HAL
open science

Apport des mesures de champs pour la modélisation statistique de l'écaillage d'alumine

Vincent Maurel, Mark Harvey, Luc Rémy

To cite this version:

Vincent Maurel, Mark Harvey, Luc Rémy. Apport des mesures de champs pour la modélisation statistique de l'écaillage d'alumine. XIXème Congrès Français de Mécanique, Aug 2009, Marseille, France. 6 p. hal-00664494

HAL Id: hal-00664494

https://minesparis-psl.hal.science/hal-00664494

Submitted on 30 Jan 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Apport des mesures de champs pour la modélisation statistique de l'écaillage de l'alumine dans les systèmes aluminoformeurs

V. MAUREL[a], M. HARVEY[b], L. REMY[a]

a. Centre des Matériaux, Mines - Paristech, UMR CNRS 7633, BP87 F-91003 Evry, France
b. SNECMA - SAFRAN Group, rond point René Ravaud, YQM, F-77550 Moissy-Cramayel, France

Résumé :

L'écaillage de l'alumine, formée à haute température, accélère les cinétiques d'oxydation et de diffusion pour les revêtements aluminoformeurs utilisés en aéronautique. La corrélation entre mesure de champs de déformation et de champ d'endommagement par écaillage a permis de modéliser ce phénomène d'écaillage à différentes échelles. Une approche statistique, utilisant le modèle de Bazant and Pang [1], permet en outre d'estimer l'effet de la déformation de croissance induite par la réaction d'oxydation sur la ténacité de l'alumine.

Abstract :

Thermally grown oxide (TGO) spallation increases the degradation rate of aluminide protective coatings during thermomechanical cycling. Thermal expansion misfit between TGO, bond coat and substrate, applied mechanical load in the system, and local instabilities are known triggers for spallation. Mechanical tests have been performed on coated and oxidised Ni base single crystal superalloy. In situ and post mortem study including digital image correlation and SEM were performed in order to characterise strain fields and associated damage field. The correlation between oxide strain and damage extent is modelized through statistical grafted model proposed by Bazant and Pang [1]. Hence interfacial damage and growth strain could be highlighted.

Mots clefs : alumine, écaillage, mesure de champs, modèle statistique

1 Introduction

Les aubes de turbines hautes pression, constituées de superalliage monocristallin base nickel, sont protégées de l'oxydation à haute température à l'aide de revêtements aluminoformeurs. L'oxyde de croissance formé à haute température, continu et dense, peut être considéré comme une barrière de diffusion contre l'oxydation de la couche métallique et du substrat. Les chargements thermomécaniques observés en service peuvent conduire à l'écaillage de l'oxyde [2]. Dès lors, la cinétique d'oxydation est réinitialisée dans les zones écaillées et accélérée par rapport aux zones saines. La vitesse d'endommagement du revêtement augmente avec la répétition et l'extension de l'écaillage ce qui diminue la durée de vie de la protection offerte par le revêtement.

L'adhérence de l'oxyde peut être modifiée par différents mécanismes [2-7]. On peut relier l'endommagement de l'interface oxyde – métal au phénomène d'oxydation – diffusion pour les hautes températures atteintes au cours des cycles thermomécaniques. Lors de la croissance de l'oxyde, de nombreux auteurs mettent en évidence un terme de déformation de croissance lié à la différence de volume molaire entre l'oxyde formé et le métal générant de fortes sollicitations dans le système [8-9]. Le phénomène d'écaillage est quant à lui un mode de rupture de type fragile principalement activé lors des phases à basse température [10]. Il a été montré précédemment que l'écaillage de l'oxyde est relié au champs de déformation local sous chargement mécanique [11]. Cette étude a pour objectif d'estimer, à une échelle mésoscopique, l'influence des déformations de croissance et de l'endommagement interfacial sur les statistiques d'écaillage. On ne considère plus que l'écaillage est directement lié à une déformation critique. Le phénomène d'écaillage est vu comme un phénomène continu, fonction des déformations mécaniques

appliquées, des déformations d'origine thermique, des déformations de croissance et de l'endommagement interfacial. Modéliser finement l'écaillage a pour but d'apprécier l'influence du chargement thermomécanique sur la cinétique d'oxydation et la durée de vie du revêtement aluminoformeur pour l'application visée.

