Modélisation des couplages entre diffusion et mécanique dans les alliages de titane oxydés à haute température

Journées Annuelles du GdR COnCOrD 2025

A. Marano[1], P. Vernier[1], L. Bornowsky[1], B. Fer[1], P. Kanoute[1], T. Gheno[1], X. Feaugas[2], A. Oudriss[2]

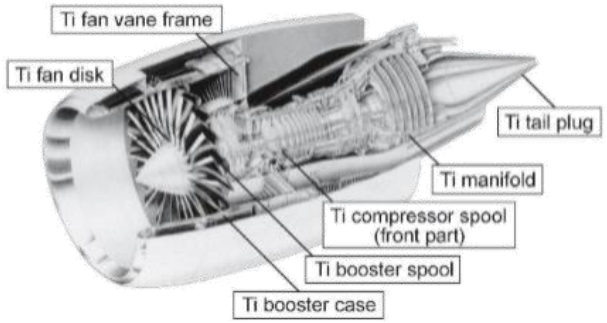
[1] *DMAS, ONERA, Université Paris-Saclay, 92320, Châtillon, France*

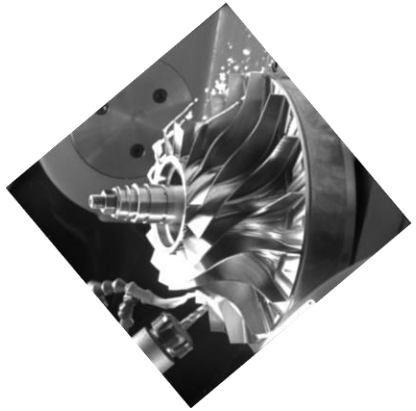
[2] *La Rochelle Université, LaSIE CNRS UMR 7356, Avenue Michel Crépeau, F-17042, La Rochelle, France*

Funded by the European Union
NextGenerationEU

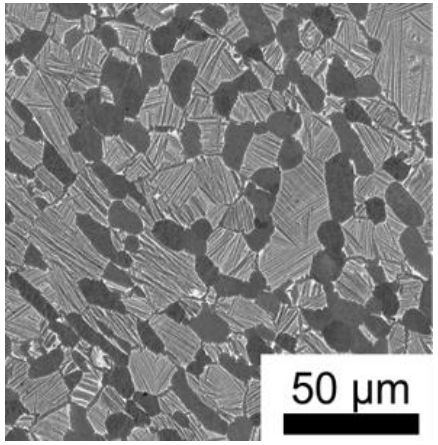
1. Contexte et Objectifs
2. Modélisation
3. Caractérisation et Identification
4. Résultats
5. Conclusions et Perspectives

Alliages de titane Quasi α





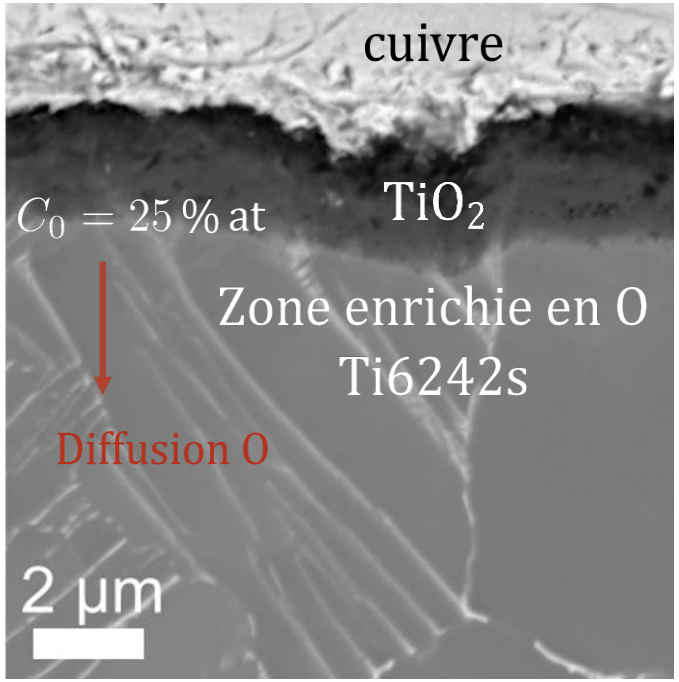
TIMET Ti6242s



- Bonnes propriétés mécaniques spécifiques
- Utilisation limitée par l'oxydation à haute température

Oxydation à haute température

550 °C

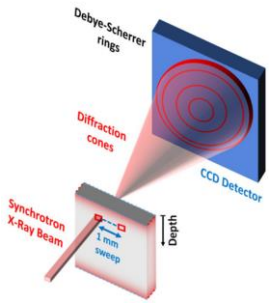


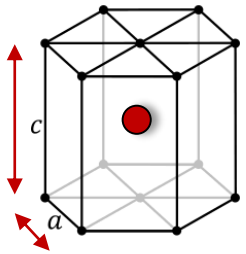
Funded by the European Union
NextGenerationEU

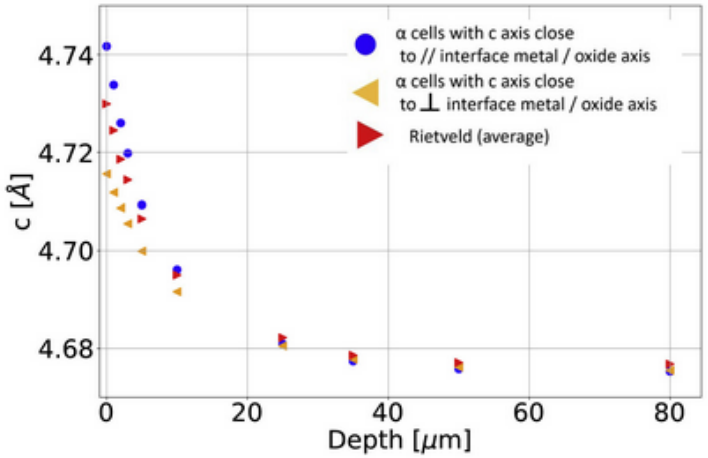
Gonflement

Évolution des Propriétés Mécaniques

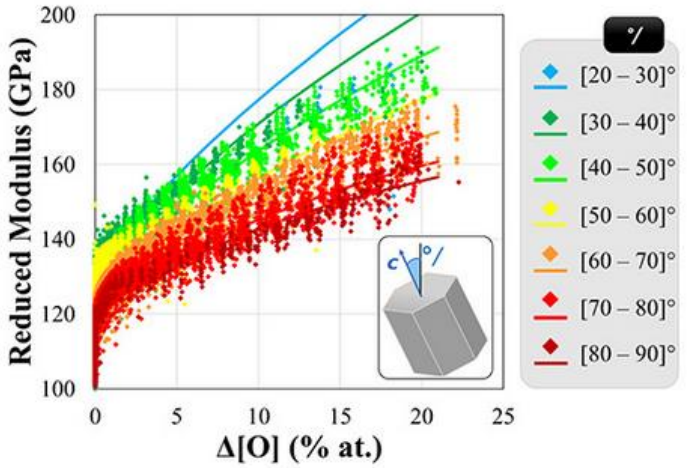
Fragilisation

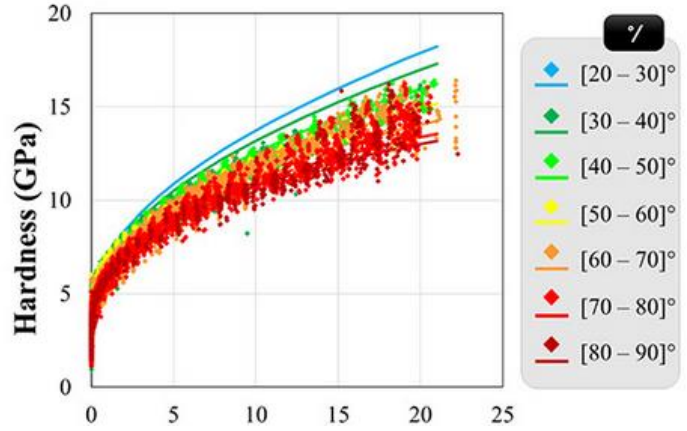




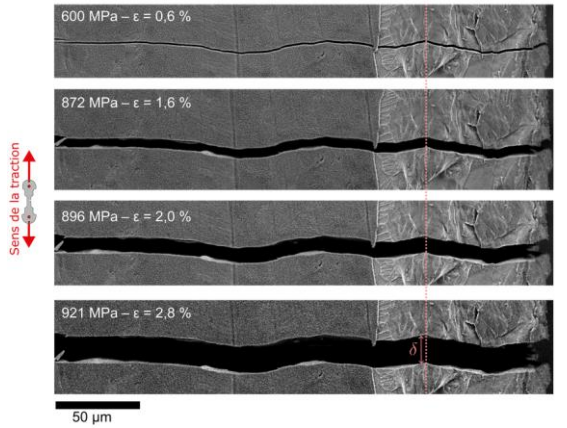


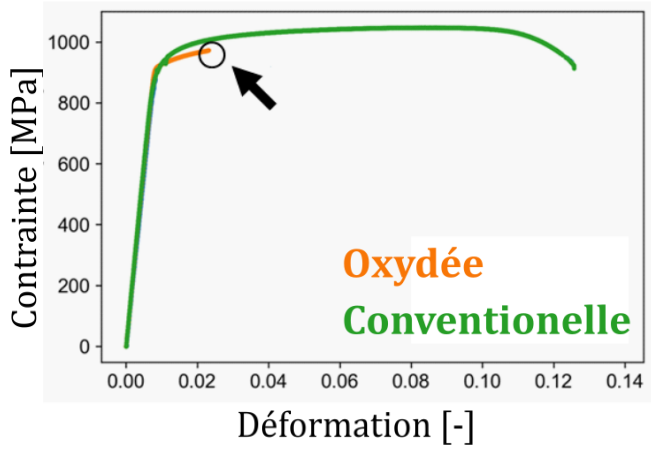
Synchrotron Diffraction RX
Ti6242s -- K. Cavé et al 2024





Nanoindentation
Ti grade 40 -- D. Texier et al 2024

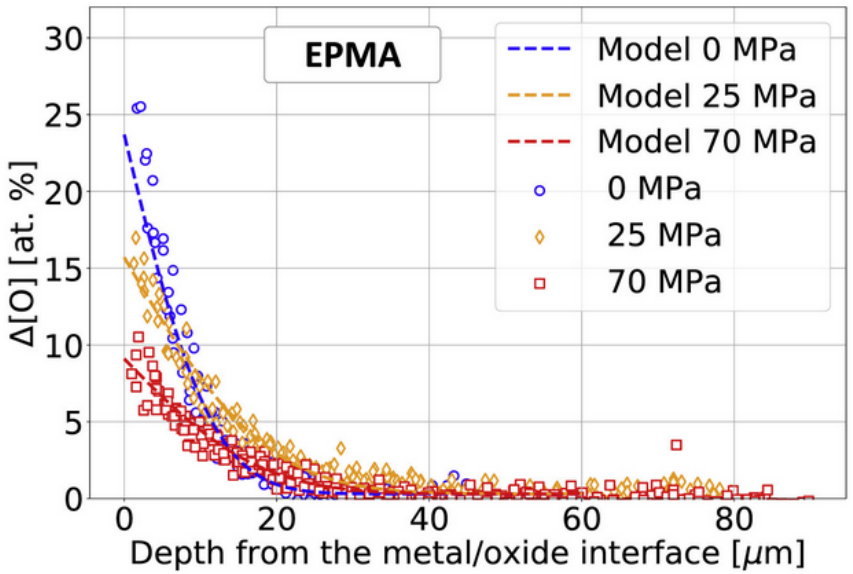


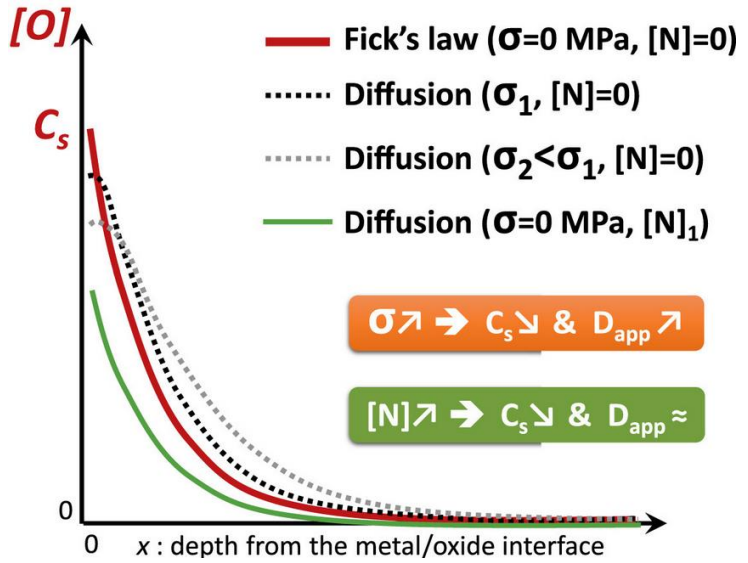


Traction T° ambiante
Ti6245s – Thèse L. Bornowsky

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
Liberté
Égalité
Fraternité
ONERA
THE FRENCH AEROSPACE LAB
LaSIE
dgac
FRANCE RELANCE
Funded by the European Union
NextGenerationEU

Influence de la contrainte sur la diffusion ?





