Identification de lois de comportement phénoménologiques à l'iade d'essais in-situ de déflexion de lames minces d'alliages métalliques oxydés à haute température

J. Favergeon
D. Fettré
L. Kurpaska

Journées Annuelles du GDR 2081 – COnCOrD

08.07.2021

COnCOrD GdR 2081
COuplage méCanique Oxydation Diffusion

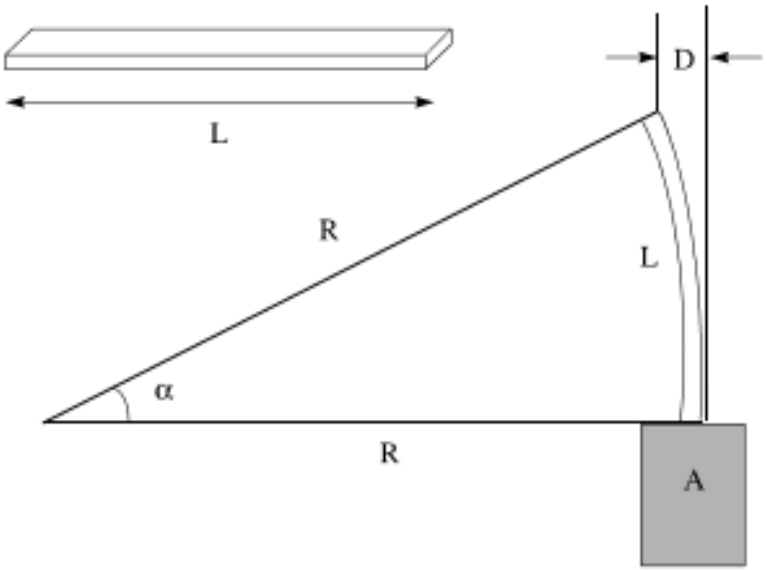
ALLIANCE SORBONNE UNIVERSITÉ

utc Recherche Roberval

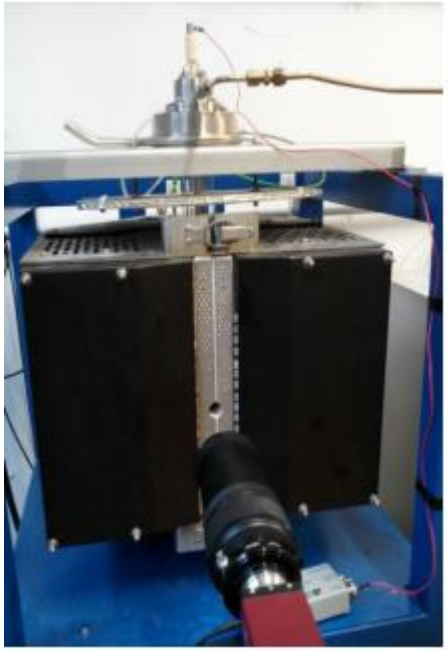
Principe du test de déflexion en oxydation monofaciale

Réalisation de l'oxydation haute température d'une face d'une lame métallique fine (l'autre face est « protégée » de l'oxydation)

La dissymétrie de contraintes mécanique à travers l'épaisseur de la lame conduit à sa courbure



Vallino et al, Computational Materials Science 19 (2000) 329-338

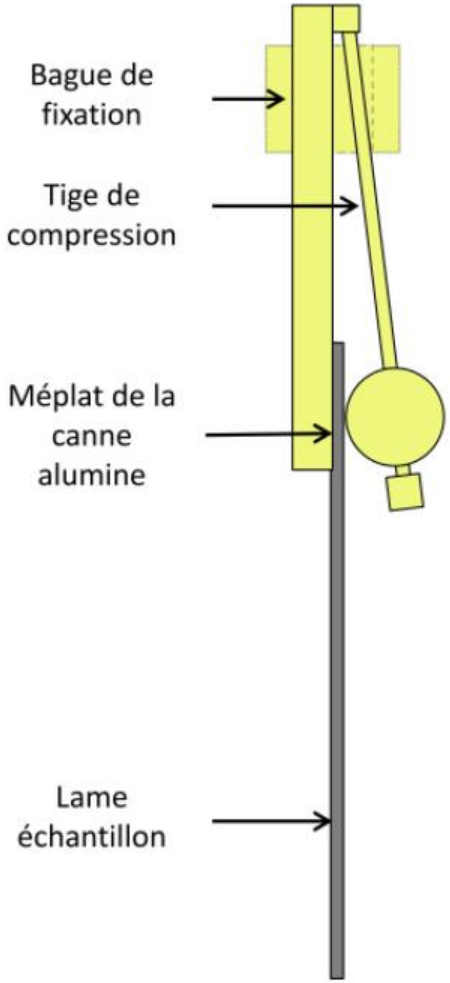


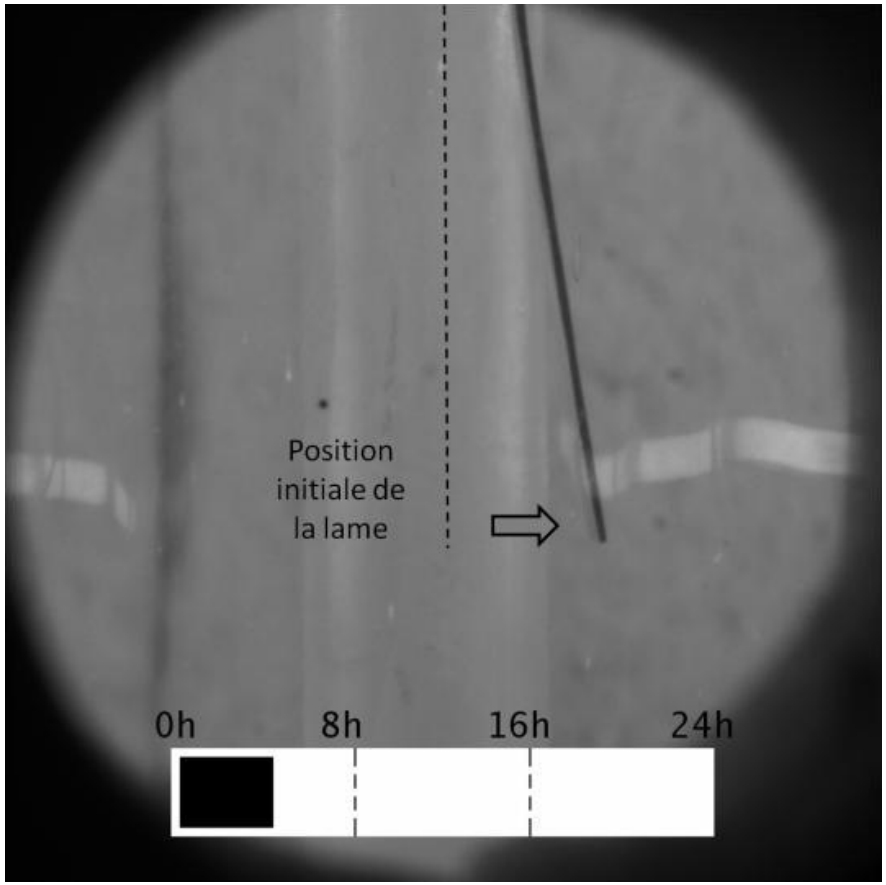
Les expériences permettent le suivi de la déflexion de la lame (D) au cours de l'oxydation

Calcul de la courbure :

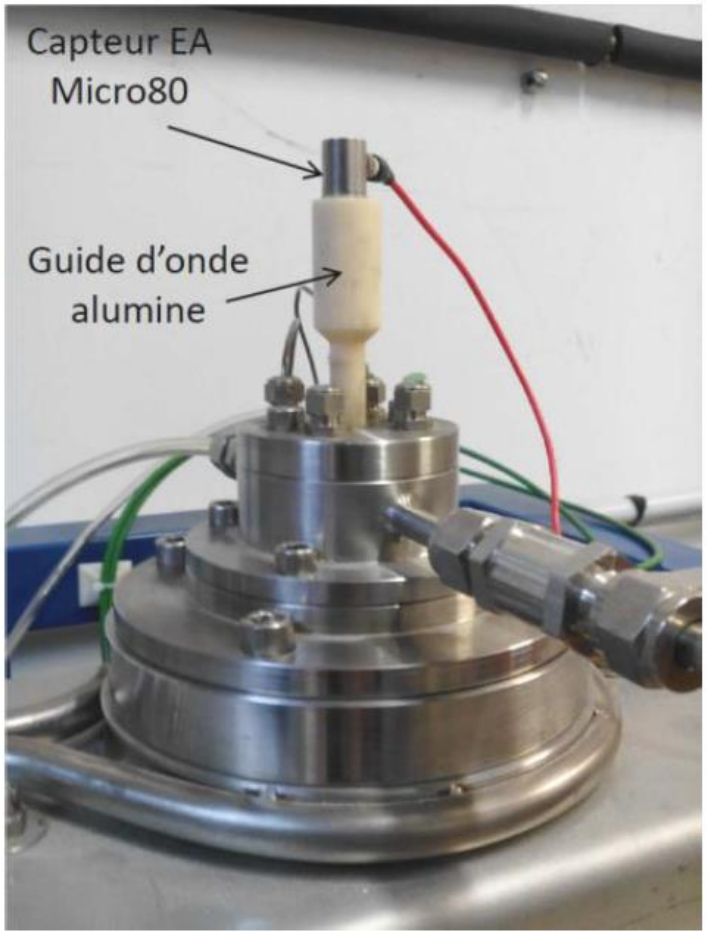
$$\kappa = \frac{1}{R} = \frac{2\,D}{L^2}$$

