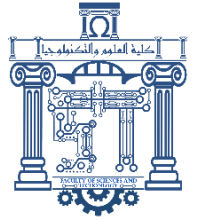




الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
Republique Algerienne Democratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة العربي التبسي - تبسة

Université Larbi Tébessi – Tébessa –

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie mécanique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du Diplôme de Master Académique

En : Génie Mécanique

Spécialité : Génie Des Matériaux

Par :

LOUAFI Hadjer & GOUCEM Sarra

Sujet

MODÉLISATION DE L'ENDOMMAGEMENT SOUS SOLLICITAIONS THERMIQUES ET MÉCANIQUES DES SYSTÈMES BARRIÈRES THERMIQUE POUR AUBE DE TURBINE AÉRONAUTIQUE

Soutenu publiquement le 13 juin 2022

Devant le jury composé de :

M. TORCHANE Lazhar	Prof	Université Larbi Tébessi- Tébessa	Président
M. KHELIFA Hocine	M.A.A	Université Larbi Tébessi- Tébessa	Rapporteur
M. LAOUADI Bouzid	M.C.B	Université Larbi Tébessi- Tébessa	Examineur

Promotion : 2021/2022



Contents

Dedicace	i
Remerciements	iii
Résumé	iii
Symboles et Abreviations	vi
Liste des Figures	viii
Listes des Tableaux	xiii
Introduction Générale	1
1 Contexte de l'étude et revue bibliographique	3
1.1 Introduction	3
1.2 Les aubes de turbine	4
1.2.1 Définition	4
1.2.2 Fonctionnement	4
1.2.3 Détail des aubes	5
1.2.4 Le profil d'aube	5
1.2.5 Solidification équiaxe	6
1.3 Le système barrière thermique	7
1.3.1 Présentation du système barrière thermique	7

1.4	Le superalliage	8
1.5	Elaboration et composition du revêtement protecteur	8
1.5.1	L'aluminure de nickel $\beta - NiAl$	9
1.5.2	Vieillessement du revêtement	10
1.6	La couche d'oxyde formée par oxydation	11
1.6.1	Facteurs et mécanismes responsables de l'écaillage de la couche d'oxyde .	13
1.6.2	Existence de contraintes dans la couche d'oxyde	13
1.6.3	Approche énergétique de l'écaillage	14
1.7	Dégradation de l'interface métal/oxyde	15
1.8	Facteurs d'amélioration de l'adhérence de la couche d'oxyde	17
1.9	Modifications de l'aluminure de nickel par un ajout de platine	17
1.10	Conclusion	17
2	Etude de la diffusion de Zr dans le système AM1/NiAl	19
2.1	Introduction	19
2.2	Le superalliage AM1	20
2.3	Elaboration des systèmes étudiés	20
2.4	Caractéristiques chimiques et structurales du revêtement en aluminure de nickel	22
2.5	Etude de la mobilité de Zr dans le revêtement NiAl	26
2.5.1	Etude par XPS de la ségrégation superficielle du zirconium	26
2.5.2	Etude de la diffusion de Zr dans le système AM1/NiAl (Zr)	33
2.5.3	Etude de la solubilité et de la diffusion de Zr dans un NiAl Massif modèle	35
2.6	Conclusion	37
3	Essais mécaniques et modélisation du système Barrière Thermique (SBT) . . .	39
3.1	Introduction	39
3.2	Matériau et procédure expérimentale	40
3.2.1	Tronçonneuse à eaux	40
3.2.2	Polisseuse KNUTH-ROTOR	41
3.2.3	Microscope optique	41
3.2.4	Résultat de la micrographie	41
3.3	Modélisation du système barrière thermique	42
3.3.1	Présentation de la méthode des éléments finis (MÉF)	42
3.3.2	Présentation du code de calcul (CASTEM)	42
3.3.3	Etapas de modélisation	43
3.3.4	Caractéristiques des matériaux	45
3.3.5	Condition aux limites et chargement	45
3.3.6	Modèle EF utilisé	45

3.4	Modélisation numérique de la structure aube de turbine	47
3.4.1	Position du problème	47
3.5	Conclusion	54
	Conclusion Générale	55
	Annexe	57
	Bibliographie	73



Dedicace

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quels que soient les termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère. A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse : mon adorable mère KHELFALLAH FATIMA. A l'homme, mon précieux offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect : mon cher père Miloud. A mon adorable sœur Dr. Meriem qui sait toujours comment procurer la joie et le bonheur pour toute la famille. A mes frères : Zakaria et Mohammed Ismail A qui n'ont pas cessé de me conseiller et qui m'acceptent avec toute ma négativité et acceptent mes plaintes à bras ouverts et avec amour, encourager et soutenir tout au long de mes études. Que Dieu le protège et l'offre la chance et le bonheur. A mon meilleur amie MECHERI Farah. A tous la famille LOUAFI et KHELFALLAH et les amis que j'ai connu jusqu'à maintenant Merci pour leurs amours et leurs encouragements. A Monsieur. CHEBNI Naoui, mon prof de Physique au Lycée Hedi Khediri - Tébessa. A Monsieur. Driss mon prof de l'anglais A chaque professeur, employé et étudiant des Départements de Génie Mécanique et des Sciences des Matériaux - Université Cheikh Larbi Tebessi - Tébessa. A tous ceux qui m'ont appris une lettre depuis ma naissance. A tous ceux que mon cœur a aimés et que ma plume n'a pas mentionnés.

LOUAFI Hadjer



Dedicace

Je dédie ce travail modeste : Plus respectivement à mes chers parents Mon père, que Dieu lui fasse miséricorde, et ma mère qui est m'a donné la vie, Le symbole de tendresse, pour leur soutienne, Je leur souhaite une bonne santé, que dieu me la garde. A mes sœurs : Chaima, Asma et Oumaima A mes frères : Aimen et Amdjed Nizar, Je vous souhaite un avenir plein de joie et de tout le bonheur. A toutes ma famille élargie et mes amis, merci pour votre soutien continu A la promotion de génie mécanique 2021-2022. A tous les enseignants de génie mécanique Et a toutes les personnes qui m'ont aidé de proche ou de loin.

GOUCEM Sarra



Remerciements

Avant tout, nos vifs remerciements, on les exprime à Dieu tout puissant. Nos remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail. On tient à exprimer notre plus profonde gratitude à l'égard de Monsieur : M. Khelifa Hocine nos encadreur pour sa fraîcheur d'esprit, pour leurs conseils judicieux, pour l'infinie patience ainsi pour les conseils qu'il nous a donné tout au long de ce travail. Nos remerciements également les membres du Jury PR. Torchane Lazhar et DR. Laouadi Bouzid d'avoir acceptés d'examiner ce mémoire et de faire partie de nos Jury. Pour finir, on ne voudrait pas oublier nos proches qui nous ont soutenus moralement, sans les nommer explicitement, on les remercie pour leur encouragement.

Merci à tous et à toutes

المخلص

في المجال التكنولوجي ، هناك مؤشرات مختلفة لتطور بلد ما. الطريقة التي يتحكم بها بمواده في درجات الحرارة العالية جدًا المطلوبة في الصناعة والمحركات الحرارية والتوربينات هي مؤشر ممتاز. يتطلب اختيار مادة لتطبيق معين ضمان متانتها في ظل ظروف استخدامها ، ولا سيما البيئية. هذا صحيح بشكل خاص للأنظمة المخصصة للعمل الساخن في الأجواء المسببة للتآكل. لهذا ، فإن معرفة وفهم ظواهر التآكل والأكسدة والشيخوخة والأضرار ضرورية للتنبؤ بعمر الهياكل واقتراح حلول الحماية المناسبة.

الغرض من هذه الأطروحة هو بناء نظرية توصيف خواص المواد ، دراسة هيكلية مجهرية مقرونة بنموذج عددي قادر على محاكاة الآليات الفيزيائية التي تؤدي إلى الضرر باستخدام الميكانيكا وعن طريق ربط هذه الحسابات بالحساب العددي استنادًا إلى استخدام طريقة العناصر المحدودة ، ، حيث تتيح النمذجة تقدير الضغوط والتشوهات . أخيرًا ، يحاكي استخدام الاختبارات الميكانيكية المُدخلة في الاتصال الضرر الذي يتسبب في حدوث تشققات ، دون وجود مسار محدد مسبقًا.

الكلمات المفتاحية: نظام الحاجز الحراري ، الطلاء ، الأكسدة ؛ درجة حرارة عالية ؛ السلوك الحراري الميكانيكي والنمذجة.

Résumé

Dans le domaine technologique, il existe divers indicateurs du développement d'un pays. La façon dont il maîtrise avec ses matériaux les très hautes températures nécessaires dans l'industrie, les moteurs thermiques et les turbines est un excellent indicateur. Le choix d'un matériau pour une application donnée nécessite de s'assurer de sa durabilité dans ses conditions d'emploi, en particulier environnementales. Ceci est particulièrement vrai pour les systèmes destinés à travailler à chaud dans des atmosphères corrosives. Pour cela, la connaissance et la compréhension des phénomènes de corrosion et d'oxydation, de vieillissement et d'endommagement sont indispensables afin de prévoir la durée de vie des structures et de proposer des solutions de protection adaptées.

Le but de la présente mémoire est de bâtir dans la théorie de caractérisation des propriétés des matériaux, une étude microstructurale couplée d'un modèle numérique capable de simuler les mécanismes physiques qui conduisent à l'endommagement en utilisant la mécanique et en couplant ces calculs à un calcul numérique fondé sur l'utilisation de la méthode des éléments finis, c'est le code CASTEM (développé à l'Ecole des Mines de Paris et à l'Onera), la modélisation permet d'estimer les contraintes, déplacement et les déformations. Finalement, l'utilisation des essais mécaniques insérés dans la communication simule l'endommagement induisant la création de fissures, sans chemin préétabli.

Mots clés : Système barrière thermique, revêtement, oxydation, haute température, comportement thermomécanique, modélisation.

Abstract

In the technological field, there are various indicators of the development of a country. The way in which it controls with its materials the very high temperatures required in industry, heat engines and turbines is an excellent indicator. The choice of a material for a given application requires ensuring its durability under its conditions of use, in particular environmental. This is especially true for systems intended for hot work in corrosive atmospheres. For this, knowledge and understanding of the phenomena of corrosion and oxidation, aging and damage are essential in order to predict the lifespan of structures and to propose suitable protection solutions.

The purpose of this thesis is to build in the theory of characterization of the properties of materials, a microstructural study coupled with a numerical model capable of simulating the physical mechanisms which lead to the damage by using mechanics and by coupling these calculations to a numerical calculation based on the use of the finite element method, this is the CASTEM code (developed at the Ecole des Mines de Paris and at Onera), the modeling makes it possible to estimate the stresses, displacements and deformations. Finally, the use of mechanical tests inserted in the communication simulates the damage inducing the creation of cracks, without a pre-established path

Keywords: Thermal barrier system, coating, oxidation, high temperature, thermomechanical behavior, modeling.

Symboles et Abréviations

Naca : national Advisory Committee For Aeronautics (comité consultatif national pour l'aéronautique)

RPB : rapport de pilling-Bedworth

Cfc : cubique face centrée

DRX : Diffraction de Rayons X

EDX : Energy Dispersive X-ray spectroscopy (Spectroscopie de rayons X dispersive en énergie)

GDMS : Glow Discharge Mass Spectrometry (Spectrométrie de masse à décharge luminescente)

BSE : Back Scattered Electrons (Electrons rétrodiffusés)

MEB : Microscope Electronique à Balayage

XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy (Spectroscopie de photoélectrons induits par rayons X)

ZID : Zone d'InterDiffusion

V : volume molaire des deux solides (métal et oxyde)

Al : aluminium

Ni : Nickel

Ni₃Al : alliage de nickel et d'aluminium 0.03% d'aluminium

Hf : hafnium

Y : yttrium

Zr : zirconium

β-NiAl : aluminure de nickel

Co : cobalt

Pt : platine

Ti : titane

Cr : chrome

Mo : molybdène

Ta : tantale

W : tungstène

Al₂O₃ : alumine ou oxyde d'aluminium

NiO : oxyde de Nickel

°C : degré Celsius

K : Kelvin

μm : micro mètre

Ppm : masse

nm : nano mètres

Kp : La croissance

GPa : giga Pascale

MPa : méga pascale

$D_{\text{Ni}}/D_{\text{Al}}$: le rapport des coefficients de diffusion

Liste des figures :

Figure 1.1 : Schéma du moteur M88 de Snecma	4
Figure 1.2 : a) Schéma de circuits de refroidissement interne, b) Aube de turbine revêtue de barrière thermique	5
Figure 1.3 : Détail des aubes	5
Figure 1.4 : Géométrie du profil.....	5
Figure 1.5 : Lignes du profil.....	6
Figure 1.6 : textures de grains de coulée d'ailettes d turbine moulées	7
Figure 1.7 : Système barrière thermique	7
Figure 1.8 : Diagramme binaire Ni-Al	8
Figure 1.9 : Coefficients de diffusion du nickel (en pointillés) et de l'indium (en traits pleins) dans le NiAl pour différentes stœchiométries et à différentes températures. L'indium est utilisé à la place de l'aluminium pour les expériences utilisant des traceurs radioactifs.....	9
Figure 1.10 : Représentation des mailles des composés β -NiAl ζ , γ -Ni ζ et γ -Ni.....	9
Figure 1.11 : a) Relief de surface dû à la présence de martensite dans un NiAl à 62,7 % at. en Ni , b) Coupe transverse d'un revêtement NiAl déposé par CVD sur le superalliage à base de nickel René N5, oxydé 100 h à 1150°C sous air sec.....	10
Figure 1.12 : Diagramme binaire Al-O.....	11
Figure 1.13 : Diagramme schématique température-temps-transformation pour l'oxydation haute température de β -NiAl.....	11
Figure 1.14 : Schéma de montée (climb) d'une dislocation coin due au piégeage des ions Al^{3+} et O^{2-} au cœur de dislocations	12
Figure 1.15 : Evolution en oxydation cyclique de l'énergie d'adhérence et de l'énergie Disponible pour l'écaillage dans un système AM1/NiAl(Zr)/YPSZ	13
Figure 1.16 : Formation de cavité au cours de l'oxydation cyclique	14

Figure 1.17 : Interface Ni _{49,4} Al _{50,6} /oxyde révélée par écaillage de la couche d'oxyde (oxydation 15 jours à 1200°C)	15
Figure 2.1 : Vue en coupe (MEB-BSE) d'un système AM1/NiAl brut d'élaboration.....	22
Figure 2.2 : Observation (MESB-SE) des grains de l'aluminure en surface d'un échantillon AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration.....	23
Figure 2.3 : Cartographie de la surface d'un échantillon AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration obtenue par profilométrie optique	23
Figure 2.4 : Profils des compositions atomiques en Ni et Al (éléments majoritaires) obtenus par microsonde électronique sur des systèmes brut d'aluminisation et traité 1 h à 1100°C sous vide.....	24
Figure 2.5 : Localisation de Zr dans le système AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration : vue en coupe MEB-BSE et profil GDMS	24
Figure 2.6 : Cartographies spectrales MEB/EDX obtenues à partir des raies Al K α et Zr L α dans le système AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration.....	25
Figure 2.7 : Localisation des éléments Zr et S dans le système AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration déterminée par GDMS	26
Figure 2.8 : Evolution de la répartition du soufre dans le système AM1/NiAl(Zr) entre l'état brut d'aluminisation et un état traité 25 h à 1100°C sous vide secondaire, déterminée par GDM	26
Figure 2.9 : Spectre XPS général de l'échantillon AM1/NiAl(Zr) après dégazage et décapage sousultravide	28
Figure 2.10 : Spectre XPS général de l'échantillon AM1/NiAl(Zr) traité thermiquement 6 min à 750°C + 5 h 30 à 800°C + 3 h à 850°C + 1 h à 900°C, sous ultravide.....	28
Figure 2.11 : Evolution de l'intensité du signal du niveau de cœur Zr3d au cours des traitements thermiques sous ultravide.....	29
Figure 2.12 : Décomposition type d'un spectre XPS des niveaux de cœur Al2p et Ni3p.....	59

Figure 2.13 : Décomposition type d'un spectre XPS du niveau de cœur Zr3d (6 min à 750 °C + 5 h 30 à 800°C)	30
Figure 2.14 : Evolution de la fraction surfacique du revêtement recouverte par une monocouche de Zr métallique	31
Figure 2.15 : Modèle physique de la surface du revêtement après traitements thermiques	31
Figure 2.16 : Courbe $C_{Zr} = f(t^{0,5})$ - Le premier point correspond à la surface décapée, le deuxième au traitement à 750°C, les autres points correspondent aux traitements à 800°C	32
Figure 2.17 : Evolution du profil GDMS de répartition du zirconium avant et après traitement à 1100°C (1 h et 25 h)	33
Figure 2.18 : Simulation de l'évolution du système multicouche modèle exposer 0, 1 h et 25h à 1100°C.....	34
Figure 2.19 : Couple de diffusion NiAl/Zr 100 h à 1100°C, analysé par microsonde électronique	35
Figure 2.20 : Profil de diffusion de Zr dans le couple NiAl/Zr traité 100 h à 1100°C.....	36
Figure 3.1 : Différents aubes de turbin a gaz d'un moteur d'avion	40
Figure 3.2 : Tronçonneuse à eaux.....	40
Figure 3.3 : Polisseuse (laboratoire de traitement thermique de l'université de Tébessa)	41
Figure 3.4 : Microscope optique utilisé (laboratoire de traitement thermique de l'université de Tébessa).....	41
Figure 3.5 : Schéma de la microstructure d'un système barrière thermique.....	42
Figure 3.6 : Organigramme du programme principal	43
Figure 3.7 : Structure d'un SBT	45
Figure 3.8 : a) modèle réel b) Modèle réduit.....	47
Figure 3.9 : a) chargement mécanique, b) conditions aux limites.....	48

Figure 3.10: a) Distribution de la température, b) Force de traction 2D.....	49
Figure 3.11 : a) encastrement et b) Déformation en 2D.....	50
Figure 3.12: a) contrainte suivant (y,y) et b) contrainte suivant (x,x).	51
Figure 3.13: Courbe Contrainte en fonction de l'épaisseur.....	52
Figure 3.14: Courbe Température en fonction de l'épaisseur.....	52
Figure A.1: Diagramme d'un échantillon AM1/NiAl (Zr) brut d'Aluminium	57
Figure A.2 : Principe de la photoémission	59



Listes des Tableaux

Tableau 2.1: Composition nominale du superalliage AM1 bas soufre.....	21
Tableau 3.1 : caractéristiques mécaniques et thermiques des couches formant le SBT.....	46



Introduction Générale

Le rendement thermodynamique d'un réacteur dépend de la température des gaz produits. Contrairement à un moteur à piston où la combustion est intermittente, dans un réacteur les gaz chauds sont produits d'une manière continue, partant de la chambre à combustion, traversent les roues aubes, puis sont canalisés à travers la tuyère vers l'extérieur. Les aubes des turbines se trouvent alors sévèrement contraintes thermiquement et cycliquement. À cela s'ajoutent des contraintes mécaniques produites par les champs de pression d'une part et les forces centrifuges dues aux vitesses de rotation élevées, la corrosion par des sulfates portés à 850°C et l'oxydation au-delà de 1000°C .

Depuis l'apparition du réacteur durant la Seconde Guerre mondiale, la recherche à augmenter la température des gaz en recourant à des alliages de plus en plus résistants aux hautes températures (fluage) est devenue indispensable. L'introduction à des alliages à base de nickel qui exhibent de bonnes caractéristiques de fluage jusqu'à environ 950°C . Les revêtements céramiques isolants, ou barrières thermiques, exploités durant les années 1990, ont permis d'autres progrès, grâce à leurs caractéristiques de résistance aux hautes températures ; des températures d'environ 1200°C ont été atteintes sur les surfaces des aubes. Les céramiques sont généralement de mauvais conducteurs de l'électricité et de la chaleur, on les utilise fréquemment comme diélectriques et comme isolants thermiques. Leurs températures de fusion sont très élevées. Ces caractéristiques exigent leur élaboration par frittage pour les pièces, les revêtements en céramique sont déposés par plusieurs techniques.

L'ensemble de ces technologies permet le fonctionnement avec des gaz chauffés à plus de

1500°C autour des aubes. Afin d'améliorer le rendement thermodynamique de leurs moteurs, les constructeurs aéronautiques cherchent à augmenter la température d'entrée des gaz de turbines, Ces améliorations conduisent à l'emploi de nouvelles technologies pour la fabrication et l'élaboration des aubes de turbines et donc le développement et l'amélioration du système de refroidissement dans les pales pour les protéger de la chaleur et de l'oxydation Le système BT est un superalliage monocristallin à base de nickel, dans lequel un alliage d'aluminure de nickel et de platine (Ni,Pt)Al, est déposé par épinglage dans une boîte de faible activité, qui forme le substrat métallique. La céramique, constituée d'oxyde de zirconium (ZrO₂), est produite par dépôt physique en phase vapeur, ce qui génère une microstructure colonnaire. Une fois la barrière thermique déposée, on observe sous la céramique la formation d'une couche d'oxyde de type alumine (Al₂O₃), qui se forme par oxydation de la sous-couche. L'épaisseur de cette couche change avec le temps. Les aubes de turbine sont ainsi devenues des systèmes multicouches, aux comportements physico-chimiques et mécaniques complexes.

L'objectif principal de cette étude s'inscrit dans le cadre de modéliser l'endommagement sous contrainte thermique et mécanique des systèmes de barrière thermique à l'aide d'un code de calcul numérique (CASTEM) (développé à l'Ecole des Mines de Paris et à l'Onera), un modèle numérique capable de simuler les mécanismes physiques qui conduisent à la fragmentation de la barrière thermique à l'aide de la mécanique de l'endommagement. Après avoir révélé dans le premier chapitre le contexte et les motifs de cette étude ainsi qu'une revue bibliographique et l'identification des propriétés chimiques et structurales du revêtement NiAl (Zr) déposé sur superalliage AM1.

Dans le deuxième chapitre, nous avons traité de la mobilité du Zr dans le système de barrière thermique et de sa diffusion dans le revêtement donnée par technologie XPS, GDMS et microsonde électronique.

Dans le troisième chapitre, une étude microstructurale permet de voir la microstructure de la barrière thermique et connaissant les différentes couches constituent le système barrières thermiques. Enfin, l'étude de la simulation s'impose à l'aide du code de calcul structure éléments finis permet d'évaluer le comportement thermomécanique du SBT, sans oublier les observations et conclusions.



1. Contexte de l'étude et revue bibliographique

1.1 Introduction

Les turbomachines, moteurs industriels, sont essentiellement caractérisées par le fait que la puissance mécanique résultant de la transformation de l'énergie hydraulique (turbines à eau) ou thermique (turbines à gaz et turbines à vapeur) est délivrée de façon continue par l'action un fluide à l'énergie élevée sur les ailettes, ou aubes d'une ou de plusieurs roues.

Dans ce chapitre, nous situerons tout d'abord notre étude dans son contexte, les systèmes barrière thermique pour aubes de turbine aéronautique, avant de préciser l'objectif de ces travaux, qui est étudier l'endommagement des systèmes barrières thermique sous sollicitations thermiques et mécaniques pour aube de turbine aéronautique. Dans cette partie, une revue bibliographique sera exposée. Elle portera sur les aubes de turbine et leur fonctionnement, le système barrière thermique, le superalliage élaboration et composition des revêtements protecteurs, la couche formée d'oxyde par oxydation, facteurs et mécanismes responsables de l'écaillage de la couche d'oxyde modifications de nickel par un ajout de platine.

1.2 Les aubes de turbine

1.2.1 Définition

L'aube est la partie d'une turbine en forme de cuillère ou de pale sur laquelle s'exerce l'action du fluide moteur. Une turbine comporte plusieurs aubes réparties régulièrement sur son pourtour. À l'inverse, l'aube d'une turbine ou simplement d'une roue peut exercer une action sur un fluide. Cette turbine mue par un moteur est utilisée alors : soit pour l'accélérer, comprimer un fluide, soit pour déplacer le véhicule dont elle fait partie [1].

1.2.2 Fonctionnement

Dans un moteur d'avion, la turbine, placée à la sortie de la chambre de combustion (Figure 1.1), est constituée de roues alternativement fixes et mobiles recevant les gaz chauds sortant de cette chambre de combustion. Par détente partielle des gaz de combustion, la turbine transforme la puissance thermique des gaz traversant ses aubes mobiles en puissance mécanique, afin d'entraîner en rotation le compresseur auquel elle est attelée. Les aubes sont des obstacles profilés plongés dans l'écoulement des fluides, servant à les guider.

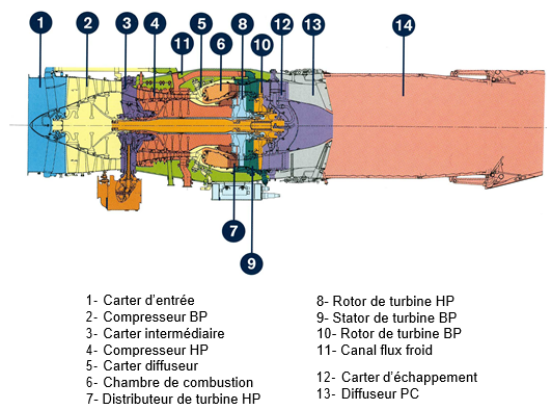


Figure 1.1 : Schéma du moteur M88 de Snecma [2].

Les aubes de turbine haute pression sont situées dans la partie la plus chaude du moteur et fonctionnent sous une atmosphère oxydante et corrosive, dont la température peut atteindre près de 1600°C . De plus, elles subissent des contraintes mécaniques fortes (elles tournent à plusieurs milliers de tours par minute). Dans cet environnement particulièrement sévère, des superalliages à base de nickel sont utilisés. Ils possèdent en effet de bonnes propriétés mécaniques à haute température, qui ont été optimisées en modifiant leur composition et leur microstructure. En particulier, les superalliages monocristallins présentent une excellente résistance au fluage à chaud. Néanmoins, leur utilisation reste limitée à des températures de surface de l'ordre de 1100°C environ. Pour rester dans ce domaine de température, des aubes refroidies ont été conçues.

La circulation d'air "froid" (prélevé au niveau du compresseur haute pression, à 600°C environ) à l'intérieur de l'aube, permet de refroidir le métal. Mais les circuits de refroidissement internes, qui sont réalisés selon des schémas de plus en plus sophistiqués, sont très coûteux, et les gains attendus en termes de température sont désormais limités. Pour maintenir la température du

métal à 1100°C , des systèmes barrière thermique ont donc été développés. La Figure (1.2b) montre l'aspect extérieur d'une aube mobile revêtue d'une barrière thermique, à l'état neuf [2].

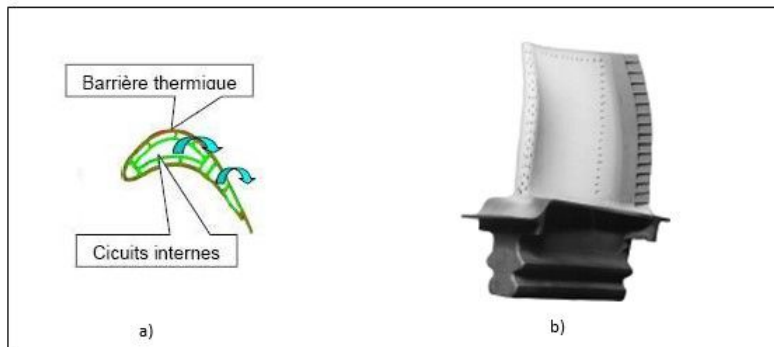


Figure 1.2 : a) Schéma de circuits de refroidissement interne, et b) Aube de turbine revêtue de barrière thermique [2].