Analyses EPMA après oxydation sous contrainte

Ti6242s -- K. Cavé et al 2024

Funded by the European Union
NextGenerationEU

Questionnements et Objectifs

- Peut-on prédire la fragilisation du Ti6242s en modélisant le gradient de propriétés induit par la zone enrichie en oxygène ?
  - Modéliser le comportement mécanique du matériau oxydé à **l'échelle de la microstructure**

- Faut-il tenir compte des contraintes internes induites par la diffusion d'oxygène dans l'alliage pour modéliser son comportement mécanique ?
  - Estimer l'ordre de grandeur des **contraintes internes** induites par la diffusion d'oxygène et le gonflement associé

- Faut-il tenir compte de l'influence des contraintes dans le matériau sur la cinétique de diffusion pour prédire correctement l'enrichissement en oxygène de l'alliage ?
  - Modéliser les **couplages diffusion – mécanique** se produisant lors de **l'oxydation à haute température**

1. Contexte et Objectifs
2. Méthodologie
3. Caractérisation et Identification
4. Résultats
5. Conclusions et Perspectives

Couplages Mécanique – Diffusion

Mécanique

Équilibre mécanique

$$\nabla \cdot \sigma = 0$$

Conditions aux Limites

u périodique ; $\sigma \cdot n$ anti-périodique

Comportement du matériau

$$\sigma = \mathcal{F}\left(\varepsilon, C_O, v_i, c_i\right)$$

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{vp} + \varepsilon^o$$

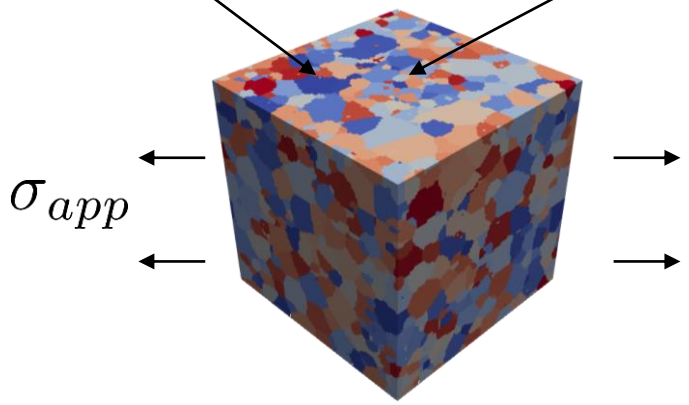
Pression $p = -\frac{1}{3}\,\mathrm{tr}(\sigma)$

Plasticité isotrope Plasticité cristalline

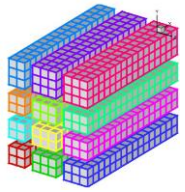
Microstructure

Phase α uniquement

$\sigma \cdot n = 0$ $C_O = 25\,\%$ at.



$T = 20\,°\mathrm{C}$ et $550\,°\mathrm{C}$



AMITEX

Solver FFT massivement parallèle

Diffusion

Équation de Conservation

$$\dot{C}_O + \nabla \cdot J = 0$$

Conditions aux limites

M/O interface : $C_O = 25\%$ at.

J périodique

Flux de diffusion

$$J = -D(p,T)\nabla C_O - C_O \frac{D^\star V_O}{RT}\nabla p$$

$$D(p,T) = D(T)\exp\left(-\frac{pV_O}{RT}\right)$$

Ti α

$D(550°C) = D^\star$	V_O	T
$7.5 \times 10^{-6}\,\mu\mathrm{m}^2\,\mathrm{s}^{-1}$	$3.5\,\mathrm{cm}^3$	$823.15\,\mathrm{K}$

Funded by the European Union NextGenerationEU

Modélisation du comportement mécanique de la phase α du Ti6242s

Elasto-viscoplasticité avec gonflement

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{vp} + C_O \begin{bmatrix} \alpha_a & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_a & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_c \end{bmatrix}$$

Elasticité cristalline

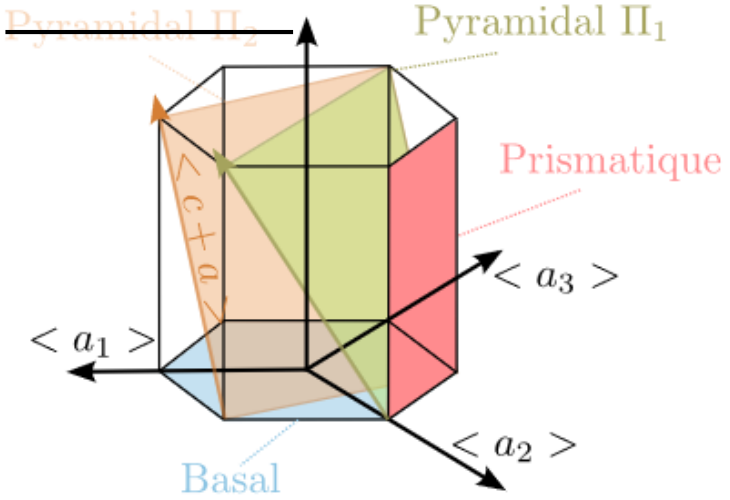
$$\sigma_I = C_{IJ}(C_O) : \varepsilon^e_J$$

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{C_{11}-C_{12}}{2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix}$$

Viscoplasticité cristalline parfaite simplifiée

$$\dot{\varepsilon}^{vp} = \sum_s \dot{\gamma}^s (m^s \otimes^s n^s)$$

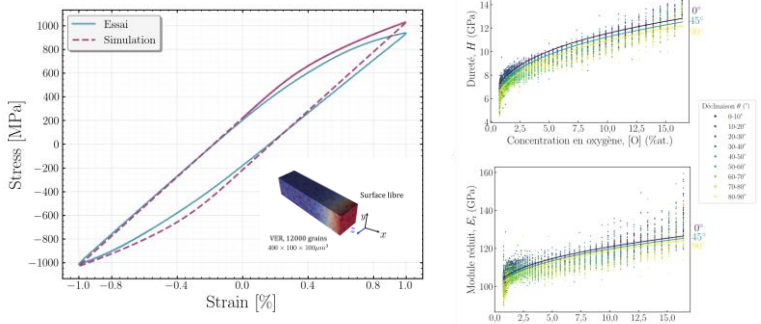
$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0^s \sinh\left(\frac{(\tau^s - \tau_c^s(C_O))\Delta V}{kT}\right) \text{ if } |\tau^s| > \tau_c^s$$

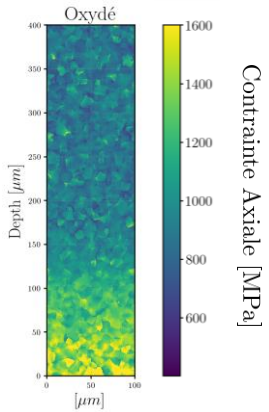


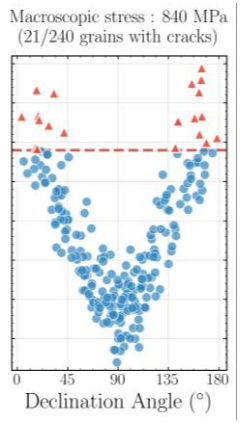
$$2\tau_c^P = 2\tau_c^B = \tau_c^{\Pi<a>} = \tau_c^{\Pi<c>}$$

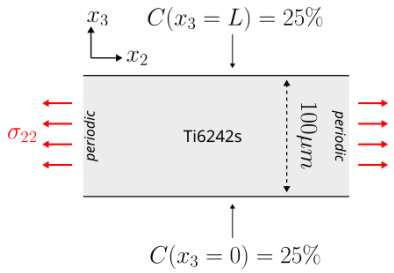
Démarche d'étude

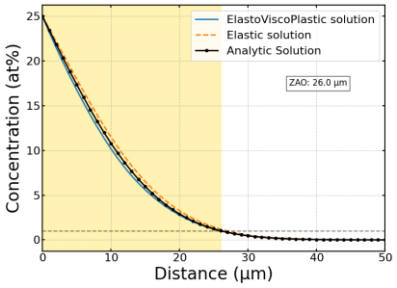
Caractérisation et Identification → **Étude de la fragilisation** → **Couplages Diffusion Mécanique**











- Caractérisation expérimentale du comportement mécanique du matériau de référence et oxydé
- Caractérisation de l'influence de la contrainte sur la diffusion d'oxygène

- Enrichissement en oxygène statique : approche gradient de propriétés
- Étude du comportement et des critères de fissuration du Ti6242s oxydé

- Évolution dynamique de la concentration d'oxygène au cours du chargement mécanique
- Étude des contraintes internes et de la cinétique de diffusion

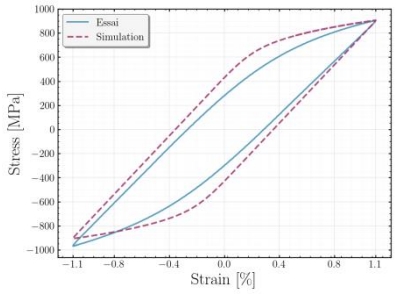
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
Liberté
Égalité
Fraternité
ONERA
THE FRENCH AEROSPACE LAB
LaSIE
dgac
FRANCE RELANCE
Funded by the European Union
NextGenerationEU

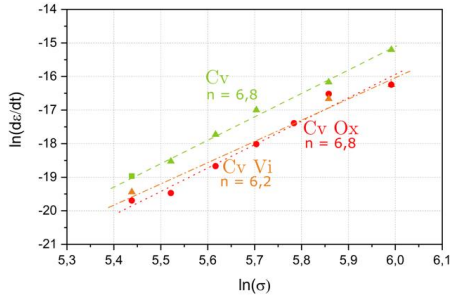
$$\sigma_I = C_{IJ} : \varepsilon^e_J$$

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}^s_0 \sinh\left(\frac{(\tau^s - \tau^s_c)\Delta V}{kT}\right) \text{ if } |\tau^s| > \tau^s_c$$

Essais mécaniques : traction, fatigue, fluage

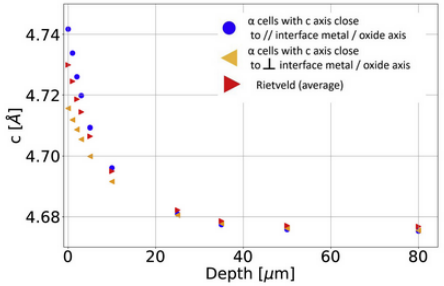
Ti6242s conventionnel et pré oxydé – 25°C et 550°C





Gonflement – Mesures DRX Synchrotron

Ti6242s oxydé à 650°C – K. Cavé et al. 2024

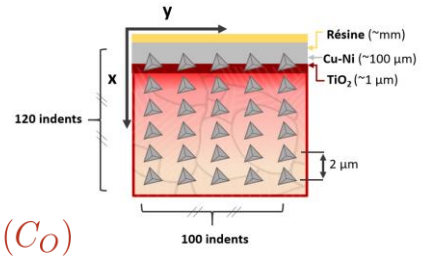


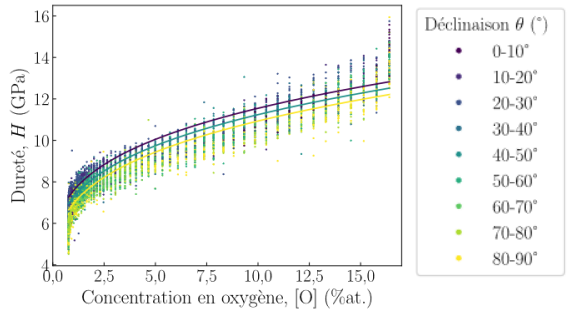
$$\begin{bmatrix} \alpha_a & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_a & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_c \end{bmatrix}$$