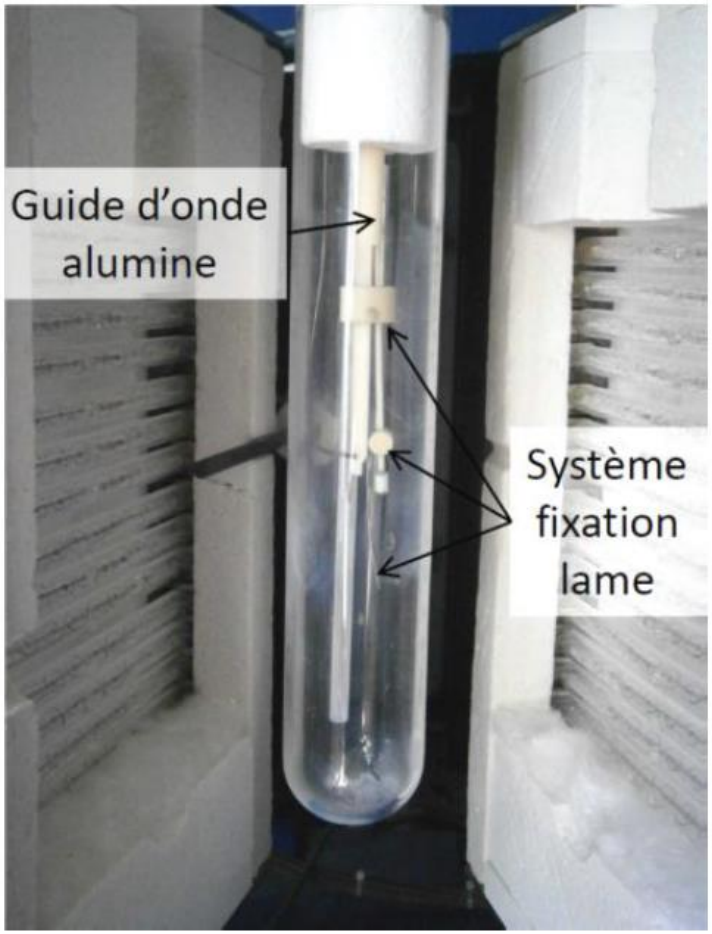
Principe du test de déflexion en oxydation monofaciale



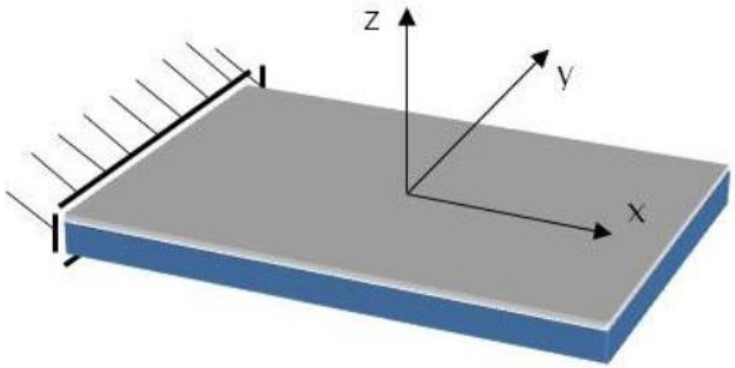


Principe du test de déflexion en oxydation monofaciale





Contraintes planes et comportement isotrope



$$\boldsymbol{\sigma}_i = \begin{pmatrix} \sigma_{xx,i} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{yy,i} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \boldsymbol{\varepsilon}_i = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx,i} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{yy,i} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz,i} \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \varepsilon_{xx,i} = \varepsilon_{yy,i} \\ \sigma_{xx,i} = \sigma_{yy,i} \end{cases},$$

ε

σ

Modèle phénoménologique

Déformation totale dans l'oxyde :

$$\varepsilon_{ox}^{tot} = \varepsilon_{ox}^{el} + \varepsilon_{ox}^{vp} + \varepsilon_{ox}^{g}$$

Déformation élastique (loi de Hooke)

Déformation viscoplastique (loi de fluage)

Déformation de croissance

Relations entre contrainte et déformation totale

Déformation totale dans le métal :

$$\varepsilon_{m}^{tot} = \varepsilon_{m}^{el} + \varepsilon_{m}^{vp} + \varepsilon_{m}^{ch}$$

Déformation élastique (loi de Hooke)

Déformation viscoplastique (loi de fluage)

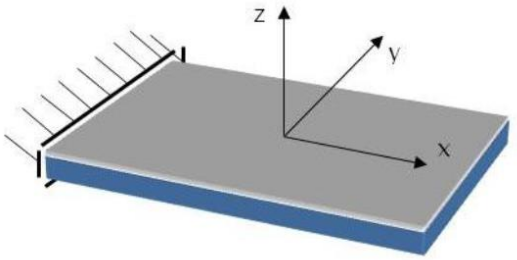
Déformation chimique

Modélisation de la déflexion

Relation entre la courbure de la lame et la déformation totale :

$$\varepsilon^{tot} = \epsilon_0 - \kappa . z$$

Courbure de la lame



Résolution de l'équilibre mécanique :

$$\int_0^{h_{ox}} \sigma_{ox} dz + \int_{-h_m}^{0} \sigma_m dz = 0$$

$$\int_0^{h_{ox}} \sigma_{ox} z dz + \int_{-h_m}^{0} \sigma_m z dz = 0$$

Résolution d'un système de 2 équations à 2 inconnues à chaque pas de temps

$$\begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_0 \\ \kappa \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} F \\ M \end{pmatrix}$$

Cas de l’oxydation du zirconium commercialement pur sous air

Expressions des déformations

Déformation élastique (phase i)

$$\varepsilon_i^{el} = \frac{1 - \upsilon_i}{E_i}\sigma_i$$

Déformation viscoplastique (phase i)

$$\frac{\partial \varepsilon_i^{vp}}{\partial t} = K_i exp\left(-\frac{Q_i}{RT}\right)\sigma_i$$

Déformation chimique (métal)

$$\frac{\partial \varepsilon_m^{ch}}{\partial c} = \eta(c)$$

Concentration en oxygène

Epaisseur d'oxyde

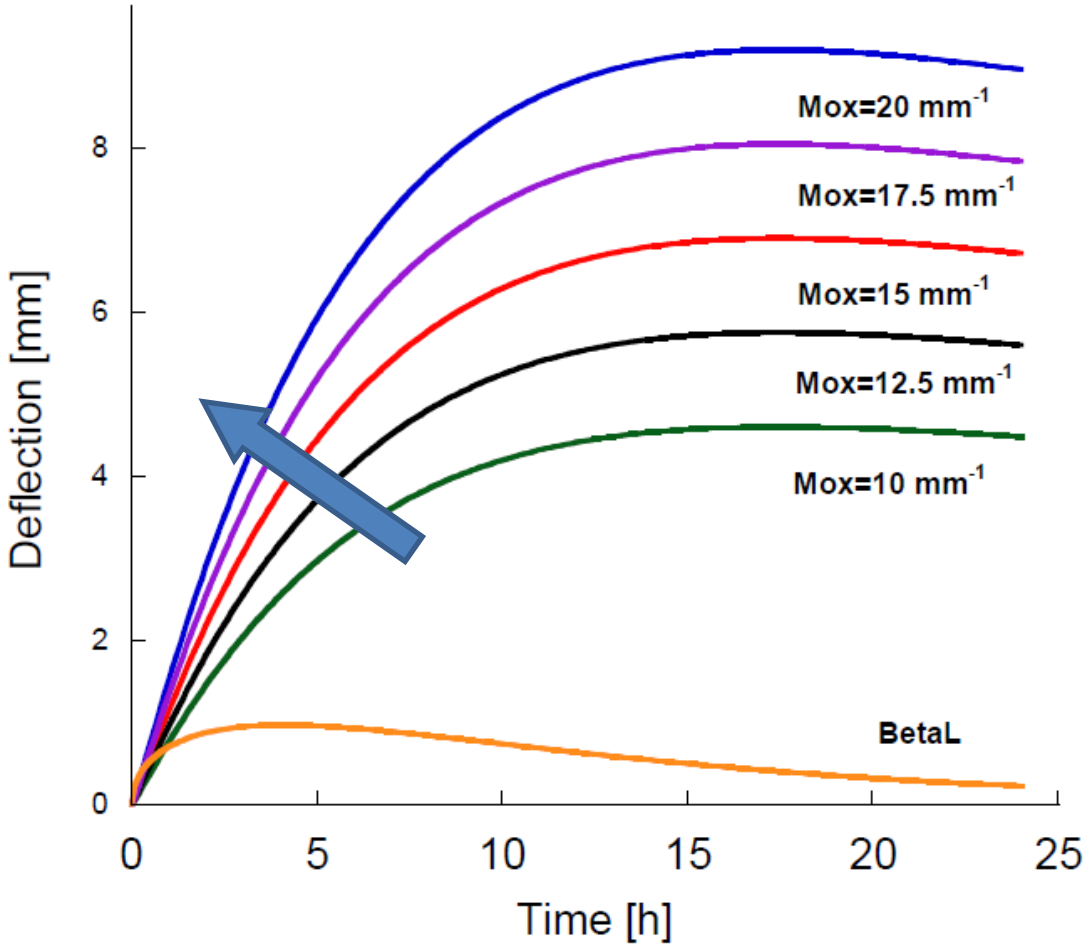
Déformation de croissance (oxyde)

$$\frac{\partial \varepsilon_{ox}^{g}}{\partial t} = M_{ox}\frac{\partial h_{ox}}{\partial t}$$

