

# La micromécanique haute température pour le couplage “oxydation-diffusion-mécanique”

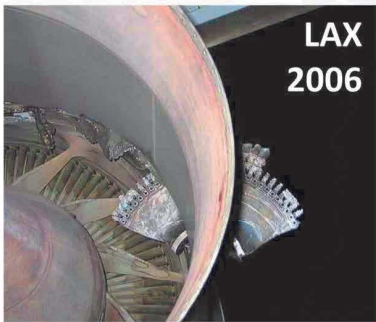
**D. Texier**

*Institut Clément Ader (ICA) – UMR CNRS 5312; Albi, France*

 [damien.texier@mines-albi.fr](mailto:damien.texier@mines-albi.fr)

# Introduction - contexte

**Matériaux à gradient de propriétés**



Un choix de conception

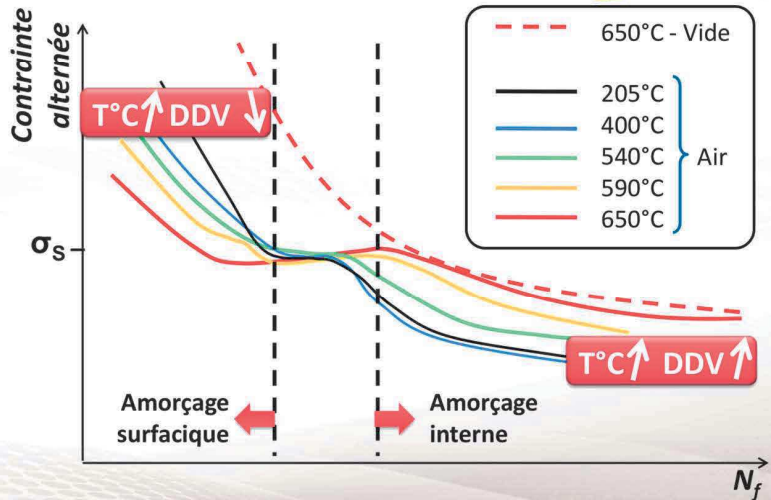
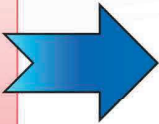
Une évolution subie...

Courtoisie à Stinville et al. UC SANTA BARBARA MATERIALS



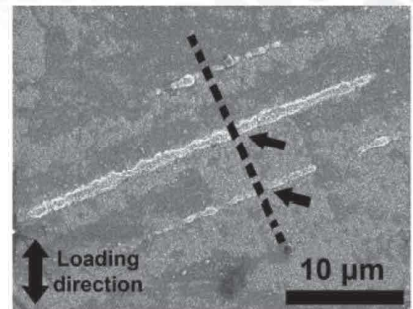
**Motivations :**

-  $T^{\circ}\text{C} \uparrow$   
-  $\sigma \uparrow$

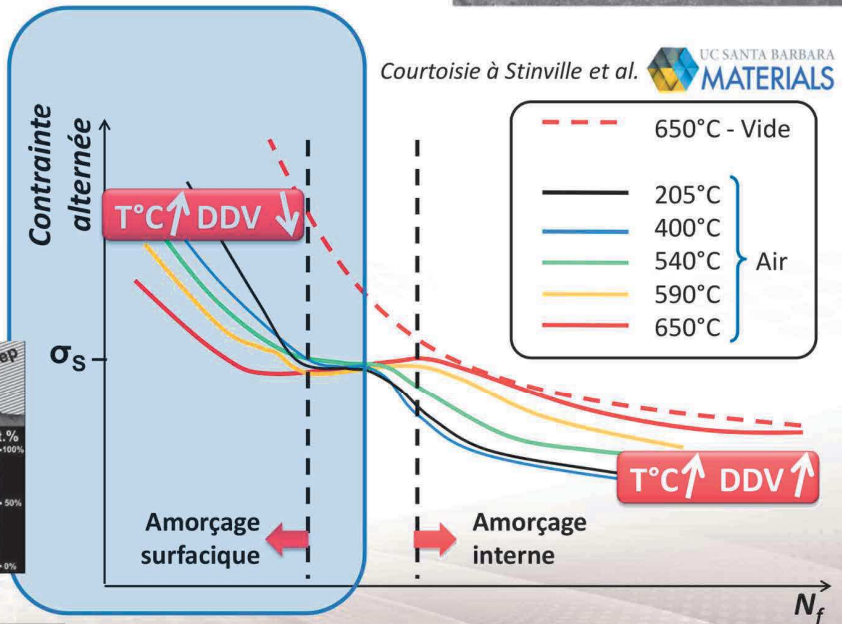
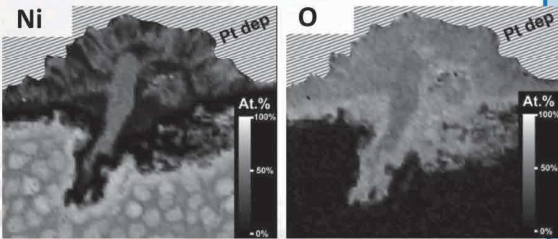
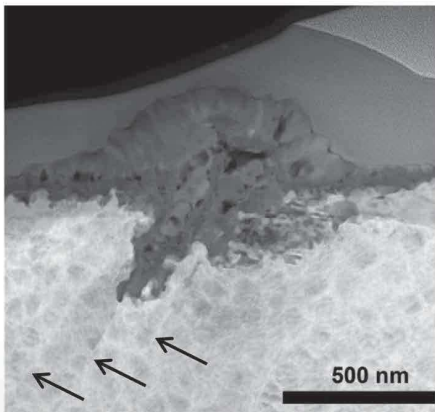


# Introduction - contexte

**Matériaux à gradient de propriétés**

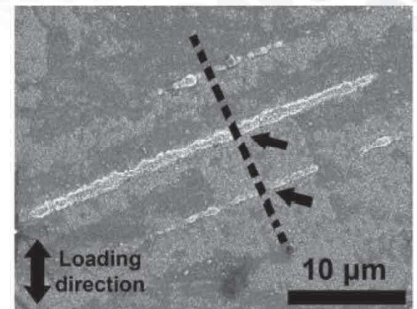


← Bande de glissement

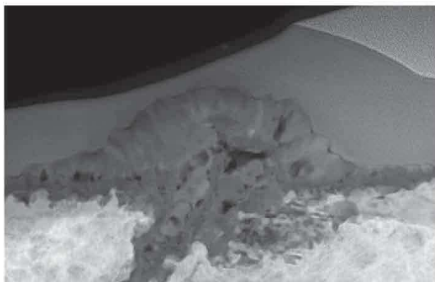


# Introduction - contexte

Matériaux à gradient de propriétés

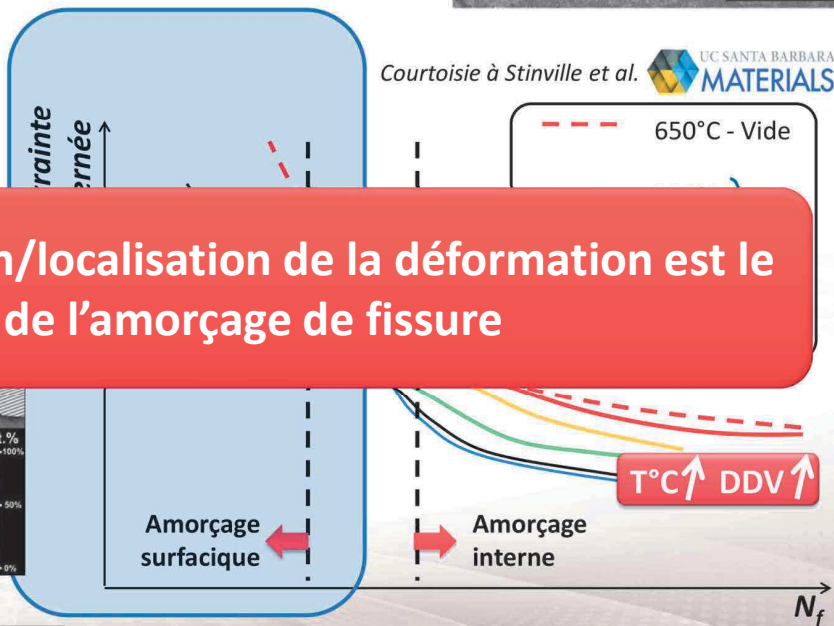
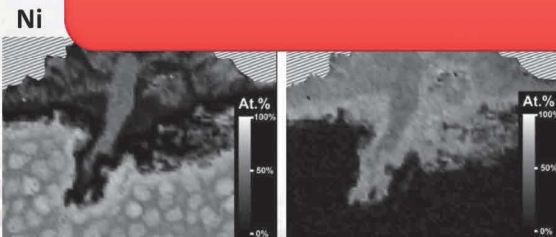


← Bande de glissement



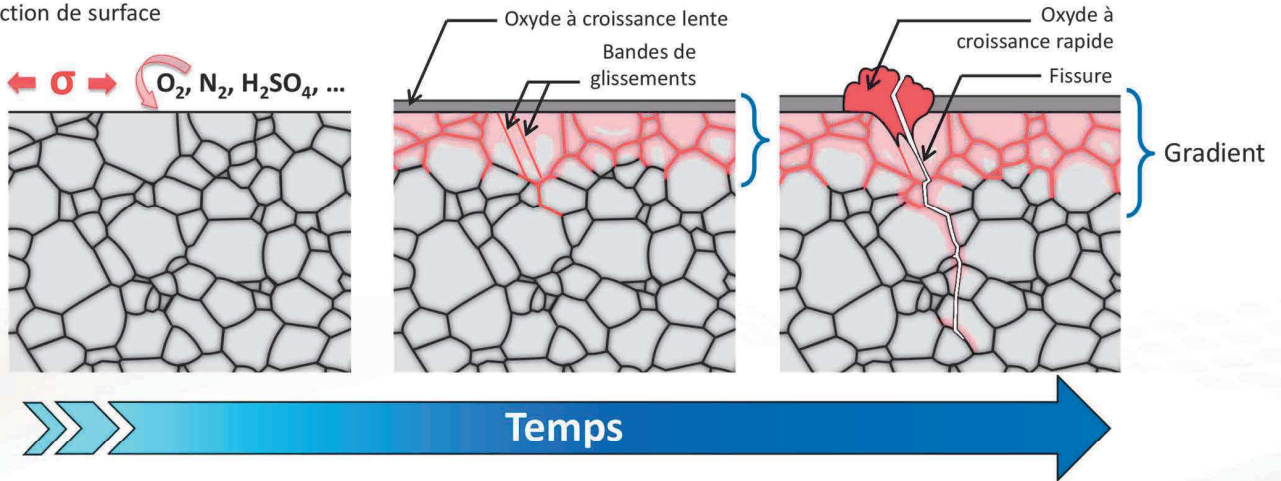
Courtoisie à Stinville et al. UC SANTA BARBARA MATERIALS

La synergie oxydation/localisation de la déformation est le moteur de l'amorçage de fissure



## Matériaux à gradient de propriétés

- Matériau sain
- Matériau affecté par la réaction de surface



## Problématique : Matériaux hétérogènes, matériaux à gradients de propriétés évolutives

### 1 Mesure de propriétés mécaniques locale à haute température

←  $\sigma$  →  $O_2, N_2, H_2SO_4, \dots$  Prédire l'évolution des couches d'oxyde(s)

Accéder au comportement mésoscopique de cette couche affectée

The diagram shows a cross-section of a material with a surface layer affected by oxidation. A red arrow labeled  $\sigma$  indicates stress. Above the surface, chemical species  $O_2, N_2, H_2SO_4, \dots$  are shown. A red line traces a path through the affected layer. To the right, a stress-strain graph plots  $\sigma$  (stress) on the y-axis and  $\epsilon$  (strain) on the x-axis. A dashed line represents 'Matériau sain' (healthy material) and a solid red line represents 'Matériau affecté' (affected material). A red question mark is placed between the two curves. A legend shows a grey box for 'Matériau sain' and a red box for 'Matériau affecté'.