Données manquantes à 550°C ⚠

Evolution des propriétés mécaniques dans la Zone enrichie en oxygène

nanoindentation Ti6242s T° ambiante après oxydation 3000h 600°C

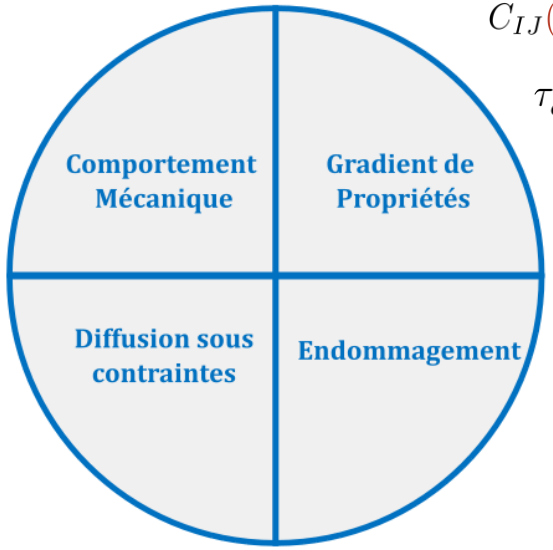




IDENTIFICATION

$C_{IJ}(C_O)$

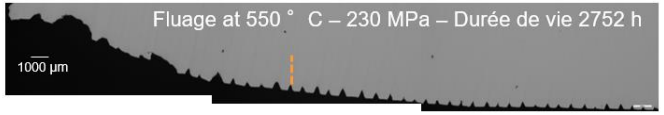
$\tau^s_c(C_O)$

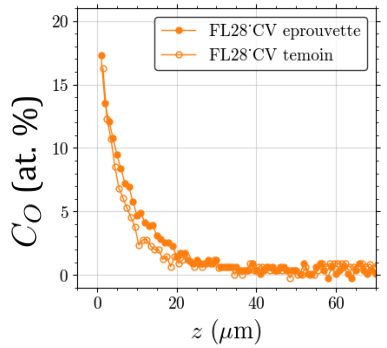


VALIDATION

Essais de fluage sous air avec pion témoin non chargé

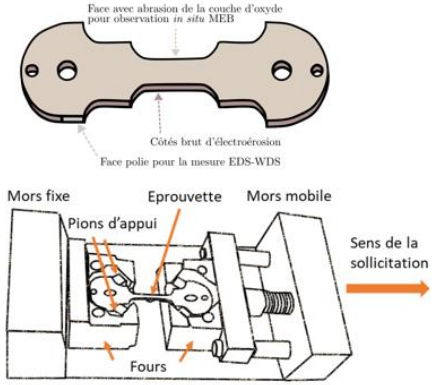
Ti6242s – fluage à 550°C profil MEB-WDS

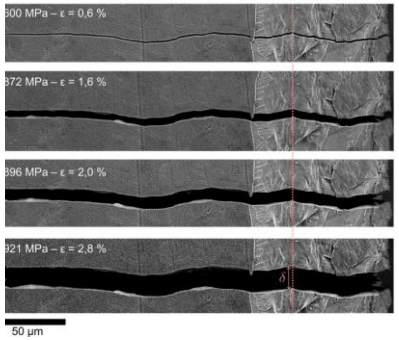




Suivi de fissuration par essai micromécanique in-situ MEB

Ti6242s – essai de traction T° ambiante après oxydation 3000h 600°C



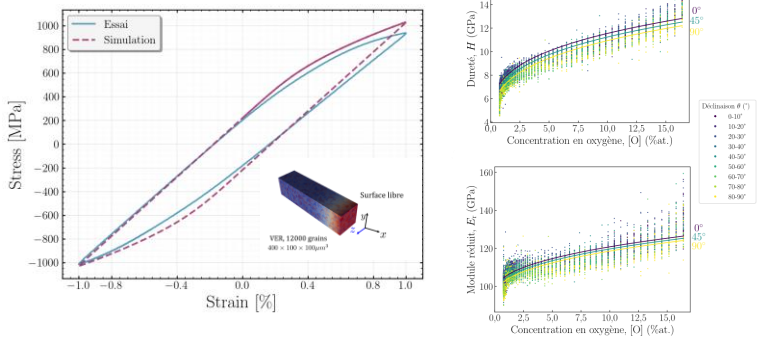


RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
Liberté
Égalité
Fraternité
ONERA
THE FRENCH AEROSPACE LAB
LaSIE
dgac
FRANCE RELANCE
Funded by the European Union
NextGenerationEU

1. Contexte et Objectifs
2. Méthodologie
3. Caractérisation et Identification
4. Résultats
5. Conclusions et Perspectives

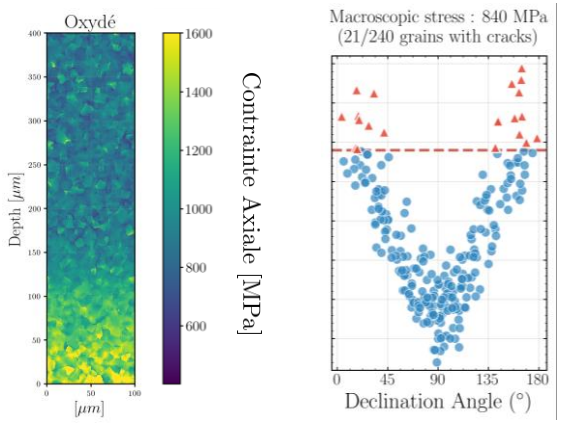
Démarche d'étude

Caractérisation et Identification



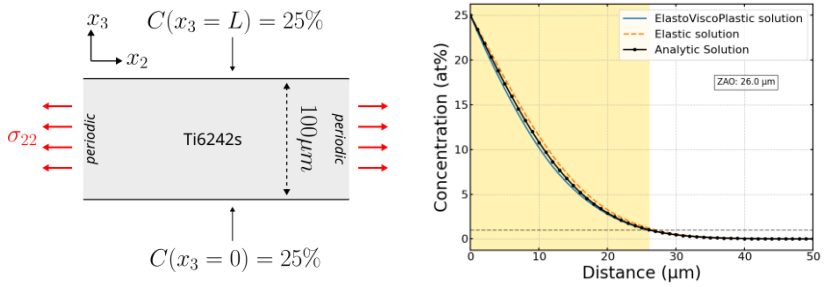
- Caractérisation expérimentale du comportement mécanique du matériau de référence et oxydé
- Caractérisation de l'influence de la contrainte sur la diffusion d'oxygène

Étude de la fragilisation



- Enrichissement en oxygène statique : approche gradient de propriétés
- Étude du comportement et des critères de fissuration du Ti6242s oxydé

Couplages Diffusion Mécanique

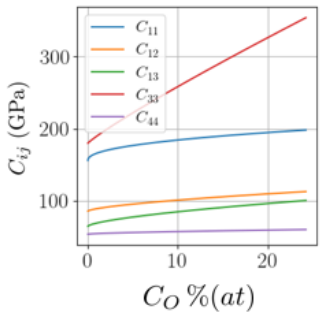


- Évolution dynamique de la concentration d'oxygène au cours du chargement mécanique
- Étude des contraintes internes et de la cinétique de diffusion

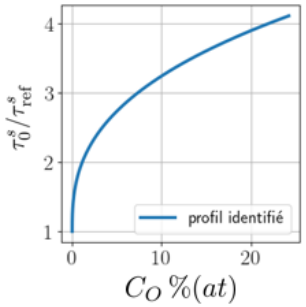
Funded by the European Union
NextGenerationEU

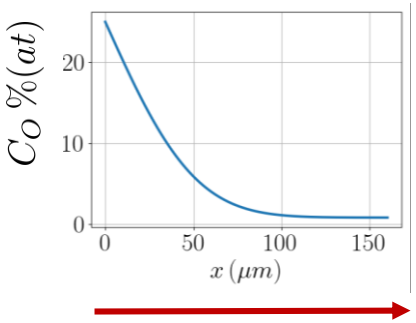
Simulation micromécanique de la fragilisation en traction du Ti6242s oxydé

