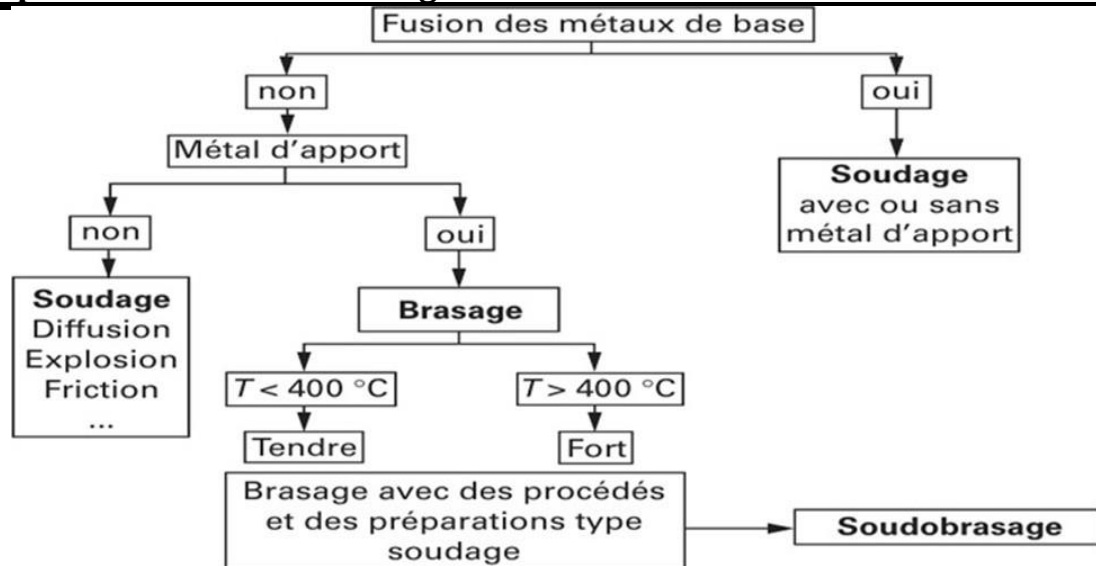


Figure II. 1: Classification des procédés de soudage selon un critère métallurgique de la liaison [23].

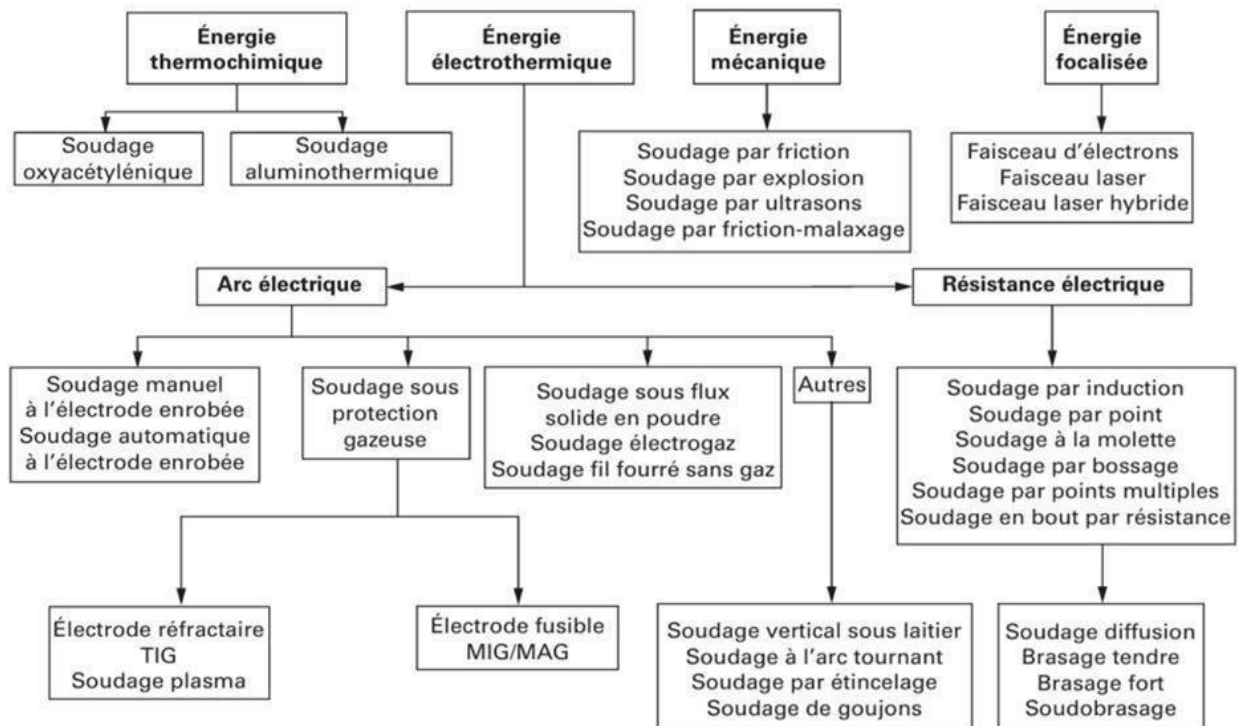


Figure II. 2: Classification des procédés de soudage selon la nature de l'énergie utilisée pour réaliser l'assemblage [23].

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

II.5. Les différentes zones du soudage

Lors d'un processus de soudage, le dépôt localisé d'énergie entraîne le changement de phase du métal des pièces à souder. L'assemblage est alors caractérisé par plusieurs zones illustrées sur la figure 3 :

- **La zone fondue (ou bain métallique) :** correspond à la zone liquide composée du métal de base et de l'éventuel métal d'apport. Les forces qui agissent en surface et à l'intérieur de cette zone mettent en mouvement le liquide métallique ce qui impacte sur la forme du bain. Plusieurs grandeurs géométriques caractérisent alors la zone fondue : la largeur , la longueur , la profondeur ou encore l'aire de surface supérieure. Il est commun de définir le rapport entre la largeur et la profondeur pour évaluer les dimensions d'une soudure. Lorsque la zone fondue est peu large mais profonde on parle d'une forme en trou de serrure (ou keyhole).
- **Le métal de base :** correspond au matériau dans la zone solide qui n'a pas été modifiée par le transfert de chaleur. Elle inclut la partie du solide où il n'y a pas d'augmentation de la température et celle où l'augmentation de température n'a pas d'effet sur les propriétés du métal.
- **La zone affectée thermiquement ZAT :** est la partie solide du métal de base modifiée par l'augmentation de la température. Comme détaillé plus loin, cette partie est le siège de transformations allotropiques et de diffusion d'éléments qui constituent le métal.
- **La zone de transition liquide-solide (ou zone pâteuse) :** dont la dimension est plus ou moins prononcée selon les techniques de soudage. Elle correspond à une coexistence de la phase liquide et solide (avec une structure dendritique). Dans cette zone la viscosité est élevée et le fluide de la zone fondue est rapidement ralenti. [24]

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

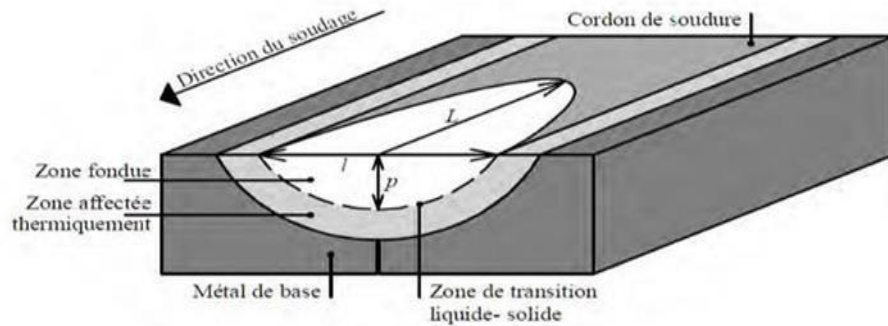


Figure II. 3: Schéma représentatif des différentes zones lors d'un soudage métallique avec fusion des pièces [24].

II.6. Le soudage TIG

Le soudage TIG est un procédé qui utilise comme source de chaleur, un arc jaillissant entre une électrode non fusible, généralement en tungstène, et la pièce à souder. La protection du bain de fusion est assurée par un gaz de protection inerte : argon, hélium ou un mélange des deux. Le procédé peut être utilisé sans ou avec métal d'apport.[25]

Le principe général du procédé TIG est présenté sur la figure 4. L'arc électrique, produit par le passage du courant dans le gaz de protection ionisé, s'établit entre la pointe de l'électrode et la pièce à souder. La chaleur générée par l'arc porte le métal à fusion. Une fois le bain de fusion établi, la torche est déplacée le long du joint pour réaliser la soudure.[25].

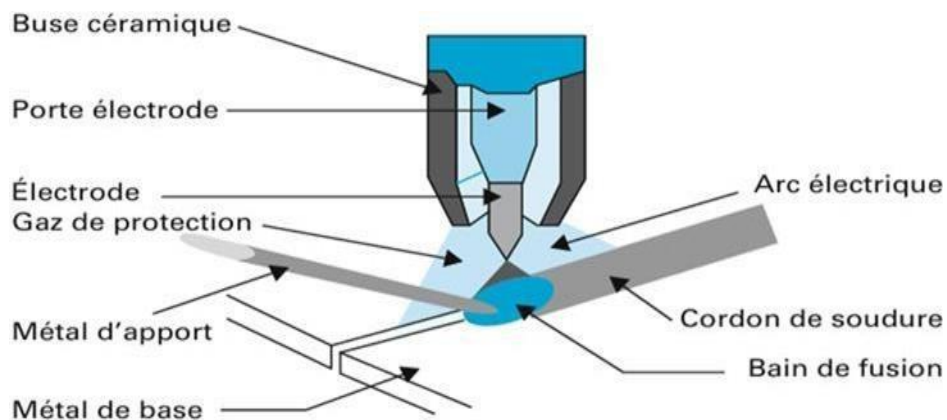


Figure II. 4: Principe général du procédé de soudage TIG [25].

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

Les composants principaux se retrouvent dans le procédé de soudage TIG :

- la torche,
- l'électrode non fusible,
- la source de courant,
- le gaz de protection,
- un câble de masse.

L'électrode, en tungstène pur ou allié, est tenue par une pince dans une torche. Le choix de son diamètre se fait en fonction de l'intensité de soudage appliquée.

Un gaz de protection inerte est diffusé autour de l'électrode et sur le bain de fusion, il favorise l'amorçage et la stabilité de l'arc, tout en créant une atmosphère inerte qui protège l'électrode et le bain de fusion du contact avec l'oxygène de l'air.

Le procédé, qui est universel, s'applique au soudage de la plu part des métaux et alliages :

- aciers inoxydables,
- aciers au carbone et faiblement alliés,
- titane et alliages,
- nickel et alliages,
- cuivre, cupronickels, cupro-aluminiums,
- aluminium et alliages,
- magnésium et alliages,
- mais également zirconium, or,
- et même pour la réparation des fontes à graphite sphéroïdal.

On peut utiliser des courants continus lisses en polarité directe (le plus souvent), ou des courants pulsés ou alternatifs .

Si du métal d'apport est nécessaire, il est apporté dans le bain de fusion, à l'avant de l'arc.[25]

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

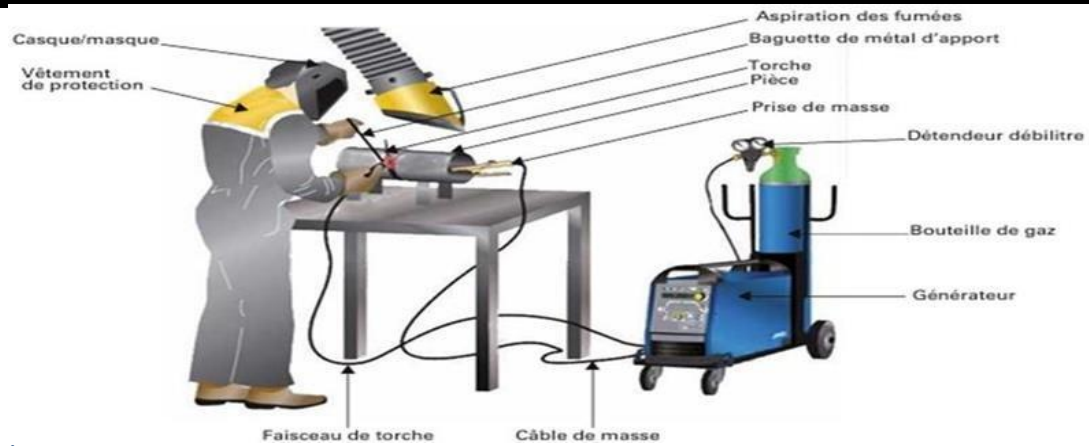


Figure II. 5: Équipements pour le soudage TIG manuel, dont ceux d'hygiène et sécurité du soudeur et de l'atelier [25].

II.6.1. Polarité et intensité électriques

Le type de courant est un des premiers critères dans la réalisation d'une soudure. On peut en distinguer quatre :

- **Le courant continu à polarité directe** : l'électrode réfractaire est chargée négativement tandis que la pièce métallique est chargée positivement. C'est la configuration la plus courante où la cathode en tungstène émet des électrons accélérés vers la pièce métallique.
- **Le courant continu à polarité inverse** : l'électrode réfractaire est chargée positivement tandis que la pièce métallique est chargée négativement. Le métal émet des électrons vers le tungstène tandis que les particules lourdes sont accélérées vers le métal. Le bombardement de ces particules lourdes entraîne la rupture de la couche d'oxyde. Ce type de polarité a donc un effet décapant mais offre des soudures moins profondes qu'en polarité directe.
- **Le courant alternatif** : l'électrode réfractaire change alternativement de polarité ce qui permet d'allier les avantages des deux méthodes à courant continu : pénétration et décapage. Le courant imposé peut être sinusoïdal ou carré avec plus ou moins d'offset selon l'avantage recherché.

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

- **Le courant pulsé :** le courant passe d'une valeur haute à une valeur plus faible tout en gardant la même polarité. Dans certains cas, l'énergie fournie au métal est moins importante ce qui implique une réduction du stress résiduel, des distorsions et de la porosité.

Au-delà du type de courant, l'intensité (notée I) est un paramètre du procédé. En polarité continue directe, elle peut varier de quelques ampères à plus de 1000 A selon les configurations. En gardant les autres paramètres constants, il est logique que la puissance transférée à l'anode augmente avec le courant I . Les dimensions de la zone fondue sont alors modifiées. L'augmentation n'est cependant pas proportionnelle avec l'intensité à la largeur ou à la profondeur. Dans certains cas les forts courants sont plus adaptés pour l'assemblage de matériau épais mais peuvent être à l'origine de défauts (tels que des zones de porosité plus importantes).[24]

Au-delà du type de courant, l'intensité (notée I) est un paramètre du procédé. En polarité continue directe, elle peut varier de quelques ampères à plus de 1000 A selon les configurations. En gardant les autres paramètres constants, il est logique que la puissance transférée à l'anode augmente avec le courant I . Les dimensions de la zone fondue sont alors modifiées. L'augmentation n'est cependant pas proportionnelle avec l'intensité à la largeur ou à la profondeur. Dans certains cas les forts courants sont plus adaptés pour l'assemblage de matériau épais mais peuvent être à l'origine de défauts (tels que des zones de porosité plus importantes).[24]

II.6.2. Nature et forme de l'électrode réfractaire

La nature de l'électrode a un impact sur le procédé de soudage. Le tungstène est le composé majoritaire de l'électrode réfractaire. Cependant d'autres métaux peuvent être insérés en faible proportion (1 à 2 % de thorium ou quelques dixièmes de pourcent de zirconium). Par exemple, l'utilisation d'une électrode dopée au thorium en courant continu stabilise l'arc et

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

favorise son amorçage (en augmentant l'émission des électrons). De plus, elle permet une meilleure protection à la contamination.

Par ailleurs, plusieurs critères géométriques peuvent être déterminants :

- Le diamètre Φ compris entre 0,25 à 6,4 mm est fonction du courant imposé. Pour des courants continus de 150 et 200 A, un diamètre de 3,2 mm est commun.
- La forme de la partie émissive peut être pointue (souvent en courant continu) ou hémisphérique (en courant alternatif). L'électrode peut également être tronquée à certain diamètre Φt . Selon sa valeur, les forces et la distribution du courant ne sont pas les mêmes et donc influent sur la pénétration et l'étalement du bain. Par exemple, la pression au niveau de la partie émissive peut diminuer de moitié en passant d'une électrode pointue à une électrode tronquée à un diamètre de 2 mm.
- L'angle d'affûtage de la cathode ϕ qui peut varier de 180° (cathode plate) à moins de 10° . Sa valeur impacte la température maximale du plasma et le transfert d'énergie. Pour certaines configurations, une diminution de l'angle entraîne une diminution de la largeur du bain et une augmentation de la profondeur.

L'inclinaison typique de la torche par rapport au plan de soudage est de l'ordre de 60° à 75° .

La profondeur de la soudure semble plus grande lorsque la pièce métallique est à l'horizontal.[24]

II.6.3. Gaz inerte

Le gaz inerte joue deux rôles majeurs : un rôle plasmagène et un rôle de protection. Selon la nature du gaz, le plasma conduit plus ou moins le courant électrique et/ou l'énergie. Les propriétés du gaz ont donc un impact important sur le transfert de chaleur et la forme du bain. La distribution de la densité de courant est également modifiée. Par ailleurs, le gaz étant inerte, il isole les réactions d'oxydation et il empêche la contamination du bain métallique augmentant ainsi la qualité du soudage.

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

Le gaz le plus couramment utilisé est l'argon . Avec ce gaz, l'arc est stable et s'amorce facilement. Il offre un pouvoir protecteur important assurant une soudure propre. L'hélium permet quant à lui des soudures plus profondes et une augmentation de la vitesse de soudage. Il est également possible d'utiliser des mélanges de ces deux gaz pour combiner leurs avantages. Par exemple certains mélanges permettent une soudure profonde et un effet décapant . Des mélanges avec d'autres gaz sont également étudiés pour leurs qualités réductrices (H₂ ou N₂ par exemple).

Classiquement, les gaz purs ou les mélanges de gaz sont délivrés d'une façon continue. Une méthode alternative consiste à alterner l'apport des gaz purs. Les gaz ne sont pas mélangés mais délivrés un par un selon une fréquence définie par l'opérateur. Dans certaines configurations, cette méthode permet de réduire la distorsion tout en gardant une vitesse de soudage similaire.

Enfin, le débit de gaz et la forme de la buse sont importants. Les débits de gaz sont typiquement de l'ordre d'une dizaine de litres par minute. Pour des débits trop faibles, le gaz ne joue pas son rôle protecteur. Trop élevés, les débits créent des turbulences causant des instabilités et une inefficacité, là encore, du rôle protecteur. La géométrie de la buse (souvent en céramique) doit être adaptée aux contraintes opératoires de la soudure. Ainsi pour une soudure dans un chanfrein, une buse de petit diamètre est recommandée. Cependant le diamètre et la longueur de la buse doivent permettre au gaz de recouvrir le bain de fusion.[24]

II.6.4. Vitesse et distance inter-électrodes

La vitesse opératoire de soudage est un paramètre important. Intuitivement, on comprend que lorsque la vitesse est trop lente, l'apport d'énergie est trop important. La zone fondue est alors soit trop volumineuse, soit la pièce métallique est découpée. À l'inverse, une vitesse trop rapide occasionne des défauts comme les défauts de collage entre la zone fondue et le métal

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

de base (entraînant des fissures). Dans de nombreux cas, une vitesse supérieure implique une diminution des dimensions de la soudure .

La longueur de l'arc d (typiquement entre 1,5 à 5 mm) a de multiples impacts sur le bain. À intensité constante, la puissance injectée augmente avec la distance inter-électrodes. Le rendement défini comme le rapport de la puissance effectivement reçue par la pièce métallique et de la puissance injectée diminue. Dans de nombreuses situations (à intensité constante), une augmentation de la distance entre les électrodes diminue le transfert thermique et la profondeur de la soudure.[24]

II.7. Qualité et défauts de soudure

Le soudage est utilisé dans de nombreux secteurs industriels pour la confection ou la réparation d'assemblages de dimensions faibles (microsoudure dans les systèmes d'horlogerie ou d'informatiques), moyennes (automobiles, conserves alimentaires) ou grandes (aéronautique, ponts, canalisations...). Certains domaines sensibles nécessitent de maîtriser la confection des soudures de haute qualité et la détection des défauts.