### 2 Effet d'échelle sur le comportement mécanique de produits minces

Définir une section élémentaire représentative pour étudier le phénomène adéquat

### 3 Mesure de champ cinématique à l'échelle de la microstructure

Caractériser l'hétérogénéité de déformation des matériaux à différentes échelles

# Différentes approches

**Micromécanique haute  
température**

**Effet d'épaisseur sur le  
comportement mécanique**

**Effet d'épaisseur sur le  
comportement en oxydation**

**La CIN pour le couplage  
localisation de la  
déformation/oxydation**

**Micromécanique haute  
température**

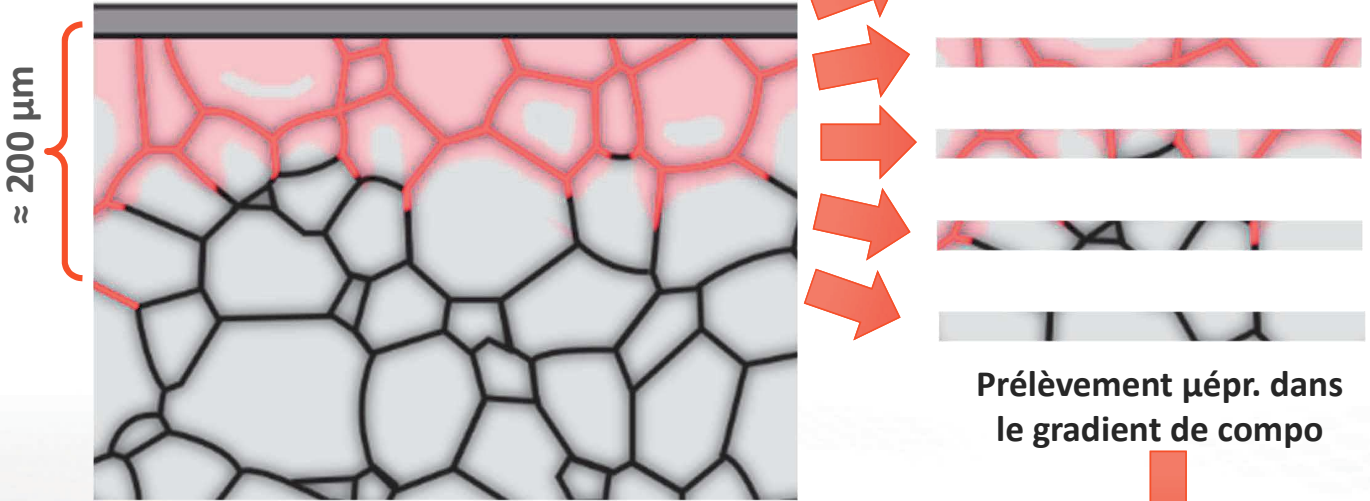
**Effet d'épaisseur sur le  
comportement mécanique**

**Effet d'épaisseur sur le  
comportement en oxydation**

**La CIN pour le couplage  
localisation de la  
déformation/oxydation**



## Principe :

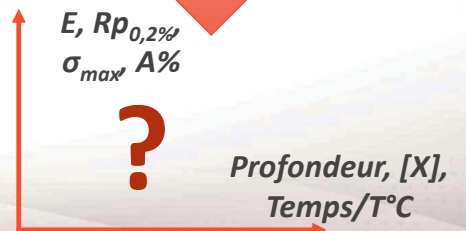


Plaque pré-oxydée

### Travaux en cours :

- Thèse de Charles ROMAIN (superalliage base Ni)
- Thèse de Kévin CAVE (alliage Ti)
- Postdoc Quentin SIRVIN (alliages Ti)

Prélèvement mépr. dans le gradient de compo



Comportement local

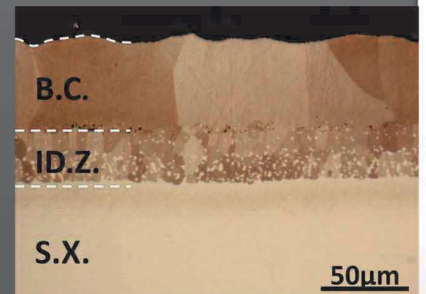
- **Propriétés d'interface et propriétés des couches du système BT**

## OBJECTIF :

- Identifier le gradient de propriétés mécaniques et physiques dans les superalliages revêtus

## APPROCHES :

- Considérer le système revêtu comme 3 couches indépendantes :
  - Le revêtement (B.C.)
  - La zone d'interdiffusion (ID.Z.)
  - Le substrat (S.X.)
- Extraire des échantillons ultraminces dans chacune des couches
- Tester chacune des zones à haute température



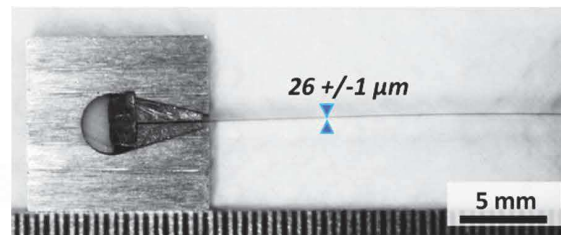
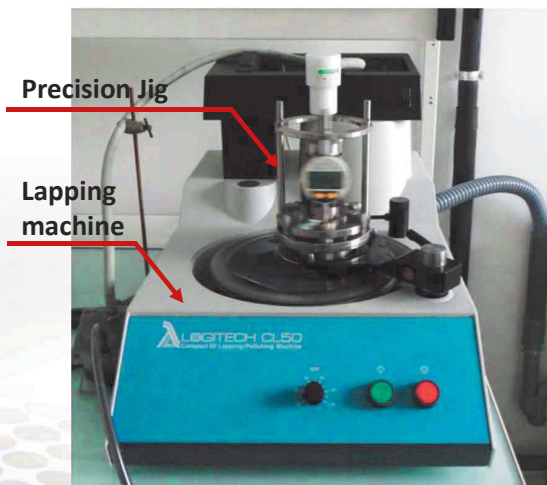
## Prélèvement d'échantillons minces dans le gradient de microstructure

Utilisation de techniques métallographiques

Méthode d'amincissement répétable pour la préparation d'échantillons plats

Echantillons de grandes dimensions ( $5 \times 40 \text{ mm}^2$ ) mais minces ( $15 \mu\text{m}$  mini)

Planéité et parallélisme ( $\Delta$  épaisseur  $\approx \pm 0,5 - 1 \mu\text{m}$ )



[1] Pan et al., *Acta Mater.* (2003)

[2] Alam et al., *Metall. Mater. Trans. A* (2011)

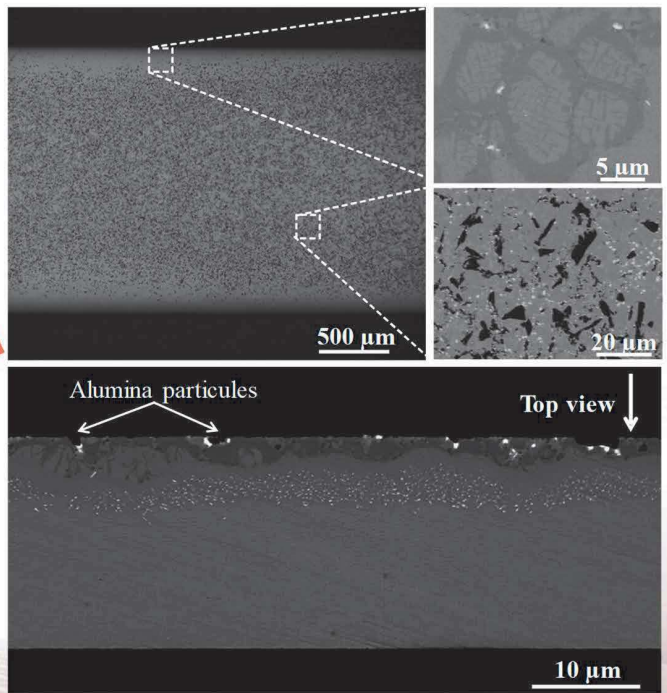
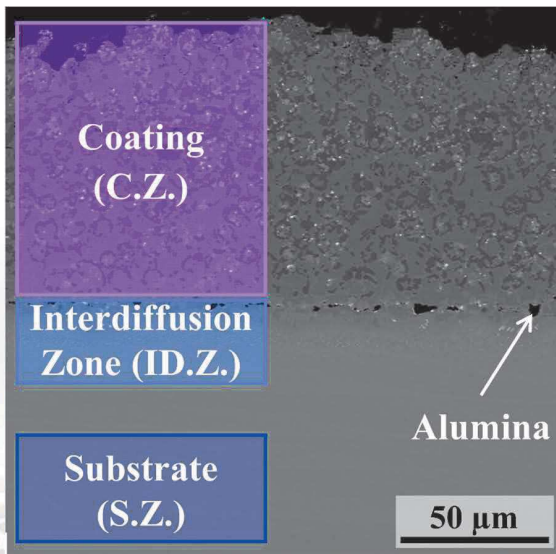
[D. Texier et al., Surf. Coat. Technol., 2016, 307 (15), 81–90]

[D. Texier et al., Mat. high Temp., 2016, 33 (4-5), 325–337]

## Prélèvement d'échantillons minces dans le gradient de microstructure

Prélèvement précis (@ interfaces)

Cas d'un revêtement MCrAlY:



## Bancs d'essais mécaniques

Régulation force/déplacement

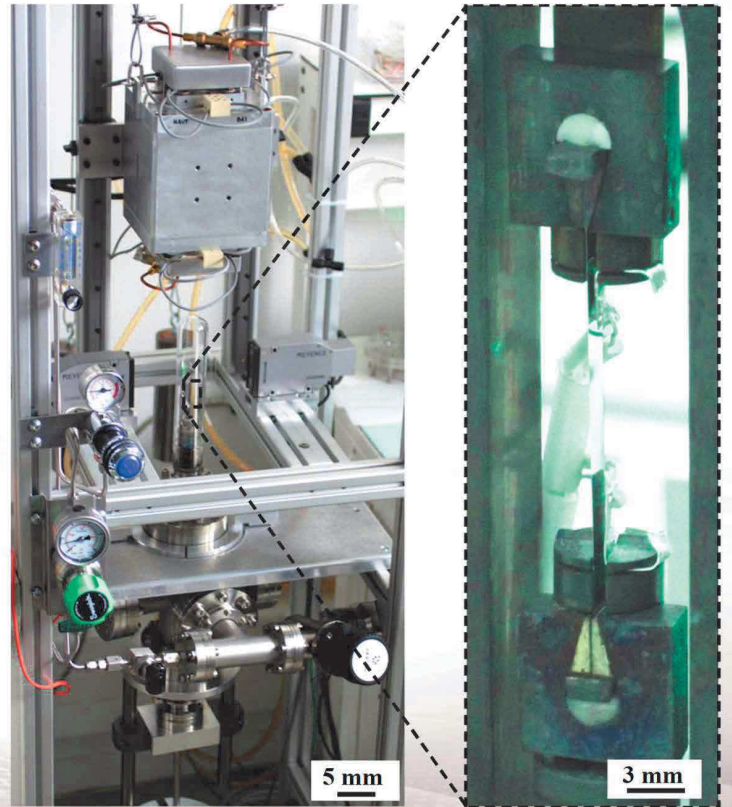
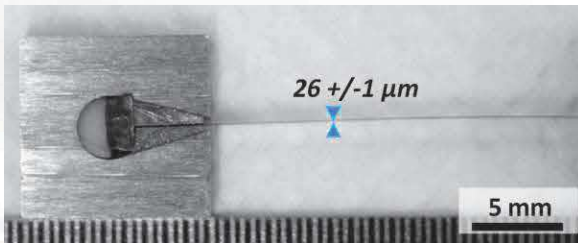
Four à lampes 2 zones

Extensométrie sans-contact

Atmosphère contrôlée

- Différentes atmosphères possible
- Pièges O<sub>2</sub> avec copeaux de zirconium

[D. Texier et al., *Mat. high Temp.*, 2016, 33 (4-5), 325–337]



## Bancs d'essais mécaniques

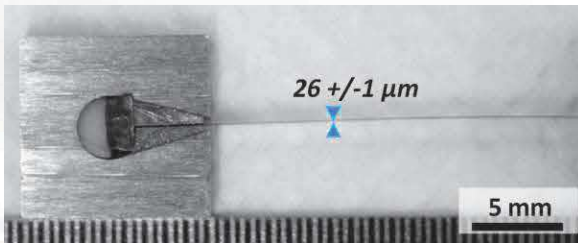
Régulation force/déplacement

Four à lampes 2 zones

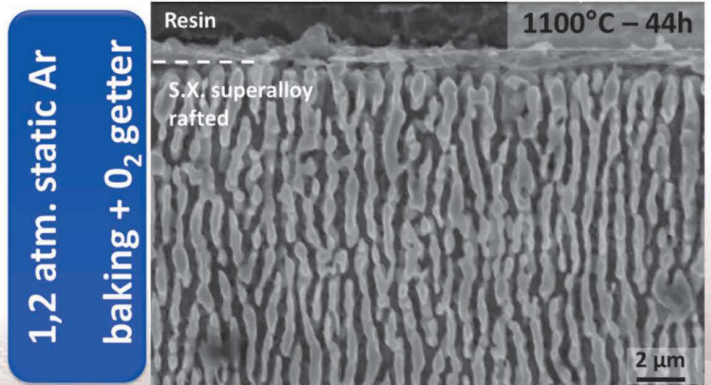
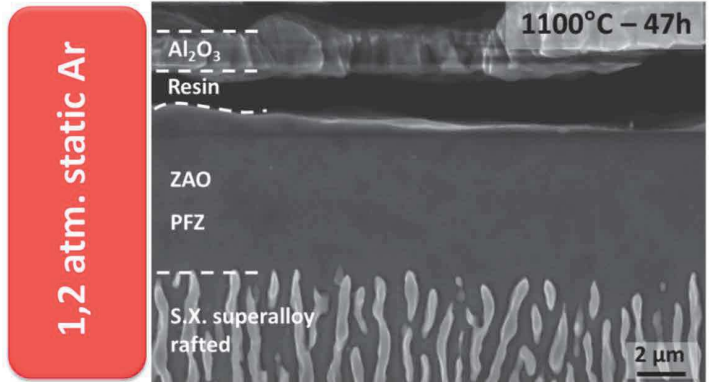
Extensométrie sans-contact

Atmosphère contrôlée

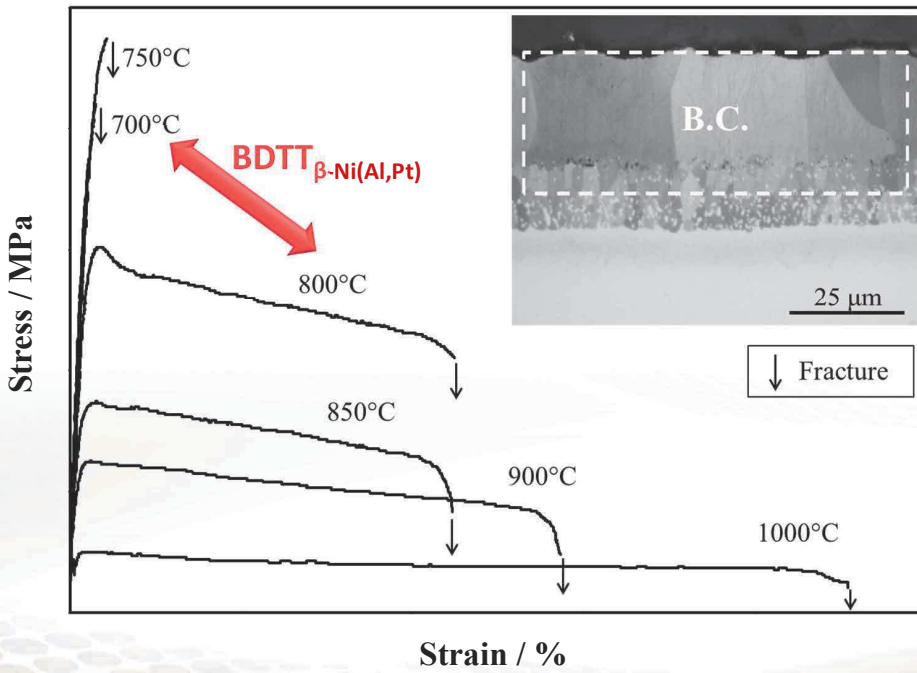
- Différentes atmosphères possible
- Pièges O<sub>2</sub> avec copeaux de zirconium



