



HAL
open science

Modélisation des propriétés thermomécaniques effectives de dépôts élaborés par projection thermique

Jianghao Qiao Qiao

► **To cite this version:**

Jianghao Qiao Qiao. Modélisation des propriétés thermomécaniques effectives de dépôts élaborés par projection thermique. Autre. Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2012. Français. NNT : 2012BELF0186 . tel-00879252

HAL Id: tel-00879252

<https://theses.hal.science/tel-00879252>

Submitted on 2 Nov 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

Modélisation des propriétés thermomécaniques effectives de dépôts élaborés par projection thermique

■ Jianghao QIAO

SPIM

■ École doctorale SPIM - Université de Technologie Belfort-Montbéliard
F - 90010 Belfort Cedex ■ tél. +33 (0)3 84 58 31 39
■ ed-spim@univ-fcomte.fr ■ www.ed-spim.univ-fcomte.fr



Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

**Ecole Doctorale Sciences pour l'Ingénieur et
Microtechniques**

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Université de Technologie de
Belfort-Montbéliard en Sciences des Matériaux**

Par

Jianghao QIAO

**Modélisation des propriétés thermomécaniques effectives
de dépôts élaborés par projection thermique**

Soutenue le 20 septembre 2012

À l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

- Devant la commission d'examen composée de :

Monsieur Alain Degiovanni, Professeur, Univ. Lorraine, LEMTA, Nancy

Madame Caroline Richard, Professeur, Polytech' Tours, LMR, Tours

Monsieur Thierry Duvaut, Professeur, Univ. Reims, GRESPI, Reims

Monsieur Rainer Gadow, Professeur, Univ. Stuttgart, IFKB, Allemagne

Monsieur Hanlin Liao, Professeur, UTBM, IRTES-LERMPS, Belfort

Monsieur Rodolphe BOLOT, Maître de Conférences HDR, UTBM, IRTES-LERMPS, Belfort

REMERCIEMENTS

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au sein du Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (LERMPS) de l'Institut de Recherche sur les Transports, l'Energie et la Société (IRTES) de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM).

Je tiens à remercier Monsieur Rodolphe BOLOT pour la direction et le suivi des travaux menés. Je lui suis reconnaissant pour la confiance qu'il m'a accordée pour mener à bien mes recherches.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur le professeur Hanlin LIAO pour la codirection des travaux, ainsi que pour aide et l'assistance qu'il m'a apportées à moi et à ma famille.

J'adresse mes remerciements à Monsieur Alain DEGIOVANNI, Professeur à l'Université de Lorraine, qui m'a fait l'honneur de présider le jury.

J'adresse tous mes remerciements à Madame Caroline RICHARD, Professeur des Universités à Polytech'Tours, ainsi qu'à Monsieur Thierry DUVAUT, Professeur à l'Université de Reims, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être rapporteurs de cette thèse.

J'adresse également mes remerciements à Monsieur Rainer GADOW, de l'Université de Stuttgart, qui m'a fait l'honneur de participer au jury de thèse.

Je remercie Monsieur Ghislain MONTAVON, Directeur du laboratoire IRTES-LERMPS de m'avoir accueilli tout au long de ces 4 années et pour la mise à disposition des moyens nécessaires au déroulement de la thèse.

Mes remerciements sont également adressés à la China Scholarship Council (CSC) pour le financement de mes travaux.

J'exprime ma gratitude à tous les consultants et internautes rencontrés lors des recherches effectuées et qui ont accepté de répondre à mes questions avec gentillesse. Je tiens à exprimer ma reconnaissance envers Monsieur Jean-louis SEICHEPINE qui a eu la gentillesse de m'apprendre l'utilisation d'un logiciel au cours de ce travail.

Je n'oublie pas ma famille pour leur contribution, leur soutien et leur patience.

Enfin, j'adresse mes plus sincères remerciements à tous mes proches et amis, qui m'ont toujours soutenu et encouragé au cours de la réalisation de ce mémoire.

Merci à tous et à toutes.

Sommaire

REMERCIEMENTS	I
Sommaire.....	III
Liste des figures.....	IX
Liste des tableaux	XIII
NOMENCLATURE	1
Scientifiques	1
Mathématiques	3
Résumé	6
Abstract	9
Chapitre 1 Introduction	12
1.1 Les barrières thermiques	12
1.2 Zircone stabilisée à l'yttrine.....	14
1.3 Microstructure du dépôt	17
1.4 Caractérisation de la porosité	20
1.5 Corrélations entre microstructure et macropropriétés du dépôt.....	20
1.5.1 Influence de la microstructure sur la conductivité thermique	21
1.5.2 Modèles analytiques pour prédire la conductivité thermique	22
1.5.3 Modèles pour les composites à deux phases	22
1.5.4 Modèles destinés aux matériaux poreux	25
1.5.5 Modélisation numérique.....	28
1.5.6 Module d'élasticité	30
1.5.7 Modèles analytiques	31
1.5.8 Modélisation numérique.....	34
1.6 Objectif du travail.....	35
1.7 Références	37
Chapitre 2 Caractérisation de microstructures	50
2.1 Caractérisation de la porosité par analyse d'image 2D	50
2.1.1 Microstructure de dépôts de zircone partiellement stabilisée à l'yttrine (Y-PSZ)	50
2.1.2 Caractérisation de la porosité	53
2.1.3 Distinction de trois types de pores	58
2.2 Caractérisation 3D de la microstructure.....	60
2.2.1 Techniques avancées	60
2.2.2 Génération d'une image 3D artificielle.....	61
2.3 Conclusions	63
2.4 Références	64
Chapitre 3 Modélisation de la conductivité thermique	66
3.1 Modèle basé sur la méthode des différences finies	66

3.2	Modèle numérique 2D.....	67
3.2.1	Discrétisation centrée.....	67
3.2.2	Discrétisation nodale.....	68
3.3	Modèle numérique 3D.....	69
3.4	Procédures de résolution des systèmes linéaires.....	71
3.4.1	Méthodes de Jacobi et Gauss-Seidel.....	71
3.4.2	Méthode de surrelaxations successives (SOR).....	71
3.4.3	Résidus et condition d'arrêt.....	74
3.5	Conductivité thermique de YPSZ et des pores.....	74
3.5.1	Estimation de la conductivité thermique du matériau YPSZ.....	74
3.5.2	Estimation de la conductivité thermique des pores.....	76
3.5.3	Mesure de l'épaisseur de fissure par analyse d'image.....	77
3.6	Résultats numériques et analyse.....	79
3.6.1	Un exemple de calcul 2D.....	79
3.6.2	Influence des conductivités thermiques des pores et du matériau.....	82
3.6.3	Influence du seuillage de l'image.....	83
3.6.4	Influence de la résolution d'image.....	85
3.6.5	Comparaison entre les discrétisations centrée et nodale.....	88
3.6.6	Validation du modèle 3D.....	92
3.6.7	Influence de la taille d'image.....	96
3.6.8	Comparaison avec la modélisation par éléments finis.....	98
3.6.9	Comparaison entre modélisations 2D et 3D.....	104
3.6.10	Effet Knudsen sur la conductivité thermique effective.....	109
3.6.11	Validation de la modélisation par éléments finis.....	114
3.7	Validation avec les résultats expérimentaux.....	115
3.8	Conclusions.....	118
3.9	Références.....	120
Chapitre 4 Modélisation du module d'élasticité.....		122
4.1	Rappels sur la théorie de l'élasticité.....	122
4.1.1	Tenseur des contraintes.....	122
4.1.2	Contrainte normale et tangentielle.....	123
4.1.3	Contraintes principales et repères principaux.....	124
4.1.4	Relations Contraintes-Déformations.....	125
4.1.5	Etat plan de contrainte et de déformation.....	126
4.1.6	Critère de rupture.....	128
4.2	Modélisation par éléments finis basée sur l'image.....	128
4.2.1	Génération du modèle éléments finis.....	129
4.2.2	Propriétés élastiques des matériaux.....	130
4.2.3	Condition aux limites.....	133
4.2.4	Expression du module d'élasticité.....	134
4.2.5	Maillage à résolution adaptable.....	138

4.3 Résultats numériques par la méthode des éléments finis et analyse	141
4.3.1 Exemples de modélisation 2D et 3D	141
4.3.2 Influence du seuillage appliqué sur les images MEB.....	143
4.3.3 Influence de la résolution d'images.....	145
4.3.4 Influence du module d'élasticité de Y-PSZ et des pores	146
4.3.5 Comparaison entre les résultats obtenus avec les hypothèses de contrainte plane ou de déformation plane	148
4.3.6 Comparaison entre différentes conditions aux limites	149
4.3.7 Comparaison entre modélisations 2D et 3D.....	151
4.4 Validation par des résultats expérimentaux	153
4.4.1 Module d'élasticité mesuré par indentation Knoop	153
4.4.2 Essai de flexion	155
4.4.3 Validation du modèle.....	157
4.5 Conclusions	159
4.6 Références	161
Conclusions	164
Perspectives	169
Résumé	172
Abstract	172

Liste des figures

Figure 1.1 : Revêtements de barrière thermique pour les applications de moteurs à turbine à gaz [2].....	13
Figure 1.2 : Evolution de la conductivité thermique par rapport au coefficient de dilatation thermique pour différents types de céramiques [38].....	16
Figure 1.3 : Diagramme de phases de la zirconie stabilisée à l'yttrine [46].	17
Figure 1.4 : Image MEB en coupe transversale (a) et image TEM à grandissement élevé (b) d'un revêtement YSZ élaboré par EB-PVD [66].....	20
Figure 1.5 : Micrographie SEM d'un revêtement YSZ élaboré par APS [69], dans lequel les pores interlamellaires sont marqués par des flèches rouges, les fissures intralamellaires par des flèches bleues et les pores globulaires par des flèches violettes.	20
Figure 1.6 : Evolution de la conductivité thermique d'un revêtement YSZ en fonction du niveau de porosité, suivant différents modèles avec $k_m=2.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $k_d=0.025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	25
Figure 1.7 : Facteur de forme F calculé en fonction du rapport d'axe a/c d'une ellipsoïde [85].	27
Figure 1.8 : Conductivité thermique normalisée (k_{eff}/k_m) en fonction de la porosité pour des géométries de pores différentes [36].	27
Figure 1.9 : Evolution du rapport de conductivité thermique (k_{eff}/k_m) d'un revêtement élaboré par projection thermique en fonction du niveau de porosité et du rapport d'aspect des pores, calculé suivant le modèle d'Hasselman [92].....	28
Figure 1.10 : Evolution du module d'élasticité et anisotropie dans les revêtements en fonction des variations microstructurales et des porosités [106].	32
Figure 1.11 : Dépendance de la fonction de distribution d'orientation P_λ sur l'angle φ pour plusieurs valeurs de λ et modèles orientationnels correspondants.	34
Figure 1.12 : Evolution du module d'élasticité effectif (normalisé par rapport au matériau dense) en fonction de la porosité totale p	34
Figure 2.1 : Micrographies MEB (à gauche) et MO (à droite) d'une coupe polie de dépôts de zirconie partiellement stabilisée à l'yttrine (Y-PSZ).	51
Figure 2.2 : Photographies des deux poudres d'Y-PSZ, parmi lesquelles la poudre de gauche produite par SULZER-METCO™, présente une forme angulaire/polyédrique avec une taille de particules comprise entre 20 et 45 μm , et la poudre de droite produite au laboratoire, est composée de sphères creuses avec une taille de particules comprise entre 36 et 125 μm [3]	53
Figure 2.3 : Images de deux revêtements Y-PSZ élaborés à l'aide des poudres de la figure 2.2, à des grossissements de 500 (gauche) et 1000 (droite).	53
Figure 2.4 : Binarisation d'image et détermination de la porosité.	55