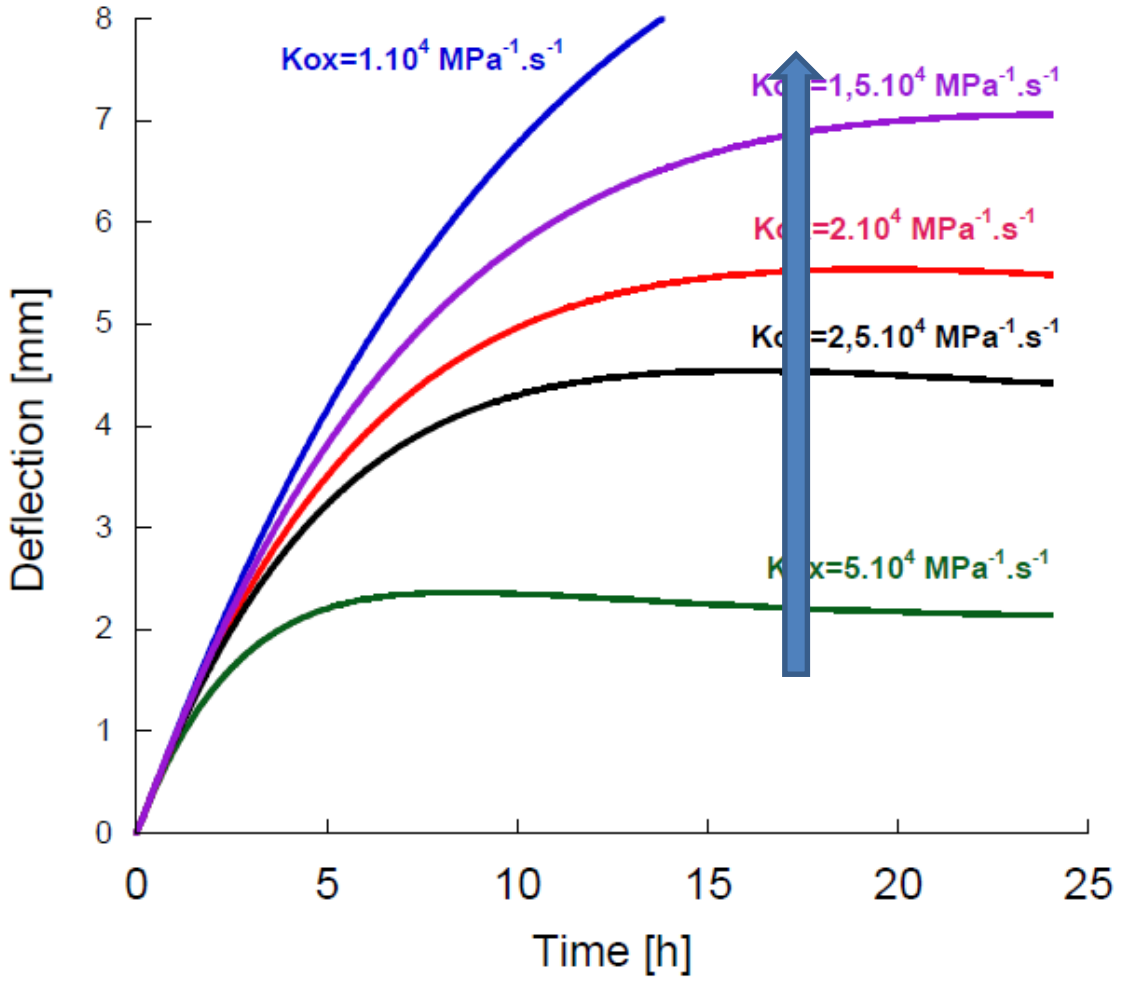
➡ **18 « paramètres »**

Seuls K_{ox} et M_{ox} sont déterminés à l'aide de la courbe de déflexion

Sensibilité du modèle au paramètre M_{ox} (défo. De croissance)

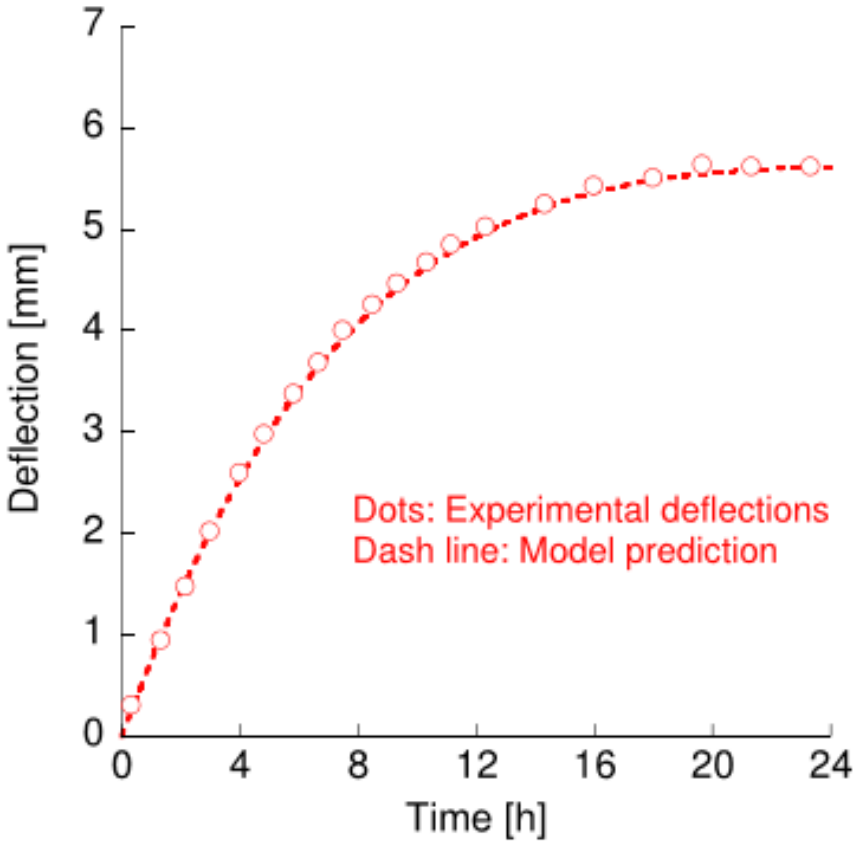


Sensibilité du modèle au paramètre K_{ox} (défo. visco. dans l'oxyde)



Identification des paramètres K_{ox} et M_{ox}

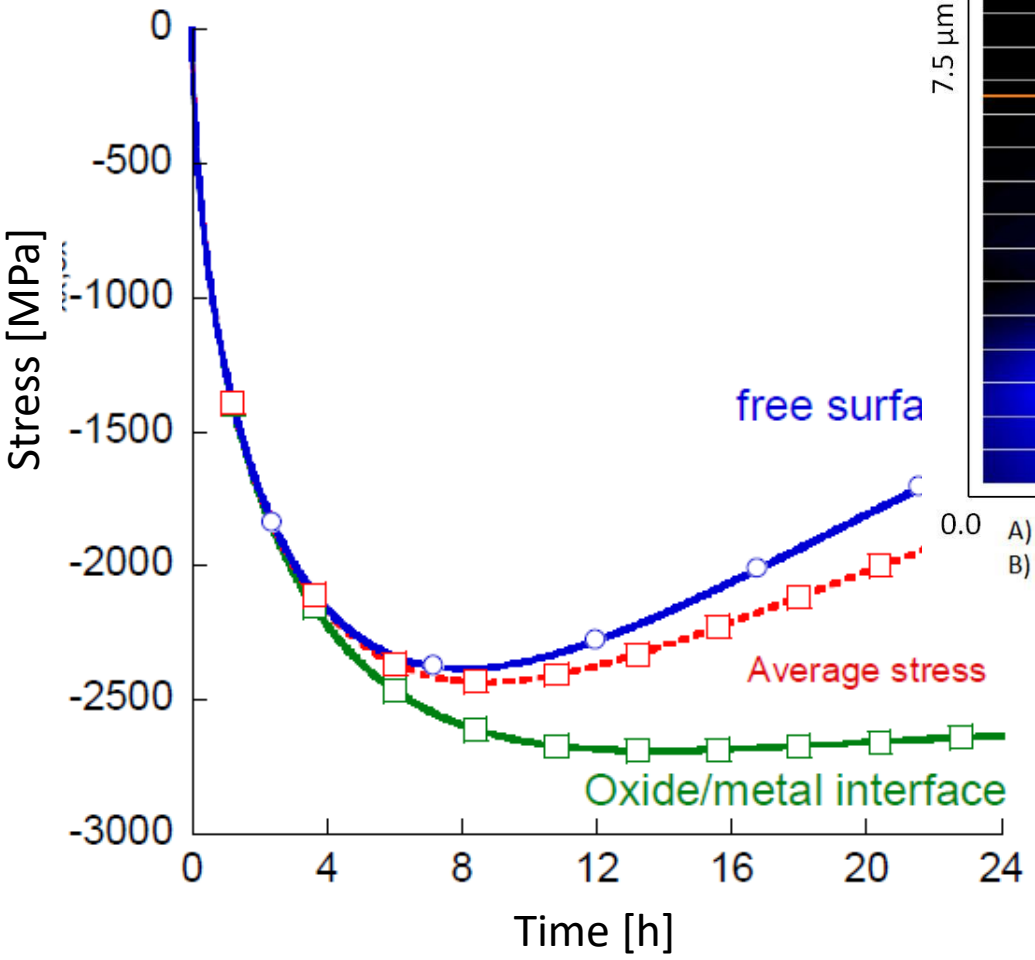
Oxydation de Zr sous air à 500°C / Protection par dépôt de platine