[D. Texier et al., *Mat. high Temp.*, 2016, 33 (4-5), 325–337]



## Démonstration des bancs d'essais



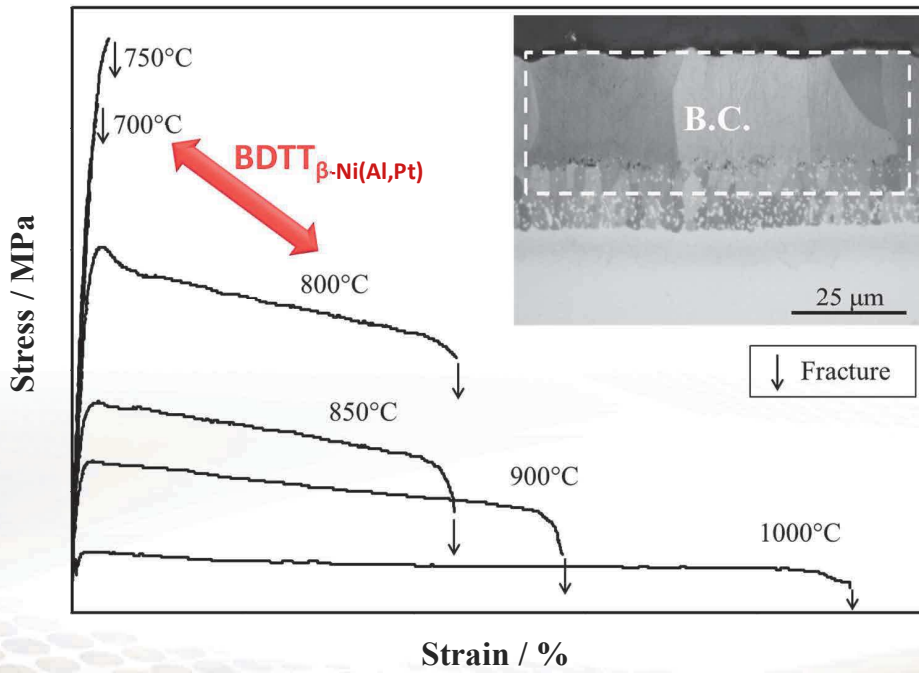
Bonne résistance mécanique jusqu'à 750°C

Comportement fragile jusqu'à 750°C

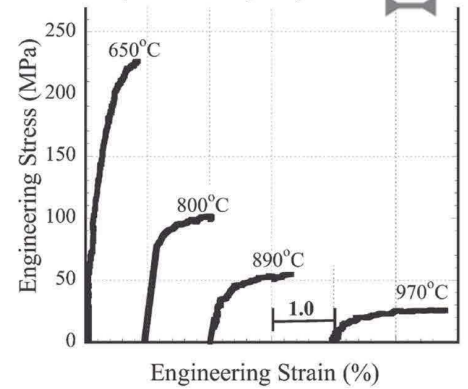
Chute des propriétés mécaniques au-delà de 800°C

Ductilité importante au-delà de 800°C

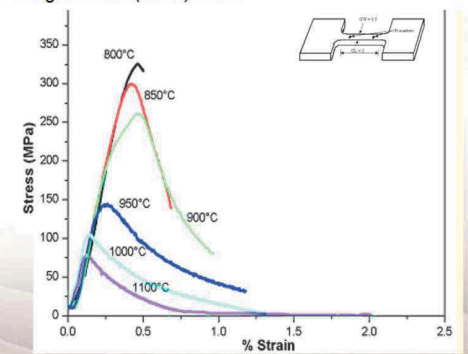
## Démonstration des bancs d'essais



[1] Pan et al., *Acta Mater.* (2003)



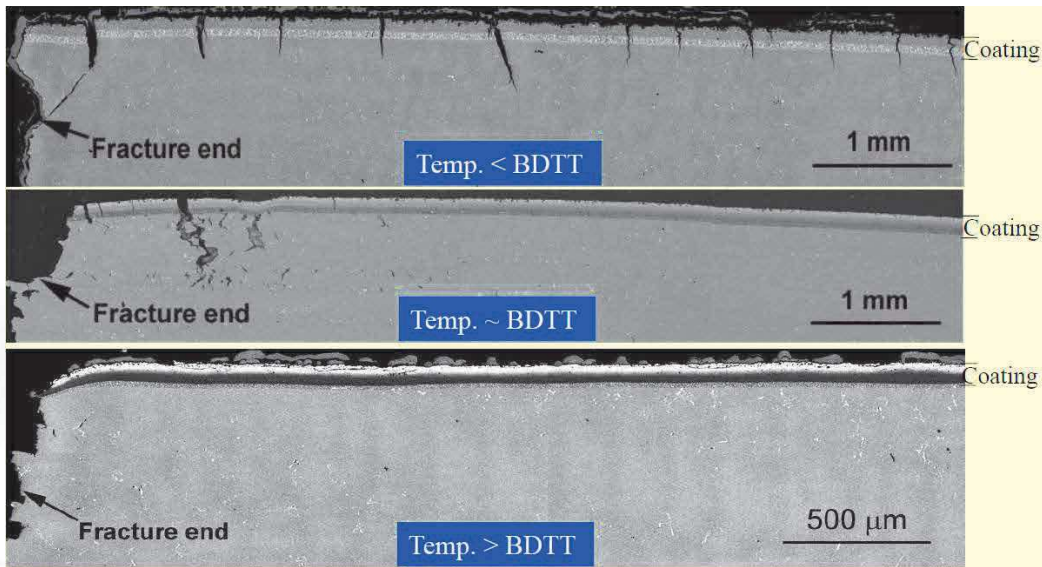
[2] Alam et al., in *Mechanical behavior at small length scale (India)* 2013





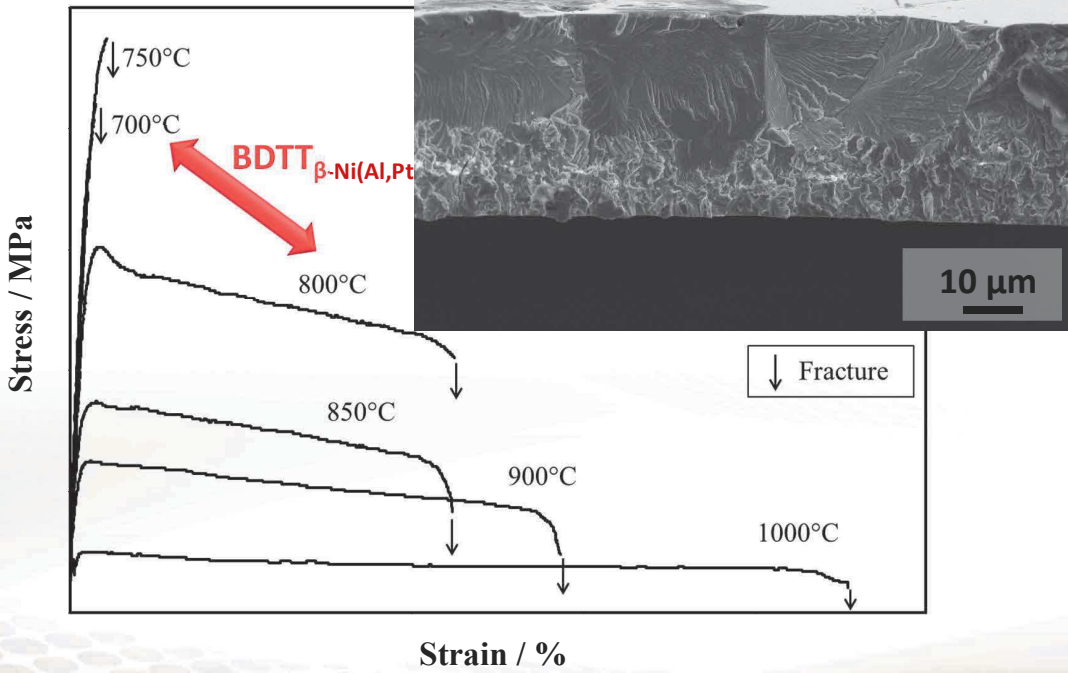
## Démonstration des bancs d'essais

### COMPARAISON AVEC DES OBSERVATIONS SUR SYSTEMES REVÊTUS



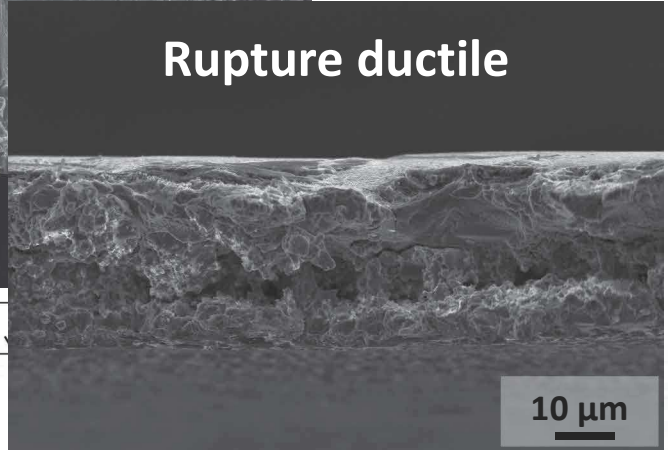
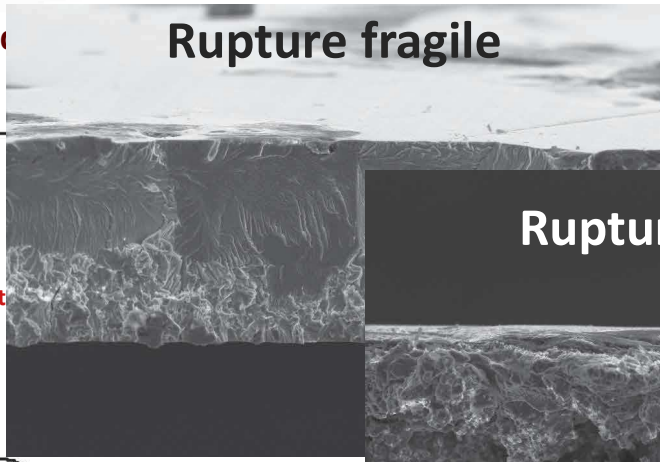
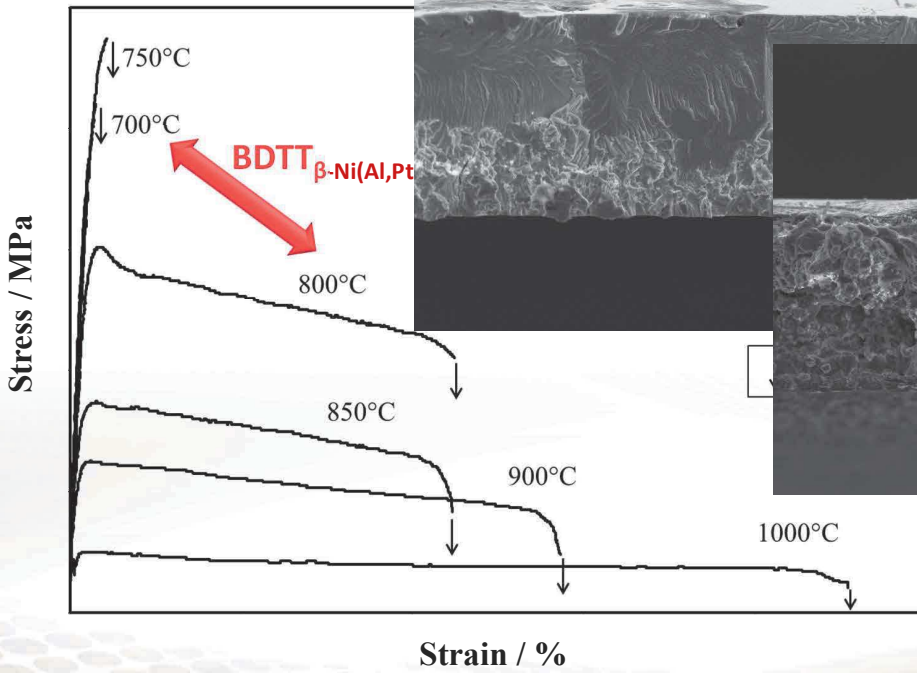
## Démonstration des bancs