Figure 2.5 : Histogramme des niveaux de gris pour la micrographie de gauche sur la figure 2.3.....	55
Figure 2.6 : Différence de niveaux de gris entre un gros pore globulaire (A) et d'une fissure fine (B).....	57
Figure 2.7 : Bord d'un pore plus clair que l'intérieur.....	57
Figure 2.8 : Micrographie plus détaillée et images binaires obtenues pour différentes valeurs du seuil (175 en haut, 185 en bas à gauche et 192 à droite).	58
Figure 2.9 : Evolution du taux de porosité déterminée par application de seuils croissants..	59
Figure 2.10 : Distinction entre les pores globulaires (à gauche) et le réseau de fissures fines (à droite).	60
Figure 2.11 : Mesure de la longueur totale des microfissures en fonction de leur orientation à partir de 0° (parallèle au substrat) jusqu'à 90° (perpendiculaire au substrat) par paliers de 5°. Les pores interlamellaires et les fissures intralamellaires ont été classés à l'orientation de 45° [4].	60
Figure 2.12 : Composition de la porosité totale à partir des trois types de pores, déterminée par analyse d'image [4].	60
Figure 2.13 : Modèle structuré de dépôt (à gauche) et sa déformation sinusoïdale (à droite), avec I- pores interlamellaires, P- pores globulaires, C- fissures intralamellaires.....	63
Figure 2.14 : Images de coupe d'un dépôt (à gauche) et d'une structure 3D artificielle (à droite).	64
Figure 3.1 : Vue schématique d'une formulation centrée [2, 3].	68
Figure 3.2 : Vue schématique d'une formulation nodale [3].	70
Figure 3.4 : Vue schématique d'une cellule du modèle 3D, y compris ses six voisins.	71
Figure 3.5 : Influence du paramètre de surrelaxation sur le nombre d'itérations nécessaire pour une même précision des solutions numériques.....	73
Figure 3.6 : Evolution du paramètre de surrelaxation optimal en fonction du nombre de noeuds suivant y et région zoomée avec $100 < n_y < 500$	74
Figure 3.7 : Réduction théorique de la conductivité thermique de YPSZ à 7% d'Y ₂ O ₃ en poids en raison des défauts ponctuels et de la diffusion aux joints de grains pour différentes tailles de grains [8].....	76
Figure 3.8 : Influence de l'épaisseur des fissures fines sur la conductivité thermique de l'air.	78
Figure 3.9 : Mesure de l'épaisseur des pores par analyse d'image pour les pores ayant des dimensions inférieures à 1,4 μm, afin d'appliquer l'effet Knudsen.	79
Figure 3.10 : Image MEB binaire d'une coupe de dépôts (à gauche), et champ de température calculé (à droite).....	81
Figure 3.11 : Gradient de température calculé pour l'image de dépôt de la figure 3.10.....	82
Figure 3.12 : Champ de flux thermique calculé pour l'image de dépôt de la figure 3.10	82
Figure 3.13 : Influence de la conductivité thermique des pores sur la conductivité effective calculée avec une conductivité de 2,5 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹ pour la matrice solide.	84

Figure 3.14 : Influence de la conductivité thermique d'YPSZ sur la conductivité effective calculée pour une conductivité des pores de $0,025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.	84
Figure 3.15 : Images binaires obtenues à partir de l'image en niveaux de gris de la figure 2.2 en appliquant des seuils différents: En haut à gauche 175; en haut à droite 180; en bas à gauche 185; en bas à droite 190.	85
Figure 3.16 : Effet de la porosité sur la conductivité effective calculée.	86
Figure 3.17 : Images de la même région d'intérêt à différentes résolutions. En haut à gauche: 25%; en haut à droite: 50%; en bas à gauche: 75%; en bas à droite: 100%.	88
Figure 3.18 : Champs de température correspondant aux images de la Figure 3.17.	88
Figure 3.19 : Image MEB du dépôt élaboré avec une poudre commerciale composée de particules anguleuses polyédriques et image binaire correspondante.	91
Figure 3.20 : L'évolution de la conductivité thermique effective calculée avec l'augmentation de la densité de mailles.	92
Figure 3.21 : Images 3D artificielles sensées représenter les revêtements S (à gauche) et A (à droite).	96
Figure 3.22 : Champs de température correspondants aux images 3D dans la figure 3.21.	96
Figure 3.23 : Influence de la taille de l'image 2D sur la conductivité thermique effective calculée pour des images représentant une même région.	98
Figure 3.24 : Comparaison des conductivités thermiques effectives calculées avec des images 3D subdivisées représentant globalement la même région.	99
Figure 3.25 : Coupe de l'image artificielle 3D et champs de température calculés avec TS2C par modélisations 2D et 3D respectivement.	106
Figure 3.26 : Relation entre les conductivités thermiques 2D et 3D calculées pour les différents réseaux de porosité artificiels.	109
Figure 3.27 : Image de coupe transversale et le champ de conductivité thermique des pores déterminé en prenant en compte l'effet Knudsen.	110
Figure 3.28 : Schémas de 2 modèles expliquant la structure interne d'un pixel.	113
Figure 3.29 : Conductivité thermique effective d'un pixel suivant la direction du gradient thermique en fonction de l'épaisseur des pores, pour des pores de dimension inférieure à $0,14 \mu\text{m}$.	113
Figure 3.30 : Influence de la fraction volumique de porosité sur la conductivité thermique effective d'un pixel de structure désordonnée.	114
Figure 3.31 : Poudre anguleuse (à gauche) élaborée par fusion/broyage et coupe transversale du revêtement élaboré (à droite).	117
Figure 3.32 : Schéma de la technique « flash laser » [20].	117
Figure 4.1 : Contraintes autour du point M.	123
Figure 4.2 : Contrainte normale σ et tangentielle τ au point M.	124
Figure 4.3 : Tricercle de Mohr au point M.	126
Figure 4.4 : Image en coupe transversale d'un revêtement Y-PSZ à la résolution de $0,28\mu\text{m}/\text{pixel}$ (à gauche) et image binaire avec conditions aux limites (à	

droite).	130
Figure 4.5 : Image 3D artificielle et conditions aux limites.	131
Figure 4.6 : Module d'élasticité en fonction de la température de la zircone en 8%, 6,5% et 3% molaires de Y_2O_3 [6].	133
Figure 4.7 : Influence de la taille de grain sur le module d'élasticité d'Y-PSZ [4].	133
Figure 4.8 : Une partie de la figure 4.4 et le maillage d'éléments finis généré par OOF2.	140
Figure 4.9 : Le maillage à résolution adaptable d'éléments finis en ANSYS et une partie avec un fort grossissement.	141
Figure 4.10 : Maillage à résolution adaptable par éléments finis en ANSYS et une partie d'un grossissement élevé.	141
Figure 4.11 : Champs de contrainte principale maximale (à gauche) et de déformation principale maximale (à droite) avec un déplacement vertical imposé sur l'image de droite de la figure 4.4.	143
Figure 4.12 : Champs de contrainte principale maximale (à gauche) et de déformation principale maximale (à droite) d'un modèle 3D avec un déplacement vertical imposé.	144
Figure 4.13 : Zoom sur une même partie d'images binaires obtenues pour différentes valeurs du seuil (haut / gauche 155, haut / droite 160, bas / gauche 165 et bas / droite 168).	146
Figure 4.14 : Comparaison de la structure poreuse représentée dans l'image initiale (0,28 $\mu\text{m}/\text{pixel}$) et à faible résolution (1,12 $\mu\text{m}/\text{pixel}$).	147
Figure 4.15 : Influence du module d'élasticité affecté aux pores sur le module effectif calculé pour le revêtement. Le module d'Y-PSZ est ici de 216 GPa.	148
Figure 4.16. Influence du module d'élasticité du matériau Y-PSZ sur le module effectif calculé du revêtement. Le module affecté aux pores est ici de 104 Pa.	149
Figure 4.17 : Exemple d'image 3D artificielle.	152
Figure 4.18 : Empreinte d'indentation Knoop présentant la reprise élastique en surface des diagonales [16].	155
Figure 4.19 : Mesures des modules d'élasticité horizontal E_h (à gauche) et vertical E_v (à droite) sur une coupe de revêtement par indentation Knoop.	155
Figure 4.20 : Banc d'essais de flexion.	158
Figure 4.21 : Schéma de l'essai de flexion d'une poutre bicouches.	158
Figure 4.22 : Comparaison entre les résultats de la modélisation et des mesures par essai de flexion et indentation Knoop.	159
Figure 5.1 : Schéma d'une SOFC tubulaire (à gauche) et plane (à droite).	170

Liste des tableaux

Tableau 1-1 : Comparaison des caractéristiques physiques de la zircone massive stabilisée à l'yttrine.	18
Tableau 2-1 : Rapport entre la valeur moyenne du module d'élasticité obtenu pour les quarts de l'image et la valeur calculée directement avec l'image entière. Les calculs ont été réalisés pour les deux revêtements présentés sur la figure 2.3... 54	
Tableau 3-1 : Taux de porosités et conductivités thermiques effectives calculées pour des images binaires obtenues en appliquant différents seuils.....	86
Tableau 3-2 : Influence de la résolution d'image sur la conductivité thermique effective calculée.....	89
Tableau 3-3 : Influence de la résolution d'image (densité du maillage) et de la formulation de la discrétisation sur la conductivité thermique effective calculée.....	91
Tableau 3-4 : Statistiques portant sur la composition de la porosité pour les revêtements A et S . L'écart-type est indiqué entre parenthèses.	94
Tableau 3-5 : Comparaison de la conductivité thermique effective calculée à partir des images réelles et des coupes des images 3D artificielles générées pour les deux revêtements - l'écart-type est indiqué entre parenthèses	95
Tableau 3-6 : Comparaison des conductivités thermiques calculées en 2D entre FDM (TS2C_CC) et FEM (OOF2 et ANSYS), sur des images réelles et des coupes transversales de structures 3D artificielles - les écart-types sont indiqués entre parenthèses.	102
Tableau 3-7 : Comparaison des conductivités thermiques calculées en 2D en utilisant une méthode de type éléments finis (FEM) ou volumes finis (FDM) avec une formulation centrée (TS2C_CC) et une formulation nodale (TS2C_NF). L'écart-type est indiqué entre parenthèses.	102
Tableau 3-8 : Comparaison du temps de calcul et de la mémoire RAM requise entre TS2C et les logiciels FEM OOF2 et ANSYS pour une valeur de résidu de 10^{-7} avec des images réelles et des coupes de structures artificielles.....	103
Tableau 3-9 : Comparaison entre FDM et FEM de la conductivité thermique effective calculée pour le revêtement S, avec des images 3D subdivisées représentant la même région. L'écart-type est indiqué entre parenthèses.	104
Tableau 3-10 : Comparaison de la consommation de RAM et du temps de calcul en FDM (TS2C_CC (3D)) et FEM (ANSYS) pour un résidu équivalent de 10^{-7} à partir de sous-volumes 3D représentant la même région.....	104
Tableau 3-11 : Comparaison de la conductivité thermique effective entre modélisations 2D et 3D, calculée avec des structures 3D artificielles de porosités croissantes et de tailles de pores croissantes.	107

Tableau 3-12 : Comparaison de la conductivité thermique effective entre modélisations 2D et 3D, calculée avec des structures 3D artificielles composées de différents types de pores et de différentes tailles de pores pour deux niveaux de porosité.....	109
Tableau 3-13 : Influence de l'effet Knudsen sur les conductivités thermiques 2D et 3D calculées par TS2C. L'écart-type est indiqué entre parenthèses.	115
Tableau 3-14 : Influence de l'effet Knudsen sur les conductivités thermiques du revêtement S calculées 2D et 3D par ANSYS. L'écart-type est indiqué entre parenthèses.	116
Tableau 4-1 : Les expressions mathématiques de trois types de condition aux limites.	135
Tableau 4-2 : Evolution de la porosité et du module d'élasticité effectif calculé en fonction du seuil appliqué - l'écart type est indiqué entre parenthèses.....	145
Tableau 4-3 : Evolution de la porosité et du module d'élasticité effectif calculé en fonction de la résolution d'image - l'écart type est indiqué entre parenthèses.	147
Tableau 4-4 : Comparaison des modules effectifs calculés pour la micrographie de la figure 4.4 sous les conditions de contrainte plane et de déformation plane.....	150
Tableau 4-5 : Influence des conditions aux limites sur les modules d'élasticité effectifs calculés sur deux structures et par modélisations 2D et 3D. L'écart-type est indiqué entre parenthèses.....	152

NOMENCLATURE

Scientifiques

TBC	thermal barrier coatings, les revêtements de barrières thermiques
BC	bond coat, couche d'adhérence
TGO	thermally grown oxyde, oxyde formé par croissance thermique
YSZ	yttria-stabilized zirconia, zircone stabilisée à l'yttrine
FSZ	fully stabilized zirconia, zircone entièrement stabilisée
PSZ	partially stabilized zirconia, zircone partiellement stabilisée
YPSZ, Y-PSZ	yttria partially stabilized zirconia, zircone partiellement stabilisée à l'yttrine
TZP	poly cristalline de zircone tétragonale
YFSZ	yttria fully stabilized zirconia, zircone entièrement stabilisée à l'yttrine
APS	air plasma spraying, projection par plasma à l'air
PVD	physical vapor deposition, dépôt physique en phase vapeur
EB-PVD	electron beam-physical vapor deposition, dépôt physique en phase vapeur produite par faisceau d'électrons
LPPS	low-pressure plasma spraying, projection plasma à basse pression
HVOF	high velocity oxygen fuel, flamme de combustion sous oxygène à haute vitesse
SPPS	solution precursor plasma spray, projection de suspensions ou de solution
CTE	coefficient of thermal expansion, coefficient de dilatation thermique
MO	microscopie optique
MEB	microscopie électronique à balayage
MET	microscopie électronique en transmission
IA	image analysis, analyse d'image
WA	water adsorption, adsorption d'eau
MIP	mercury intrusion porosimetry, porosimétrie par pénétration de mercure
HP	helium pycnometry, pycnométrie à hélium
SANS, DNPA	small-angle neutron scattering, diffusion de neutrons aux petits angles
SAXS, DRXPA	small-angle X-ray scattering, diffusion de rayons X aux petits angles
XMT	X-ray micro tomography, micro tomographie par rayons X