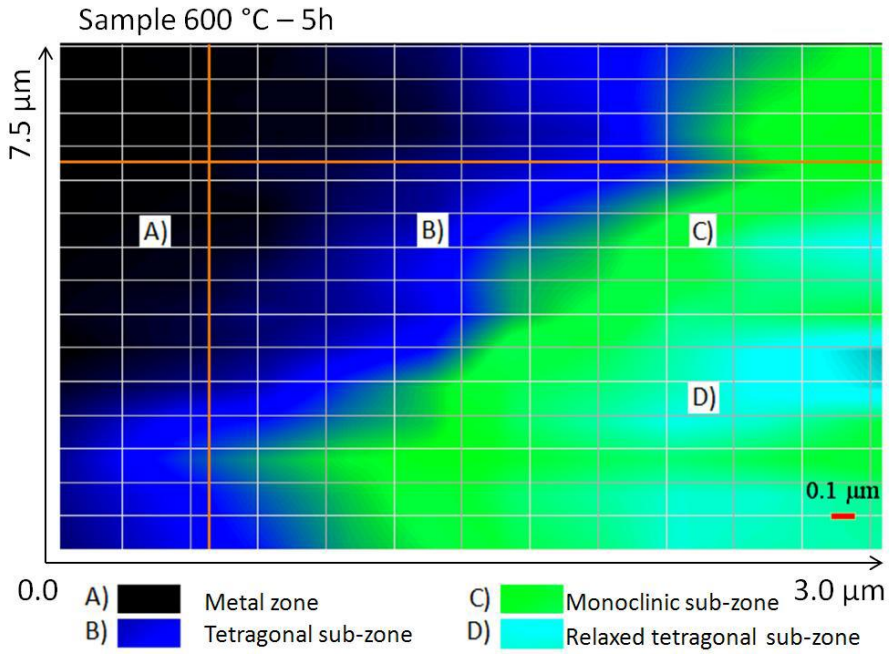


$$M_{ox} = 10\,\mathrm{mm}^{-1}$$

$$K_{ox} = 1{,}45 \cdot 10^{4}\,\mathrm{MPa}^{-1}.\mathrm{s}^{-1}$$

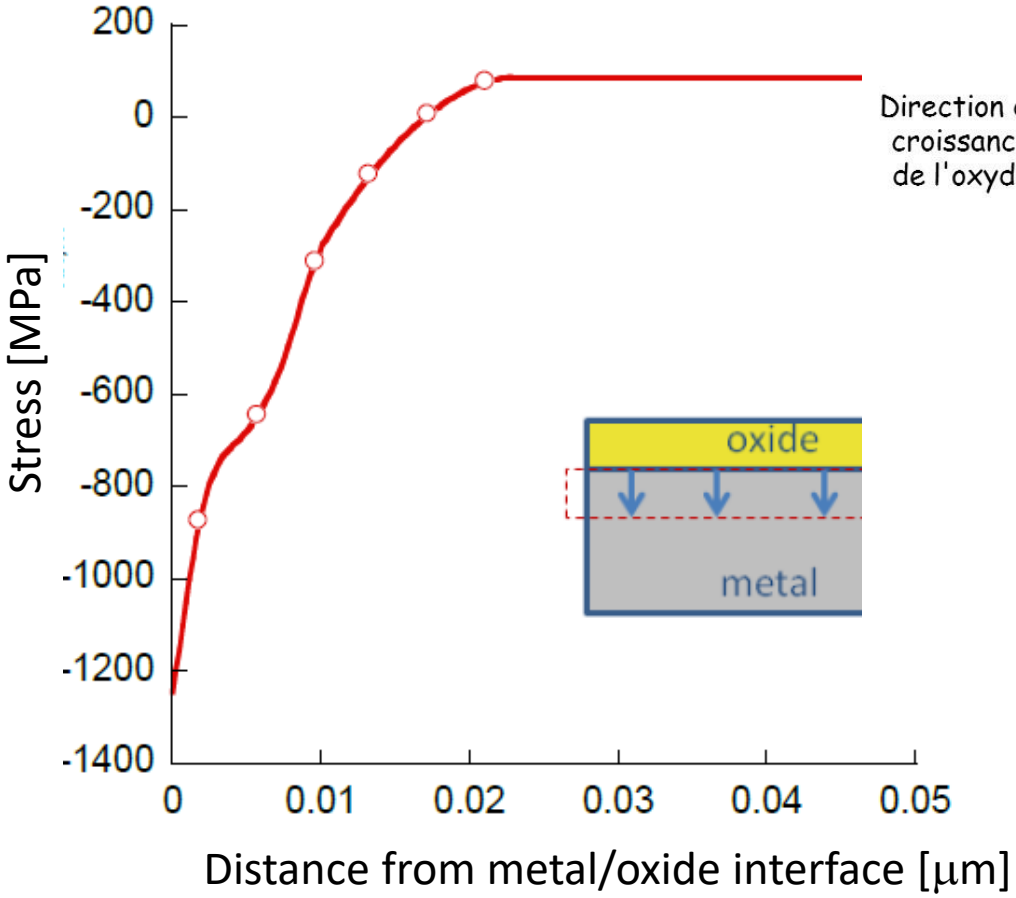
Evolution des contraintes dans l'oxyde

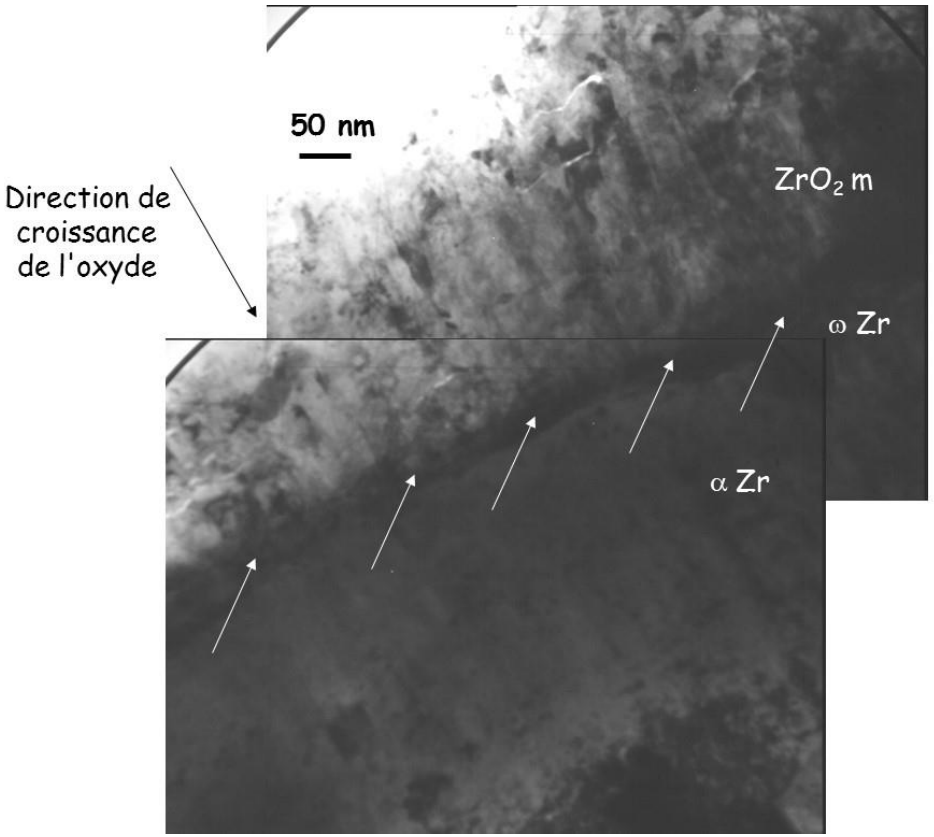




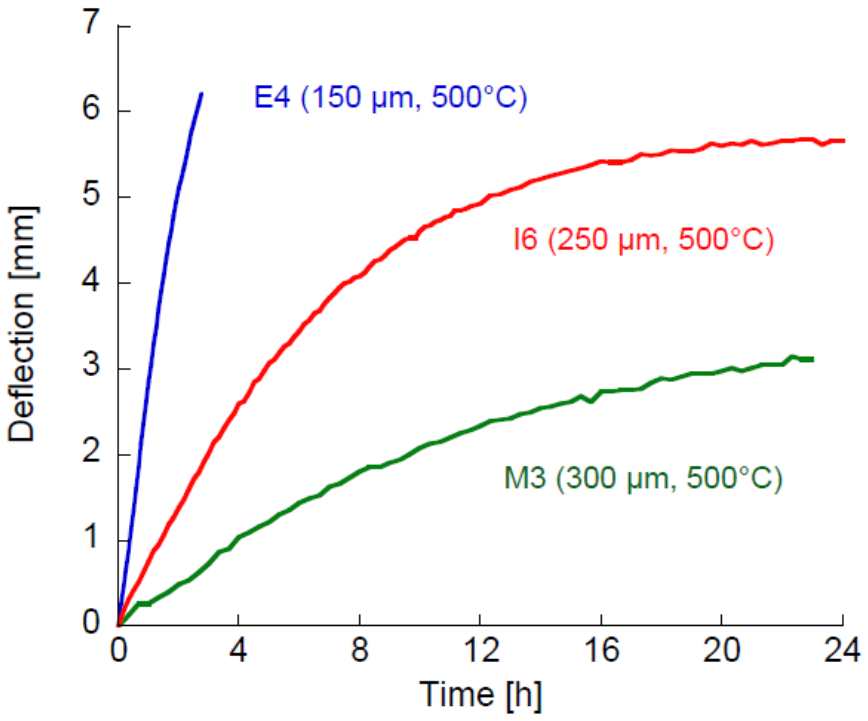
Micro-Raman cartography on a cross-section of oxidized Zr (5 hours at 600°C under air)