La qualité d'une soudure (résistance, élasticité, pérennité, etc.) dépend de nombreux paramètres : la nature des matériaux, les conditions de réalisation de la soudure, les conditions de refroidissement et les contraintes (mécaniques, thermiques, environnementales, etc.) exercées sur la soudure. La soudure se doit d'être solide, étanche, pérenne et adaptée aux dimensions géométriques des pièces à souder.[24]

II.7.1. Les défauts d'une soudure

La qualité d'une soudure peut être altérée par plusieurs types de défauts :

Les défauts de forme sont les plus visibles. On y classe les déformations (dilatations, contractions, inclinaisons...) du métal de base sous l'influence de la montée en température. Des soufflures, des retassures, des surépaisseurs, des manques ou encore des excès de pénétration sont parfois présents dans la zone fondue. Les causes sont multiples, par exemple

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

: une vitesse de soudage trop élevée, un transfert d'énergie trop faible ou un mauvais angle de soudage.

Les fissures sont les plus communs des défauts de jointure et peuvent se retrouver dans toutes les zones métalliques. On distingue les fissures à chaud et les fissures à froid. Les premières apparaissent au moment de la solidification de la zone fondue par des jointures trop étroites, la présence d'impuretés ou une incompatibilité du métal d'apport. Les fissures à froid sont susceptibles d'apparaître plusieurs heures ou plusieurs jours après la soudure à cause d'un refroidissement trop rapide, de l'humidité de l'air, etc.

Les contaminations non désirées sont courantes. Des projections métalliques (sous forme d'éclaboussures) sont possibles à la surface du métal de base et du cordon en cours de formation. Les inclusions de coproduits de soudage ou de poussières augmentent la fragilisation du métal. Lorsque le champ de soudure n'est pas suffisamment protégé, le contact du métal en fusion avec des éléments actifs (tels que l'oxygène, le soufre ou encore le phosphore) entraîne des réactions chimiques dont certaines provoquent des précipités ou l'oxydation du matériau.[24]

II.7.2. Les méthodes de diagnostic de qualité

Afin d'éviter les défauts décrits, chaque étape du soudage doit faire l'objet de contrôle : avant (contrôle des matériaux et du positionnement), pendant et après le procédé. Les modalités de qualification sont nombreuses et font l'objet de normes internationales (comme la norme ISO 15614). On peut les séparer en deux grandes familles : les méthodes destructives et non destructives.

Les méthodes non destructives : Elles correspondent aux techniques ne portant pas atteinte à l'intégrité de la soudure. La première de ces méthodes est l'examen visuel. L'observation avec ou sans dispositif de grossissement informe sur les défauts de formes, les fissures et contaminations de la surface. Des dispositifs plus complexes permettent d'effectuer des essais

Chapitre 2: Procédé de soudage TIG

de résistance à la traction et au pliage ou des essais sur la dureté. Certaines méthodes sont basées sur l'émission d'ultrasons, de rayons X voir de rayons γ nécessitant dans certains cas de réaliser ces mesures en blockhaus (rendant l'opération onéreuse et impossible pour les grands assemblages).

Les méthodes destructives : Comme leur nom l'indique, ces méthodes ont l'inconvénient de détruire la soudure. Elles permettent cependant des études scientifiques en réalisant des essais destructifs mécaniques. Dans ce cas, les pièces sont volontairement découpées ou menées à leur point de rupture. Elles permettent également la qualification de prototypes ou de coupons témoins.[24]

II.8. Conclusion

Le soudage TIG est un procédé de haute précision, idéal pour réaliser des soudures propres et résistantes sur une grande variété de matériaux. Bien qu'il exige une certaine maîtrise, il reste indispensable dans les secteurs où la qualité d'assemblage est primordiale.

Chapitre 3

Méthodes expérimentales

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

III.1. Introduction

Dans le cadre de cette étude, une approche expérimentale rigoureuse a été mise en œuvre afin de caractériser le comportement du Zircaloy-4 soudé par TIG. L'objectif principal est d'évaluer l'influence des conditions de soudage sur les propriétés microstructurales et mécaniques de l'alliage. Pour ce faire, différentes étapes ont été suivies, allant de la préparation des échantillons à leur caractérisation approfondie par diverses techniques, incluant la microscopie optique, la diffraction des rayons X, la microscopie électronique à balayage (MEB), ainsi que les essais de microdureté et d'explosion hydraulique. Ces méthodes permettent d'obtenir une vision globale des effets induits par le procédé de soudage sur la structure et le comportement du matériau.

III.2. Matériaux

Le Zircaloy-4 est utilisé sous forme de barres ($\varnothing$ 14 mm) pour les bouchons, et de tubes ($\varnothing$ ext. 13.4 ± 0.3 mm ; $\varnothing$ int. 12.3 mm) pour les gaines (Figure III. 1).



Figure III. 1: Les bouchons utilisés pour le soudage TIG à gauche, et le tube en zircaloy-4 à droite.

Afin de vérifier la composition chimique de l'alliage utilisé dans notre étude, nous avons réalisé une analyse élémentaire à l'aide du spectromètre Thermo Scientific Niton XRF Analyzer, un analyseur portable basé sur la fluorescence des rayons X (Figure .2). Cette technique non destructive permet une identification rapide et précise des éléments présents dans le matériau.

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau ci-dessous et comparés aux données fournies par le certificat du fournisseur, conformément à la norme ASTM B353– Grade R60804 (Zircaloy-4).



Figure III. 2: Thermo Scientific Niton XRF Analyzer à gauche et l'interface du logiciel à droite

Tableau III. 1: Composition en % massique de l'alliage de l'étude Zircaloy4.

Eléments %	Sn	Fe	Cr	V	Zr	O	H	C	N	Hf
ASTM B353	1.2 – 1.7	0.19 – 0.24	0.07- 0.13	/	97.91	≤ 0.16	≤ 0.005	≤ 0.027	≤ 0.025	≤ 0.02
Thermo Scientific Niton XRF	1.54	0.142	0.231	0.228	97.79	0	0	0	0	0

- Une concentration en chrome de 0,231 % a été relevée, dépassant ainsi la limite maximale définie par la norme ASTM B353, qui est de 0,13 %. Cette valeur anormalement élevée pourrait s'expliquer par une hétérogénéité locale du matériau ou par les limites de précision liées à la méthode d'analyse XRF employée.
- D'autre part, la présence de vanadium, mesurée à environ 0,228 % en masse, représente également une anomalie notable, car cet élément ne fait pas partie de la

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

composition habituelle du Zircaloy-4. Cette détection pourrait révéler soit une contamination accidentelle, soit une variation entre différents lots de matières premières.

III.3. Préparation des Échantillons

III.3.1. Découpage des gaines

Les éprouvettes de soudage ont été réalisées à partir de gaines de 50 cm de long, découpées en segments de 5 à 10 cm. Cette découpe a été effectuée à l'aide d'une micro-tronçonneuse MECATOME T330, permettant d'obtenir des coupes nettes, droites et bien perpendiculaires.

Concernant les bouchons, ceux-ci sont usinés à partir de barres métalliques de 14 mm de diamètre.

Les éprouvettes ainsi préparés doivent ensuite être assemblés de façon hermétique avec les bouchons usinés, afin d'assurer l'étanchéité nécessaire aux essais de soudage.

III.3.2. Nettoyage des tubes et des bouchons

Le nettoyage préalable des tubes est une étape indispensable pour éliminer les résidus de graisse et autres impuretés pouvant nuire à la qualité de la soudure.

Dans le cadre de la procédure de soudage TIG, les tubes ainsi que les bouchons sont immergés dans un bécher contenant de l'acétone, puis soigneusement séchés à l'aide d'un papier absorbant propre. Ce nettoyage méticuleux est crucial pour garantir une soudure propre, solide et durable.

Une fois cette étape terminée, la préparation des pièces est considérée comme achevée, et l'on peut alors passer à la phase suivante : le soudage TIG.

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

III.4. Soudage TIG

III.4.1. Poste de soudage

Pour souder l'assemblage bouchon-gaine, une machine spécifique appelée « Soudage TIG Automatique ». Elle se compose de plusieurs éléments clés : un système vide-gaz pour la mise sous vide et l'injection de gaz inerte, un moteur de rotation pour faire tourner l'échantillon, un dispositif de maintien, une chambre de soudage, un chargeur de bouchons, un système pneumatique, un système de commande, une alimentation en gaz inerte, et enfin, le système de soudage proprement dit.

Confidentiel

Figure III. 3: Equipement de Soudage TIG Automatique.

Confidentiel

Figure III. 4: Chambre de soudage .

III.4.2. Paramètres de soudage TIG

Afin de garantir une soudure de qualité entre le bouchon et la gaine, plusieurs paramètres doivent être rigoureusement contrôlés lors du soudage TIG. Ces paramètres influencent directement la stabilité de l'arc, la pénétration du métal fondu ainsi que la solidité de la jonction. Voici les principales données techniques utilisées dans notre procédure :

- **Intensité du courant (I) :** plus le courant est élevé, plus la pénétration est profonde.
- **Type de courant (AC ou DC).**
- **Gaz de protection:** nous avons utilisé de l'argon.
- **La longueur d'arc:** environ 1mm
- **L'électrode en tungstène** théorie à 2% de diamètre 2.4mm.
- **Le vide :** 0.04 mbar

L'intensité de courant et la vitesse de soudage sont déterminées par les relations:

$$I = VQ/U$$

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

Donc l'intensité de courant est liée directement à la vitesse de rotation du tube et la quantité de chaleur nécessaire pour fusionner la jonction tube-bouchon.

Tableau III. 2: Les différents paramètres appliqués aux soudures réalisées.

N° numéro de l'éprouvette	01	02	03	04	05	06
I(A)	25	30	30	30	25	20
tr(s)	10	7	8.5	7.5	8	7
V(mm /s)	4.04	5.65	5.05	5.25	5.05	5.65

Avec : I : Intensité du courant (A)

tr : Temps de rotation (s)

V : Vitesse linéaire de rotation du tube (mm /s)

$$V = 2\pi r f; f = 1/t_r; r : \text{rayon du tube en mm}$$

III.5. Caractérisation microstructurale

III.5.1. Préparation Métallographique

III.5.1.1. Découpage

Des coupes axiales ont été réalisées à l'aide d'une micro-tronçonneuse équipée d'une lame diamantée, sur l'ensemble des échantillons soudés par TIG. Cette étape permet de préparer les échantillons pour l'analyse métallographique.

III.5.1.2. Enrobage

L'enrobage à froid a été privilégié pour préparer les échantillons destinés à l'analyse au microscope optique. Une résine a été mélangée avec un durcisseur, puis la solution obtenue a été versée dans des moules contenant les échantillons.

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

Pour les échantillons destinés à la microscopie électronique à balayage (MEB), l'analyse a été réalisée sans enrobage, en raison de l'absence de résine conductrice nécessaire à ce type d'observation.



Figure III. 5: Echantillon enrobé

III.5.1.3 Polissage

Les échantillons enrobés ont été polis mécaniquement afin d'obtenir une surface plane, exempte de rayures, propice à l'observation au microscope optique.

Le polissage a débuté par l'utilisation de papiers abrasifs à granulométrie décroissante (180, 240, 400, 600, 1000, 1200 jusqu'à 4000). Ensuite, un polissage de finition a été effectué à l'aide d'un tissu en feutre et de pâtes diamantées de granulométrie 3 μm puis 1 μm , permettant d'obtenir une surface miroir adaptée à l'attaque chimique et à l'observation microscopique.



Figure III. 6: Polisseuse mécanique.

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

III.5.1.4 Attaque chimique

Avant l'observation au microscope optique, les échantillons enrobés ont été soumis à une attaque chimique afin de révéler la microstructure du matériau. La solution utilisée pour cette étape est composée de 3 % d'acide fluorhydrique (HF), 47 % d'acide nitrique (HNO_3) et 50 % d'eau distillée. Cette solution permet de faire ressortir les contrastes métallographiques.

III.5.2. Microscopie Optique (MO)

Toutes les micrographies et les macrographies ont été réalisées à l'aide d'un microscope optique Carl Zeiss, modèle Axio Tech 100. Cet appareil est connecté à un ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition, permettant à la fois le transfert et le traitement des images obtenues.

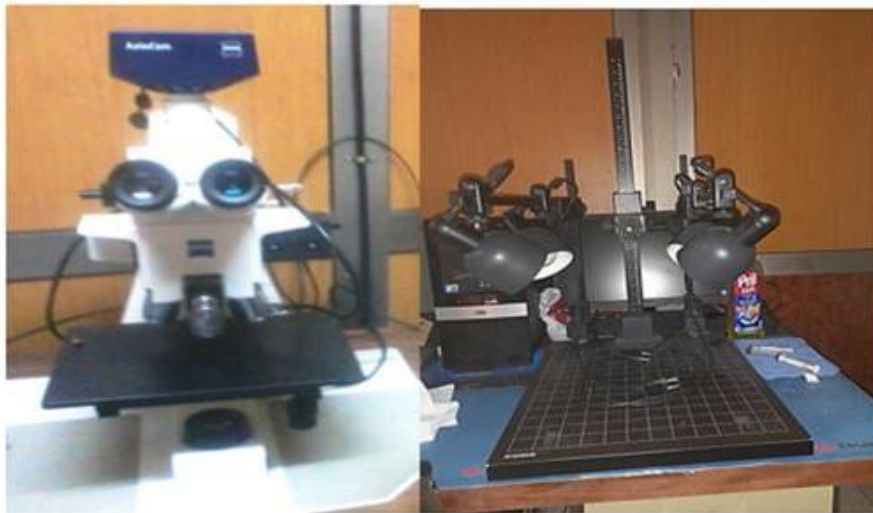


Figure III. 7: Photo du Microscope Optique et du dispositif d'éclairage

III.5.3. Réalisation de la macrographie

L'examen macrographique nous a permis de révéler les différentes zones du cordon de soudure (ZF, ZAT, MB) à travers une coupe transversale de l'éprouvette soudée. Pour cela, nous avons utilisé deux (02) réactifs chimiques, il s'agit bien des réactifs HF à 40% et l'eau régale composée d'un volume d'eau distillée, un volume d'acide nitrique HNO_3 (69%) et deux volumes d'acide chlorhydrique HCl ($\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$). Ces solutions d'attaques

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

chimiques sont appliquées sur la surface des échantillons pour mettre en évidence les hétérogénéités du contraste liées aux propriétés physiques et chimiques de la structure attaquée pendant un temps de révélation de 2 minutes.

III.5.4 Caractérisation par Diffraction des Rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X permet d'obtenir des informations qualitatives et quantitatives essentielles pour identifier les différentes phases présentes dans le Zircaloy-4 soudé par TIG.

Cette technique fournit également des données sur les structures cristallines, les paramètres de maille, la taille des cristallites, ainsi que sur la densité de dislocations.

Les analyses par diffraction des rayons X ont été enregistrés avec un diffractomètre de poudre PHILIPS X'PERT PRO MPD « Multipurpose Powder Diffraction », figure III.8, équipé d'un goniomètre Bragg-Brentano en mode ($\theta - \theta$) de rayon 240 mm, avec une résolution normale de 0.01° . Le diffractomètre est muni d'une source de cuivre émettant des rayons X d'une longueur d'onde $\text{CuK}\alpha = 1,540598 \text{ \AA}$ avec une tension d'accélération de 30 kV et un courant de 40 mA.

L'ensemble des spectres de diffraction ont été enregistrés dans un domaine angulaire (2θ) allant de 20° à 100° avec un incrément de 0.02° et un temps d'acquisition de 350 secondes pour chaque incrément.

L'identification des différentes phases est réalisée par comparaison de l'échantillon analysé avec les entrées de la base de données PFD-4 (Powder Diffraction File) version 2018 de l'organisme américain ICDD (International Centre for Data Diffraction) implémentée dans le logiciel X'PertHighScore Plus de PANalytical.



Figure III. 8: Diffractomètre à poudre PHILIPS X'PERT PRO MPD

III.5.5. Caractérisation par Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

L'examen microstructural ainsi que l'analyse physico-chimique des surfaces des échantillons ont été effectués à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) de type ZEISS Gemini SEM 300, illustré en figure III.9. Cet équipement est couplé à un système de microanalyse par spectrométrie à dispersion d'énergie des rayons X (EDS), permettant d'identifier la composition élémentaire des zones analysées.



Figure III. 9: Microscope électronique à balayages ZEISS Gemini SEM 300

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

III.6. Caractérisation mécanique

Dans le cadre de cette étude, deux méthodes ont été mises en œuvre : le test de microdureté Vickers, permettant de mesurer la résistance locale à la déformation plastique, et l'essai d'explosion hydraulique, utilisé pour évaluer la capacité du matériau à résister à une pression interne, notamment dans le cas des gaines en Zircaloy-4 utilisées dans les applications nucléaires.

III.6.1. Microdureté Vickers

L'essai de dureté est l'un des moyens couramment utilisés pour caractériser les propriétés mécaniques d'un matériau, notamment sa résistance à la déformation plastique localisée.

Les mesures de microdureté ont été réalisées au laboratoire des essais mécaniques et de soudage du Centre de Recherche Nucléaire de Draria, à l'aide d'un microduromètre Vickers de marque MHT-10 Paar Physica.

L'essai repose sur l'utilisation d'un pénétrateur en forme de pyramide à base carrée. Sous l'effet d'une charge appliquée, ce dernier imprime une empreinte sur la surface du matériau. La dureté Vickers (HV) est alors déterminée en divisant la force appliquée par la surface de l'empreinte laissée, selon la formule : $HV = F/S$

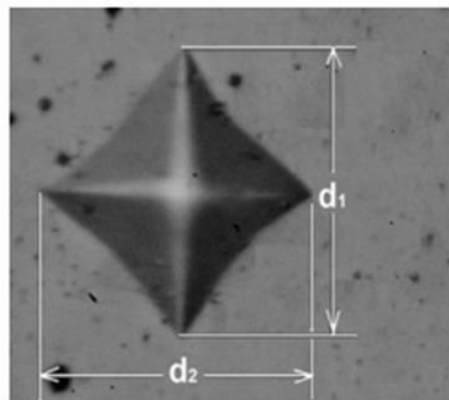


Figure III. 10: Microduromètre semi-automatique à gauche et Exemple d'une empreinte de la Micro-dureté à droite

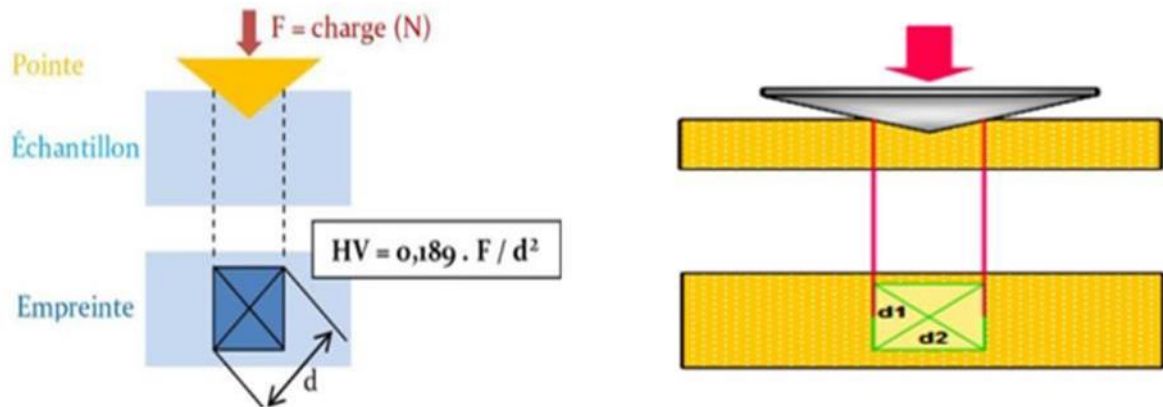


Figure III. 11: Principe de l'essai Micro-dureté Vickers.

III.6.2. Essai d'explosion

III.6.2.1. Epreuve

Elle est prélevée d'une gaine en Zircaloy-4 avec une longueur de 150 mm, et sera évasée aux deux extrémités après insertion de deux bagues et deux écrous, pour la fermeture étanche d'une extrémité et pour la fixation de l'autre extrémité au dispositif porte échantillon relié au circuit de pression.

Avant cette opération les dimensions de l'éprouvette sont mesurées en différents points avec précision pour le calcul de la contrainte et les déformations après l'essai.