## Rupture fragile



Démonstration des bancs de

Rupture fragile

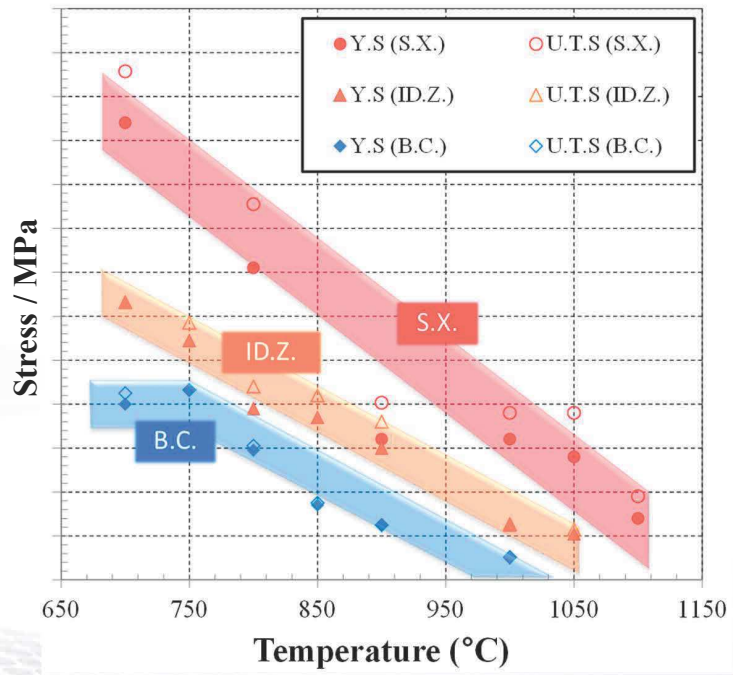
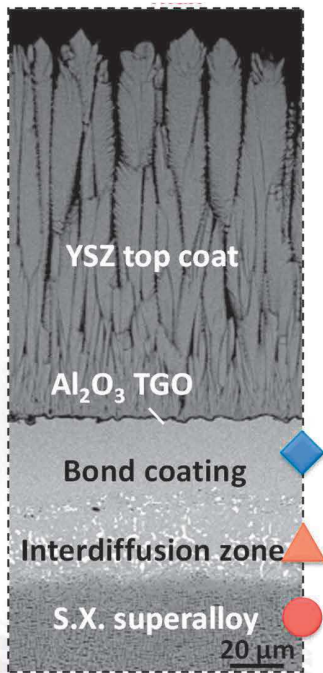


Rupture ductile

10 µm

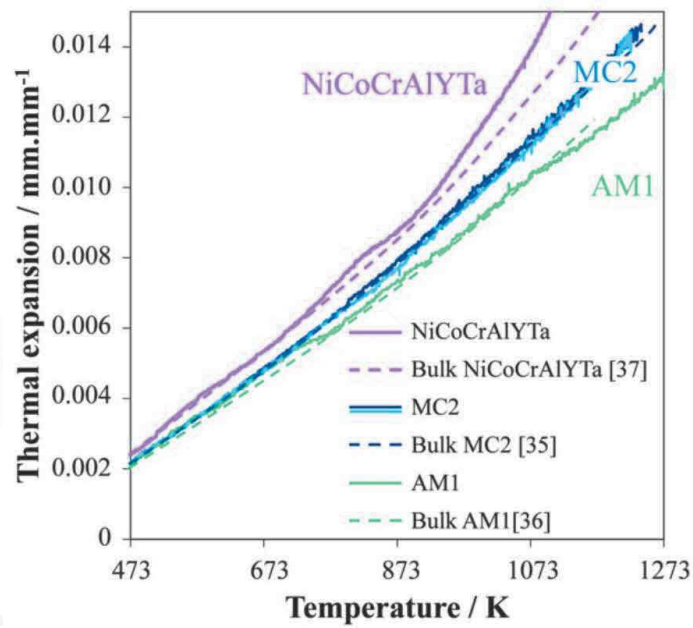
## Démonstration des bancs d'essais

### Caractérisation du gradient de propriétés



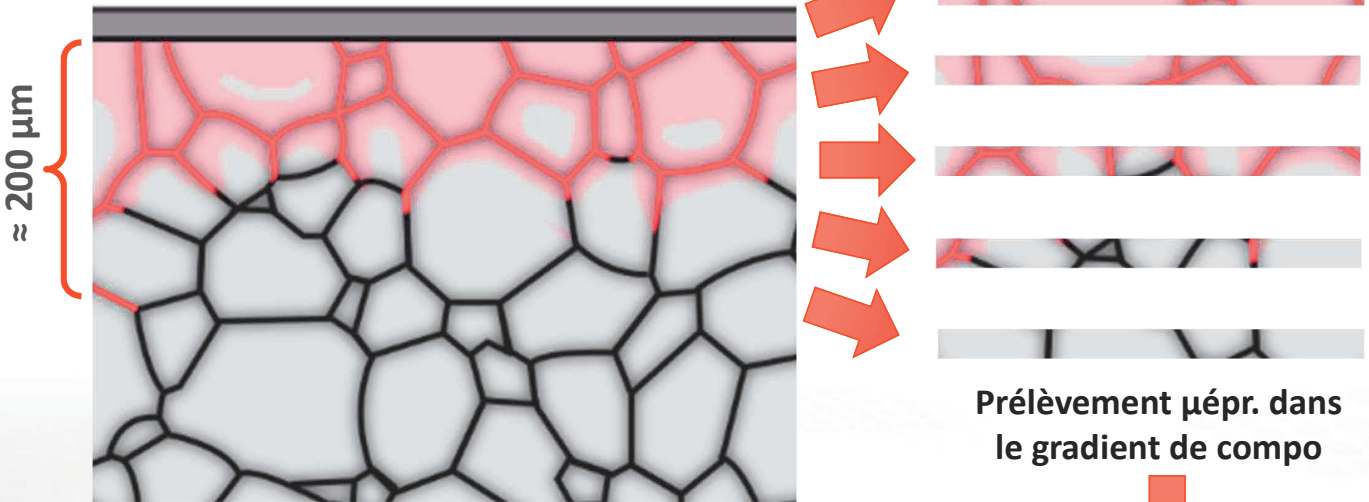
## Démonstration des bancs d'essais

### Caractérisation du gradient de propriétés



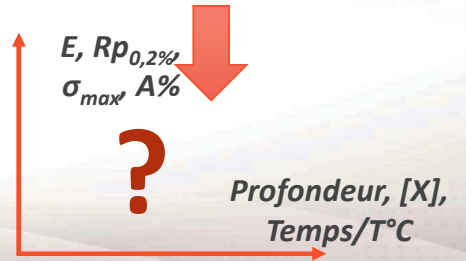
## Principe #1:

### Couplage localisation de la déformation/oxydation



Plaque pré-oxydée

Prélèvement μépr. dans le gradient de compo



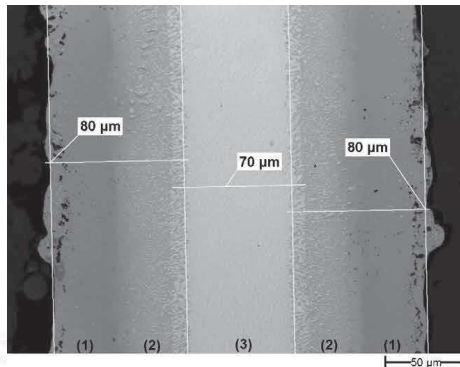
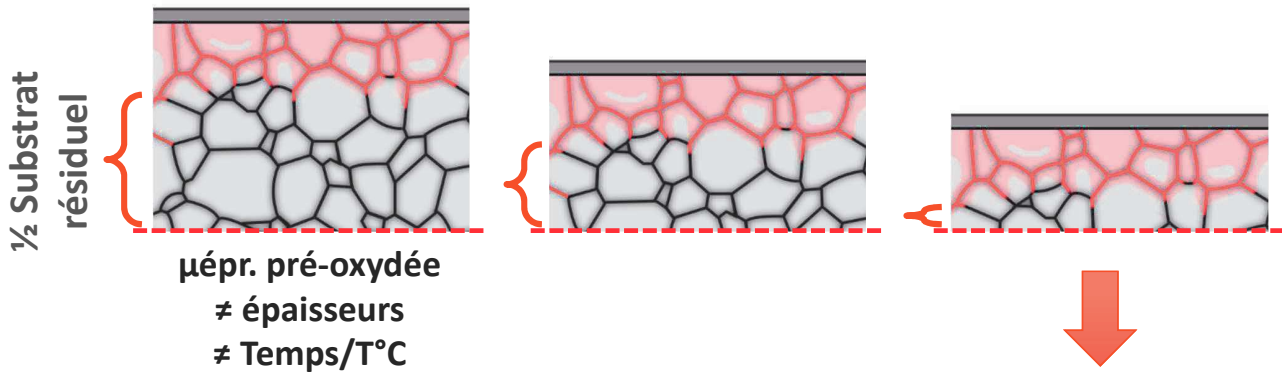
Comportement local

### Travaux en cours :

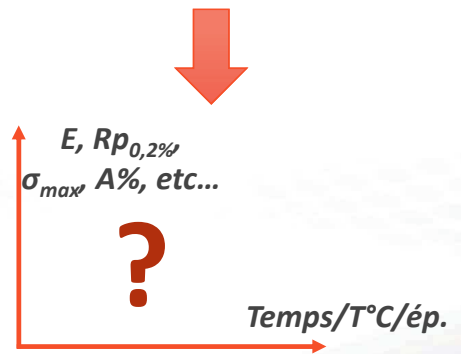
- Thèse de Charles ROMAIN (superalliage base Ni)
- Thèse de Kévin CAVE (alliage Ti)
- Postdoc Quentin SIRVIN (alliages Ti)

## Couplage localisation de la déformation/oxydation

### Principe #2:



Essais de fluage sur un échantillon de René N5 aluminisé [1]



[1] Huttner, *Mater. Sci. Eng. A* (2009)  
[2] Taylor et al., *Acta Mater.* (2006)

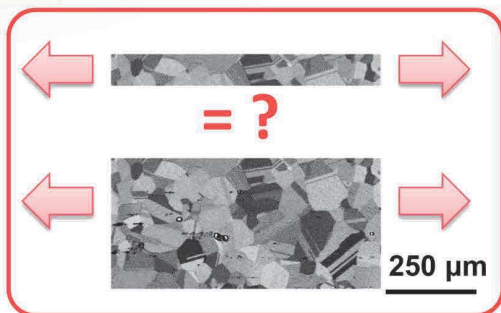
Micromécanique haute  
température

Effet d'épaisseur sur le  
comportement mécanique

Effet d'épaisseur sur le  
comportement en oxydation

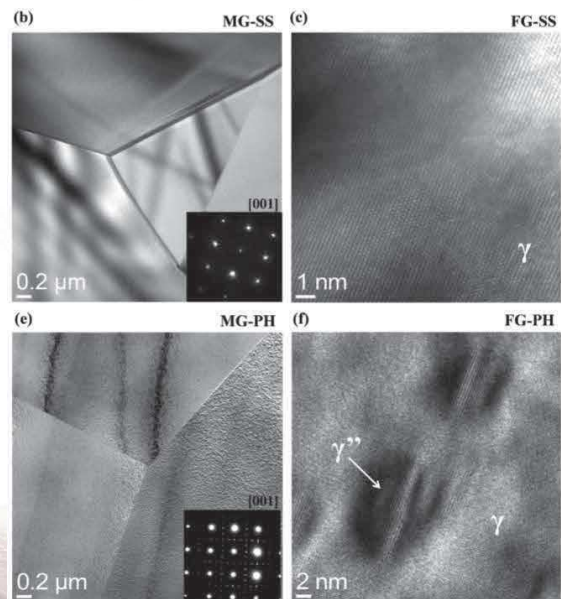
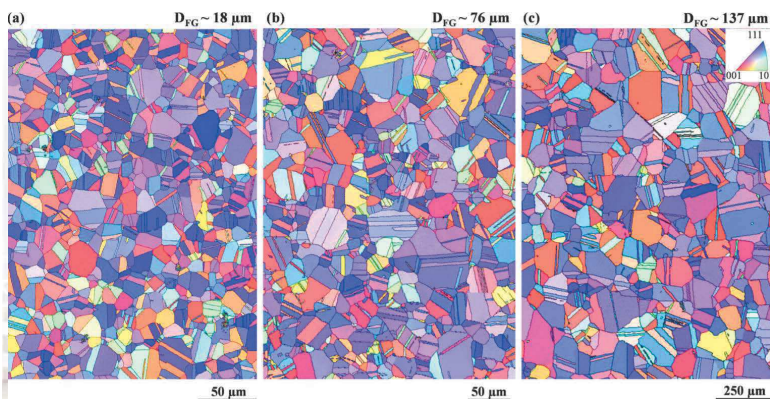
La CIN pour le couplage  
localisation de la  
déformation/oxydation