1.2.3 Détail des aubes

Ci-dessous deux sortes d'aubes ou ailettes avec pied de sapin. A droite l'aube porte un talon. L'ensemble de ces talons forment une couronne. Face à cette couronne est fixé sur l'anneau extérieur ou les demi-carters un joint abordable, ce qui permet d'améliorer l'étanchéité et donc d'augmenter le rendement de la turbine [3].

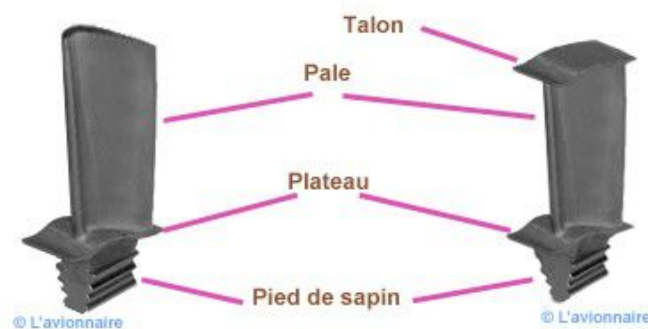


Figure 1.3 : Détail des aubes.

1.2.4 Le profil d'aube

Les profils NACA sont des formes aérodynamiques pour les ailes d'avions développés par le Comité consultatif national pour l'aéronautique (NACA). La forme des profils NACA est décrite à l'aide d'une série de chiffres qui suit le mot "NACA".

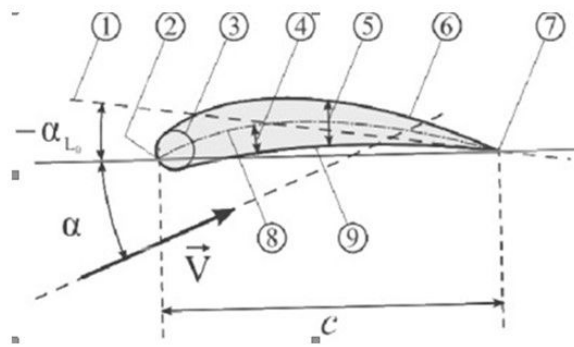


Figure 1.4 : Géométrie du profil.

1 Ligne de portance nulle, **2** Bord d'attaque, **3** Cylindre du bord d'attaque, **4** Cambrure, **5** Epaisseur maximale, **6** Extrados, **7** Bord de fuite, **8** Ligne moyenne de cambrure, **9** Intrados [4].

Les paramètres dans le code numérique peuvent être saisis dans les équations pour générer précisément la section de l'aile et de calculer ses propriétés. Toutes les dimensions en sont entendues en de longueur de corde, la droite reliant bord d'attaque et bord de fuite, par rapport au bord d'attaque, sauf lorsque précisé.

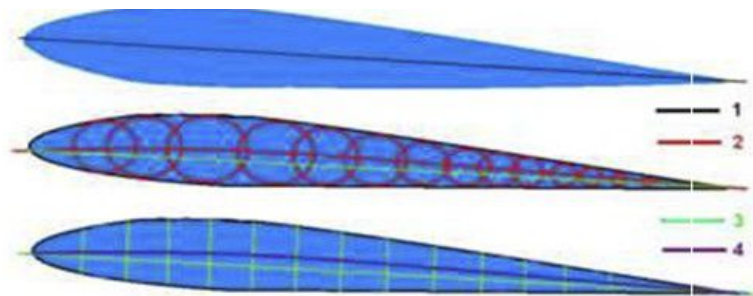


Figure 1.5 : Lignes du profil.

1 : Corde, **2** : Cambrure, **3** : Longueur, **4** : Ligne médiane [4].

1.2.5 Solidification équiaxe

Lorsque ce refroidissement est lent et que la solidification s'opère de façon naturelle, c'est-à-dire sans intervention après la coulée du métal jusqu'à son refroidissement total, le libre exercice des D'importants progrès ont été réalisés au cours des dernières années grâce à l'apparition de nouvelles technologies. Le refroidissement par des canaux internes a été l'une des principales évolutions apportées par les concepteurs. Elle a permis au cours des 30 dernières années d'augmenter d'environ 500°C la température d'entrée turbine. Elle a bien entendu augmenté les gradients thermiques dans les aubes, donc également la complexité des champs de contrainte. Les progrès réalisés en conception mécanique et thermique ont été accompagnés par des progrès sur les matériaux. Le

matériau traditionnel est un matériau de fonderie, comportant de gros grains, à base Nickel . Ayant constaté que les joints de grains étaient des sites privilégiés pour l'amorçage de petites fissures menant à la rupture de l'aube, les métallurgistes ont proposé de passer du matériau poly cristallin à des alliages à solidification directionnelle. Dans ce cas, tous les grains constituant la pièce ont un axe cristallin (001) en direction de l'axe de l'aube, les directions secondaires étant aléatoires. Ils ont ensuite réussi à fabriquer des aubes monocristallines, par croissance cristalline à partir d'un germe sélectionné. L'aube a donc partout la même orientation cristalline, à savoir (001) dans l'axe de l'aube. Mécanismes de germination et de croissance génère une structure qui présente de fortes hétérogénéités de composition. Il en découle de faibles caractéristiques mécaniques et des durées de vie en service aléatoires [5].



Figure 1.6 : Textures de grains de coulée d'ailettes d turbine moulées.

(a) fonderie conventionnelle (grains équiaxes).

(b) solidification dirigée (grains colonnaires).

(c) solidification dirigée+ sélection de grain (mono grain) [5].

1.3 Le système barrière thermique

L'utilisation de systèmes barrière thermique sur les aubes des turbines aéronautiques permet d'améliorer leurs performances, en leur faisant supporter une température plus élevée ou augmentant leur durée de vie. Soumis à un environnement très sévère, ces systèmes subissent non seulement des dégradations liées à leur oxydation à haute température (dégradations intrinsèques) mais aussi des dégradations dues à des impacts de particules et à des dépôts d'oxydes en leur surface (dégradations extrinsèques) [4].

1.3.1 Présentation du système barrière thermique

Les barrières thermiques sont des systèmes multicouches composés d'une couche de céramique isolante déposée à la surface du superalliage constitutif de l'aube de turbine sur une couche de liaison intermédiaire qui assure la protection du superalliage contre l'oxydation. Entre la couche de liaison et la couche de céramique, se développe, dès l'élaboration du système, une couche d'alumine qui croît en service, par réaction entre l'oxygène qui diffuse à travers la couche de céramique et l'aluminium contenu dans la couche de liaison [4].

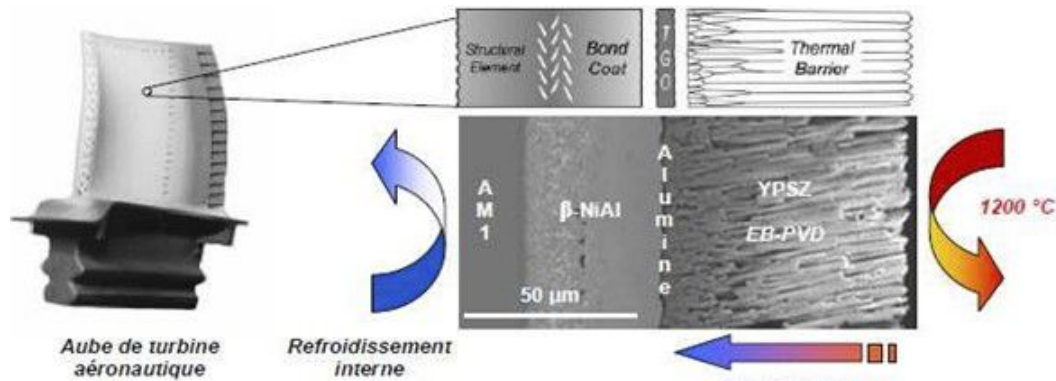


Figure 1.7 : Système barrière thermique [4].

Si la température des gaz de combustion peut atteindre 1600°C , la température en surface de la couche de céramique atteint, elle, typiquement 1200°C . La couche de céramique permet un abaissement de la température d'environ $1\text{K}/\mu\text{m}$, soit un abaissement global de 100 à 150°C en fonction de son épaisseur. En condition de service, la température de la couche de liaison est comprise entre 1000 et 1100°C .

1.4 Le superalliage

Le superalliage est un alliage à base de nickel, constitué d'une matrice de structure -Ni (solution solide) CFC renforcée par une précipitation cohérente γ' -Ni₃Al. Il est important de noter que des éléments du superalliage peuvent avoir une influence sur le comportement en oxydation du système : favorable pour des éléments comme Hf, Y, Zr ou les terres rares, néfaste pour le soufre. Ainsi, une teneur en soufre inférieure à $0,2\text{ppm}$ (masse) est recommandée pour éviter une dégradation de l'adhérence de la barrière. A titre d'ordre de grandeur, pour les systèmes actuels, le gradient de température dans la couche céramique peut être de $1\text{K}/\mu\text{m}$, la température maximale en surface de la couche de zircono yttria peut atteindre localement $1200\sim 1250^{\circ}\text{C}$ et la température du métal ne doit pas dépasser en principe 1100°C . Il faut remarquer que les températures sur une aube ne sont pas constantes dans le temps ni dans l'espace [2].

1.5 Elaboration et composition du revêtement protecteur

Pour protéger le superalliage des aubes de turbine contre l'oxydation, et donc contre la consommation du métal qui l'accompagne et qui est susceptible de porter préjudice in fine à l'intégrité de la pièce, on utilise généralement un revêtement aluminifère. Dans notre cas, le revêtement est en aluminure de nickel β -NiAl (Figure 1.8).

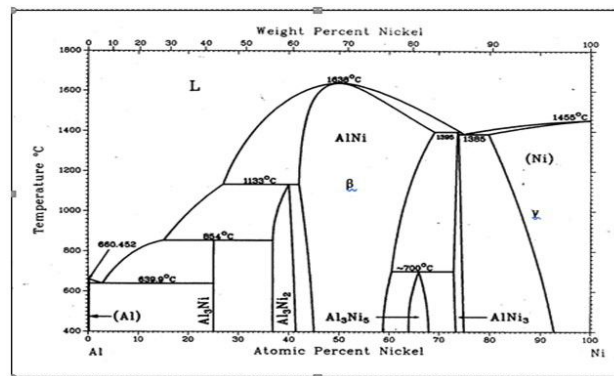


Figure 1.8 : Diagramme binaire Ni-Al [6].

1.5.1 L'aluminure de nickel $\beta - NiAl$

C'est un composé intermétallique de structure $B2$ avec un paramètre de maille de $0,288nm$ pour la composition stœchiométrique. Dans le diagramme binaire $Ni - Al$, la largeur du domaine de stabilité de la phase β correspondant à ce composé montre (Figure 1.8) qu'un écart à la stœchiométrie important est possible : à $1100^\circ C$ la composition peut varier entre $Ni_{42}Al_{58}$ et $Ni_{60}Al_{40}$. Dans cette étude, le revêtement étudié est obtenu par aluminisation du superalliage en phase vapeur. Durant le dépôt thermochimique qui s'effectue en 5 heures dans un réacteur porté à $1100^\circ C$, ce sont les flux croisés d'aluminium (apporté par le procédé) et de nickel (provenant du superalliage) qui aboutissent à la formation de la phase $\beta - NiAl$. Les phénomènes de diffusion en phase solide mis en jeu impliquent, outre Al et Ni, des éléments du superalliage, qui entrent donc également dans la composition de l'aluminure de nickel formé en surface du substrat. La présence de ces éléments d'addition peut entraîner une modification des limites du domaine d'existence de la phase $\beta - NiAl$ indiquées dans le diagramme d'équilibre binaire Ni-Al. Par ailleurs, nous veillons à obtenir avec notre procédé d'élaboration un revêtement NiAl sous-stœchiométrique en aluminium (les atomes de nickel se placent en anti site sur le réseau de l'aluminium). Le composé sur-stœchiométrique en aluminium doit en effet être évité car, plus fragile, il est susceptible de se fissurer, auquel cas l'oxygène pénétrerait dans le revêtement.

Enfin, les coefficients de diffusion de l'aluminium et du nickel dans NiAl sont d'autant plus grands que l'on s'écarte de la stœchiométrie, et à partir de $1000^\circ C$, le nickel diffuse plus rapidement que l'aluminium (Figure 1.8).

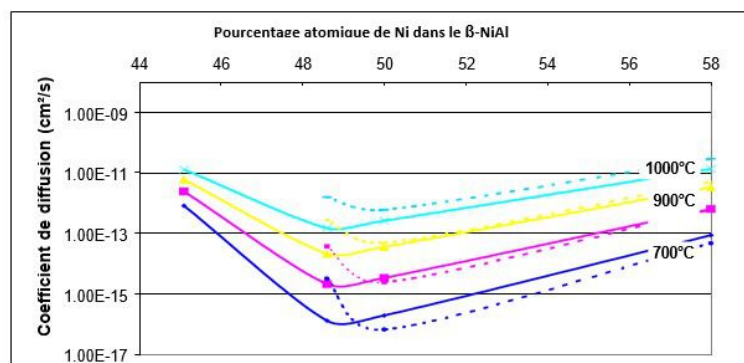


Figure 1.9 : Coefficients de diffusion du nickel (en pointillés) et de l'indium (en traits pleins) dans

le NiAl pour différentes stœchiométries et à différentes températures. L'indium est utilisé à la place de l'aluminium pour les expériences utilisant des traceurs radioactifs. [7], [8].

1.5.2 Vieillissement du revêtement

Le revêtement sert de réservoir d'aluminium pour assurer la formation continue d'une couche d'alumine protectrice. En service, une partie de l'aluminium du revêtement est consommée par l'oxydation qui affecte sa surface, et une autre partie diffuse, sous l'effet des hautes températures, vers le superalliage plus pauvre en aluminium que le revêtement. L'oxydation et la diffusion liée à l'existence de gradients de concentration entraînent alors un abaissement de la teneur en aluminium du revêtement NiAl, qui évoluera (d'après le diagramme binaire) vers un revêtement biphasé $\beta - NiAl/\gamma' - Ni_3Al$, puis $\gamma' - Ni_3Al/\gamma - Ni$ et enfin monophasé $\gamma - Ni$ (Figure 1.6).

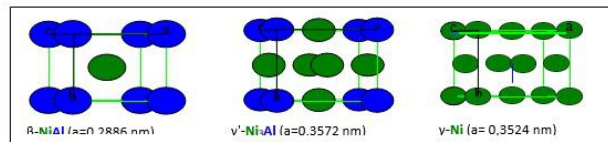


Figure 1.10 : Représentation des mailles des composés $\beta - NiAl$, $\gamma' - Ni_3Al$ et $\gamma - Ni$.

Une autre transformation de la phase β peut survenir dans le revêtement : la transformation martensitique, qui génère une phase de structure *L10*. C'est une transformation displacive qui se produit sans diffusion, donc réalisable à basse température et qui conduit à une phase de même composition que la phase mère β . Elle met en jeu des déplacements atomiques corrélés sur un volume important, et la distorsion de la phase mère est à l'origine d'une variation de volume suffisamment importante pour générer des contraintes internes qui peuvent être préjudiciables. La température à laquelle la martensite apparaît (si le refroidissement est suffisamment rapide), et celle à laquelle la transformation est complète, dépendent de la teneur en aluminium du revêtement. La transformation martensitique a lieu lorsque le revêtement en aluminure de nickel devient très nettement sous-stœchiométrique en aluminium ($Al < 40$ at.) et la variation de volume associée est de l'ordre de 2 [9]. La température de transformation varie (sur échantillons massifs binaires) d'environ $-270^\circ C$ pour Ni60Al40, à $900^\circ C$ pour Ni69Al31 [10]. De la même façon, selon le superalliage considéré (i.e. selon ses éléments d'addition) et le dopage éventuel du revêtement, la formation de martensite lors du vieillissement peut être favorisée ou ne pas se produire. La température de transformation martensitique est en effet très sensible aux éléments supplémentaires, qui peuvent augmenter cette température (tel Co et Pt) ou au contraire l'abaisser (tels Ti, Cr, Mo, Ta, W et Zr) [11], [12]. Notons que la structure martensitique se repère sur les coupes métallographiques par la présence de plaquettes (Figure 1.10).

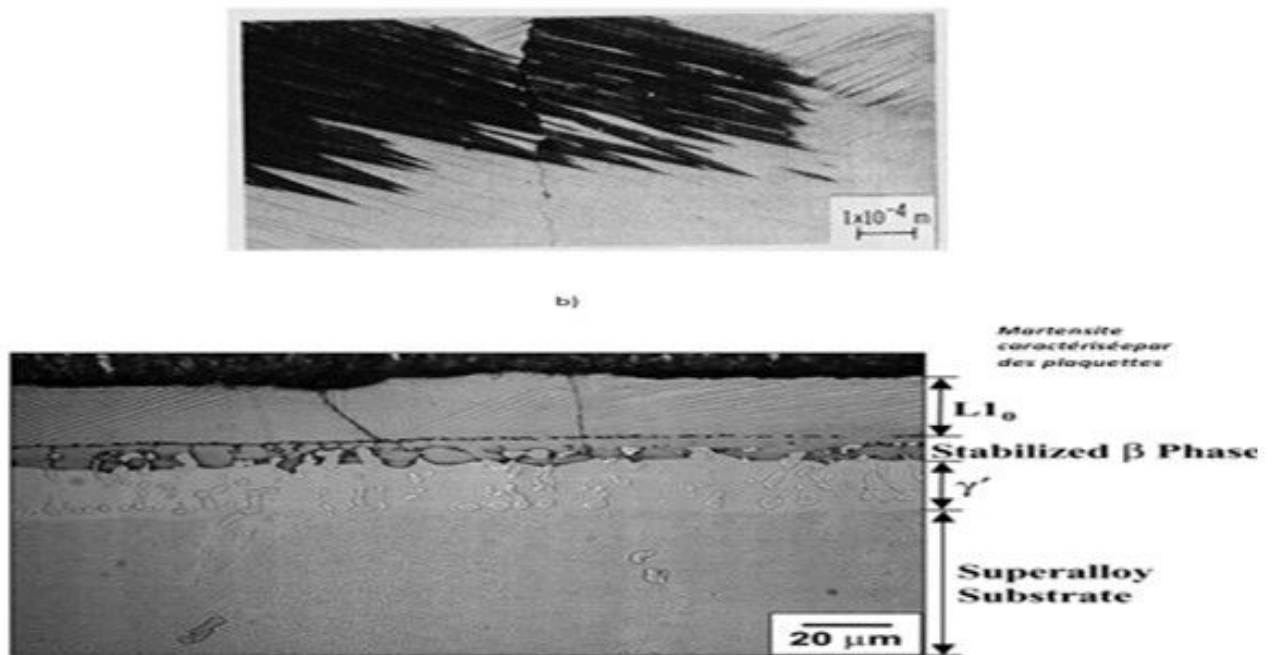


Figure 1.11 : a) Relief de surface $d\hat{u}$ à la présence de martensite dans un NiAl à 62,7 at. en Ni [10], b) Coupe transverse d'un revêtement NiAl déposé par CVD sur le superalliage à base de nickel René N5, oxydé 100 h à 1150°C sous air sec [9].

1.6 La couche d'oxyde formée par oxydation

En service, les aubes sont exposées aux gaz chauds directement en sortie de chambre de combustion, de sorte que la température de surface de l'aube peut atteindre 1200 à 1250°C. Grâce à l'utilisation d'une barrière thermique, la température maximale du métal est maintenue à 1100°C environ. A cette température, les enthalpies de formation de Al_2O_3 et de NiO sont respectivement de -1689 et -468 kJ.mol^{-1} . Il y a donc une oxydation sélective de l'aluminium dans le cas du composé $NiAl$.

Pour préserver le superalliage de l'oxydation à cette température, la couche d'alumine qui se développe sur l'aluminure de nickel doit être adhérente, avoir une croissance lente, et être susceptible de se reformer rapidement en cas d'écaillage local

La seule forme d'alumine thermodynamiquement stable à haute température est l'alumine alpha (Figure 1.11), mais des alumines métastables se forment généralement de façon transitoire lors de la première montée en température. Ces formes métastables, qui évoluent toujours vers la forme stable alpha, persistent d'autant plus longtemps qu'une température basse est maintenue (Figure 1.12).

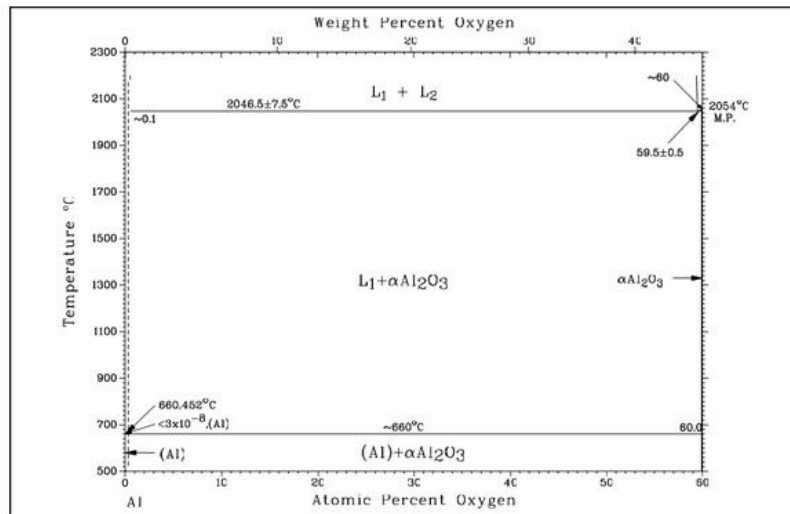


Figure 1.12 : Diagramme binaire $Al-O$ [6].

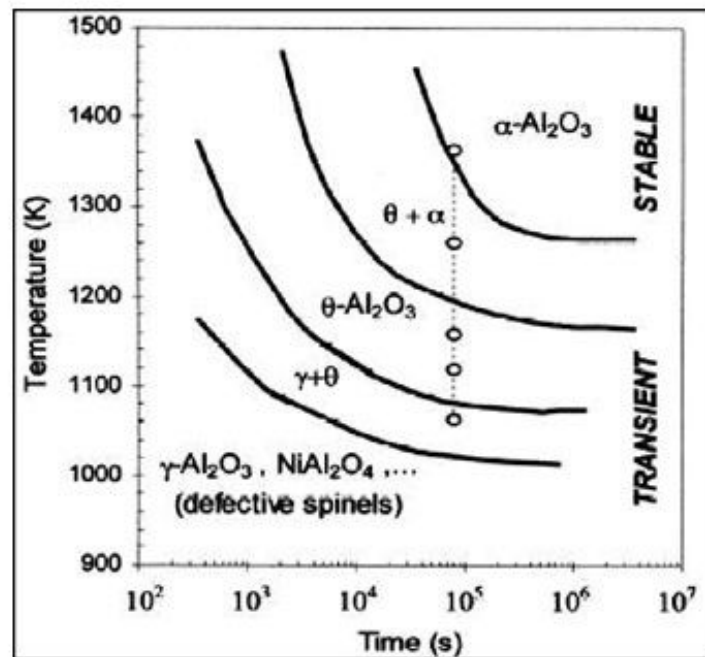


Figure 1.13 : Diagramme schématique.

température-temps-transformation pour l'oxydation haute température de $\beta - NiAl$ [13]. A $1100^{\circ}C$, la forme stable ($\alpha - Al_2O_3$) est obtenue, après transformation des aluminés transitoires, principalement $\theta - Al_2O_3$. On notera que la formation préférentielle de l'une ou l'autre de ces formes d'alumine, ainsi que la vitesse de transformation $\theta - Al_2O_3, \alpha - Al_2O_3$ dépendent de plusieurs paramètres tels que la préparation de surface ou la pression d'oxygène [14]. De plus, la contraction de volume associée à la transformation de $\theta - Al_2O_3$ en $\alpha - Al_2O_3$ (de l'ordre de 5) conduit à des contraintes qui décroissent au fur et à mesure de la transformation [15].

L'alumine thêta a une croissance rapide ($k_p = 7,2 \cdot 10^{-6} mg^2 \cdot cm^{-4} s^{-1} 1100^{\circ}C$ [16]) et principalement cationique [17], [18]. L'aluminium diffuse vers l'extérieur de la couche d'oxyde qui

se développe dans ce cas vers le milieu extérieur. L'alumine alpha, quant à elle, croît selon un mécanisme mixte anionique/cationique [19] mais majoritairement anionique [20]. Il s'établit une contre-diffusion de O_2^- et Al_3^+ aux joints de grains de l'alumine. L'oxygène diffuse vers l'intérieur de la couche d'oxyde, et l'aluminium est oxydé principalement à l'interface métal/oxyde. Le front d'oxydation progresse vers l'intérieur du métal. La croissance de l'alumine alpha est lente ($k_p = 1,6.10^{-7} mg^2.cm^{-4}s^{-1} 1100^\circ C$ [16]).

La couche d'oxyde peut aussi croître latéralement. Les cations et anions diffusant en sens opposés dans les joints de grains, de l'oxyde peut se former au niveau de ces joints, de plus, les cations et anions qui diffusent peuvent être piégés par des dislocations, les faisant monter à travers l'épaisseur d'oxyde (Figure 1.13). La montée de dislocations coins, de vecteur de Burgers parallèle à l'interface métal/oxyde, à travers l'épaisseur de l'oxyde correspond à l'insertion de plans d'atomes supplémentaires. Ce phénomène est d'autant plus important que les grains d'oxyde sont petits, la diffusion des ions se faisant principalement aux joints de grains [21].

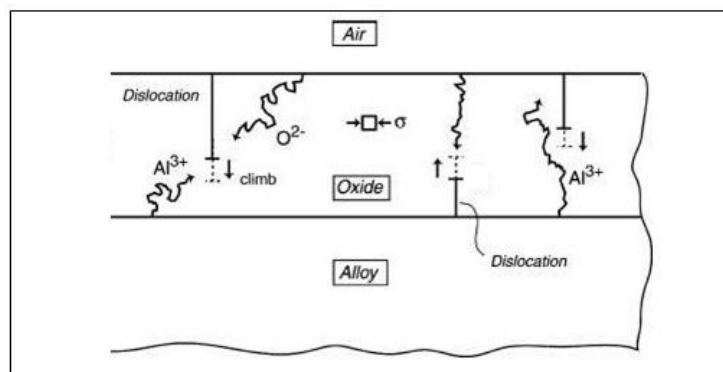


Figure 1.14 : Schéma de montée (climb) d'une dislocation coin due au piégeage des ions Al^{3+} et O^{2-} au cœur de dislocations [21].