2 Essai d'écaillage par compression

Afin d'estimer la résistance à l'écaillage de l'oxyde formé à haute température, des éprouvettes constituées de superalliage monocristallin base nickel AM1 et revêtues par un système NiAl ont été sollicitées mécaniquement en compression après différents temps de préoxydation à haute température (1050°C). Cette préoxydation permet de former une couche d'alumine dont l'épaisseur et la morphologie sont liées à la microstructure de la couche NiAl. En particulier, des surépaisseurs d'oxyde sont visibles au niveau des joints de grain de la couche métallique (figure 1).

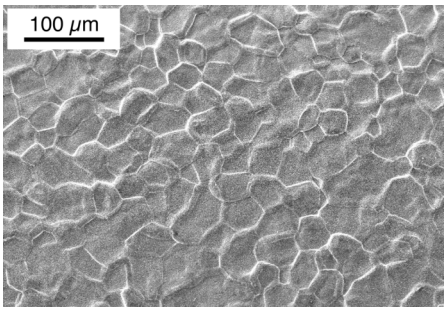


FIG. 1 – image MEB en surface d'une éprouvette AM1 – revêtue NiAl après oxydation

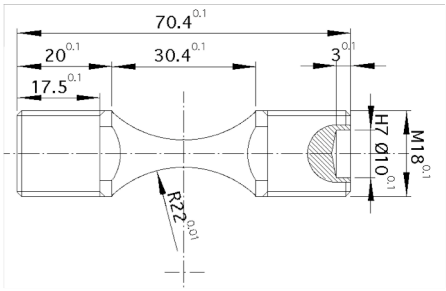


FIG. 2 –Schéma de l'éprouvette type diabolo.

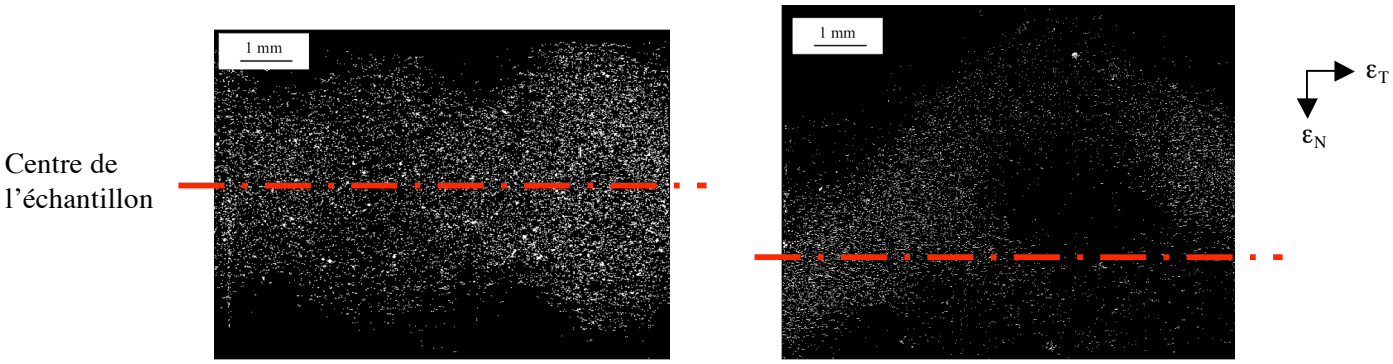
2.1 Description de l'essai

Les éprouvettes utilisées sont de forme diabolo (figure 2). Cette géométrie permet de créer des gradients de sollicitations mécaniques dans l'éprouvette dont la mesure est rendue accessible par les méthodes de corrélations d'images appliquées aux mesure de champs de déplacement [12].

L'essai d'écaillage est effectué en contrôle de déformation grâce à un extensomètre soit à température ambiante soit à 450°C. L'essai d'écaillage est conduit uniquement pour des temps de préoxydation n'ayant pas provoqué d'écaillage spontané lors de la sortie du four.

2.2 Champs d'écaillage

La mesure de l'écaillage est effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage – LEO 1450 VP – utilisé en mode électrons rétrodiffusés. Dans ce mode, la sous-couche métallique est claire alors que l'oxyde est sombre (figure 3). Par une méthode d'appariement d'image, l'ensemble de la surface de l'éprouvette a pu être reconstitué.



a) éprouvette A faible désorientation b) éprouvette B forte désorientation.