Figure III. 12: Epreuve d'explosion et la forme collerette évasée

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

III.6.2.2. L'essai d'explosion hydraulique

On commence par calibrer la vitesse de pressurisation dans le système avec une éprouvette et en même temps le calibrage de l'enregistreur (fixer l'échelle de la pression sur le papier de l'enregistreur ex : 10 division 50 bars) utiliser le courant = a 10 mA .Lors de ce calibrage la vitesse de pressurisation sera fixée a l'aide du potentiomètre du variateur de vitesse et la vitesse d'avancement du papier de l'enregistreur (ex : 2 cm min).Après cette opération fixer l'éprouvette et réaliser la purge du circuit ,donner une pression initiale de 150-200 bars a l'aide de la pompe manuelle puis continuer a augmenter la pression dans l'éprouvette a l'aide de la pompe a vis a 140 ± 15 bars. (ASTM B.353)

- **Calcul de la contrainte d'explosion :**

Elle est calculée comme suit: $\sigma_t = P \times D_i / 20t$ Mpa .

- **Calcul de la déformation circonférentielle :**

Elle est calculée comme suit: $\delta = (P_r - P_i) / P_i \times 10$

Confidentiel

Figure III. 13: l'équipement de l'essai d'explosion .

Chapitre 3: Méthodes expérimentales

III.7. Conclusion

Les méthodes expérimentales mises en œuvre dans cette étude ont permis de conduire une investigation approfondie du comportement du Zircaloy-4 soudé par TIG. De la préparation soignée des échantillons aux différentes techniques de caractérisation, chaque phase a contribué à une meilleure compréhension des effets du soudage sur la microstructure et les propriétés mécaniques du matériau.

Chapitre 4

Résultats et Discussions

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

IV.1. Introduction

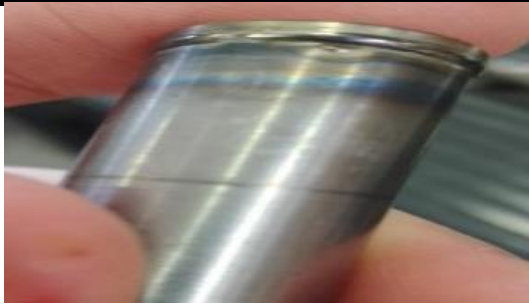
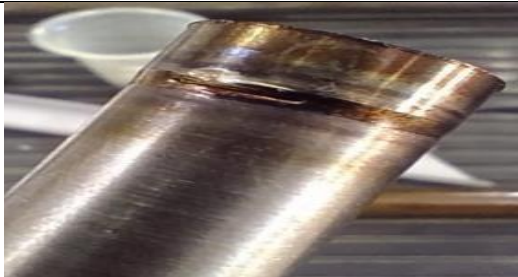
L'analyse des soudures obtenues par procédé TIG (Tungsten Inert Gas) sur le Zircaloy-4 est essentielle pour évaluer la qualité de l'assemblage gaine-bouchon, couramment utilisé dans les applications nucléaires. Deux niveaux d'observation ont été utilisés : la macrographie pour étudier la morphologie globale de la soudure, et la micrographie pour caractériser la structure interne du matériau soudé. Ces observations permettent d'identifier les zones affectées thermiquement, de comprendre l'évolution microstructurale sous l'effet de la chaleur, et d'interpréter les variations mécaniques observées (dureté, résistance à l'éclatement).

IV.2. Contrôle visuel

Le tableau suivant représente les résultats obtenus par soudage d'assemblage gaine – bouchon par différentes paramètres.

n°	I(A)	t _r (s)	V(mm /s)	observation
	25	10	4.04	Cordon incomplet, la soudure ne couvre pas bien toute la zone à souder
	30	7	5.65	Cratère en fin de cordon (trou circulaire)
	30	8.5	5.05	Bonne soudure

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

	30	7.5	5.25	On observe une surépaisseur visible du cordon
	25	8	5.05	Bonne soudure
	20	7	5.65	Mauvaise soudure à cause de l'état de l'interface gaine-bouchon (défaut de fabrication du tube et du bouchon)

Cordon incomplet :

Cause probable sont :

- Courant de soudage insuffisant
- Vitesse de soudage trop élevée
- Absence ou manque d'apport de métal (si utilisé)
- Longueur d'arc excessive

Remède :

- Augmenter légèrement l'intensité pour assurer une fusion complète
- Réduire la vitesse d'avance pour permettre un dépôt régulier
- Réduire la distance entre électrode et pièce
- Ajouter l'apport correctement et régulièrement

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

Cratère :

Cause probable sont:

- Ajouter l'apport correctement et régulièrement
- Refroidissement trop rapide à l'arrêt
- Absence de séquence de fin adaptée (sans temporisation)
- Position de soudage défavorable

Remède :

- Adapter la position de la pièce ou de la torche pour bien finir le cordon
- Programmer une séquence de fin (descente de courant et maintien gaz)
- Utiliser une fonction de (post-gaz) pour maintenir l'inertage pendant le refroidissement

surépaisseur du cordon :

Cause probable sont:

- Vitesse de soudage trop lente
- Débit ou diamètre de métal d'apport trop élevé
- Courant de soudage trop faible (fusion insuffisante du métal d'apport)

Remède :

- Augmenter la vitesse d'avance pour limiter l'accumulation de métal
- Réduire le diamètre de la baguette et ajuster le débit d'apport
- Augmenter légèrement l'intensité pour assurer une meilleure fusion

IV.3. Caractérisation Macrographique

Après la préparation métallographie de l'échantillon, nous avons réalisé une observation macrographique sur la coupe transversale de l'assemblage gaine - bouchon. Cette observation nous a permis de visualiser la forme de la soudure et d'évaluer sa qualité générale.

Lors de l'observation macrographique, nous distinguons trois zones différentes :

- ↳ Le métal de base (MB).

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

↳ La zone affectée thermiquement (ZAT).

↳ La zone fondue (ZF).

Chacune de ces zones présente des particularités propres.

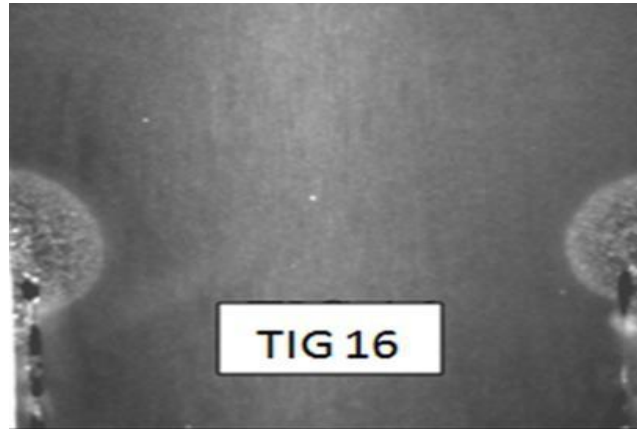


Figure IV. 1: L'observation macrographique de l'échantillon.

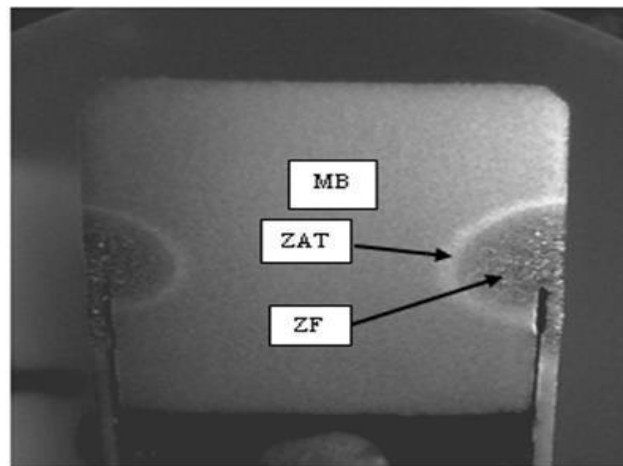


Figure IV. 2: L'observation macrographique d'un autre échantillon.

Les deux figures représentent l'observation macrographie de deux échantillons différents avec différents paramètres de soudage où l'on observe la différence dans la taille des zones ZAT et ZF et cela est dû à la relation de l'apport calorifique Q .

$$Q = IU \div V$$

Où:

Q: Apport calorifique par unité de longueur (J/mm ou kJ/mm)

I: Intensité du courant (A)

U: Tension d'arc (V)

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

V: Vitesse de soudage (mm/s)

La relation montre que l'apport thermique (et donc la taille de ZF et ZAT) augmente avec l'intensité et la tension, et diminue avec la vitesse de soudage. Un bon contrôle de ces paramètres est essentiel pour obtenir une soudure de qualité avec des zones affectées bien maîtrisées.

Augmentation de l'intensité du courant → Augmentation de la puissance de soudage (car) → Plus de chaleur transmise au matériau → Plus de matière fondue (ZF plus grande) → Propagation de chaleur plus importante dans le matériau (ZAT plus étendue).

IV.4. Caractérisation microstructurale

IV.4.1 Micrographique Optique

La microscopie optique nous a permis de voir des zones que l'on ne voit pas en macrographie. Elle nous aide aussi à connaître la taille des grains, leur forme et à comprendre comment la chaleur du soudage TIG change la structure du métal.

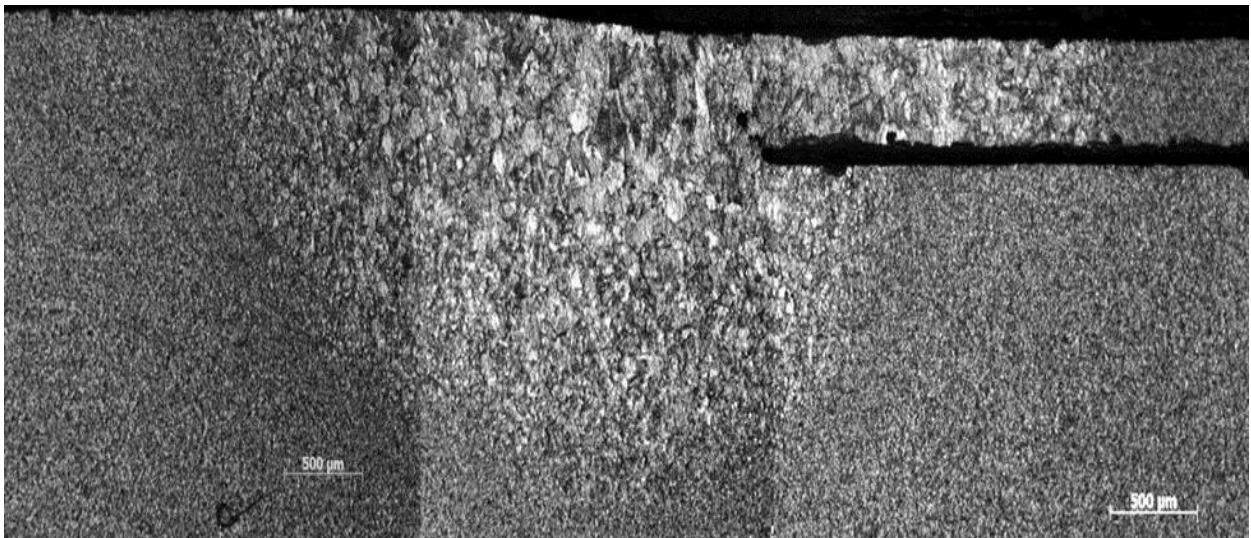


Figure IV. 3: Micrographie transversale d'un assemblage gaine-bouchon en Zircaloy-4 soudé par TIG.

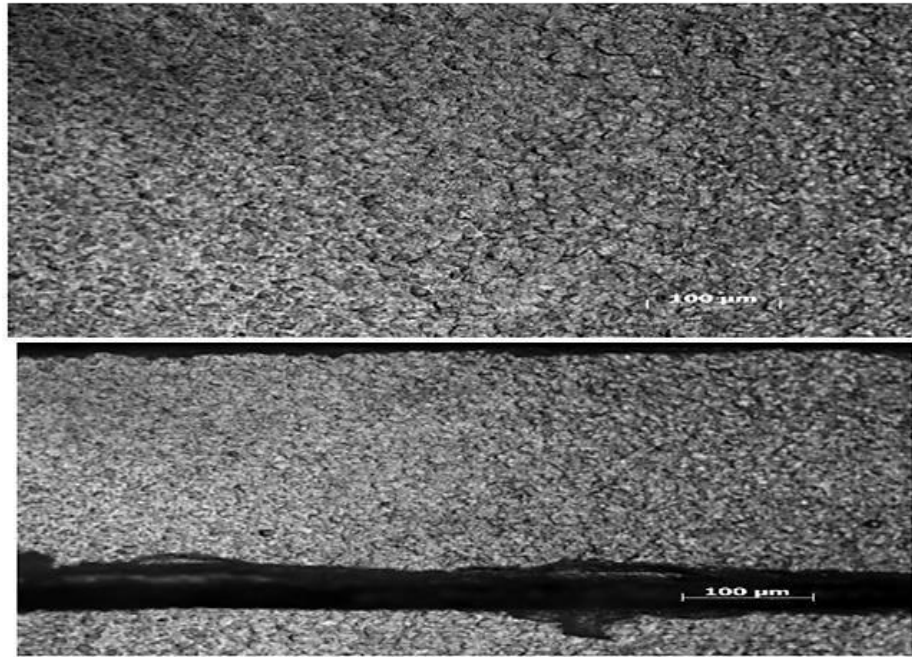


Figure IV. 4: Microstructure du métal de base du bouchon et de la gaine.

La figure ci-dessus représente micrographie transversale d'un assemblage gaine-bouchon en Zircaloy-4 soudé par TIG, et on distingue bien plusieurs zones microstructurales.

- ↪ La gaine présente des grains très fins et allongés dans une seule direction, en raison du laminage (un procédé de fabrication qui déforme le métal pour lui donner une forme tubulaire).
- ↪ Le bouchon, montre des grains plus gros et de forme régulière, car il n'a pas subi le même traitement mécanique.

Cette différence de taille des grains entre la gaine et le bouchon se reflète également dans les résultats de microdureté. En effet, la gaine, qui présente des grains très fins et allongés, montre une microdureté plus élevée. À l'inverse, le bouchon, avec ses grains plus gros et équiaxes, présente une microdureté plus faible. Cette variation s'explique par la loi de Hall- Petch, qui établit que plus les grains sont petits, plus le matériau est dur et résistant.

$$\sigma_c = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$$

σ_c : Limite d'élasticité (résistance mécanique)

σ_0 : résistance de base du matériau

k : constante du matériau

d : taille moyenne des grains

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

- ✓ plus d est petit, plus σ_c est grand $\rightarrow$ le métal est plus résistant

Quand on soude un métal, la chaleur ne reste pas seulement là où le métal fond. Elle se diffuse aussi autour, et selon la température atteinte, elle change la structure du métal dans plusieurs zones différentes.

Zone sub-critique (450–810 °C) :

- Pas de changement de phase. On peut avoir du revenu ou de la recristallisation.
- Les grains de la gaine deviennent un peu plus gros. Ceux du bouchon deviennent plus fins.

Zone intercritique (810–980 °C) :

- Transformation partielle du métal (α vers β et retour).
- Formation de la structure Widmanstätten, avec des lamelles fines.

Zone de surchauffe (près du métal fondu) :

- Les grains deviennent très gros.
- Selon la présence de certaines particules, on observe soit une structure en panier tressé, soit des lamelles parallèles.

Zone fondue (centre de la soudure) :

- Le métal a complètement fondu puis s'est solidifié.
- On trouve des grains très gros et allongés. La structure est souvent colonnaire ou dendritique, avec aussi des lamelles Widmanstätten.

structures de Widmanstätten :

Les structures de Widmanstätten se forment par la croissance de nouvelles phases dans les joints de grains des métaux parents, augmentant généralement la dureté et la fragilité du métal. Elles résultent de la précipitation d'une phase monocristalline en deux phases distinctes.



Figure IV. 5: Structures de Widmanstätten

IV.4.2. Caractérisation par MEB

La figure IV.6 révèle une microstructure homogène et orientée, typique d'un Zircaloy-4 dans son état laminé ou recristallisé. Cette zone ne présente pas d'altérations thermiques ou mécaniques importantes.

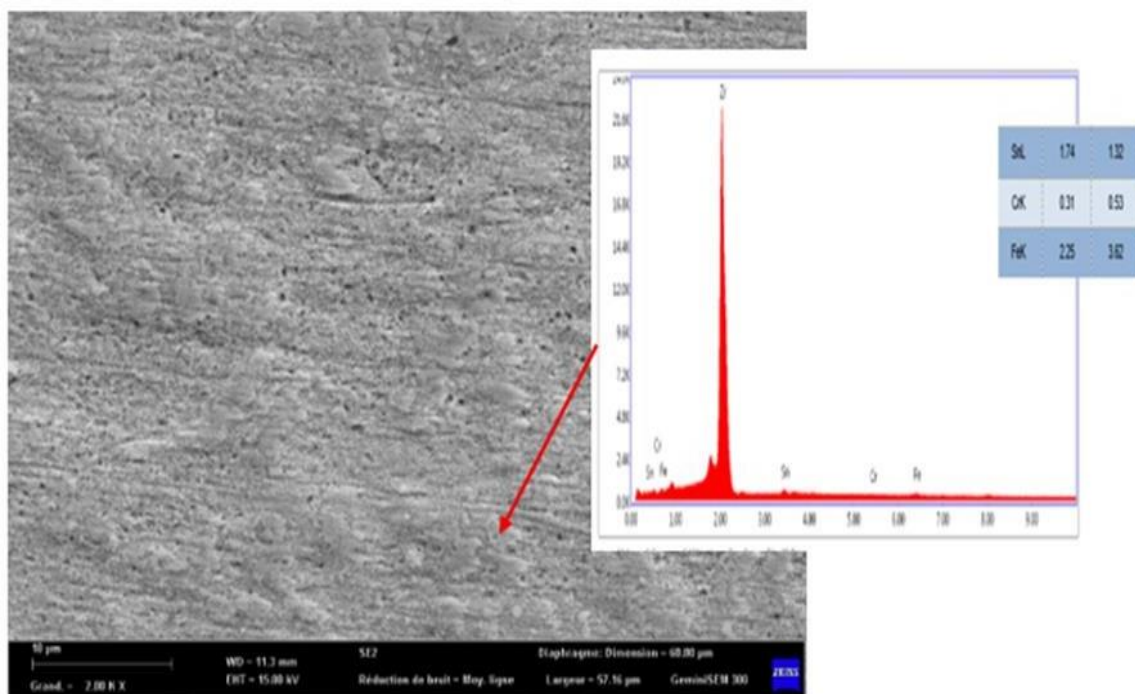


Figure IV. 6: Micrographie par MEB du métal de base et Analyse EDS d'un intermétallique

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

L'analyse EDS met en évidence la présence des éléments d'alliage caractéristiques du Zircaloy-4 (Zr, Sn, Fe, Cr), tout en révélant des teneurs localement élevées en fer et en chrome. Cette anomalie peut s'expliquer par la présence d'un précipité intermétallique de type $(Fe, Cr)_2Zr$, couramment observé dans ce type d'alliage. Ces précipités, généralement fins et dispersés dans la matrice α -Zr, peuvent être localement détectés par EDS lorsque le volume analysé recoupe précisément l'un d'entre eux. Cette observation est donc cohérente avec la microstructure typique du Zircaloy-4.

La figure suivante semble représenter une structure de Widmanstätten, apparue suite à un refroidissement relativement lent depuis la phase β , ce qui est compatible avec un traitement thermique ou une zone thermiquement affectée lors du soudage TIG. La présence de cette structure indique une modification locale de la microstructure, qui pourrait avoir un impact sur les propriétés mécaniques et la tenue en service du matériau.