1.6.1 Facteurs et mécanismes responsables de l'écaillage de la couche d'oxyde

L'écaillage de la couche d'alumine détermine la durabilité du système. L'adhérence de cet oxyde, qui croît thermiquement, dépend en partie des contraintes développées en son sein, et de la présence de défauts à l'interface métal/oxyde. Ces deux points sont influencés à la fois par l'évolution de la chimie du système global (diffusion des éléments entre les différentes couches) et par les propriétés mécaniques du métal et de l'oxyde (qui dépendent elles-mêmes de leurs compositions chimiques).

1.6.2 Existence de contraintes dans la couche d'oxyde

Les contraintes présentes dans la couche d'oxyde ont deux origines : il existe des contraintes de croissance et des contraintes thermiques.

Les contraintes de croissance sont dues essentiellement à la variation de volume induite par la formation d'un oxyde sur un métal, variation de volume qui est caractérisée par le rapport de Pilling-Bedworth (RPB).

Avec V : volume molaire des deux solides (métal et oxyde) Ce rapport est de 1,65 pour de l'alumine

alpha résultant de l'oxydation de NiAl, ce qui indique (le RPB étant supérieur à 1) que la couche d'oxyde recouvre a priori toute la surface du métal, et qu'elle peut donc jouer un rôle protecteur. Cependant, la forte augmentation de volume liée à l'oxydation fait apparaître des contraintes de compression dans cette couche d'alumine, qui peuvent contribuer à sa dégradation [22].

Le développement d'alumine, surtout lorsqu'il s'effectue en direction du métal ou latéralement, génère donc des contraintes de croissance. Par ailleurs, les transformations allotropiques de l'alumine, qui s'accompagnent d'un changement de volume, font apparaître d'autres types de contraintes, susceptibles elles aussi de nuire à l'intégrité de la couche d'oxyde protectrice. Les contraintes d'origine thermique sont, elles, dues à la différence de coefficient de dilatation thermique qui existe entre le substrat métallique ($14 \text{ à } 16 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) et la couche d'oxyde ($8 \text{ à } 9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Ainsi, l'oxyde qui se développe à haute température est soumis à des contraintes de compression lors du refroidissement.

Il faut noter que les contraintes thermiques (de l'ordre de quelques GPa [23]) sont très supérieures aux contraintes de croissance (de l'ordre de centaines de MPa [15]). Une partie des contraintes peut être relaxée par fluage, à haute température, et c'est lors du refroidissement que surviennent généralement des phénomènes de fissuration au niveau de l'interface métal/oxyde, qui entraînent à terme l'écaillage de la couche d'oxyde.

1.6.3 Approche énergétique de l'écaillage

Le niveau de contraintes dans la couche d'oxyde n'est pas le seul facteur qui détermine son écaillage. Selon une approche énergétique, proposée aussi bien pour des films minces [24] que pour des couches d'oxyde développées thermiquement [23] et qui a également été étudiée dans le cas de systèmes barrière thermique pour aubes de turbine [25] (elle permet de prévoir leur durée de vie), la force motrice qui provoque la propagation des fissures interfaciales conduisant in fine à l'écaillage, est l'énergie emmagasinée dans la couche d'alumine. Cette énergie augmente à la fois avec l'élévation de son niveau de contrainte, et avec son épaissement au fil du temps. La rupture de l'interface peut survenir spontanément lorsque l'énergie emmagasinée dans le système, croissante au cours des cycles d'oxydation, atteint l'énergie d'adhérence de l'interface, qui, elle, diminue au fil du temps (Figure 1.14). En effet, l'énergie d'adhérence de l'interface métal/oxyde diminue progressivement du fait de l'apparition de cavités, de décohésions locales liées aux ondulations de surface du métal qui génèrent des contraintes hors plan, ou encore par l'action d'un élément chimique néfaste, tel que le soufre.

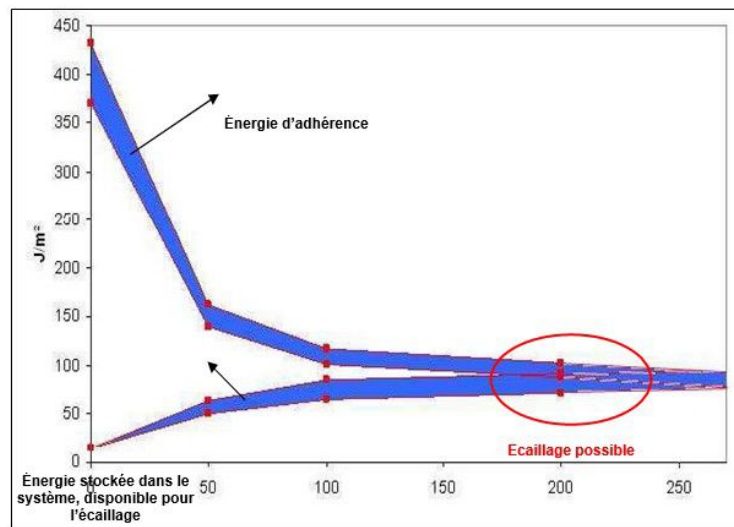


Figure 1.15 : Evolution en oxydation cyclique de l'énergie d'adhérence et de l'énergie disponible pour l'écaillage dans un système AM1/NiAl(Zr)/YPSZ [25].

1.7 Dégradation de l'interface métal/oxyde

L'apparition de cavités interfaciales contribue à la diminution de l'énergie d'adhérence de l'interface. Ces cavités sont des espaces vides qui naissent et peuvent croître en surface du revêtement métallique, sous l'oxyde développé thermiquement.

Certaines de ces cavités se forment au début de l'oxydation du métal, c'est-à-dire lors de la première montée en température, ou ultérieurement, par oxydation d'une partie métallique mise à nu après écaillage de la couche d'oxyde protectrice.

Deux mécanismes majeurs sont proposés pour expliquer l'apparition de telles cavités. D'une part, la croissance cationique de l'alumine transitoire $\theta - Al_2O_3$ injecterait des lacunes d'aluminium qui coalescent à l'interface [26]. Ces cavités seraient ultérieurement remplies par la formation d'alumine alpha, à croissance anionique prédominante.

D'autre part, l'effet Kirkendall est également évoqué [27]. La présence d'une zone externe du revêtement appauvrie en aluminium par les phénomènes d'oxydation conduit à une diffusion du nickel de cette zone externe vers le superalliage qui s'avère plus rapide que celle d'aluminium provenant du superalliage en direction de cette zone externe.

En effet, le rapport des coefficients de diffusion D_{Ni}/D_{Al} est d'environ 2,5 à $1000^\circ C$ [28] et de 4,4 à $1200^\circ C$ [8] pour des alliages massifs Ni58Al42. Il y aurait ainsi un flux de lacunes de nickel vers l'interface métal/oxyde. La condensation de ces lacunes entraînerait la formation de cavités à l'interface métal/oxyde. L'apparition de telles cavités interfaciales, qui sont aussi liées à l'appauvrissement du métal en aluminium, sont favorisées dans le cas d'une oxydation cationique, notamment pendant le régime de formation d'alumine thêta. Lors d'oxydations prolongées, d'autres

mécanismes de dégradation de l'interface métal/oxyde entrent en jeu. En cyclage thermique particulièrement, la surface du métal se déforme et la rugosité de l'interface métal/oxyde augmente, à cause de la différence de coefficient de dilatation thermique [29]. Ce phénomène génère des contraintes perpendiculaires à l'interface au sommet des zones convexes, qui provoquent des décollements de la couche d'oxyde (sans forcément entraîner immédiatement son écaillage). Ces décollements « localisés » de l'oxyde peuvent être à l'origine de nouvelles cavités (Figure 1.15). Dans ce cas, de l'aluminium s'évapore à partir des parois de la cavité et son oxydation s'effectue à la base couche d'oxyde décollée précédemment l'évaporation d'aluminium est associée à des cavités facettées (figure 1.17)

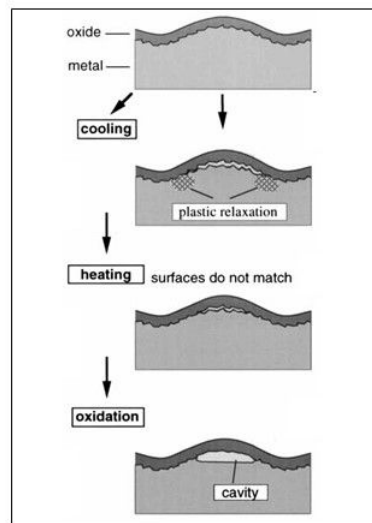


Figure 1.16 : Formation de cavité au cours de l'oxydation cyclique [30].

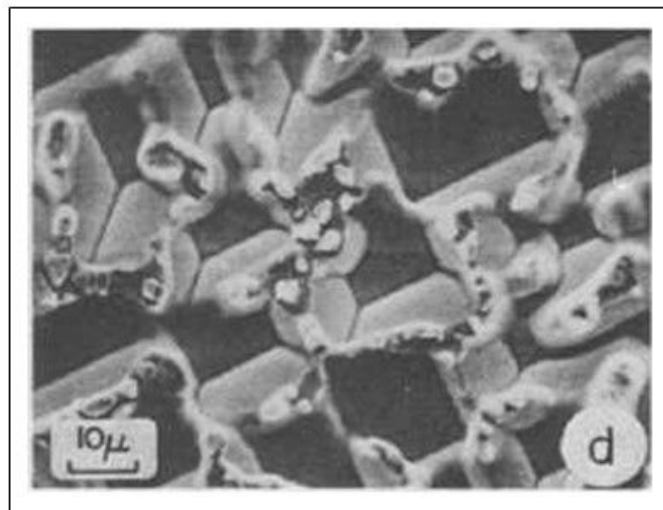


Figure 1.17 :Interface Ni49,4Al50,6/oxyde révélée par écaillage de la couche d'oxyde (oxydation 15 jours à 1200°C) [20].

Les cavités, quelle que soit leur origine, diminuent les zones de contact entre le métal et l'oxyde, fragilisant ainsi l'interface. Par ailleurs, l'interface métal/oxyde peut être polluée par la présence de soufre. Il a ainsi été mis en évidence que lorsque cet élément est présent dans l'alliage, il va ségréger

à l'interface métal/oxyde et entraîner une perte significative d'adhérence [31]. Précisons qu'une distinction doit être faite entre la ségrégation du soufre à l'interface métal/oxyde et sa ségrégation en surface des cavités interfaciales. Dans les zones où la couche d'oxyde est en contact avec le métal, le soufre commencerait à ségréger à cette interface seulement après formation d'une couche continue d' $\alpha - Al_2O_3$, et uniquement pour un NiAl non stœchiométrique [32]. La ségrégation en surface des cavités semble, elle s'effectuer quelque soit le type d'alumine développée, et quelle que soit la stœchiométrie du NiAl ; elle est toutefois plus importante lorsque la surface des cavités est enrichie en nickel [33].

1.8 Facteurs d'amélioration de l'adhérence de la couche d'oxyde

Une manière d'améliorer l'adhérence de l'oxyde formé sur NiAl consiste à y ajouter des éléments spécifiques. En l'occurrence, le revêtement actuellement utilisé par Snecma dans le moteur M88 est en aluminure de nickel modifié par le platine. Le coût d'élaboration de ce type de revêtement a motivé la recherche d'une solution alternative. A ce titre, le rôle des éléments réactifs sur l'oxydation de métaux ou d'intermétalliques a été étudié depuis plusieurs années (avec de nombreux travaux conduits dans les années 80) essentiellement sur des matériaux massifs, et plus récemment sur des revêtements protecteurs de superalliage à base de nickel [34].

1.9 Modifications de l'aluminure de nickel par un ajout de platine

Le platine permet d'améliorer significativement l'adhérence de la couche d'alumine formée sur le NiAl par oxydation, en diminuant la taille des cavités interfaciales [35]. En effet, le platine augmente la diffusion de l'aluminium dans le NiAl [36], réduisant ainsi l'effet Kirkendall. Il permet également de limiter l'effet néfaste du soufre sur l'adhérence de l'oxyde en réduisant sa ségrégation à l'interface métal/oxyde [37], [38]. D'autre part, le platine est connu pour ralentir la transition de l'alumine thêta en alumine alpha [39], ce qui favoriserait la relaxation des contraintes dans la couche d'alumine. Par contre, d'après cet auteur, le platine augmente la vitesse de croissance de la couche d'oxyde ce qui peut être préjudiciable en termes d'énergie emmagasinée dans l'oxyde, disponible pour l'écaillage. Enfin, comme le platine augmente la diffusion de l'aluminium, il accélère l'appauvrissement du revêtement en cet élément. Ceci, combiné à une augmentation de la température de transformation martensitique [11], fait que la formation de martensite est favorisée [9].

1.10 Conclusion

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à l'oxydation d'un système dépourvu de barrière thermique mais impliquant un revêtement dont l'élaboration a fait l'objet de développements récents, et dont l'industrialisation est actuellement à l'étude. Il s'agit d'un revêtement en aluminure de nickel dopé par l'élément réactif zirconium.

L'application à terme de ce revêtement comme couche de liaison de système barrière thermique est aussi envisagée. Sachant que l'oxygène diffuse à travers la couche céramique en zircone yttria dans les conditions d'utilisation, les performances en termes de protection contre l'oxydation que nous aurons déterminées dans le cas du revêtement simple, pourraient a priori être extrapolées au système barrière thermique complet. Toutefois, il faudra tenir compte des différences existant entre les états de surface initiaux (surface externe du revêtement simple, ou interface métal/céramique du système complet) susceptibles d'influencer les phénomènes d'oxydation.



2. Etude de la diffusion de Zr dans le système $AM1/NiAl$

2.1 Introduction

En service à haute température, l'association de trois matériaux différents (substrat, sous-couche et céramique) génère des problèmes qui limitent in fine la durée de vie par écaillage des dépôts. Les paragraphes suivants déclinent les interactions entre ces différentes couches, avec leur environnement, ainsi que la méthode de développement d'un système de superalliage à base de nickel revêtu de l'aluminure de nickel dopé au zirconium, que nous adresserons les caractéristiques (Microstructure, composition chimique). Ensuite, nous apprendrons la mobilité du zirconium dans tout le système (revêtement et superalliages) et leur solubilité dans les revêtements.

2.2 Le superalliage AM1

Les aubes de turbine doivent avoir de bonnes propriétés mécaniques à haute température. C'est pourquoi on les fabrique en superalliage à base de nickel, constitué d'une matrice $\gamma - Ni$ et de précipités $\gamma' - Ni_3Al$ représentant environ 70 du volume total à température ambiante [40], et qui sont distribués de façon homogène dans la matrice.

Le superalliage présente ainsi une bonne tenue et une bonne stabilité à haute température. Celui que nous avons utilisé est le monocristal de première génération AM1 développé par l'Onera, Snecma, ARMINES et TECPHY [41].

Un avantage important des superalliages monocristallins comparés aux superalliages antérieurs (équiaxes ou à solidification dirigée, avec des grains colonnaires) est la possibilité d'obtenir une microstructure homogène en appliquant une seule haute température de traitement, qui permet l'élimination de nodules inter dendritiques d'eutectiques et la mise en solution de tous les précipités γ' secondaires. La composition du superalliage AM1 est donnée dans le Tableau 2-1.

Tableau 2.1 :Composition nominale du superalliage AM1 bas soufre [44].

Elément	Ni	Co	Cr	W	Mo	Al	Ti	Ta	C	S
% mass.	(base)	6,5	7,5	5,5	2,0	5,3	1,2	8,0	<0,01	<0,4ppm

Les éléments Cr, Co et Mo se répartissent préférentiellement dans la phase austénitique cubique à faces centrées de la matrice $\gamma - Ni$, et agissent en tant qu'éléments durcissant en solution solide. Le chrome joue également un rôle essentiel dans la résistance à la corrosion à haute température. Les éléments Ti et Ta renforcent les précipités γ' en se substituant à l'aluminium dans Ni_3Al . Enfin, l'aluminium améliore la résistance à l'oxydation du superalliage, même si sa teneur ne permet pas la formation en service d'une couche d'alumine continue. Ce superalliage présente ainsi une très bonne résistance au fluage et à la fatigue thermique à haute température [42].

2.3 Elaboration des systèmes étudiés

Les systèmes étudiés sont obtenus à partir d'un superalliage à base de nickel, sur lequel on dépose de l'aluminium. La formation du composé NiAl s'effectue par inter diffusion de Ni et Al au cours du procédé d'élaboration, à haute température. Les substrats utilisés sont des disques de superalliage à base de nickel AM1 (Tableau 2-1, §2.2) d'épaisseur millimétrique, dont les faces sont polies au papier SiC grade 600 (26 μm). Le procédé d'obtention du revêtement – l'aluminisation en phase vapeur – est un dépôt thermo-chimique d'aluminium qui s'effectue en 5 heures à 1100°C sous atmosphère d'hydrogène (atmosphère réductrice). L'aluminium est fourni par le ciment, alliage de chrome et d'aluminium (Appellation CA30 : Al 30 mass., cailloux de 1 cm^3 environ.), sous forme d'halogénure qui se dissout à la surface du superalliage ; l'aluminium diffuse ensuite en phase solide. La différence dans les procédés de formation des revêtements NiAl et NiAl(Zr) obtenus par diffusion, réside dans le type d'activateur utilisé. L'activateur est

le composé chimique qui va réagir avec le ciment pour former des halogénures d'aluminium gazeux.

Dans le cas du revêtement non dopé, on utilise du NH_4F , HF alors que l'activateur utilisé pour le revêtement dopé au zirconium est du $ZrOCl_2$ hydraté. Ce dernier fournit en plus de l'halogénure d'aluminium gazeux, du chlorure de zirconium gazeux qui va se dissoudre en zirconium sur le superalliage.

On réalise alors un Co-dépôt thermochimique d'aluminium et de zirconium. Dans les deux cas, le procédé d'élaboration conduit à la formation du revêtement constitué de la phase $\beta - NiAl$, par inter diffusion de l'aluminium vers l'intérieur du substrat et du nickel vers la surface externe. Cette aluminisation est suivie d'un traitement thermique de 1 heure à $1100^\circ C$ sous vide ($3 \cdot 10^{-4}$ Pa) qui vise à homogénéiser le revêtement en atténuant les gradients de concentration en nickel et aluminium. Il permet ainsi d'éviter la présence d'une zone externe sur-stœchiométrique en aluminium (plus fragile que les composés sous-stœchiométriques). Par la suite, le système sera dit « brut d'aluminisation » avant ce traitement d'homogénéisation et « brut d'élaboration » après celui-ci.

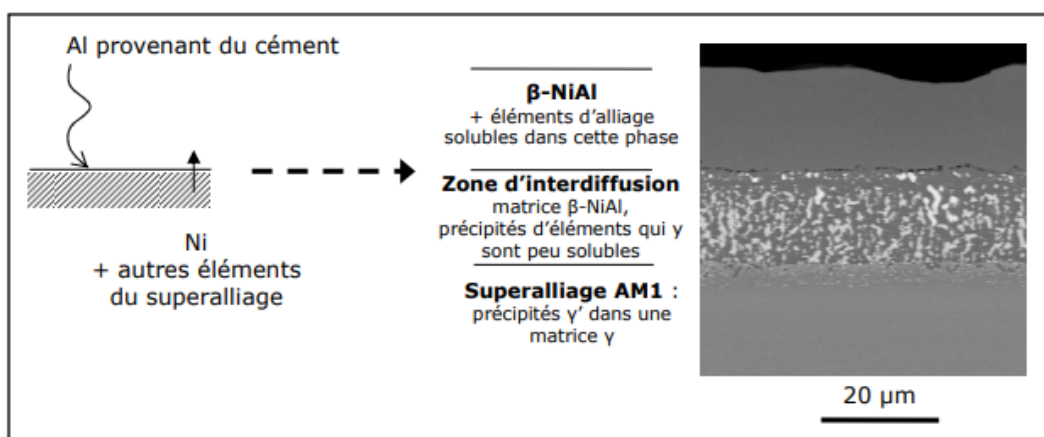


Figure 2.1 : Vue en coupe (MEB-BSE) d'un système AM1/NiAl brut d'élaboration [43].

La Figure 2.1 qui présente une vue en coupe le système met en évidence trois parties : le superalliage AM1, une zone d'inter diffusion et le revêtement $\beta - NiAl$. La surface initiale du superalliage est située à l'interface entre la zone d'inter diffusion et le revêtement. La zone d'inter diffusion correspond à une matrice $\beta - NiAl$ (induite par l'apport d'aluminium) contenant des précipités riches en éléments du superalliage faiblement ou non solubles dans cette phase (Co, Cr, Ta, W, ...). Le revêtement $\beta - NiAl$, qui recouvre cette zone d'inter diffusion, se forme suite à la diffusion de Al et de Ni, selon des flux croisés. Précisons que c'est parfois l'ensemble des deux zones de matrice $\beta - NiAl$ qui est décrit comme revêtement, la zone d'inter diffusion étant alors appelée partie interne du revêtement, et la couche additionnelle de NiAl étant appelée partie externe du revêtement. Pour plus de clarté, dans ce manuscrit, nous désignerons par « revêtement » uniquement la partie externe, constituée à l'état brut d'élaboration de $\beta - NiAl$, dopé ou non au zirconium. Les épaisseurs des revêtements ($20 \mu m$) sont équivalentes, que ceux-ci soient dopés ou

non en zirconium. Elles correspondent à des prises de masse de 4 mg.cm^{-2} environ. Le réservoir d'aluminium est donc identique dans les systèmes dopé et non dopé au zirconium.

2.4 Caractéristiques chimiques et structurales du revêtement en aluminure de nickel

Le revêtement est polycristallin, avec une taille de grains d'environ $30 \mu\text{m}$ (Figure 2.2). On note la présence de bourrelets au niveau des joints de grains, la différence d'altitude entre le sommet du joint de grains et le centre du grain étant de $5 \mu\text{m}$ environ (Figure 2.3). Le revêtement est de phase $\beta - \text{NiAl}$ et la teneur moyenne en aluminium est de 36 at. (Figure 2.4).

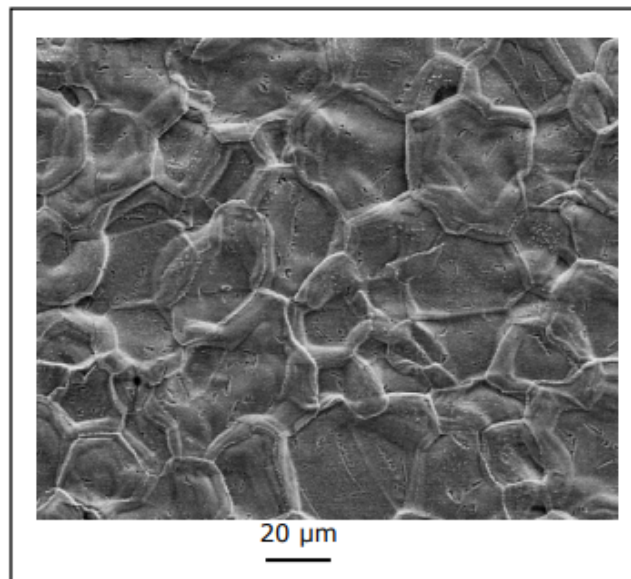


Figure 2.2 : Observation (MESB-SE) des grains de l'aluminure en surface d'un échantillon AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration[43].

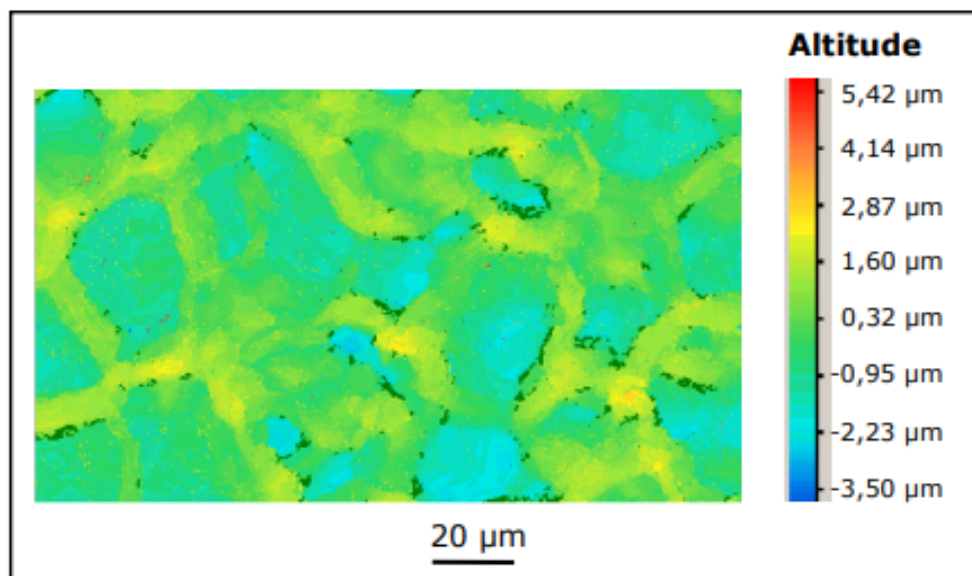


Figure 2.3 : Cartographie de la surface d'un échantillon AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration obtenue par profilomètre optique[43].

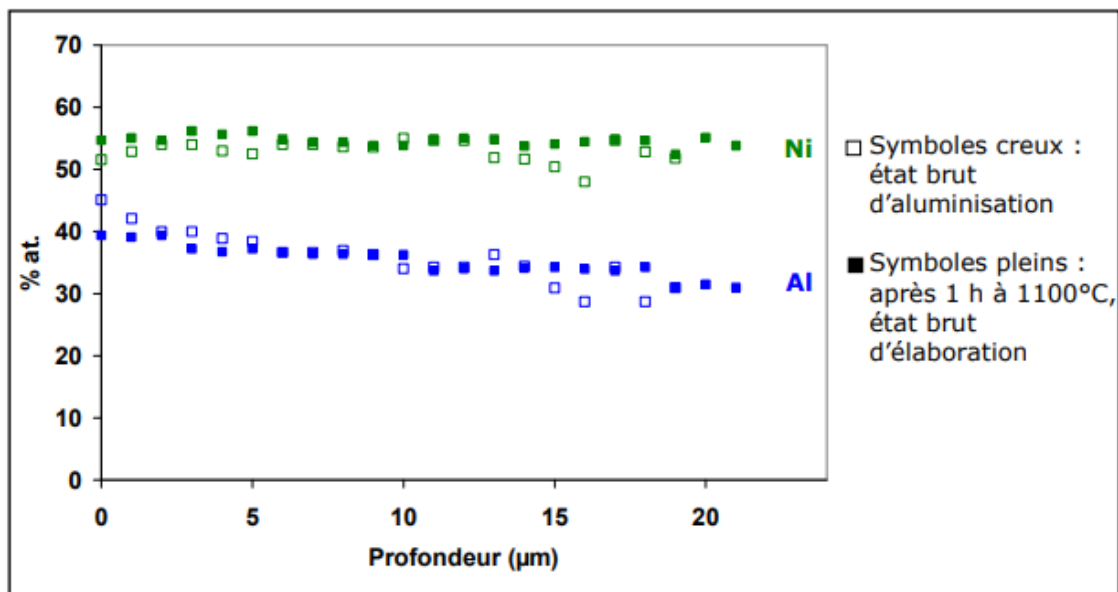


Figure 2.4 : Profils des compositions atomiques en Ni et Al (éléments majoritaires) obtenus par microsonde électronique sur des systèmes brut d'aluminisation et traité 1 h à 1100°C sous vide [43].