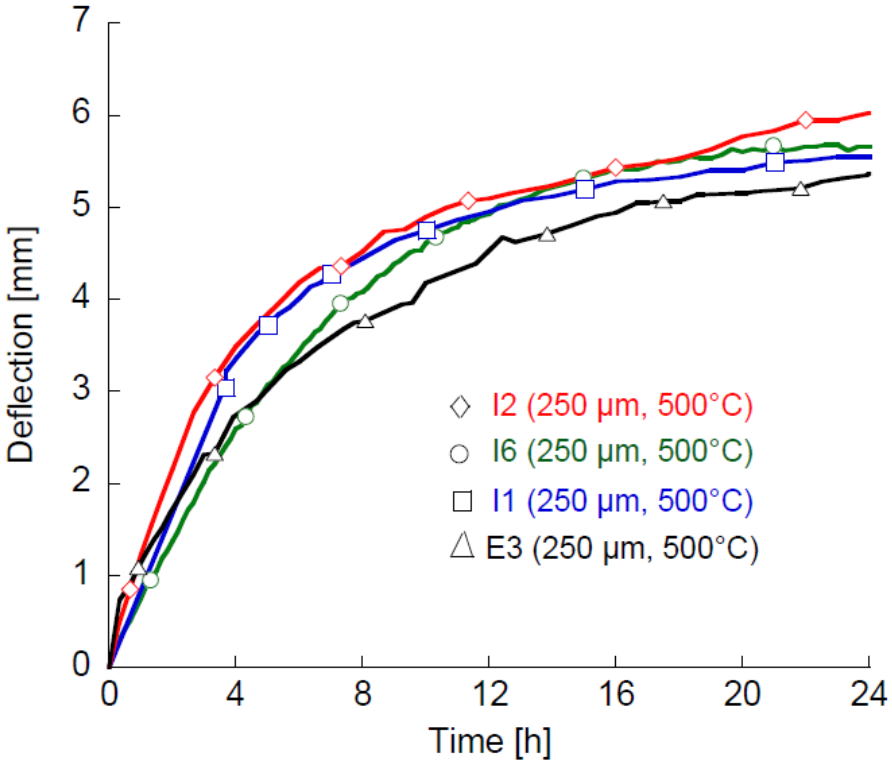
Evolution des contraintes dans le métal





Sensibilité des tests de déflexion à l'épaisseur des lames



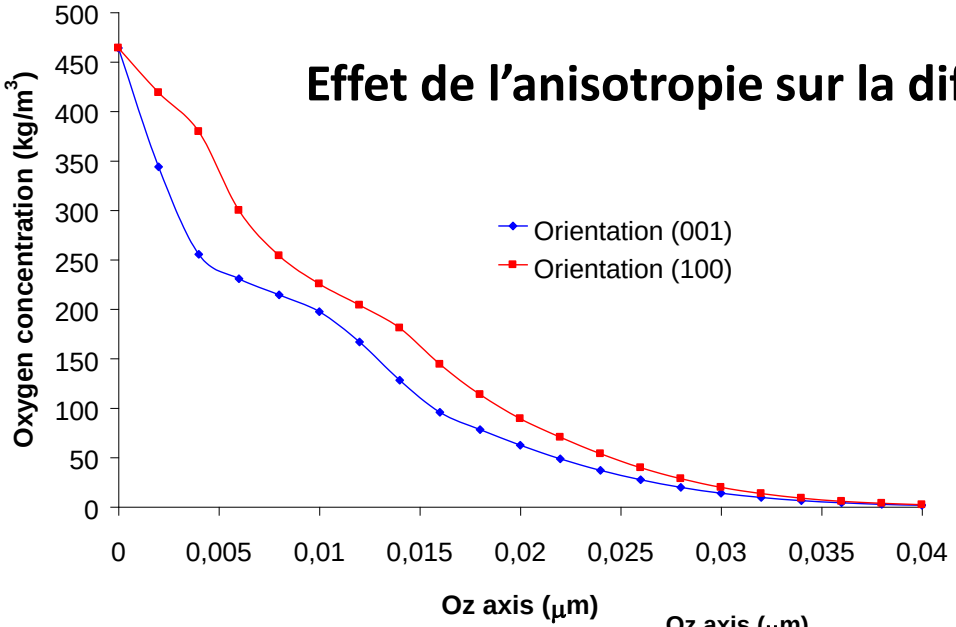


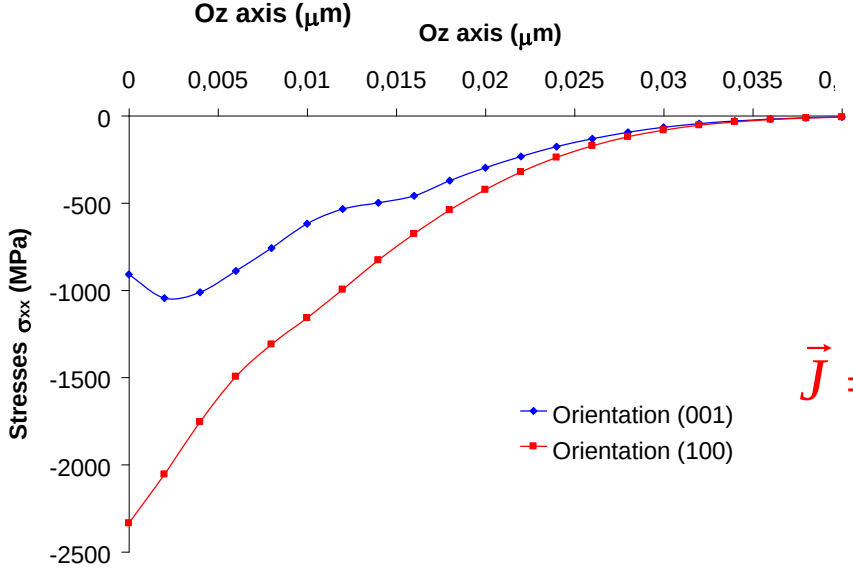
Sensibilité calculée avec la simulation :

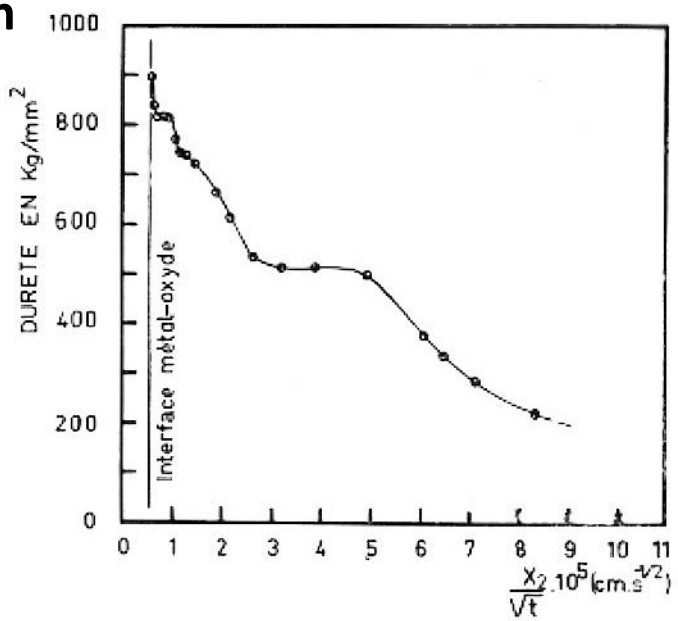
Un écart d'épaisseur d'environ 10 µm provoque une variation de a déflexion d'environ 8%