FIG. 3 – image MEB en surface - mode électrons rétrodiffusés

On constate que les zones les plus fortement écaillées sont situées au centre de l'éprouvette. Par ailleurs, lorsque l'on s'éloigne du centre de l'éprouvette, on distingue un motif sinusoïdal. Ce motif est lié à l'apparition de bandes de localisation de déformation activées dans le substrat monocristallin pour de forts niveaux de déformation. La périodicité obtenue est fonction du nombre de systèmes de glissement activés dépendant de l'orientation cristallographique du monocristal par rapport à la direction de sollicitation mécanique. Ces effets ont été confirmés expérimentalement par la méthode de Laue et calcul éléments finis [13,14].

2.3 Champs de déformation

La mesure de déformation est obtenue par corrélation d'images en lumière blanche à l'aide du logiciel Correli [12]. Cette mesure est effectuée à deux échelles. A fort grandissement on met en évidence la corrélation entre déformation locale et écaillage dans un premier temps au niveau des bourrelets d'alumine et pour de plus fortes sollicitations pour des surfaces écaillées englobant un ou plusieurs grains de sous-couches [11]. A plus faible grandissement, on retrouve le phénomène de localisation de la déformation mis en évidence par analyse du champs d'écaillage (figure 4).

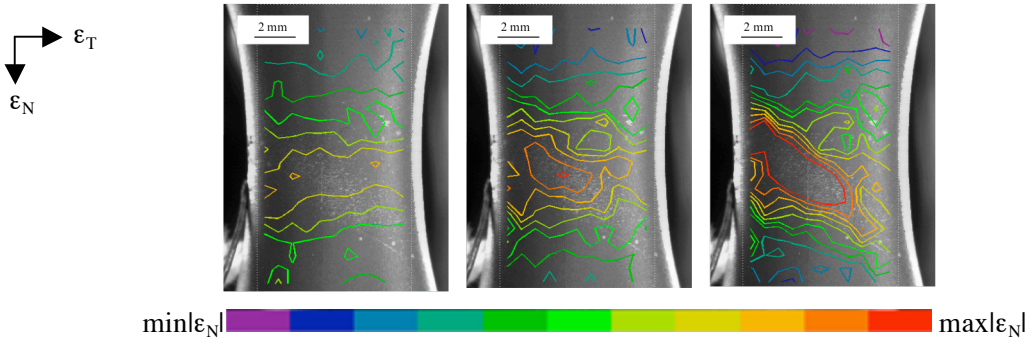
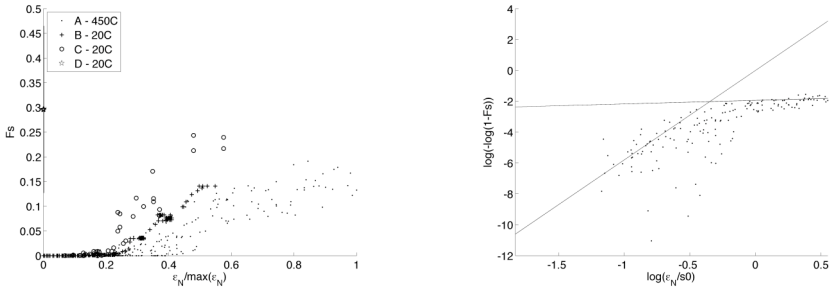


FIG. 4 – isovaleur de déformation ε_N ; niveau de déformation appliqué croissant de la gauche vers la droite

3 Modélisation de l'écaillage

3.1 Corrélation écaillage – déformation

L'échelle choisie pour effectuer la corrélation d'image présente l'intérêt d'obtenir une mesure directe de la sollicitation mécanique pour l'ensemble de l'éprouvette. En outre, on s'affranchit ainsi des phénomènes locaux liés à la microstructure qui alourdirait un modèle de durée de vie à l'échelle de la pièce complète. Mais surtout, alors même qu'il apparaît de très fortes singularités liées aux phénomènes de localisation, nous pouvons exploiter la totalité de la surface de l'éprouvette. Cette démarche permet d'établir la corrélation entre fraction surfacique écaillée et déformation appliquée sur une zone de 0,5x0,5 mm^2 correspondant à la taille du motif utilisé pour effectuer la corrélation d'image. Cette taille correspond à un optimum en qualité de corrélation d'images et est suffisamment petite pour estimer le niveau de déformation au niveau des bandes de localisation.



a) échelle linéaire b) échelle inverse de Weibull - échantillon A 450°C

FIG. 5 – fraction surfacique écaillée fonction de la déformation mécanique appliquée

Pour un même temps de préoxydation et un même niveau de déformation mécanique appliquée plus la

température est élevée, moins l'écaillage est prononcé (échantillons A et B). En effet, d'une part le désaccord dilatométrique entre l'oxyde et le revêtement est d'autant plus grand que la température est basse, d'autre part le comportement de la couche NiAl devient visqueux avec l'augmentation de température. Pour des temps de préoxydation croissants ($t_{HT}(D) > t_{HT}(C) > t_{HT}(A) = t_{HT}(B)$), l'écaillage est de plus en plus important et peut être spontané à la sortie du four (échantillon D).