Les caractéristiques décrites précédemment concernent aussi bien le revêtement en aluminure de nickel non dopé que celui dopé au zirconium (exceptée la hauteur des bourrelets aux joints de grains, qui est plus faible dans le système non dopé - environ 4 μm au maximum).

Le zirconium étant introduit en très faible quantité, il n'est pas aisément détectable par EDX. En revanche, la spectroscopie GDMS, adaptée à la détection des éléments à l'état de trace nous permet de localiser le zirconium dans notre système et d'en connaître la teneur (avec une incertitude de ± 20 mass.). En l'occurrence, la profilomètre GDMS montre que le zirconium est situé, à l'état brut d'élaboration, en profondeur dans le revêtement, au niveau de l'interface entre la zone d'interdiffusion et le revêtement (ce qui correspond à la surface initiale du superalliage) (Figure 2.5). La concentration équivalente de Zr, intégrée sur toute l'épaisseur de la zone modifiée, c'est-à-dire le revêtement et la zone d'interdiffusion, est d'environ 300 ppm at.

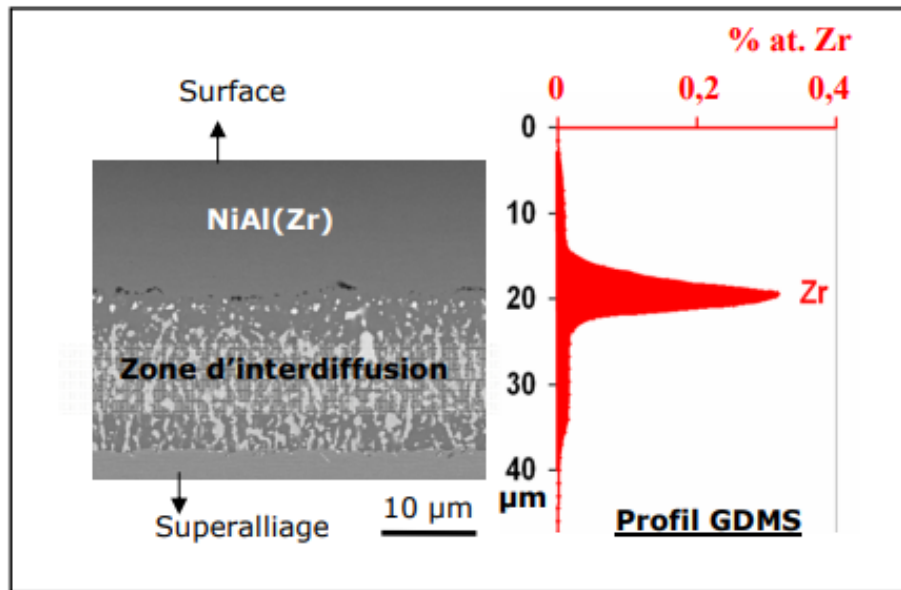


Figure 2.5 : Localisation de Zr dans le système AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration : vue en coupe MEB-BSE et profil GDMS[43].

L'étude de la répartition du zirconium dans le revêtement a été poursuivie par la réalisation de cartographies spectrales (MEB/EDX.). La Figure 2.6 présente les cartographies obtenues à partir des raies $K\alpha$ de l'aluminium et $L\alpha$ du zirconium. Nous avons constaté que des précipités d'oxyde d'aluminium, correspondant au liseré pointillé noir visible sur les images MEB en électrons rétrodiffusés, sont situés dans le revêtement, juste en limite de la zone d'inter diffusion. L'oxydation de l'aluminium est attribuée à l'oxygène apporté par la dissociation du $ZrOCl_2$ hydraté (huit molécules d'eau de constitution) en début d'aluminisation. Dans cette même zone, des particules enrichies en zirconium, distinctes de celles associant l'aluminium et l'oxygène sont également visibles, ce qui est cohérent avec la position en profondeur d'un pic de zirconium détecté par GDMS. Les cartographies spectrales n'ont pas permis d'identifier les phases contenant ce zirconium (la faible quantité est en limite de détection EDX et la taille des phases est trop petite par rapport à la poire d'analyse, de l'ordre de $1 \mu m^3$)

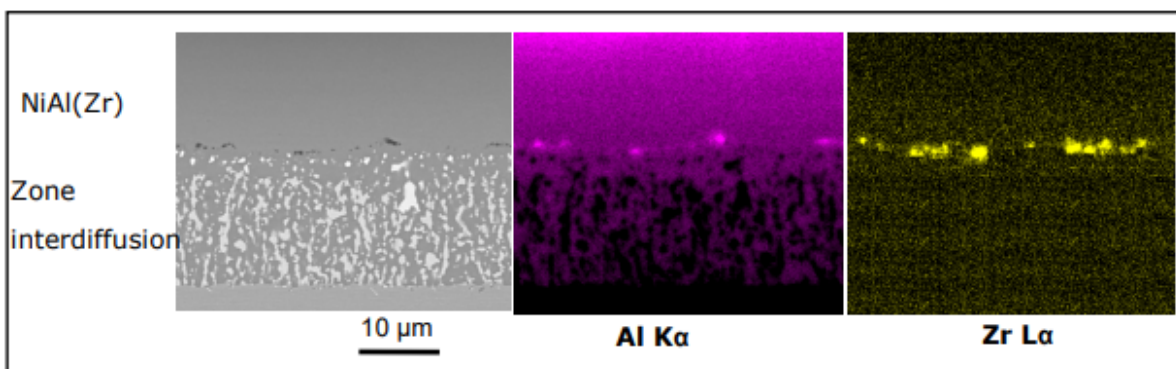


Figure 2.6 : Cartographies spectrales MEB/EDX obtenues à partir des raies Al $K\alpha$ et Zr $L\alpha$ dans le système AM1/NiAl (Zr) brut d'élaboration [43].

En complément, nous avons observé que les éléments Co, Cr et Ta sont présents à de faibles teneurs dans le revêtement (environ 3 at. pour Co et Cr et moins de 1 at. pour Ta). Ces éléments, tout comme W, Ti et Mo, sont également détectés dans les précipités formés dans la zone d'inter diffusion, du fait de leur faible solubilité dans la phase β -NiAl. Comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, la présence de soufre contaminant l'interface entre le métal et l'oxyde formé thermiquement peut s'avérer très néfaste sur l'adhérence de ce dernier. Il était donc nécessaire de déterminer la teneur en soufre des revêtements, obtenus par aluminisation d'AM1 bas soufre (Teneur en soufre du barreau d'AM1 dédié à cette étude, déterminée par GDMS : 0,14 ppm mass. (Inférieure à la limite industrielle de 0,4 ppm mass). Les analyses GDMS (Figure 2.7) ont permis d'établir une concentration moyenne en soufre dans la zone modifiée (revêtement et zone d'inter diffusion) inférieure à 5 ppm at., et de voir que cet élément est localisé à proximité de l'interface entre la zone d'inter diffusion et le revêtement, avec un enrichissement à la surface du revêtement. Cet enrichissement superficiel perdure au cours de traitements thermiques sous vide à 1100°C (Figure 2.8).

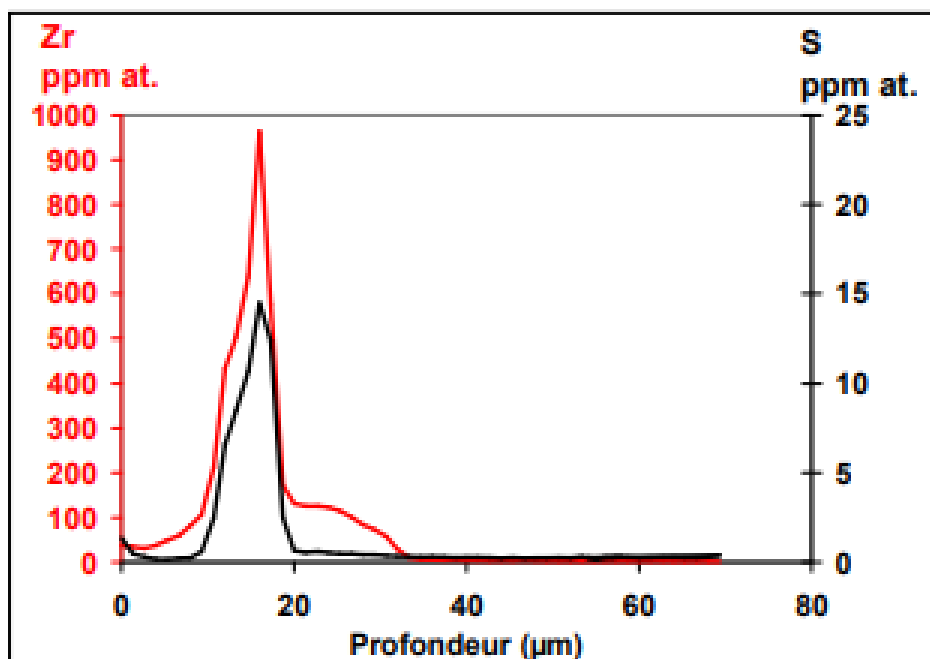


Figure 2.7 : Localisation des éléments Zr et S dans le système AM1/NiAl(Zr) brut d'élaboration déterminée par GDMS[43].

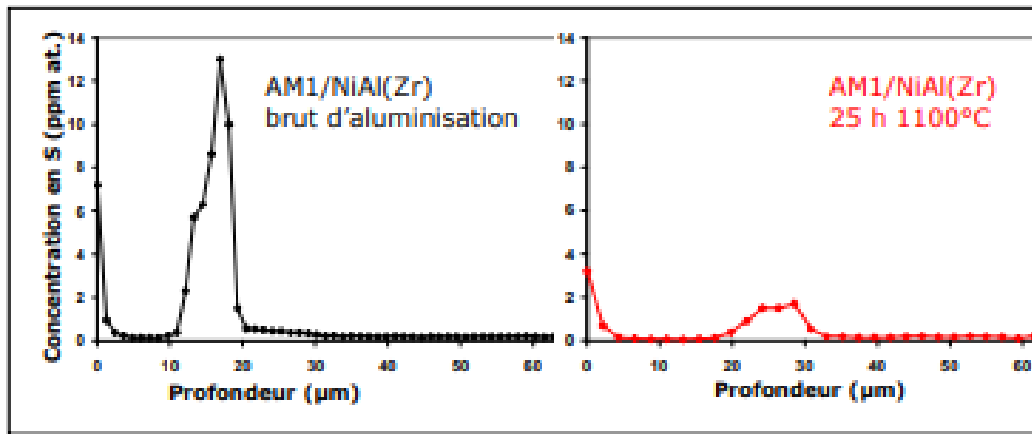


Figure 2.8 : Evolution de la répartition du soufre dans le système AM1/NiAl(Zr) entre l'état brut d'aluminisation et un état traité 25 h à 1100°C sous vide secondaire, déterminée par GDMS[43].

La présence de soufre en surface est a priori néfaste en termes d'adhérence, mais sa teneur reste très faible dans notre cas d'étude. Bien que les pics de zirconium et de soufre se situent à la même profondeur sur les profils GDMS, nous n'avons pas pu déterminer si le soufre était allié ou non à une partie du zirconium, nos moyens d'analyse (MEB/EDX) n'étant pas adaptés à de si faibles quantités.

2.5 Etude de la mobilité de Zr dans le revêtement NiAl

2.5.1 Etude par XPS de la ségrégation superficielle du zirconium

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, Zr est localisé, à l'issue de l'aluminisation, en profondeur dans le revêtement. Or, pour jouer un rôle dans les mécanismes d'oxydation du NiAl, le zirconium doit être là où a lieu l'oxydation, c'est-à-dire en surface du revêtement. Nous avons donc cherché à savoir si une ségrégation superficielle du zirconium pouvait se produire dans notre système AM1/NiAl(Zr). Nous avons pour cela soumis ce système à des traitements thermiques sous ultravide ($< 10^{-6}$ Pa), in situ dans un bâti XPS, et suivi l'évolution de la composition chimique de sa surface. Cette technique permet en effet d'identifier les éléments présents en extrême surface (10 nm) d'un matériau, et de déterminer leurs degrés d'oxydation et leurs concentrations.

L'échantillon utilisé pour cette expérience est un disque d'AM1 de 8 mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur, revêtu de NiAl(Zr) par le procédé décrit précédemment. L'objectif est ici d'étudier la migration du zirconium dès lors que le système brut d'aluminisation est exposé à des traitements thermiques. Pour cette expérience, nous avons donc utilisé un échantillon n'ayant pas subi, après aluminisation, le traitement thermique d'homogénéisation de 1 heure à 1100°C. Celui-ci aurait provoqué une migration du Zr sans analyse de surface couplée. Par ailleurs, cet échantillon a été poli miroir (pâte diamant $0,25 \mu\text{m}$), cette contrainte étant imposée par la technique d'analyse de surface.

L'appareil XPS utilisé pour ces travaux est un Escalab Mark II (VG Scientific). La source de

rayons X utilisée dans cette étude est l'aluminium Al $K\alpha$ qui émet à 1486,6 eV. Divers traitements (chauffage, décapage ionique) sont imposés à l'échantillon dans la chambre de préparation de l'appareil, avant son transfert dans la chambre d'analyse (où règne une pression de l'ordre de 10^{-8} Pa) pour acquisition des spectres XPS.

L'échantillon est fixé au porte-échantillon par des fils en W insérés dans son épaisseur. Ce dispositif permet de maintenir l'échantillon, et de le chauffer par effet Joule. Avant d'effectuer les traitements thermiques, il est nécessaire de dégazer le montage (et plus particulièrement les fils chauffants) pour que la vapeur d'eau soit évacuée. Cette opération est réalisée dans la chambre de préparation, par augmentation progressive de la température jusqu'à 800°C , en une demi-heure environ, de manière à ne pas dépasser une pression de 10^{-5} Pa dans la chambre de préparation (Limite que l'on s'impose pour préserver le bâti sous ultravide). Puis la surface de l'échantillon est décapée par bombardement d'ions argon ($P : 10^{-4}$ Pa, 2×15 min, 1,6 kV, $38 \mu\text{A}$) afin d'éliminer autant que possible la couche d'oxyde native présente sur tout aluminoforeur exposé à l'air ambiant, et susceptible de se développer également pendant la phase de dégazage. Des traitements thermiques sont ensuite effectués successivement dans la chambre de préparation de l'XPS : la séquence réalisée comportait un premier traitement de 6 min à 750°C (Les températures ont été mesurées avec un pyromètre optique placé sur le hublot de la chambre de préparation.), suivi d'un traitement de 30 min à 800°C , de cinq traitements de 1 heure à 800°C , puis deux traitements de 1 et 2 heures à 850°C , et enfin un traitement de 1 heure à 900°C . Cette séquence a été définie au fur et à mesure de l'exploitation des résultats, et en tenant compte de contraintes de durée d'expérience et de puissance de chauffe des fils. Une analyse XPS a été effectuée après chaque traitement.

Pour chaque analyse, un spectre général est acquis sur une gamme d'énergies de liaison comprises entre 0 et 1300 eV, puis des analyses haute résolution sont enregistrées sur des bandes spectrales limitées, de 20 à 30 eV de large. Les spectres généraux de l'échantillon acquis avant (Figure 2.9) et après (Figure 2.10) les traitements thermiques permettent de détecter les différents éléments chimiques [45].

L'axe des ordonnées donne l'intensité du signal en coups par seconde (CPS). Notons qu'avant les traitements thermiques, une faible quantité d'oxyde est toujours présente sur l'échantillon, malgré le décapage ionique.

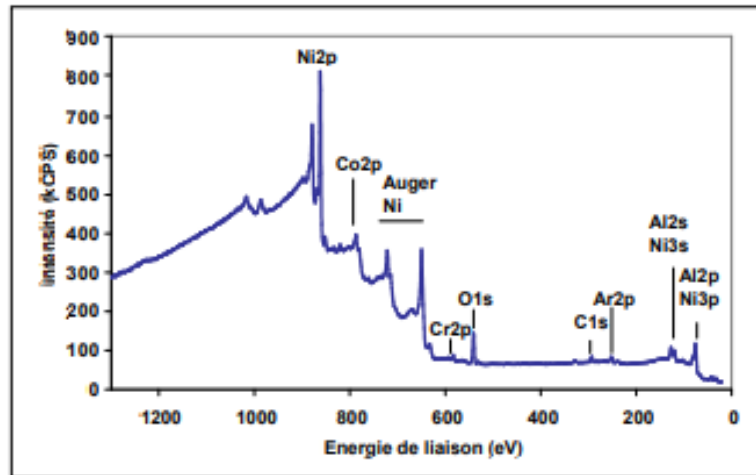


Figure 2.9 : Spectre XPS général de l'échantillon AM1/NiAl (Zr) traité thermiquement 6 min à 750°C + 5 h 30 à 800°C + 3 h à 850°C + 1 h à 900°C, sous ultravide [43].

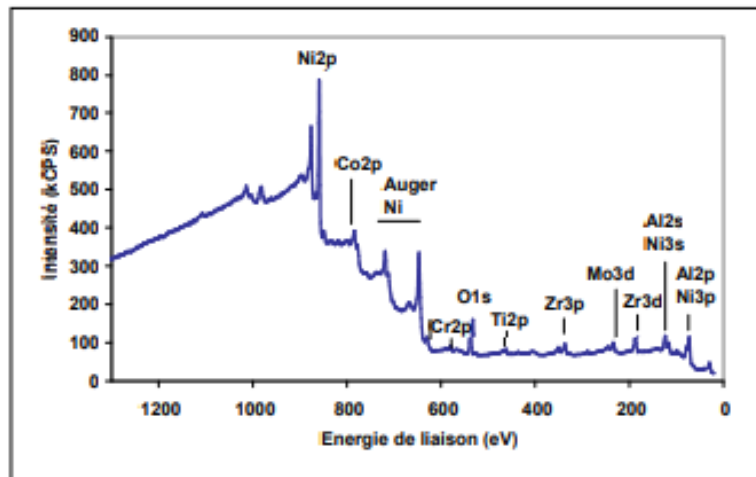


Figure 2.10 : Evolution de l'intensité du signal du niveau de cœur Zr3d au cours des traitements thermiques sous ultravide [43].

Dans cette analyse de l'extrême surface, focalisée sur l'apparition du zirconium et l'évolution du signal attribué à cet élément, le comportement des éléments additionnels provenant du superalliage (Cr, Co, Ti, Mo, Ta, W) – présents dans le système, qu'il soit dopé ou non au zirconium - n'a pas été étudié en détail. Toutefois sur les spectres haute résolution qui ont été enregistrés, nous avons remarqué que les éléments additionnels Cr, Co, Mo, Ta et W sont présents aussi bien sur la surface décappée que sur la surface de l'échantillon après un ou plusieurs traitements thermiques, sans évolution très marquée. Par contre, Ti et Zr ne sont détectés en extrême surface de l'échantillon qu'après le début du chauffage. Précisons que la présence de soufre n'a, elle, jamais été mise en évidence après traitement thermique. Pour l'exploitation des données, nous nous sommes exclusivement intéressés aux niveaux de cœur Al2p et Ni3p (60-80 eV), Zr3d (170-190 eV) et O1s (525-540 eV). La Figure 2.11 présente l'évolution du signal du niveau de cœur 3d du zirconium au cours des traitements thermiques successifs.

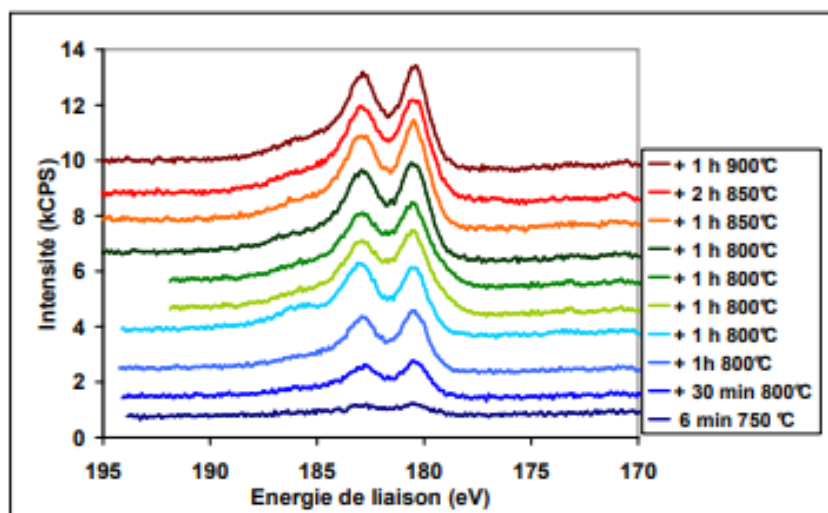


Figure 2.11 : Décomposition type d'un spectre XPS des niveaux de cœur Al_{2p} et Ni_{3p} (6 min à $750^{\circ}C$) [44].

On constate que dès le premier traitement de 6 min à $750^{\circ}C$, du zirconium est détecté en extrême surface de l'échantillon. Par la suite, l'intensité de son signal augmente progressivement, lorsque la durée du traitement et sa température croissent. Nous avons alors cherché à déterminer l'état, oxydé ou métallique, du zirconium, et à préciser sa répartition en surface du revêtement. Nous avons pour cela décomposé les signaux des niveaux de cœur $Al_{2p} - Ni_{3p}$ et Zr_{3d} , afin de séparer les composantes métal et oxyde des différents éléments. La Figure 2.12 présente les décompositions des signaux Al_{2p} métallique (0) et oxydé (3+) et $Ni_{3p_{3/2}}$ et $Ni_{3p_{1/2}}$, uniquement sous forme métallique. La Figure 2.13 présente la décomposition du signal du niveau de cœur 3d du zirconium, avec les composantes métalliques $3d_{5/2}$ et $3d_{3/2}$ et les composantes oxydées (4+) $3d_{5/2}$ et $3d_{3/2}$. Les énergies de liaison reportées sont calibrées par rapport au pic C1s du carbone de contamination, positionné à 285,0 eV. L'attribution des pics est en accord avec les énergies de liaison observées sur des composés de référence [46], [47 et 48].

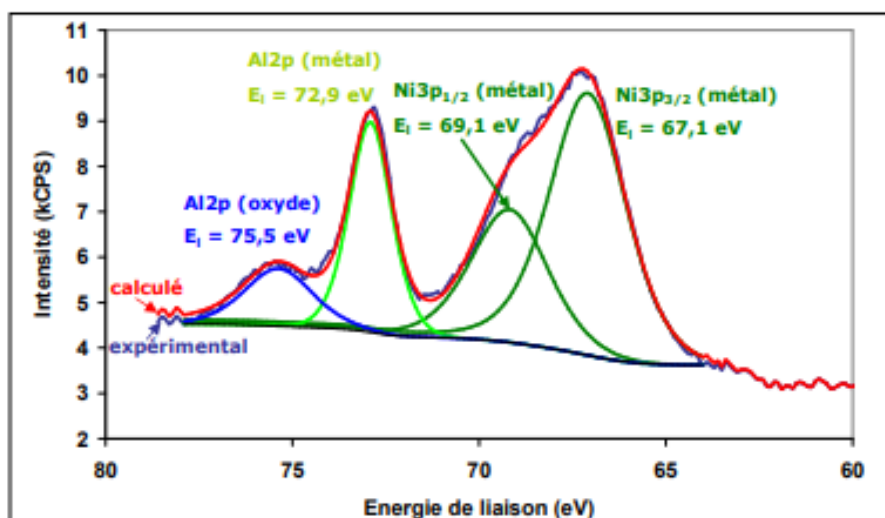


Figure 2.12 : Décomposition type d'un spectre XPS du niveau de cœur Zr_{3d} (6 min à $750^{\circ}C$ + 5 h 30 à $800^{\circ}C$) [44].

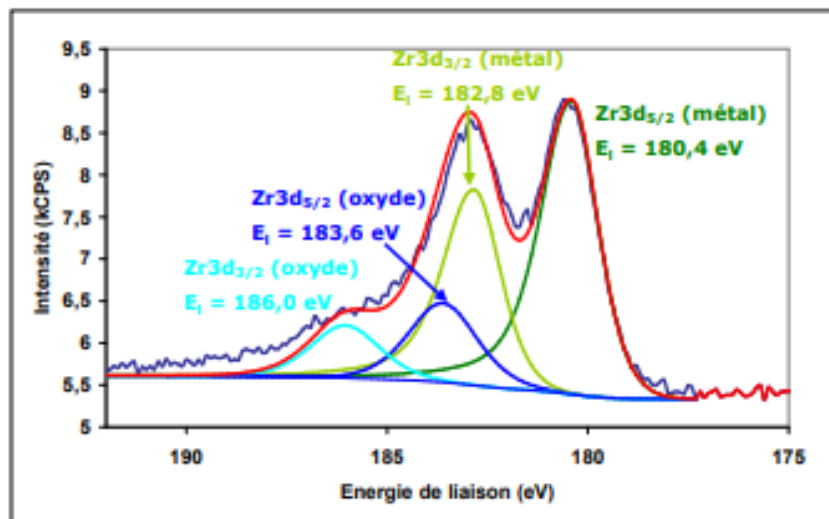


Figure 2.13 : Décomposition type d'un spectre XPS du niveau de cœur Zr3d (6 min à 750°C + 5 h 30 à 800°C) [44].

Pour pouvoir exploiter l'ensemble de ces résultats, il faut supposer un modèle représentant le matériau comme un système multicouche, et exprimer les intensités des signaux provenant des éléments de chacune de ces couches. Le modèle retenu considère un revêtement Ni_{1-x}Al_x recouvert d'une couche d'oxyde contenant de l'aluminium (Al³⁺), du zirconium (Zr⁴⁺) et de l'oxygène ; avec, entre ces deux couches, une ségrégation de Zr métallique sous forme d'îlots. À l'aide de ce modèle, on peut, à partir des intensités des composantes métal et oxyde des différents éléments, déduire la composition et l'épaisseur équivalente de l'oxyde, la composition du métal sous-jacent, et la fraction surfacique de l'interface métal/oxyde occupée par les îlots, en considérant que ceux-ci sont constitués d'une monocouche de zirconium métallique. Les calculs effectués (L'incertitude relative sur les concentrations est estimée à 20) indiquent que l'épaisseur équivalente de la couche d'oxyde, estimée à 0,3 nm, reste constante au cours du temps. L'épaisseur calculée est de l'ordre de grandeur d'une monocouche atomique. La représentation de l'oxyde par une couche continue est donc abusive (une situation plus probable est que la surface de l'alliage est partiellement couverte par des îlots d'oxyde d'une épaisseur supérieure à celle d'une couche atomique), mais constitue néanmoins une approche satisfaisante. L'absence d'évolution au cours du temps indique que les îlots d'oxyde peuvent être assimilés à la contamination résiduelle initiale de la surface en oxygène. La composition de l'oxyde correspond à de l'alumine (sous-stœchiométrique en aluminium, Al/O = 0,55) contenant du Zr oxydé, à une concentration variant de 2 (après 6 min à 750°C) à 12 at. (à la fin de la série de traitements thermiques). L'exploitation des données nous a également permis d'étudier l'évolution de la composition chimique du revêtement sur la profondeur analysée par XPS (10 nm). L'échantillon est initialement (état poli après aluminisation) sous-stœchiométrique en aluminium (40 at.), ce qui est cohérent avec les profils réalisés par microsonde électronique sur l'échantillon brut d'aluminisation (Figure 2.4). Après le dégazage (montée en température), le composé intermétallique se rapproche de la stœchiométrie NiAl (52 at. en Al). Puis, le décapage ionique étant sélectif vis-à-vis des éléments légers, il abaisse la teneur en Al à 40 at. Par la suite, quelles que soient la durée et la température du traitement thermique imposé, le métal analysé

présente une composition proche de la stœchiométrie (Al compris entre 48 et 52 at.). L'évolution de la fraction surfacique du revêtement occupée par une monocouche de Zr métallique est présentée sur la Figure 2.14.