Ce que l'approche par DTMO ne nous permet pas de considérer

Effet de l'anisotropie sur la diffusion





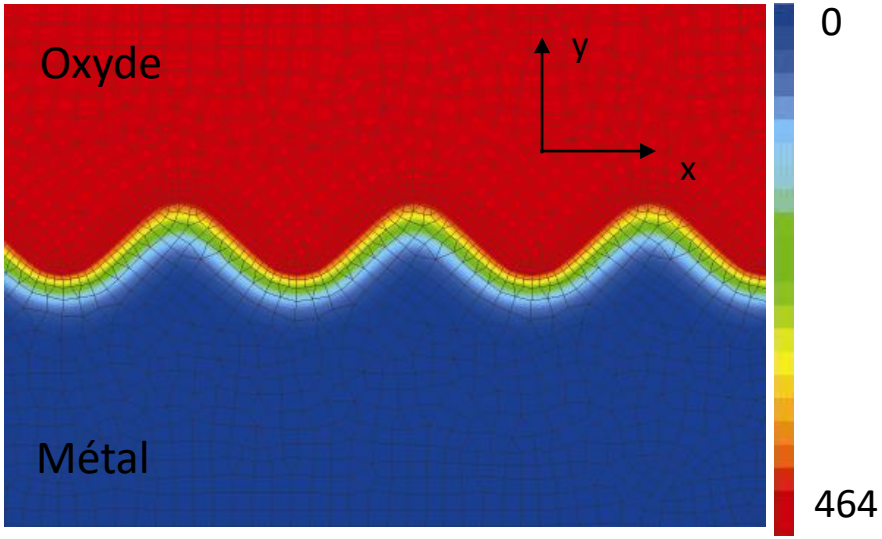


J. Debuigne, PhD thesis, Paris (France), 1966

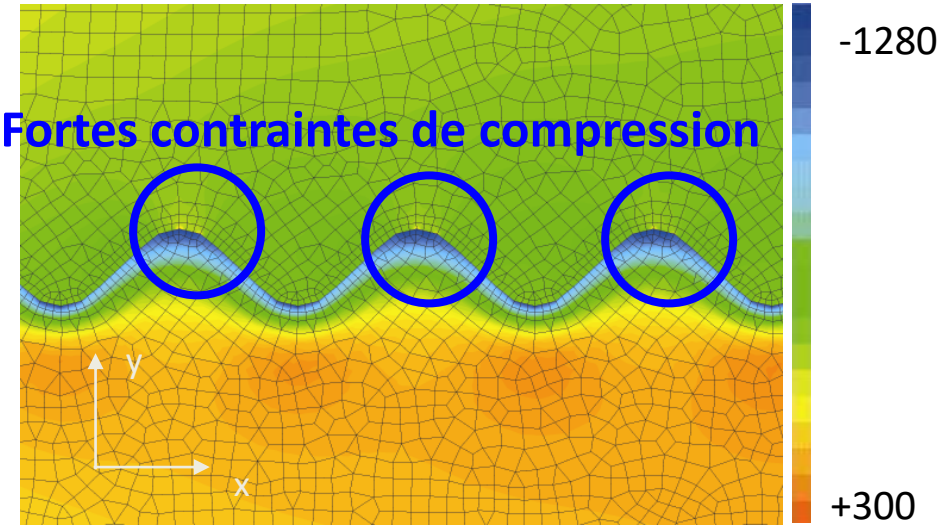
$$\vec{J} = -D\vec{\nabla}c_V + \frac{D\overline{M_0}}{RT}c_V\vec{\nabla}\left[\frac{\eta_{ij}}{\rho_0}\sigma_{ij}\right]$$

Ce que l'approche par DTMO ne nous permet pas de considérer

Ondulations de l'interface M/O



Composition en oxygène ($kg.m^{-3}$)



Contraintes σ_{xx} (MPa)

Conclusion

Sur le plan expérimental

Le test de déflexion lui-même est assez simple de mise en œuvre

Les difficultés résident dans la préparation des échantillons (préparation d'un échantillon mince d'épaisseur homogène, obtention d'un revêtement protecteur)

Sur le plan de la modélisation

Le test de déflexion ne présente un intérêt que s'il est accompagné d'une démarche de modélisation

Le test de déflexion aide à évaluer la pertinence d'un modèle phénoménologique et d'en évaluer certains paramètres

Au-delà du savoir-faire expérimental à accroître, les travaux futurs doivent davantage s'intéresser à la modélisation de l'essai

Merci de votre attention

Un exemple : Oxydation de l'acier T91 à 550°C en milieu humide

Le T91 est un acier ferrito-martensitique à 9 w% de chrome

Les essais de déflexion ont été menés à 550°C sous une atmosphère Ar / 10% vol. H_2O pour environ 250 heures

➡ Croissance d'une couche triplex non-protectrice dans ces conditions

Fe_2O_3
Fe_3O_4
$Fe_{2,3}Cr_{0,7}O_4$
T91

Couche de protection Cr_2O_3 obtenue par pré-oxydation sous He 6.0 à 600°C pendant 60 heures

Epaisseur des lames pour l'essai de déflexion : 150 µm

Un exemple : Oxydation de l'acier T91 à 550°C en milieu humide

Une étude cinétique et microstructurale de l'oxydation du T91 à 550°C sous Ar-10 % vol. H_2O avait permis d'établir :

- Les lois de croissance de chaque strate d'oxyde
- Un modèle de croissance de la couche triplex
- Les zones dans lesquelles le fluage de la couche d'oxyde se manifestent le plus

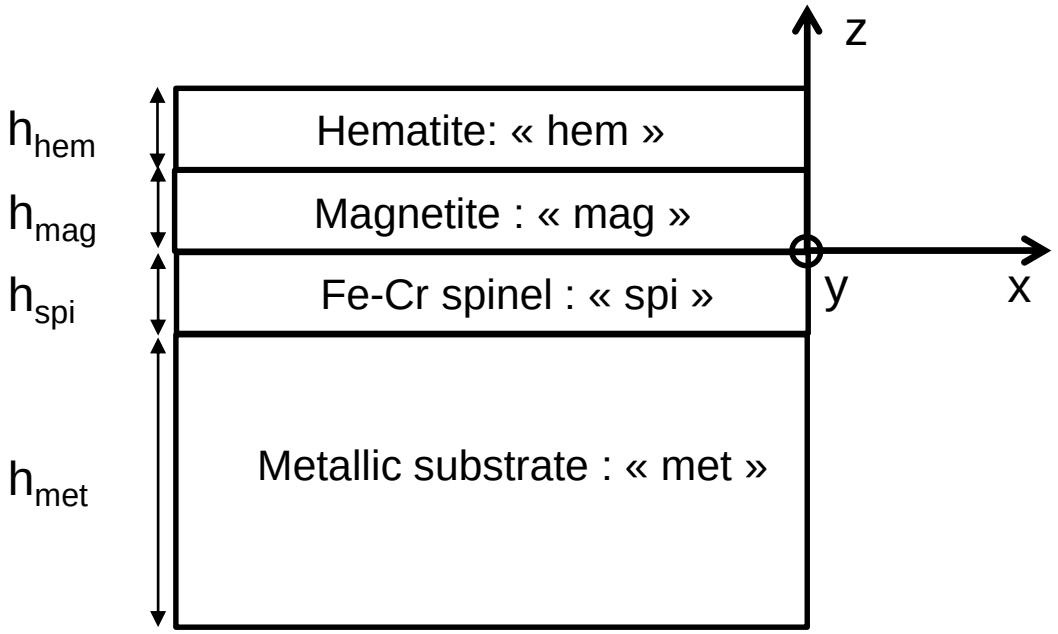
L'objectif était d'établir un modèle de comportement mécanique valable au cours de l'oxydation du T91 :

- Simulation de la déflexion à partir d'un modèle pré-établi
- Recherche des valeurs de deux paramètres du modèle pour obtenir une courbe simulée proche des courbes expérimentales

Description mécanique du système métal-oxyde

Le système métal-oxyde est considéré comme une lame à 4 couches :

h_x est l'épaisseur de la couche « x »



L'idée générale est d'écrire la déformation totale de chaque strate comme la somme de plusieurs contributions :