3.2 Modèle statistique de l'écaillage

Il est classique de considérer qu'il existe une déformation critique conduisant à l'écaillage [3, 11]. Les fortes dispersions observées précédemment, même à une échelle relativement importante par rapport à la microstructure, nous conduisent à une analyse statistique du phénomène d'écaillage. Si l'on considère que l'écaillage est un phénomène de rupture fragile et en faisant l'hypothèse d'indépendance des évènements d'écaillage, nous pouvons introduire une statistique de Weibull afin de décrire la densité de probabilité liée à l'écaillage. Dans notre cas, la densité de probabilité est directement associée à la fraction surfacique écaillée F_s décrite comme une fonction de la déformation appliquée dans la direction de sollicitation ε_N. Ainsi nous adaptons la fonction de probabilité cumulée de Weibull décrite par :

$$F_s = 1 - \exp(-\varepsilon_N / s_1^{\,m}) \tag{1}$$

Si nous utilisons un papier de probabilité inverse de Weibull, il apparaît une très forte dispersion des résultats en écaillage. Ce phénomène est particulièrement accentué pour le régime des faibles probabilités et faibles déformations typiques des niveaux de sollicitations de l'application visée (figure 5b). En outre, la notion de déformation critique n'est plus utilisable dans ce contexte. Afin de garantir le conservatisme de la méthode, la loi de Weibull (éq. 1) est optimisée pour la population la plus fortement écaillée.

Bazant and Pang [1] proposent de compléter la densité de probabilité de Weibull par un modèle Gaussien. Le régime de Weibull correspond à un matériau élastique fragile et la transition vers un régime Gaussien est pilotée par le passage à un comportement quasi-fragile que nous associons dans notre cas au début de plasticité de la sous-couche et du substrat.

Pour la partie Gaussienne de la population considérée liée aux fortes probabilités d'écaillage et aux fortes déformations, on utilise un papier Gausso-arithmétique qui permet d'apprécier les valeurs de la moyenne et de l'écart type de la fraction surfacique écaillée associées à cette asymptote.

L'intersection des asymptotes déterminées ci-dessus permet de déterminer un point de 'greffe' qui est le point où l'on suppose que le régime weibullien initial bascule sur un régime de probabilité de type gaussien. Ainsi, on détermine deux régimes de probabilité chacun étant régi par une fonctionnelle décrivant la densité de probabilité respectivement pour la partie weibullienne et gaussienne :

$$f_s(\xi) = r_f (m/s_1)^{m-1} (\varepsilon_N / s_1)^{m-1} e^{-(\varepsilon_N / s_1)^m} = r_f \Phi_W(\varepsilon_N) \tag{2}$$

$$f_s(\xi) = \frac{r_f}{\delta_{Gn}\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{(\varepsilon_N - \mu_{Gn})^2}{2\delta_{Gn}^2}\right] = r_f \Phi_G(\varepsilon_N) \tag{3}$$

Les probabilités cumulées respectivement pour les parties weibullienne et gaussienne sont :

$$F_s(\xi) = r_f (1 - e^{-\xi^m}) \tag{4}$$

$$F_s(\xi) = r_f (1 - e^{-\xi_{gr}^m}) + \frac{r_f}{\delta_{Gn}\sqrt{2\pi}} \int_{\xi_{gr}}^{\xi} \exp\left[-\frac{(\xi' - \mu_{Gn})^2}{2\delta_{Gn}^2}\right] d\xi' \tag{5}$$

La continuité entre les deux fonctions de probabilité cumulée est assurée par l'intermédiaire du paramètre r_f qui respecte l'équation :

$$r_f = \left[1 - \Phi_G(\xi_{gr}) + \Phi_W(\xi_{gr})\right]^{-1} \tag{6}$$

L'identification des seules asymptotes permet de déterminer l'ensemble des paramètres de ces fonctionnelles. Comme nous l'avons vu précédemment, nous pouvons jouer sur la population qui nous intéresse pour déterminer les asymptotes qui semblent décrire le mieux le régime supposé critique (ici distinction de deux régimes dans le domaine des faibles probabilités) mais les équations 1 à 6 permettent bien de décrire l'ensemble de la fonction de probabilité du phénomène d'écaillage.