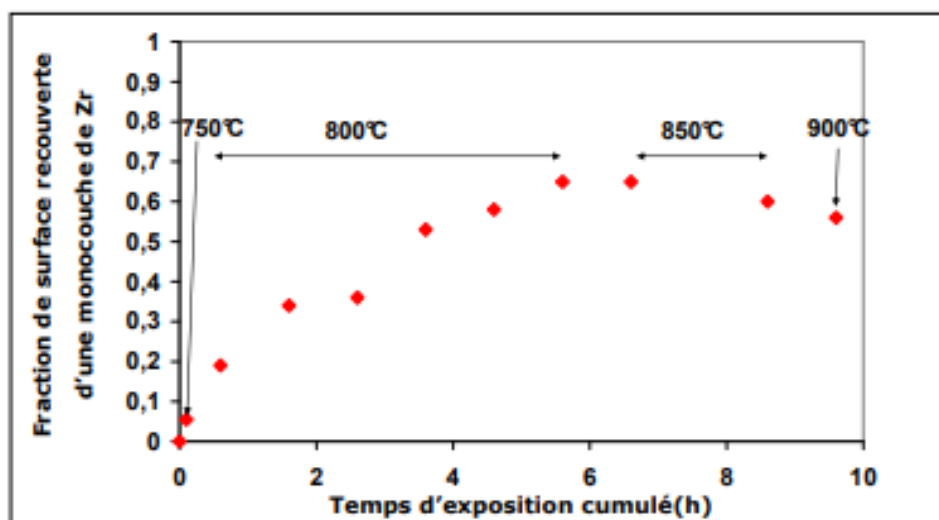


Figure 2.14 : Evolution de la fraction surfacique du revêtement recouverte par une monocouche de Zr métallique [47].

On observe que le zirconium ségrège en surface du revêtement dès les premières minutes d'exposition à 750°C. La fraction surfacique de Zr métallique augmente ensuite, puis sa croissance s'infléchit après 5 h 30 de chauffage (essentiellement à 800°C). On remarque que le chauffage poursuivi à 850°C n'accroît pas la ségrégation de Zr, et que la fraction surfacique de Zr diminue même, lorsque l'on prolonge de deux heures le traitement à cette température. Cette tendance est confirmée à l'issue du chauffage réalisé à 900°C. La ségrégation de Zr, phénomène exothermique, semble donc limitée par la cinétique pour des températures inférieures à 850°C (le taux de recouvrement de la surface augmente), et par la thermodynamique pour des températures plus élevées (arrêt de la ségrégation de Zr alors que la température est plus haute). On remarque que la fraction surfacique maximale de Zr métallique est de 65, ce qui suggère que le Zr dans cet état ségrège à la surface de l'aluminure de nickel non recouvert par des îlots d'alumine, et qu'il s'oxyde au contact de l'air résiduel. Le modèle physique de la surface du revêtement après traitements thermiques est représenté sur la Figure 2.15.

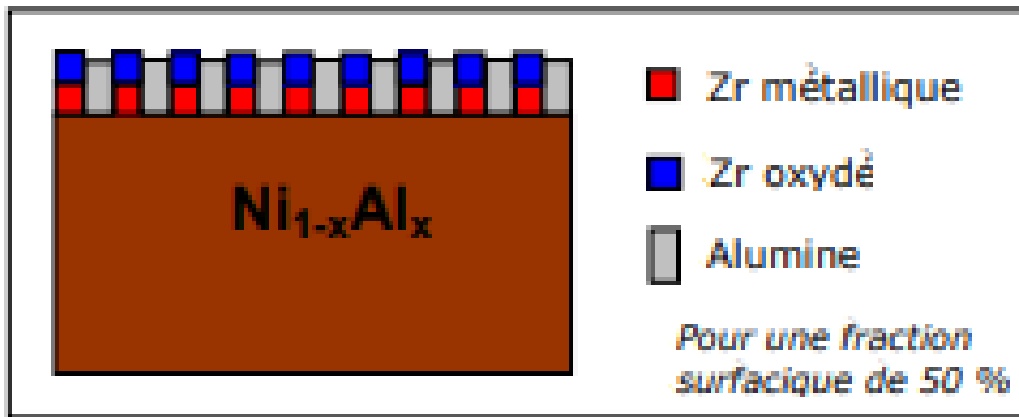


Figure 2.15 :]Modèle physique de la surface du revêtement après traitements thermiques [47].

A partir de cette étude de la ségrégation du Zr en surface de l'aluminure de nickel, nous avons cherché à estimer son coefficient de diffusion dans le revêtement obtenu par aluminisation, à 800°C (température pour laquelle nous disposons du plus d'informations), sous ultravide. Précisons qu'il s'agit ici d'évaluer un coefficient apparent de diffusion de Zr dans le revêtement NiAl (Zr), de structure polycristalline. Le calcul a été effectué en utilisant l'expression (1) [49] (solution simplifiée de l'équation de Fick) :

$$C_{(Zr)} = \frac{2C_b}{a} \left(\frac{Dt}{\pi} \right)^{0.5} \quad (2.1)$$

C_{Zr} : concentration superficielle en Zr (en at., assimilée à la fraction surfacique).

C_b : concentration à cœur en Zr (établie à 0,0025 at. en considérant la concentration atomique moyenne en Zr calculée sur les cinq premiers micromètres du spectre GDMS), a : épaisseur de la couche ségrégée (0,31 nm), D : coefficient de diffusion de Zr dans le revêtement ($m^2 \cdot s^{-1}$), t : temps (s). L'expression (2.1) suppose une concentration initiale en zirconium homogène en volume, ce qui n'est pas le cas dans notre système. Nous avons donc considéré une concentration moyennée sur les 5 premiers micromètres pour estimer l'ordre de grandeur du coefficient de diffusion. La pente de la courbe $C_{Zr} = f(t^{0.5})$ présentée sur la Figure 2.16 permet de calculer D selon l'expression (2.2).

$$D = (\pi a^2) / (4C_b^2) \times \text{pente}^2 \quad (2.2)$$

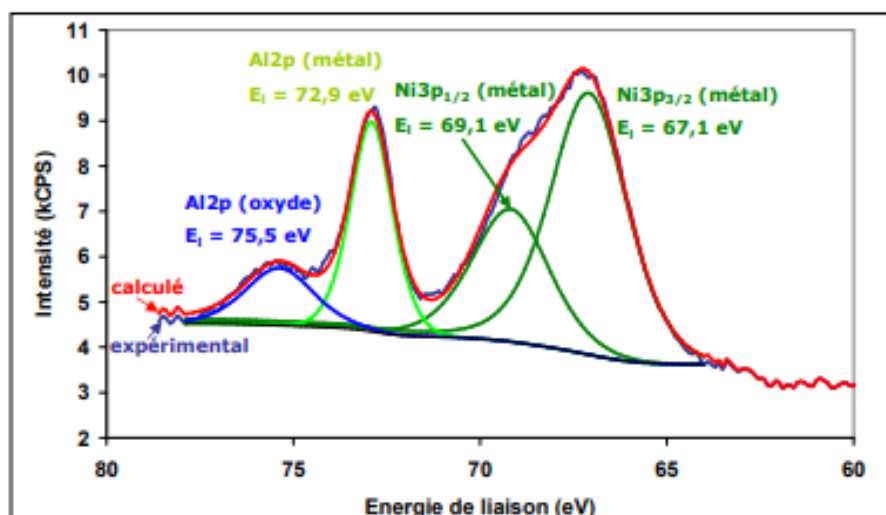


Figure 2.16 : Courbe $C_{Zr} = f(t^{0,5})$.

- Le premier point correspond à la surface décappée, le deuxième au traitement à 750°C , les autres points correspondent aux traitements à 800°C [48].

On obtient ainsi un coefficient de diffusion de $2.10 \cdot 10^{-15} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (800°C). Nous avons grâce à ces analyses mis en évidence le fait que le zirconium migre très rapidement dans le revêtement en aluminure de nickel, et qu'il ségrège en surface.

2.5.2 Etude de la diffusion de Zr dans le système AM1/NiAl (Zr)

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe 2.4.1, le zirconium ségrège en extrême surface du revêtement ; bien que peu soluble dans l'aluminure de nickel NiAl, il est très mobile dans le système AM1 revêtu de NiAl dopé au Zr. Nous avons donc cherché à préciser comment le zirconium migre dans ce système. En premier lieu, des analyses GDMS ont été réalisées sur des échantillons brut d'aluminisation, traité 1 heure à 1100°C (traitement d'homogénéisation sous $3 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$) et traité 25 heures à 1100°C ($3 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$) (Figure 2.17).

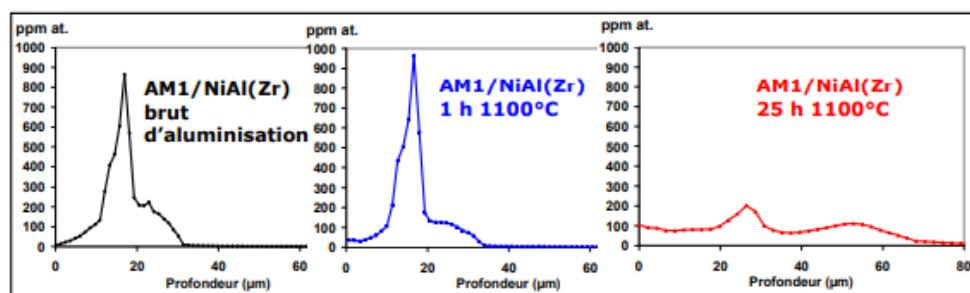


Figure 2.17 : Evolution du profil GDMS de répartition du zirconium avant et après traitement à 1100°C (1 h et 25 h) [48].

On constate que le zirconium migre à la fois vers la surface du revêtement et vers le superalliage. Après 25 heures à 1100°C , le zirconium est réparti de façon homogène dans l'épaisseur du revêtement, avec un léger enrichissement en surface. Une partie du dopant reste localisée à la limite entre la zone d'inter diffusion et le revêtement, alors qu'une autre partie s'est accumulée à la limite

entre le superalliage et la zone d'inter diffusion. A partir de l'évolution du profil expérimental de zirconium, et en prenant comme critère pour résoudre l'équation de diffusion l'atténuation du pic de concentration de Zr initial, on peut estimer le coefficient de diffusion de Zr dans le revêtement à $8.10^{-16} m^2.s^{-1}$ à $1100^{\circ}C$. Une simulation numérique 2D a été mise en place pour visualiser cette migration du zirconium et pour vérifier que le coefficient de diffusion déterminé précédemment rend bien compte de la réalité (travaux de J.-M. Dorvaux). Le modèle utilisé considère une couche de $20 \mu m$ d'épaisseur avec des grains de $30 \mu m$ représentant le revêtement, une couche de $20 \mu m$ d'épaisseur (avec des grains de $30 \mu m$ également) pour la zone d'inter diffusion (ZID), et une épaisseur de $60 \mu m$ de superalliage (monocristal supposé homogène). Initialement, la quantité totale de zirconium a été placée uniquement à l'interface entre la zone d'inter diffusion (ZID) et le revêtement, sous la forme de particules circulaires, pour reproduire ce qui a été observé sur les cartographies spectrales. La limite de solubilité de Zr dans $\beta - NiAl$ considérée pour ces simulations est de 80 ppm at sur la base de résultats expérimentaux rapportés dans la littérature [50]. Les valeurs de coefficients de diffusion choisies sont les suivantes (à $1100^{\circ}C$) :

$D_{Zr NiAl \text{ grains du revêtement}} = 10^{-15} m^2.s^{-1}$ (d'après les analyses GDMS présentées précédemment).

$D_{Zr NiAl ZID} = 0,5 \times D_{Zr NiAl \text{ grains du revêtement}}$ (évalué en sachant que la zone d'interdiffusion est de matrice $\beta - NiAl$ avec des précipités d'éléments additionnels dans lesquels la diffusion du zirconium est négligée).

$D_{Zr \text{ superalliage}} = 0,8 \times D_{Zr NiAl \text{ revêtement}}$ (choix arbitraire).

$D_{Zr \text{ joint de grains}} = 10^{-11} m^2.s^{-1}$ (choix arbitraire estimé à partir du coefficient de diffusion dans les grains).

Epaisseur d'un joint de grains considérée = 1 nm.

La Figure 2.18 illustre l'évolution de la répartition du Zr dans le modèle multicouche décrit ci-dessus, prévue par simulation avec les valeurs de coefficients de diffusion retenues.

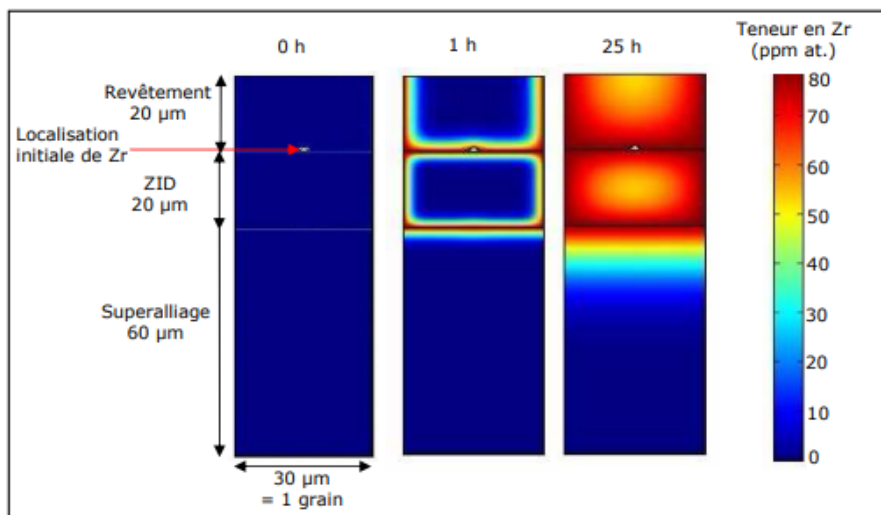


Figure 2.18 : Simulation de l'évolution du système multicouche modèle exposé 0, 1 h et 25 h à $1100^{\circ}C$ [48].

On observe que les simulations effectuées reflètent qualitativement l'évolution mise en évi-

dence expérimentalement, c'est-à-dire une répartition relativement homogène du zirconium dans l'épaisseur du revêtement $\beta - NiAl$, et une concentration plus importante de cet élément aux interfaces revêtement/zone d'inter diffusion et zone d'inter diffusion/ superalliage, ainsi qu'une diffusion progressive de Zr dans l'AM1. Ce modèle permet donc de comprendre l'accumulation de Zr à l'interface zone d'inter diffusion/superalliage remarquée sur les profils GDMS.

2.5.3 Etude de la solubilité et de la diffusion de Zr dans un NiAl Massif modèle

Pour affiner notre compréhension de la migration du zirconium dans le revêtement, nous avons cherché à connaître sa solubilité dans l'aluminure de nickel $\beta - NiAl$, ainsi que son coefficient de diffusion dans cette matrice. Pour simplifier cette étude, nous nous sommes intéressés au système ternaire NiAlZr, et plus particulièrement à la solubilité de Zr dans la phase $\beta - NiAl$ sous-stœchiométrique en Al, ceci afin de représenter au mieux le revêtement qui fait l'objet de nos travaux. Un couple de diffusion NiAl/Zr a donc été réalisé, en revêtant un substrat monocristallin poli miroir ($0,25 \mu m$) de composition $Ni_{57}Al_{43}$ (Cette composition a été choisie pour rester assurément dans les limites de la phase $\beta - NiAl$ et a été vérifiée par microsonde électronique.), d'un dépôt de Zr d'une vingtaine de micromètres, par pulvérisation cathodique triode. Nous avons ensuite effectué un traitement thermique de 100 heures à $1100^{\circ}C$ sous vide ($10^{-4} - 10^{-5}$ Pa) (Refroidissement en 2h30.) afin de faire diffuser les différents éléments, en s'affranchissant au maximum des phénomènes d'oxydation.

La Figure 2.19 présente, à gauche, une vue en coupe de ce couple de diffusion. Nous observons que le nickel et l'aluminium ont diffusé dans le dépôt de zirconium, que le zirconium a diffusé dans le substrat NiAl, et que l'interface est devenue rugueuse. La partie supérieure, gris clair, qui correspond au dépôt initial de zirconium dans lequel nickel et aluminium ont diffusé, est composée des phases Ni_2AlZr et $Al_1,5Ni_8Zr_6$ (microsonde électronique). La partie gris foncé correspond au substrat initial de $Ni_{57}Al_{43}$ dans lequel le zirconium a diffusé. A droite de la figure, est présenté le profil de concentration du zirconium dans la phase NiAl obtenu par microsonde électronique. Les « sauts » dans ce profil de diffusion du zirconium sont attribués à la présence des particules riches en Zr apparaissant en blanc sur la micrographie.

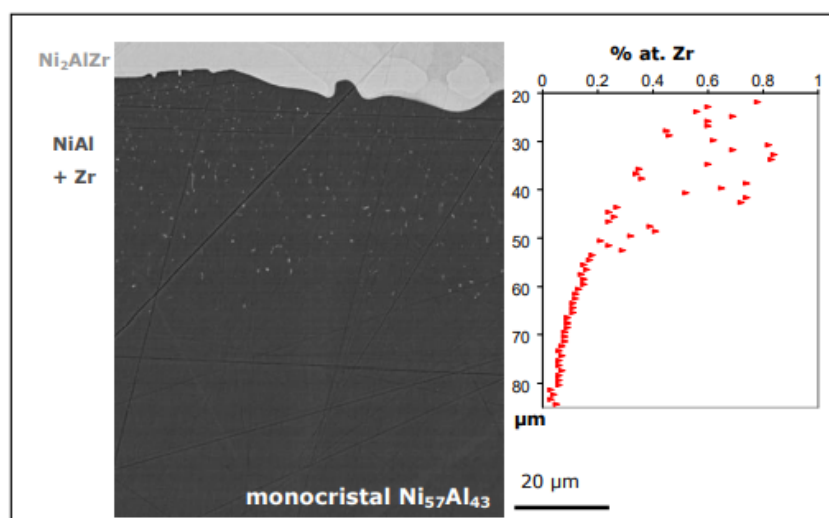


Figure 2.19 : Couple de diffusion NiAl/Zr 100 h à 1100°C, analysé par microsonde électronique [48].

Dans le cas d'un dépôt de film mince avec une concentration superficielle constante, la solution de l'équation de diffusion de Fick est la suivante :

$$\frac{C(x) - C_s}{C_0 - C_1} = \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right), \quad (2.3)$$

avec

$$\operatorname{erf}(z) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z du \exp(-u^2) \quad (2.4)$$

Les conditions aux limites sont : $t = 0, x > 0, C = C_0$; $T > 0, x = 0, C = C_s$ concentration de surface
 Dans notre cas, la concentration initiale C_0 en Zr dans le NiAl est nulle et la concentration de surface C_s correspond à la limite de solubilité de Zr dans NiAl. On déduit alors de (3) les relations suivantes :

$$\frac{C(x)}{C_s} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (2.5)$$

Soit

$$C_{Zr} = C_s \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (2.6)$$

Avec :

C_{Zr} : concentration de Zr à la profondeur x et au temps t .

C_s : limite de solubilité de Zr dans NiAl. D : coefficient de diffusion de Zr dans NiAl.

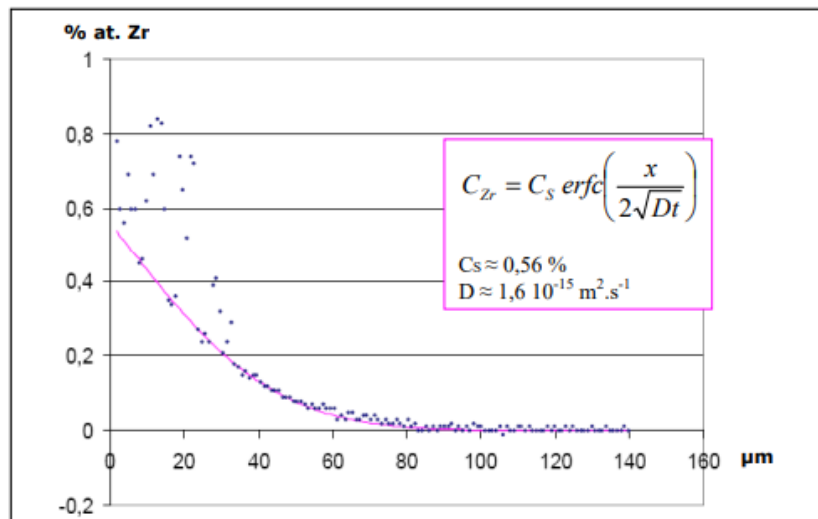


Figure 2.20 : Profil de diffusion de Zr dans le couple NiAl/Zr traité 100 h à 1100°C [48].

L'ajustement de l'équation (2.6) au profil de diffusion (Figure 2.20), en excluant les "sauts", nous a permis d'évaluer le coefficient de diffusion de Zr dans NiAl - plus précisément dans $Ni_{57}Al_{43}$

monocristallin à 1100°C à $1,6 \cdot 10^{-15} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ et d'établir sa limite de solubilité à 0,6 at. Par ailleurs, des analyses EDX ont été faites sur des bandes de $1,5 \mu\text{m}$ d'épaisseur et de $55 \mu\text{m}$ de large pour moyenner le zirconium présent dans la matrice et dans les précipités. Cette concentration moyenne de Zr varie peu dans les 10 premiers micromètres et elle est de 0,7 at. La limite de solubilité de Zr dans $\text{Ni}_{57}\text{Al}_{43}$ monocristallin à 1100°C est donc estimée à 0,6 – 0,7 at.

2.6 Conclusion

Le développement des caractéristiques mécaniques d'un superalliage doit avoir pour objectif d'augmenter sa résistance à haute température, Dans ce chapitre nous avons appris les propriétés chimiques et micro-polaires du revêtement NiAl, ainsi que le découvert de la ségrégation superficielle du zirconium, aussi nous avons étudié la diffusion et la solubilité de Zr dans le système AMI/NiAl (Zr). On a conclu que l'addition de certain éléments (comme par exemple le rhénium) a permis une forte augmentation de la résistance au glissement de l'alliage, car l'élément affecte les mouvements de dislocation par agglomération des atomes. La désulfuration de l'alumine formant le superalliage à base de nickel par recuit à l'hydrogène peut améliorer la résistance à l'oxydation cyclique.



3. Essais mécaniques et modélisation du système Barrière Thermique (SBT)

3.1 Introduction

La couche barrière thermique est certes protectrices tant qu'elle adhère, mais, en service, les fissures commencent à cet endroit, puis se propagent, entraînant le décollement de la couche de zircone, limitant la durée de vie des revêtements à base de céramique ZrO_2 . Dans ce chapitre on va voir d'abord certains des processus expérimentale auxquels nous avons présenté l'échantillon (coupe, polissage, etc.), qui est prélevé dans un réacteur à turbine à gaz d'une aube de turbine endommagée (en raison de fissures, de corrosion et/ou de fluage dans certaines zones de la surface extérieure). Dans la présente chapitre, nous avons menée vise à voir sa microstructure (couches de barrière thermique, formation d'oxyde AL_2O_3 , etc.). Après ce processus, nous le mettons dans un liquide (acide nital), qui sépare chaque couche de l'autre. La dernière étape consiste à voir la structure au microscope optique et à la comparer à ce que nous avons étudié précédemment. Finalement une modélisation numérique d'un modèle qui est été proposé, effectué par un code de calcul (Castem) basé sur la méthode des éléments finis, nous permet d'évaluer le comportement thermomécanique d'une aube de turbine dans leur environnement.

3.2 Matériau et procédure expérimentale

Du point de vue du métallographe, la préparation correcte d'un matériau composite représente un vrai défi, et la présence d'un revêtement de barrière thermique complique d'autant plus le travail de préparation d'échantillons. Dans notre étude l'échantillon étudiée est une turbine provienne d'un moteur d'avion endommagé, présentant ainsi certain défaut formelle est structurelles (Figure 3.1).



Figure 3.1 : Différents aubes de turbin a gaz d'un moteur d'avion.

3.2.1 Tronçonneuse à eaux

Il s'agit de la première opération pour réaliser un échantillon, STRUCTUR-LABOTOM, est une scie circulaire pour matériaux métalliques, non métalliques, céramiques, refroidissement par eau en circuit fermé, profondeur/hauteur de coupe 75/85 mm, manuel avancé (figure 3.2).



Figure 3.2 : Tronçonneuse à eaux.

3.2.2 Polisseuse KNUTH-ROTOR

C'est une polisseuse sous-marine qui peut utiliser 2 parties à 300 tr/min, un double plateau de 230 mm (Figure 3.3).



Figure 3.3 : Polisseuse (laboratoire de traitement thermique de l'université de Tébessa).

3.2.3 Microscope optique

Le microscope optique utilisé, ayant différents agrandissements allant de 5, 10, 20, 50, 100x motorisés avec une caméra couleur SONY haute résolution, unité de contrôle pour la microphotographie (Figure III.4).



Figure 3.4 : Microscope optique utilisé (laboratoire de traitement thermique de l'université de Tébessa).

3.2.4 Résultat de la micrographie

Les résultats des micrographies des échantillons utilisées dans cette étude est présentées dans la figure 3.5. Ces micrographies montrent que le système barrière thermique est bien exposé très claire, et que les couches représentant le système barrière thermique sont bien figurées (bien qu'avec des limitations en machine et en grossissement), formée d'une couche en céramique superficielle, suivie d'une couche de liaison interfaciale déposée sur le substrat.

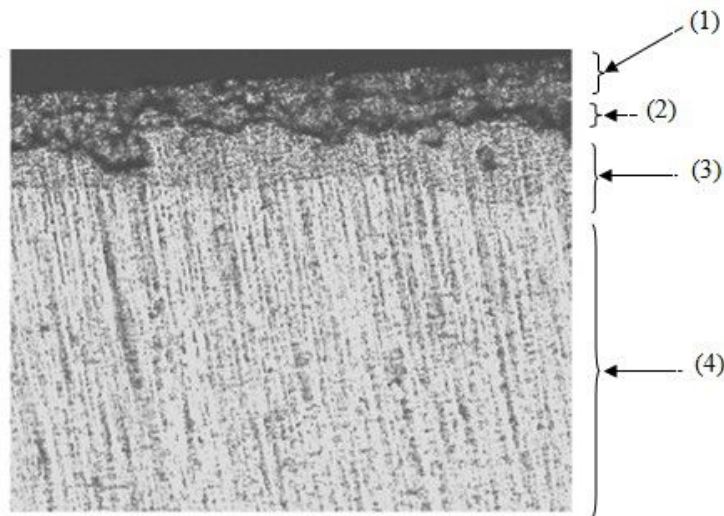


Figure 3.5 : Schéma de la microstructure d'un système barrière thermique (1) Couche céramique, (2) Couche d'oxyde, (3) Couche d'accrochage et (4) superalliage.