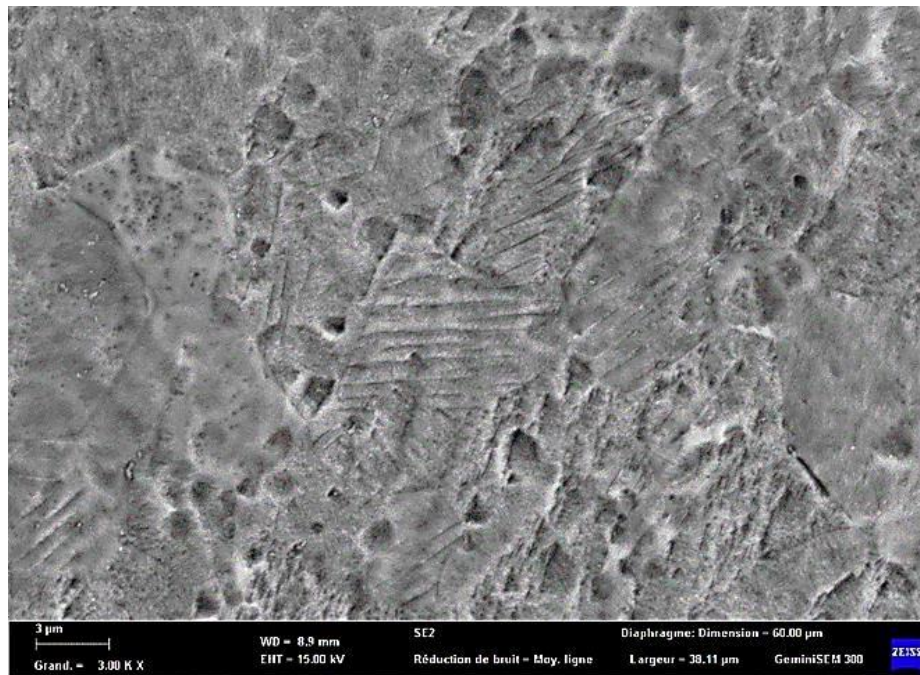


Figure IV. 7: Observation MEB à 3000x de la ZAT

IV.4.3. Caractérisation par DRX

L'analyse diffractométrique révèle une prédominance marquée de la phase zirconium (Zr), comme en témoignent les pics d'intensité élevée annotés « Zr », notamment situés aux alentours de $2\theta \approx 35^\circ$ et $2\theta \approx 37^\circ$. Ces réflexions cristallographiques traduisent la forte cristallinité de la matrice à base de zirconium, confirmant que cette phase constitue le composant principal de l'échantillon. Par ailleurs, plusieurs pics de plus faible intensité sont identifiés comme appartenant à une phase intermédiaire de type $(Fe, Cr)_2Zr$, localisée à des

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

positions spécifiques (notamment vers $2\theta \approx 38^\circ$, 50° , 70° et 80°). Cette phase, généralement classée parmi les composés de type Laves, suggère une précipitation secondaire d'éléments d'alliage tels que le fer et le chrome au sein de la matrice. L'intensité relativement faible de ces pics indique que ces phases sont présentes en proportion minoritaire. L'absence de réflexions supplémentaires significatives dans le spectre suggère que l'échantillon ne contient pas d'autres phases cristallines détectables en quantité notable.

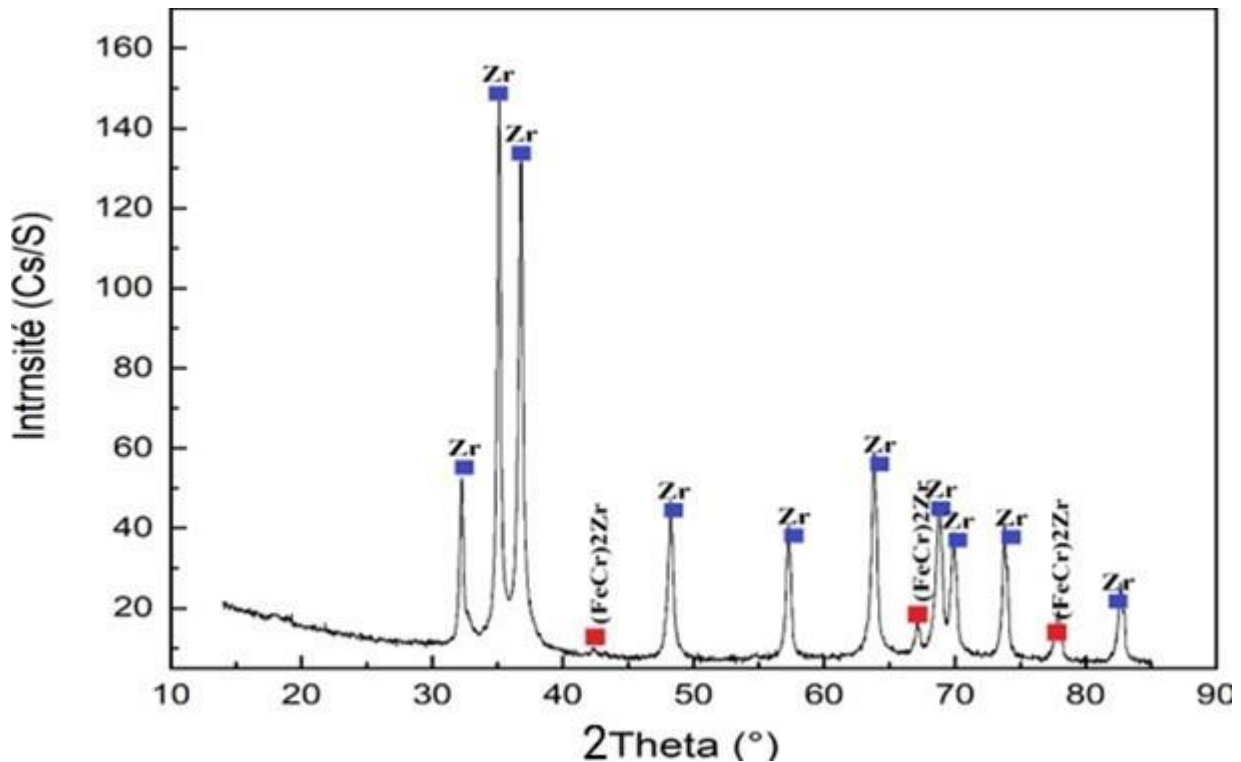


Figure IV. 8: Diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage Zircaloy-4

IV.5. Caractérisation mécanique

IV.5.1. Profil de microdureté

La courbe de microdureté en fonction de la distance montre une variation progressive et structurée des valeurs, traduisant l'évolution des microstructures à travers la zone soudée entre le bouchon et la gaine. Ce profil permet de distinguer plusieurs zones caractéristiques, allant de la partie affectée thermiquement à la zone centrale du cordon de soudure, et jusqu'au métal de base. Voici l'interprétation par zones :

Zone 1 (6000 – 7200 μm) : Métal de base côté bouchon :

Cette zone est caractérisée par les plus faibles valeurs de microdureté, en moyenne autour de 174 Hv. Cette dureté relativement basse s'explique par le procédé d'usinage utilisé pour le bouchon, qui n'engendre pas de déformation plastique significative ni d'écrouissage. La structure reste inchangée et faiblement sollicitée thermiquement.

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

Zone 2 (4500 – 6000 μm) – Zone affectée thermiquement (ZAT) côté bouchon :

On observe une légère augmentation de la microdureté dans cette zone, atteignant environ 206 Hv en moyenne. Cette élévation est attribuée au phénomène de recristallisation induite par l'échauffement, conduisant à un affinement partiel des grains et une homogénéisation des contraintes internes.

Zone 3 (2000 – 4500 μm) – Zone de transition :

Dans cette région, la microdureté continue de croître progressivement jusqu'à une moyenne de 230–250 Hv, tant sur la gaine que sur le bouchon. Cette hausse est associée à des transformations de phase partielle ($\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$) induites par la température atteinte pendant le soudage. La présence transitoire de phase β , plus dure que la phase α , justifie cette augmentation.

Zone 4 (800 – 2000 μm) – Cœur du cordon de soudure :

C'est la zone où les valeurs de microdureté sont les plus élevées, dépassant localement 300 Hv, avec une moyenne de 271–290 Hv. Cette dureté maximale est due à une transformation de phase complète ($\alpha \rightarrow \beta$) suivie d'un retour vers une structure en lamelles parallèles lors du refroidissement rapide. Ce type de microstructure est plus dur que la structure en panier tressé.

Zone 5 (0 – 800 μm) – Métal de base côté gaine :

Dans cette dernière zone, la microdureté chute légèrement mais reste plus élevée qu'au niveau du bouchon, avec une moyenne de 233 Hv. Cela s'explique par la nature du métal de base de la gaine, obtenu par laminage, ce qui provoque un écrouissage et une augmentation de la dureté initiale.

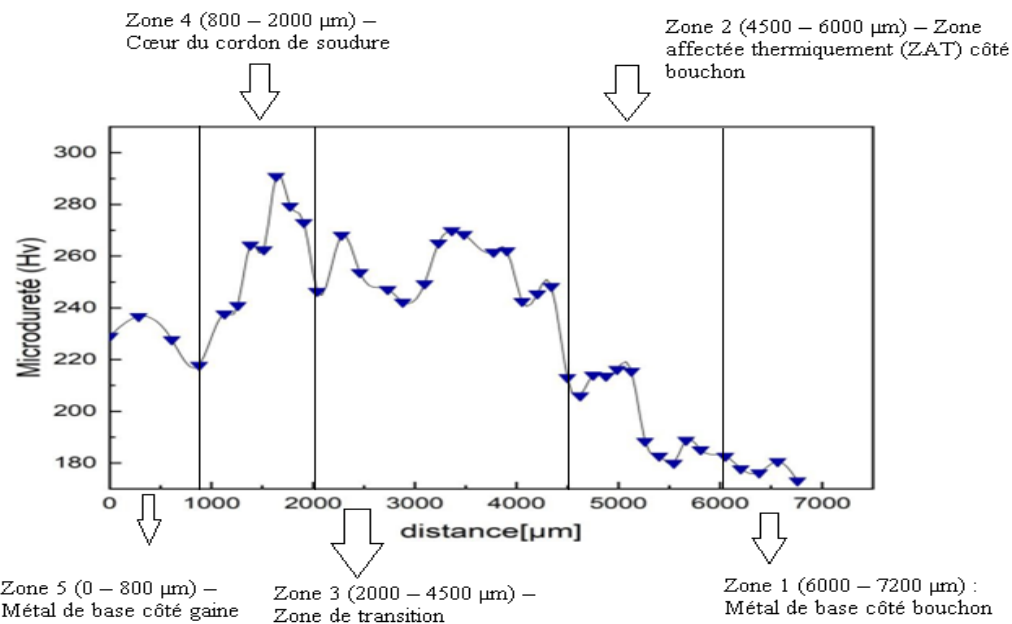


Figure IV. 9: Profil de microdureté d'une éprouvette de soudage TIG

IV.5.2. Essai d'explosion

La courbe de contrainte d'explosion met en évidence le comportement mécanique d'un tube soumis à une pression interne croissante jusqu'à la rupture. Elle présente d'abord une phase de montée progressive de la contrainte, atteignant un plateau autour de 420–430 MPa, traduisant une mise en pression continue et un fluage stabilisé du matériau. Cette phase est suivie d'une chute brutale de la contrainte, marquant la rupture soudaine du tube. L'examen visuel de l'éprouvette après explosion révèle une fissure longitudinale franche, caractéristique d'une rupture ductile par dépassement des contraintes circonférentielles maximales. La fissure s'est propagée selon l'axe du tube, perpendiculairement aux contraintes principales, indiquant que le matériau a subi une déformation plastique importante avant rupture. Ce type de comportement est typique des matériaux métalliques sous pression interne, où l'amincissement progressif des parois et l'accumulation de dommages conduisent à une instabilité mécanique localisée, sans fragmentation violente.

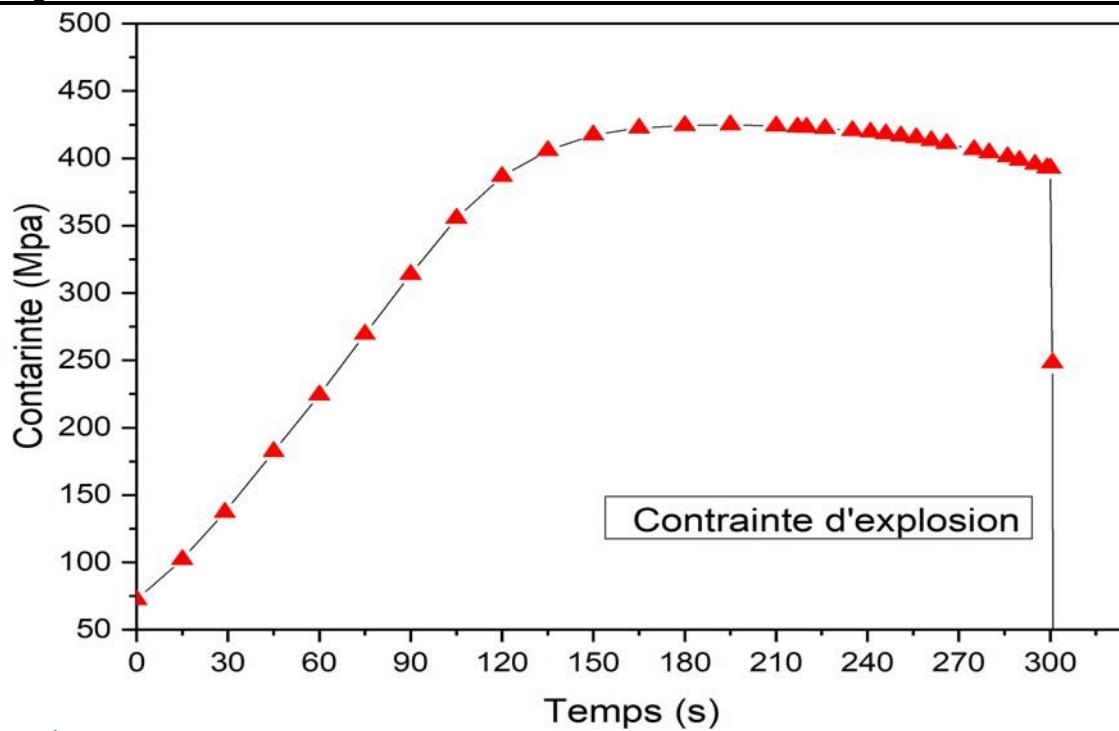


Figure IV. 10: Évolution de la contrainte en fonction du temps lors de l'essai d'explosion

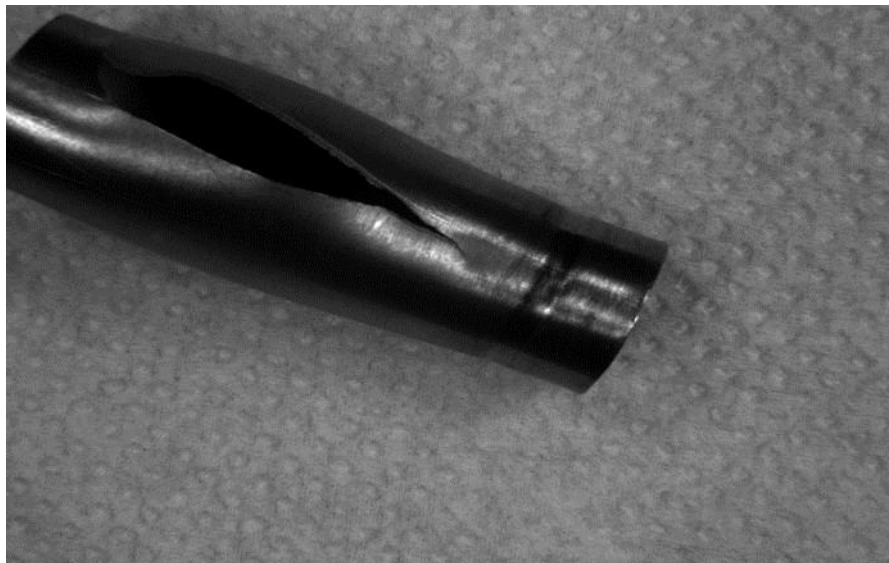


Figure IV. 11: Morphologie de l'éprouvette après explosion

IV.6. Conclusion

L'ensemble des caractérisations réalisées sur les assemblages gaine-bouchon en Zircaloy-4 soudés par procédé TIG met en évidence l'influence significative des paramètres de soudage sur la qualité métallurgique et mécanique des soudures. L'analyse macrographique a permis de distinguer les différentes zones affectées par la chaleur, dont la taille varie en fonction de l'apport thermique. La micrographie optique et électronique a révélé une évolution marquée des microstructures, allant de grains fins dans le métal de base à des structures colonnaires ou

Chapitre 4 : Résultats et Discussions

dendritiques dans la zone fondue, accompagnées localement de formations de Widmanstätten. Les résultats de microdureté confirment cette hétérogénéité microstructurale, avec une dureté maximale observée au cœur du cordon de soudure, et des variations significatives entre la gaine et le bouchon. Enfin, l'essai d'explosion a démontré une bonne tenue mécanique globale de l'assemblage, avec un comportement ductile jusqu'à la rupture. Ces résultats confirment l'importance d'un contrôle précis des conditions de soudage pour garantir des performances optimales dans des applications nucléaires critiques

Conclusion générale et Perspectives

Conclusion Générale

Conclusion Générale

L'intégrité des assemblages combustibles constitue un pilier fondamental de la sûreté nucléaire, en particulier dans les réacteurs de type CANDU, où les matériaux utilisés doivent répondre à des exigences extrêmes en matière de performance mécanique, de stabilité chimique et de compatibilité neutronique. Le Zircaloy-4, grâce à ses propriétés remarquables, s'est imposé comme un alliage de référence pour la fabrication des gaines et bouchons, éléments essentiels du confinement des pastilles combustibles.

Dans ce contexte, le soudage TIG s'affirme comme une technique de choix pour l'assemblage gaine-bouchon, notamment en raison de sa capacité à offrir des joints homogènes, maîtrisés thermiquement et exempts de défauts critiques. L'objectif de ce travail a été d'évaluer, à travers une approche expérimentale rigoureuse, l'effet des paramètres de soudage sur la qualité microstructurale et mécanique des soudures obtenues, dans le but de mieux comprendre les phénomènes en jeu et d'orienter les futures optimisations du procédé.

Les observations macrographiques ont permis d'identifier clairement les différentes zones de la soudure (métal de base, ZAT et zone fondue), mettant en évidence l'influence directe de l'apport thermique sur leur taille et morphologie. La micrographie optique et les analyses MEB ont révélé une diversité de structures (grains allongés, dendritiques, colonnaires, structures de Widmanstätten) fortement corrélées aux gradients thermiques et aux cycles de transformation $\alpha \leftrightarrow \beta$. Ces évolutions microstructurales ont été confirmées par diffraction des rayons X, qui a mis en évidence la présence de la phase α -Zr dominante, ainsi que de précipités intermétalliques $(Fe, Cr)_2Zr$, témoins d'une redistribution locale des éléments d'alliage.

Du point de vue mécanique, le profil de microdureté a révélé une variabilité significative selon les zones, avec une dureté maximale dans le cœur de la soudure, traduisant une transformation métallurgique intense, et une dureté minimale dans le bouchon, non écroui. Les essais d'explosion ont quant à eux démontré une bonne ductilité et une rupture franche, indiquant un comportement mécanique globalement satisfaisant pour des applications sous pression interne.

L'ensemble de ces résultats converge vers une conclusion majeure : le soudage TIG du Zircaloy-4, lorsqu'il est correctement paramétré, permet d'obtenir des assemblages métallurgiquement sains et mécaniquement fiables, répondant aux normes de sûreté exigées dans l'environnement nucléaire. Toutefois, la sensibilité du matériau aux variations

Conclusion Générale

thermiques impose une rigueur accrue dans le choix des conditions opératoires (intensité, vitesse, protection gazeuse, positionnement). Une attention particulière doit être portée à la maîtrise de la zone affectée thermiquement, afin de minimiser les effets délétères sur la microstructure et les propriétés à long terme.

Cette étude ouvre la voie à des perspectives d'optimisation du procédé, notamment par le recours à des contrôles en temps réel, des modélisations thermiques plus fines, ou encore l'introduction de cycles thermiques contrôlés en post-soudage, en vue d'améliorer davantage la tenue des assemblages en service.