Le modèle ne permet pas de reproduire les tendances observées pour l'ensemble des conditions d'essai avec

l'estimation faite pour le temps de référence et pour un essai conduit à 450°C (éprouvette A, figure 5a). Or la mesure de déformation obtenue par la méthode de corrélation d'image ne mesure que la déformation mécanique appliquée au cours de la phase de compression isotherme. Pour les autres conditions d'essai, la valeur de déformation prise en compte est corrigée par les déformations thermiques correspondant à la température de l'essai. Cette correction est insuffisante pour justifier le décalage important lié aux différents temps de préoxydation.

Nous proposons donc d'introduire une déformation d'offset $\tilde{\varepsilon}$, pour les essais C et D permettant de corriger le modèle décrit ci-dessus pour chaque temps de vieillissement en modifiant la position du point de greffage. Pour la couche d'oxyde de croissance, les déformations sont de plusieurs natures. On retrouve les déformations totales à l'aide de l'hypothèse de partitions des déformations

$$\varepsilon_{Al_2O_3}^{tot} = \varepsilon_{Al_2O_3}^{meca} + \varepsilon_{Al_2O_3}^{th} + \tilde{\varepsilon} \tag{7}$$

où l'on distingue les déformations d'origine mécaniques, thermiques et d'offset que nous justifierons physiquement plus loin.

Ainsi, il n'est pas nécessaire de renouveler l'identification de l'ensemble de la méthode proposée ci-dessus. On corrige uniquement par l'intermédiaire d'une déformation supplémentaire les coordonnées du point de greffe sans modifier les autres paramètres initiaux du modèle m, s_0, μ_G et δ_G. Les paramètres effectifs du modèle s_1, μ_{Gn} et δ_{Gn} sont eux modifiés à l'aide des coordonnées du nouveau point de greffe et des équations 1 à 6. Le résultat est présenté (figure 5b).

En outre, pour l'éprouvette D préoxydée le plus longtemps nous n'avons pas effectué d'essai mécanique mais nous pouvons extrapoler une probabilité d'écaillage qui semble tout à fait correcte. Ce résultat est d'autant plus satisfaisant qu'il traduit bien la transition d'un régime mixte Weibull-Gauss pour de faibles temps de préoxydation vers un régime purement weibullien pour les longs temps de préoxydation où la nature même des écaillages est différente. En effet, alors qu'initialement l'écaillage est localisé au niveau des joints de grains de sous-couches les plus favorablement orientés par rapport à la sollicitation macroscopique, ces écaillages se propagent pour finalement couvrir l'ensemble grains / joints de grains pour de longs temps de préoxydation. Les valeurs de déformations d'offset ainsi déterminées sont relatives à la déformation d'offset de l'essai de référence effectué à 450°C.

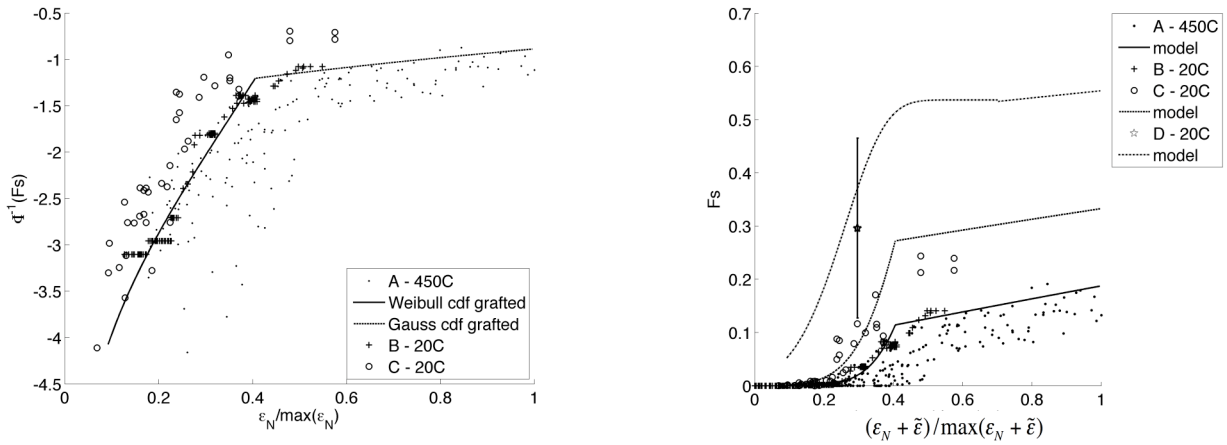


FIG. 5 – modélisation statistique de l'écaillage par la méthode de 'greffe' a) modèle identifié sur l'essai de référence – papier Gausso-arithmétique b) modèle extrapolé à tous les essais à l'aide de la déformation d'offset – échelle linéaire