CT	computed tomography, tomodensitométrie
HOSP	hollow oven spherical powder, poudre de sphères creuses
EMT	effective medium theory, théorie du milieu effectif
CC	co-continuous model, modèle co-continu
OOF	logiciel orienté objet basé sur la méthode des éléments finis
TS2C	code interne élaboré pour la conductivité thermique
FDM	méthode des différences finies
FEM	méthode des éléments finis
SOR	successive over-relaxation, surrelaxations successives
GS	Gauss-Seidel
RAM	random access memory, mémoire vive
Revêtement A	revêtement élaboré avec une poudre anguleuse/polyédrique
Revêtement S	revêtement élaboré avec une poudre fabriquée en interne formée de sphères creuses

Mathématiques

Chapitre 1

λ	conductivité thermique, $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
f	fraction volumétrique de la phase dispersée ou de la porosité
v	rapport de la conductivité thermique de la phase dispersée (ou pores) sur celle du matériau
F, W, X	facteur de forme de l'ellipsoïde
φ	angle
β	rapport d'aspect moyen des pores
a, b, c	axes de l'ellipsoïde
A, B	constantes des équations
E	module d'élasticité, GPa
ρ_f	densité de fissures
η	facteur d'orientation de la phase dispersée
H_{ijkl}	cavity compliance tensor

Chapitre 3

λ	conductivité thermique, $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
A_p, A_x, A_y, A_z	coefficients des matrices en conduction thermique, $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
α	diffusivité thermique, m^2/s
ϕ	flux thermique, W
R	résistivité thermique, $\text{K}\cdot\text{m}\cdot\text{W}^{-1}$
ρ	densité, kg/m^3
c_p	capacité thermique spécifique sous pression constante, $\text{J}/\text{kg}/\text{K}$
T	température, °C
T_p	température d'un point, °C
i, j, k	indices de points de maille
p	pression du gaz, Pa
δ	épaisseur d'une fissure, m
c, l, d	largeur, la hauteur et l'épaisseur de l'image, m
L	épaisseur de l'échantillon, m
t	temps, s

f_p	fraction de pore
X, Y, Z	Axes des coordonnées cartésiennes
N, n, nx, ny	nombre des pixels
r_ρ	rayon de la matrice spectrale itérative de la méthode SOR
ω	facteur de relaxation,
Res	valeur résiduelle globale d'itération
ε_c	petite valeur définissant les critères de convergence
a, b	constantes de l'équation
Chapitre 4	
σ	contrainte, Pa
τ	contrainte de cisaillement, Pa
\vec{n}	direction normale
\vec{T}	tenseur des contraintes
H	matrice de Hooke
ε	déformation
γ	déformation de cisaillement
ν	coefficient de Poisson
E	module d'élasticité, GPa
G	module de glissement, GPa
C	coefficient de la matrice inverse de Hooke en état plan de déformation
U	déplacement
ROT	vecteur de rotation
F	force, N
H_k	dureté Knoop, Pa
a, a', b, b'	longueurs des diagonales de l'empreinte de l'indentation Knoop, m
m	poids, g
g	accélération de la pesanteur, m/s ²
L	longueur, m
w	largeur, m
h	épaisseur, m
Subscripts	
eff	effectif(ve)

m	matériau dense
d	sphères dispersées
g	gaz
2D	deux dimensions
3D	trois dimensions
opt	optimal(e)
atm	atmosphérique
i, j, k	indices de points de maille
x, y, z	directions des coordonnées cartésiennes
1, 2, 3	première, deuxième et troisième contraintes principales
lim	limite
h	horizontal(e)
v	vertical(e)
s	substrat
c	revêtement (coating)
t	total
Superscript	
m	indice d'étape itérative
GS	Méthode de Gauss-Seidel

Résumé

Les propriétés effectives des revêtements de barrière thermique peuvent être quantifiées par différentes techniques de mesure. La modélisation numérique 2D appliquée à des images de coupes de revêtements représente une méthode alternative souvent utilisée dans la littérature. Dans la présente étude, des modèles tridimensionnels ont été développés pour prédire la conductivité thermique et le module d'élasticité de revêtements d'YPSZ élaborés par projection plasma. Ces modèles 3D ont aussi permis d'étudier les différences entre résultats 2D et 3D.

Dans le chapitre 2, des images capturées par microscopie électronique à balayage ont été analysées à l'aide du logiciel Scion Image. Un réseau poreux 3D artificiel a ensuite été généré à partir de l'information microstructurale obtenue à partir d'images de coupes transversales de revêtements.

Dans le chapitre 3, cette structure 3D a été validée par comparaison de la conductivité thermique effective calculée avec le modèle 2D appliqué sur des images de coupes réelles. La conductivité thermique effective obtenue à partir d'images de coupe de la structure 3D artificielle s'est avérée quasi identique à la valeur obtenue à partir d'images de coupe du revêtement réel.

L'influence de la qualité d'image (résolution dimension, seuil) sur la conductivité thermique prédite a été étudiée. En particulier, la comparaison de la conductivité thermique prédite suivant 3 méthodes a été réalisée : modélisation par éléments finis, et modélisations par différences finies avec des formulations centrée et nodale. L'application d'une formulation nodale, également utilisée dans les modèles basés sur la méthode des éléments finis, fournit une conductivité thermique calculée plus élevée que lors de l'utilisation d'une formulation centrée. La conductivité la plus élevée a été obtenue par modélisation par différence finie avec la formulation nodale. La conductivité thermique effective calculée en 3D s'est avérée être en meilleur accord avec la valeur mesurée, relativement aux calculs réalisés avec le modèle 2D. Enfin, la conductivité thermique calculée pour différents réseaux poreux artificiels a été comparée à celle obtenue à partir de calculs 2D effectués sur leurs coupes transversales, révélant ainsi les différences entre modélisations 2D et 3D : une corrélation a ensuite été obtenue entre les valeurs prédites avec les modèles 2D et 3D.

La conductivité thermique dans les pores diminue significativement lorsque la dimension des

pores est du même ordre que le libre parcours moyen des molécules d'air. Ce phénomène est appelé effet Knudsen (effet de raréfaction). La quantification de l'effet Knudsen sur le transfert de chaleur à travers une structure poreuse a récemment été réalisée par analyse d'image tel qu'expliqué dans ce travail. Des modèles basés sur les méthodes des différences finies et des éléments finis ont été appliqués en utilisant des images 2D et une image 3D artificielle. La diminution de la conductivité thermique effective est assez faible pour les deux méthodes (soit environ 3-5%) en raison de la dimension des pores qui n'atteint pas l'échelle nanométrique dans les travaux réalisés.

Dans le chapitre 4, le module d'élasticité d'un revêtement Y-PSZ a été estimé par une méthode de type éléments finis en appliquant un modèle 2D sur des images MEB de coupes transversales, puis un modèle 3D sur une structure 3D artificielle. Un maillage à résolution adaptable a été généré pour les deux structures afin d'économiser les ressources de calcul. Des conditions aux limites (BC) de type libre, symétrique et périodique ont été appliquées. L'utilisation de BCs contraignantes aboutit à un module calculé un peu plus élevé que la condition de limite libre pour le modèle 2D, mais les résultats sont sensiblement équivalents pour le modèle 3D. En particulier, les différences entre les hypothèses de contrainte plane et de déformation plane ont été étudiées.

Les influences de la résolution et du seuillage des images sur la conductivité thermique effective prédite du revêtement ont également été étudiées. Il a été constaté que les images à faible résolution présentent une microstructure composée de pores discontinus. Par conséquent, les modules d'élasticité calculés sont alors significativement plus élevés que ceux obtenus avec une résolution d'image supérieure. Par exemple, le module d'élasticité suivant la direction horizontale d'un revêtement augmente de 19 GPa à 94 GPa avec une résolution de 25%. D'autre part, l'augmentation de la valeur du seuil appliqué aboutit à une augmentation de la porosité. Ainsi, le module d'élasticité est diminué de moitié lorsque le seuil appliqué sur les images passe de 155 à 168.

Le module d'élasticité effectif calculé pour la structure 3D artificielle a ensuite été comparé à ceux obtenus à partir de calculs 2D effectués sur des coupes de la structure 3D, révélant les différences entre modélisations 2D et 3D. Le module d'élasticité obtenu par le modèle 3D est près de quatre fois supérieur à celui calculé avec le modèle 2D suivant la direction horizontale, et plus de 2 fois supérieur suivant la direction verticale.

Enfin, les résultats des modélisations ont été validés par des essais de flexion et d'indentation Knoop. Le module d'élasticité des revêtements de barrière thermique calculé en 2D à partir

d'images de coupe est beaucoup plus faible que les modules d'élasticité mesurés. Toutefois, la valeur obtenue par modélisation 3D devrait être plus élevée et plus proche de la valeur expérimentale, au vu des résultats obtenus sur la structure artificielle.

Mots-clés : Barrières thermiques ; modèles numériques à base d'images ; modélisations 2D et 3D ; différences finies ; éléments finis ; conductivité thermique ; effet Knudsen ; module d'élasticité.

Abstract

Effective properties of thermal barrier coatings can be quantified via different measurement techniques. Numerical modelling applied on 2D cross-sectional images of the coating represents an alternative method often applied in the literature. In the present study, three-dimensional models were developed for predicting the thermal conductivity and the elastic modulus of a porous structure and also for investigating the differences between 2D and 3D results.

In chapter 2, images captured by scanning electron microscopy (SEM) were analysed with the software Scion Image. A 3D artificial pore network was then specially generated from the microstructural information analysed for real coating cross-sectional images.

In chapter 3, this 3D structure was validated by comparison of the computed effective thermal conductivity based on 2D calculations performed on cross-sectional images of the artificial structure and cross-sectional images of the real coating. Finally, the thermal conductivity performed on cross-sectional images of the 3D artificial structure was found to be nearly the same compared with the value evaluated from cross-sectional images of the real coating.

The influence of image qualities on the predicted effective thermal conductivity of the coating was studied in terms of resolution, size and threshold. Particularly, comparison of the predicted thermal conductivity was made among three methods: a finite element model, finite difference models with cell-centered and nodal formulations. It allowed checking that the nodal formulation, also used in the finite element model, brings larger computed thermal conductivities. Among the three models, the highest value was obtained by the finite difference model with the nodal formulation.

The 3D computed value of the effective thermal conductivity was found to be in better agreement with the measured value, in comparison with that computed on the basis of 2D cross-sectional images. Finally, the thermal conductivity computed for different artificial pore networks were compared with those obtained from 2D computations performed on their cross-sections, revealing the differences between 2D and 3D image-based modelling: a correlation was then derived between the results computed with 3D and 2D models.

The thermal conductivity of pores decreases significantly when the pore dimension is of the same order as the mean free path of air molecules. This phenomenon is called Knudsen

effect (rarefaction effect). The quantification of the Knudsen effect on the heat transfer through a porous structure was firstly realized by image-based analysis in the present work. Finite-difference and Finite-element models were applied using both 2D images and a 3D image. Despite the differences in the computed values obtained with these two numerical methods, the decrease of the computed thermal conductivity caused by Knudsen effect was found to remain quite low for both methods (i.e. about 3-5%) because the dimension of pores does not attain the nano scale level.

In chapter 4, the elastic modulus of plasma sprayed Y-PSZ coatings was estimated by using a 2D model formed by SEM cross-sectional images, and then by a 3D finite-element model developed from an artificial 3D coating image. A resolution-adapted mesh was generated for both structures so as to economize the computational resources. Free, symmetric and periodic boundary conditions (BCs) were applied. The constraint BCs may lead to a little higher computed modulus than the free BC does for 2D modelling, but not obviously for 3D modelling. In particular, the differences between the plane stress and the plane strain assumptions were studied.

The influences of the resolution and the threshold of images on the predicted effective thermal conductivity of the coating were also studied. It was found that the image with low resolutions presents a microstructure formed by discontinuous pores. Therefore, a lower calculated effective elastic modulus results from a higher image resolution. For example, the horizontal elastic modulus of coatings increases from 19 GPa to 94 GPa for an image resolution of 25%. On the other hand, an increase of the threshold results in a raise of the porosity. Thus, the predicted elastic modulus is about halved when the threshold applied to the images was increased from 155 to 168.