Elasticité

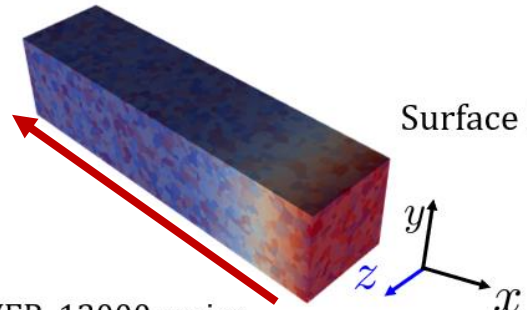


Plasticité

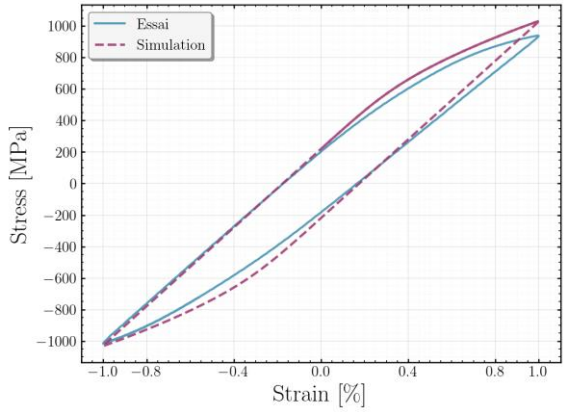




AMITEX

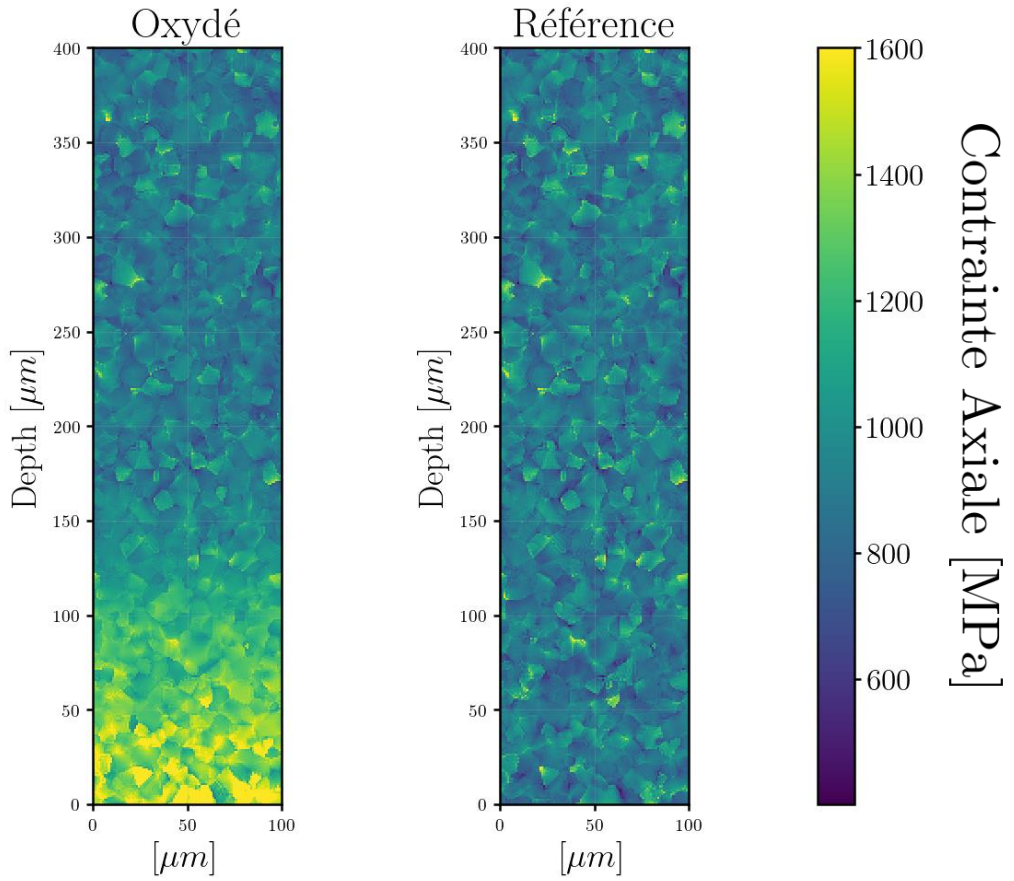


VER, 12000 grains
$400 \times 100 \times 100 \mu m^3$



Comparaison des champs de contraintes pour 1% de déformation

Simulations FFT – Ti6242s référence et oxydé T° ambiante

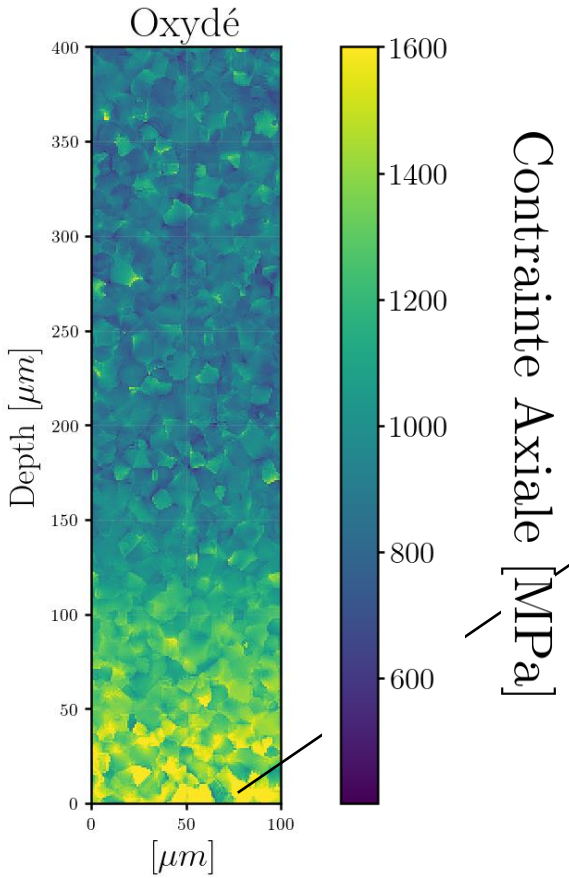


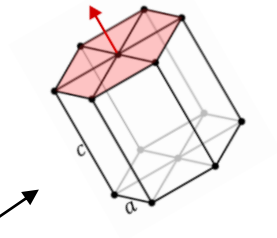
Funded by the European Union
NextGenerationEU

Simulation micromécanique de la fragilisation en traction du Ti6242s oxydé

Analyse du critère de clivage basal

Contraintes sur le plan basal dans chaque grain de surface – Ti6242s oxydé T° ambiante





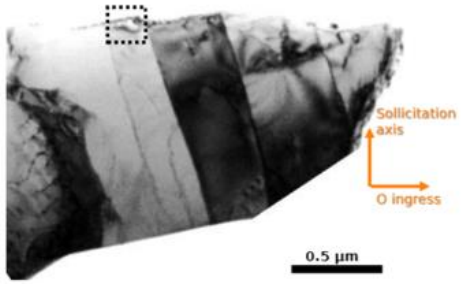
Contraintes sur le plan basal *Dunne & Rugg 2008 – Xu et al 2020*

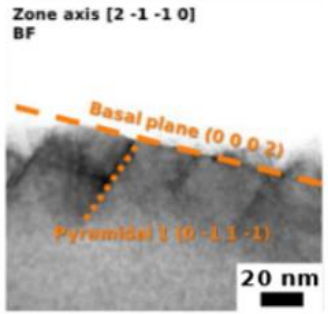
$$\sigma_b = \underline{c} \cdot \boldsymbol{\sigma} \cdot \underline{c} \qquad \sigma_b > \sigma_c = 1200\,\text{MPa}$$

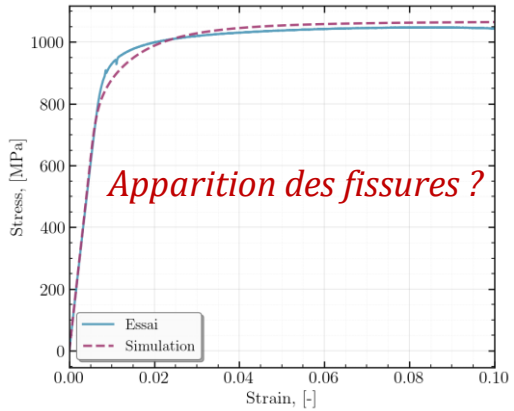
$$\sigma_c = f(C_O)\,?$$

Analyse de faciès de rupture

Analyses MET – Ti6242s oxydé T° ambiante

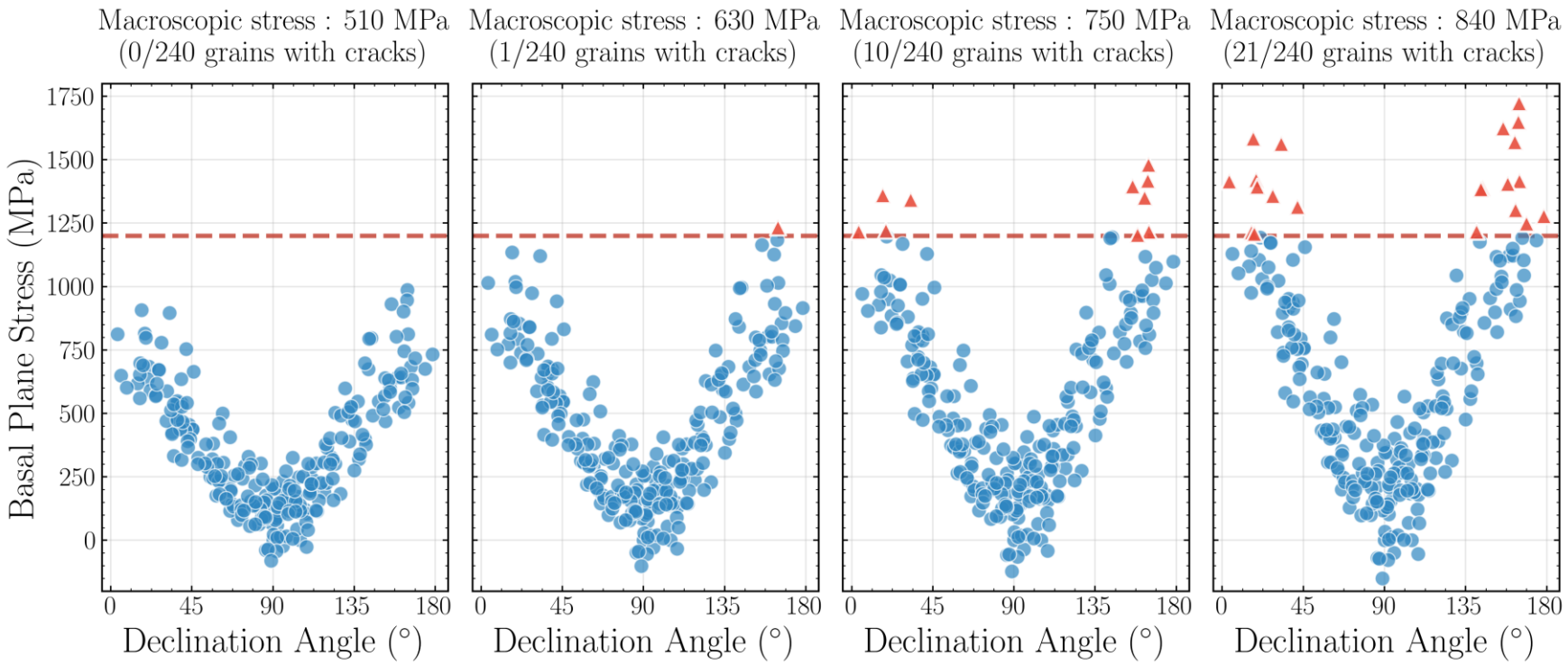






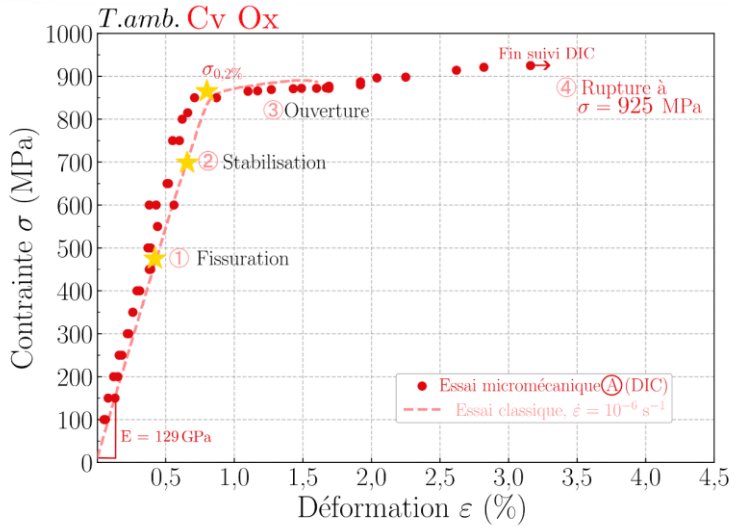
Funded by the European Union
NextGenerationEU

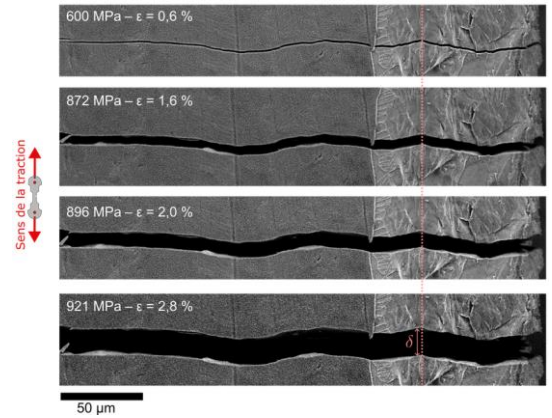
Simulation micromécanique de la fragilisation en traction du Ti6242s oxydé



Suivi de la fissuration en surface

Essai micromécanique – Ti6242s oxydé T° ambiante



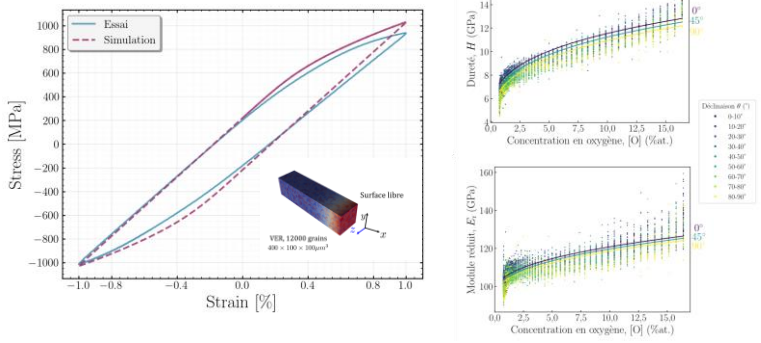


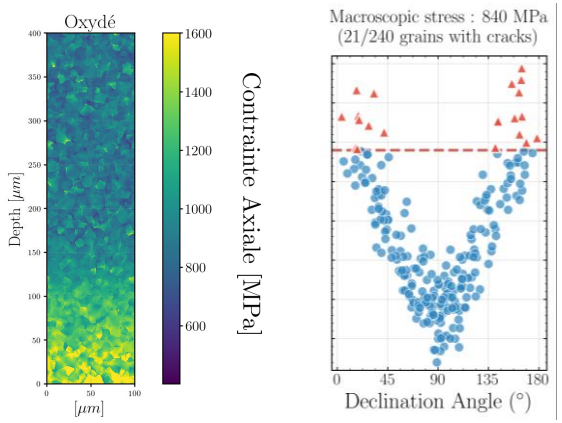
- Le modèle **simplifié** incluant le **gradient de propriétés mécaniques**, et le critère de **clivage basal**, permettent de prédire la formation de fissures dans la ZAO à partir de 630 Mpa
- **Bon accord** avec les mesures de fissuration réalisées via **les essais micromécaniques**

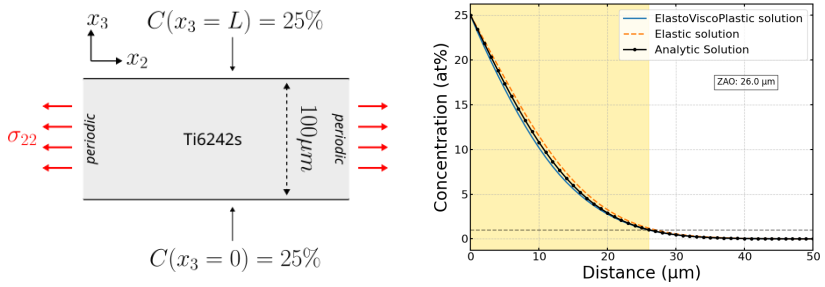
Funded by the European Union
NextGenerationEU