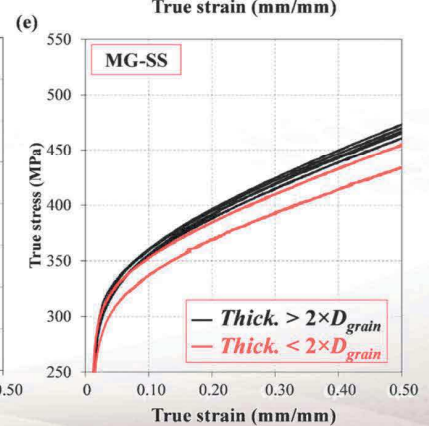
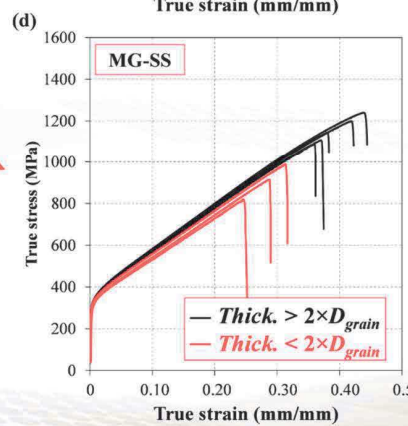
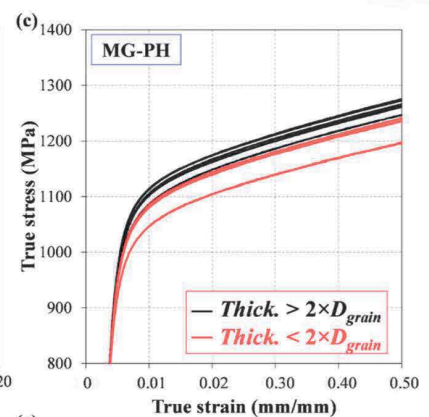
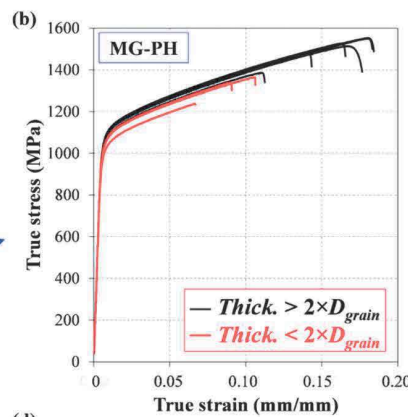
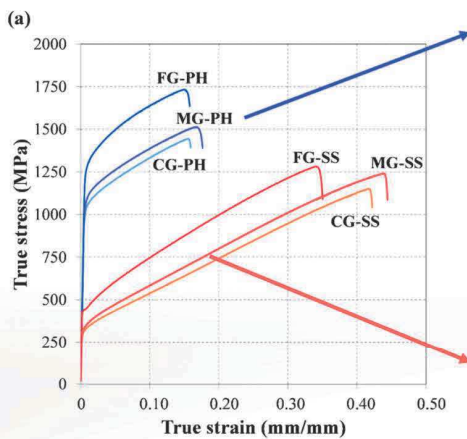


- Transition de comportement mécanique en fonction du ratio "épaisseur éprouvette / échelle de durcissement"
- Epaisseur élémentaire représentative  
→ Mesure quantitative

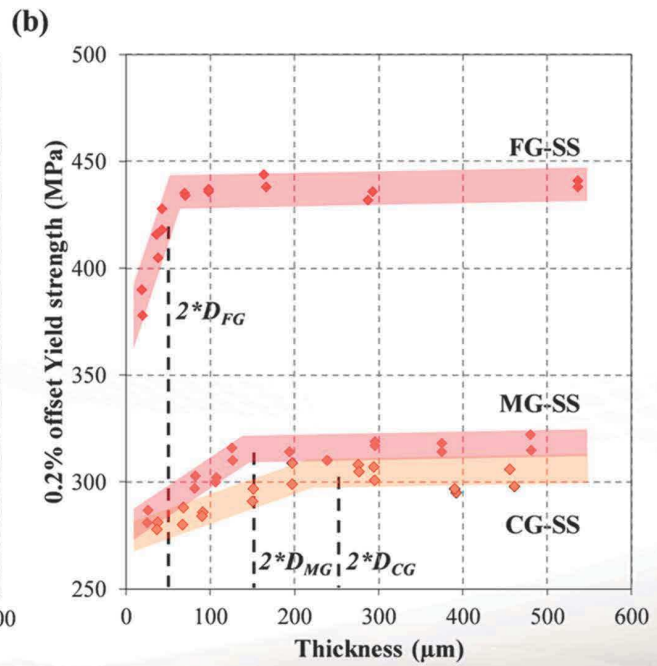
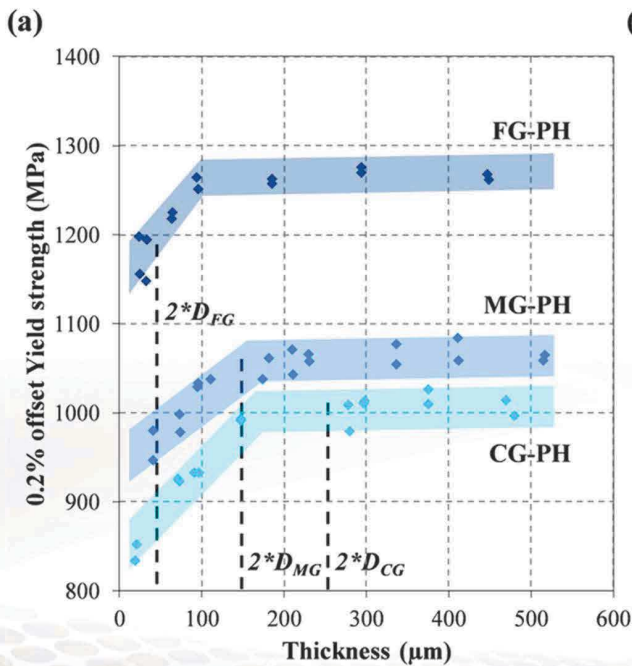
3 tailles de grains & 2 états métallurgiques



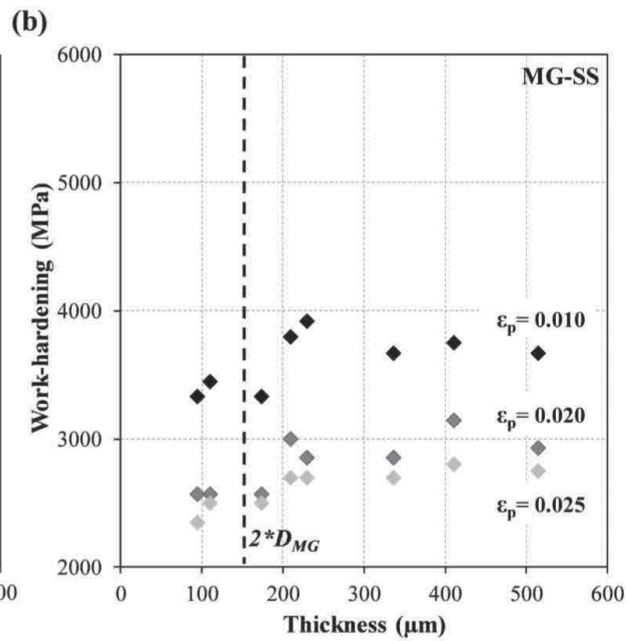
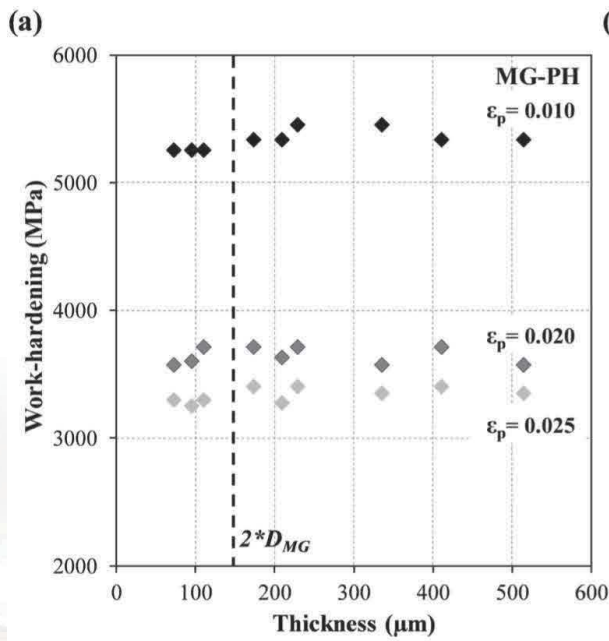
Effet d'épaisseur sur le comportement en traction



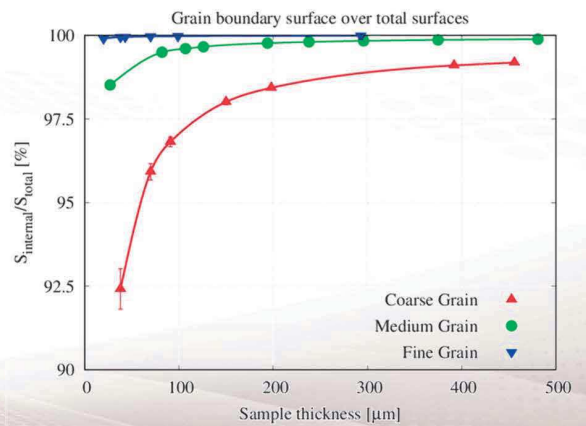
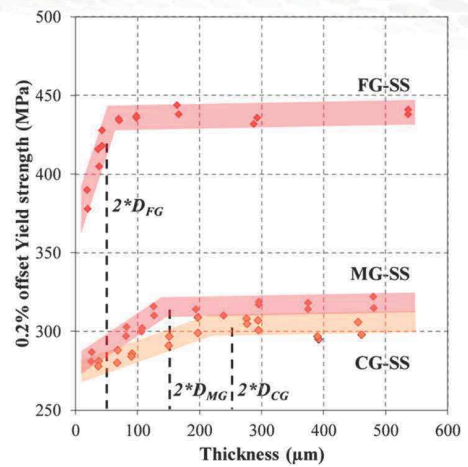
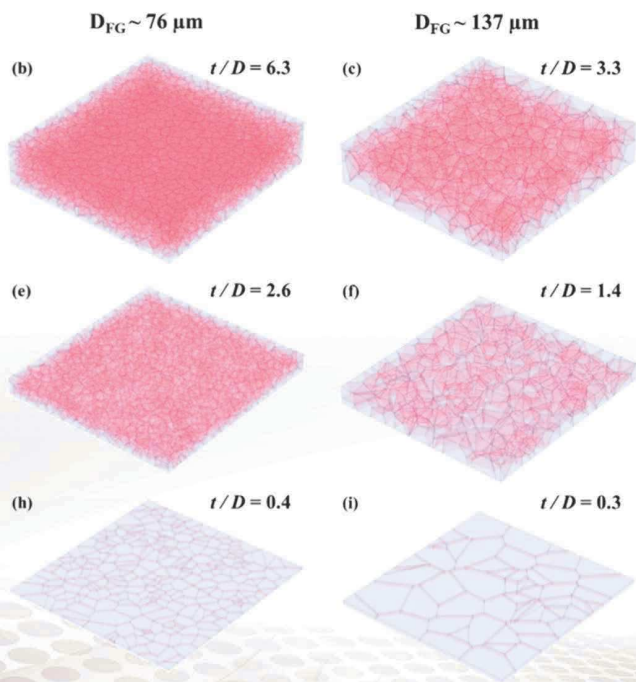
## Effet d'épaisseur sur la limite élastique



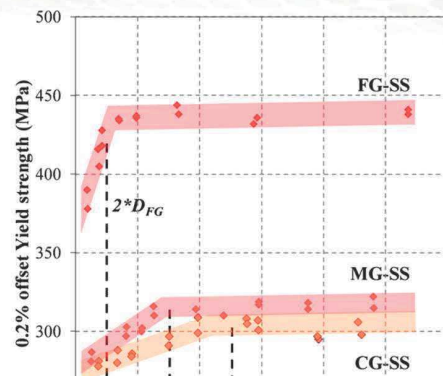
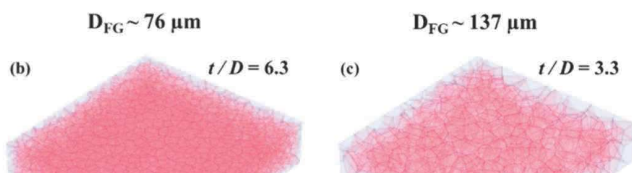
**Effet d'épaisseur sur l'érouissage**



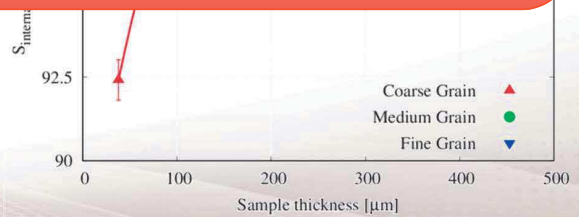
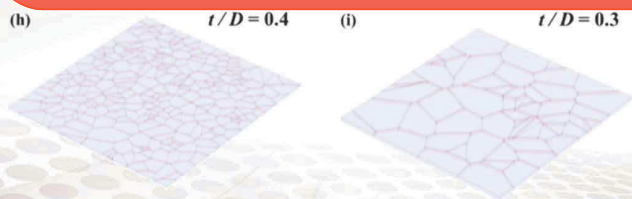
Les effets d'épaisseur?  
→ Quelle(s) signification(s) côté matériaux



Les effets d'épaisseur?  
→ Quelle(s) signification(s) côté matériaux



Et avec de la température et de l'oxydation en plus?  
Interface métal/oxyde?



