

Études des conditions d'un traitement de précontraintes visant à améliorer la résistance à l'oxydation d'alliages de titane à haute température

Encadrement : Luc LAVISSE (Mcf HDR)

Axe : PMDM

Equipe : M4OxE

Co-encadrement : Virgil OPTASANU (Mcf)

Collaborations :

- ICB : Interfaces (SIOM)
- Paristech ENSAM : PIMM
- Université de Lorraine : LEM3 et IJL
- UTT : LASMIS
- CEA Saclay : NIMBE-LEEL
- IM2P Marseille & DIFFLAB Synchrotron SOLEIL

1) Contexte :

La conception des avions du futur (allègement des structures, amélioration de la durabilité des composants, réduction de la consommation de carburant), nécessitent de trouver des solutions pour l'utilisation d'alliages plus légers comme le sont les alliages de titane par rapport à ceux de nickel. Diverses solutions sont envisageables pour étendre d'une cinquantaine de degrés le domaine d'utilisation de ces alliages de titane, soit de 600 à 650°C, d'une part par le développement d'un nouvel alliage aéronautique, ANR-ALTITUDE ou d'autre part d'effectuer des traitements mécaniques de précontrainte, avec application potentielle dans les étages supérieurs des compresseurs ou sur les exhausts des turboréacteurs.

Le sujet proposé fait suite aux travaux de thèse d'Armand KANJER [1,2], qui a examiné la tenue à l'oxydation de deux alliages de titane (une nuance alpha Ti CP grade 2 et un nuance Béta métastable, Ti β 21S de la société TIMET). Il avait constaté une réduction de leur prise de masse pouvant atteindre 70%, lorsque l'oxydation est précédée d'un traitement de précontraintes de type choc laser ou grenailage. Néanmoins le traitement de choc laser s'est révélé être plus protecteur que le grenailage vis-à-vis de l'oxydation à haute température pour ces deux alliages.

Aussi nous avons développés localement et à posteriori de ces travaux de thèse, un traitement de micro-choc laser conjointement avec LTm et SAYENS [Brevet SAYENS]. Il est néanmoins nécessaire d'optimiser les conditions d'amélioration de ces traitements sur la résistance à l'oxydation à HT d'alliages de titane.

Cette optimisation s'appuiera sur deux voies d'investigations, une numérique s'appuyant sur les logiciels CASTEM et/ou ABAQUS pour effectuer des calculs multiphysiques afin d'évaluer les conséquences du traitement de choc laser sur le matériau et une expérimentale pour étudier le début de la cinétique d'oxydation après la modification apportée par le traitement de précontrainte en y intégrant les aspects mécaniques. Les alliages du titane iront du titane pur, à l'alliage Béta-métastable, le Ti21S en passant par des alliages intermédiaires, le Ti6242, un alliage quasi- alpha et du TA6V4, un alliage $\alpha + \beta$.

2) Déroulement de l'étude

La modélisation visera à un des effets engendrer par le choc laser :

- Simuler les conditions de maillage du matériau multigrains sous l'effet de l'onde mécanique générée par le choc laser
- Le calcul se basera sur l'établissement d'une condition de maillage portant sur la contrainte de cisaillement dans la direction des plans cristallographiques préférentiels
- Par l'intermédiaire d'une comparaison EBSD, nous pourrons ainsi établir **un critère de maillage** portant sur la contrainte limite de maillage nous permettant par la suite des conditions de traitements par conséquent sur les conditions de traitement. Ce critère est une avancée primordiale pour l'amélioration de ses alliages.

Cette simulation a été déjà initié lors d'un stage de ROMEO KAVEGE (ENIM-LEM3) [Rapport stage R. KAVEGE].

De plus, la prise en compte de différentes lois de comportement complexe pourrait aboutir à la généralisation du modèle à d'autres matériaux avec d'autres structures cristallines ou d'autres bases métalliques comme le fer pour les aciers.