Then, the effective elastic modulus computed for the 3D artificial structure was compared with those obtained from 2D computations performed on cross-sections of this 3D structure, revealing the differences between 2D and 3D image-based analyses. The modulus obtained by the 3D model was almost four times that calculated by the 2D model in the horizontal direction, and was more than 2 times higher in the vertical direction.

Finally, the modelling results were validated by a bending test and Knoop Indentation. The predicted elastic modulus of thermal barrier coatings obtained from cross-sectional images was found much smaller than the measured values. However, the value obtained by 3D modelling is expected to be larger and closer to the experimental value, regarding the results from the artificial 3D structure.

Keywords: Thermal barrier coatings; image-based numerical models; 2D and 3D modelling; thermal conductivity; Knudsen effect; elastic modulus.

Chapitre 1 Introduction

1.1 Les barrières thermiques

La protection des aubes des turbines à gaz représente une problématique importante en raison de l'augmentation continue de la température des gaz dans les turbines afin d'en augmenter l'efficacité. Les aubes des turbines sont les éléments subissant les charges les plus importantes, qu'il s'agisse de sollicitations mécaniques ou thermiques. Aujourd'hui, les principaux fabricants de turbines préconisent un niveau de température des gaz de base compris entre 960 et 1100 °C en conditions de fonctionnement standards et 1065-1300°C en pointe [1]. Concernant l'aéronautique, pour les turbines militaires, la température du gaz peut s'élever jusqu'à plus de 1600°C contre plus de 1500°C pour les avions commerciaux [1].

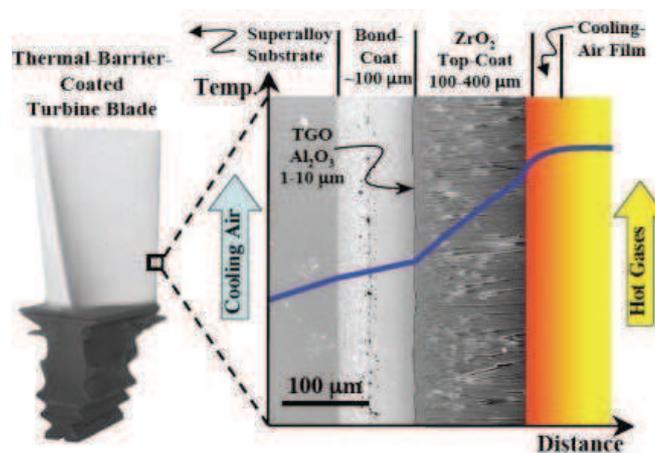


Figure 1.1 : Revêtements de barrière thermique pour les applications de moteurs à turbine à gaz [2].

Les revêtements de barrières thermiques (TBC) en céramique sont employés pour protéger les composants métalliques (notamment superalliages) dans les zones où la température et les flux de chaleur sont les plus élevés, telles que les chambres de combustion et postcombustion. Ces composants sont fabriqués en superalliages à base de nickel, dont la température maximale d'utilisation ne peut dépasser 1200°C (pour le monocristal) [3]. En fonction de l'épaisseur et de la microstructure des revêtements, l'utilisation de dépôts poreux de barrière thermique peut permettre d'abaisser considérablement la température (de 100 à

300°C) dans le cas de matériaux métalliques de base refroidis intérieurement.

La figure 1.1 montre une aube de turbine protégée par un revêtement de barrière thermique composé de trois couches : une couche supérieure en céramique, une couche d'adhérence (BC pour Bond Coat) et une couche d'oxyde formé par croissance thermique (TGO pour Thermally Grown Oxide) [4, 5]. La couche de céramique permet un gradient de température entre la surface et le superalliage. Ainsi, une faible conductivité thermique est nécessaire afin de maximiser la baisse de température à travers l'épaisseur du revêtement. Cette couche doit également présenter une grande compliance dans le plan pour encaisser les différences de dilatation thermique entre le revêtement et le composant sous-jacent en superalliage. En général, une couche poreuse de zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium (YSZ) d'épaisseur comprise entre 100 et 500 μm est actuellement préconisée pour les moteurs d'aéronefs [2]. Cette couche peut être élaborée soit par projection plasma de type APS (c'est-à-dire sous air ambiant à pression atmosphérique) [6-9], soit par EB-PVD (dépôt Physique en phase vapeur où l'anode cible est bombardée par un faisceau d'électrons) [10-13], soit encore par projection plasma sous basse pression (LPPS) [14]. La couche d'adhérence (BC) permet d'améliorer la liaison entre le substrat et la couche céramique supérieure et protège également le superalliage de la corrosion et de l'oxydation. Un dépôt d'alliage métallique réfractaire est appliqué pour accommoder le décalage de coefficient de dilatation thermique (CTE) entre la couche supérieure en céramique et le matériau métallique de base [15, 16]. Une couche d'aluminure à faible teneur en platine [17-20] ou d'alliages base nickel riches en aluminium MCrAlY (où M est Ni ou Co) [21-26] possédant une épaisseur d'environ 50 μm est généralement utilisée comme couche d'adhérence. Ces couches d'adhérence sont élaborées soit par projection plasma sous basse pression (LPPS) [27, 28], soit par projection à froid [29-32], soit par projection HVOF (flamme de combustion supersonique) [33].

La couche céramique supérieure est poreuse et perméable à l'oxygène, ce qui entraîne la formation d'une couche d'alumine à l'interface entre la couche de liaison et le dépôt céramique, appelée TGO [34]. La couche de TGO est composée d'un gradient continu d' Al_2O_3 qui agit comme barrière de diffusion au cours d'une exposition thermique prolongée en service, contribuant ainsi à protéger le substrat d'une oxydation plus en profondeur et à améliorer la durabilité du système en service [35].

L'efficacité d'isolation thermique des revêtements de barrière thermique dépend principalement de la couche supérieure en céramique. Par conséquent, les propriétés de la couche supérieure doivent tout d'abord être optimisées pour améliorer les performances des

barrières thermiques. A cet effet, la première méthode venant à l'esprit porte sur le choix du matériau. Ainsi, différentes céramiques seront brièvement présentées dans la section suivante. Deuxièmement, les revêtements en céramique présentent généralement une microstructure poreuse influençant grandement les propriétés effectives du matériau élaboré, telles que la conductivité thermique et le module d'élasticité, et donc le comportement du revêtement. Par conséquent, des corrélations quantitatives entre la microstructure et les propriétés ont besoin d'être établies pour prédire les propriétés du revêtement ou à l'inverse améliorer la microstructure en optimisant le processus de fabrication.

1.2 Zircone stabilisée à l'yttrine

Pour être efficaces, les TBCs doivent satisfaire diverses exigences [36] :

- Avoir un point de fusion élevé.
- Avoir une conductivité thermique la plus faible possible.
- Ne pas présenter de transition de phase au cours des cycles thermiques.
- Être fortement adhérents au substrat.
- Empêcher les phénomènes d'oxydation et de corrosion des couches d'adhérence métalliques et du substrat.

Les céramiques telles qu' Al_2O_3 , TiO_2 , mullite, zircone, etc. ont été intensivement étudiées et évaluées comme matériaux pour l'élaboration des TBC. La figure 1.2 montre la conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique (CTE) de ces matériaux. On peut noter que la zircone répond mieux aux exigences d'un revêtement de barrière thermique que les autres oxydes.

La zircone (ZrO_2) est un oxyde réfractaire présentant une densité théorique de 6080 kg/m^3 , un point de fusion de 2680°C , un coefficient de dilatation thermique compris entre 13×10^{-6} et $7.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ en fonction de sa forme [37], une conductivité thermique faible comprise entre 2 et $10 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ [38], et une chaleur spécifique de l'ordre de $400 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ [39]. Les cristaux de zircone s'organisent en trois structures cristallines : monoclinique (*m*), tétragonale (*t*) et cubique (*c*).

La zircone pure est monoclinique à température ambiante. Cette structure subit des changements de phases quand elle est soumise à des traitements thermiques à pression atmosphérique. De la phase *m*, elle devient alors tétragonale (*t*) vers 1170°C . La phase

cubique c quant à elle se forme à haute température (au-delà de 2370°C) et présente des propriétés mécaniques modestes.

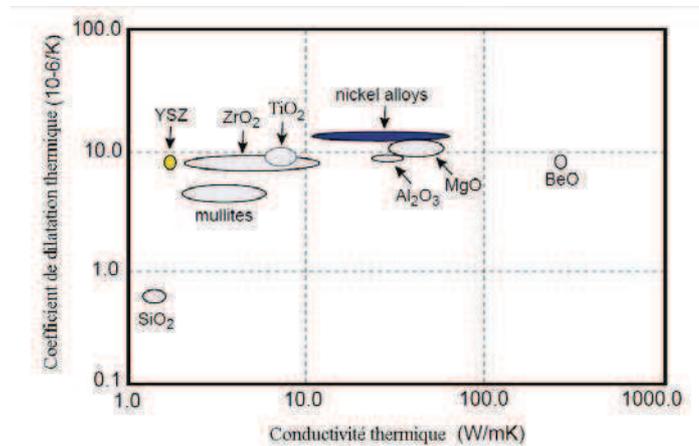


Figure 1.2 : Evolution de la conductivité thermique par rapport au coefficient de dilatation thermique pour différents types de céramiques [38].

Pendant le refroidissement, autour de la plage 1000°C - 1100°C, la phase tétragonale devient monoclinique. Ce changement cristallographique s'accompagne d'une variation volumique importante (de 3 à 5 %) [40] qui pourrait être dommageable au matériau. En raison de cette caractéristique de la zircone pure, l'utilisation d'un additif dopant, tel que CaO [41], MgO [42], CeO₂ [43] ou encore Y₂O₃, est indispensable afin de stabiliser la forme cubique ou tétragonale de la zircone à température ambiante. Cela évite ainsi l'expansion volumique néfaste qui a lieu lors de la transformation de la phase tétragonale en monoclinique.

Toutefois, la température maximale d'utilisation de ZrO₂ stabilisée à MgO ou CaO dans les applications de type turbines à gaz (950 °C pour le second), est beaucoup plus faible que celle de la zircone stabilisée à l'yttrine, car les phases cubiques ne sont pas stables au-delà de 1140°C pour la ZrO₂-CaO et au-delà de 1400°C pour la ZrO₂-MgO [44].

Généralement, la teneur de la phase stabilisatrice est de 12-15% de CaO ou MgO en termes de pourcentage molaire, ou de 8% d'Y₂O₃ (en molaire également) pour former une zircone entièrement stabilisée (FSZ) [45]. La figure 1.3 présente le diagramme de phase de ZrO₂-Y₂O₃ permettant d'observer les différents changements de phase de la zircone en fonction de la teneur en Y₂O₃. Plus exactement, le tracé est ici réalisé en termes de pourcentage molaire en YO_{1.5} (qui ne peut pas être simplement divisé par 2 pour obtenir le pourcentage en Y₂O₃). La structure de la zircone stabilisée à l'Y₂O₃ à 8% en molaire

(précisément 14.8% d' $\text{YO}_{1.5}$ en molaire ou 13.74% en % massique) ou plus est cubique, et dans ce cas il n'y a pas de transformation de phase entre la température ambiante et 2500°C. On peut également ajouter l'oxyde stabilisant en pourcentage inférieur afin de produire une zircone partiellement stabilisée (PSZ) plutôt qu'une structure complètement stabilisée. Sur la figure 1.3, on peut voir que la phase tétragonale métastable (t') est produite à température ambiante lorsque la teneur en yttrine est comprise entre 3% et 5% en molaire. Par conséquent, la zircone partiellement stabilisée est aussi appelée polycristalline de zircone tétragonale (TZP). Une zircone partiellement stabilisée à l'yttrine (YPSZ) est généralement composée d'au moins 2 phases intimement mélangées. En général, les phases cubique et tétragonale sont présentes, et il est possible que la phase tétragonale se transforme en monoclinique.

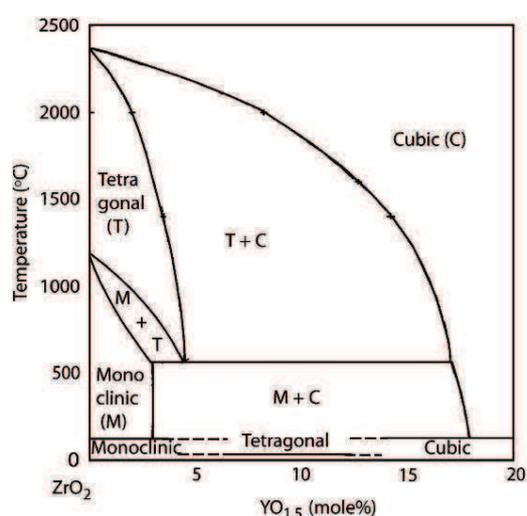


Figure 1.3 : Diagramme de phases de la zircone stabilisée à l'yttrine [46].