Micromécanique haute  
température

Effet d'épaisseur sur le  
comportement mécanique

Effet d'épaisseur sur le  
comportement en oxydation

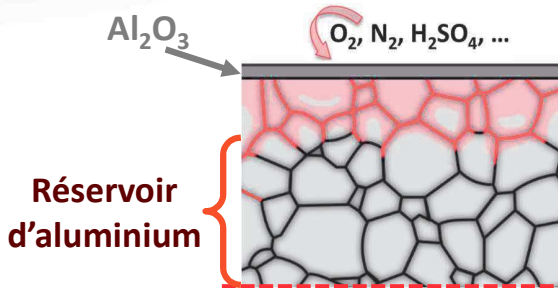
La CIN pour le couplage  
localisation de la  
déformation/oxydation

## Effet réservoir:

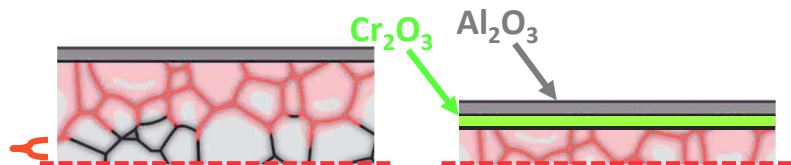




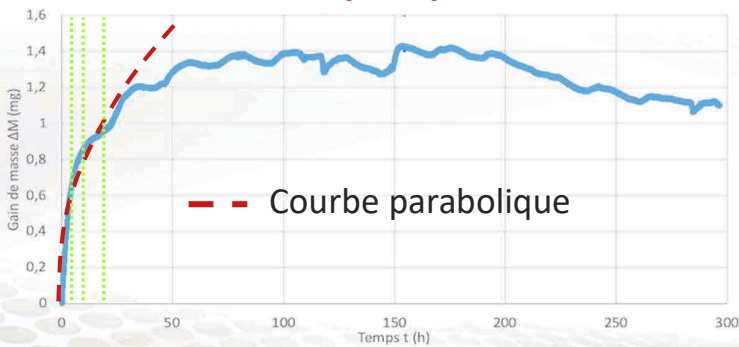
**Effet réservoir:**



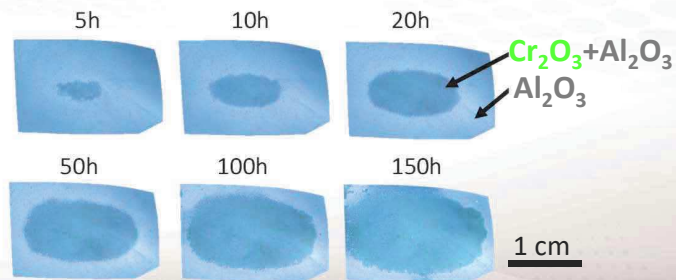
**Matériau: NiCoCrAlY**



**Echantillon ép. 15µm – 1150°C**

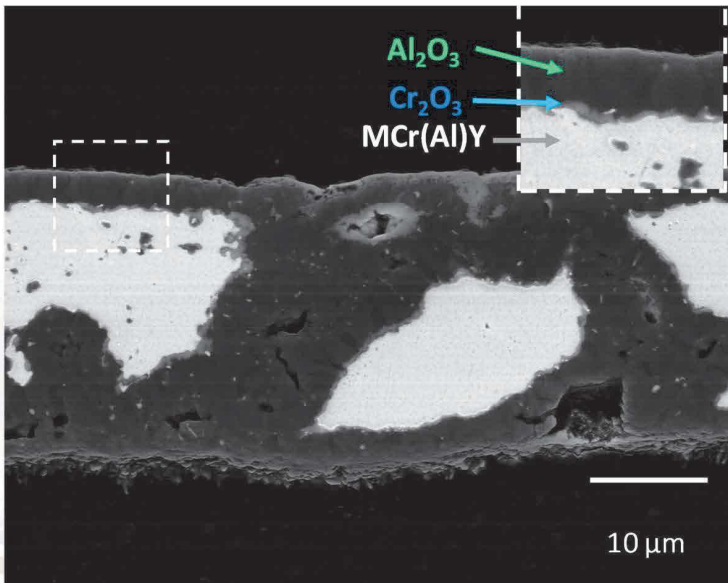


**Evolution des produits d'oxydation dans le temps**

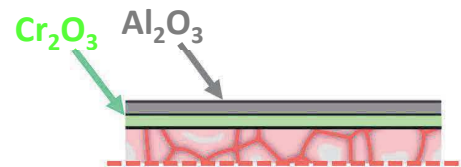


Effet réservoir:

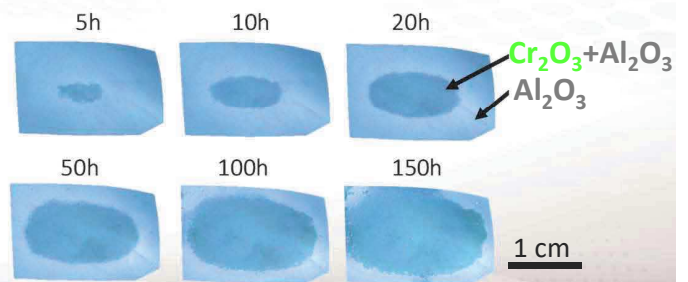
Observation MEB en BSE de la région  $Cr_2O_3/Al_2O_3$  en coupe transverse



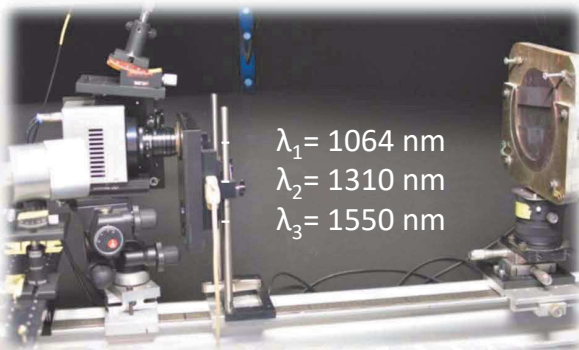
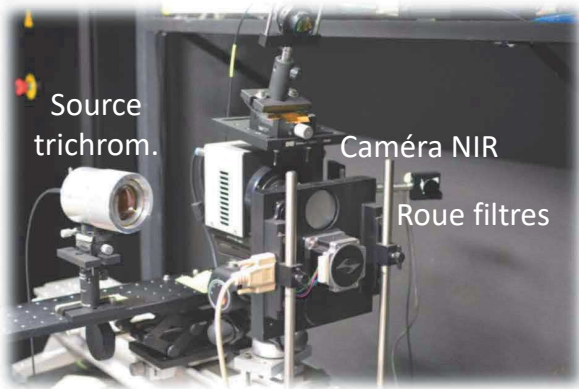
Matériau: NiCoCrAlY



Evolution des produits d'oxydation dans le temps



## Thermoréfectométrie :

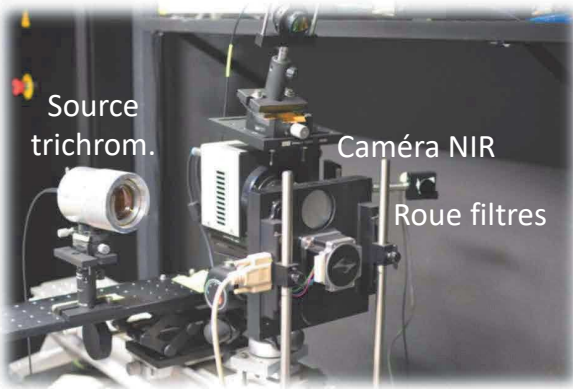


### Caractéristiques techniques

- **Chauffage** conductif de l'échantillon par face arrière (1000°C)
- **Mesure :**
  - Caméra NIR 320\*256 pix<sup>2</sup> ( $\lambda = [0,9 - 1,7] \mu\text{m}$ )
  - Source laser trichromatique 50 mW
- Températures de référence mesurées par des thermocouples type K en différents points
- **Cycles thermiques:**
  - Pilotés par un automate EURO THERM
  - Enregistrés par une centrale d'acquisition

**Thermoréfectométrie :**

**Potentiels**



- (1) Mesure de la **température et de l'émissivité** précise sans a priori sur l'**émissivité** du matériau (et de son évolution en temps/température)
- (2) Identification de variation locale de nature chimique et/ou rugosité

Basée sur la **loi de Planck** :

$$L_0(\lambda, T_L) = \frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T_L}\right) - 1}$$

Avec  $L_0$  [ $W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1} \cdot \mu m$ ] luminance spectrale,  $T_L$  [K] température de luminance,  $\lambda$  [ $\mu m$ ] longueur d'onde,  $C_1$  et  $C_2$  constantes du rayonnement.

Définition de l'**émissivité** :

$$\epsilon = \frac{L_0(T_L, \lambda)}{L_0(T_{vraie}, \lambda)}$$

Mesurée(s) inconnues

Loi de **Kirchhoff** :

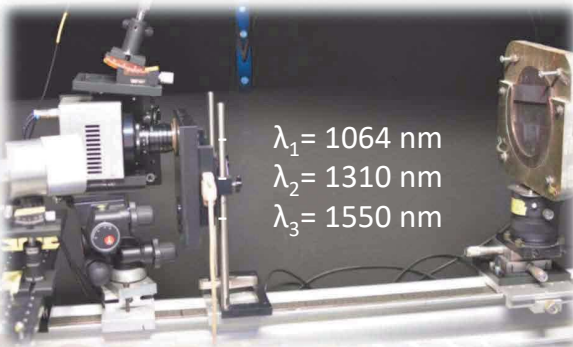
$$\epsilon = 1 - R = 1 - \eta \times \rho$$

Décomposition de la réflectance ( $R$ ) en :

- Une réflectivité bidirectionnelle **mesurée**  $\rho$  [ $sr^{-1}$ ]
- Une fonction de diffusion **inconnue**  $\eta$  [ $sr$ ] avec une hypothèse de variation linéaire avec  $\lambda$

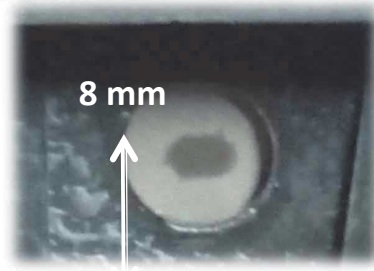
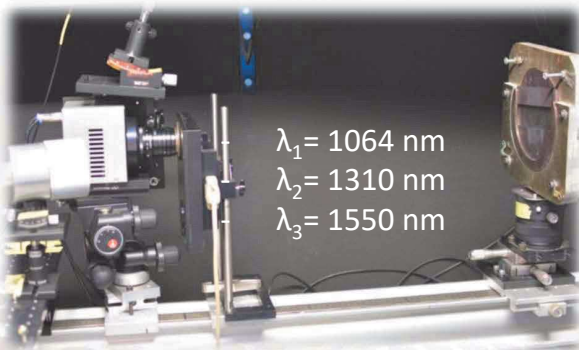
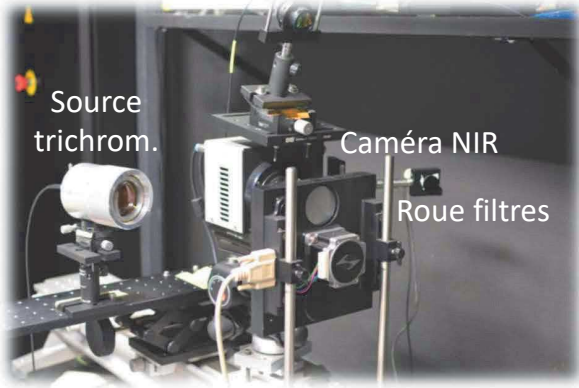
Étape 3 : résolution du système thermoréfectométrique

$$\begin{cases} L_0(\lambda_1, T_{L1}) = L_0(\lambda_1, T_{vraie}) \times (1 - \rho_{\lambda_1} \times (\eta_0 + \eta_1 \lambda_1)) \\ L_0(\lambda_2, T_{L2}) = L_0(\lambda_2, T_{vraie}) \times (1 - \rho_{\lambda_2} \times (\eta_0 + \eta_1 \lambda_2)) \\ L_0(\lambda_3, T_{L3}) = L_0(\lambda_3, T_{vraie}) \times (1 - \rho_{\lambda_3} \times (\eta_0 + \eta_1 \lambda_3)) \end{cases} \rightarrow \text{Solution : } \begin{cases} T_{vraie} \ \& \ \eta \\ \epsilon \ \text{déduit} \end{cases}$$

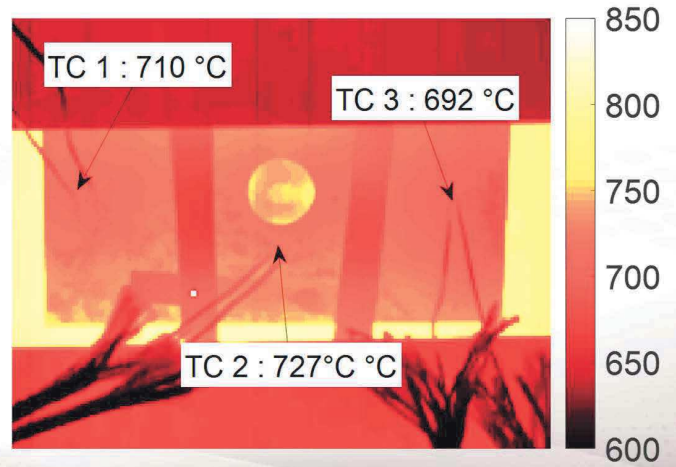


$\lambda_1 = 1064 \text{ nm}$   
 $\lambda_2 = 1310 \text{ nm}$   
 $\lambda_3 = 1550 \text{ nm}$

**Thermoréfectométrie :**

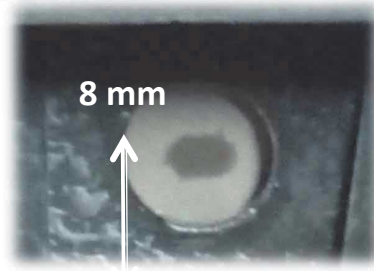
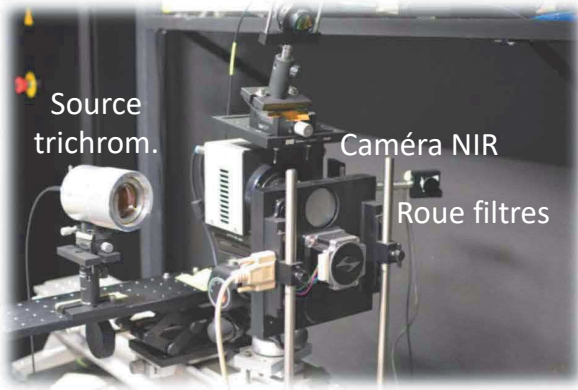


