

Modification du comportement en fluage d'un alliage de titane oxydé. Expérimentations et modélisation

D. POQUILLON¹, C. PARRENS¹, B. MALARD¹

1. Université de Toulouse, CIRIMAT, 4 Allée Emile Monso, BP44362, 31030 Toulouse, France

...

Résumé :

Les alliages de titane sont utilisés dans de nombreuses applications en raison de leur très bonne tenue à la corrosion et de leur haute rigidité spécifique. Cependant, à haute température, leur oxydation conduit, sous la couche d'oxyde, à la formation d'une couche enrichie en oxygène avec un gradient de concentration de la surface vers le cœur du matériau. Cette zone voit ses propriétés mécaniques changer. Dans le cadre de l'étude d'un alliage TA6V, les travaux se focalisent sur la modification du module d'Young et du comportement en fluage d'éprouvettes minces à gradient de composition. Les effets de la teneur locale en oxygène sur la dureté, le module d'Young et le comportement en fluage ont été déterminés.

Abstract:

Titanium alloys are used in many applications thanks to their good corrosion resistance and to their high specific modulus. However, at high temperature, oxidation occurs leading to an oxygen enrichment in the metal below the oxide scale. To improve life assessment, it is necessary to get a better understanding of the changes in the mechanical behavior due to oxygen enrichment during in-service oxidation. In this work, thin samples of TA6V were pre-oxidized during controlled durations in order to get samples with different thicknesses of the layer affected by oxygen ingress. The effects of the local oxygen content on hardness, Young's modulus and creep behavior were determined.

Keywords: creep, hardening of titanium by oxygen

1 Matériau et création d'un gradient de composition

Le matériau servant de base dans cette étude a été fourni par TITANIUM SERVICES. Il s'agit d'une tôle de Titane Grade 5 (TA6V) d'épaisseur 1 mm. La figure 1 illustre la microstructure $\alpha + \beta$ de l'alliage. L'état de surface des éprouvettes correspond à un polissage SiC 1200.

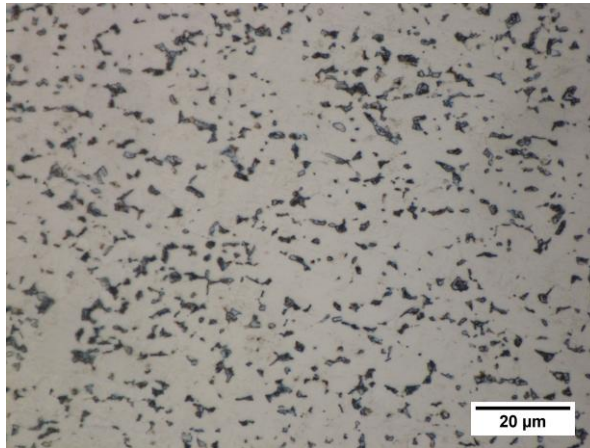


Figure 1 : Microstructure de la tôle à cœur. Sens de laminage = horizontal, travers long = vertical (Attaque Kroll diluée)

Des études préalables [1-3] ont permis d'identifier la cinétique d'oxydation mais surtout la cinétique d'enrichissement en oxygène de différents alliages de titane. Elles se basent sur les comparaisons, pour différentes températures d'oxydation et différentes durées, d'une part des profils en oxygène obtenus par spectrométrie de masse à ionisation secondaire (SIMS) et par microsonde de Castaing, d'autre part des mesures de microdureté, et enfin des mesures des paramètres de la maille α , modifiés par l'insertion de l'oxygène. Pour un échantillon mince, de section parallélépipédique comme le sont les éprouvettes d'essais mécaniques, on peut donc, comme illustré sur la figure 2, définir une zone enrichie donc une proportion de zone affectée (AZP, Affected Zone Proportion [4]). Cette zone enrichie est plus large que la zone offrant un contraste optique différent et habituellement nommée α -case. Dans toutes les conditions étudiées, cette zone est nettement plus épaisse que la couche d'oxyde.