Démarche d'étude

Caractérisation et Identification → **Étude de la fragilisation** → **Couplages Diffusion Mécanique**







- Caractérisation expérimentale du comportement mécanique du matériau de référence et oxydé
- Caractérisation de l'influence de la contrainte sur la diffusion d'oxygène

- Enrichissement en oxygène statique : approche gradient de propriétés
- Étude du comportement et des critères de fissuration du Ti6242s oxydé

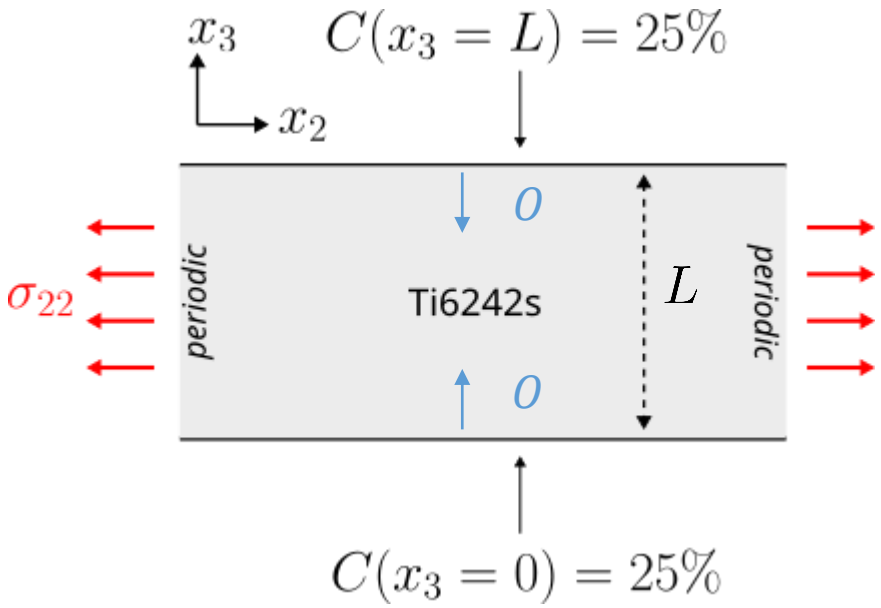
- Évolution dynamique de la concentration d'oxygène au cours du chargement mécanique
- Étude des contraintes internes et de la cinétique de diffusion

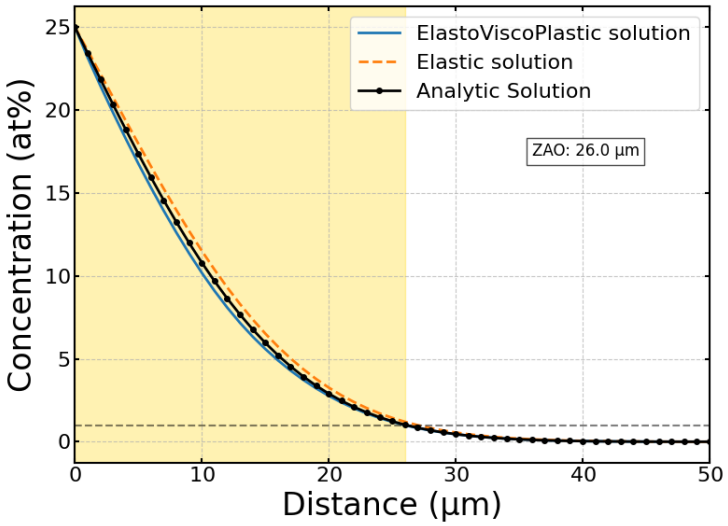
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
Liberté
Égalité
Fraternité
ONERA
THE FRENCH AEROSPACE LAB
LaSIE
dgac
FRANCE RELANCE
Funded by the European Union
NextGenerationEU

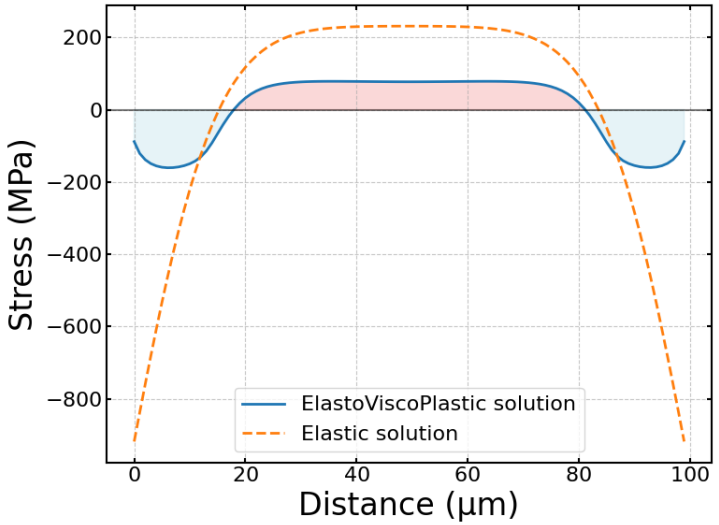
Couplage Diffusion – Mécanique et contraintes internes

Oxydation : 3000 h, 550 °C, $\sigma = 0$ MPa

Matériau Homogène Isotrope





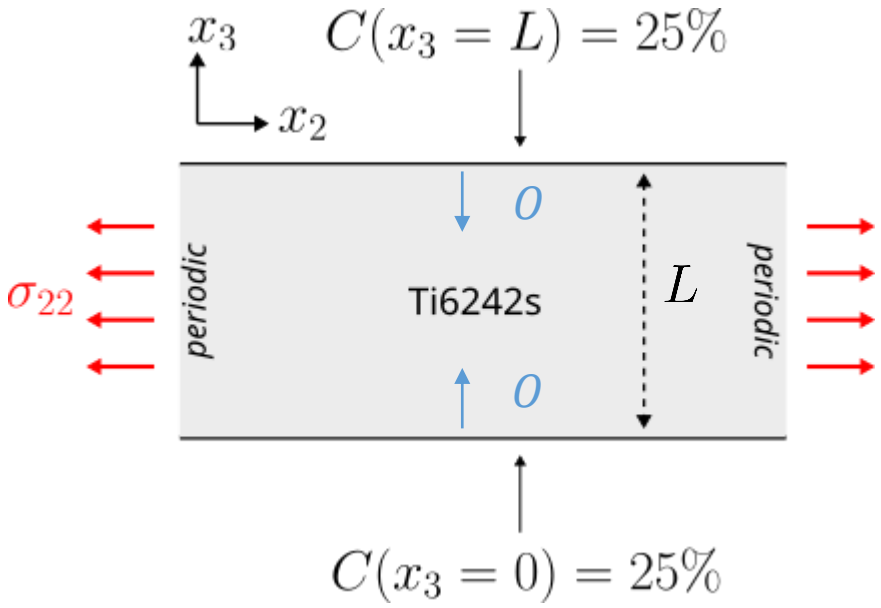


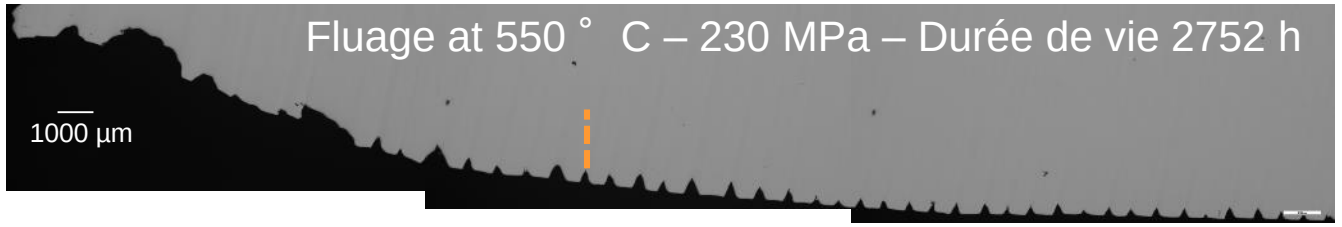
- La déformation de gonflement induit de fortes contraintes internes élastiques
- Le comportement viscoplastique du matériau relaxe une part significative de ces contraintes internes
- Les contraintes internes mises en jeu n'influencent qu'à la marge la cinétique de diffusion

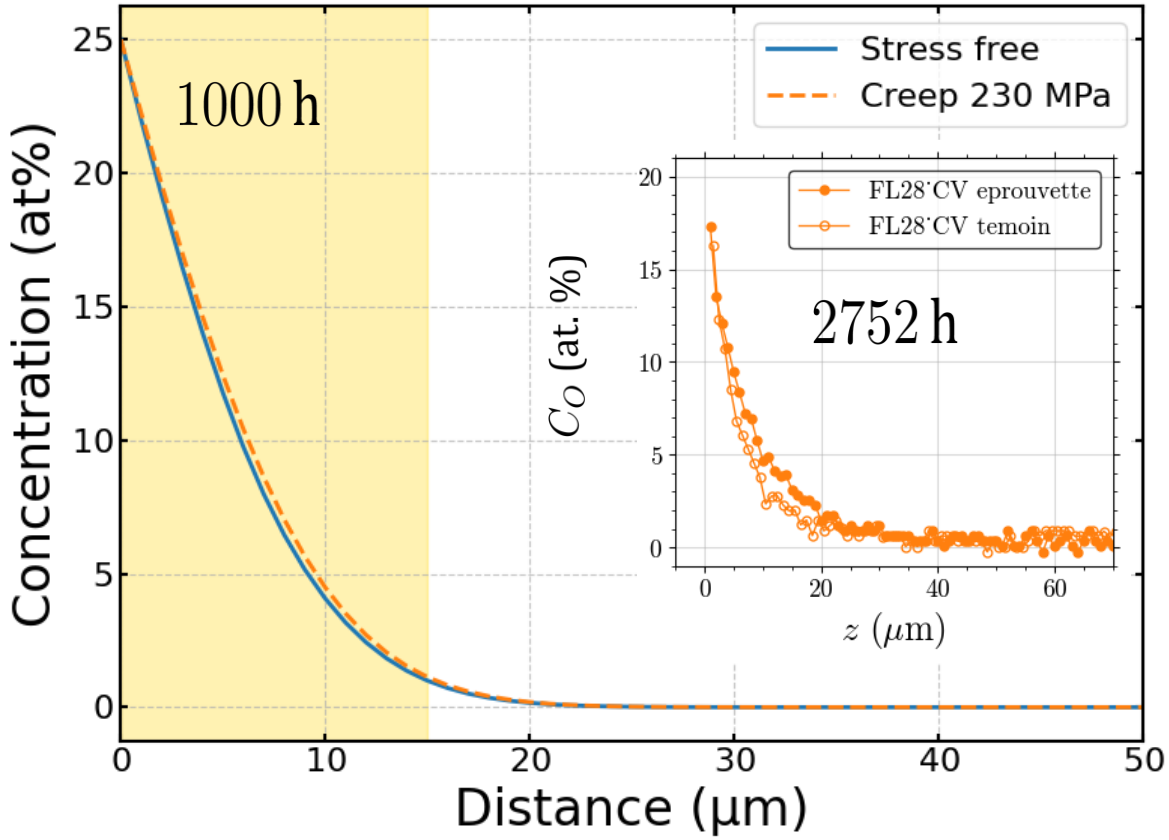
Couplage Diffusion – Mécanique et contraintes appliquées