Le tableau 1-1 présente une comparaison des propriétés physiques entre YPSZ partiellement stabilisée à 4% d' Y_2O_3 en molaire (7.1% en massique) et YFSZ stabilisée à 8% molaires d' Y_2O_3 (13.75% massiques). En dehors d'une conductivité thermique plus faible, YFSZ présente plusieurs inconvénients par rapport à YPSZ : en particulier, son module d'élasticité est inférieur à haute température [47], sa résistance au cyclage thermique est également inférieure [48], la contrainte à la rupture est plus faible [49] et sa ténacité est également plus basse [49, 50].

Les propriétés améliorées d'YPSZ résultent d'une caractéristique de transformation-renforcement. Il existe deux explications à cela : le renforcement par

contrainte induite et le renforcement par formation de microfissures. La transformation martensitique du métastable *t*-phase (*t'*) en phase monoclinique, autour des fissures se propageant, est la clé pour le phénomène de renforcement par transformation [51]. YPSZ peut retenir la phase métastable tétragonale (*t'*) à température ambiante : la matrice cubique fournit une force de compression qui maintient la phase tétragonale. L'énergie de contrainte des fissures se propageant provoque la transition de la phase tétragonale métastable en phase monoclinique stable.

D'autre part, les microfissures surviennent en raison de la différence de dilatation thermique entre les phases cubique et monoclinique (ou tétragonale) dans YPSZ. En effet, les coefficients de dilatation thermique (CTE) sont de $7,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [52] pour la forme monoclinique contre $10,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [53] pour la forme cubique. Cette différence crée des microfissures qui dissipent l'énergie de propagation des fissures. L'énergie utilisée par cette transformation est suffisante pour ralentir ou arrêter la propagation des fissures. Par conséquent, ZrO_2 partiellement stabilisée à l' Y_2O_3 (Y-PSZ) à 4% en molaire (7% en massique) est la composition la plus largement étudiée et utilisée, là où des températures de fonctionnement extrêmement élevées sont nécessaires, tels que pour les moteurs diesel et les turbines à gaz [54-59].

Tableau 1-1: Comparaison des caractéristiques physiques de la zircone massive stabilisée à l'yttrine.

Désignation	Partiellement Stabilisée	Totalement Stabilisée
% molaire de stabilisant	4% (~7% massique)	8%
Masse volumique, g/cm^3	6.08 [60]	5.96 [61]
Point de fusion, $^\circ\text{C}$	2700 [53]	2700 [53]
Contrainte de rupture, MPa	700 [49]	200 [49]
Ténacité, $\text{MPa/m}^{1/2}$	6 [49, 50]	1.7 [49]
Coef. d'expansion thermique, 10^{-6} K^{-1}	10.8 [62]	10.5 [53]
Conductivité thermique à 1000°C , $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	2.5 [14]	2 [63]
Module d'élasticité, GPa	216 [64]	220 [65]

1.3 Microstructure du dépôt

Les revêtements d'YSZ sont généralement élaborés par l'une ou l'autre des deux techniques suivantes : projection par plasma sous air (APS) ou dépôt physique en phase vapeur avec

bombardement de la cible par faisceau d'électrons (EB-PVD). Les microstructures des revêtements YSZ élaborés par ces deux techniques sont totalement différentes.

Dans le processus d'EB-PVD, le revêtement se développe par condensation de vapeur. La figure 1.4a montre un revêtement EB-PVD de structure colonnaire [66], qui se distingue des revêtements APS. Les revêtements EB-PVD présentent une morphologie colonnaire formée de cristaux de 20-25 μm de large, croissant perpendiculairement au plan du substrat. Cette morphologie se traduit par la présence de porosités inter-colonnaires considérables (1-5 μm de largeur). Les caractéristiques microstructurales intérieures d'une colonne peuvent être révélées par microscopie électronique à transmission (MET) à fort grossissement. La figure 1.4b montre les stries plumeuses, qui existent à la périphérie de chaque colonne. Ces stries sont orientées à 50-60° relativement au plan du substrat.

Les colonnes individuelles de cette structure colonnaire empêchent l'accumulation de toutes les sollicitations en traction, correspondant à la différence de coefficient de dilatation (CTE) entre le dépôt de TBC et le métal de base du substrat. Ce type de structure permet une tolérance supérieure de déformation et de résistance aux chocs thermiques par rapport aux revêtements APS, offrant ainsi des améliorations significatives de la durée de vie. Cependant, de par leur structure colonnaire, les dépôts de barrières thermiques de type EB-PVD possèdent une conductivité thermique élevée à travers l'épaisseur du revêtement, généralement comprise entre 1,3 et 2,0 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ [67, 68].

Par conséquent, les revêtements APS de conductivité thermique plus faible sont aussi largement utilisés, également en raison de leur facilité de fabrication et de leur coût moindre. Dans le cas de la projection par plasma de type APS, le matériau est introduit sous forme de poudre dans le jet de plasma. Les particules sont fondues et accélérées à des vitesses élevées avant de s'écraser sur le substrat où elles se solidifient rapidement pour former une « lamelle » (particule aplatie, appelée « splat »). Le dépôt se construit par empilement successif de particules fondues séparées par des inter-liaisons entre les lamelles. Les revêtements standards élaborés en APS présentent un taux de porosité de 10-20% et une conductivité thermique comprise entre 0,9 et 1.4 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

La figure 1.5 présente un revêtement YSZ élaboré en APS et produit avec une poudre composée de sphères creuses [69]. On peut observer une structure composée de lamelles et de pores et on peut discerner trois types de pores : les pores interlamellaires, les microfissures intralamellaires et les pores globulaires [70]. Ces pores se distinguent de par leur origine. Les pores interlamellaires résultent du contact imparfait entre les lamelles

solidifiées et sont à peu près alignés parallèlement à la surface du substrat. Les fissures intralamellaires sont causées par la relaxation des contraintes thermiques lors du refroidissement et sont généralement orientées perpendiculairement aux lamelles. Les pores globulaires proviennent de l'air emprisonné dans les revêtements au cours du processus de projection (zones non remplies). En raison de la tension superficielle entre le liquide (gouttelettes fondues) et l'air, la morphologie de ces pores est approximativement sphérique.

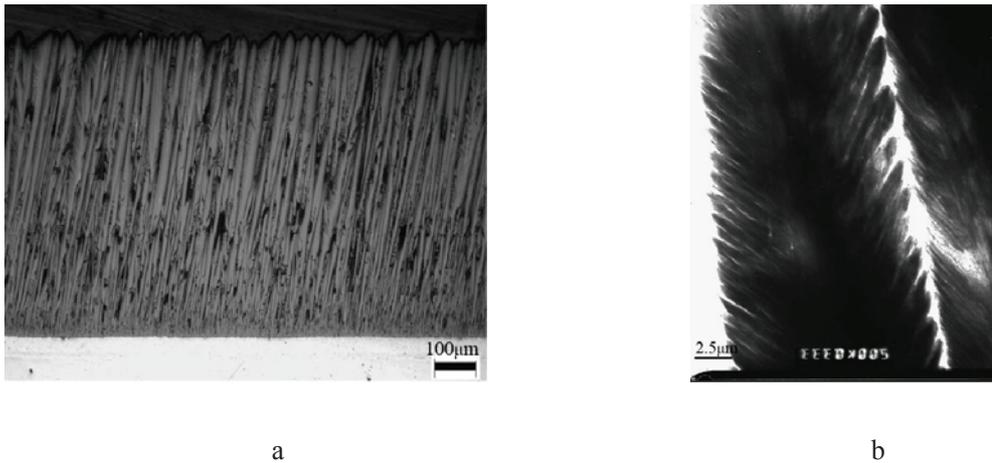


Figure 1.4 : Image MEB en coupe transversale (a) et image MET à grandissement élevé (b) d'un revêtement YSZ élaboré par EB-PVD [66].

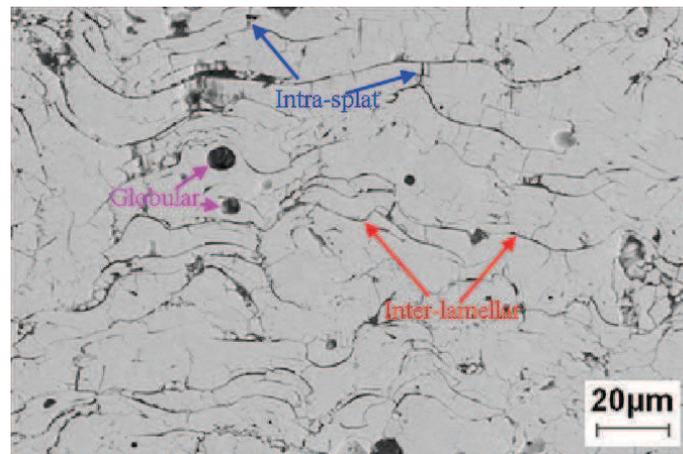


Figure 1.5 : Micrographie MEB d'un revêtement YSZ élaboré par APS [69], dans lequel les pores interlamellaires sont marqués par des flèches rouges, les fissures intralamellaires par des flèches bleues et les pores globulaires par des flèches violettes.

1.4 Caractérisation de la porosité

La porosité d'un revêtement peut être caractérisée par plusieurs techniques telles que : l'adsorption d'eau (WA), la porosimétrie par pénétration de mercure (MIP), la pycnométrie à hélium (HP), l'analyse d'image (IA) ou encore la diffusion de neutrons aux petits angles (SANS). Une comparaison de ces méthodes, avec leurs avantages et leurs limites, a été revue dans [71] :

1. WA : bien que simple et peu coûteuse, elle présente une faible capacité de distinction d'échantillons de porosités très semblables;
2. MIP : cette technique permet de détecter les porosités ouvertes avec précision, mais donne une valeur plus faible de la porosité du réseau par rapport à d'autres méthodes en raison de son incapacité à pénétrer les porosités fermées;
3. HP : cette méthode permet une mesure de la porosité ouverte et de la porosité fermée (à condition que la densité théorique du matériau soit connue), mais ne peut pas déterminer le diamètre des pores ou fournir des informations sur leur distribution de taille;
4. IA [71-73] : cette technique permet de mesurer les porosités ouvertes et fermées mais ne peut pas distinguer entre les deux. Néanmoins, l'analyse d'image permet la détermination de la distribution des pores et de leur morphologie. La résolution spatiale et le contraste de l'image influencent significativement les résultats;
5. SANS est une technique avancée, qui permet la mesure des composantes de la porosité et fournit des distributions de surface des fissures intralamellaires, interlamellaires et des pores globulaires, ainsi que leurs distributions d'orientations approximatives [74-77]. Les caractéristiques des pores sont classées sur la base de rapports d'aspect hypothétiques, 1:1, 1:5 et 1:10 pour les pores globulaires, les fissures interlamellaires et intralamellaires, respectivement.

1.5 Corrélations entre microstructure et macropropriétés du dépôt

De par la comparaison entre les revêtements élaborés en APS et EB-PVD, il est évident que la structure poreuse influence les propriétés mécaniques et thermiques des dépôts. Les pores peuvent être considérés comme un matériau de faible conductivité thermique et sans module d'élasticité. Ils contribuent ainsi à un abaissement de la conductivité et du module des revêtements poreux, par rapport au matériau dense. La fraction volumique des pores, mais

aussi leur morphologie, leur taille, leur distribution etc. peuvent influencer les propriétés effectives des dépôts. Par conséquent, de nombreuses études sont menées pour clarifier les corrélations entre les caractéristiques de la structure poreuse et ses propriétés, et inversement, pour améliorer les propriétés en optimisant leur microstructure via le processus d'élaboration.

1.5.1 Influence de la microstructure sur la conductivité thermique

Raghavan et al. [78] ont mesuré la conductivité thermique d'YSZ en vrac avec des porosités différentes. De toute évidence, la conductivité thermique diminue avec l'augmentation de la porosité. Toutefois, les valeurs mesurées sont inférieures à celles calculées par un modèle théorique [79], et la différence augmente avec la réduction de la densité de l'YSZ. Cette différence provient probablement de l'effet de la morphologie des pores. Wang et al. [80] ont mesuré la porosité et la conductivité thermique de 4 revêtements APS produits avec des poudres de morphologies différentes : la plus faible conductivité ne correspond pas à la porosité la plus élevée. En particulier, bien que les valeurs de la porosité des revêtements construits avec une poudre frittée (15%) et une poudre élaborée par sol-gel (13,5%) soient plus élevées que celle des dépôts réalisés avec une poudre formée de sphères creuses (HOSP) (12,2%), la conductivité thermique du revêtement de type HOSP ($0,64 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) est beaucoup plus faible que celle des deux premiers ($0,89 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $0,85 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ respectivement). Les auteurs ont considéré que cette différence provient principalement de l'augmentation des interfaces interlamellaires avec la poudre de type HOSP. En effet, le degré d'aplatissement des particules creuses est plus élevé si bien que le revêtement élaboré avec la poudre de type HOSP présente plus d'interfaces interlamellaires orientées quasi parallèlement au substrat. Par conséquent, la conductivité thermique suivant la direction normale à la surface apparaît comme plus faible et l'anisotropie est plus évidente (différence plus importante entre les conductivités mesurées suivant les directions normales et tangentielles à la surface du dépôt).