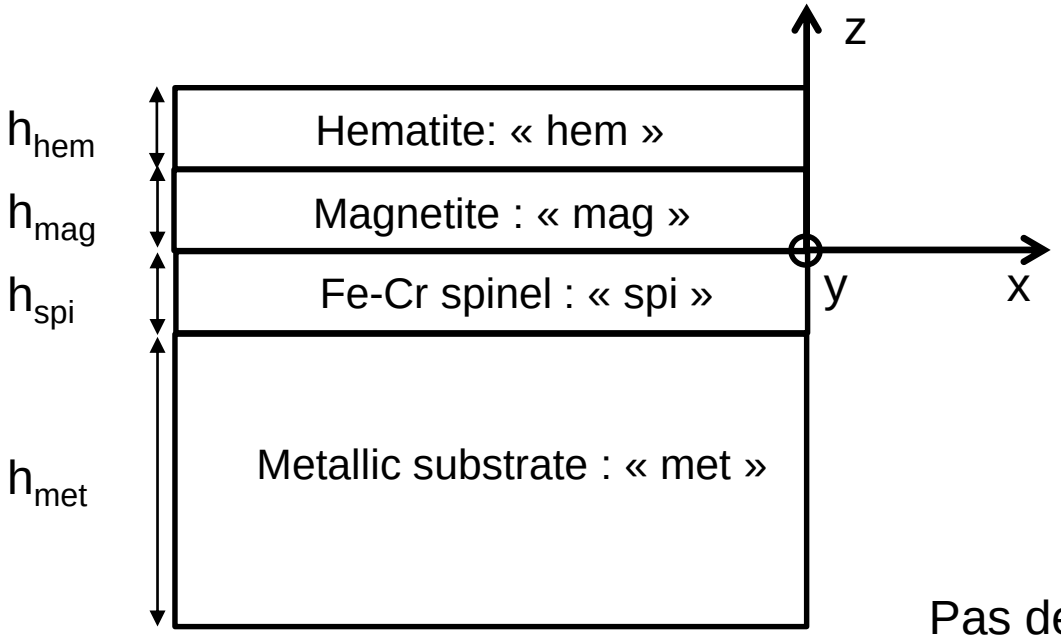
ε^{growth} Déformation due à la croissance de l'oxyde

ε^{elas} Réponse élastique de la couche

ε^{visco} Relaxation de contraintes par fluage

Description mécanique du système métal-oxyde

Sources de déformation dans chaque couche

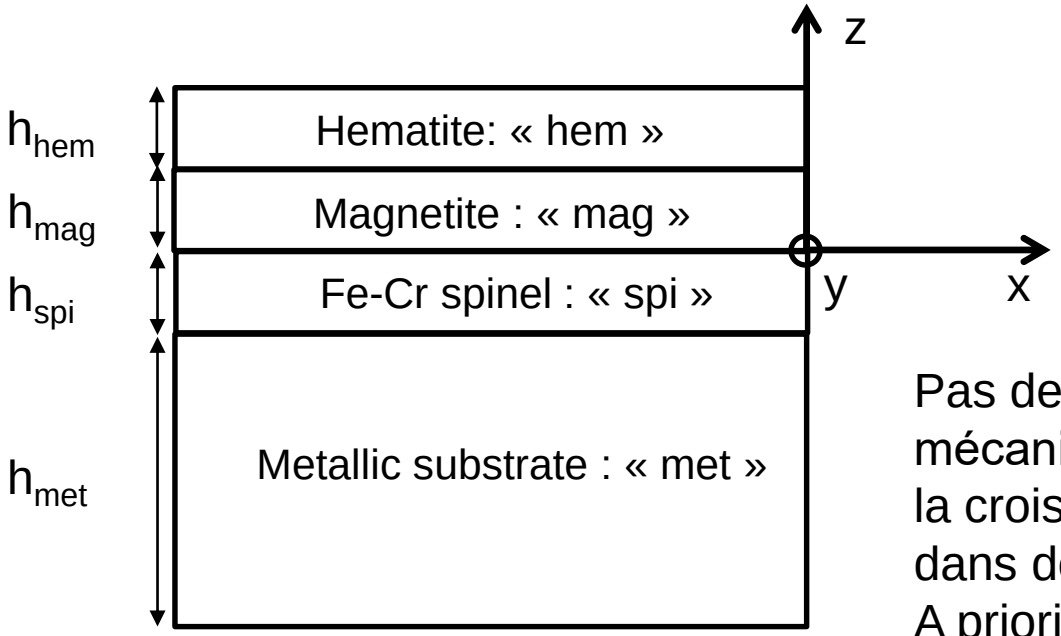


$$\varepsilon^{tot.met} = \varepsilon^{elas.met} + \varepsilon^{visco.met}$$

Pas de déformation de croissance dans le métal (l'oxydation interne est négligée)

Description mécanique du système métal-oxyde

Sources de déformation dans chaque couche



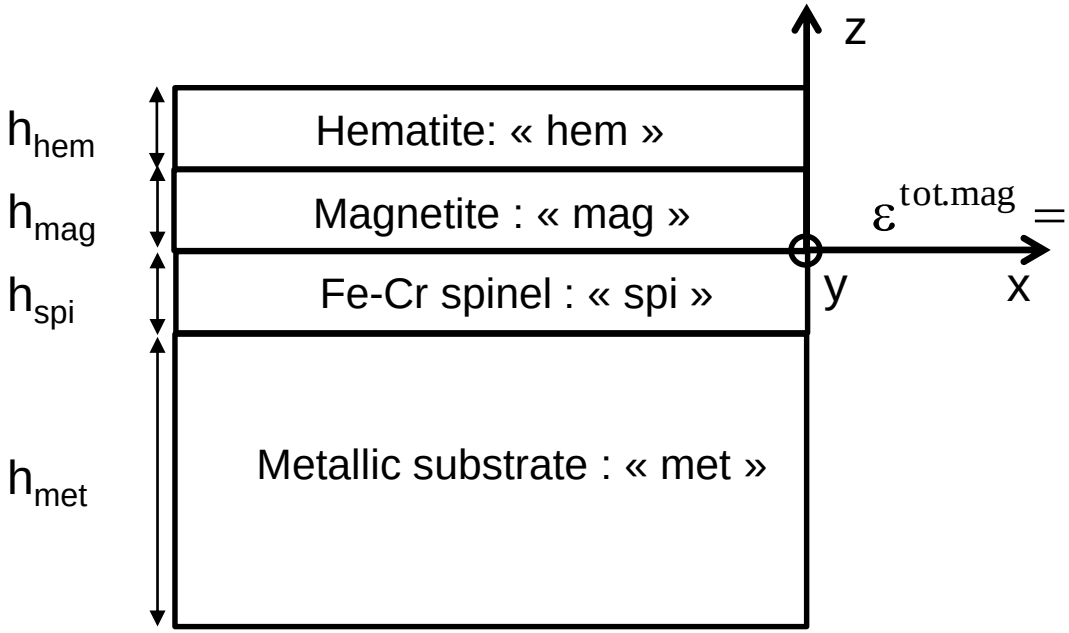
$$\varepsilon^{tot.spi} = \varepsilon^{elas.spi}$$

Pas de déformation de croissance : le mécanisme d'oxydation a montré que la croissance du spinelle se faisait dans des nano-cavités

A priori, pas de fluage au niveau de la couche de spinelle

Description mécanique du système métal-oxyde

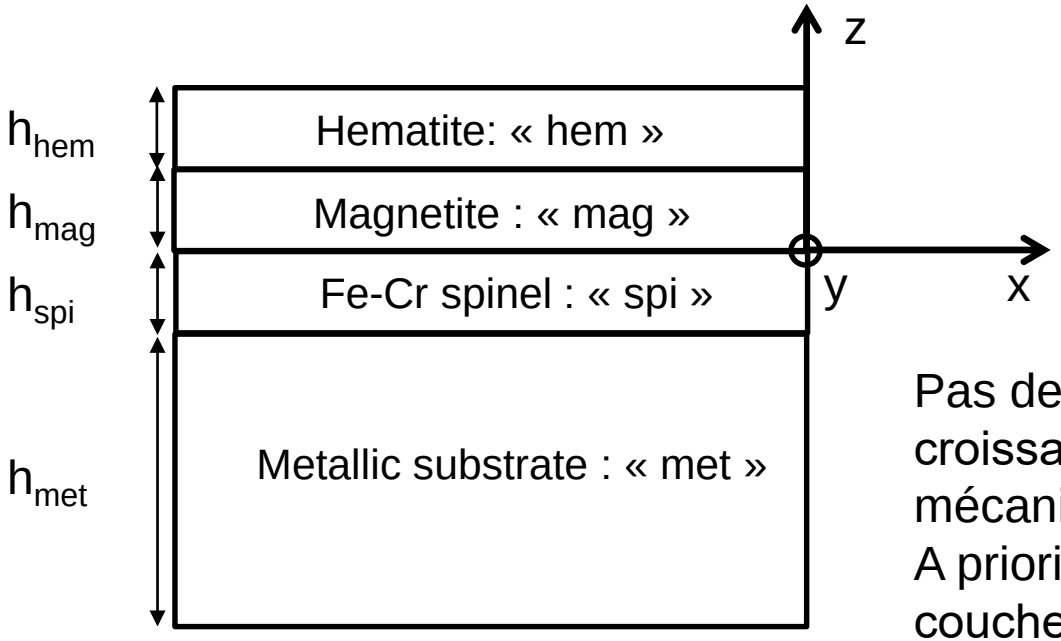
Sources de déformation dans chaque couche



$$\varepsilon^{tot.mag} = \varepsilon^{elas.mag} + \varepsilon^{visco.mag} + \varepsilon^{growth.mag}$$