Fluage : 1000 h, 550 °C, $\sigma = 230$ MPa

Matériau Homogène Isotrope



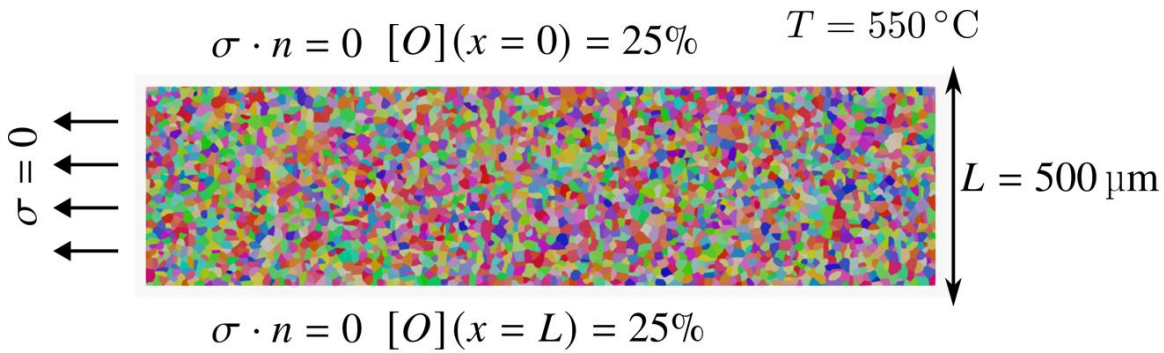


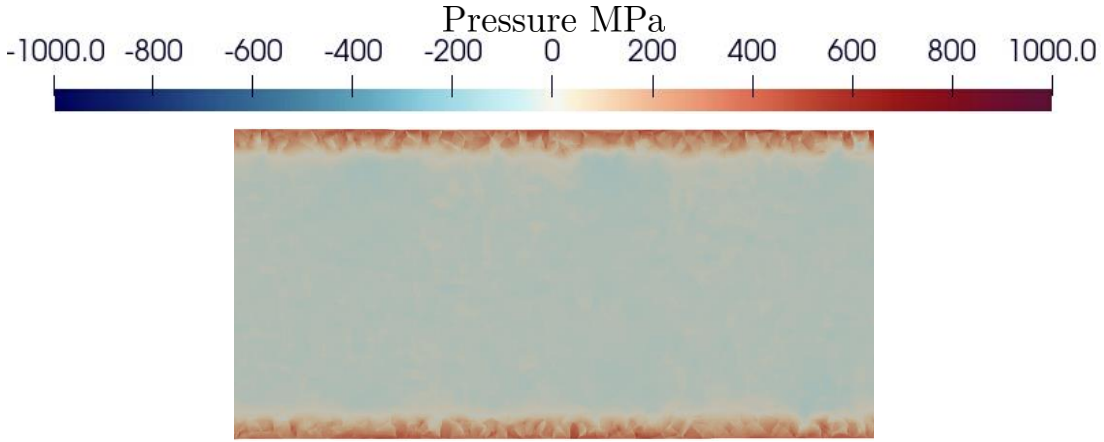


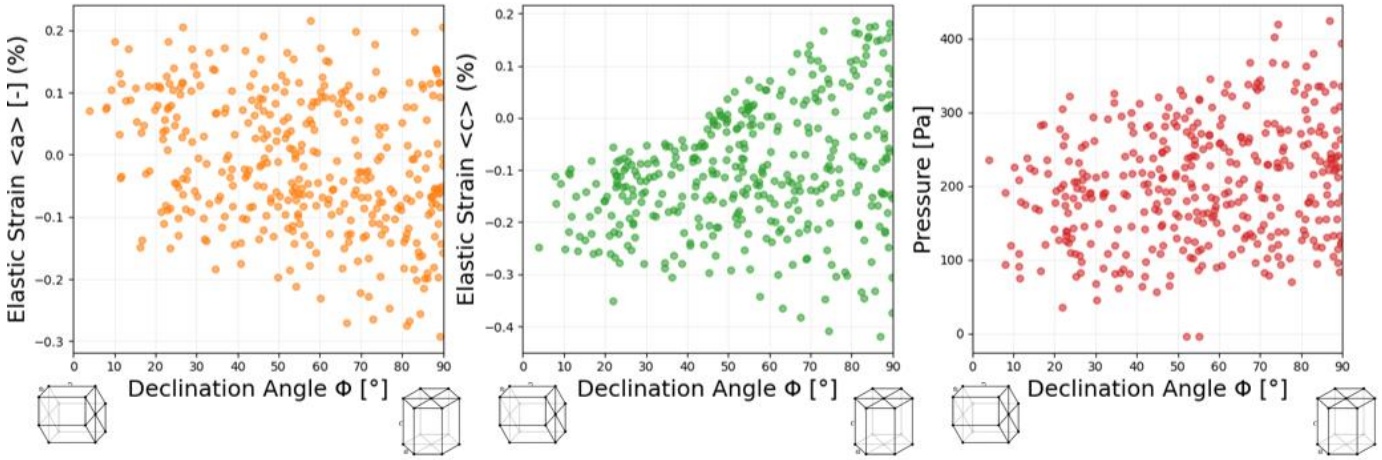
- Augmentation faible de la diffusivité avec contrainte appliquée
- Bonne concordance simulation / mesures

Funded by the European Union
NextGenerationEU

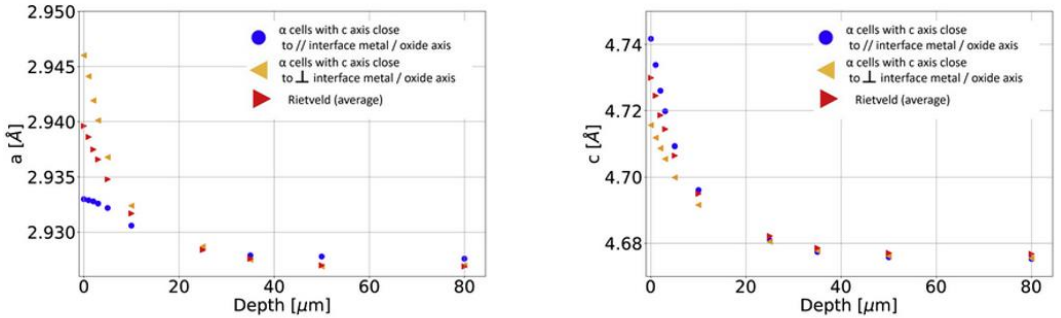
Couplage Diffusion –Mécanique : Microstructure et contraintes internes







Synchrotron X-ray Diffraction Ti6242s -- K. Cavé et al 2024



- Forte hétérogénéité des contraintes internes. Plus forte pour les orientations de la maille avec axe <c> face au flux d'oxygène
- Amplitude de la dispersion de déformation élastique ~ 0,5 % similaire aux mesures

Funded by the European Union NextGenerationEU

1. Contexte et Objectifs
2. Méthodologie
3. Caractérisation et Identification
4. Résultats
5. Conclusions et Perspectives

Conclusions

- La prise en compte simplifiée du **gradient de propriété** à l'échelle de la **microstructure**, associée à un **critère de clivage du plan basal** permet de retrouver l'ordre de grandeur du **chargement critique** de formation des fissures dans la zone fragile

- La cinétique de diffusion d'oxygène est **peu sensible aux niveaux de contraintes** internes et appliqués au Ti6242s
  Peu utile de le prendre en compte au premier ordre dans la modélisation

- La diffusion d'oxygène engendre de **fortes contraintes internes hétérogènes** dans la zone enrichie en oxygène, **en partie relaxées par la déformation viscoplastique**
  Important à prendre en compte pour simuler la fragilisation et le dialogue essais-calculs pour l'identification
  Besoin de la modélisation couplée diffusion – viscoplasticité

Perspectives

- **Caractérisation :**
  - Gradient de propriétés mécanique à haute température dans la zone enrichie en O : *nanoindentation à chaud*
  - Analyse du gradient de propriétés tenant compte de la microstructure biphasée
  - Caractérisation des contraintes internes induites par la diffusion d'oxygène

- **Modélisation :**
  - Prise en compte des contraintes internes dans la démarche d'identification
  - Prise en compte de la microstructure biphasée dans la modélisation : colonies lamellaires α / β
  - Couplage avec un modèle d'endommagement ou de fissuration

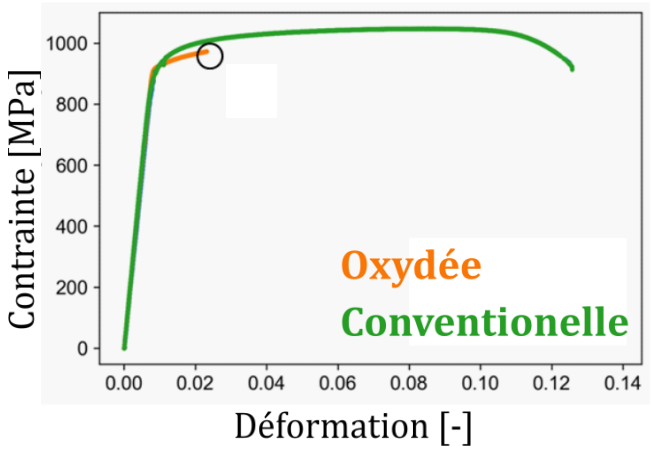
- **Application :**
  - Prédiction de la fragilisation sous chargements complexes : *fatigue, traction / fatigue / fatigue-fluage à haute température*
  - Etude de l'influence de la microstructure sur la fragilisation

ANNEXES

Essais mécaniques sur Ti6242s conventionnel et pré-oxydé

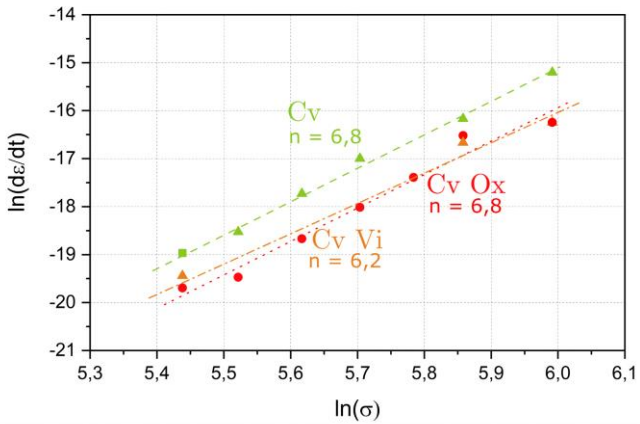
Essais de traction

Essai de traction Ti6242s T° ambiante



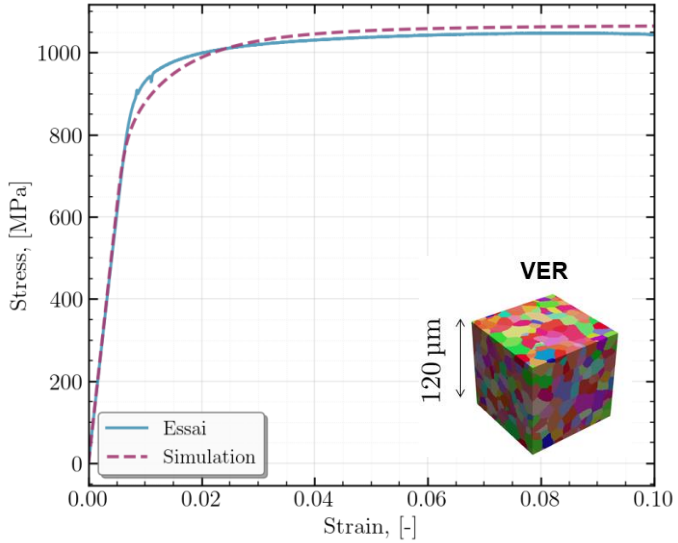
Essais de fluage

Ti6242s – 550°C

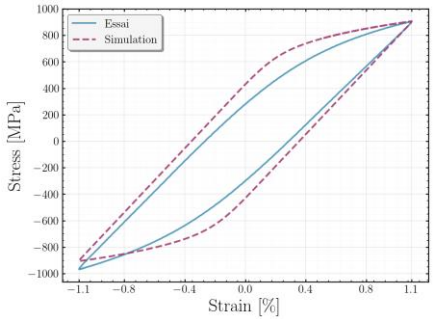


Comparaison essais-calculs

Essai de traction Ti6242s T° ambiante



Essai de comportement cyclique Ti6242s T° ambiante

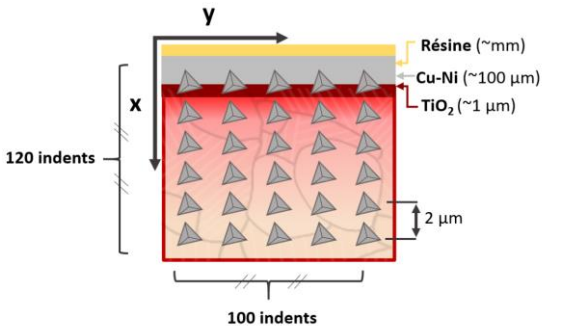


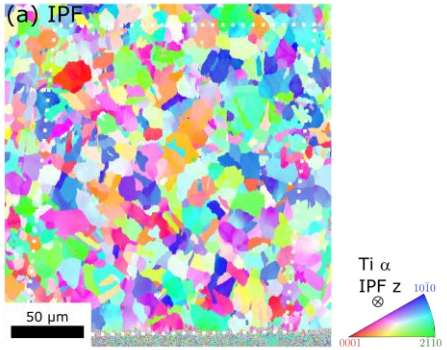
- Essais de traction, comportement cyclique, fluage, à température ambiante et 550°C
- **Identification des coefficients de plasticité cristalline** de référence à partir d'un calcul de microstructure et des essais mécaniques à température ambiante et 550°C