Références

Références

Références

- [1] : Vlasov, A. (2023, 20 Février). Five Interesting Facts to Know About Zirconium. IAEA
- [2] : J.P. Abriata and J.C. Bolcich, Bulletin of Alloy Phase Diagrams, 3, 1, 1982.
- [3] : Michel Colombié et coll, Matériaux Métalliques, 2^e édition, Dunod, Paris, 2001, 2008
- [4] : M. Parise Thèse «Mécanismes de corrosion des alliages de zirconium : étude des cinétiques initiales d'oxydation et du comportement mécanique du système métal - oxyde», Paris (1996)
- [5] : R. Tricot Techniques de l'ingénieur «Zirconium et hafnium», M2360 (1994)
- [6] : D. Charquet Techniques de l'ingénieur «Propriétés du zirconium et de l'hafnium» M560 (1985)
- [7] : Marina LASSERRE Thèse «MODELISATION DES PHENOMENES DE CORROSION DU ZIRCALOY-4 SOUS MELANGES OXYGENE-AZOTE A HAUTE TEMPERATURE», Saint-Etienne (2013)
- [8] : 'Le zirconium et ses alliages'. Agence Rhône Alpes pour la maîtrise des matériaux (1998).
- [9] : CHENITI Bellel, BOUHELAL Nadjat, P^{fe} « L'influence de la vitesse de refroidissement sur l'hydruration du zircaloy-4 », ENP (2011)
- [10] : J-P. Mardon Techniques de l'ingénieur «Matériaux des tubes de gainage pour réacteurs eau pressurise», BN3700 (2008)
- [11] : C. Lemaignan Comprehensive Nuclear Materials 2.07, 217 (2012)
- [12] : H. Okamoto J. of Phase Equilibria 14, 768 (1993)
- [13] : H. Okamoto J. of Phase Equilibria and Diffusion 27, 543 (2006)
- [14] : H. Okamoto J. of Phase Equilibria and Diffusion 28, 498 (2007)
- [15] : H. Okamoto J. of Phase Equilibria and Diffusion 31, 411 (2010)
- [16] : Nicolas Vanderesse. Morphologie et déformation a chaud de microstructures lamellaires dans les alliages de zirconium et de titane. Material chemistry. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2008. French.
- [17] : Larstman et Kerze, Metallurgy of zirconium, Mc Graw-Hill Book Company, 1955.
- [18] : Mohammed Oubelkacem AZZOUG « CARACTERISATION ET ETUDE ELECTROCHIMIQUE DES INTERFACES Zy4-Zy4 ET Zy4-ACIER OBTENUES PAR SOUDAGE LASER CO2 », USTHB 2008
- [19] : Tricot R., 'Métallurgie du zirconium, applications dans l'industrie chimique, Journées d'études sur le zirconium, nouveau matériau pour les industries chimiques', (SF2M) (1990).
- [20] : Grange M., Besson J., Molins R., Andrieu E., Diz J. 'Damage and rupture of hydrided Zircaloy-4 sheets' (pp 149-156), Trans. of the 14th International Conference on Structural Mechanics in reactor technology (SMIRT 14, Lyon), (1997).
- [21] : Larstman et Kerze, Metallurgy of zirconium, Mc Graw-Hill Book Company, 1955.
- [22] : G.M. Hood, Journal of Nuclear Materials, 159, 1988, p149-175
- [23] : « Procédés de soudage – Introduction » par Pascal PAILLARD Techniques de l'Ingénieur

Références

- [24] :Thèse « Modélisation de l'interaction entre un arc électrique et matériau :application au soudage TIG »par Jonathan mougenot -Toulouse-2013
- [25] : TIG : « soudage à l'arc sous protection gazeuse avec électrode non fusible » par Pascal PAILLARD Techniques de l'Ingénieur

Annexes



Standard Specification for Wrought Zirconium and Zirconium Alloy Seamless and Welded Tubes for Nuclear Service (Except Nuclear Fuel Cladding)¹

This standard is issued under the fixed designation B 353; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (e) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This specification covers seamless and welded wrought zirconium and zirconium-alloy tubes for nuclear application. Nuclear fuel cladding is covered in Specification B 811.

1.2 Five grades of reactor grade zirconium and zirconium alloys suitable for nuclear application are described.

1.2.1 The present UNS numbers designated for the five grades are given in Table 1.

1.3 Unless a single unit is used, for example corrosion mass gain in mg/dm², the values stated in either inch-pound or SI units are to be regarded separately as standard. The values stated in each system are not exact equivalents; therefore each system must be used independently of the other. SI values cannot be mixed with inch-pound values.

1.4 The following precautionary caveat pertains only to the test method portions of this specification. *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

B 350 Specification for Zirconium and Zirconium Alloy Ingots for Nuclear Application²

B 811 Specification for Wrought Zirconium Alloy Seamless Tubes for Nuclear Reactor Fuel Cladding²

E 8 Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials³

E 21 Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials³

E 29 Practice for Using Significant Digits in Test Data to Determine Conformance with Specifications⁴

E 112 Test Methods for Determining the Average Grain Size³

¹ This specification is under the jurisdiction of ASTM Committee B10 on Reactive and Refractory Metals and Alloys and is the direct responsibility of Subcommittee B10.02 on Zirconium and Hafnium.

Current edition approved Oct. 10, 2000. Published January 2001. Originally published as B 353 – 60 T. Last previous edition B 353 – 95.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 02.04.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.01.

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

**TABLE 1 ASTM and UNS Number Designations for
Reactor Grade Zirconium and Zirconium Alloys**

Grade	UNS Number
Reactor-grade zirconium	R60001
Zirconium-tin alloy	R60802
Zirconium-tin alloy	R60804
Zirconium-niobium alloy	R60901
Zirconium-niobium alloy	R60904

G 2 Test Method for Corrosion Testing of Products of Zirconium, Hafnium, and Their Alloys in Water at 680°F or in Steam at 750°F⁵

G 2M Test Method for Corrosion Testing of Products of Zirconium, Hafnium and Their Alloys in Water at 633K or in Steam at 673K [Metric]⁵

2.2 ANSI Standard:

ANSI B46.1 Surface Texture (Surface Roughness)⁶

3. Terminology

3.1 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 *dimensions*, *n*—tube dimensions are outside diameter, inside diameter, and wall thickness. Only two of these parameters may be specified in addition to length, except minimum wall may be specified with outside and inside diameter. In each case, ovality and wall thickness variation (WTV) may be specified as additional requirements.

3.1.2 *hydride orientation fraction*, *Fn*, *n*—the ratio of hydride platelets oriented in the radial direction to the total hydride platelets in the field examined.

3.1.3 *lot size*, *n*—a lot shall consist of all tubes of the same dimension, shape, condition, and finish produced from the same ingot by the same reduction schedule and heat treatment. The final heat treatment shall be in the same furnace charge (if a batch furnace is used) or in the same furnace run (if a continuous-type furnace is used).

3.1.4 *mill finish tubes*, *n*—tubes that have received all finishing operations subsequent to final anneal, which potentially affects tube mechanical, dimensional, or surface condition. These operations include, but are not limited to, pickling,

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.02.

⁶ Available from American National Standards Institute, 11 W. 42nd St., 13th Floor, New York, NY 10036.

cleaning, outer and inner surface abrasive conditioning, and straightening.

3.1.5 *ovality*, n —the difference between the maximum and minimum diameter, either outer or inner, as determined at any one transverse cross section of the tube.

3.1.6 *wall thickness variation (WTV)*, n —the difference between maximum and minimum wall thickness measured at any one transverse cross section of the tube.

3.1.6.1 *Discussion*—Measurement of ovality and WTV made by a helical scan with a pitch not exceeding 0.25 in. (6.5 mm) shall be considered as equivalent to “at any one cross section of the tube.”

4. Ordering Information

4.1 Purchase orders for material covered in this specification should include the following information to describe adequately the desired material:

- 4.1.1 Quantity,
- 4.1.2 Grade (see Table 1), and name of material,
- 4.1.3 Condition (recrystallized or stress relieved),
- 4.1.4 Dimensions, length, and tolerance,
- 4.1.5 Method of manufacture (seamless or welded),
- 4.1.6 ASTM designation and year of issue,
- 4.1.7 Surface finish on the inside (ID) and the outside (OD) surfaces (Ra (in micro-inches or micrometres), unless otherwise stated),
- 4.1.8 Surface condition on the inside (ID) and outside (OD) surfaces (as pickled, abraded, etc.), and ends (as-saw cut, machined/chamfered, sheared, etc.), and
- 4.1.9 Mutually agreed-upon inspection standards in accordance with 10.1.2.2 and 10.1.2.3.

NOTE 1—A typical order description may read as follows: 1000 pieces of seamless zirconium-alloy tube OD abraded and ID pickled, Grade R60804, recrystallized, $\frac{3}{4}$ in. outside diameter by 0.035 in. wall by 10-ft lengths in accordance with ASTM B353-XX. Surface finish to be__ OD, __ ID.

4.2 In addition to the information in 4.1, the following points of agreement between the manufacturer and purchaser should be specified in the purchase order as required:

- 4.2.1 Filler metal requirements for welded tubes (Paragraph 5.4),
- 4.2.2 Oxygen concentration limits in R60001, R60802, R60804, and R60904 (Section 6),
- 4.2.3 Specimen temperature(s) during mechanical testing (Section 7),
- 4.2.4 Method of determining yield strength if other than 0.2 % offset method (Section 7),
- 4.2.5 Initial gage length of mechanical test samples for determining elongation after rupture (Table 2, Footnote D),
- 4.2.6 Tensile property requirements for conditions or temperatures not listed in Table 2 (Section 7),
- 4.2.7 Location of the inside diameter plugs in elevated temperature short-time tension test, when specified (see Table 2, Footnote D, and Paragraph 7.1.3),
- 4.2.8 Burst properties (Paragraph 7.2),
- 4.2.9 Post burst test measurement technique (Annex A1),
- 4.2.10 Sample condition and visual standards for corrosion test when specified (Section 9),
- 4.2.11 Hydride orientation test procedure, measurement technique, magnification of photomicrograph, and limiting values for F_n (Section 11 and Annex A2),
- 4.2.12 General test requirements and test plan for samples (Section 13),
- 4.2.13 Hydrostatic test requirements (Section 12),
- 4.2.14 Contractile strain ratio acceptance criteria, when specified (Paragraph 7.3 and Annex A4),
- 4.2.15 Retest sampling plan and requirements (Section 14),
- 4.2.16 Quantity variance (Section 16),
- 4.2.17 Certificate of test (Section 18), and
- 4.2.18 Special packing instructions (Section 19).

TABLE 2 Minimum Tensile Properties of Tubing Tested in the Longitudinal Direction^{A,B,C,D,E,F}

Material Condition	Test Temperature ^{C,F}		Minimum Ultimate Tensile Strength		Minimum 0.2 % Yield Strength		Minimum Elongation, %
	°F	(°C)	psi	(MPa)	psi	(MPa)	
R60001	RT	RT	42 000	(290)	20 000	(140)	25
Recrystallized	572	(300)	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>
R60802, R60804	RT	RT	60 000	(415)	35 000	(240)	20
Recrystallized	572	(300)	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>
R60802, R60804	RT	(RT)	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>
Cold-worked and Stress-relieved	572	(300)	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>
R60901, R60904	RT	(RT)	65 000	(450)	45 000	(310)	20
Recrystallized	572	(300)	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>	<i>B</i>
R60901, R60904	RT	(RT)	103 000	(710)	70 000	(485)	12
Cold-worked and Stress-relieved	572	(300)	69 500	(480)	48 000	(330)	12

^A The strength of zirconium alloys is a function of their metallurgical condition, alloy content, and impurity level, especially oxygen. The strength values listed above are for alloys that contain oxygen concentrations in the range 900 to 1400 ppm. For alloys with other oxygen concentrations, the tensile properties are to be agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

^B To be agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

^C The tensile test is to be carried out at one or more of the temperatures listed in Table 2 (or at another temperature) as agreed upon between the manufacturer and purchaser. If one of the above temperatures is selected, the minimum properties shall be as listed for that temperature. If a different temperature is selected, the minimum properties shall be agreed upon between the manufacturer and purchaser.

^D Paragraph 6.9.1 in Test Methods E 8 allows small diameter tubes to be tested as full size tubular sections with snug-fitting metal plugs inserted into the ends of the tube to permit proper gripping by the test machine jaws, as shown in Fig. 11 in Test Methods E 8. Specimens for the testing of large diameter tubes are cut from the wall of the tube and are to satisfy the requirements of Figs. 12 and 13 in Test Methods E 8.

^E The properties in this table apply to tubes 0.125 in. (3.2 mm) outside diameter and larger, and 0.015 in. (0.38 mm) wall and thicker. Mechanical properties of tubes outside these limits are to be agreed upon between the manufacturer and purchaser.

^F “RT” represents room temperature; Note 4 in Test Methods E 8 and E 8M indicates that RT shall be considered to be 50 to 100°F (10 to 38°C) unless otherwise specified. Paragraph 9.4.4 in Test Methods E 21 states that for the duration of the test, the difference between the indicated temperature and the nominal test temperature is not to exceed $\pm 5^\circ\text{F}$ (3°C) for tests at 1800°F (1000°C) and lower, and $\pm 10^\circ\text{F}$ (6°C) for tests at higher temperatures.

5. Materials and Manufacture

5.1 Material covered by this specification shall be made from ingots produced by multiple vacuum arc melting, electron beam melting or other melting processes conventionally used for reactive metals; all melting is to be carried out in furnaces usually used for reactive metals.

5.2 The tubes shall be made by a process approved by the purchaser.

5.3 Seamless tubes may be made by any method that will yield a seamless product that meets the requirements of this specification. One such method is extrusion of billets with subsequent cold working by; drawing, swaging, or rocking, with intermediate anneals until the final dimensions are reached.

5.4 Unless otherwise agreed upon between the manufacturer and purchaser, welded tubing shall be made from flat-rolled products by an automatic or semiautomatic welding process with no addition of filler metal in the welding operation. Other methods of welding, such as the addition of filler metal or hand welding, may be employed if approved by the purchaser and tested by methods agreed upon between the manufacturer and the purchaser. If filler wire is used, it must meet the chemical requirements of the appropriate grade as shown in Table 3. Welded tube is normally cold reduced to the desired dimensions by such methods as drawing, swaging, or rocking. The manufacturer must prevent contamination during welding by use of proper precautions.

6. Chemical Composition

6.1 The material shall conform to the requirements for

chemical composition prescribed in Table 3. The purchaser shall specify the grade desired.

6.2 Analysis shall be made using standard methods. In the event of disagreement as to the chemical composition of the metal, methods of chemical analysis for referee purposes shall be determined by a mutually acceptable laboratory.

6.3 The ingot analysis made in accordance with Specification B 350 shall be considered the chemical analysis for material produced to this specification except for oxygen, hydrogen, and nitrogen content which shall be determined on the finished product. Alternatively, the material may be sampled at an intermediate or final size during processing with the same frequency and in the same positions relative to the ingot as specified in Specification B 350 to determine the composition, except for hydrogen, oxygen, and nitrogen, which shall be determined on the final product.

6.4 *Product Analysis*—Product analysis is an analysis made for the purpose of verifying the composition of the lot. The product analysis tolerances reflect the variation between laboratories in the measurement of chemical composition. The permissible variation in the product analysis from the specification range is as listed in Table 4.

6.4.1 *Number of Tests*—Two samples for each 4000 lb (1800 kg) or fraction thereof of the product shall be analysed for hydrogen, nitrogen and oxygen. The location of the samples may be random, or as agreed between the manufacturer and purchaser.

7. Mechanical Properties

7.1 Tensile Properties

TABLE 3 Chemical Requirements

Element	Composition, Weight %				
	UNS R60001	UNS R60802	UNS R60804	UNS R60901	UNS R60904
Tin	...	1.20–1.70	1.20–1.70	...	...
Iron	...	0.07–0.20	0.18–0.24	...	...
Chromium	...	0.05–0.15	0.07–0.13	...	...
Nickel	...	0.03–0.08	...	...	...
Niobium (columbium)	...	...	...	2.40–2.80	2.50–2.80
Oxygen	^A	^A	^A	0.09–0.13	^A
Iron + chromium + nickel	...	0.18–0.38	...	...	...
Iron + chromium	...	...	0.28–0.37	...	...
Maximum Impurities, Weight %					
Aluminum	0.0075	0.0075	0.0075	0.0075	0.0075
Boron	0.00005	0.00005	0.00005	0.00005	0.00005
Cadmium	0.00005	0.00005	0.00005	0.00005	0.00005
Carbon	0.027	0.027	0.027	0.027	0.027
Chromium	0.020	...	...	0.020	0.020
Cobalt	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020
Copper	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050
Hafnium	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
Hydrogen	0.0025	0.0025	0.0025	0.0025	0.0010
Iron	0.150	...	...	0.150	0.150
Magnesium	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020	0.0020
Manganese	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050
Molybdenum	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050
Nickel	0.0070	...	0.0070	0.0070	0.0070
Nitrogen	0.0080	0.0080	0.0080	0.0080	0.0080
Phosphorus	...	...	...	0.0020	0.0020
Silicon	0.0120	0.0120	0.0120	0.0120	0.012
Tin	0.0050	...	...	0.0010	0.0010
Tungsten	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010
Titanium	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050	0.0050
Uranium (total)	0.00035	0.00035	0.00035	0.00035	0.00035

^A When so specified in the purchase order, oxygen shall be determined and reported. Maximum, minimum, or both, permissible values should be specified in the purchase order.

TABLE 4 Permissible Variations in Product Analysis

Alloying Elements	Permissible Variation from the Specification Range (Table 3), wt %
Tin	0.050
Iron	0.020
Chromium	0.010
Nickel	0.010
Iron plus chromium	0.020
Iron plus chromium plus nickel	0.020
Niobium	0.050
Oxygen	0.020
Impurity Elements	
All	20 ppm or 20 %, of the specified limit whichever is smaller

7.1.1 The tensile properties of the material shall be determined at one or more of the following temperatures as agreed upon between the manufacturer and purchaser: at room temperature, at 572°F (300°C), at another agreed-upon temperature, or at a combination thereof.

7.1.2 For tensile tests carried out at room temperature, the properties shall conform to the limits listed in Table 2. For tensile tests carried out at other temperatures, the properties shall conform to the values listed in Table 2 for that temperature, or, for conditions not listed in Table 2, the properties shall conform to those agreed upon between the manufacturer and purchaser.

7.1.3 The tension test shall be conducted in accordance with Test Methods E 8 or Practice E 21. Yield strength shall be determined by the 0.2 % offset method. The tensile properties shall be determined using a strain rate of 0.003 to 0.007 in./in. · min (mm/mm · min) through the yield strength. After the yield strength has been exceeded, the cross head speed may be increased to approximately 0.05 in./in. · min (mm/mm · min) to failure. When an elevated temperature tension test is specified, the positioning of inside diameter plugs shall be mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

7.1.4 *Number of Tests*—For each lot, two samples for each 4000 lb (1800 kg) or fraction thereof shall be tested for tensile properties. The location of the samples may be random or as agreed between the manufacturer and purchaser.

7.2 Burst Properties:

7.2.1 Burst testing, when specified, shall be performed at room temperature on finished tubing. The burst properties shall conform to the values agreed upon between the manufacturer and purchaser.

NOTE 2—In setting values for burst properties, cognizance should be taken of the variability of this test. Standard deviations of 4.4 % were encountered in the ASTM round robin in tubing with diameter approximately 0.4 in. (10 mm) used to confirm the recommended procedure.

7.2.2 The room temperature burst test shall be conducted in accordance with Annex A1.

7.2.3 *Number of Tests*—For each lot, two samples for each 4000 lb (1800 kg) or fraction thereof shall be tested for tensile properties. The location of the samples may be random or as agreed between the manufacturer and purchaser.

7.3 Contractile Strain Ratio (CSR):

7.3.1 When so specified by the purchaser, the contractile strain ratio (CSR) shall be determined at room temperature and

shall conform to limits that are to be mutually agreed upon between the manufacturer and purchaser.

NOTE 3—Contractile strain ratio testing was the subject of a 1993 round robin conducted by ASTM Subcommittee B10.02 using specimens with diameter approximately 0.4 in. (10 mm). The variability was relatively large and should be considered in setting specific limits. The following two-sigma limits were determined as an estimate of the test precision: ± 0.16 for samples with a CSR of 1.68, and ± 0.22 for samples with a CSR of 2.53.

7.3.2 Contractile strain ratio testing shall be conducted in accordance with Annex A4.

7.3.3 *Number of Tests*—For each lot, two samples for each 4000 lb (1800 kg) or fraction thereof shall be tested for CSR properties. The location of the samples may be random or as agreed between the manufacturer and purchaser.

8. Grain Size

8.1 The average grain size of recrystallized tubes shall be equal to ASTM micrograin Size No. 7 or finer when determined in accordance with Methods E 112. The test shall be performed on a longitudinal section.

8.2 If specified, the grain size in the welded and heat affected zones of welded tubes shall be examined in sections that are transverse to the weld. The grain sizes in the weld and heat affected zones shall be smaller than those found in the corresponding regions of a that is acceptable to the manufacturer and purchaser.

8.3 *Number of Samples*—For each lot, the grain size shall be determined for two samples for each 4000 lb (1800 kg) or fraction thereof. The location of the samples may be random or as agreed between the manufacturer and purchaser.