Échantillon 15 µm préoxydé  
20h à 1150 °C



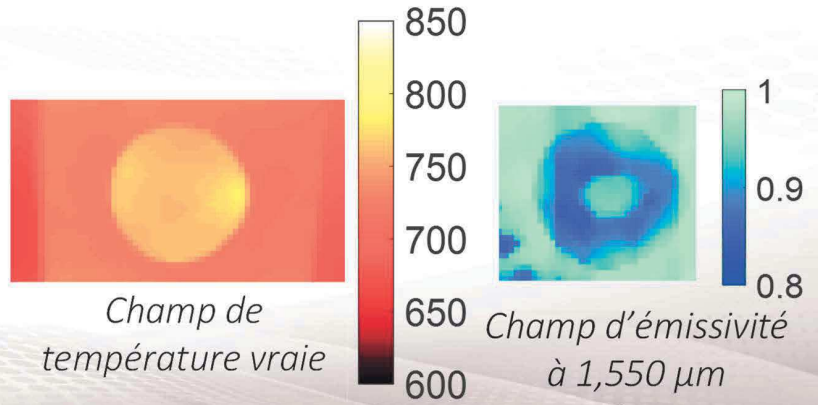
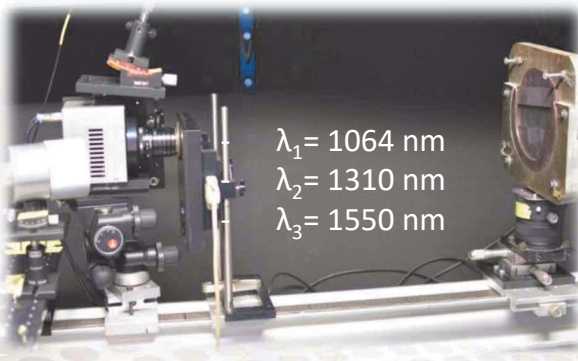
Température de luminance

**Thermoréfectométrie :**

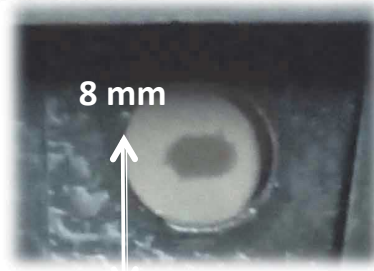


Échantillon 15  $\mu\text{m}$  préoxidé  
20h à 1150 °C

**Mesure de champ d'émissivité et de température**



Thermoréfectométrie :



Échantillon 15  $\mu\text{m}$  préoxydé

**L'émissivité comme signature optique d'oxydes formés dans des milieux semi transparent?**

$\lambda_1 = 1064 \text{ nm}$   
 $\lambda_2 = 1310 \text{ nm}$   
 $\lambda_3 = 1550 \text{ nm}$



Champ de température vraie



Champ d'émissivité à 1,550  $\mu\text{m}$

Micromécanique haute  
température

Effet d'épaisseur sur le  
comportement mécanique

Effet d'épaisseur sur le  
comportement en oxydation

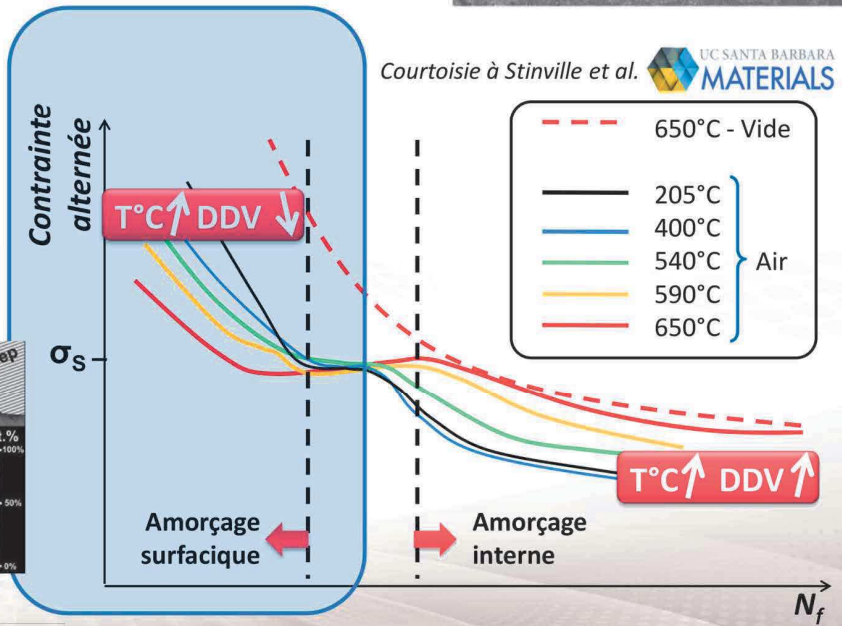
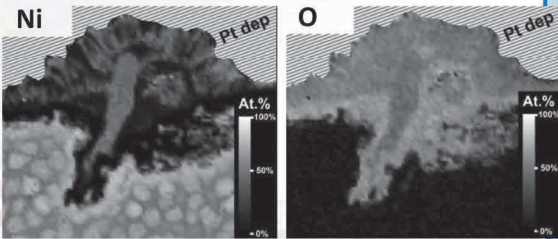
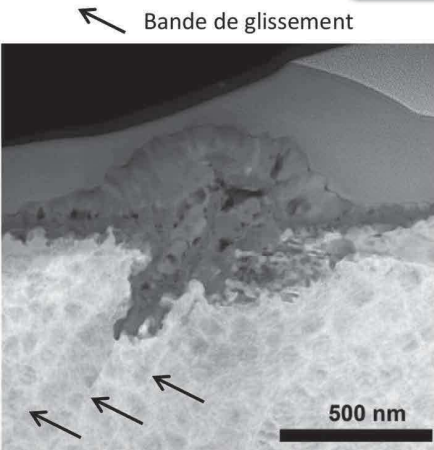
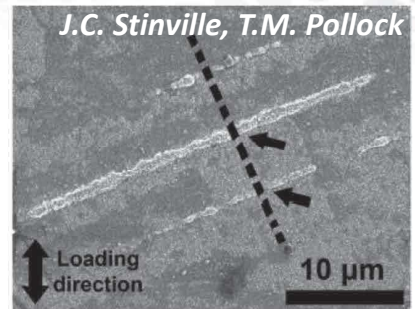
La CIN pour le couplage  
localisation de la  
déformation/oxydation



# La CIN pour le couplage localisation de la déformation/oxydation

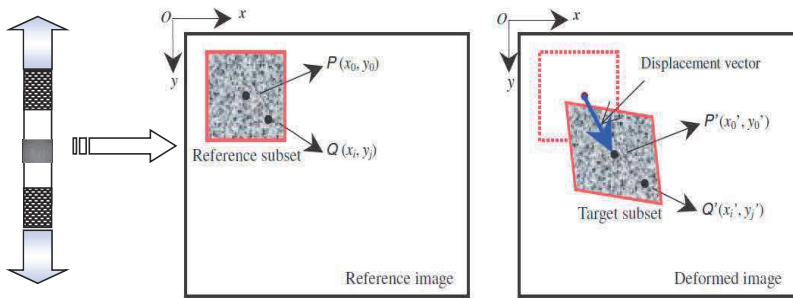


**Matériaux à gradient de propriétés**



## Développement d'un code CIN (local): Open-DIC

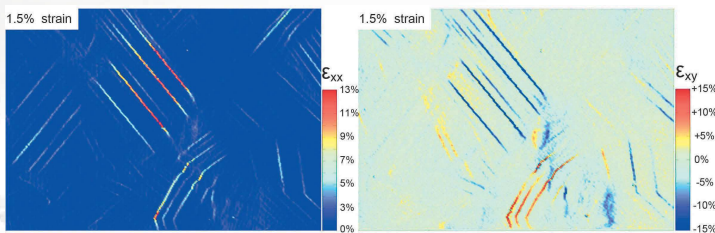
J.C. Stinville, N. Vanderesse, J.H. Liu,  
P. Bocher, F. Bridier, T.M. Pollock



- ↪ Corrélation directe ou incrémentale
- ↪ Contrôle des fonctions d'interpolation et du lissage des données
- ↪ Optimisation des algorithmes CIN et des considérations expérimentales

Strain maps ( $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  and  $\epsilon_{xy}$ )

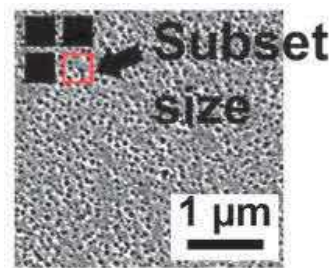
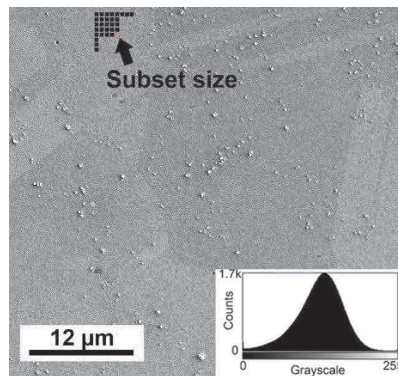
[Vanderesse et al., *Microsc. Microanal.*, 19 (S2), 2013, 820-821]



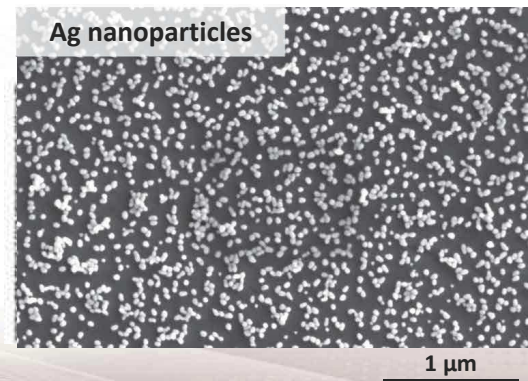
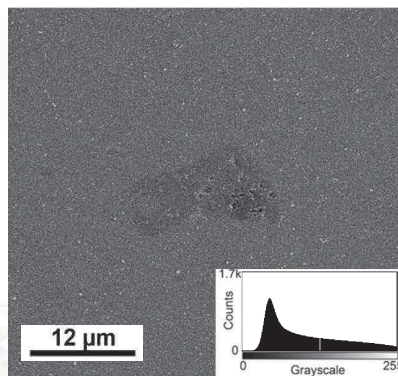
[Stinville et al., *Exp. Mech.* 56 (2) 2016, 197-216]

## Différentes techniques de « mouchetis »

**Mouchetis  
DEPENDANT de la  
microstructure**



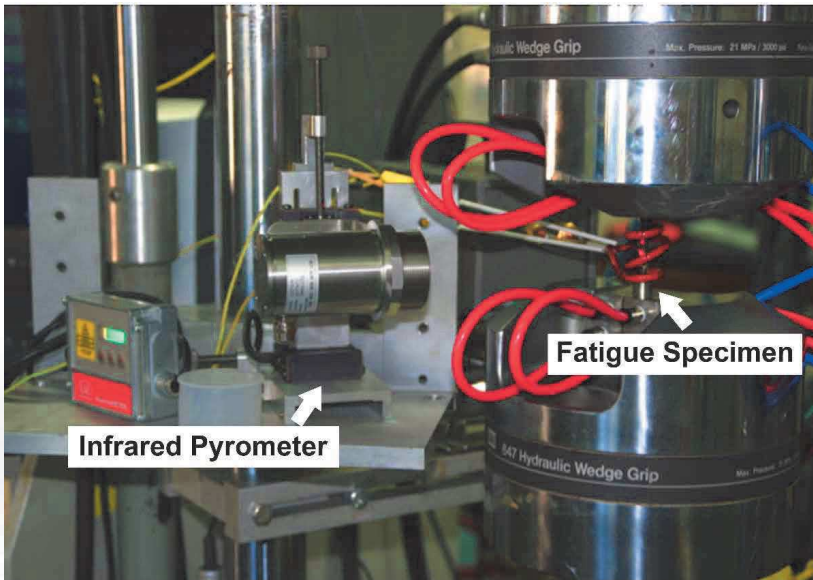
**Mouchetis  
INDEPENDANT de  
la microstructure**



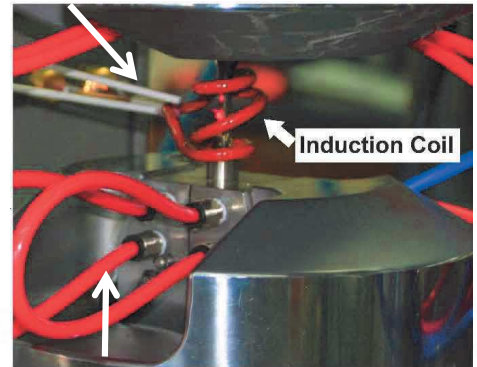
**Couplage déformation/oxydation**

[Stinville et al., Exp. Mech. 57 (8), 1289-1309]

## Essais ex-situ au MEB

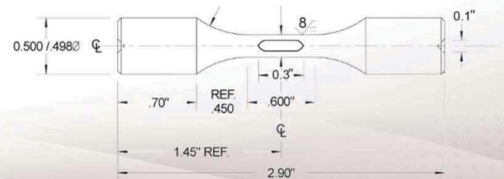


### Thermocouple



### Cooled grip

Ex-situ specimens :

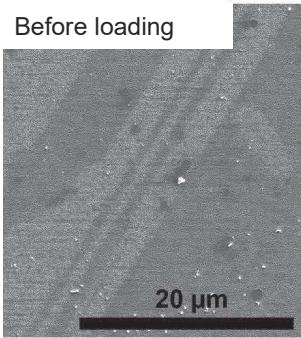


**Couplage déformation/oxydation**

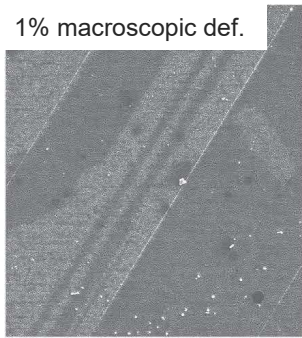
[Stinville et al., Exp. Mech. 57 (8), 1289-1309]

Superalloy – René 88DT

Before loading



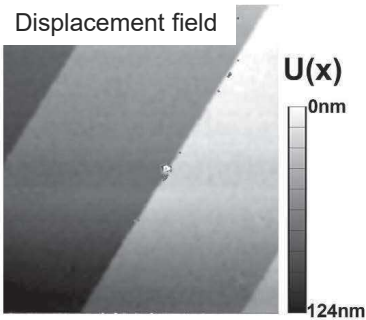
1% macroscopic def.