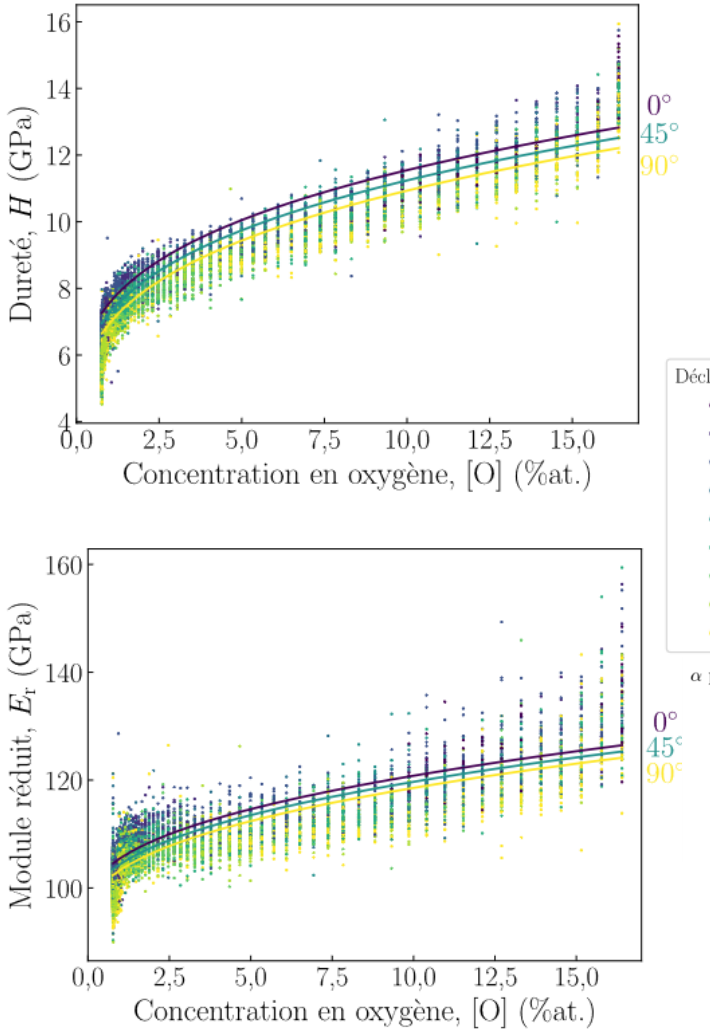
Funded by the European Union
NextGenerationEU

Caractérisation du gradient de propriétés par nanoindentation

Données manquantes à 550°C







Evolution des propriétés mécaniques avec l'oxygène

nanoindentation Ti6242s T° ambiante après oxydation 3000h 600°C

$$H(C_O, \theta) \longrightarrow \tau_c^s(C_O)$$

$$E_{red}(C_O, \theta) \longrightarrow C_{IJ}(C_O)$$

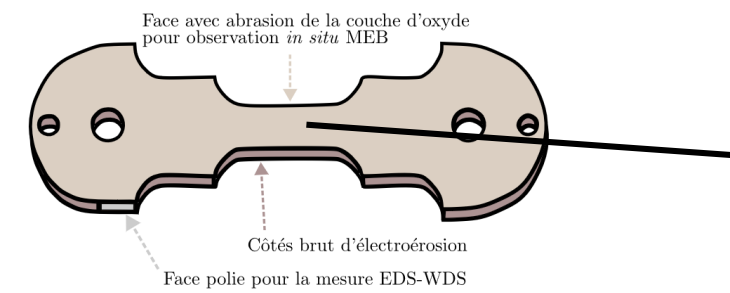
Objectif

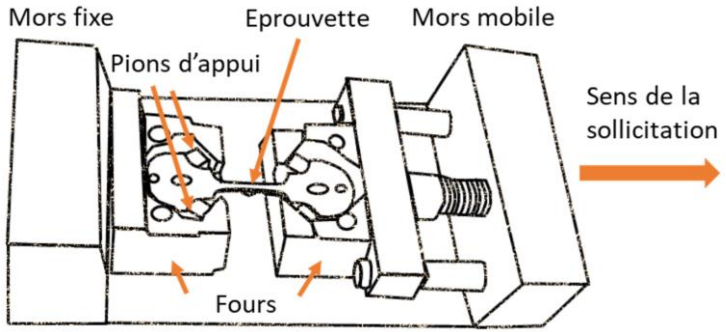
Décorréler quantitativement la dépendance à l'orientation et à l'oxygène

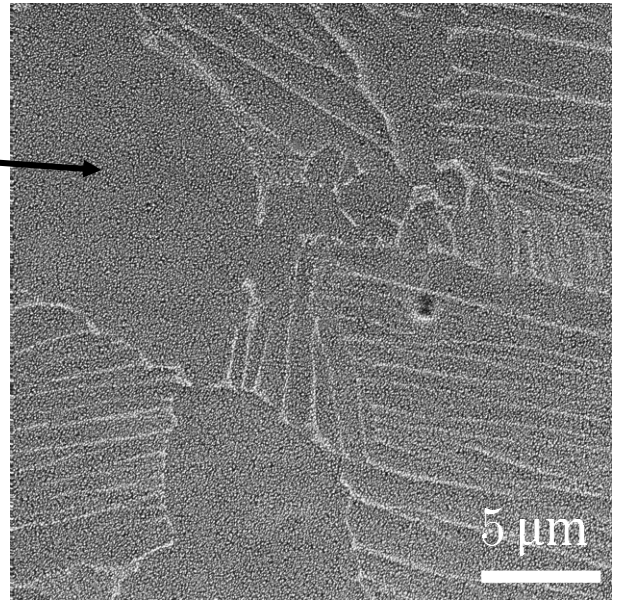
Voir D. Texier et al 2024

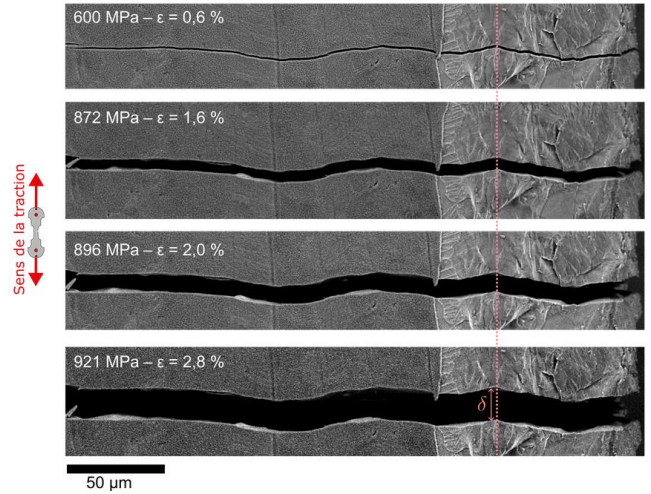
Funded by the European Union NextGenerationEU

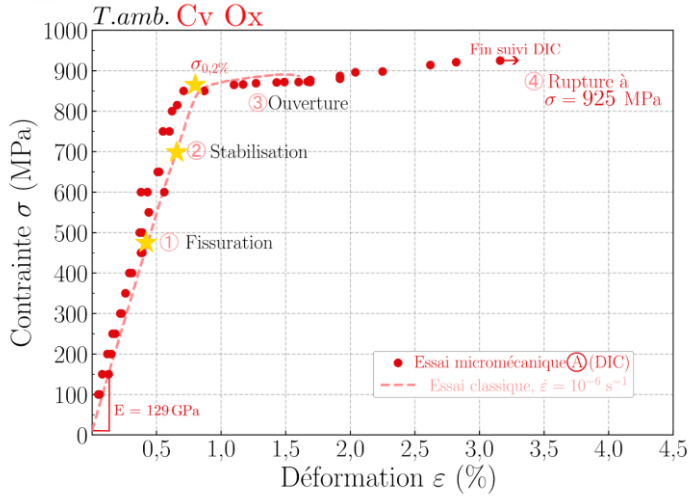
Essais micromécaniques sur Ti6242s pré-oxydé





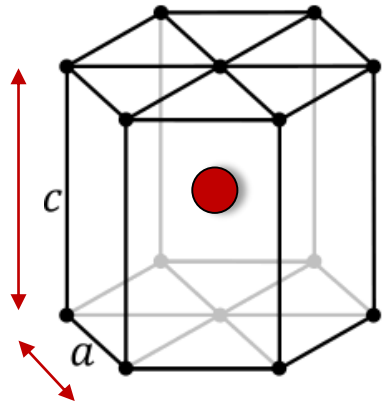






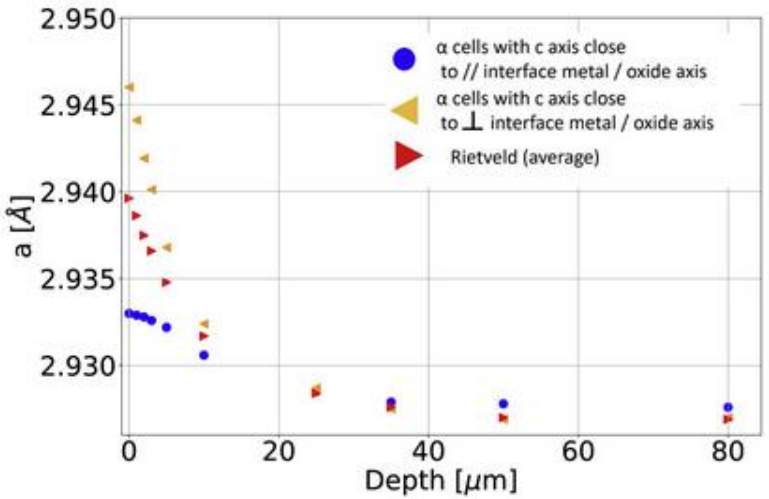
- Essais in-situ MEB avec suivi extensométrique par corrélation d'image numérique à température ambiante
- **Suivi quantitatif de la fissuration** de la surface enrichie en oxygène
- **Pas de déformation plastique** observée sur la surface enrichie en oxygène à température

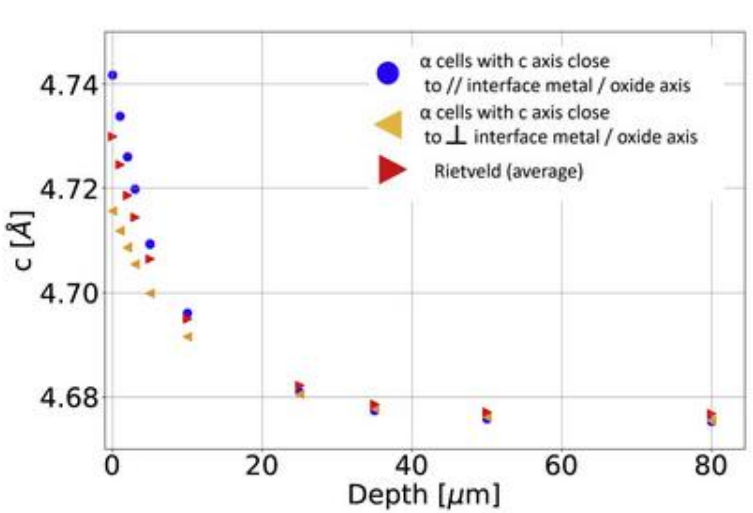
Identification des coefficients de gonflement induit par l'oxygène



$$\varepsilon = \cancel{\varepsilon^e} + \varepsilon^{vp} + \varepsilon^O$$

Diffraction Rayons X synchrotron Ti6242s -- K. Cavé et al 2024





- **Hypothèse simplificatrice :** déformation élastique négligée

$$\Delta a/a = 0.44\% \text{ for } [O] = 0.25\,\%$$

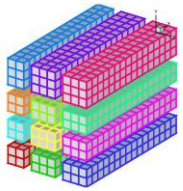
$$\Delta c/c = 1.1\% \text{ for } [O] = 0.25\,\%$$

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{vp} + [O] \begin{bmatrix} \alpha_a = 0.0177 & 0 & 0 \\ 0 & \alpha_a = 0.0177 & 0 \\ 0 & 0 & \alpha_c = 0.0456 \end{bmatrix}$$