Description mécanique du système métal-oxyde

Sources de déformation dans chaque couche



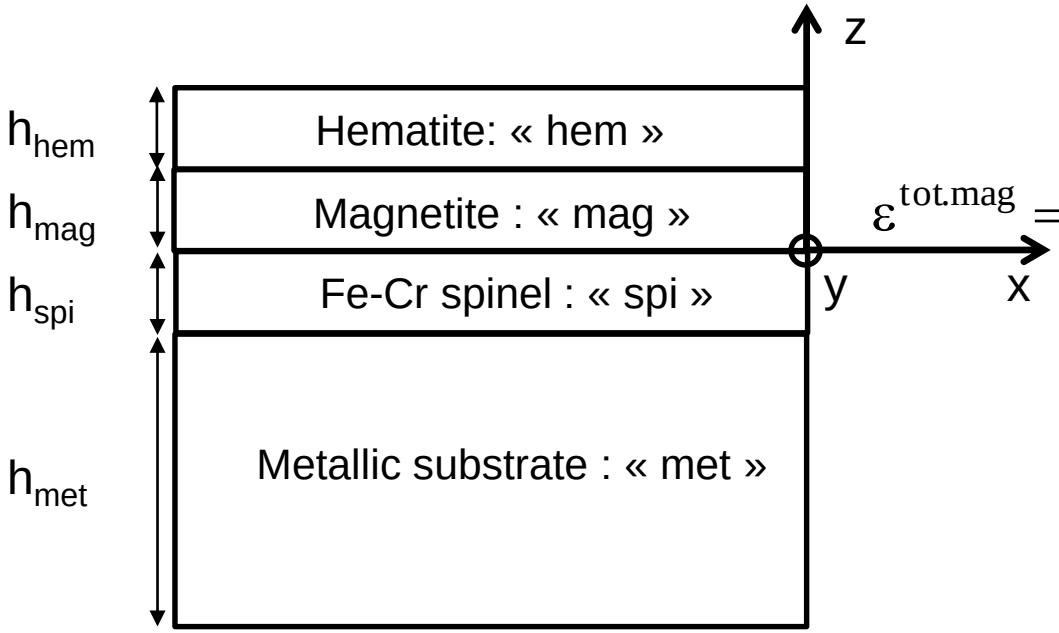
$$\varepsilon^{tot.hem} = \varepsilon^{elas.hem}$$

Pas de déformation de croissance : la croissance de l'hématite se fait par mécanisme cationique

A priori, pas de fluage au niveau de la couche d'hématite

Description mécanique du système métal-oxyde

Sources de déformation dans chaque couche



$$\varepsilon^{tot.hem} = \varepsilon^{elas.hem}$$

$$\varepsilon^{tot.mag} = \varepsilon^{elas.mag} + \varepsilon^{visco.mag} + \varepsilon^{growth.mag}$$

$$\varepsilon^{tot.spi} = \varepsilon^{elas.spi}$$

$$\varepsilon^{tot.met} = \varepsilon^{elas.met} + \varepsilon^{visco.met}$$

Description mécanique du système métal-oxyde

Déformation élastique: $\varepsilon^{elas} = \frac{1-\nu}{E}\sigma$ (Loi de Hooke)

Déformation viscoplastique: $\frac{\partial \varepsilon^{visco.met}}{\partial t} = A_{met} t^{m} \sigma_{met}$ *E. Haney et al, 2009 and L. Kloc et al, 1997*

$$\frac{\partial \varepsilon^{visco.mag}}{\partial t} = A_{0.mag} \sigma_{mag} \exp\left(\frac{-Q_{mag}}{RT}\right)$$

Linéarisation des données de A.G. Crouch et al, 1990

➡ $A_{0.mag}$ unknown

Déformation de croissance: $\frac{\partial \varepsilon^{growth.mag}}{\partial t} = M_{mag} \frac{dh_{mag}}{dt}$

Formulation de D. R. Clarke, 2003

➡ M_{mag} unknown

Simulation de l'essai de déflexion

Le modèle mécanique est utilisé pour simuler la courbure de la lame

➢Expressions de l'évolution des contraintes avec le temps dans chaque couche :

$$\sigma_{hem}(t_i) = \frac{E_{hem}\,\varepsilon^{tot.hem}}{1-\nu_{hem}}$$

$$\sigma_{mag}(t_i) = \frac{\varepsilon^{tot.mag}(t_i) - \Delta t \frac{M_{mag}}{2}\sqrt{\frac{k_{p-mag}}{t_i}} - \varepsilon^{growth.mag}(t_{i-1}) - \varepsilon^{visco.mag}(t_{i-1})}{\frac{1-\nu_{mag}}{E_{mag}} + \Delta t\, A_{O,mag} exp\left(\frac{-Q_{mag}}{RT}\right)}$$

$$\sigma_{spi}(t_i) = \frac{E_{spi}\,\varepsilon^{tot.spi}}{1-\nu_{spi}}$$

$$\sigma_{met}(t_i) = \frac{\varepsilon^{tot.met}(t_i) - \varepsilon^{visco.met}(t_{i-1})}{\frac{1-\nu_{met}}{E_{met}} + \Delta t\, A_{met}\, t_i^m}$$

Simulation de l'essai de déflexion

Le modèle mécanique est utilisé pour simuler la courbure de la lame

➢Expression de la déformation totale à travers l'épaisseur de la lame

$$\varepsilon^{tot} = \varepsilon_0 - \kappa z$$

z est la direction de croissance

Courbure de la lame

➢Résolution de l'équilibre mécanique à chaque pas de temps

$$\int_{h_{mag}}^{h_{hem}+h_{mag}} \sigma_{hem} dz + \int_{0}^{h_{mag}} \sigma_{mag} dz + \int_{-h_{spi}}^{0} \sigma_{spi} dz + \int_{-h_{spi}-h_m}^{-h_{spi}} \sigma_m dz = 0$$

$$\int_{h_{mag}}^{h_{hem}+h_{mag}} \sigma_{hem} z dz + \int_{0}^{h_{mag}} \sigma_{mag} z dz + \int_{-h_{spi}}^{0} \sigma_{spi} z dz + \int_{-h_{spi}-h_m}^{-h_{spi}} \sigma_m z dz = 0$$

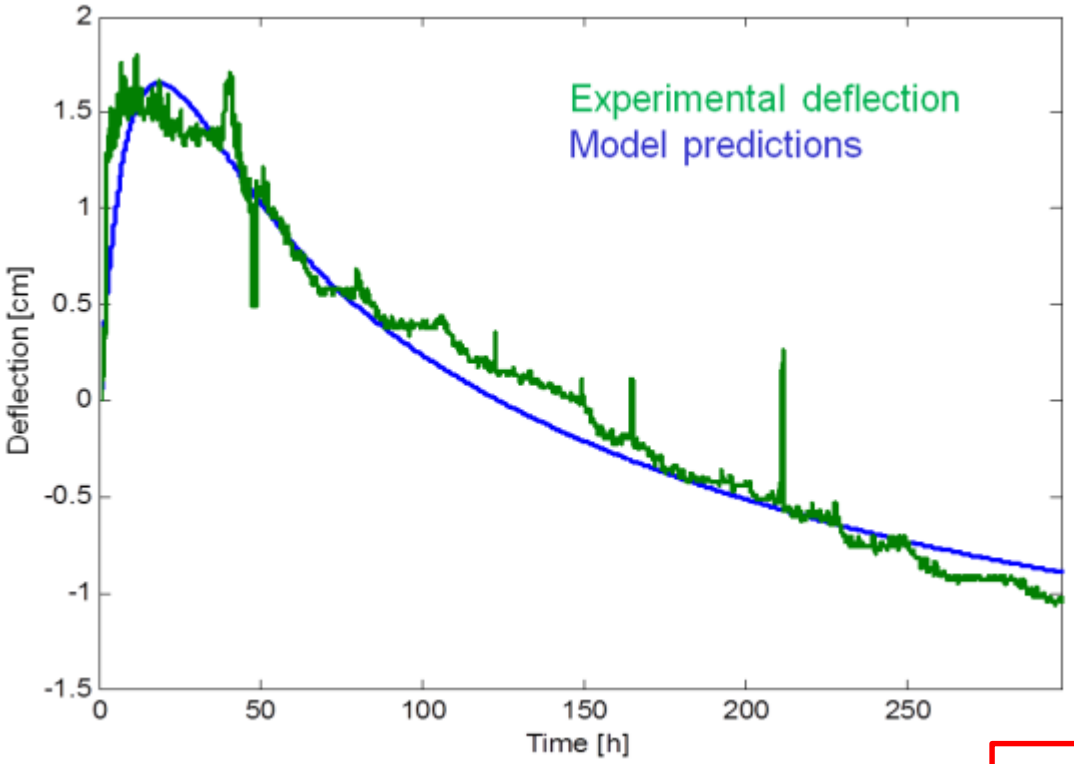
➢Résolution du système d'équations suivant à chaque pas de temps pour κ et ε_0 :

$$\begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_0 \\ \kappa \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} F \\ M \end{pmatrix}$$

Simulation de l'essai de déflexion

Le modèle mécanique est utilisé pour simuler la courbure de la lame

Les paramètres $A_{0.mag}$ et M_{mag} sont choisis pour approcher au mieux la courbe expérimentale



$A_{0,mag} = 2.10^5$ MPa^{-1}.h^{-1}
$M_{mag} = 125$ m^{-1}