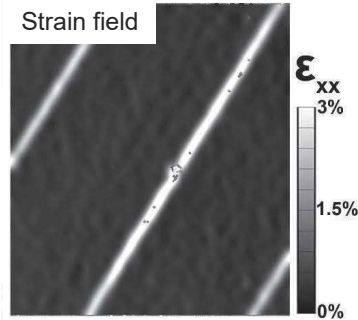
**1% macroscopic deformation**

0.65% residual deformation / 0.63% average DIC  $\epsilon_{xx}$

Displacement field



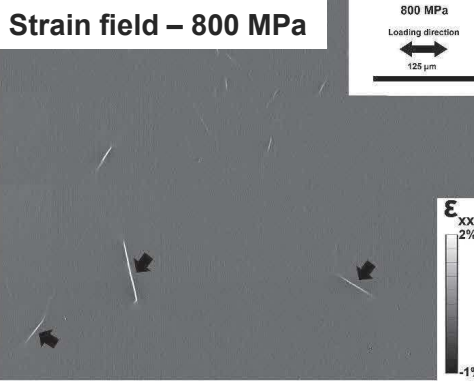
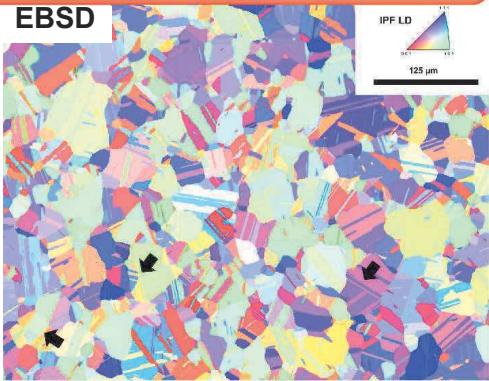
Strain field



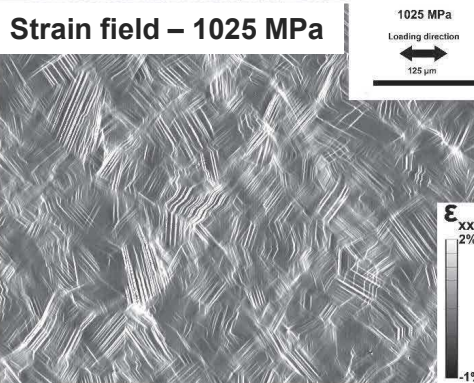
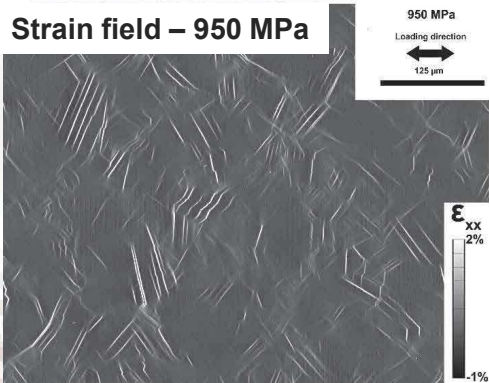
**Couplage déformation/oxydation**

[Stinville et al., Exp. Mech. 57 (8), 1289-1309]

**René 88DT - Tensile**



• Early and highest strain localization near and parallel to twin boundaries when active slip system parallel to twin boundaries

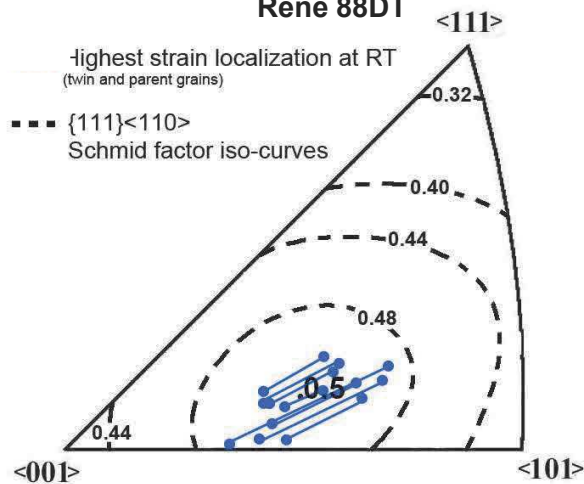


Activated slip systems parallel to twin boundary

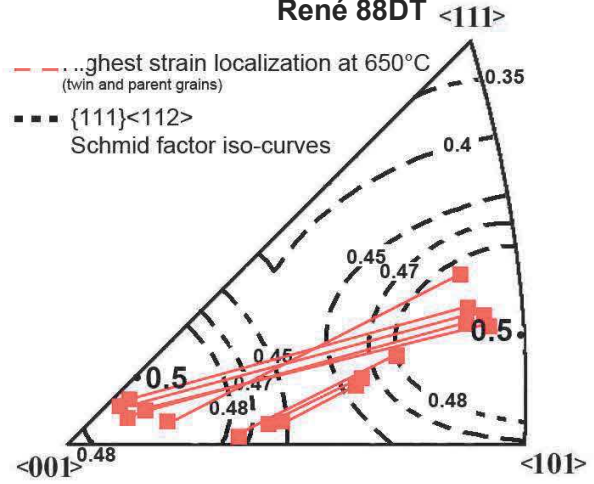
## Couplage déformation/oxydation

[Stinville et al., Exp. Mech. 57 (8), 1289-1309]

### In-situ experiments at RT René 88DT



### Ex-situ experiments at 650° C René 88DT <111>



- Highest strain localization near and parallel to twin boundaries when active slip system parallel to twin boundaries at room temperature and 650° C

- {111}<112> slip plays a role at temperature of 650° C

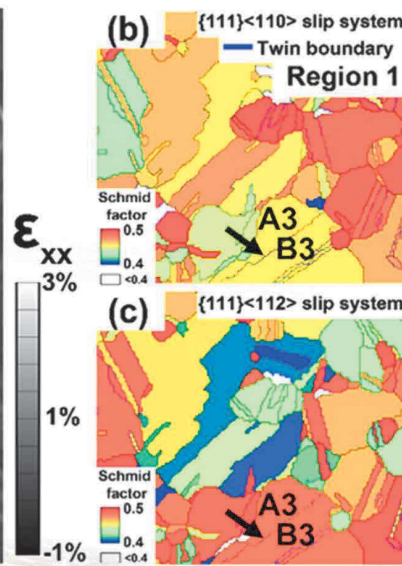
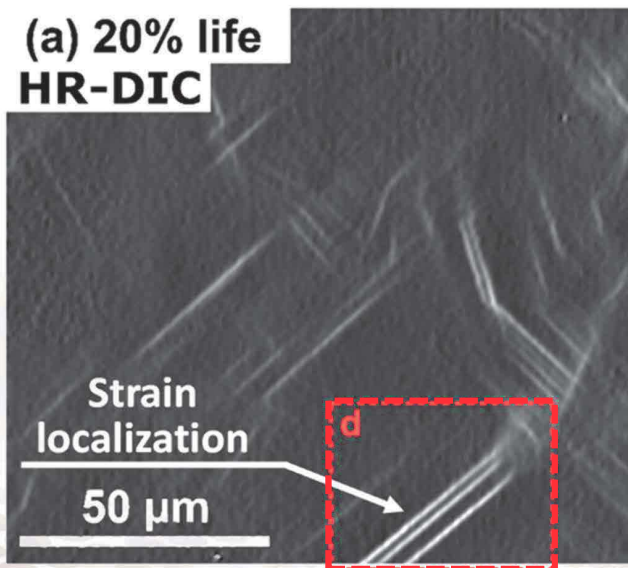
Couplage  
déformation/oxydation

[Stinville et al., Exp. Mech. 57 (8), 1289-1309]

René 88DT - Fatigue

Carto de déf. HR-DIC

EBSD





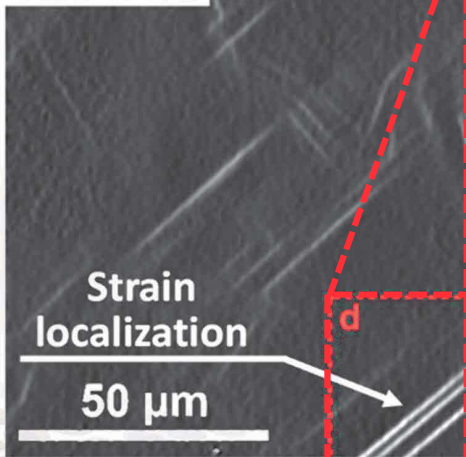
**Couplage déformation/oxydation**

[Stinville et al., Exp. Mech. 57 (8), 1289-1309]

**Carto de déf. HR-DIC**

**EBSD**

(a) 20% life  
**HR-DIC**



**Obs. surface**

(d) 20% life

$\Sigma 3$  TB

10 µm

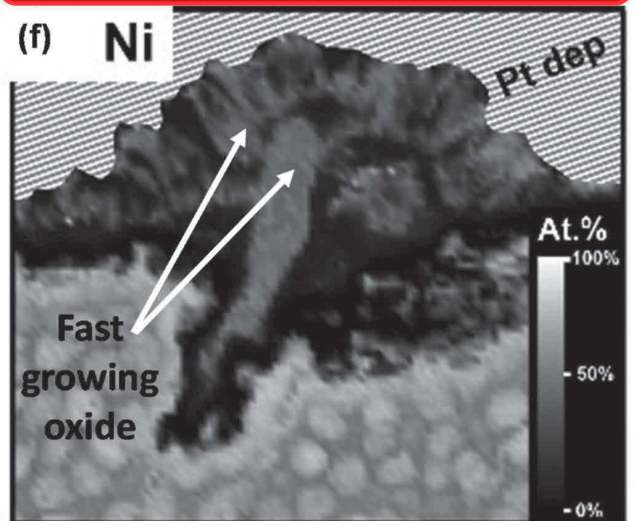
(e) 95% life

Premature crack

FIB-CS

**Analyses EDS : FIB-CS**

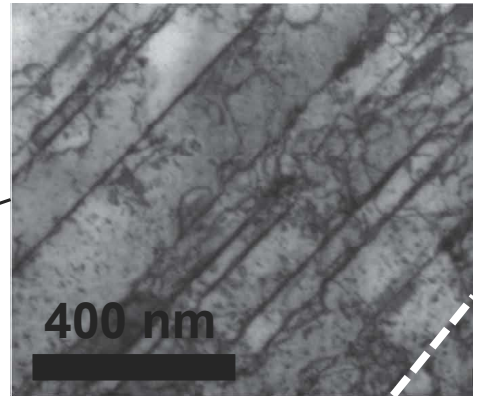
(f) Ni



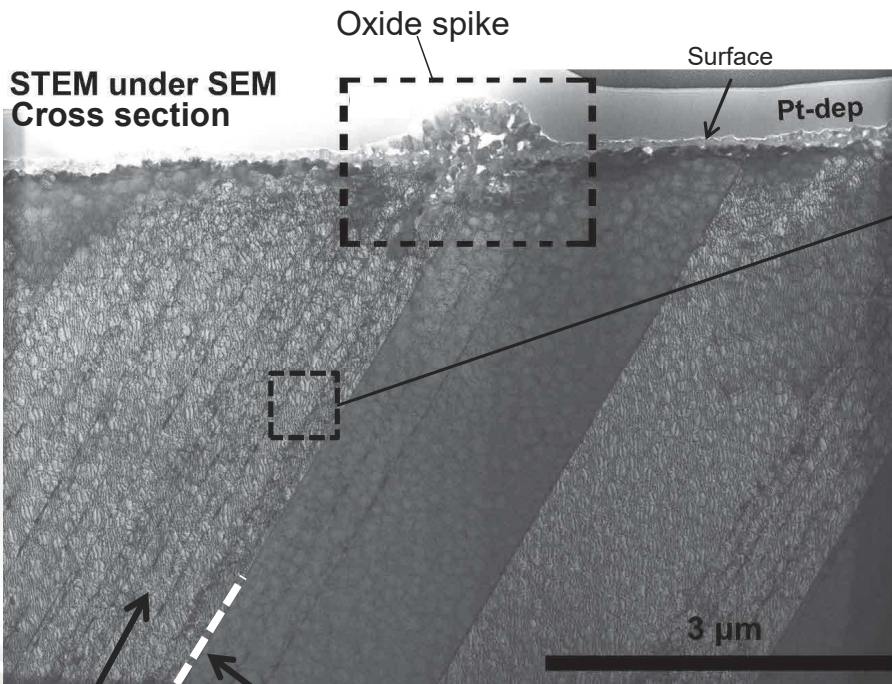
**Couplage déformation/oxydation**

[Stinville et al., Exp. Mech. 57 (8), 1289-1309]

Multiple slip bands



Twin boundary



Twin boundary

Multiple slip bands

**Micromécanique haute  
température**

**Effet d'épaisseur sur le  
comportement mécanique**

**Effet d'épaisseur sur le  
comportement en oxydation**

**La CIN pour le couplage  
localisation de la  
déformation/oxydation**

**La micromécanique haute température  
pour le couplage  
“oxidation-diffusion-mécanique”**

**MERCI DE VOTRE ATTENTION**

**D. Texier**

*Institut Clément Ader (ICA) – UMR CNRS 5312; Albi, France*

 [damien.texier@mines-albi.fr](mailto:damien.texier@mines-albi.fr)