Funded by the European Union NextGenerationEU

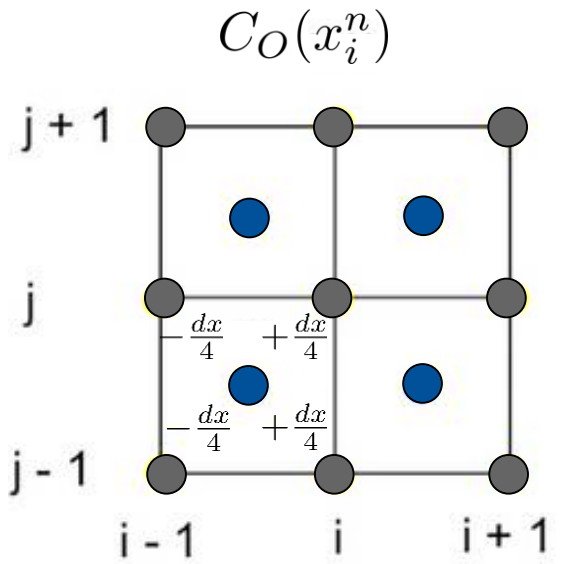
Outil Numérique

AMITEX



- Mécanique : Solveur FFT non-linéaire
- Diffusion : Solveur différences finies explicite
- Solveur massivement parallèle en mémoire distribuée

$D(x_i^c)$
$\lambda(x_i^c)$
$\mu(x_i^c)$



$J(x_i^c)$
$\sigma(x_i^c)$
$p(x_i^c)$
$\varepsilon(x_i^c)$

$$\sigma(x_i^c, C_O),\ p(x_i^c, C_O), \varepsilon(x_i^c, C_O)$$

$$C_O(x_i^n, t) \longrightarrow \nabla C_O(x_i^c) \rightarrow J(x_i^c) \longrightarrow \nabla \cdot (J)(x_i^n) \longrightarrow C_O(x_i^n, t + dt)$$

Mechanical behavior I : Von Mises plasticity with oxygen influence

Oxygen induced swelling

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{vp} + \alpha^O[O]Id$$

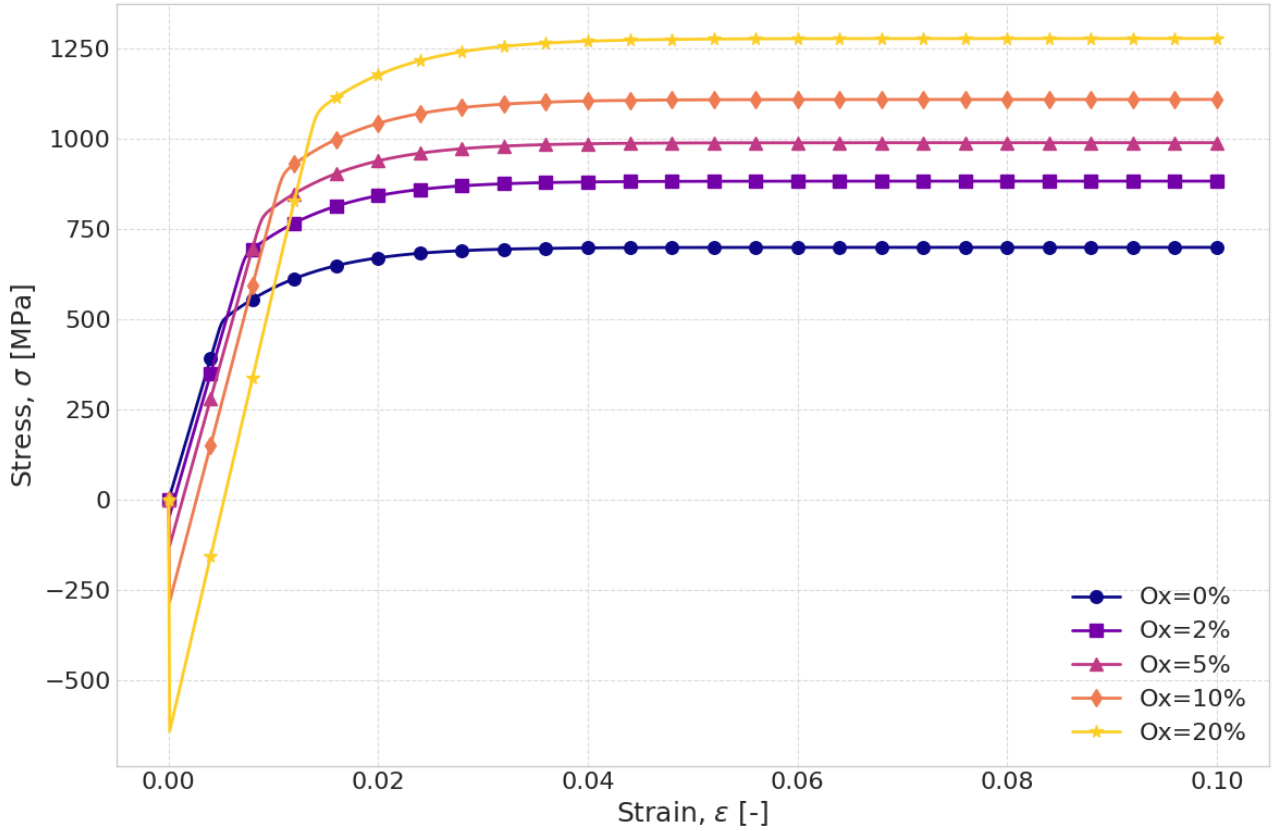
Oxygen induced stiffness increase

$$\varepsilon^e = \frac{1+\nu(1+a^\nu[O])}{E(1+a^E[O])}\sigma - \frac{\nu(1+a^\nu[O])}{E(1+a^E[O])}\,\mathrm{tr}\,(\sigma)Id$$

Oxygen induced hardening

$$\dot{\varepsilon}^{vp} = \dot{p}^c \cdot \frac{3}{2}\frac{\sigma_d}{\sigma_{eq}}$$

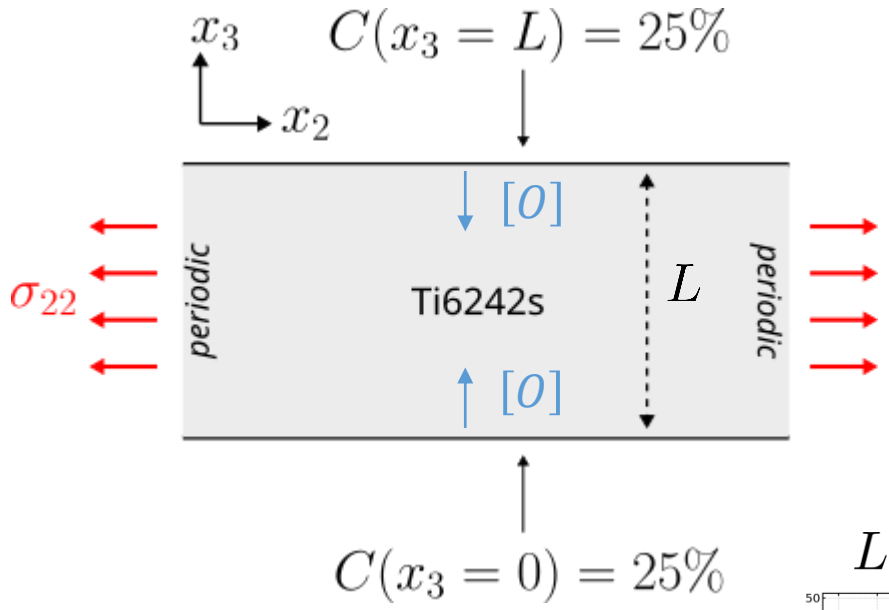
$$\dot{p}^c = \dot{\varepsilon}_0^c \left(\frac{\sigma_{eq}}{K^c(1+b[O])}\right)^{n^c}$$



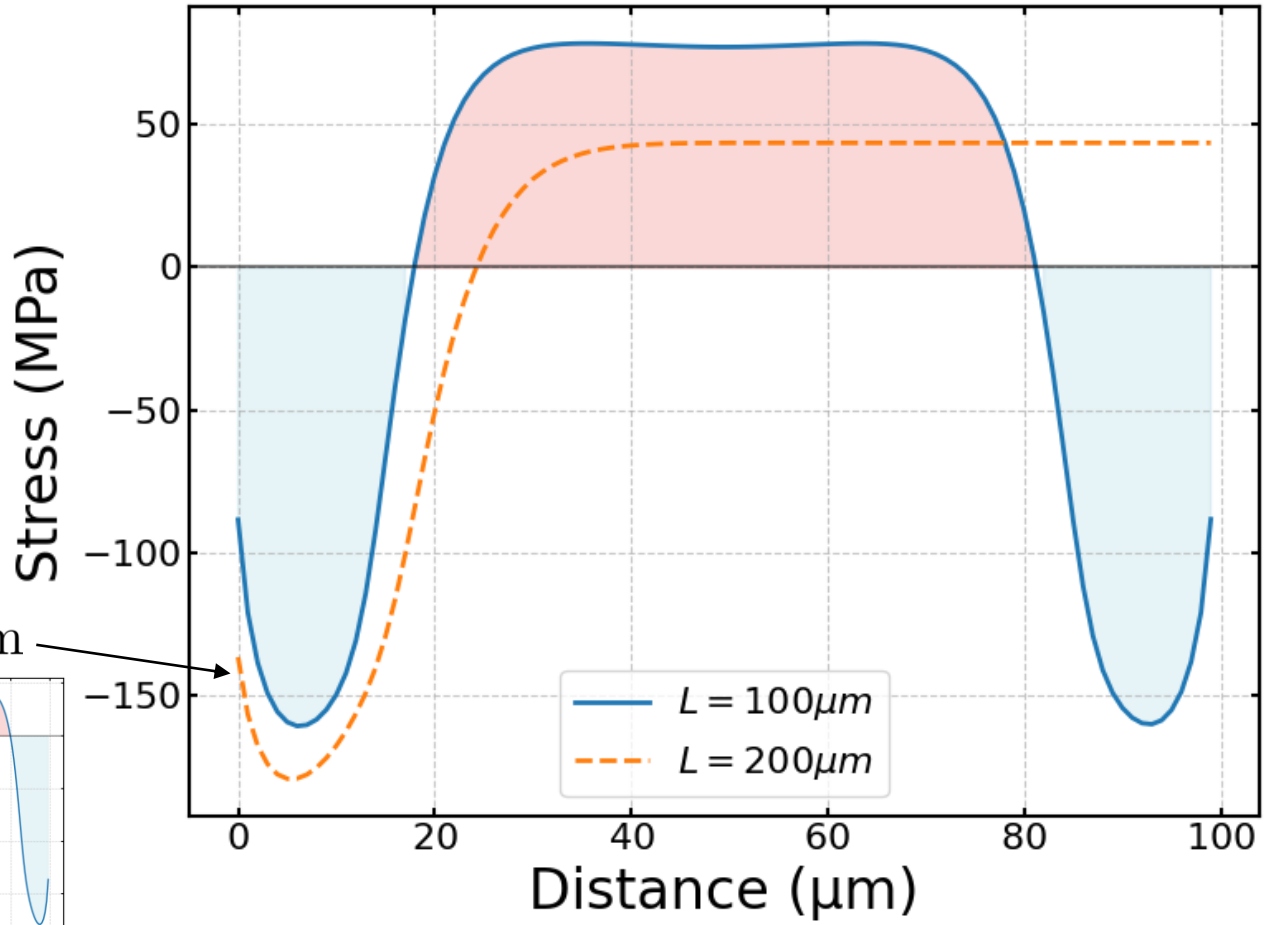
Funded by the European Union
NextGenerationEU

Von Mises Plasticity Full coupling size effects

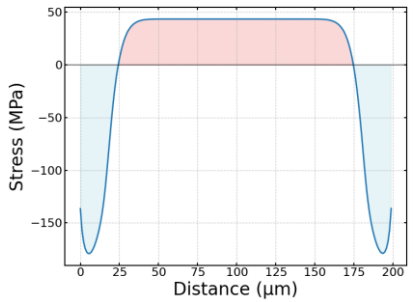
Pre Oxidation : 3000 h, 550 °C, $\sigma_{22} = 0$ MPa



$\sigma_{11}(x_3) = \sigma_{22}(x_3)$



$L = 200\,\mu\text{m}$



Funded by the European Union NextGenerationEU

Von Mises Plasticity Full coupling size effects (Creep)

Pre Oxidation : $3000\,\mathrm{h},\ 550\,^{\circ}\mathrm{C},\ \sigma_{22} = 0\,\mathrm{MPa}$