Allen et al. [74] ont mis en évidence une tendance linéaire décroissante entre la conductivité thermique et le taux de porosités interlamellaires révélé par diffraction de neutrons aux petits angles (SANS). Bien que les fissures intralamellaires et les pores globulaires contribuent à limiter la diffusion de la chaleur dans un dépôt, la nature et l'interconnectivité des interfaces interlamellaires jouent un rôle majeur de barrières thermiques pour le transport de la chaleur.

De même, G. Bertrand et al. [81] ont caractérisé les pores par analyse d'image puis relié l'orientation des pores à la conductivité thermique. Ils ont montré que les fissures ou fines porosités orientées avec de petits angles par rapport à la surface du substrat contribuent plus efficacement à la réduction de la conductivité thermique effective.

La taille des pores présente également un effet important sur la conductivité thermique des revêtements de barrière thermique. Shen et al. [82] ont réalisé des calculs sur la zone non linéaire autour d'un pore, et ont proposé des formulations mathématiques de la contribution de la taille des pores et du niveau de porosité sur la conductivité thermique effective des TBC, à partir de la loi de la conservation de l'énergie. Afin d'expliquer l'effet de la géométrie des pores sur la conductivité thermique effective, Wang et al. [83] ont établi un modèle d'analyse des revêtements en fonction de la structure de la porosité et de l'homogénéité de sa distribution. Selon ce modèle, le résultat des analyses par éléments finis montre que l'effet d'isolation thermique des pores est renforcé par l'augmentation de la taille des pores. Les effets de l'orientation des pores et de leur distribution ont également été étudiés dans ces travaux. Les auteurs ont ainsi constaté que les pores parallèles au substrat contribuent plus efficacement à l'isolation thermique lui-même potentiellement affaibli par l'existence de pores sur la surface du revêtement céramique.

1.5.2 Modèles analytiques pour prédire la conductivité thermique

Dans la mesure où les TBCs peuvent être considérés comme un réseau formé de pores et de matériau, les modèles initialement destinés aux matériaux composites à deux phases sont à peu près applicables aux revêtements. Dans la section suivante, une brève revue des modèles de conductivité thermique des systèmes à deux phases est d'abord présentée (tel que matrice céramique et pores dans les TBC, matrice métallique et renforcement céramique dans les composites, etc.). La dernière partie de cette section se concentre sur le cas spécifique des TBCs poreux.

1.5.3 Modèles pour les composites à deux phases

Les modèles de type série et parallèle sont les modèles les plus simples qui fournissent les limites extrêmes de la conductivité thermique d'un composite à deux phases. Plusieurs modèles ont été précédemment proposés pour prédire la conductivité thermique d'un

matériau à deux phases sur la base de ses paramètres microstructuraux (tels que la fraction volumique, la taille et la morphologie de la phase dispersée) et les conductivités thermiques des deux composants.

En supposant une phase secondaire dispersée et diluée formée de sphères ou d'ellipses orientées aléatoirement (fraction volumique inférieure à 10%) dans une matrice continue, le modèle de Maxwell [84] est applicable pour prédire la conductivité thermique, et peut être écrit comme suit :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \left[1 - \frac{3f(1-\nu)}{2+\nu} \right] \quad (1-1)$$

où $\nu = \lambda_d/\lambda_m$ désigne le rapport de conductivité des 2 phases avec λ_m et λ_d les conductivités thermiques du matériau solide et des sphères dispersées, respectivement et f est la fraction volumique de la phase dispersée.

Cernuschi et al. [85] ont introduit le modèle de Bruggeman supposant un rayon variable de la phase secondaire sphérique dispersée, de sorte que la limitation sur la fraction volumique de la phase diluée puisse être enlevée (c'est à dire $0 < f < 1$). Dans ce cas, l'équation est la suivante :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \left[\nu + (1-f)(1-\nu) \left(\frac{\lambda_{eff}}{\lambda_m} \right)^{1/3} \right] \quad (1-2)$$

Litovsky et al. [79] ont suggéré :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m (1-f)^{3/2} + \lambda_d f^{1/4} \quad (1-3)$$

Cette équation représente une formule d'interpolation dont la solution est similaire au modèle de Bruggeman. Elle est par ailleurs beaucoup plus facile à résoudre vu que λ_{eff} ne figure qu'à gauche. Ce modèle est aussi valable quel que soit le taux de porosité pour une structure composée de deux phases avec une phase solide continue et une porosité distribuée de façon homogène.

Suivant la théorie de Russell [86], la conductivité thermique du matériau poreux, λ_{eff} , est donnée par :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \frac{\nu f^{2/3} + 1 - f^{2/3}}{\nu(f^{2/3} - f) + 1 + f - f^{2/3}} \quad (1-4)$$

La théorie de Frey implique les mêmes variables que celles de Russell et peut être écrite comme [87] :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \frac{\nu(1-f^{1/3}+f)+f^{1/3}-f}{\nu(1-f^{1/3})+f^{1/3}} \quad (1-5)$$

Le modèle de théorie du milieu effectif (EMT), largement utilisé pour les composites, suppose une distribution complètement aléatoire de toutes les composantes et peut être exprimé comme [88] :

$$\frac{(1-f)(\lambda_m - \lambda_{eff})}{\lambda_m + 2\lambda_{eff}} + \frac{f(\lambda_d - \lambda_{eff})}{\lambda_d + 2\lambda_{eff}} = 0 \quad (1-6)$$

Wang et al. [88] ont combiné les modèles de Maxwell et EMT et obtenu un modèle applicable pour les composites avec des phases co-continues (CC) :

$$\lambda_{eff} = \frac{\lambda_s}{2} \left(\sqrt{1 + 8\lambda_p/\lambda_s} - 1 \right) \quad (1-7)$$

avec $\lambda_s = \frac{1}{(1-f)/\lambda_m + f/\lambda_d}$ et $\lambda_p = (1-f)\lambda_m + f\lambda_d$

où λ_s et λ_p sont les conductivités thermiques obtenues à partir des modèles en série et en parallèle avec des fractions volumiques identiques. Ainsi, la conductivité thermique est ici une solution simple ne dépendant que des valeurs calculées pour les modèles en série et en parallèle.

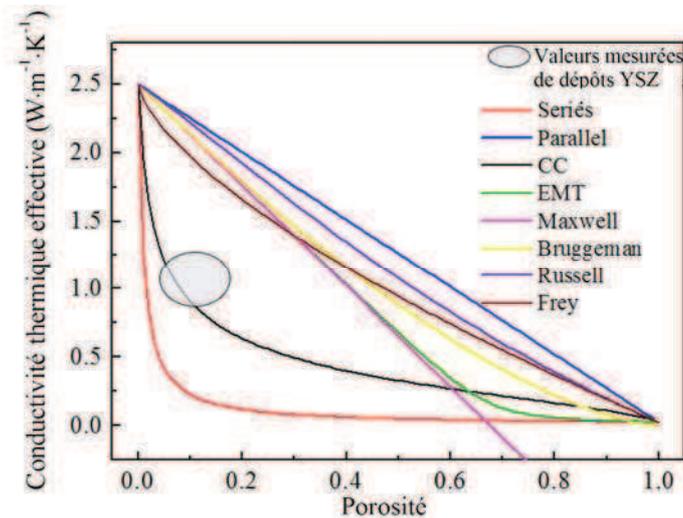


Figure 1.6 : Evolution de la conductivité thermique d'un revêtement YSZ en fonction du niveau de porosité, suivant différents modèles avec $\lambda_m=2.5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $\lambda_d=0.025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

La figure 1.6 compare la conductivité thermique d'un revêtement élaboré par projection thermique calculée à l'aide de différents modèles analytiques. Lorsque la porosité est

inférieure à 50%, la valeur obtenue avec le modèle EMT est assez similaire à celle obtenue avec le modèle de Maxwell. Le modèle de Russell présente la solution la plus proche de la limite supérieure, obtenue avec le modèle parallèle. Le modèle de Bruggeman donne une situation intermédiaire entre les modèles de Russell et EMT. Relativement au modèle de Bruggeman, le modèle de Frey indique des valeurs inférieures à porosité faible et supérieures à porosité élevée. En ce qui concerne les revêtements APS avec un niveau de porosité de l'ordre de 10%, la conductivité thermique est généralement un peu plus grande que $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, si bien que le modèle CC semble être le meilleur choix.

1.5.4 Modèles destinés aux matériaux poreux

Pour les matériaux poreux tels que les TBC, la conductivité thermique des pores peut être considérée comme négligeable, compte-tenu de $\nu = \lambda_d/\lambda_m \approx 0$. En particulier, cela est vrai pour les températures où la contribution radiative au transfert de chaleur peut être négligée. Par conséquent, le modèle de Maxwell représenté par l'équation (1-1) devient :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \left(1 - \frac{3}{2} f \right) \quad (1-8)$$

Klemens et al. [89] ont résolu le modèle de Maxwell avec une autre approximation, et obtenu une corrélation très similaire :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \left(1 - \frac{4}{3} f \right) \quad (1-9)$$

Le modèle de Bruggeman représenté par l'équation (1-2) est également simplifié en cas de matériaux poreux. On obtient alors :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m (1 - f)^{\frac{3}{2}} \quad (1-10)$$

Plus généralement, pour une dispersion de sphéroïdes, le modèle de Bruggeman est exprimé par [36, 85, 90] :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m (1 - f)^X \quad (1-11)$$

où $X = \frac{1 - \cos^2 \varphi}{1 - F} + \frac{\cos^2 \varphi}{2F}$, dans laquelle F correspond au facteur de forme de l'ellipsoïde,

et φ représente l'angle entre l'axe de révolution de l'ellipsoïde et le flux de chaleur non perturbé. La figure 1.7 présente graphiquement la valeur du facteur F en fonction du rapport

des axes de l'ellipsoïde a/c . En particulier, pour une sphère ($a=c$) et F vaut $1/3$, alors que pour des ellipses aplaties ($c>a$) ou allongées ($a>c$), les valeurs de F évoluent dans la plage de $0-1/3$ et $1/3-1/2$, respectivement.

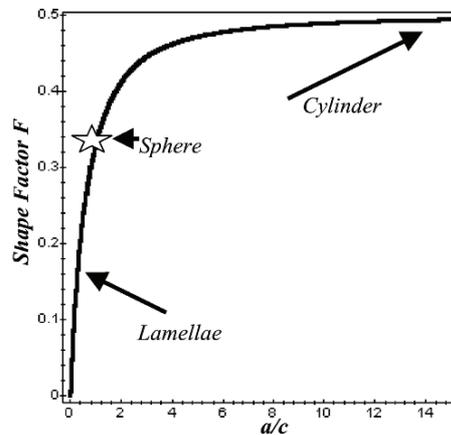


Figure 1.7 : Facteur de forme F calculé en fonction du rapport d'axe a/c d'une ellipsoïde [85].

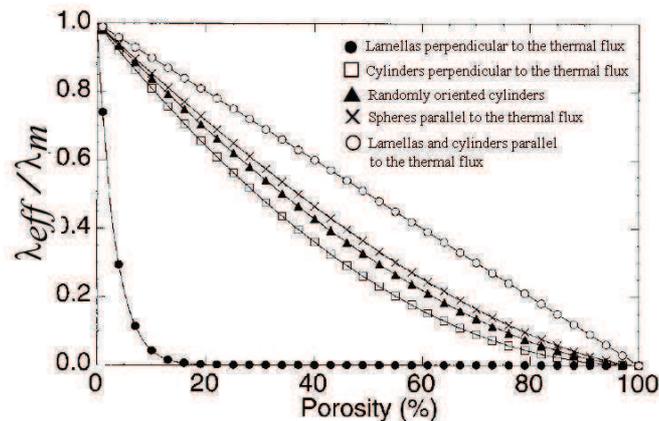


Figure 1.8 : Conductivité thermique normalisée (λ_{eff}/λ_m) en fonction de la porosité pour des géométries de pores différentes [36].