3.3 Modélisation du système barrière thermique

3.3.1 Présentation de la méthode des éléments finis (MÉF)

C'est une manière numérique de résoudre certains des problèmes de physique. C'est une méthode qui permet de déterminer une solution approchée sur un domaine spatial, c'est-à-dire qui permet de calculer un champ (de scalaires, de vecteurs, de tenseurs) qui correspond à certaines équations et à certaines conditions imposées. La méthode consiste à découper le domaine spatial en petits éléments, également appelés mailles, et à rechercher une formulation simplifiée du problème sur chaque élément, c'est-à-dire à transformer le système d'équations quelconque en un système d'équations linéaires. Chaque système d'équations linéaires peut se représenter par une matrice. Les systèmes d'équations pour tous les éléments sont ensuite rassemblés, ce qui forme une grande matrice ; la résolution de ce système global donne la solution approchée au problème. La quantité de calculs nécessite l'emploi d'un ordinateur.

3.3.2 Présentation du code de calcul (CASTEM)

CASTEM 2000 est un code de calcul pour l'analyse de structures par la méthode des éléments finis. Ce code a été développé par le Département Mécanique et Technologie (DMT) du Commissariat français à l'Energie Atomique (CEA). Le développement de CASTEM 2000 entre dans le cadre d'une activité de recherche dans le domaine de la mécanique dont le but est de définir un instrument de haut niveau, pouvant servir de support pour la conception, le dimensionnement et l'analyse de structures et de composants, dans le domaine du nucléaire comme dans le secteur industriel classique. Dans cette optique, CASTEM 2000 intègre non seulement les processus de calculs proprement dits mais également les fonctions de construction du modèle (pré-processus) et les fonctions de traitement des résultats (post-traitement). CASTEM 2000 est un programme que l'utilisateur peut adapter à ses besoins pour résoudre ses propres problèmes.

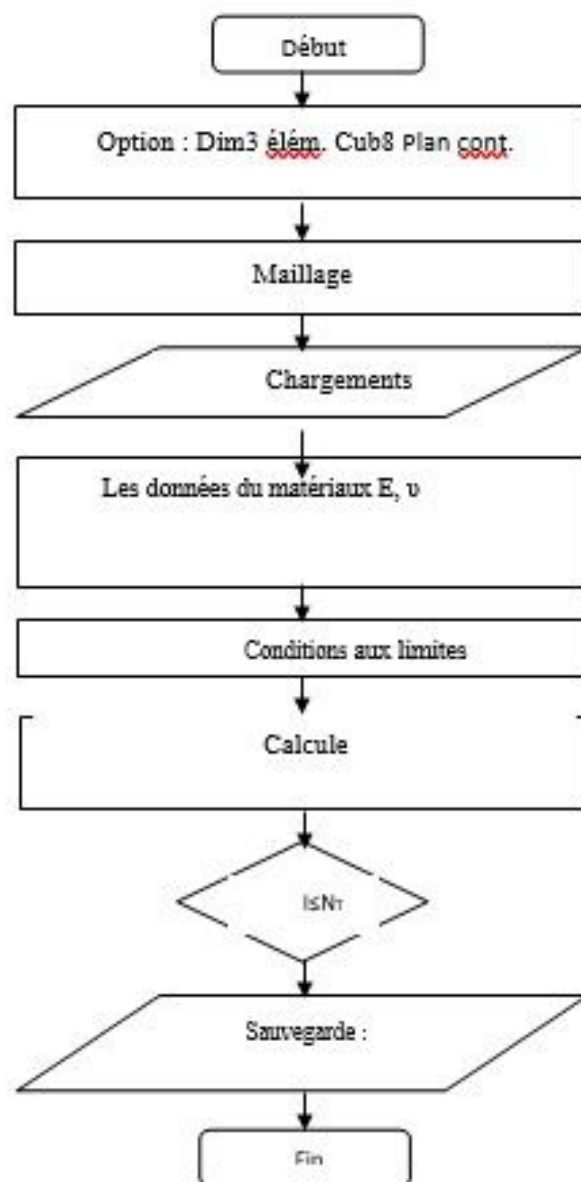


Figure 3.6 : Organigramme du programme principale.

3.3.3 Etapes de modélisation

3.3.3.1 Définir l'objectif

Cette étape est primordiale car les éléments finis offrent un cadre extrêmement riche pour modéliser les produits, leurs environnements et les phénomènes qui s'y déroulent, plus encore que d'autres techniques de simulation. Le concepteur peut généralement effectuer de très nombreux choix susceptibles d'influer sur le résultat, et ces choix doivent être guidés en premier lieu par l'objectif de l'étude, qu'il s'agisse de la finesse d'un maillage, de la modélisation d'une action de contact, ou encore du comportement d'un matériau...

3.3.3.2 Choisir une théorie et des modèles de comportements

En éléments finis, la théorie est obtenue par la discrétisation d'une théorie continue, par exemple issue de la physique des milieux continus. Nous nous limitons ici à la statique des solides déformables en petites perturbations et à des modèles de comportements élastiques linéaires.

- La théorie continue peut être n'importe quelle théorie de la mécanique des milieux continus. En éléments finis (et, de manière générale, en simulation numérique), lorsque plusieurs théories conviennent, il est généralement judicieux de choisir la plus simple, car cela permet d'abaisser les coûts des calculs de façon parfois considérable sans pour autant nuire à la pertinence des résultats, la ressource " Choix raisonné du degré de complexité du modèle » illustre ce propos pour les théories des poutres et des coques.
- La discrétisation, quant à elle, dépend du maillage, c'est-à-dire du modèle du produit (étape 4).

3.3.3.3 Choisir un solveur

En statique linéaire tous les logiciels d'éléments finis appliquent la même méthode de simulation. En revanche, tous les logiciels ne proposent pas les mêmes types d'éléments, ou encore les mêmes modèles d'environnements. Le choix d'un logiciel peut donc influencer sur les résultats de la simulation, mais uniquement par le biais du choix des modèles. A cela s'ajoutent les considérations liées à l'ergonomie (qui peuvent être déterminantes, surtout en formation, vu la difficulté d'apprentissage de certains logiciels) et, naturellement, au coût.

3.3.3.4 Modéliser la structure

La plupart du temps cette étape s'appuie sur une maquette numérique existante et fait appel à un meilleur automatique. La réalisation du maillage s'effectue alors en trois temps et consiste à :

- Adapter la géométrie à la théorie utilisée (en extrayant la ligne moyenne dans le cas de la théorie des poutres ou en prenant en compte des symétries) et aux contraintes techniques de la méthode (en supprimant des petits détails trop difficiles à mailler, par exemple).
- Choisir le type et la taille des éléments en fonction de l'objectif, de la géométrie à modéliser et de l'allure des champs à représenter.
- Générer et contrôler le maillage.

3.3.3.5 Modéliser l'action de l'environnement sur le produit

En éléments finis, il s'agit souvent de la principale cause des écarts observés entre les résultats de la simulation et la réalité. En effet, de nombreux modèles d'environnement proposés dans les logiciels possèdent des domaines de validité très restreints, que les utilisateurs respectent rarement en pratique. Une méthode permettant, lorsqu'elle est applicable, d'éviter cet écueil est proposée dans la ressource « Le modèle de modélisation d'un produit par éléments finis : 4. Modélisation du monde extérieur ».

3.3.3.6 Procédure de calcul

Cette étape est réalisée automatiquement par le logiciel et, sous les hypothèses de cette ressource, ne contribue généralement pas aux écarts. Toutefois, le post-traitement des résultats est régulièrement à l'origine d'erreurs d'interprétation, notamment en ce qui concerne les champs de contrainte, et peut masquer des écarts dus à la discrétisation.

3.3.3.7 Diagnostiquer et contrôler la qualité Les logiciels de simulation comportent de nombreux outils d'aide au diagnostic, pouvant aider à éliminer ou maîtriser certaines sources d'écarts.

- En ce qui concerne la modélisation, la plupart des logiciels proposent des outils semi empiriques capables d'aider l'utilisateur à maîtriser l'écart dû à la discrétisation.
- En ce qui concerne les fautes, les logiciels vérifient généralement que les modèles respectent les règles de la théorie (i.e. un modèle non équilibré en statique ou un maillage invalide, par exemple, provoquent un message d'avertissement) et sont testés afin de ne pas commettre d'erreurs de calcul significatives. L'utilisation de ces outils permet de faciliter le diagnostic : seules la modélisation proprement dite (c'est-à-dire le passage du réel aux modèles) et certaines fautes de l'utilisateur (dont, notamment, l'interprétation des résultats) restent fondamentalement hors de portée des logiciels. Dans la liste ci-dessus, nous avons omis l'étape d'observation/identification des phénomènes, étant donné qu'elle ne présente aucune particularité par rapport aux autres techniques de simulation. A la place, nous avons fait figurer la définition de l'objectif qui, quant à elle, guide fortement chacun des choix effectués lors de la modélisation, plus encore que dans d'autres techniques.

3.3.4 Caractéristiques des matériaux

Le modèle de comportement choisi nous indique alors les différentes caractéristiques physiques ou mécaniques à préciser. Par exemple pour un modèle THERMIQUE ISOTROPE on devra fournir la conductivité thermique ; masse volumique et le coefficient d'échanges thermiques.

3.3.5 Condition aux limites et chargement

La définition des conditions aux limites et des chargements imposés à l'élément étudié est essentielle à la résolution de tout problème élément fini.

Par exemple, pour un problème thermique, les conditions aux limites pourront être des températures imposées ou des flux imposés.

3.3.6 Modèle EF utilisé

Dans cette partie on traite un problème de conduction de la chaleur en deux dimensions d'un cylindre qui présente un système barrières thermique possède trois couches. Selon les hypothèses suivantes : Couche substrat de épaisseur $e_1 = 2000\mu m$ et longueur $l = 100mm$ Couche intermédiaire d'épaisseur $e_2 = 50\mu m$ Couche de revêtements d'épaisseur $e_3 = 200\mu m$.

Le domaine d'étude peut être représenté suivant la forme de la figure 3.1 proposé par J. Cormier (ATER – LMPM/ENSMA, UMR CNRS 6617 - 2007).

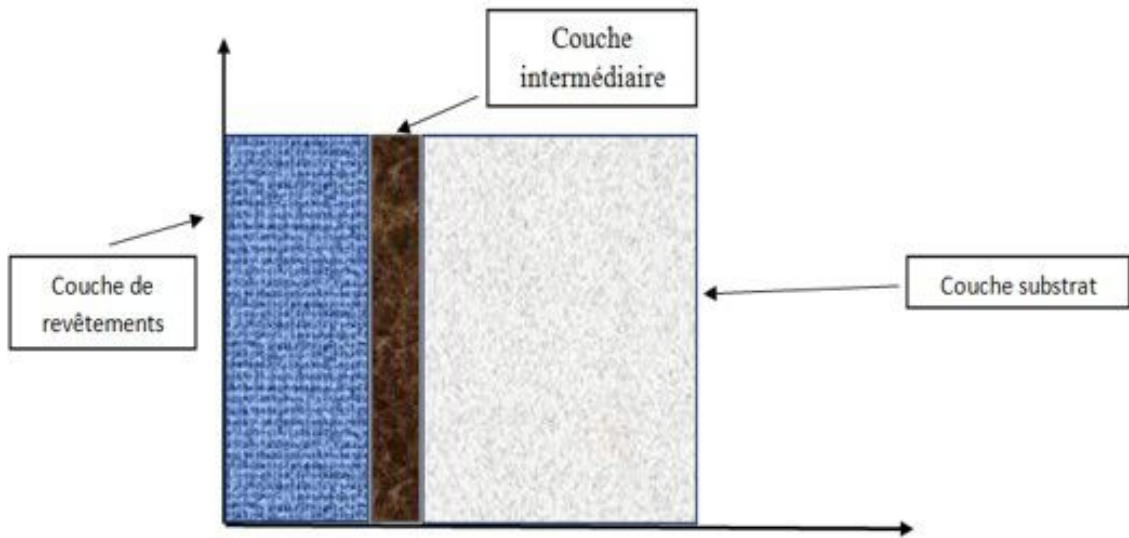


Figure 3.7 : Structure d'un SBT.

Ce modèle contient trois couches essentielles ; une couche de substrat, une couche intermédiaire et une couche de revêtements avec leurs caractéristiques représentées dans le tableau 3.1 suivant :

Tableau 3.1 : Caractéristiques thermiques et mécaniques des couches formant le SBT.

Couches	Propriétés mécaniques		Propriétés thermique		
	E (MPa)	ν	K (W/m.K)	H (W/m ² c)	α [K ⁻¹]
Substrat(Ni)	214000	0.31	91		$13 \cdot 10^{-6}$
Intermédiaire (NiAl ₂ O ₃) (NiZrO ₂)	302000 207000	0.29	(10,9à500°C) (6,2à1000°C)	48000	$10.15 \cdot 10^{-6}$ $12 \cdot 10^{-6}$
Revêtements (Al ₂ O ₃) (ZrO ₂)	390000 200000	0.27	(2,5 à 3)		$7,3 \cdot 10^{-6}$ $11 \cdot 10^{-6}$

3.4 Modélisation numérique de la structure aube de turbine

3.4.1 Position du problème

La modélisation numérique dans cette partie traite un problème thermomécanique y compris notre système barrières thermique, piloté par une sollicitation thermique régie par le transfert de la chaleur par conduction (arrivée de l'aire chaud évacué par le réacteur à combustion) et une sollicitation mécanique régie par les force centrifuges de traction concentrées à la tête de la turbine (Figure 3.7) et force de pression sur la surface longitudinale de la turbine provient de l'aire chaud, et ceux en trois dimensions.

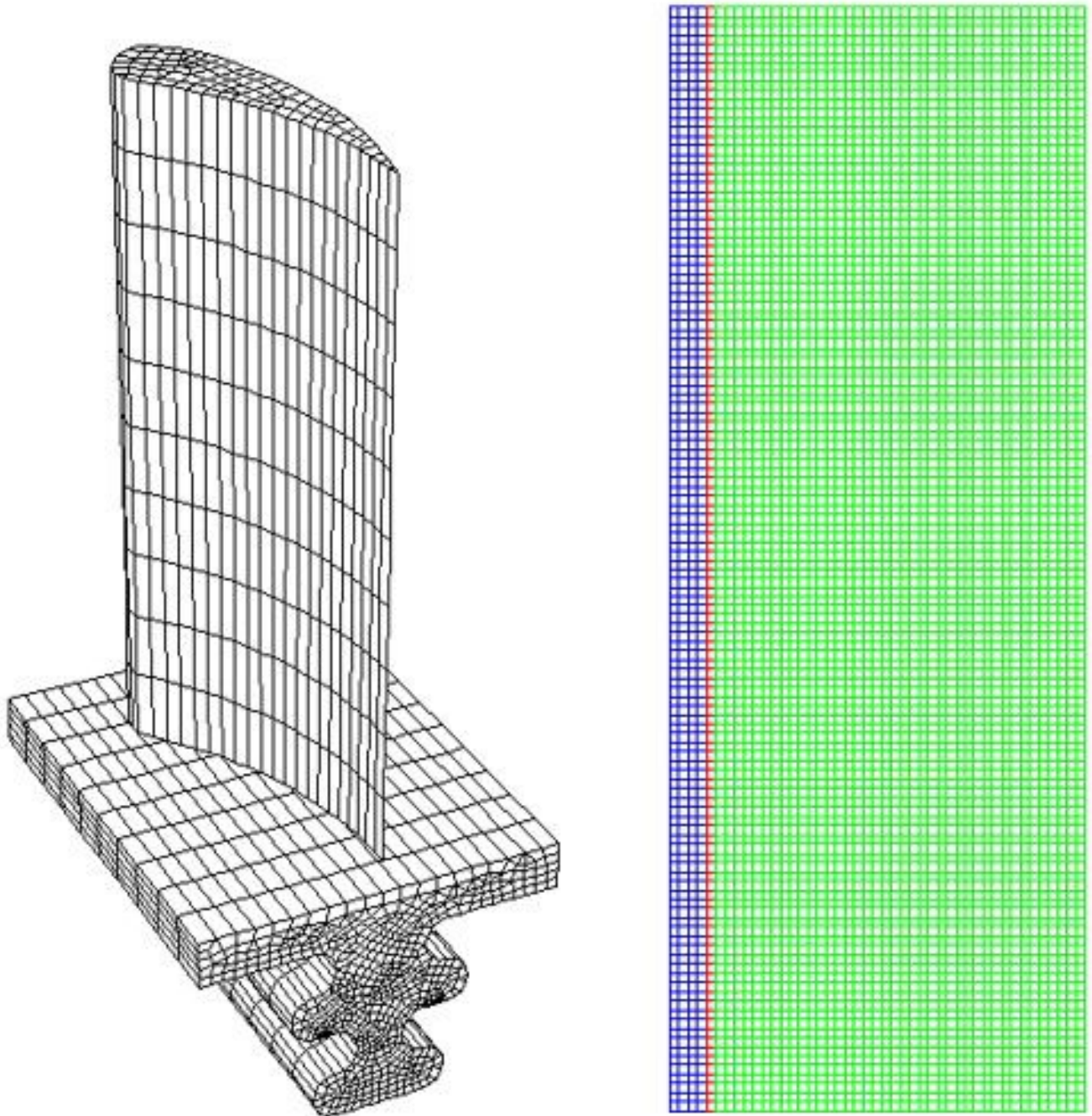


Figure 3.8 : a) modèle réel b) Modèle réduit Pour simplifier les calculs la modélisation s'effectue avec un modèle élément finis en 2D, le maillage est fait automatiquement avec un élément finis quadratique à 8 nœuds (pour plus de précision) pour occuper le maximum des endroits et/ou pour gérer la courbure des couches..

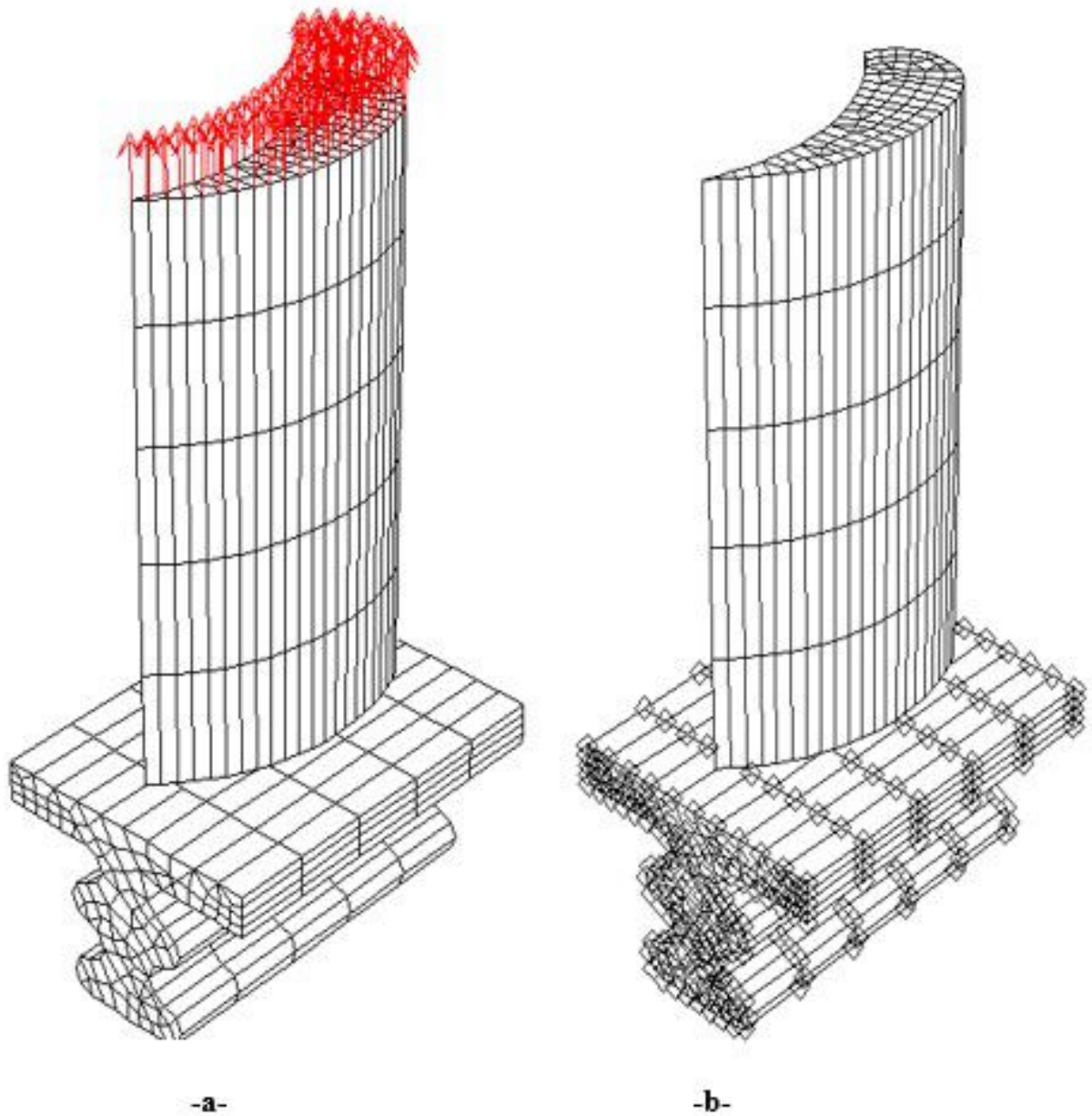


Figure 3.9 : a) chargement mécanique, b) conditions aux limites.

Nous avons choisi ici la simulation de l'essai de traction car elle traduit l'influence des efforts.

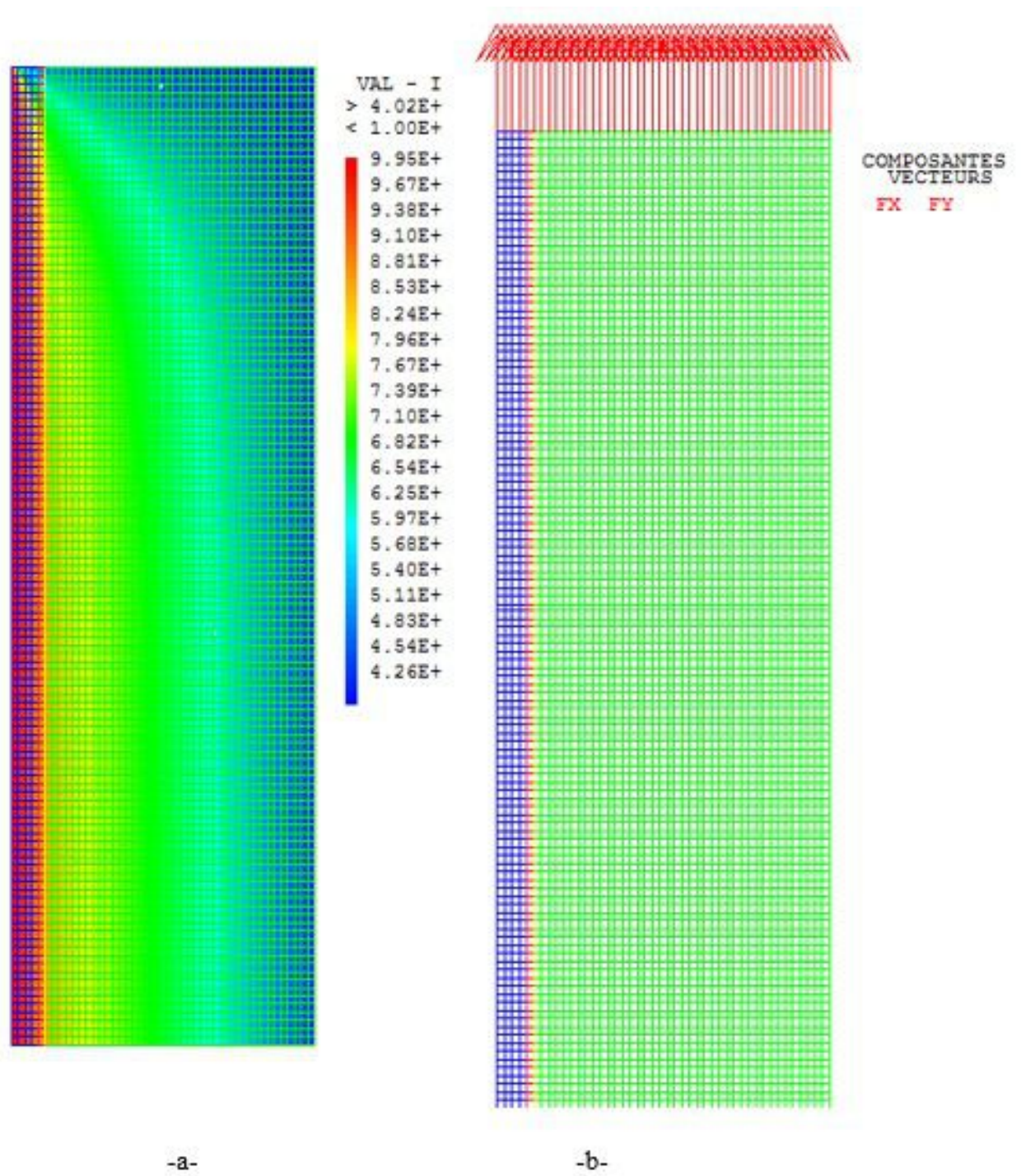


Figure 3.10 : a) Distribution de la température, b) Force de traction 2D.