La partie expérimentale est orientée sur les conséquence vis-à-vis de l'oxydation à HT des effets du traitement de précontraintes. Elle porte sur les premiers instants d'oxydation de ces alliages et son objectif est de comprendre comment le choc laser améliore la résistance à l'oxydation à haute température au-delà de 500°C dans l'air sec.

L'étude du début de la cinétique d'oxydation nécessite l'utilisation de techniques expérimentales particulières, différentes de celles exploitées par A. KANJER :

- Des analyses par Atome Probe Tomography (APT) couplées à des analyses MET avec l'IM2NP de Marseille (D MANGELINK à Marseille) peuvent permettre d'explorer l'interface entre l'oxyde et la couche de diffusion permettront d'identifier et de caractériser plus finement les phases observée par DRX et spectroscopie Raman par A. KANJER. Nous compléterons ces analyses par des simulations thermodynamiques de type THERMOCALC avec IJL Université de Lorraine, afin d'interpréter la formation des couches d'oxynitride de titane observée par APT-MET. Elles semblent en effet avoir un rôle particulier notamment dans l'adhérence de la couche d'oxyde sur la couche métallique de diffusion.
- La technique de marquage isotopique à partir d'azote 15 ou/et d'isotope 18 de l'oxygène pourra être exploitée. En effet, cela devrait permettre de déterminer d'une part l'instant auquel l'azote s'insère sous l'oxyde et d'autre de distinguer les effets de l'oxydation des traitements de ceux ayant pour origine la précontrainte. Au cours de l'exposition à haute température on pourra alterner la présence des isotopes de l'azote et de l'oxygène afin de comprendre le changement de régime cinétique observé au cours de l'oxydation du titane lorsque la température dépasse 500°C et ce jusqu'à 800°C. Les analyses par XPS-AES avec un four couplé pourront éviter les contaminations de mises à l'air entre les étapes d'oxydation à HT et l'analyse élémentaire ainsi que le SIMS pour évaluer les rapports isotopiques des éléments marqués.
- Pour la caractérisation des éléments, elle nécessitera en outre l'utilisation de Grands Instruments :
 - Le premier est la microsonde nucléaire (PIXE, NRA, RBS, DIGE et PIGE avec différents faisceau d'ions (IBA)) disponible au CEA de Saclay (NIMBE-LEEL). La détermination des profils d'oxygène correspondant à la zone de dissolution d'oxygène observée sous l'oxyde sera effectuée en mode DIGE pour l'oxygène qui a montré de bons résultats dans le cas de l'alliage bétagène.
 - Le second pourrait être la ligne DIFFAB du synchrotron SOLEIL permettant de combiner des études à hautes température in situ de l'oxydation du titane pour suivre la croissance des couches d'oxynitrides de titane avec la durée d'exposition. Elle permet entre autre de suivre localement cette croissance et aussi certaines propriétés mécaniques notamment sous contraintes bi-axiales. Cette dernière partie permet déjà de considérer les couplages mécano-chimiques.

Les travaux seront menés en la collaboration au sein de l'équipe M4OxE avec T. MONTESIN, I. POPA (pour le synchrotron) et S. CHEVALLIER pour le marquage isotopique et aussi l'équipe SIOM (V. POTIN – B. DOMENICHINI et M-C. MARCO DE LUCAS) spécialisée dans les dépôts très fins, car les couches d'oxydes formées aux premiers instants sont minces.

[1] A. Kanjer, V. Optasanu, L. Lavisce, M.C. Marco de Lucas, S. Dejardin, M. François, P. Berger, P. Peyre, C. Gorny, T. Montesin, Influence of Mechanical Surface Treatment on HighTemperature Oxidation of Pure Titanium, *Oxid. Met.* (2017) 88, 383–395

[2] A. Kanjer, L. Lavisce, V. Optasanu, P. Berger, C. Gorny, P. Peyre, F. Herbst, O. Heintz, N. Geoffroy, T. Montesin, M.C. Marco de Lucas, Effect of laser shock peening on the high temperature oxidation resistance of titanium, *Surf. Coat. Tech.* (2017), 326, 146-155

[3] Rapport de stage de M2, R. KAVEGE, ICB-LEM3, 2019