9. Corrosion Properties

9.1 When specified, a corrosion test in steam at 750°F (400°C) and 1500 psi (10.3 MPa) may be performed on Grades R60802, R60804, R60901, and R60904. If specified, the test may be performed in water at 680°F (360°C). The tests shall be conducted in accordance with Test Methods G 2 or G 2M.

9.2 When specified in the purchase order, the samples may be tested in a mill finished condition. In this case, visual acceptance standards shall be agreed upon between the manufacturer and the purchaser and the mass gain limits of 9.5.1, 9.5.2, or 9.6 shall apply.

9.3 *Number of samples*—For each lot, the specified corrosion test shall be carried out on two samples for each 4000 lb (1800 kg) or fraction thereof. The location of the samples may be random, or as agreed between the manufacturer and purchaser.

9.4 *Post-test Examination*—After the test, all specimens shall be examined for color, lustre, surface irregularities, and corrosion products, and compared against visual standards previously agreed upon between the purchaser and the manufacturer. The mass gain shall be determined using the method prescribed in Test Methods G 2 or G 2M.

9.5 Acceptance Criteria for Steam Test:

9.5.1 *Grades UNS R60802 and UNS R60804*—The specimens shall have a continuous black oxide film and be free of white and brown corrosion product in excess of the standards. The specimens shall exhibit a mass gain of not more than 22

mg/dm² in a 72-h test or 38 mg/dm² in a 336-h test.

9.5.2 *Grades UNS R60901 and UNS R60904*—The specimens shall have a continuous uniform dark gray oxide film, and shall exhibit a mass gain of not more than 35 mg/dm² in a 72-h test, or 60 mg/dm² in a 336-h test.

9.5.3 If the mass gain of a specimen from any lot exceeds the 72-h test limits, the manufacturer has two options: (1) Continue the corrosion test on the lot that failed the test to a total of 336 h with the same specimens at the same prescribed temperature and pressure, or (2) Resample the lot that failed for twice the original number of specimens and conduct a 336-h corrosion test. In either case, if the specimens from the lot being retested pass the 336-h test requirements (mass gain and visual), the lot shall be acceptable.

9.6 *Acceptance Criteria for Water Test*—The acceptance criteria for the water corrosion test shall be agreed upon between the manufacturer and purchaser.

10. Inspection

10.1 The manufacturer shall inspect the entire length of the mill finished tubes covered by this specification, prior to shipment, for dimensions, outer and inner surfaces, straightness, and surface and internal flaws as follows:

10.1.1 Surface and Internal Flaw Inspection:

10.1.1.1 *Ultrasonic Inspection Test Methods*—Each tube shall be inspected by the ultrasonic test method in accordance with Annex A3.

10.1.1.2 *Ultrasonic Reference Standard*—The test equipment shall be calibrated with an artificially defected standard tube of the same nominal material, diameter, wall thickness, surface finish, fabrication process, and final thermal treatment as the lot being tested. The standard shall contain not less than four defects oriented as follows: (1) outer tube surface, parallel to tube axis; (2) outer tube surface, transverse to tube axis; (3) inner tube surface, parallel to tube axis; and (4) inner tube surface, transverse to tube axis. The defects shall be notches with a depth to be agreed upon between the manufacturer and purchaser. The minimum dimensions of the artificial defect

shall be 0.0015 in. (0.038 mm) deep and 0.065 in. (1.65 mm) long.

10.1.1.3 *Rejection*—Any tube showing an ultrasonic indication equal to or greater than the standard in 10.1.1.2 shall be rejected.

10.1.2 Outer and Inner Surfaces, Visual Inspection:

10.1.2.1 *Test Method*—Each tube shall be inspected over its entire length. The outside surface shall be inspected under a minimum light intensity of 100 fc (1100 lux). The inner surface shall be inspected from each end against a suitable light background.

10.1.2.2 *Acceptance Criteria*—The tubes shall not contain oxides, cracks, seams, slivers, blisters, pits, laps, foreign particles, or scratches exceeding the mutually agreed-upon inspection standard.

10.1.2.3 The finished tubes shall be visibly free of all grease, oil, residual lubricants, and other extraneous materials, as determined by mutually agreed-upon standards.

10.1.3 Straightness:

10.1.3.1 *Test Method*—Each tube shall be inspected for straightness by rolling on a surface plate and observing for the maximum deflection (bow) in the vertical plane between two points of contact, or by another method acceptable to the purchaser.

10.1.3.2 *Acceptance Criteria*—The tubes shall be free of bends or kinks, and the maximum bow of lengths up to 10 ft (3.0 m) shall not exceed 1 part in 1200. For lengths greater than 10 ft, the maximum bow shall not exceed 1 part in 800.

10.1.4 Dimensional Inspection:

10.1.4.1 *Test Method*—Each tube shall be inspected over its entire length by using a method agreed upon between the manufacturer and purchaser.

10.1.4.2 *Acceptance Criteria*—The tubes shall meet the dimensional requirements of Table 5.

10.1.5 *Length*—When tubing is ordered cut to length, the usable length shall be not less than that specified; but a variation of 0.125 in. (3.0 mm) will be permitted for lengths up to 6 ft (2.0 m). In lengths over 6 ft (2.0 m), a variation of 0.25

TABLE 5 Permissible Variations in Diameter, Wall Thickness, and Ovality Measured at Any Location

NOTE 1—The tolerances in this table are applicable to only two of the three following dimensions: outside diameter, inside diameter, and wall thickness.

NOTE 2—The manufacturer should be consulted for applicable tolerances in small tubes (less than 0.187 in. (5 mm) in diameter) or tubes with wall thickness less than 0.010 in. (0.25 mm).

NOTE 3—A wider variation of $\pm 12.5\%$ of wall thickness is permitted for extra-thick walled tubes having wall thicknesses of 0.75 in. (19 mm) (or greater) or inside diameter 60 % (or less) of the outside diameter.

NOTE 4—Ovality is the difference between maximum and minimum outside diameters measured at any one cross section.

NOTE 5—In tubes with nominal wall thickness less than 3 % of nominal outside diameter, the ovality tolerance is twice the tolerance shown for outside or inside diameter (columns 3 and 4), but the average outside or inside diameter must fall within the tolerance given in columns 3 and 4 of the table.

NOTE 6—The manufacturer should be consulted for ovality tolerances in tubes with wall thickness less than 2 % of nominal outside diameter.

Nominal Outside Diameter		Variation in Diameter Outside or Inside		Ovality See Note 5		Variation in Wall Thickness
in.	mm	in.	mm	in.	mm	%
0.187–0.625, excl	5–16, excl	± 0.002	± 0.05	0.004	0.10	± 10
0.625–1.000, excl	16–25, excl	± 0.0025	± 0.06	0.005	0.12	± 10
1.000–2.000, excl	25–50, excl	± 0.004	± 0.10	0.008	0.20	± 10
2.000–3.000, excl	50–75, excl	± 0.005	± 0.13	0.010	0.26	± 10
3.000–4.000, excl	75–100, excl	± 0.007	± 0.18	0.014	0.36	± 10
4.000–5.000, excl	100–125, excl	± 0.010	± 0.25	0.020	0.50	± 10
5.000–6.000, excl	125–150, excl	± 0.015	± 0.40	0.030	0.80	± 10
6.000–8.000, excl	150–200, excl	± 0.020	± 0.50	0.040	1.00	± 10

in. (6 mm) will be permissible.

10.1.6 Purchaser Inspection:

10.1.6.1 The manufacturer shall inspect tubes covered by this specification prior to shipment and, on request, shall furnish the purchaser with certificates of test. If so specified on the purchase order, the purchaser or his representative may witness the testing and inspection of the tubes at the place of manufacture. In such cases, the purchaser shall state in his purchase order which tests he desires to witness. The manufacturer shall give ample notice to the purchaser as to the time and place of the designated tests. If the purchaser's representative is not present at the time agreed upon for the testing and if no new date is agreed upon, the manufacturer shall consider the requirement for purchaser's inspection at place of manufacture to be waived.

10.1.6.2 When the inspector representing the purchaser appears at the appointed time and place, the manufacturer shall afford him all reasonable facilities to see that the material is being furnished in accordance with this specification. This inspection shall be so conducted as not to interfere unnecessarily with production operations.

11. Hydride Orientation

11.1 Hydride orientation, F_n , when specified, shall be determined on finished tubing and shall conform to the values agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

11.2 *Number of Samples*—For each lot, the hydride orientation shall be determined for two samples for each 4000 lb (1800 kg) or fraction thereof. The location of the samples may be random or as agreed between the manufacturer and purchaser.

11.3 The hydride orientation shall be determined in accordance with Annex A2.

12. Hydrostatic Test

12.1 When so specified in the purchase order, each tube shall withstand, without showing bulges, leaks, or other defects, an internal hydrostatic pressure that will produce in the tube wall a stress of 50 % of the minimum specified yield strength at room temperature. The pressure shall be determined by the equation:

$$P = 2St/D \quad (1)$$

where:

P = minimum hydrostatic test pressure (psi or MPa),

S = allowable fiber stress of one half of the minimum yield strength (psi or MPa),

t = wall thickness (in. or mm), and

D = outside diameter (in. or mm).

12.2 The maximum hydrostatic test pressure shall not exceed 2500 psi (17.0 MPa) for size 3 in. (75 mm) and under, or 4000 psi (28 MPa) for sizes over 3 in. (75 mm). Hydrostatic pressure shall be maintained for not less than 15 s.

12.3 *Number of Samples*—The hydrostatic test shall be carried out on two samples for each 4000 lb (1800 kg) or fraction thereof. The location of the samples may be random, or as agreed between the manufacturer and purchaser.

13. Number of Tests

13.1 *Sampling*—Samples shall be taken for each of the tests specified in 13.2. The minimum sampling frequency shall be in accordance with the number of samples given in the appropriate paragraphs.

13.2 Each sample chosen in accordance with 13.1 shall be tested as follows: (1) product chemistry (Section 6), (2) tension test, at a temperature and using specimens as mutually agreed upon (Section 7.1), (3) burst test when specified (Section 7.2), (4) grain size (Section 8), (5) corrosion test when specified (Section 9), and (6) hydride orientation when specified and as mutually agreed upon (Section 11).

14. Retest

14.1 If any sample or specimen exhibits obvious surface contamination or improper preparation disqualifying it as a truly representative sample, it shall be discarded and replaced by a new sample or specimen.

14.2 If the results of the tube inspection of a lot are not in conformance with the requirements of this specification, the lot may be reworked at the option of the manufacturer, providing the rework steps are within the previously approved specifications and procedures used for the original fabrication. Deviations must be approved by the purchaser.

14.3 If the result of any test in Section 13.2 does not meet the specification requirements, retests shall be performed on twice as many samples as originally tested for the characteristic, or using retest procedures mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

14.3.1 All test results including the original test results shall be reported to the purchaser. Retest results shall be indicated with the suffix "R".

14.3.2 Only one set of retests is permitted and all retest results shall conform to the specification requirements for the retested characteristic. Following a failed test, 100 % testing is not considered to be a retest.

15. Significance of Numerical Limits

15.1 For the purpose of determining compliance with the specified limits of property requirements, an observed value or a calculated value shall be rounded in accordance with the rounding method of Practice E 29.

Test	Rounded Units for Observed or Calculated Value
Chemical composition, tolerance (when expressed in decimals)	nearest unit in the last right hand place of figures of the specified limit
Tensile strength and yield strength Elongation	nearest 1000 psi (10 MPa) nearest 1 %

16. Quantity Variance

16.1 The manufacturer may overship an order by up to 10 % when the order calls for 1000 lb (450 kg) or less. For larger quantities, the permissible overshipment shall be agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

17. Rejection

17.1 Rejection for failure of the material to meet this specification shall be reported to the manufacturer within 60 calendar days from the receipt of the material by the purchaser

unless otherwise agreed upon. Rejected material may be returned to the manufacturer at the manufacturer's expense, unless the purchaser receives, within three weeks of the notice of rejection, other instructions for disposition.

18. Certification

18.1 On request, the producer or supplier shall furnish the purchaser with a certificate that the material was manufactured, sampled, tested, and inspected in accordance with this specification and order, and has been found to meet the requirements. The certificate shall be supplied at the time of shipment unless otherwise agreed upon, and shall, on request, include a report of the test results.

19. Packaging and Package Marking

19.1 Each bundle, box, or carton shall be legibly and conspicuously marked or tagged with the following information:

- 19.1.1 Purchase order or contract number,
- 19.1.2 Name of manufacturer,
- 19.1.3 Grade,

- 19.1.4 Size,
- 19.1.5 Lot or ingot number,
- 19.1.6 Gross, net and tare weights, and
- 19.1.7 ASTM Standard Number.

19.2 All material shall be packed in such a manner as to ensure safe delivery to its destination when properly transported by any common carrier. Any special requirements or instructions must be specified by the customer.

20. Referee

20.1 In the event of disagreement between the manufacturer and the purchaser on the conformance of the material to the requirements of this specification or any special test specified by the purchaser, a mutually acceptable referee shall perform the tests in question. The results of the referee's testing shall be used in determining conformance of the material to this specification.

21. Keywords

21.1 nuclear application; seamless tubing; welded tubing; zirconium; zirconium alloy

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. RECOMMENDED CLOSED-END BURST TESTING PROCEDURE FOR ZIRCONIUM ALLOY TUBING

A1.1 Scope

A1.1.1 This annex covers the determination of burst test mechanical properties of zirconium-base alloy tubing.

A1.1.2 Burst test results are affected by very small changes in procedure. The following items are identified and defined to minimize variation in testing procedures and to obtain reproducibility of test results.

A1.2 Apparatus

A1.2.1 The test system shall be designed with adequate capacity to test at the stress levels and temperatures needed. If elevated temperature tests are to be performed on the same equipment used for room temperature tests, it is essential that special fluids be used which are stable at the elevated test temperatures. Special consideration should be given to the following system items:

A1.2.1.1 *Pump*—The pump should be capable of increasing system pressure at a steady rate. The pressurization rate during elastic loading shall be 2000 ± 200 psi/min (14.0 ± 1.4 MPa/min), and the same initial fluid volume pumping rate shall be maintained for the duration of the test. The pump should not produce a pressure surge with each stroke. The system should be "stiff," that is, its stored energy should be as low as practical.

A1.2.1.2 *Valves*—Suitable valving shall be included for the following functions: control, regulation, and safety.

A1.2.1.3 *Gages*—Suitable gages of adequate capacity shall be used to monitor system pressure and to record the maximum fluid pressure attained.

A1.3 Preparation of Specimen

A1.3.1 The sample shall be selected and tested in the mill finished condition.

A1.3.2 Minimum unsupported length shall be 10 times the average outside diameter.

A1.3.3 End fittings must be such as to produce a 2:1 circumferential to axial stress ratio.

A1.3.4 Use of a mandrel inside the test specimen shall be on agreement between the manufacturer and the purchaser and shall be noted on test reports.

A1.3.5 Mandrels shall meet the following requirements:

A1.3.5.1 Mandrel outside diameter = mean inside diameter of tubing minus 0.010 ± 0.002 in. (0.25 ± 0.05 mm), except an axial relief groove may be cut in the mandrel to facilitate movement of the fluid within the specimen.

A1.3.5.2 The ends of the mandrel shall be tapered or otherwise shaped so as not to restrict axial deformation of tubing during test.

A1.3.6 All free gases shall be vented from the specimen prior to test.

A1.4 Procedure

A1.4.1 Measurements shall be made of the outside diameter and wall thickness of the specimen such that the mean average diameter and minimum wall thickness can be determined to an accuracy of 0.0005 in. (0.013 mm). Recommended measurements are as follows:

A1.4.1.1 Pretest the measurements of the outside diameter at three equally spaced locations around the circumference at

each end of the specimen and at the center. Pretest the measurement of the wall thickness at six equally spaced locations at each end of the specimen.

A1.4.1.2 Individual pretest measurements shall be to an accuracy of ± 0.0002 in. (0.005 mm).

A1.4.1.3 Post-test circumferential elongation shall be determined at the point of maximum bulge, excluding the opening of the rupture, and to an accuracy of ± 0.005 in. (0.13 mm). The measurement technique is to be mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

A1.5 Report

A1.5.1 The following data should be reported:

A1.5.1.1 Measurements taken from test specimens.

A1.5.1.2 Maximum fluid pressure.

A1.5.1.3 Ultimate hoop strength, calculated as follows:

$$s = \frac{PD}{2t} \quad (\text{A1.1})$$

where:

s = ultimate hoop strength, psi or MPa,

p = maximum fluid pressure, psi or MPa,

D = average outside diameter minus average wall thickness, in. or mm, and

t = minimum pretest wall thickness, in. or mm.

NOTE A1.1—For thick-wall tubes, consideration should be given to using the more general thick-wall formula.

A1.5.1.4 Total circumferential elongation.

A2. RECOMMENDED PROCEDURE FOR DETERMINATION OF HYDRIDE ORIENTATION IN ZIRCONIUM-ALLOY TUBING

A2.1 Test Criteria

A2.1.1 The following test criteria shall be mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser:

A2.1.1.1 Number of specimens per lot,

A2.1.1.2 Number of determinations per specimen,

A2.1.1.3 Magnification of photomicrographs,

A2.1.1.4 Number and description of layers across the wall thickness,

A2.1.1.5 Definition of typical hydride microstructure,

A2.1.1.6 Value of theta (θ), the angle from radial direction, and

A2.1.1.7 Hydride fraction value, F_n .

A2.2 Procedure

A2.2.1 Inoculate specimens from each lot of finished tubing with about 100 ppm hydrogen to produce uniformly distributed hydride platelets as follows:

A2.2.1.1 Introduce hydrogen into the specimens by methods such as autoclaving in steam or lithium hydroxide, electrolytic deposition, or absorption of hydrogen gas. The treatment temperature shall not exceed 775°F (414°C). The method of hydriding shall not result in excessive hydride concentration on the surface. Such concentration would obscure the determination of hydride orientation. No surface removal is allowed after hydriding.

A2.2.1.2 When agreed upon, heat treat the specimen at $750 \pm 25^\circ\text{F}$ ($399 \pm 14^\circ\text{C}$) for 5 ± 1 h in an inert atmosphere either during or after hydriding. If vacuum heat treatment is used, the pressure shall not be less than 10^{-5} torr (1.33 mPa) to

prevent dehydriding. The cooling rate from temperature shall be less than 25°F (14°C)/min.

A2.3 Measurement

A2.3.1 Cut transverse metallographic sections from each hydrided specimen and prepare for microscopical examination. Do not use either heat or pressure in preparation. The final etch or chemical polish shall be capable of delineating the hydride platelets. An anodizing procedure is recommended following the etch or polish.

A2.3.2 Make determinations, as agreed upon between the manufacturer and the purchaser, on the entire wall thickness. A suitable magnification in the range 100× to 500× shall be used for the measurement, and the measured area shall be typical of the hydride microstructure.

A2.3.3 From the micrograph of each layer, count all hydride platelets equal to or longer than 0.000625 in. (0.015 mm) at 1× magnification ($\frac{1}{16}$ in. or 1.5 mm at 100× magnification). Also count each platelet segment that extends in a secondary direction longer than 0.000625 in. (0.015 mm) at 1× magnification as a separate platelet.

A2.3.4 For each layer count all radial platelets. A radial platelet is defined as one oriented within theta (θ) degrees of the radial direction of the tube and meeting the requirements of A2.3.3.

A2.3.5 Calculate the value of the hydride fraction, F_n , as the ratio of radial platelets to total platelets in a given layer. It shall conform to the value mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

A3. RECOMMENDED PROCEDURE FOR ULTRASONIC TESTING OF ZIRCONIUM AND ZIRCONIUM ALLOY TUBING FOR NUCLEAR SERVICE

A3.1 Scope

A3.1.1 This annex covers procedures for detecting discontinuities in zirconium alloy nuclear tubing. Guides for the selection and positioning of transducers for shear-wave and Lamb-wave procedures are included in Appendix X1 and Appendix X2.

A3.1.2 The immersed ultrasonic pulse-echo technique is employed.

A3.1.3 Artificial longitudinal and transverse reference notches are employed as the means of calibrating the ultrasonic system.

A3.2 Terminology

A3.2.1 *Definitions:*

A3.2.1.1 *relevant indication of a discontinuity*—a repeatable rejectable indication.

A3.2.1.2 Definitions of additional terms and formulae are given in A3.8.2.3.

A3.3 Surface Condition

A3.3.1 All surfaces shall be clean and free of scale, dirt, grease, paint, or other foreign material that will interfere with the interpretation of the test results. The methods used for cleaning and preparing the surfaces for ultrasonic inspection shall not be detrimental to the base metal or the surface finish. The surface finish may be specified by contractual agreement between the purchaser and supplier.