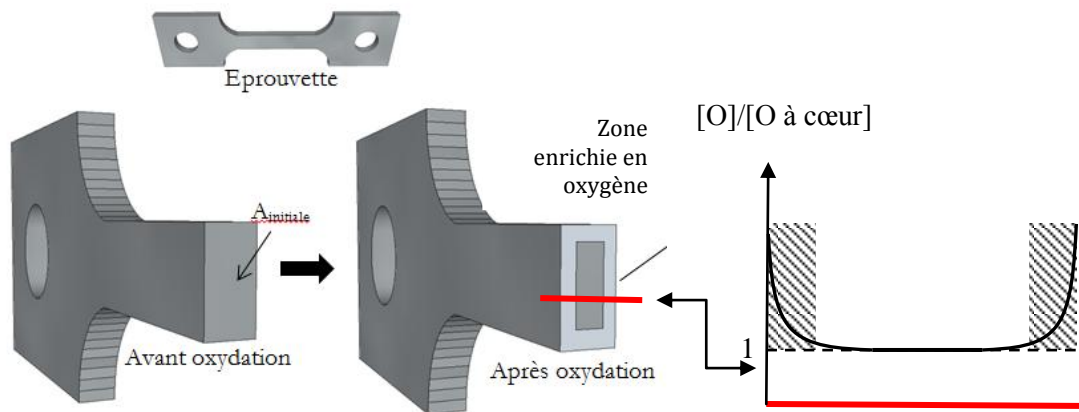


Figure 2 : Schéma d'après [4] illustrant la modification de la section utile de l'éprouvette prétraitée thermiquement

Figure 3 : Schéma illustrant le long du trait rouge de la figure 2 le profil en oxygène. La zone affectée est matérialisé par les hachures. Elle correspond à un enrichissement dépassant d'au moins 10% la valeur à coeur

2 Moyens d'essais

Les essais de traction et de fluage ont été réalisés au laboratoire du CIRIMAT à l'aide d'un dispositif de traction MTS Synergie 1000. Cet équipement est une machine de traction/compression électromécanique MTSTM équipée d'une enceinte thermique étanche. Ce four radiatif composé de 3

zones différentes, chacune à 2 lampes halogènes. Il a été développé au laboratoire par Jean-Claude Salabura et Ronan Mainguy. Les 3 zones indépendantes assurent une grande vitesse de chauffe et un gradient thermique faible. Dans notre étude (température entre 450 et 600°C), il est toujours inférieur à 4 degrés sur les 34 mm de la longueur dans la zone utile. Trois thermocouples de type K sont soudées sur le fût de l'éprouvette afin d'assurer le pilotage et la régulation de la thermique.

Le suivi de déformation est enregistré au moyen d'un dispositif d'extensométrie optique à laser de marque Keyence. La mise en température se fait à 25 °C/min, l'éprouvette étant maintenue sous une tension de 20N pendant la chauffe. Avant de lancer l'essai mécanique, une période de maintien de 10 minutes est utilisée pour stabiliser la thermique de l'ensemble de la ligne d'essai.

3 Résultats

3.1 Microdureté et traction

La figure ci-dessous montre en microscopie optique les marques de l'indent KNOOP (charge = 10 g pendant 10s) révélant le profil de dureté schématisé en figure 3. Ces mesures permettent de vérifier l'extension en profondeur de la zone enrichie en oxygène. Elles sont faites sur un coupon ayant eu le même traitement thermique que les éprouvettes de traction et de fluage. Les essais de traction confirment d'une part l'augmentation de la rigidité, et d'autre part la diminution de ductilité déjà observée sur d'autres alliages de titane [4,5].



Figure 4 : Microscopie optique (grandissement x100), observation des indents KNOOP mettant en évidence le gradient de dureté sur une éprouvette M11 vieillie 130h à 600°C sous air .

3.2 Fluage

Les essais de fluage sont conduits à 500 et 550°C sur des éprouvettes à l'état de réception ou ayant subi une pré-oxydation. Les éprouvettes pré-oxydées présentent des vitesses d'autant plus faibles que la proportion de zone affectée augmente. La figure 5 montre, dans le cas particulier d'un essai de fluage incrémental, que la pente du fluage secondaire est notablement abaissée. La fissuration de la couche d'oxyde a été observée, sur des essais interrompus dès 0,5% de déformation totale. En aplomb des fissures dans l'oxyde, un amorçage dans l'AZT peut aussi apparaître. Toutefois, ces fissures ne traversent jamais totalement la zone enrichie en oxygène dont la ténacité remonte au fur et à mesure que la distance à l'interface oxyde/métal augmente et donc que la teneur en oxygène diminue.