Sur la figure 1.8, l'équation (1-11) a été tracée pour des formes de porosité différentes. Suivant ces résultats, les pores en forme de lamelles orientées perpendiculairement au flux thermique et correspondant donc principalement à des pores interlamellaires, possèdent une efficacité supérieure pour la réduction de la conductivité thermique effective. Au contraire, les pores présentant une forme de lamelles ou de cylindres, dont l'axe principal est parallèle au flux thermique et correspondant donc essentiellement aux fissures intralamellaires, possèdent une efficacité moindre sur la réduction de la conductivité thermique effective.

Pour les pores globulaires de type sphériques, une situation intermédiaire est obtenue d'après la figure.

L'extension du modèle de Meredith et Tobias au cas de porosités de type sphéroïdes orientées aléatoirement donne [85] :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \frac{2-f}{2+(W-1)f} \cdot \frac{2(1-f)}{2(1-f)+Wp} \quad (1-12)$$

où $W = \frac{1}{3} \left(\frac{1}{2F} + \frac{2}{1-F} \right)$ correspond au facteur X pour les sphéroïdes orientées aléatoirement. Ce modèle représente une situation intermédiaire entre les modèles de Maxwell et de Bruggeman.

Hasselman [91] a considéré les pores en forme de sphéroïdes aplaties et a suggéré que les fissures horizontales plates sont équivalentes à des ellipsoïdes de révolution du modèle de Maxwell. Dans ce cas Hasselman a proposé :

$$\lambda_{eff} = \lambda_m \frac{1}{1+(2f/\pi)(b/a)} \quad (1-13)$$

où b est la longueur moyenne de l'axe principal de l'ellipsoïde et a est la longueur moyenne de l'axe secondaire.

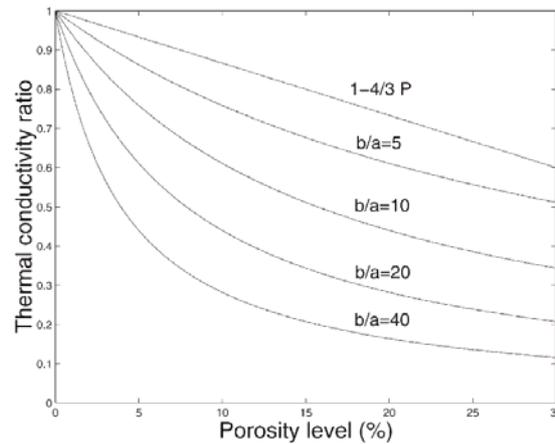


Figure 1.9 : Evolution du rapport de conductivité thermique (λ_{eff}/λ_m) d'un revêtement élaboré par projection thermique en fonction du niveau de porosité et du rapport d'aspect des pores, calculé suivant le modèle d'Hasselman [92].

La figure 1.9 présente l'évolution du rapport de la conductivité thermique entre matériaux poreux et dense, en fonction du niveau de porosité pour plusieurs facteurs de forme des pores.

On peut noter qu'une augmentation du ratio b/a (pores de forme allongée) conduit à une diminution de la conductivité thermique du revêtement à taux de porosité équivalents. Ce résultat indique que les fissures longues et fines sont plus efficaces pour améliorer l'isolation thermique.

Tous les modèles décrits précédemment supposent la présence d'un réseau de porosité constitué de pores de formes simples ou de fissures ayant une orientation unique. Néanmoins, un dépôt réel de TBC élaboré en APS est constitué d'un réseau de pores de différents types, que l'on peut généralement décomposer en 3 catégories : les pores interlamellaires, les pores globulaires et les fissures intralamellaires. Comme méthode alternative, l'extension de ces modèles à un système de porosités multiples, constitué d'une manière itérative, a été réalisée par Cernuschi et al. [85]. En particulier si f_0 représente de taux de porosité global, et f_1 , f_2 et f_3 sont des pourcentages des trois types de porosité, respectivement ($f_0=f_1+f_2+f_3$), la conductivité thermique du mélange à quatre phases est alors :

$$\begin{aligned} \lambda_{eff} = \frac{\lambda_m}{6} & \left\{ \Phi\left(\frac{f_2}{1-(f_1+f_3)}\right) \Psi\left(\frac{f_1}{1-f_3}\right) \Theta(f_3) + \Psi\left(\frac{f_1}{1-(f_2+f_3)}\right) \Phi\left(\frac{f_2}{1-f_3}\right) \Theta(f_3) \right. \\ & + \Phi\left(\frac{f_2}{1-(f_1+f_3)}\right) \Theta\left(\frac{f_3}{1-f_1}\right) \Psi(f_1) + \Psi\left(\frac{f_1}{1-(f_2+f_3)}\right) \Theta\left(\frac{f_3}{1-f_2}\right) \Phi(f_2) \quad (1-14) \\ & \left. + \Theta\left(\frac{f_3}{1-(f_1+f_2)}\right) \Phi\left(\frac{f_2}{1-f_1}\right) \Psi(f_1) + \Theta\left(\frac{f_3}{1-(f_1+f_2)}\right) \Psi\left(\frac{f_1}{1-f_2}\right) \Phi(f_2) \right\} \end{aligned}$$

où $\Phi(f)$, $\Psi(f)$ et $\Theta(f)$ représentent des fonctions qui décrivent l'effet de la porosité sur la conductivité thermique de la matrice. En particulier, conformément à l'équation (1-11), Φ , Ψ et Θ peuvent être choisies entre les différentes expressions précédemment définies en fonction de la morphologie de la porosité :

$$\Phi(f) = (1-f)^{X_1}, \quad \Psi(f) = (1-f)^{X_2} \quad \text{and} \quad \Theta(f) = (1-f)^{X_3} \quad (1-15)$$

où les indices X_1 , X_2 et X_3 sont les facteurs de forme correspondant aux pores interlamellaires, globulaires et intralamellaires respectivement.

1.5.5 Modélisation numérique

La modélisation numérique représente une méthode alternative pour prédire les propriétés d'un matériau poreux : en particulier cette méthode a été de plus en plus utilisée au cours de ces dernières années. Cette méthode utilise directement des images de structures réelles et

présente donc une bonne fiabilité. En général, le matériau doit être photographié de sorte que l'image de la microstructure du dépôt soit convertie dans un format numérique reconnu par les ordinateurs. Cette méthode est donc dite modélisation numérique sur la base d'images. Le problème clé est que l'image doit correspondre de manière fiable à la microstructure du matériau. Par conséquent, la résolution de la micrographie doit être suffisamment élevée pour représenter les détails des pores fins dans les revêtements de barrière thermique. Pour cette raison, l'imagerie MEB a été intensément utilisée en vertu de sa résolution élevée (jusqu'à quelques nanomètres). Le modèle numérique est directement construit à partir de l'image capturée. Les pores et les matériaux peuvent être facilement distingués en fonction de la couleur des pixels : en général, les pixels noirs appartiennent à des pores et les blancs à la matrice solide.

En particulier, un programme orienté objet basé sur la méthode des éléments finis a été développé par le « National Institute of Standards and Technology » (NIST) des États-Unis pour résoudre ce problème à travers le code nommé OOF [93]. Wang et al. [80] ont utilisé cette méthode pour prédire la conductivité thermique de revêtements YPSZ élaborés par plasma. Les valeurs prédites se sont avérées en bon accord avec les valeurs expérimentales pour les revêtements recuits, mais en désaccord pour les revêtements bruts. Il a été expliqué que le mauvais contact aux frontières des splats n'est pas pris en compte dans les images MEB, ce qui n'est plus le cas pour les dépôts recuits pour lesquels le contact entre lamelles est bien meilleur.

Jadhav et al. [14] ont utilisé OOF pour analyser le transfert de chaleur à travers des revêtements élaborés par APS, SPPS (projection de suspensions ou de solutions) et layered-SPPS (SPPS à couches multiples). Le modèle implémenté sous OOF s'est avéré en accord avec les conductivités thermiques mesurées, en particulier à température ambiante.

Au sein du laboratoire LERMPS, un modèle basé sur l'application d'une méthode de type différences finies (FDM) sur des images de coupes micrographiques de dépôts a été développé il y a 8 ans. Le logiciel a notamment été utilisé pour prédire la conductivité thermique effective de revêtements YSZ et ou encore de dépôts abrasables de type AlSi/Polyester. Les travaux de Antou [94, 95] et Bolot [73, 92, 96-98] illustrent ses applications. Dans la plupart des cas, un accord satisfaisant a été trouvé relativement aux mesures expérimentales.

Toutes les études précédentes sont basées sur l'utilisation d'images 2D de coupes de dépôts pour prédire la conductivité thermique effective. De fait, le flux de chaleur perpendiculaire

au plan de coupe y est négligé. En principe, cette hypothèse s'applique seulement à condition que la microstructure suivant la dimension perpendiculaire au plan, soit totalement répétitive, tels que c'est le cas pour les matériaux homogènes ou les composites unidirectionnels renforcés par fibres longues. Malheureusement, les TBC élaborés par projection thermique sont des matériaux dont la microstructure est désordonnée et pour lesquels cette hypothèse n'est pas strictement applicable. Pour cette raison, l'utilisation de la modélisation 2D pour les TBCs est une question à réfléchir. Dans le présent travail, ce problème a donc été étudié.

Au cours de la dernière décennie, le développement de plusieurs approches sophistiquées d'imagerie 3D, telles que la tomographie de rayons X (XMT, également connue sous le nom Micro CT) [66, 99, 100] et la reconstitution d'images 3D par série de coupes 2D (Serial sectioning) [101-104], a permis d'étendre les applications de l'analyse à base d'images pour les revêtements élaborés par projection thermique. Toutefois, l'analyse par calculs à partir d'images 3D n'a pas encore trouvé sa place dans le domaine des revêtements en raison de la forte charge de calcul associée à la modélisation 3D à résolution élevée.

1.5.6 Module d'élasticité

La formation de contraintes résiduelles dans les revêtements pendant l'élaboration d'un dépôt peut avoir un impact important sur ses propriétés mécaniques et la durabilité du revêtement. Il a été démontré que le module d'élasticité d'un revêtement EB-PVD peut être corrélé aux contraintes résiduelles et à la tolérance de déformation. En particulier un module élevé conduit à des contraintes résiduelles plus élevées et à une tolérance de déformation plus faible [105]. Le module d'élasticité d'un dépôt d'YSZ élaboré en EB-PVD suivant une direction parallèle à la surface du revêtement est beaucoup plus faible que celui de l'YSZ dense. D'une manière générale, le module d'élasticité d'un dépôt est fortement dépendant de sa microstructure. Wang et al. [80] ont montré des différences de microstructure sur quatre revêtements élaborés en APS, qui se traduisent par une variation du module d'élasticité de 50 à 100 GPa. Par conséquent, de nombreux efforts ont été réalisés pour quantifier l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés élastiques de revêtements de barrière thermique.

Kulkarni et al. [106] ont quantifié les effets de la porosité sur les modules d'élasticité des revêtements YSZ dans deux directions, comme le montre la figure 1.10. Une porosité plus élevée se traduit par un module d'élasticité inférieur. La différence entre les valeurs dans les

directions parallèle au plan et à travers l'épaisseur, diminue avec l'augmentation des fissures intralamellaires, en comparant les deux images.

Tan et al. [69] ont mesuré les modules d'élasticité de revêtements YSZ dans des directions différentes par spectroscopie de résonance ultrasonore. Une forte anisotropie s'expliquant par une microstructure de "briques empilées" a été relevée.

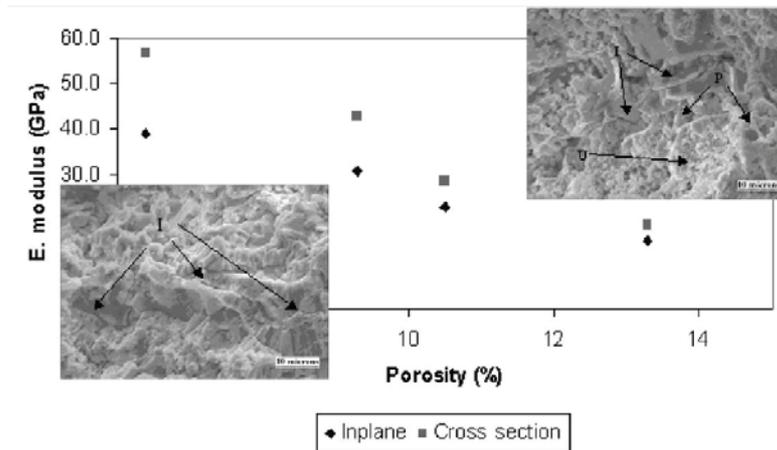


Figure 1.10 : Evolution du module d'élasticité et anisotropie dans les revêtements en fonction des variations microstructurales et des porosités [106].