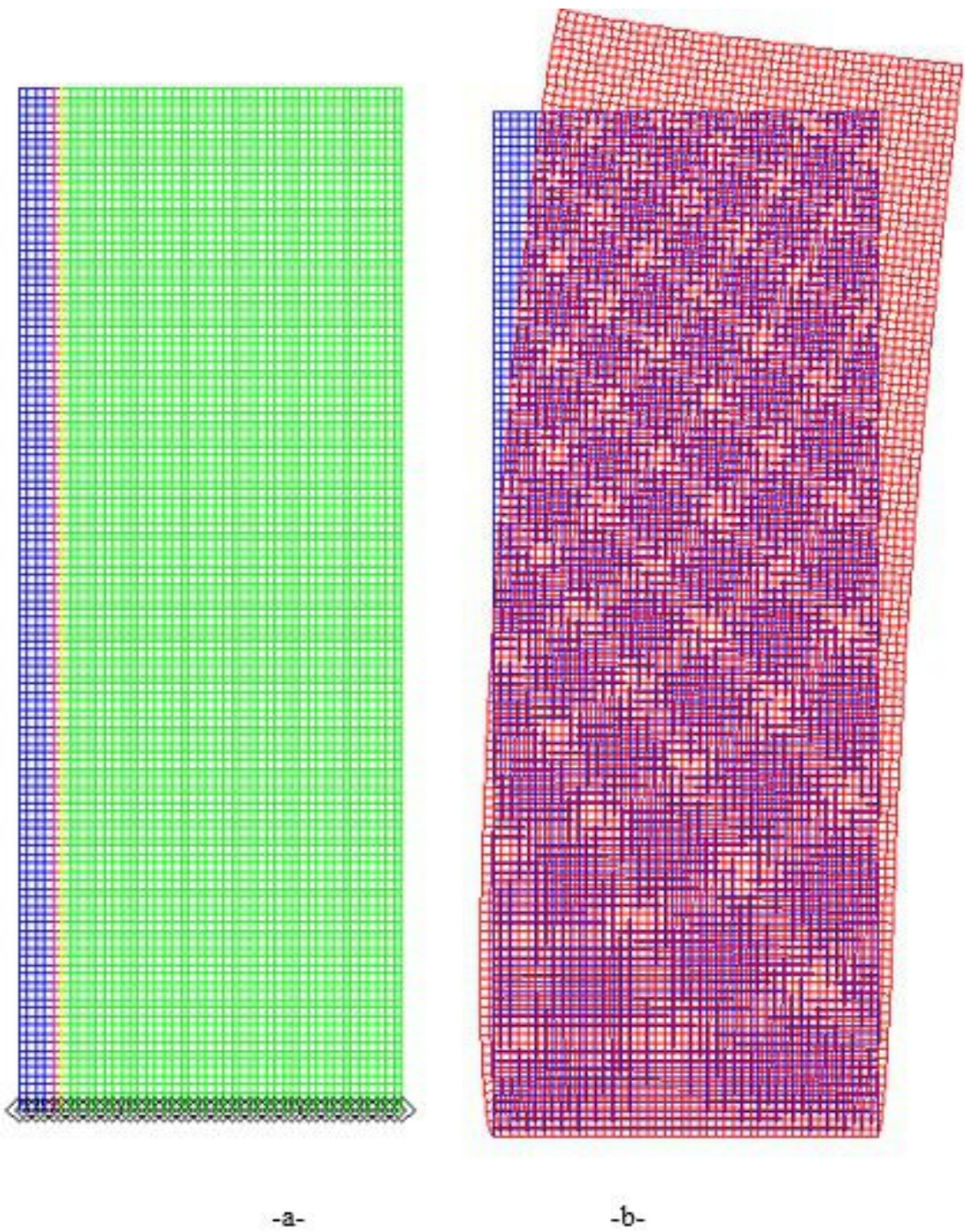


Figure 3.11 : Encastrement et b) Déformation en 2D.

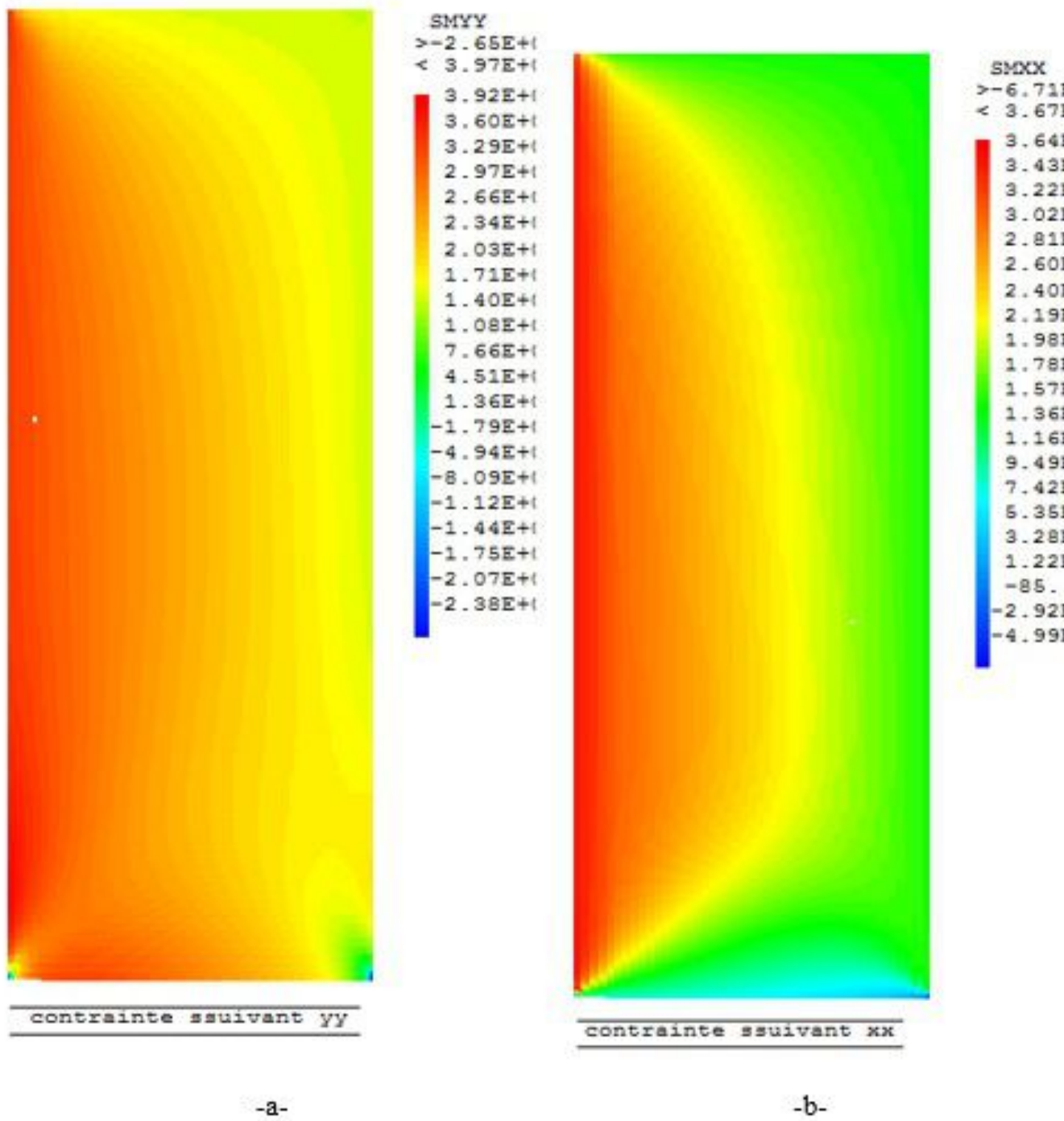


Figure 3.12 : a) Contrainte suivant yy et b) contrainte suivant xx.

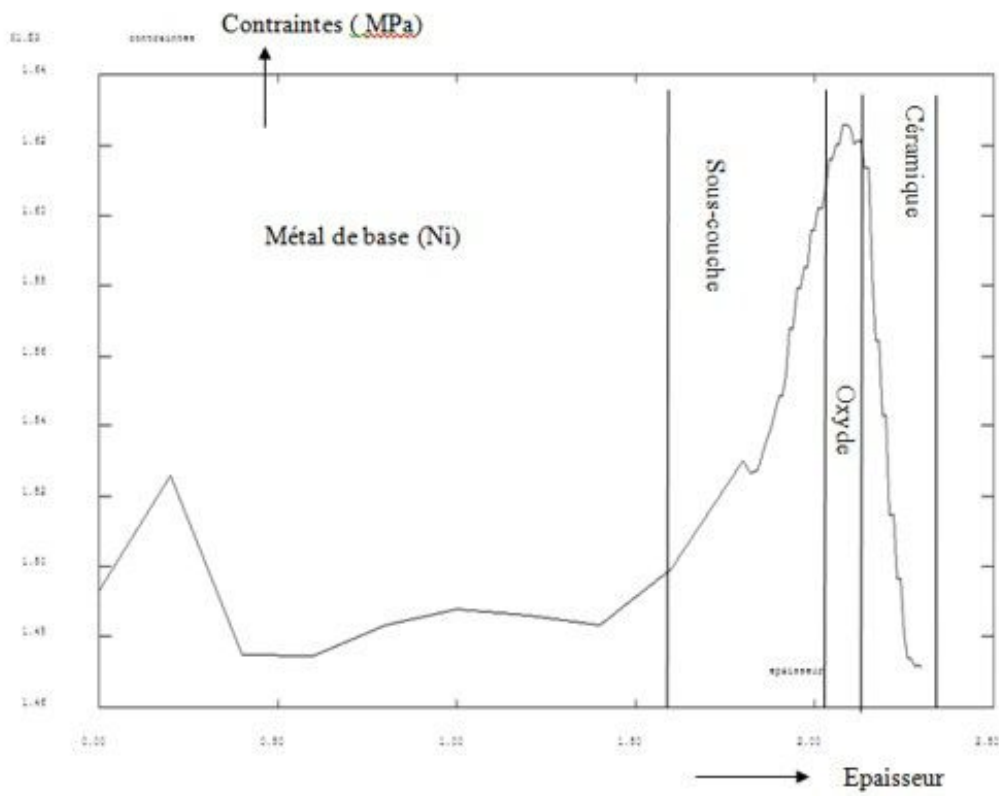


Figure 3.13 : Courbe Contrainte en fonction de l'épaisseur T.

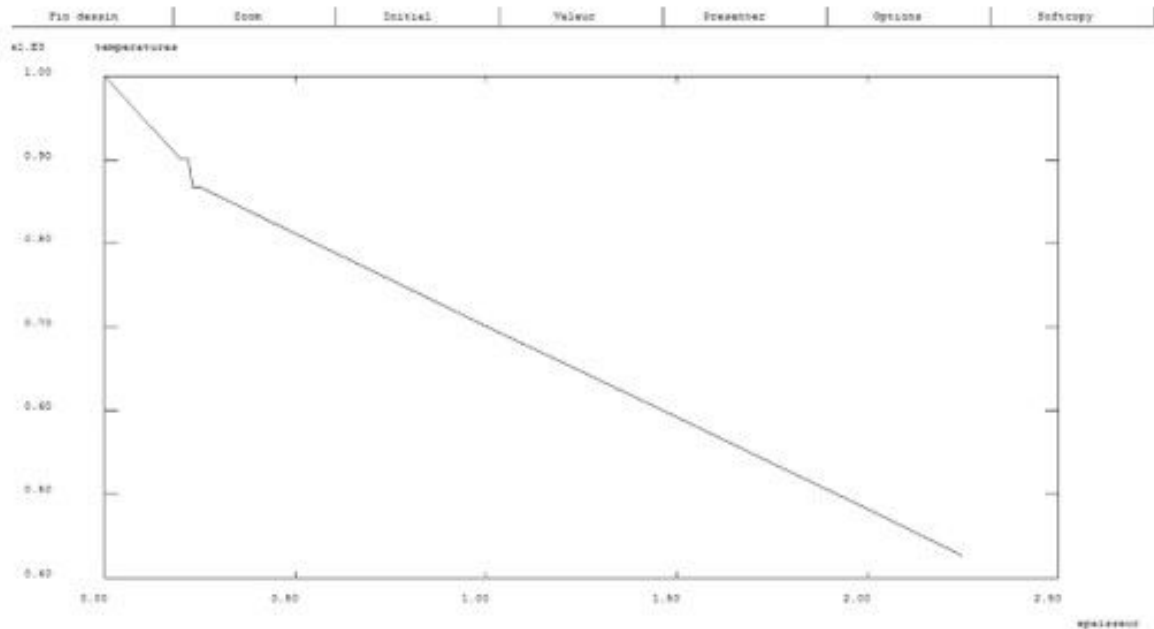


Figure 3.14 : Courbe Température en fonction de l'épaisseur.

Discussion

- Les résultats proviennent de la simulation montre que la couche la plus touchable est celle de la couche intermédiaire, on constate que cette couche est soumise à des concentrations de contraintes croissantes motivées par des contraintes thermiques et des contraintes mécaniques qui se traduisent au sommet des aspérités par des contraintes de traction, lesquelles peuvent entraîner une déformation de l'interface, elles peuvent également entraîner une fissuration à l'interface barrière/substrat. Différents essais de simulation en traction sur le modèle élément fini avec différentes épaisseurs de la couche barrière thermique montrent que les contraintes de traction et en augmentation au fur et à mesure que l'épaisseur évolue, conduisant à l'écaillage de la couche de zircone, ce qui est montré dans la littérature [52].
- La température d'utilisation dans la réalité est celle utilisée par notre logiciel qui est égale à 1000°C , dans la figure température – épaisseur, la couche barrière thermique a diminué le gradient de la température de 200°C ce qui confirme la réalité (leur rôle).
- La comparaison entre les deux dernières figures montre une très belle confusion entre notre modèle et celle de la littérature (bon déroulement de la programmation en élasticité).

3.5 Conclusion

Les aubes de turbines revêtues du système barrière thermique, utilisées dans les moteurs aéronautiques, sont des éléments très fortement sollicités et sont soumis à une grande variété de chargements mécaniques et thermiques. Les différents comportements des matériaux constituant le système barrière thermique ont été identifiés à partir de données provenant de la littérature. La couche barrière thermique est en effet protectrice tant qu'elle est adhérente, mais, en service, des fissurations s'amorcent à cet endroit, puis elles se propagent, conduisant à l'écaillage de la couche de zircone, ce qui limite la durée de vie de ce type de revêtements. Pour décrire l'évolution des contraintes d'endommagement (écaillage) de la couche d'oxyde en fonction de l'épaisseur de l'oxyde, les simulations numériques sont devenues indispensables. Le modèle éléments finis couplant les phénomènes mécaniques et phénomènes thermiques nous a permis d'accéder au champ de contraintes et de déformations locaux et de simuler la croissance de la couche d'oxyde. Cela nous a donné une vision primordiale d'utiliser des nouveaux matériaux pour des extrêmes conditions et dans des différents secteurs et de prolonger leur durée de vie. Finalement, de récentes publications (Evans et al (2001), Tolpygo et al (2000),... etc) ont montré qu'il existe au point de vue numérique un très bon coalescence avec celle de notre modèle.



Conclusion Générale

Les aubes de turbines revêtues du système barrière thermique, utilisées dans les moteurs (aéronautiques, ou de production d'énergies) sont des éléments très fortement sollicités et sont soumis à une grande variété de chargements mécaniques et thermiques. Les différents comportements des matériaux constituant le système barrière thermique ont été identifiés à partir de données provenant de la littérature.

L'objet des travaux présentés dans cette mémoire était l'évaluation du comportement thermomécanique du système barrière thermique protégeant ainsi l'aube de turbine qui est utilisée pour l'évacuation ou la mise en entrée des gaz d'admission ou d'échappement dans les réacteurs aéronautiques. Cette évaluation comprend l'identification de la microstructure et la modélisation de l'endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques, et étudier la distribution de la température et des contraintes à travers les couches des revêtements constituant le système barrière thermique.

Pour décrire l'évolution des contraintes d'endommagement (écaillage) de la couche d'oxyde en fonction de l'épaisseur de l'oxyde, les simulations numériques sont devenues indispensables. Le modèle éléments finis couplant les phénomènes mécaniques et phénomènes thermiques nous a permis d'accéder au champ de contraintes et de déformations locaux et de simuler la croissance de la couche d'oxyde.

Les résultats des micrographies des échantillons utilisés dans cette étude montrent que le système barrière thermique est bien exposé très clairement, et que les couches représentant le système

barrière thermique sont bien figurées, formée d'une couche en céramique superficielle, suivie d'une couche de liaison interfaciale déposée sur le substrat.

La modélisation numérique basée sur la MEF et en utilisant le logiciel CASTEM permet de résoudre, simplifié et traiter notre problème de façon correcte et précis. Le calcul est réalisé en deux étapes : un calcul thermique (variable de température) dues au phénomène de transfert de chaleur par convection entre l'air chaud et la couche des céramiques, et par conduction entre les trois couches de l'aube , pour obtenir la distribution de température dans la structure. De plus un calcul mécanique (déplacements, contraintes, déformations) due aux forces de traction et de flexion avec prise en compte du chargement thermique que l'on calcule à partir des résultats du calcul thermique.

La distribution de la température dans la surface du turbine suite une ligne descendante de l'extérieure (couche céramique / couche intermédiaire) vers l'intérieur (couche substrat), avec une variation linéaire dans chaque couche, les deux couches de revêtement (de oxyde de zirconium et alumine et NiAl_2O_3 et NiZrO_2) permettent de protéger la couche substrat (de Nickel) contre l'augmentation de la température et les contraintes engendrée dans l'aube.

Les sollicitations combinées entre les forces mécaniques engendrées par la force de traction et flexion de l'aube et l'augmentation de la température engendrée par l'air chaud permettent de générer des déformations ou elle reste toujours dans la phase élastique.

La distribution des contraintes totale suivant l'axes (x,x) et (y,y) est concentrées dans la couche intermédiaire (des oxydes), les contraintes les plus élevés sont trouvées sur la couche d'oxyde ou l'effet de la traction et flexion et de la température sont prise en compte.

Annexe

Les analyses par DRX

Le diffractomètre utilisé au département DMSM de l'Onera est de type PW 1710 PhilipsTM en montage Bragg-Brentano $\theta - 2\theta$. Le générateur de rayons X utilisé est un PhilipsTM Analytical PW 3830 à anticathode de cuivre excitée à 40 kV - 30 mA. Le monochromateur arrière sélectionne les raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du cuivre ($\lambda = 0,154056$ nm et $\lambda = 0,154439$ nm respectivement) et supprime le rayonnement de fluorescence. Les diagrammes expérimentaux sont comparés aux fiches de la base de données JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) [53].

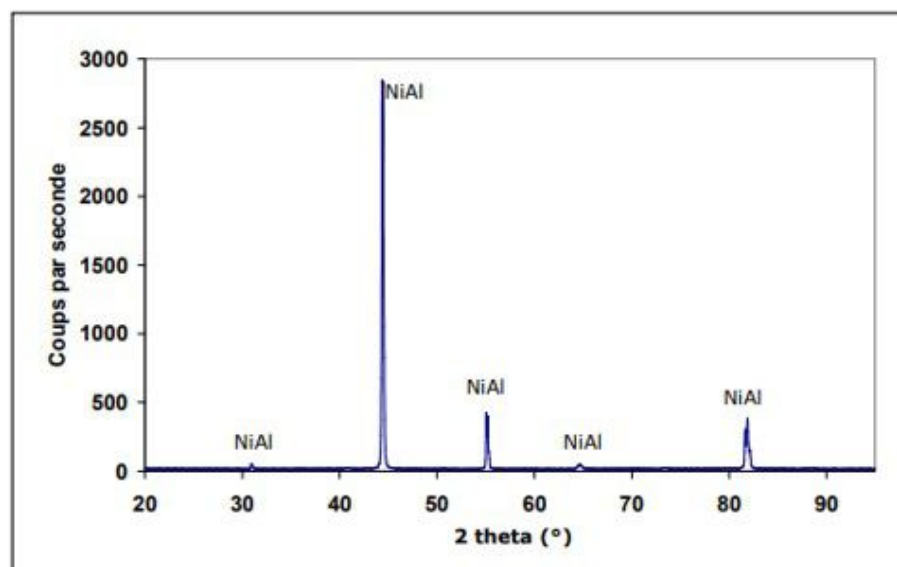


Figure A.1. Diagramme d'un échantillon AM1/NiAl (Zr) brut d'aluminisation

Les diagrammes des échantillons AM1/NiAl et AM1/NiAl (Zr) sont similaires, exceptés les rapports d'intensité des raies.

Le fait que les intensités théoriques ne sont pas respectées, et ce de manière différente d'un échantillon à un autre, est dû à la grande taille de grains des revêtements ($30\ \mu\text{m}$) qui entraîne une faible statistique [53].

La technique GDMS (Glow Discharge Mass Spectrometry)

La spectrométrie de masse à décharge lumineuse fournit essentiellement une mesure de la concentration de tous les éléments mineurs présents dans l'échantillon. Tous les éléments atomiques sont quantifiables, même à des concentrations très faibles.

L'échantillon est porté à un potentiel négatif (- 1 kV) dans une cellule fermée et est bombardé par des ions argon (Ar+). Les atomes sont arrachés et ionisés par échange de charge.

Une partie des cations obtenus est extraite de la cellule, les autres sont attirés par l'échantillon. Les cations extraits sont accélérés, puis séparés par un analyseur magnétique et électrostatique, en fonction de leurs masses.

La mesure du courant relatif à chaque masse permet de déterminer la composition de l'échantillon. Les références en courant sont réalisées à partir de matériaux de référence certifiés. Cette mesure permet de déterminer des concentrations variantes entre la ppm et le pourcentage massique.

L'incertitude sur la mesure est de ± 20 mass. Quels que soient l'élément atomique et sa concentration. L'imprécision est donc très importante pour les éléments majoritaires [53].

Les cartographies spectrales

Pour obtenir des cartographies spectrales, une image électronique MEB/BSE du champ à analyser est réalisée, puis on acquiert un spectre EDX en chaque point de cette image. On définit sur le spectre général de l'échantillon (cumulé sur tout le champ observé) des plages d'énergie correspondant à chacun des éléments présents (appelées régions d'intérêt : ROI).

A partir de l'ensemble de ces données spectrales, il est possible de construire des cartes de répartition des différents éléments chimiques sur l'ensemble du champ analysé. L'amélioration significative de cette technique par rapport à l'imagerie X conventionnelle est la possibilité de déterminer a posteriori la composition chimique d'une zone déterminée. En effet, on peut récupérer après l'expérience les spectres relatifs à une particule donnée, et les traiter de manière quantitative. Il faut toutefois se rappeler que la poire d'analyse est toujours de l'ordre de $1\ \mu\text{m}^3$, ce qui peut induire des « erreurs » dans l'analyse chimique quantitative de petites particules [53].

La technique XPS (Spectroscopie de Photoélectrons induits par Rayons X)

La spectroscopie de photoélectrons induits par rayons X est une méthode d'analyse chimique des surfaces qui permet de déterminer la composition chimique d'une surface (la profondeur analysée est de l'ordre de 10 nm), ainsi que les degrés d'oxydation des différents éléments présents. Elle a été développée dans les années 1950 par l'équipe du professeur K. Siegbahn, prix Nobel de physique en 1981 [53].

Le principe de l'analyse XPS repose sur la photoémission. Lorsqu'un atome absorbe un photon X, il reçoit une quantité d'énergie $h\nu$ et émet un électron. L'électron émis, qui était lié à l'atome avec une énergie de liaison E_l , est éjecté avec une énergie cinétique E_c . Ces énergies sont reliées par l'équation suivante :

$$h\nu = E_c + E_l + \Phi_s$$

avec Φ_s : travail de sortie du spectromètre

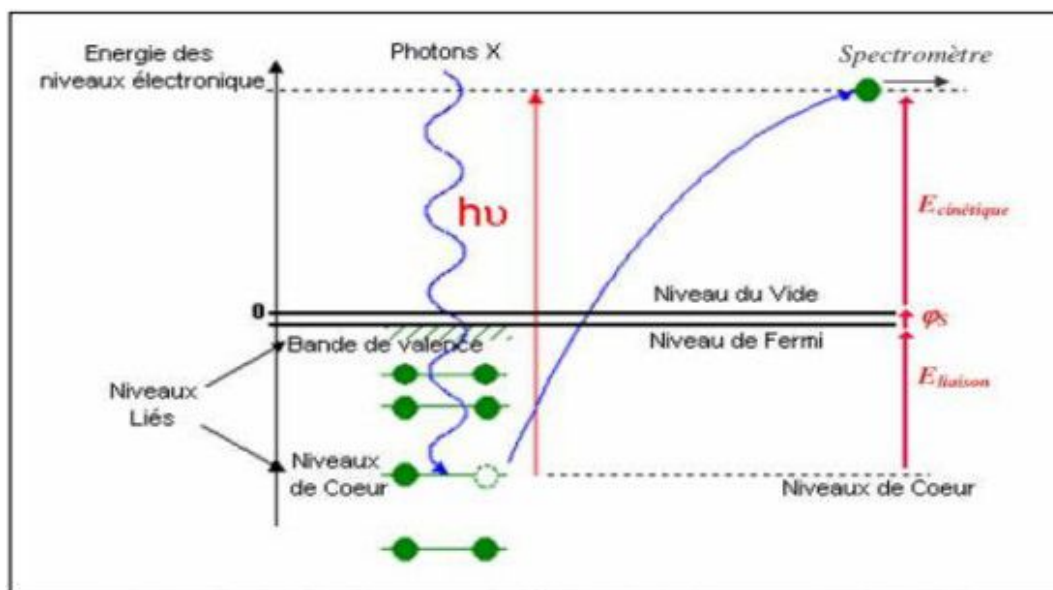


Figure A.2 : Principe de la photoémission

Code calcule CASTEM

AUBE 2D :

***** système barrière thermique*****

* couche 1 Ni based

* couche 2 AL2O3

* couche 3 céramique

*

OPTI DIME 2 ELEM qua4;

dens 0.05;

*

* GEOMETRIE

* POINTS

p1 = 0. 0. ;

p2 = 0.2 0. ;p3 = 0.25 0. ;

p4 = 2.25 0. ;

p5 = 2.25 6. ;

p6 = 0.25 6. ;

p7 = 0.2 6. ;

p8 = 0. 6. ;

* LIGNES

l1= p1 DROI p2 ;

l2= p2 DROI p7 ;

l3= p7 DROI p8 ;

l4= p8 DROI p1 ;

lt1=l1 et l2 et l3 et l4 ;

l5= p2 DROI p3 ;

l6= p3 DROI p6 ;

l7= p6 DROI p7 ;

l8= p7 DROI p2 ; lt2= l5 et l6 et l7 et l8 ;

l9 = p3 DROI p4 ; l10= p4 DROI p5 ; l11= p5 DROI p6 ; l12= p6 DROI p3 ; lt3= l9 et l10 et l11 et l12 ;

* SURFACE

s1= surf lt1 plan coul bleu;

s2= surf lt2 plan coul rouge;

s3= surf lt3 plan coul vert;

St=s1 et s2 et s3;

* VISUALISATION

TITR 'THERMECA1 MAILLAGE' ;

TRAC QUAL St ;

elimine 0.001 st;

*

* _____ * CALCUL THERMIQUE

* _____

*

* CHOIX DU COMPORTEMENT ET DU MODELE EF

*

MO1=MODE s1 THERMIQUE ISOTROPE ;

MO2=MODE s2 THERMIQUE ISOTROPE ;

MO3=MODE s3 THERMIQUE ISOTROPE ;

MOT=mo1 et mo2 et mo3;

MO4=MODE (110 et 111 et 17 et 13) CONVECTION ;

* DONNEES MATERIAU ET ELEMENTS

*

MAT1=MATE MO1 K 40.0 ;

MAT2=MATE MO2 K 30.0 ;

MAT3=MATE MO3 K 90.0 ;

matt=mat1 et mat2 et mat3;

MAT4=MATE MO4 H 750.0 ;

*

* CONDITIONS AUX LIMITES

*

CL1=BLOQ 14 T ;

FCL1=DEPI CL1 1000. ;

*

* CHARGEMENT (FLUX)

*

FLU1=CONV MO4 MAT4 T 400. ;

*

* RESOLUTION

*

* MATRICES DE CONDUCTIVITE

COND1=COND MOt MATt ;

COND2=COND MO4 MAT4 ;

CONDTOT=COND1 ET COND2 ET CL1 ;

* FLUX

FLUTOT=FCL1 ET FLU1 ;

* RESOLUTION

CHPO1=RESO CONDTOT FLUTOT ;

* POST-TRAITEMENT

*

TRAC CHPO1 st;

*

* CALCUL MECANIQUE

*

*

* CHOIX DU COMPORTEMENT ET DU MODELE EF

*

MO5=MODE St MECANIQUE ELASTIQUE ISOTROPE ;