NOTE A3.1—Excessive surface roughness or scratches provide signals

(noise) that interfere with the test.

A3.3.2 The tubes shall be within the requirements of Specification B 353 for dimensions at time of test. Straightening operations shall be performed prior to ultrasonic testing.

A3.4 Apparatus

A3.4.1 The instruments and accessory equipment shall be of the pulse-echo type and shall be capable of distinguishing the reference notches to the extent required in the calibration procedure. Fig. A3.1(a) illustrates the characteristic oblique entry of sound into the tube wall and the circumferential direction of ultrasonic energy propagation used to detect longitudinal notches. Fig. A3.1(b) illustrates the characteristic oblique angle and the longitudinal direction of ultrasonic energy propagation used to detect circumferential notches.

A3.4.1.1 The practice for a refracted shear wave in a tube wall is with the effective beam width of the transducer within the tube wall in the range of $\frac{1}{2}$ to $1\frac{1}{2}$ of the tube wall thickness.

A3.4.2 The test system shall consist of two- or four-channel pulse-echo flaw detection equipment, one or two two-channel strip chart recorders or equivalent, tubing transport system (handling equipment), immersion tank, two to four search units, and assorted coaxial cables and connectors. The test system may have a water heater and water filter as optional equipment. Commercially available electronic equipment, when used with applicable search units, shall be capable of producing ultrasonic test frequencies of at least 5 MHz.

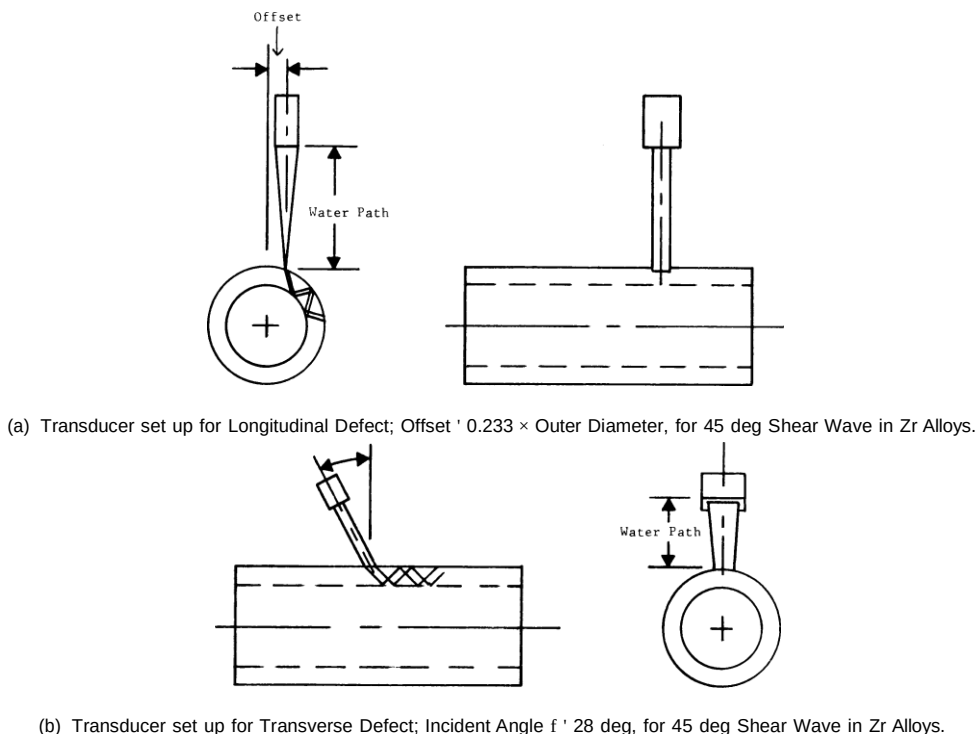


FIG. A3.1 Shear Wave Test for Longitudinal and Transverse Defects

A3.4.2.1 The method of plugging ends of product is to be mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

A3.4.3 The ultrasonic test shall be monitored automatically by one or more of the following: (1) a chart recorder, (2) magnetic tape, (3) electronically shutting down and stopping the handling equipment, or (4) a paint or ink marking system.

A3.4.3.1 The test-monitoring system shall have the capability to pick up the standard notch and defect indications.

A3.4.3.2 The automatic gating system must be equipped with an electronic circuit that will make it impossible for more than one pulse to remain unrecorded. The system used shall contain one of the following: (1) a pulse stretcher, (2) a one-shot multivibrator, (3) a pulse counter-recorder combination, or (4) equivalent devices.

A3.4.4 An advisory guide to transducer selection is given in Appendix X1. Transducers other than those described in Appendix X1 that produce the response required in A3.7 may be used, provided their use is mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

A3.4.5 Types of Transducers:

A3.4.5.1 *Line Focus Transducer (or Cylindrically Focus Transducer)*—This type of transducer transmits a wedge of energy that is distributed along a line. To calculate the maximum revolutions per minute (rpm), two dimensions will be required: (1) the effective beam length (EBL) and (2) the effective beam width (EBW), at the focal point (sometimes referred to as the Y_0 point). See Fig. A3.2.

A3.4.5.2 *Spot Focus Transducer*—This type of transducer transmits a cone of energy. To calculate the maximum revolutions per minute, only one dimension (EBW) will be required: the diameter of the beam (or the beam width or the focal diameter) at the focal point (Y_0). See Fig. A3.3.

A3.5 Couplant

A3.5.1 Water shall be used as the couplant conducting ultrasonic energy between the transducer and the tube. Rust and algae inhibitors, softeners, and wetting agents approved by

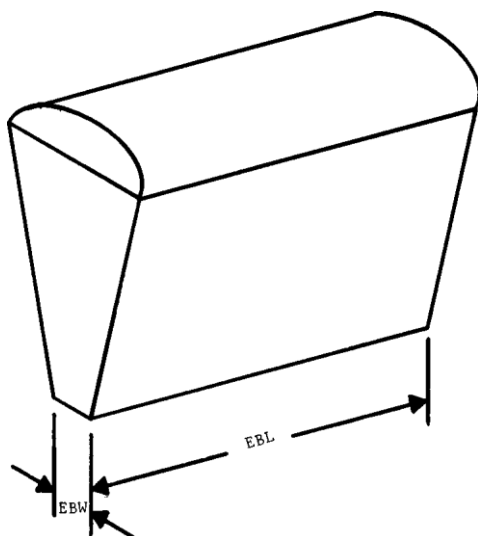


FIG. A3.2 Description of EBL and EBW for a Line Focus Transducer

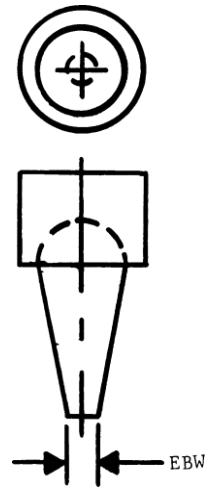


FIG. A3.3 Description of EBW for a Spot Focus Transducer

the purchaser may be added to the water. The couplant with all additives shall wet the tube's outside surface to provide adequate coupling efficiency.

A3.5.2 The inside surface of the tube must be kept dry and free of couplant to avoid misleading signals.

A3.5.3 The water must be kept free of debris and visible air bubbles that interfere with the ultrasonic inspection.

A3.6 Calibration Standards

A3.6.1 This section describes the size, shape, preparation, and positioning of artificial defects to be employed as calibration standards for use in testing with this procedure.

A3.6.2 A calibration (reference) standard of a convenient length shall be prepared from a length of tube of the same nominal material, diameter, wall thickness, surface finish, fabrication process, and final thermal treatment as the tubes to be inspected. The calibration tube shall be inspected prior to manufacture of notches to ensure freedom from discontinuities or other conditions producing indications that can interfere with or be confused with detection of the reference notches.

A3.6.3 Unless otherwise specified by the purchaser, four notches shall be required: one each on the inner and outer surfaces aligned in the longitudinal direction, and one each on the inner and outer surfaces aligned in the transverse (circumferential) direction.

A3.6.4 Reference notches shall be sufficiently distant from one another and from the end of the tube to avoid interference or interpretation difficulty during the test.

A3.6.5 The notch dimensions, which are length, depth, width (and for V-notches, the included angle) and the relationship to sound beam dimensions shall be mutually agreed upon between the purchaser and the producer. Fig. A3.4 illustrates the common notch configurations and the dimension to be measured (Note A3.2). Reflections from V-, buttress-, and U-shaped notches of equal dimensions may vary widely depending on the angle and vibrational mode of the interrogating beam.

NOTE A3.2—In Fig. A3.4(a) and Fig. A3.4(d), the sharp corners are for ease of illustration. It is recognized that in normal machining practice, a radius will be generated. Notches produced by electro-machining typically

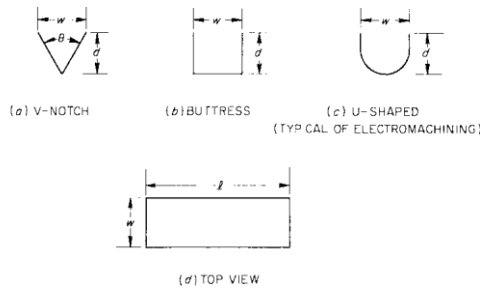


FIG. A3.4 Common Notch Shapes

will have a radius at the bottom of the notch that increases with the depth of the notch. For example, a 0.001-in. (0.025-mm) deep notch will have a 0.0002-in. (0.005-mm) radius, while a 0.004 in. (0.10-mm) deep notch might have a 0.0005-in. (0.013-mm) radius.

NOTE A3.3—The length of the calibration notch should be chosen with some care, especially when line focus transducers are employed. If a notch is short with respect to the transducer beam length along its (the notch's) long axis, the test will be unnecessarily sensitive to long shallow defects. Conversely, if the calibration standard is long compared with the beam length, then the test will be insensitive to defects that are short compared with the beam length. The best compromise is a notch/beam length ratio between 0.3 and 1.

A3.6.6 All upset metal and burrs associated with the reference notches shall be removed.

A3.6.7 The notch depth shall be an average measured from the tube surface to the maximum and minimum penetration of the notch. Measurements may be made by optical, replicating, or other mutually agreed upon techniques. Destructive means may be used on duplicate notches that produce identical (within 5 %) ultrasonic response. Notch depth shall be within ± 0.0005 in. (0.013 mm) of the specified value for notches 0.004 in. (0.10 mm) or less in depth, and within ± 15 % of the specified value or ± 0.004 in. (± 0.1 mm) (whichever is smaller) for deeper notches.

A3.6.8 The width of the notches should be as small as possible, but shall not exceed twice the depth or 0.005 in. (0.13 mm), whichever is larger.

A3.6.9 Other types and orientations of reference discontinuities may be specified upon contractual agreement between the purchaser and the supplier.

A3.6.10 All calibration notch standards shall be given a permanent identification marking and shall be traceable as to material composition, heat treatment, location and positioning of notches, and methods and results of each notch measurement.

A3.7 Calibration of the Apparatus

A3.7.1 *Static Calibration*—Using the calibration standard specified in A3.6, adjust the equipment statically to produce clearly identifiable indications from both the inner and outer surface notches. An advisory guide to transducer positioning is given in Appendix X2. The relative response from the inner and outer surface notches shall be as nearly equal as possible. If the responses are not equal, the smaller response shall be the reject level. It is recommended that the smaller response be not less than 80 % of the larger response. The actual rejection level as a percent of standard notch amplitude response can be mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

A3.7.1.1 The amplitude of the indication from the inside diameter and outside diameter notches must be 50 to 90 % of the full screen amplitude.

A3.7.1.2 On large diameter or heavy wall tubing, when the responses from the inner and outer surface notches cannot be made equal because of tube wall thickness and inside diameter curvature, the rejection level for inside diameter and outside diameter defects shall be equal to the notch responses from the inside diameter and outside diameter notches, respectively.

A3.7.2 Dynamically calibrate the system with the reference standard moving in the same manner, in the same direction, and at the same speed as will be used during the inspection of tubing.

A3.7.3 Make a minimum of three dynamic calibration runs before beginning production testing and after any adjustment or setup change, and detect each reference notch above the reject level at least one time on each run.

A3.8 Inspection Procedure

A3.8.1 The tubing to be inspected or the search unit assembly shall have a rotating motion and translation relative to each other such that a helical scan of the tubing surface will be described. Maintain the speed of rotation and translation constant within ± 10 %.

A3.8.2 Determine the pitch of the helix and the number of tests per rotation by one of the following considerations:

A3.8.2.1 Criteria agreed upon between manufacturer and the purchaser.

A3.8.2.2 Purchase transducers certified as to EBW and EBL and use the certified values in the formulae.

A3.8.2.3 Establish the effective beam width (EBW) (and the effective beam length (EBL), if it is a line focus transducer) by passing the ultrasonic beam over a standard or reference notch with the notch 90° to the beam while maintaining a signal strength of 70 % of the maximum signal and a minimum overlap of 25 %. This measurement should be performed from a longitudinal notch if the transducer is used to detect longitudinal (L) defects, and it should be performed on a transverse notch if the transducer is used for transverse (T) defects, as shown in Fig. A3.5.

A3.8.2.4 The surface speed, revolution per minute, feed rate, and test time are given by the following equations:

$$\text{Surface Speed (mm/s)} = (1 - y) \times \text{P.R.R.} \times (\text{EBW}) \quad (\text{A3.1})$$

where:

EBW = effective beam width, mm,

P.R.R. = pulse repetition rate of ultrasonic equipment, pulses/s, and

y = fraction of overlap required, for $y = 0$ the surface speed is maximum.

$$\text{Revolution Per Minute (r/min)} = \frac{19 \times (\text{EBW})}{\text{OD}} \times \text{P.R.R.} (1 - y) \quad (\text{A3.2})$$

$$\text{Feed Rate (mm/min)} = \frac{(\text{EBL})(1 - y) \times \text{r/min}}{\text{transducer}}, \text{ for line focus}$$

$$= \frac{(\text{EBW})(1 - y) \times \text{r/min}}{\text{transducer}}, \text{ for spot focus} \quad (\text{A3.3})$$

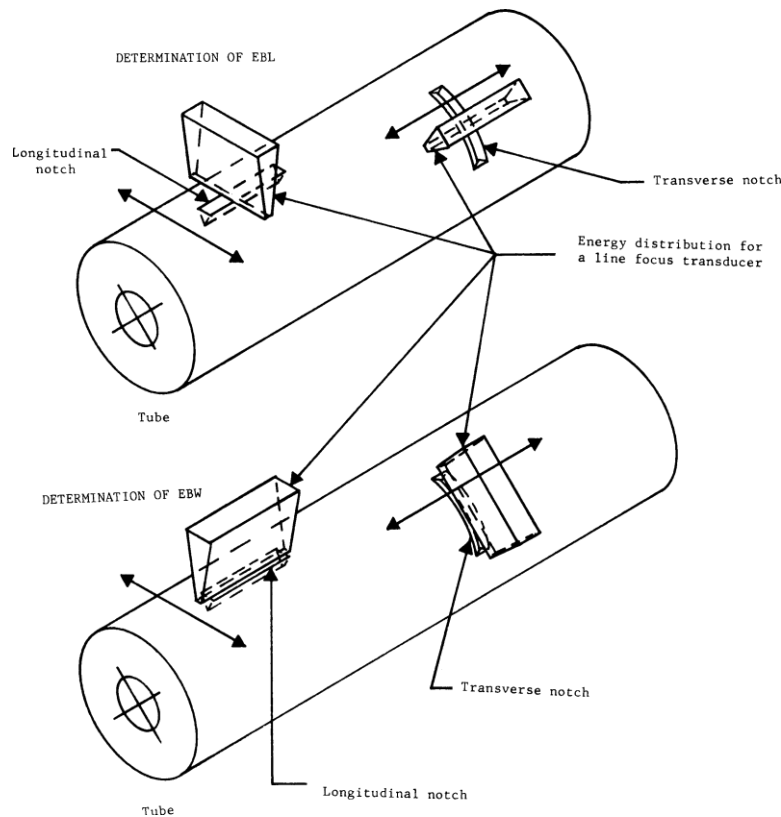


FIG. A3.5 Determination of the Ultrasonic Beam. The Arrows Indicate the Movement of the Transducer Relative to the Notch

$$\text{Total Inspection Time} = \frac{\text{tube length}}{\text{feed}} \quad (\text{A3.4})$$

time of calibration as noted in A3.7 and A3.8.4.

A3.8.2.5 In the Lamb-wave technique test, the revolution speed shall allow for a minimum of 120 pulses per revolution.

A3.8.3 Unless otherwise specified, inspect the tubing in both circumferential and both longitudinal directions under the identical conditions to those used in calibration under A3.7.

The method used by the manufacturer may be either two transducers with reversing the tube end-for-end and testing a second time or four transducers for a single bidirectional test.

NOTE A3.4—Identical conditions shall include all instrument settings, mechanical motions, transducer attitude, and positions that are relative to the tube, liquid couplant, and any other factor that may affect the validity of the technique.

A3.8.4 During a continuous inspection run, verify the equipment calibration by passing the calibration standard through the inspection system once, at a frequency mutually agreed upon between the manufacturer and the purchaser. Any time the equipment does not present a clearly defined, rejectable signal from both the inner and outer surface notches of the calibration standard, recalibrate the equipment in accordance with A3.7.

A3.8.5 In the event the equipment does not present signals as outlined in A3.8.4, retest all tubing inspected subsequent to the last preceding acceptable calibration after recalibration has been accomplished.

A3.8.6 Equipment adjustments are permissible only at the

A3.9 Interpretation of Results

A3.9.1 Any relevant indication of a discontinuity (A3.2.1) that is equal to or greater than the reject level described in A3.7.1 shall be cause for rejection of the tube being tested.

A3.9.2 Any tube not showing a relevant indication shall be considered as having passed this ultrasonic inspection except as noted in A3.8.5.

A3.10 Report

A3.10.1 The seller shall certify the results of tube inspections to the above procedure and shall maintain records of the inspection that will include the following:

A3.10.1.1 Identification of the material by process lot,

A3.10.1.2 Identification of the inspection equipment and accessories,

A3.10.1.3 Description of the inspection technique including transducer details, inspection speed, sound frequency, helical pitch, and calibration details,

A3.10.1.4 Description of the calibration standard and its contained notches together with notch measurements and method of measurement, and

A3.10.1.5 Results of the inspection.

A4. RECOMMENDED PROCEDURE FOR CONTRACTILE STRAIN RATIO TESTING OF ZIRCONIUM ALLOY TUBING

A4.1 Scope

A4.1.1 This annex covers the determination of the contractile strain ratio at room temperature of zirconium alloy tubing.

A4.1.2 Contractile strain ratio test results are affected by small changes in procedure. The following items are identified and defined to minimize variation in testing procedures and to obtain reproducibility of test results.

A4.2 Apparatus

A4.2.1 Apparatus for the straining of the contractile strain ratio specimen shall be in accordance with Test Methods E 8.

A4.3 Preparation of Specimen

A4.3.1 Select and test the sample in the mill finished condition.

A4.3.2 Lightly scribe, prick punch, or otherwise mark the intersections of a grid to a maximum depth of 0.0005 in. (0.013 mm) over a 2 in. (50 mm) gage length in the center of the tube specimen. The grid is described by longitudinal lines located at 0, 90, 180, and 270° positions around the tube, and by circumferential lines located at 1 in. (25 mm) intervals along the 2 in. (50 mm) gage length. Fig. A4.1 illustrates this type of grid. The longitudinal grid lines shall be located with a tolerance of $\pm 2^\circ$.

A4.3.2.1 Grid marks must be reproducibly locatable both before and after specimen straining. A stylus or needle may be used for this purpose.

A4.3.2.2 Circumferential scribe marks must be at right angles to the tube axis with no evidence of spiraling.

A4.3.2.3 Axial lines must be parallel to the tube axis.

A4.3.2.4 To enhance the readability of the scribe marks and to minimize the scribe mark depth, the area covered by the scribe marks may be first coated with ink or layout dye prior to scribing the gage lines.

A4.3.2.5 Since the measuring locations before and after straining must be at the same locations, it is recommended that the grid be labeled in some fashion similar to Fig. A4.1.

A4.4 Procedure

A4.4.1 Make pretest measurements of the outside diameter at 1 in. (25 mm) intervals along one of the axial gage lengths at locations next to the circumferential scribe lines. Then rotate the specimen 90° and repeat the pretest measurements of the outside diameter. Record a total of six pretest outside diameter measurements, along with the precise location at which each diameter was measured.