3.3 Vers une mesure de l'endommagement interfacial

Afin de décrire les essais d'écaillage, nous avons eu besoin d'introduire une déformation d'offset dans la partition des déformations subies par la couche d'oxyde en croissance, éq 7. Lors de la croissance de la couche d'oxyde, il est établi que le changement de volume entre la phase métallique et l'oxyde génère une déformation libre dite de croissance. Cette déformation est intrinsèquement liée à la nature des matériaux avant et après transformation de phase et peut être décrite par le rapport de Pilling – Bedworth [8,9,15]. Par

ailleurs lors de la croissance de la couche d'oxyde à haute température, les phénomènes de diffusion associés à l'oxydation et les sollicitations thermomécaniques vont diminuer la ténacité interfaciale entre l'oxyde et la couche métallique. Le décalage en déformation, fonction croissante du temps de préoxydation, peut donc être associé à la déformation de croissance dont l'impact est amplifié par un phénomène d'endommagement interfacial. Nous introduisons donc la variable d'endommagement D qui décrit la diminution de ténacité interfaciale et la déformation de croissance ε^{gr} afin de modéliser la déformation d'offset introduite pour décrire l'ensemble des essais :

$$\tilde{\varepsilon} = \frac{\varepsilon^{gr}}{1-D} \tag{8}$$

Cette approche permet de modéliser l'effet de l'histoire thermomécanique sur l'endommagement interfacial.

Conclusion

L'utilisation conjointe de technique de mesure de champs de déplacement par corrélation d'images et de mesure d'écaillage par MEB a permis d'identifier la fraction surfacique écaillée en fonction de la déformation mécanique appliquée au système. En introduisant le modèle de greffe proposé par Bazant et Pang [1], nous avons pu mettre en évidence l'évolution de l'endommagement interfacial lié à la croissance de l'oxyde. L'ensemble de cette démarche sera complétée pour des sollicitations thermomécanique complexes.

Remerciements

Les travaux présentés ici font partie intégrante de la modélisation de la durée de vie des revêtements pour aube de turbine financée par Snecma – Groupe Safran que nous remercions vivement pour leur soutien.

References

[1] Z.P. Bažant, S. Pang., Jour. of the Mech. and Physics of Solids. 55 (2007) 91-131.
[2] L. Rémy, A. Alam, A. Bickard, ASTM STP 1428, M. A. Mc Gaw Eds. (2003) 98-111
[3] M. Schütze, D.R. Holmes Protective oxide scales and their breakdown. Wiley 1997
[4] J.-S. Wang, A.G. Evans. Acta Mater. Vol 46, No 14, (1998) 4993
[5] D.M. Lipkin, D.R. Clarke. Oxid Met, (1996), 45. p. 267
[6] P.Y. Hou, A.P. Paulikas, B.W. Veal. Materials at high temperatures 22, (2005), p. 535
[7] J. Smialek. Acta Materialia 52 (2004), p.2111
[8] N.B. Pilling, R.E. Bedworth (1923) J. Inst. Met. 29: 529
[9] C. Xu and W. Gao, Mat. Res. Innov., 3, (2000), 231-235.
[10] M. Harvey, C. Courcier, V. Maurel, L. Rémy, Surf. Coat. Tech., 203 **5-7** (2008) p.432-436
[11] M. Harvey, M. Rambaudon, V. Maurel, L. Rémy, Mater. Sci. For., 595-8 (2008) p.101-106
[12] F. Hild, S. Roux, Strain. Vol 42. (2006) 69-80
[13] M. Harvey, V. Maurel, L. Rémy, Acta Mat., en preparation
[14] M. Harvey, thèse de doctorat, Mines-ParisTech (2009).
[15] A.M. Huntz, P.Y. Hou, R. Molins, Mater. Sci. and Eng.: A. 485 (2008) 99-107.