*

* DONNEES MATERIAU ET ELEMENTS

*

MAT5=MATE MO5 YOUN 214E3 NU 0.2 RHO 7800. ALPH 1.E-5 ;

*

* CONDITIONS AUX LIMITES

*

CL3=BLOQ DEPL rota (11 ET 15 et 19) ;

* CHARGEMENT THERMIQUE ET PRESSION

lf= 111 et 17 et 13;

f1= force (0. 50.) IF;

v1= vect f1 0.6 fx fy roug;

trac v1 st;

*

SIGT3=THET MO5 CHPO1 MAT5 ;

F3=BSIG MO5 SIGT3 ;

ft= f1 et f3 ;

*PRES3=PRES MASS MO3 100.E6 DA ;

*

* RESOLUTION

RIG3=RIGI MO5 MAT5 ;

RIGCL3=RIG3 ET CL3 ;

trac cach rigcl3 ;

DEP3=RESO RIGCL3 ft ;

*

* POST-TRAITEMENT

*

```
* DEFORMEE
DEF0=DEFO St DEP3 0. BLEU ;
DEF1=DEFO St DEP3 ROUG ;
TITR 'THERMECA1 DEFORMEE' ;
TRAC (DEF0 ET DEF1) ;

*****Les contraintes*****
sigtot= sigma mo5 mat5 dep3;
titre 'contrainte total';
trac mo5 sigtot l1;

vm=vmis mo5 sigtot;
titre 'contraintes de von-mises(maxi='(maxi vm)'MPa)';
trac mo5 vm l1;

v1= changer chpo vm mo5;

sigyy= exco smyy sigtot;
contryy= chan chpo sigyy mo5 ;
titre 'contrainte ssuivant yy' ;
trac mo5 sigyy l1 ;

sigxx= exco smxx sigtot;
contrxx= chan chpo sigxx mo5 ;
titre 'contrainte ssuivant xx' ;
trac mo5 sigxx l1 ;

uy1= exco uy dep3;
*uy2= chan chpo uy1 mo4 ;

trac titre 'evolution sigma y' def0 contryy l1;

pr1= st poin proc (0. 0.55);
pr2= st poin proc (0.05 0.55);

pr4= st poin proc (0.15 0.55);
pr5= st poin proc (0.20 0.55);
pr6= st poin proc (0.21 0.55);
pr7= st poin proc (0.22 0.55);
pr8= st poin proc (0.23 0.55);
pr9= st poin proc (0.24 0.55);
```

```
pr10= st poin proc (0.25 0.55);  
pr11= st poin proc (0.50 0.55);  
pr12= st poin proc (0.75 0.55);  
pr13= st poin proc (1.00 0.55);  
pr14= st poin proc (1.25 0.55);  
pr15= st poin proc (1.50 0.55);  
pr16= st poin proc (1.75 0.55);  
pr17= st poin proc (2.00 0.55);  
pr18= st poin proc (2.25 0.55);
```

```
    valsx1= extr contryy smyy pr1;  
valsx2= extr contryy smyy pr2;  
valsx3= extr contryy smyy pr3;  
valsx4= extr contryy smyy pr4;  
valsx5= extr contryy smyy pr5;  
valsx6= extr contryy smyy pr6;  
valsx7= extr contryy smyy pr7;  
valsx8= extr contryy smyy pr8;  
valsx9= extr contryy smyy pr9;  
valsx10= extr contryy smyy pr10;  
valsx11= extr contryy smyy pr11;  
valsx12= extr contryy smyy pr12;  
valsx13= extr contryy smyy pr13;  
valsx14= extr contryy smyy pr14;  
valsx15= extr contryy smyy pr15;  
valsx16= extr contryy smyy pr16;  
valsx17= extr contryy smyy pr17;  
valsx18= extr contryy smyy pr18;
```

```
    xdef1 = prog valsx1 valsx2 valsx3 valsx4 valsx5 valsx6 valsx7 valsx8 valsx9 valsx10 valsx11  
valsx12 valsx13 valsx14 valsx15 valsx16 valsx17 valsx18 ;
```

```
    xcont1= prog 0. 0.05 0.10 0.15 0.20 0.21 0.22 0.23 0.24 0.25 0.50 0.75 1.00 1.25 1.50 1.75  
2.00 2.25 ;
```

```
    evol1= EVOL MANU 'epaisseur' xcont1 'contraintes' xdef1 ;  
dess evol1;
```

```
    T1=EXTR CHPO1 T Pr1 ;  
T2=EXTR CHPO1 T Pr2 ;  
T3=EXTR CHPO1 T Pr3 ;
```

T4=EXTR CHPO1 T Pr4 ;
T5=EXTR CHPO1 T Pr5 ;
T6=EXTR CHPO1 T Pr6 ;
T7=EXTR CHPO1 T Pr7 ;
T8=EXTR CHPO1 T Pr8 ;
T9=EXTR CHPO1 T Pr9 ;
T10=EXTR CHPO1 T Pr10 ;
T11=EXTR CHPO1 T Pr11 ;
T12=EXTR CHPO1 T Pr12 ;
T13=EXTR CHPO1 T Pr13 ;
T14=EXTR CHPO1 T Pr14 ;
T15=EXTR CHPO1 T Pr15 ;
T16=EXTR CHPO1 T Pr16 ;
T17=EXTR CHPO1 T Pr17 ;
T18=EXTR CHPO1 T Pr18 ;

valt = prog t1 t2 t3 t4 t5 t6 t7 t8 t9 t10 t11 t12 t13 t14 t15 t16 t17 t18 ;

xcont1= prog 0. 0.05 0.10 0.15 0.20 0.21 0.22 0.23 0.24 0.25 0.50 0.75 1.00 1.25 1.50 1.75
2.00 2.25 ;

evol2= EVOL MANU 'epaisseur' xcont1 'temperatures' valt ;
dess evol2;

fin;

AUBE 3D :

opti dime 3 elem cub8 ;

oeil1= 100. -90. 90. ;

p1= 0. 0. 0. ;
p2= 5. 0. 0. ;
p3= 6. 0. -1. ;
p4= 5. 0. -2. ;
p5= 4. 0. -3. ;
p6= 5. 0. -4. ;
p8= 5. 0. -6. ;
p9= 4. 0. -7. ;
p10=5. 0. -8. ;
p11=10. 0. -8. ;
p12=11. 0. -7.;

p13=10. 0. -6. ;
p14=9. 0. -5. ;
p15=10. 0. -4. ;
p16=11. 0. -3. ;
p17=10. 0. -2. ;
p18=9. 0. -1. ;
p19=10. 0. 0. ;
p20=15. 0. 0. ;
p21=15. 0. 2. ;
p22=0. 0. 2. ;

r1= 5. 0. -1. ;
r2= 5. 0. -3. ;
r3= 5. 0. -5. ;
r4= 5. 0. -7. ;
r5= 10. 0. -7. ;
r6= 10. 0. -5. ;
r7= 10. 0. -3. ;
r8= 9. 0. -1. ;

l1= p1 d 6 p2 ;

c1= c 2 p2 r1 p3 ;
c2= c 2 p3 r1 p4 ;
c3= c 2 p4 r2 p5 ;
c4= c 2 p5 r2 p6 ;
c5= c 2 p6 r3 p7 ;
c6= c 2 p7 r3 p8 ;
c7= c 2 p8 r4 p9 ;
c8= c 2 p9 r4 p10 ;
l2= p10 d 6 p11 ;
c9= c 2 p11 r5 p12 ;
c10=c 2 p12 r5 p13 ;
c11=c 2 p13 r6 p14 ;
c12=c 2 p14 r6 p15 ;
c13=c 2 p15 r7 p16 ;
c14=c 2 p16 r7 p17 ;
c15=c 2 p17 r8 p18 ;
c16= c 2 p18 r8 p19 ;

l3= p19 d 6 p20 ;
 l4= p20 d 4 p21 ;
 l5= p21 d 10 p22 ;
 l6= p22 d 4 p1 ;

lt= l1 et c1 et c2 et c3 et c4 et c5 et c6 et c7 et c8 et l2 et c9 et c10 et c11 et c12 et c13 et c14 et
 c15 et c16 et l3 et l4 et l5 et l6 ;

s1= surf lt plan ;
 trace qual s1 ;

v1= s1 volu 5 trans (0. 20. 0.);
 trace cach qual oeill v1 ;

p30=7. 2. 30. ;
 p31=10. 16. 30. ;
 p32=7. 18. 30. ;
 p33=4. 16. 30. ;

r31=0. 18. 30. ;
 r32=7. 15. 30. ;
 r33=-5. 10. 30. ;

c31=c 20 p30 r31 p31 ;
 c32=c 5 p31 r32 p32 ;
 c33=c 5 p32 r32 p33 ;
 c34=c 20 p33 r33 p30 ;

ct= c31 et c32 et c33 et c34 ;

s2= surf ct plan ;

trace s2 ;
 vec2=5. 18. 20. ;
 v2= s2 volu 5 trans (0. 0. -27.);
 trace cach qual oeill v2 ;

vt= v1 et v2 ;
 vtot=v1 et v2 et s1 et s2 ;
 elim 0.0001 vtot ;
 trace cach vt ;

cltot= bloque ux uy uz rx ry rz v1 ;

fort=FORCE (0. 0. 100.) s2 ;

vf1= vect fort 3.0 fx fy fz roug ;

trac cach vf1 vt ;

***** Calcules mécaniques *****

mod1= model vt mecanique elastique isotrope;

mat1= mate mod1 young 98000 nu 0.30 ;

***** Rigidité *****

rig1= rigi mod1 mat1 ;

rigc= rig1 et cltot ;

titre ' conditions aux limites ' ;

trac cach rigc ;

***** Résolution *****

depl1= resol rigc fort ;

reac1= react depl1 rigc ;

vect1= vect reac1 0.1 fx fy fz roug;

titre 'reaction' ;

trac cach vect1 vt ;

***** iso-composante du déplacement *****

deply = EXCO depl1 Uy ;

titre ' iso-composante du deplacement suivant yy ';

trace deply vt l1 ;

***** vecteur déplacement *****

OVEC = VECT depl1 0.1 ;

titre ' vecteurs déplacements ' ;

TRAC OVEC vt ;

***** Deformée *****

```

def0= defo vt depl1 0. ;
def1= defo vt depl1 rouge ;
titre 'Deformée' ;
trac cach (def0 et def1) ;

```

****opérateur de calcul de champ de contrainte totale à partir de champ de déplacement****

```

sigtot= sigma mod1 mat1 depl1 ;
titre 'contrainte totale' ;
trac mod1 sigtot l1 ;

```

***** on extrait du champ de contraintes mécaniques la composante suivant yy *******

```

sigyy= exco smyy sigtot ;
contryy= chan chpo sigyy mod1 ;
titre 'contraintes suivant y syy(maxi='(maxi sigyy)'MPa)';
trac mod1 sigyy l1 ;

```

*****on extrait du champ de contraintes mécaniques la composante suivant xx *******

```

sigxx= exco smxx sigtot ;
contrxx= chan chpo sigxx mod1 ;
titre 'contraintes suivant x sxx(maxi='(maxi sigxx)'MPa)';
trac mod1 sigxx l1 ;

```

*****on extrait du champ de contraintes mécaniques la composante suivant zz *******

```

sigzz= exco smzz sigtot ;
contrzz= chan chpo sigzz mod1 ;
titre 'contraintes suivant z szz(maxi='(maxi sigzz)'MPa)';
trac mod1 sigzz l1 ;

```

*****on extrait du champ de contraintes mécaniques la composante suivant xy *******

```

sigxy= exco smxy sigtot ;
contryy= chan chpo sigxy mod1 ;
titre 'contraintes suivant xy sxy(maxi='(maxi sigxy)'MPa)';
trac mod1 sigxy l1 ;

```

*****on extrait du champ de contraintes mécaniques la composante suivant xz *******

```
sigxz= exco smxz sigtot ;
contrxz= chan chpo sigxz mod1 ;
titrec'contraintes suivant xz  $s_{xz}$ (maxi='(maxi sigxz)'MPa)';
trac mod1 sigxz l1 ;
```

on extrait du champ de contraintes mecanique la composante suivant yz **

```
sigyz= exco smyz sigtot ;
contryz= chan chpo sigyz mod1 ;
titrec'contraintes suivant yz  $s_{yz}$ (maxi='(maxi sigyz)'MPa)';
trac mod1 sigyz l1 ;
```

*****contrainte equivalente de von mises *****

```
vm=vmis mod1 sigtot ;
vonmis = chan chpo vm mod1 ;
titre 'contraintes de von-mises(maxi='(maxi vm)'MPa)';
trac mod1 vm l1 ;
```

***** Contrainte de tresca *****

```
tr=tresca mod1 sigtot
;
treca = chan chpo tr mod1 ;
titre 'contraintes de tresca(maxi='(maxi tr)'MPa)';
trac mod1 tr l1 ;
```

```
trac titre 'syy' def0 contry l1 ;
trac titre 'sxx' def0 contrxx l1 ;
```

***** Déformation extraite du déplacement *****

```
eps1= epsi ('II') mod1 depl1 mat1;
trace mod1 eps1 ;
cep = epsi depl1 mod1;
trace mod1 cep ;
def2= chan chpo cep mod1 ;
*defx1= exco epxx def2;
def3= chan chpo cep mod1 ;
*defx3= exco epxx def3;
```

***** Contraintes principale *****

```
sip = prin sigtot SI1 mod1 ;
ovec1 = vect sip mod1 0.009 ;
trace ovec1 vt ;
```

```
*deft= defo vt mod1 mat1 ;
*def2= chan chpo mod1 mat1 ;
*defx= defo vt mod1 mat1 def2;
*def2= chan chpo deft mod1 ;
*titre 'deformaiton';
*trac mod1 def2;
```

***** resultats *****

```
p8 = vt poin proc (2. 20. 0.5 ) ;
```

```
chpo1 = changer chpo mod1 SIGtot ;
valsxx= extr contrxx smxx p8;
valsyy= extr contryy smyy p8;
valszz= extr contrzz smzz p8;
valsxy= extr contrxy smxy p8;
valsxz= extr contrxz smxz p8;
valsyz= extr contryz smyz p8;
```

```
valmis= extr vonmis scal p8 ;
valtres = extr trca scal p8 ;
depX = extr depl1 uy p8 ;
val1 = extr def2 epxx p8 ;
val3 = extr def3 epyy p8 ;
```

```
mess 'la valeur du contrainte suivant xx au point p8 est'
valsxx 'MPa';
mess 'la valeur du contrainte suivant yy au point p8 est'
valsyy 'MPa';
mess 'la valeur du contrainte suivant zz au point p8 est'
valszz 'MPa';
mess 'la valeur du contrainte suivant xy au point p8 est'
valsxy 'MPa';
mess 'la valeur du contrainte suivant xz au point p8 est'
valsxz 'MPa';
```

mess 'la valeur du contrainte suivant yz au point p8 est' valsyz 'MPa';

 mess 'le deplcement aux points p8' depx
 'mm' ;
 mess 'le contrainte de von mises au p8 'valmis' MPa'
 ;
 mess 'le contrainte de treasca au p8 'valtres' MPa
 ' ;
 mess 'la déformation au point p8 est '
 val1 ;
 mess 'la déformation au point p8 est '
 val3 ;

***** Diagramme d'évolution *****

 po1 = vt poin proche (10. 0. 0.2) ;
 po2 = vt poin proche (10. 10. 0.2) ;
 d12 = 20 d po1 po2 ;

 po3 = vt poin proche (0. 10. 0.2) ;
 po4 = vt poin proche (10. 10. 0.2) ;
 d34 = 20 d po3 po4 ;

 fcy1 = evol chpo contryy d12 ;
 @excell fcy1 'conty' ;
 dessin fcy1 ;
 fcy2 = evol chpo contryy d34 ;
 @excell fcy2 'conty' ;
 dessin fcy2 ;

 fcx1 = evol chpo contrxx l2 ;
 @excell fcx1 'contx' ;
 dessin fcx1 ;
 fcy2 = evol chpo contrxx d34 ;
 @excell fcy2 'conty' ;
 dessin fcy2 ;

 fvon1 = evol chpo vonmis d12 ;
 @excell fvon1 'courbe 1' ;
 dessin fvon1 ;
 fvon2 = evol chpo vonmis d34 ;
 @excell fvon2 'conty' ;

dessin fvon2 ;

 fdef1 = evol chpo def2 d34 ;
@excell fdef1 'courbe 2 ' ;
dessin fdef1 ;

 fdef2 = evol chpo def2 d34 ;
@excell fdef2 'courbe def ' ;
dessin fdef2 ;
fin ;



Bibliography

- [1] <https://fr-academic.com/dic.nsf/frwiki/153558>.
- [2] Jean-Claude Thevenin, Le turboréacteur, moteur des avions à réaction - Description simplifiée, principes de fonctionnement, principales caractéristiques, AAAF- Juin 2004 3ème Edition.
- [3] <https://www.lavionnaire.fr> > MotorElements.
- [4] KLAA EFTIKHAR, Conception d'une aube de turbine à gaz en matériaux composites. Batna, 2015.
- [5] Etude de refroidissement par impact de jets à travers une paroi mince et avec un écoulement cisailant amont : Application aux aubes de turbines ; présentée par Daniel THIBAUT
écoulement doctorale : Science pour l'Ingénieur et Aéronautique.
- [6] Al-Ni Phase Diagram, in Binary alloy phase diagrams, ed. by B. Massalki, H. Okamoto, P. R. Subramanian, L. Kacprzak, 2nd ed., Vol.1 (1190) 183.
- [7] G. F. Hancock, B. R. McDonnell Diffusion in the intermetallic compound NiAl Physica Status Solidi (a), 4 (1971) 143.

- [8] A. Lutze-Birk, H. Jacobi, Diffusion of ^{114}mIn in NiAl Scripta Metallurgica 9 (1975) 761.
- [9] . Zhang, J. A. Haynes, B. A. Pint, I. G. Wright, W. Y. Lee Martensitic transformation in CVD NiAl and (Ni,Pt)Al bond coatings Surface and Coatings Technology, 163-164 (2003) 19.
- [10] . L. Smialek, R. F. Hehemann, Transformation temperatures of martensite in beta-phase nickel aluminide, Metallurgical Transactions, 4 (1973) 1571.
- [11] . Kainuma, H. Ohtani, K. Ishida, Effect of alloying elements on martensitic transformation in the binary $\text{NiAl}(\beta)$ phase alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, 27A (1996) 2445.
- [12] Sordelet, 2007] D.J. Sordelet, M.F. Bessera, R.T. Otta, B.J. Zimmermanb, 1, W.D. Porterc, B. Gleeson, Isothermal nature of martensite formation in Pt-modified $\beta - \text{NiAl}$ alloys, Acta Materialia, 55 (2007) 2433.
- [13] .P. Garriga-Majo, B.A. Shollocka, D.S. McPhaila , R.J. Chatera, J.F. Walk, Novel strategies for evaluating the degradation of protective coatings on superalloys International Journal of Inorganic Materials, 1 (1999) 325.
- [14] . Monceau, A. Boudot-Miquet, K. Bouhanek, R. Peraldi, A. Malié, F. Crabos, B. Pieraggi, Oxydation et protection des matériaux pour sous-couches (NiAlPd, NiAlPt, NiCoCrAlYTa, CoNiCrAlY) de barrières thermiques, Journal de Physique IV, 10 (2000) 167.
- [15] . Y. Hou, A. P. Paulikas, B. W. Veal, Stress development and relaxation in Al_2O_3 during early stage oxidation of $\beta - \text{NiAl}$, Materials at High Temperatures, 22 535.
- [16] . W. Brumm, H. J. Grabke, The oxidation behaviour of NiAl-I : Phase transformation in the alumina scale during oxidation of NiAl and NiAl-Cr alloys, Corrosion Science, 33 (1992) 1677.
- [17] . W. A. Young, J. C. Rivière, L. S. Welch, Investigation by X-ray photoelectron spectroscopy of the transient oxidation of NiAl , Applied Surface Science, 28 (1987) 71.
- [18] . A. Pint, J. R. Martin, L. W. Hobbs The oxidation mechanism of $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ scales Solid State Ionics, 78 (1995) 99.

-
- [19] .K. Tolpygo, D. R. Clarke, Microstructural evidence for counter-diffusion of aluminum and oxygen during the growth of alumina scales. *Materials at High Temperatures*, 20 (2003) 261.
- [20] . M. Hindam, W. W. Smeltzer Growth and microstructure of α -Al₂O₃ on β – NiAl *Journal of Electrochemical Society*, 127 (1980) 1630.
- [21] . R. Clarke, The lateral growth strain accompanying the formation of a thermally grown oxide, *Acta Materialia*, 51 (2003) 1393.
- [22] . Antoni, A. *Galerie Corrosion sèche des métaux – Mécanismes Techniques de l'ingénieur*, 2003.
- [23] .M. Lipkin, D.R. Clarke, M. Hollatz, M. Bobeth, W. Pompe, Stress Development in Alumina Scales Formed upon Oxidation of (111) NiAl Single Crystals, *Corrosion Science*, 39 (1997) 231.
- [24] . Klokhholm, Delamination and fracture of thin films, *IBM Journal of Research and Development*, 31 (1987) 585.
- [25] . -Y. Théry, Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison β -(Ni,Pt)Al ou β – NiAl(Zr), Thèse de doctorat de l'Université Joseph Fourier, Grenoble, 2007.
- [26] . L. Smialek, Oxide morphology and spalling model for NiAl *Metallurgical Transactions A*, 9 (1978) 309.
- [27] . W. Brumm, H. J. Grabke, Oxidation behaviour of NiAl-II. Cavity formation beneath the oxide scale on NiAl of different stoichiometries, *Corrosion Science*, 34 (1993) 547.
- [28] . Paul, A. A. Kodentsov, F. J. J. Van Loo, On diffusion in the β – NiAl phase *Journal of Alloys and Compounds*, 403 (2005) 147.
- [29] .K. Tolpygo, D. R. Clarke, Rumpling of CVD (Ni,Pt)Al diffusion coatings under intermediate temperature cycling, *Surface and Coatings Technology*, 203 (2009) 3278.

- [30] . K. Tolpygo, D. R. Clarke, Wrinkling of α -alumina films grown by oxidation—II. Oxide separation and failure, *Acta Materialia*, 46 (1998) 5167.
- [31] . L. Smialek, Effect of sulphur removal on Al₂O₃ scale adhesion, *Metallurgical and Materials Transactions*, 22A (1991) 739.
- [32] . Y. Hou, Segregation phenomena at thermally grown Al₂O₃/alloy interfaces, *Annual Review of Materials Research*, 38 (2008) 275.
- [33] . Rivoaland, V. Maurice, P. Josso, M.-P. Bacos, P. Marcus, The effect of sulphur segregation on the adherence of the thermally-grown oxide on NiAl- II: The oxidation behaviour at 900°C of standard, desulfurized or sulphur-doped NiAl (001) Single –Crystals, *Oxidation of Metals*, 60 (2003) 159.
- [34] . S. Priest, Y. Zhang, B. A. Pint, J. A. Haynes, B. T. Hazel, B. A. Nagaraj, Reactive element-modified aluminide and platinum aluminide coatings, *ICMCTF 2009, San Diego, 27/04-01/05/2009*.
- [35] . Cadoret, D. Monceau, M.-P. Bacos, P. Josso, V. Maurice, P. Marcus Effect of Platinum on the Growth Rate of the Oxide Scale Formed on Cast Nickel Aluminide Intermetallic Alloys, *Oxidation of Metals*, 64 (2005) 185.
- [36] . Niu, W.T. Wu, D.H. Boone, J.S. Smith, J.Q. Zhang, Oxidation Behavior of Simple and Pt-Modified Aluminide Coatings on IN378 at 1100°C, *Journal de Physique IV*, 03 (1993) 511.
- [37] Cadoret, 2004] Y. Cadoret, M. -P. Bacos, P. Josso, V. Maurice, P. Marcus, S. Zanna Effect of Pt Additions on the sulphur segregation, void formation and oxide scale growth of cast nickel aluminides. *Materials Science Forum*, 461-464 (2004) 247.
- [38] . Cadoret, Effet du platine et du soufre sur l'oxydation des revêtements protecteurs β -NiAl à haute température. Applications aux barrières thermiques. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris, 2005.
- [39] . Vialas, D. Monceau, Effect of Pt and Al content on the long-term, high temperature oxidation behavior and interdiffusion of a Pt-modified aluminide coating deposited on Ni-base superalloys *Surface and Coatings Technology*, 201 (2006) 3846.

-
- [40] . Brien, B. Décamps Low cycle fatigue of a nickel based superalloy at high temperature: deformation microstructures *Materials Science and Engineering A*, 316 (2001) 18.
- [41] . H. Davidson, A. Fredholm, T. Khan, J.-M. Théret Single crystal nickel-base matrix alloy Brevet FR 2557598 US4639280, année de dépôt 1983. [42] P. Caron Superalliages pour turbine : alliages pour aubes et pour disques Gedepeon, Perpignan, 19 et 20 juin 2003.
- [43] andbook of X-ray Photoelectrons Spectroscopy Perkin-Elmer Corporation.
- [44] . Nishino, A. R. Krauss, Y. Lin, D. M. Gruen Initial oxidation of zirconium and Zircaloy-2 with oxygen and water vapor at room temperature *Journal of Nuclear Materials*, 228 (1996) 346.
- [45] . Frémy, V. Maurice, P. Marcus X-ray photoelectron spectroscopy study of thin oxide layers formed on (001)-oriented β -NiAl single-crystal surfaces *Surface and Interface Analysis*, 34 (2002) 519.
- [46] . Frémy Étude des premiers stades d'oxydation de NiAl(001) : croissance d'un film ultra-mince d'alumine et réactivité à la vapeur d'eau de l'oxyde formé Thèse de doctorat, Université Paris 6, 2004.
- [47] . Christien, P. Pouteau, R. Le Gall, G. Saindrenan, Y. Jaslier Ségrégation du soufre à la surface d'un matériau multicouche. Rôle du platine dans l'écaillage des couches d'oxyde protectrices *Journal de Physique IV*, 10 (2000) 173.
- [48] . Jayaram, M. K. Miller Influence of dislocation-solute interactions on the mechanical properties of zirconiumdoped NiAl Fall meeting of the Materials Research Society (MRS), Boston, USA, 28/11-9/12/1994.
- [49] .J. Larson, M.K. Miller Atom probe field-ion microscopy characterization of nickel and titanium aluminides *Materials Characterization*, 44 (2000) 159.
- [50] . Ghosh Aluminium-Nickel-Zirconium in Ternary Alloys, a Comprehensive Compendium of Evaluated Constitutional Data and Phase Diagrams, Vol.8, ed. by G. Petzow and G. Effenberg (ASM International), VCH Publishers, Weinheim and New York (1993) 71.

- [51] . Frank, S. V. Divinski, U. S. Dervall, C. Herzig Ni tracer diffusion in the B2-compound NiAl: Influence of temperature and composition *Acta Materialia*, 49 (2001) 1399.
- [52] hilippe Robin, Modélisation et diagnostique de barrières thermiques sous chargement thermique cyclique. Canada, 2005.
- [53] arah Hamadi. Étude du comportement en oxydation de nouveaux revêtements en aluminiure de nickel dopé au zirconium. Application aux barrières thermiques. Chemical Sciences. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2009.