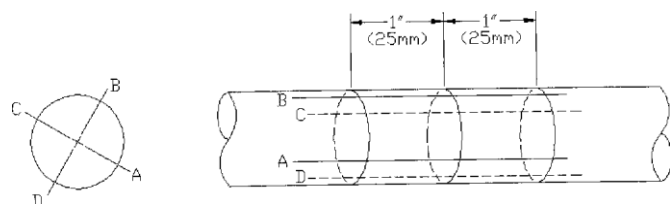


FIG. A4.1 Circumferential and Axial Scribe Lines for the Determination of Contractile Strain Ratio

A4.4.1.1 Make pretest measurements of the length of each axial scribe line between the two outermost circumferential scribe lines for a total of four values.

A4.4.1.2 Pretest measurements of the outside diameter shall be to an accuracy of ± 0.0002 in. (0.005 mm). Individual pretest measurements of the axial scribe line lengths shall be to an accuracy of ± 0.0005 in. (0.013 mm).

A4.4.2 Strain the specimen in a room temperature axial test in accordance with Test Methods E 8, except as follows:

A4.4.2.1 Tight-fitting end plugs shall be installed into the specimen ends to minimize distortion or ovalization during testing.

A4.4.2.2 The strain rate shall be 0.003 to 0.007 in./in. - min (mm/mm - min),

A4.4.2.3 The specimen shall be strained to a total plastic axial strain of 3 to 6 %.

NOTE A4.1—Contractile strain ratio testing was the subject of a 1993 round robin conducted by ASTM Committee B10.02. It was determined that variability in contractile strain ratio values was minimized when test conditions were performed at the low end of the allowable range for strain rate, and at the high end of the allowable range for strain level. It was also concluded that although hold time after straining was not a significant factor, the majority of the participants observed some increase in the contractile strain ratio value after a specified hold time.

A4.4.3 Post-test measurements of the outside diameter and axial scribe line lengths shall be made at the same locations that were used for the pretest measurements as described in A4.4.1 and A4.4.1.1, and to the same accuracy specified for the pretest measurements as specified in A4.4.1.2.

A4.5 Calculation

A4.5.1 Calculate the average prestrain outside diameter using the six diameter measurements from A4.4.1.

A4.5.2 Calculate the average prestrain axial length using the four length measurements from A4.4.1.1.

A4.5.3 Calculate the average post strain outside diameter using the six diameter measurements from A4.4.4.

A4.5.4 Calculate the average post strain axial length using the four length measurements from A4.4.4.

A4.5.5 Calculate the true circumferential strain, E_c , as follows:

$$E_c = 1n \frac{\bar{F}_{\text{average post strain diameter}}}{\bar{F}_{\text{average prestrain diameter}}} G \quad (\text{A4.1})$$

A4.5.6 Calculate the true axial strain, E_a , as follows:

$$E_a = 1n \frac{\bar{F}_{\text{average post strain gage length}}}{\bar{F}_{\text{average prestrain gage length}}} G \quad (\text{A4.2})$$

A4.5.7 Calculate the true radial strain, E_r , as follows:

$$E_r = -E_a - E_c \quad (\text{A4.3})$$

A4.5.8 Calculate the contractile strain ratio (CSR) as follows:

$$CSR = \frac{F_{E_c}}{F_{E_r}} G \quad (\text{A4.4})$$

APPENDIXES

(Nonmandatory Information)

X1. AN ADVISORY GUIDE TO TRANSDUCER SELECTION

X1.1 This supplement is only an advisory guide and not a mandatory requirement for selection of transducers.

X1.2 Focused immersion transducers can be classified in spot focus and line focus.

X1.3 The four most important characteristics of a focused transducer are as follows:

- X1.3.1 The apex angle of the cone,
- X1.3.2 The dimension of the focal spot,
- X1.3.3 The frequency, and
- X1.3.4 The damping coefficient, 6.

X1.4 Transducers for Shear-Wave Inspection

X1.4.1 The apex angle of the cone can be expressed as the ratio of transducer focal length to the diameter of the transducer. The transducer is assigned an “*F*-number” based on the aforementioned ratio; for example, a focal length of 13 mm from a 6.5-mm element has the designation $F = 2$, a 25-mm focal length from a 12.5-mm element is also $F = 2$, but a 25-mm focal length from a 6.25-mm element is designated $F = 4$ (see Fig. X1.1). Most precision testing is carried out with transducer assemblies between $F = 2$ and $F = 5$. Inside the material the cone shortens at approximately the velocity ratio between the longitudinal wave in water and the shearwave in the metal. Thick walls cannot be tested with $F = 2$ transducers but require a longer, narrow cone, for example, $F = 4$.

X1.4.2 The focal spot size is chosen on the basis of the type of defect to be detected. To resolve very small defects (for example, pinholes in tubing), and to make the system more sensitive to defect depth as a percentage of wall thickness, the spot size should be as small as possible. The diameter of the focal spot of a point focus transducer, d , is the effective diameter of the transducer. The diameter of the focal spot in water of a point focus transducer may be calculated from

$$D = \frac{1.03\lambda f}{d} \text{ (or) } 1.03\lambda (F\text{—number}) \quad (\text{X1.1})$$

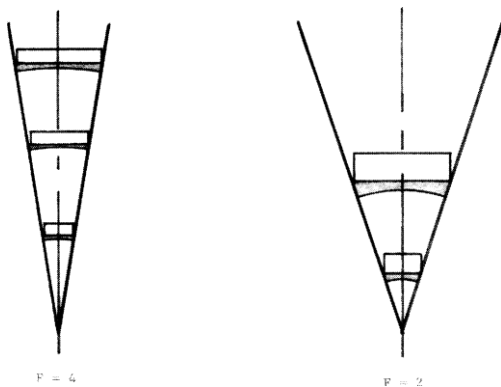


FIG. X1.1 Examples of Transducer Designs

where:

- D = the focal spot diameter to the -3 dB point,
- λ = the wavelength (in water),
- f = the focal length (in water),
- d = the effective diameter of the transducer, and
- $F\text{—number} = f/d$

The diameter for the focal spot shall not exceed 0.5 mm (0.020 in.). For a rectangular line focus transducer, the width of the focal line is given by

$$W = \frac{0.88\lambda f}{w} \text{ (or) } 0.88\lambda (F\text{—number}) \quad (\text{X1.2})$$

where:

- W = the width of the focal line to the -3 dB point,
- λ = the wavelength,
- f = the focal length,
- w = the effective width of the transducer in the plane in which focusing occurs, and
- $F\text{—number} = f/w$

X1.4.3 High frequency transducers can be manufactured with good quality focal length and diameter, even with small elements and lenses. Low frequency transducers cannot be focused as sharp as the high frequency ones.

X1.4.4 For damping, it is recommended that crystals be used that oscillate less than two cycles before the amplitude is reduced to half.

X1.4.5 Dimensions of the stuffing box, requirements of resolution, pulse strength of electronic equipment, tube wall thickness, etc., eventually determine the required transducer characteristics. An example of a compromise of transducer characteristics for inspection of nuclear fuel clad tubing might be as follows:

Apex cone	$F = 4$
Frequency	10 MHz
Damping coefficient	2.0
Focal dimension	0.4-mm diameter (for Spot Focus) or width (for Line Focus)

X1.4.6 Transducers with a line focus can also be classed with an F -number, but the length of the line is important in that it covers a larger area that results in a substantially reduced reflection of a smaller defect or a reference notch.

X1.4.7 Line focus transducers may be used for the detection of longitudinal or transverse defects, or both. The line of the focus should be parallel with the length of the reference notch. Other parameters such as off-set, frequency, sensitivity, damping, etc., are similar as for W-spot focus transducers, but it should be possible to increase the helical pitch testing with a line focus transducer.

X1.5 Transducers for Lamb-Wave Inspection

X1.5.1 Line focus or spot focus transducers may be used.

X1.5.2 A focal length of 20 mm (0.8 in.) is recommended, although a focal length of 15 to 40 mm (0.6 to 1.6 in.) may be

used. The actual focal length should be known within $\pm 10\%$.
X1.5.3 The sound beam of the transducers used must be symmetrical. Maximum permissible variation within the theoretical width of the sound beam shall be ± 3 dB. The sound beam is allowed to deflect by a maximum of 2° from the axis of the transducer in any of the main directions of testing. For line focused transducers the length of the sound beam at the focal plane shall not be greater than 7 mm (0.280 in.) and the width a maximum of 1.9 mm (0.075 in.). For spot focused transducers the maximum size of the focal point shall be 1.9 mm (0.075 in.).

X1.5.4 A damping factor of 3 is recommended. The damping factor must not be greater than 5.

X1.5.5 Transducer frequency chosen according to Fig. X1.2.

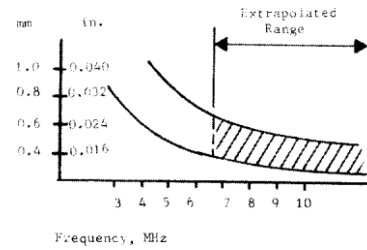


FIG. X1.2 Recommended Frequency Interval for Different Tube Wall Thicknesses

X2. AN ADVISORY GUIDE TO TRANSDUCER POSITIONING

X2.1 This supplement is only an advisory guide and not a mandatory requirement to transducer positioning.

X2.2 Transducer Positioning for Shear Wave Testing

X2.2.1 *For Longitudinal Defects*—Positioning an inspection transducer for the detection of longitudinal defects using a refracted shear wave test with a spot or line focused beam is accomplished as follows (see Fig. A3.1(a)):

X2.2.1.1 If a line focused transducer is used, adjust the transducer so that the major dimension of the beam is parallel to the axis of the tube.

X2.2.1.2 Normalize the transducer to the top surface of the reference standard tube from a position directly above the tube. Normalization should be performed at a water distance equal to or greater than focal length in order to produce the maximum surface signal.

X2.2.1.3 Set the transducer water path at its specified focal distance directly above the reference tube's top surface by adjusting for a maximum surface signal.

X2.2.1.4 The refracted shear wave is achieved by moving the transducer a specified offset distance perpendicular to the tube axis from the transducer's top dead center position. The specified offset distance is calculated by the following equation:

$$\text{Offset} = \frac{H}{\text{velocity of shear wave in tube material}} \times \frac{\text{velocity of sound in water}}{\text{tube radius} \times \sin u} \quad (\text{X2.1})$$

For Zircaloy tubes, offset

- ▼ $0.325 \times \text{O.D.}$ for $u = 80^\circ$
- ▼ $0.285 \times \text{O.D.}$ for $u = 60^\circ$
- ▼ $0.233 \times \text{O.D.}$ for $u = 45^\circ$

where u is the refracted angle in the tube.

The following steps provide nearly equal response from the inner and outer surface notches (inside diameter and outside diameter notches, respectively). This is achieved by adjusting the transducer to place the focal point within the tube wall.

X2.2.1.5 Translate the standard tube (or the transducer) so that the longitudinal outside diameter (OD) notch is directly across the transducer; a large OD₁ multiple is obtained. Rotate the standard slightly to observe successive appearance and disappearance of OD₂, OD₃, etc., multiples produced by the

shear wave response from the outside diameter notch (see Fig. X2.1).

X2.2.1.6 At the location of the OD₂ multiple, adjust the focal distance so that a maximum OD₂ multiple is obtained.

X2.2.1.7 Repeat steps X2.2.1.5 and X2.2.1.6 for the longitudinal inside diameter notch to observe ID₁, ID₂, etc., multiples. If necessary, readjust the transducer focal distance to obtain nearly equal amplitudes of OD₂ and ID₁ multiples. The same procedure may also be used to obtain nearly equal amplitudes of OD₂ and ID₂ multiples. The flaw gate is positioned to include either OD₂, ID₁ multiples or OD₂, ID₂ multiples, whichever gives the best indication. Do not gate OD₁.

X2.2.1.8 For bidirectional testing, the two transducers should be positioned equal distance away from the tube center line and on opposite sides of the tube center line.

X2.2.2 *For Transverse Defects*—Positioning an inspection transducer for the detection of transverse defects using a refracted shear wave test with a spot or line focused beam is accomplished as follows (see Fig. A3.1(b)):

X2.2.2.1 Same as X2.2.1.1.

X2.2.2.2 Same as X2.2.1.2.

X2.2.2.3 Same as X2.2.1.3.

X2.2.2.4 The refracted shear wave is obtained by setting the incident angle calculated by the following equation:

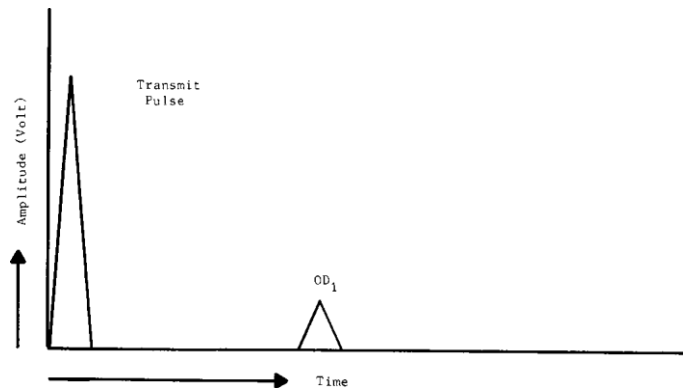
$$\begin{aligned} \text{Incident angle, } f \\ = \sin^{-1} \frac{H}{\text{velocity of shear wave in tube material}} \times \frac{\text{velocity of sound in water}}{\text{tube radius}} \times \sin u \end{aligned} \quad (\text{X2.2})$$

For Zircaloy tubes, incident angle ∇

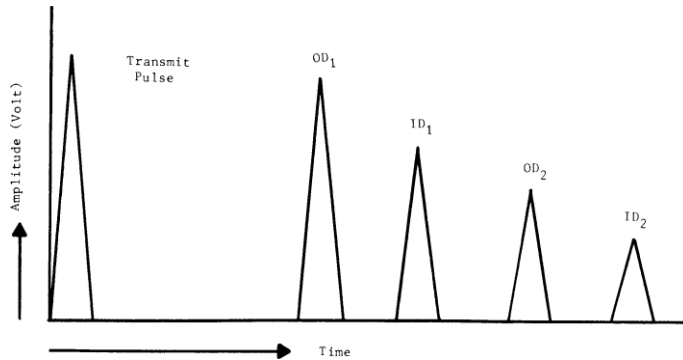
X2.2.2.5 Translate the standard tube (or the transducer) so that the transverse outside diameter notch is directly across the transducer; a large OD₁ multiple is obtained. Translate the standard (or the transducer) slightly to observe OD₂, OD₃, etc., multiples (similar to Fig. X2.1).

X2.2.2.6 At the location of the OD₂ multiple, adjust the focal distance so that a maximum OD₂ multiple is obtained. Tube or transducer translation may be necessary to maintain the notch signal at its maximum.

X2.2.2.7 Repeat steps X2.2.2.5 and X2.2.2.6 for the transverse inside diameter notch to observe ID₁, ID₂, etc., multiples.



(a) Tube with no defect, only a surface signal is observed at the OD₁ location.



(b) Tube with outside diameter and inside diameter notches, the OD₁ location includes the surface signal and the first outside diameter multiple.

NOTE 1—OD₁ is a surface reflected signal and not a refracted shear wave. Do not gate OD₁.

FIG. X2.1 Shear Wave Response from a Tube

If necessary, readjust the transducer focal distance to obtain near equal amplitudes of OD₂ and ID₁ multiples. The same procedure may also be used to obtain equal amplitudes of OD₂ and ID₂ multiples. The flaw gate is positioned to include either OD₂, ID₁ multiples or OD₂, ID₂ multiples, whichever gives the best indication.

X2.3 Transducer Positioning for Lamb Wave Inspection

X2.3.1 *Guide to Transducer Positioning for a Lamb-Wave, Line Focus Test for Longitudinal Defects:*

X2.3.1.1 Normalize the transducer to the top surface of the reference standard tube from a position directly above the tube.

X2.3.1.2 Set the transducer water path at its specified distance directly above the reference tube top surface. The specified water path is the transducer focal length minus the water path correction, *D WP*.

$$D WP = \text{tube OD} \times 0.117 \quad (\text{X2.3})$$

X2.3.1.3 A Lamb-wave is achieved by moving the transducer a specified offset distance perpendicular to the tube axis from the transducer's top dead center position. The specified offset distance is adjusted within the values recommended in Fig. X2.2 for highest possible sensitivity.

X2.3.2 *Guide to Transducer Positioning for a Longitudinal Lamb-Wave Search for Circumferential (Transverse) Defects:*

X2.3.2.1 Normalize the transducer to the top surface of the reference standard tube from a position directly above the tube.

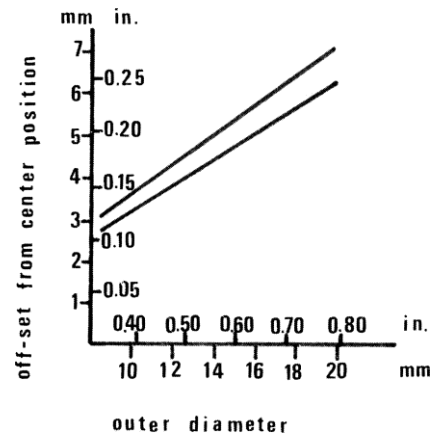
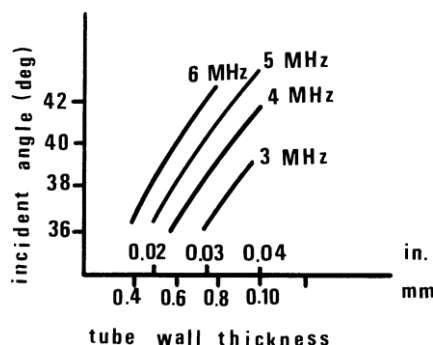


FIG. X2.2 Lamb-Wave Longitudinal Flaw Testing. Transducer Offset Positioning as Function of Tube Outer Diameter

X2.3.2.2 Set the specified incident angle according to Fig. X2.3.

X2.3.2.3 Direct the transducer against the outside diameter standard notch by axially moving the standard tube, and adjust for the focal distance.

X2.3.2.4 The incident angle and the water path are adjusted for highest possible sensitivity from the inside diameter and outside diameter standard defects, detected through the metal.



NOTE 1—It is recognized that additional information is required for higher frequencies, thinner walls or smaller incident angles.

FIG. X2.3 Lamb-Wave Transverse Flaw Testing. Transducer Incident Angle as Function of Frequency and Tube Wall Thickness

X3. RATIONALE (COMMENTARY)

X3.1 The 1988 edition of this specification attempted to cover all types of tubing for nuclear service.

X3.2 Specification B 811–90 originally was written to cover wrought zirconium alloy seamless tubes used for nuclear fuel cladding.

X3.3 This specification continues to cover tubing for nuclear service other than fuel cladding. It is to be used for structural tubes, instrumentation tubes, and larger diameter tubes.

X3.4 Paragraph 5.4 was included because the corrosion resistance of zirconium alloy tubes can be affected by the manufacturing processes used.

X3.5 The tensile properties in previous versions of this specification were measured at room temperature. The present version allows the tensile properties to be measured at room temperature, or at 572°F (300°C), or at another temperature, or at a combination thereof. The properties measured in the room temperature tests must satisfy the minimum values listed for room temperature in Table 2. The values from tests at other temperatures must satisfy the specified minimum values listed in Table 2 for that temperature, or, for conditions not listed in Table 2, satisfy the values agreed upon between the manufacturer and purchaser.

X3.6 It is not the intention to specify that the tensile properties must be measured at two or more temperatures. The aim is to allow the purchaser to select one or more test temperatures other than room temperature that may be more appropriate to the reactor operating conditions. Acceptable properties measured in tests at one temperature will satisfy the requirements of this specification.

X3.7 The hydrostatic pressure test, when specified, subjects the tube to a hoop stress of 50 % of the specified minimum room temperature yield strength. It is one of the tests used to ensure that the tube will be acceptable for end use; the tube must withstand the hydrostatic test with no evidence of bulges, leaks, or other flaws.

X3.8 Previous versions of this specification used inch- pound units as the standard, with metric units given in parentheses for information only. The current version of this specification uses both inch-pound and metric units as standard. Conversions made between them were rounded, so that they are not exact equivalents. Because of this rounding, the metric and the inch-pound values must be used independently of each other. Inch-pound values cannot be selected with other metric values to obtain an “easier” version of this specification.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).