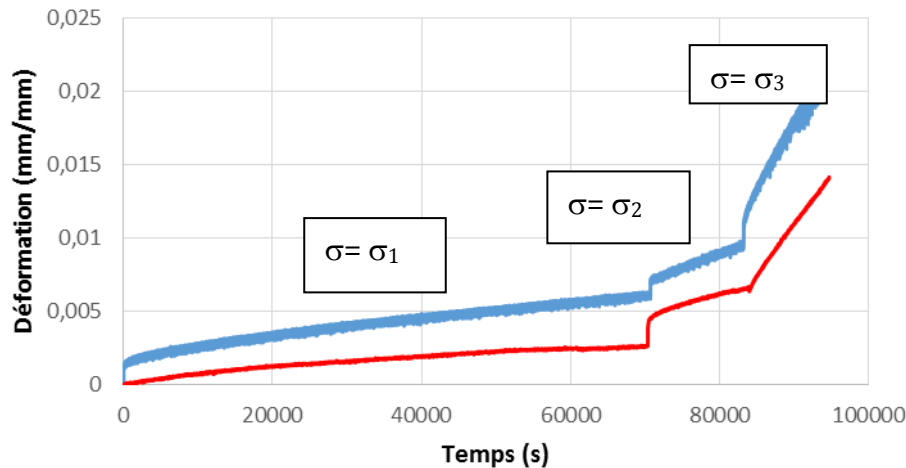


Figure 5 : Courbes de fluage à 550°C sous trois contraintes croissantes successive ($\sigma_1 < \sigma_2 < \sigma_3$) d'une éprouvette non traitée (courbe bleue) et d'une éprouvette traitée 144h@600°C sous air (AZT= 5%), courbe rouge.

Ces amorces de fissures depuis la surface diminuent donc localement la section portante et créent des zones de concentration de contrainte. Cependant la zone à gradient d'oxygène, plus rigide semble se comporter comme une coque, et, comme dans un modèle cœur-coquille, décharge le centre de l'éprouvette qui flue moins vite. C'est ce second effet qui semble l'emporter pour des essais de fluage sous faibles contraintes.

4 Conclusion

Les essais ont été conduits pour différentes AZT et permettent de construire une modélisation simplifiée du comportement en fluage reposant sur un fluage de Norton et sur des calculs éléments finis. En effet, seule cette approche permet de simuler le comportement d'une section hétérogène dont la vitesse de fluage locale dépend de la teneur en oxygène et dont la contrainte locale dépend de la rigidité locale, elle-même liée à cette teneur.

Références

- [1] D. POQUILLON, C. ARMAND, J. HUEZ Oxidation and oxygen diffusion in Ti-6Al-4V alloy: Improving measurements during SIMS analysis by rotating the sample, *Oxidation of Metals* (2013) Vol 79 (3), 249-259
- [2] J. BAILLIEUX, D. POQUILLON, B. MALARD Observation of the crystallographic evolution of α -titanium after oxygen diffusion using synchrotron X-ray diffraction *Philosophical Magazine Letters* (2015) Vol 95 (5) 245-252
- [3] J. BAILLIEUX, D. POQUILLON, B. MALARD, Relationship between the volume of the unit cell of hexagonal-close-packed Ti, hardness and oxygen content after α -case formation in Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si alloy, *Journal of Applied Crystallography* (2016), Vol 49 (1), pages 175-181.
- [4] J. BAILLIEUX Effet de l'oxydation sur le comportement mécanique de structures minces en alliage de titane, thèse de doctorat de l'Université de Toulouse, 2015
- [5] Z. LIU AND G. WELSCH, Effects of oxygen and heat treatment on the mechanical properties of alpha and beta titanium alloys, *Metall. Trans. A* (1988), vol. 19 (3) 527-542