1.5.7 Modèles analytiques

Afin de quantifier les relations entre la structure de la porosité et le module d'élasticité du matériau, les modèles analytiques sont souvent préférés en raison de leur commodité.

Un modèle empirique utilisé couramment a été proposé par Spriggs [107], pour les matériaux poreux. Il permet l'estimation du module d'élasticité d'un matériau présentant une distribution uniforme de pores sphériques, E_{eff} , au module du matériau dense correspondant par une relation exponentielle :

$$E_{eff} = E_m \exp(-Bf) \quad (1-16)$$

où E_m est le module d'élasticité du matériau dense, f est la fraction volumique des pores, et B est une constante égale à 5,16 [108].

Hasselman et al. [109] ont proposé un modèle théorique pour estimer le module d'élasticité des matériaux poreux :

$$E_{eff} = E_m \left[1 + \frac{Af}{1 - (A+1)f} \right] \quad (1-17)$$

dans laquelle A est une constante égale à $-33,4$ [108].

Zhao et al. [110] ont développé un modèle s'appliquant aux propriétés mécaniques effectives des milieux poreux présentant des inclusions ellipsoïdales. Les auteurs ont considérés l'anisotropie de la microstructure dans leur modèle. Les modules d'élasticité suivants les directions longitudinale, E_L , et transversale, E_T , peuvent être calculés comme suit :

$$E_L = \frac{E_m(1-f)}{1+2\rho_f} \quad \text{et} \quad E_T = \frac{E_m(1-f)}{1+2\rho_f\beta^{-2}} \quad (1-18)$$

où ρ_f est la densité de fissures ($\rho_f = \sum_i a_i/S$) ; β est le rapport d'aspect moyen des

pores ($\beta = \left(\frac{\sum_i a_i^2}{\sum_i b_i^2} \right)^{1/2}$) ; S est la surface totale, et a_i et b_i correspondent aux longueurs

des axes majeur et mineur, respectivement, du $i^{\text{ème}}$ pore. Le rapport d'aspect n'apparaît pas dans l'expression de E_L du fait que la coupe des pores est circulaire dans des plans parallèles au substrat.

Afin de décrire la distribution de l'orientation des fissures, Sevostianov et Kachanov [111] ont proposé une fonction de densité de probabilité, comme suit :

$$P_\eta(\varphi) = \frac{1}{2\pi} \left[(\eta^2 + 1)e^{-\eta\varphi} + \eta e^{-\eta\pi/2} \right] \quad (1-19)$$

pour $\eta \geq 0$.

La figure 1.11 fournit une illustration et montre les modèles de dispersion d'orientation des pores qui correspondent à différentes valeurs de η . Avec l'aide de cette fonction, ils ont calculé le module d'élasticité avec les équations suivantes :

$$E_L = E_m \left[1 + \frac{E_m}{1-f} H_{3333}^* \right]^{-1} \quad \text{et} \quad E_T = E_m \left[1 + \frac{E_m}{1-f} H_{1111}^* \right]^{-1} \quad (1-20)$$

où les H_{ijkl}^* sont obtenus par intégration du tenseur de compliance des cavités H_{ijkl} de rang 4, sur les orientations, avec la fonction de distribution $P_\eta(\varphi)$, le coefficient de Poisson du matériau ν_m , et f la porosité.

La figure 1.12 présente une comparaison des modules effectifs obtenus à partir des différents modèles listés ci-dessus. Pour le modèle de Zhao, ρ_f est choisi comme identique à f , et $\beta=0,1$. Pour le modèle de Sevostianov, les porosités partielles retenues sont $f_1=f_2(=f/2)$; les rapports d'aspect considérés sont $\beta_1=\beta_2=0,1$; et les paramètres de dispersion sont $\eta_1=5$, $\eta_2=10$ pour les pores horizontaux et verticaux, respectivement.

Hormis le modèle parallèle qui donne la limite maximale, le modèle de Spriggs donne le module effectif le plus élevé. Le modèle série donne la limite minimale, qui est toujours nulle vu que le module des pores est nul. Le modèle de Hasselman est en bon accord avec les valeurs expérimentales, mais ne considère pas l'anisotropie des revêtements. Avec les paramètres choisis décrits au-dessous de la figure 1.12, le modèle de Sevostianov donne une anisotropie assez faible, alors que le modèle de Zhao donne au contraire une anisotropie élevée. Cependant, les résultats obtenus pour E_L par le modèle Zhao semblent anormalement bas par rapport aux valeurs expérimentales [75] illustrées par l'ellipse bleu clair.

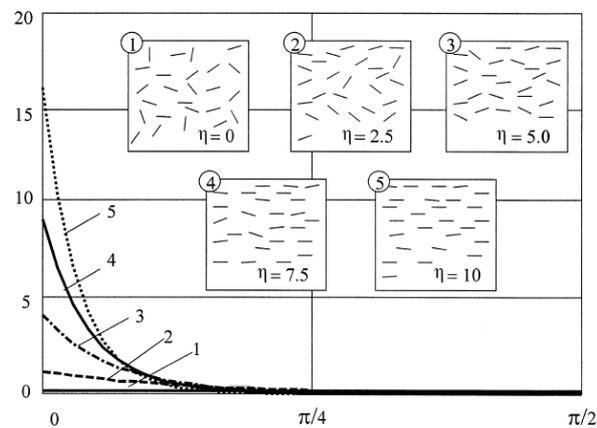


Figure 1.11 : Dépendance de la fonction de distribution d'orientation P_η sur l'angle φ pour plusieurs valeurs de η et modèles orientationnels correspondants.

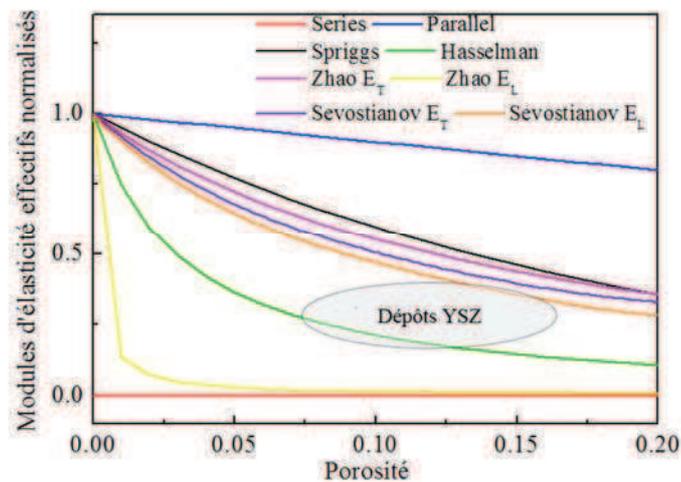


Figure 1.12 : Evolution du module d'élasticité effectif (normalisé par rapport au matériau dense) en fonction de la porosité totale f .

1.5.8 Modélisation numérique

Bien que les modèles analytiques soient faciles à utiliser, la détermination des paramètres correspondant à la microstructure est toujours un point clé, qui influence grandement les valeurs calculées. Par conséquent, la modélisation sur la base d'images a été récemment mise en œuvre en raison de sa bonne fiabilité.

Nakamura et al. [112] ont généré des modèles microstructuraux artificiels comprenant de nombreux pores distribués aléatoirement et de tailles et de formes différentes. Ils ont ensuite étudié avec la méthode des éléments finis les effets de la taille des pores, de leur forme et de leur orientation sur les propriétés mécaniques de revêtements céramique élaborés par projection thermique.

De même, Wang [80] et Kulkarni [75] ont générés des modèles microstructuraux pour des revêtements YSZ élaborés par APS à partir des informations microstructurales obtenues par SANS, et ont ensuite calculé les modules d'élasticité effectifs des revêtements. De plus, Wang a aussi utilisé des images MEB de coupes transversales pour réaliser des calculs par éléments finis sous OOF. Cependant, de grandes différences ont été observées entre les valeurs prédites et les valeurs expérimentales. Les auteurs attribuaient ces différences à l'effet des contacts imparfaits au niveau des interfaces entre splats (interfaces = fines fissures interlamellaires), ce qui n'était pas pris en compte sur leurs images MEB ou dans l'information SANS.

Azarimi et al. [108] ont comparé les modules d'élasticité effectifs prédits par les modèles analytiques et la modélisation basée sur l'image (avec OOF). Ils ont constaté que les modélisations réalisées sous OOF indiquent des modules plus faibles que les modèles analytiques, et par ailleurs également plus proches des valeurs expérimentales. Tel qu'expliqué par Wang [80], les interfaces entre splats ont été éliminées par recuit de sorte que les différences entre les valeurs prédites par la modélisation et les valeurs expérimentales ont diminué pour les échantillons recuits. Toutefois, d'autres explications doivent aussi être envisagées vu que des différences existent encore. En outre, les interfaces entre splats pourraient être capturées à l'aide des microscopes avec un grossissement et un seuillage adéquats.

1.6 Objectif du travail

Le procédé d'élaboration agit fortement sur la microstructure d'un dépôt et ses propriétés en dépendent fortement. Par conséquent, le développement de corrélations entre microstructure et propriétés constitue le lien nécessaire entre le procédé, la microstructure et ses propriétés en vue de leur amélioration. Tous les chercheurs listés ci-dessus ont consacré leurs études à parfaire ce lien. La modélisation basée sur des images est sans doute une méthode fiable parmi les solutions envisagées. Les modèles ont généralement été développés à partir d'images 2D. Cependant la question du réalisme des calculs 2D relativement à l'architecture réelle tridimensionnelle des dépôts n'est que rarement mentionnée. En fait, dans la plupart des cas, les modèles 2D ne sont pas applicables d'un point de vue de la physique, hormis par utilisation d'une hypothèse appropriée dans la direction perpendiculaire au plan. Concrètement, l'élaboration de modèles 3D peut se traduire par l'obtention de résultats différents relativement à un modèle 2D. Par conséquent, la modélisation 3D constituera un point focal dans cette thèse.

Telle que définie initialement, cette étude visait à, en prenant les revêtements YSZ élaborés par APS comme exemples, développer des corrélations entre la microstructure et les propriétés effectives d'un matériau poreux, ce qui comprend :

- La mise en place de modèles basés sur les méthodes des différences finies et des éléments finis.
- La modélisation des transferts de chaleur et du comportement mécanique d'un revêtement poreux, permettant la prédiction de la conductivité thermique et du module d'élasticité effectifs de dépôts.
- L'analyse des différences entre modélisations 2D et 3D pour des revêtements YSZ.

La microstructure doit tout d'abord être caractérisée afin de connaître les informations caractéristiques du réseau de porosités utilisé dans la modélisation. Dans le chapitre 2, les porosités de revêtements YSZ élaborés par APS sont donc quantifiées par l'analyse d'image. En particulier, les trois types de porosité (pores interlamellaires, globulaires et intralamellaires) ont été distingués. Ensuite, un modèle 3D artificiel de la microstructure a été généré à partir de ces informations pour application de l'analyse 3D.

Dans le chapitre 3, un modèle du transfert de chaleur est développé par application de la méthode des différences finies. En particulier, la conductivité thermique effective est prédite

par modélisations 2D et 3D. Une comparaison des modèles basés sur les différences finies et les éléments finis est ensuite réalisée. Les effets de la nature des phases du matériau et des pores sont notamment étudiés. En particulier, l'effet Knudsen sur la conductivité des pores a été pris en considération pour le calcul de la conductivité thermique effective des revêtements. Les paramètres liés à l'image, y compris la résolution, la taille et le seuillage ont été optimisés. Plus important encore, les différences entre modélisations 2D et 3D ont été quantifiées et des corrélations ont été proposées pour les revêtements YSZ. Enfin, la conductivité thermique prédite a été vérifiée à l'aide de mesures obtenues par « flash laser », réalisées dans le cadre d'une collaboration avec A. Degiovanni (ENSEM, Nancy).

Le chapitre 4 porte sur le développement d'un modèle mécanique par éléments finis, afin de prédire le module d'élasticité effectif de revêtements YSZ. Un maillage à résolution adaptable a été nouvellement généré pour économiser les ressources de calcul. Des conditions aux limites différentes ont été appliquées. En particulier, pour les calculs 2D, les différences entre les hypothèses de contrainte plane et de déformation plane sont étudiées. Les effets de la nature du matériau et des pores et des paramètres d'images sont ensuite abordés. Une comparaison de la modélisation 2D et 3D est ensuite réalisée pour une même microstructure. Enfin, les résultats de la modélisation seront vérifiés et validés par des valeurs expérimentales obtenues à partir d'essais de flexion et d'indentation Knoop.

Enfin, les conclusions de cette thèse et recommandations pour les recherches à venir seront indiqués dans la dernière partie.

1.7 Références

1. Beele, W., G. Marijnissen, and A. van Lieshout, *The evolution of thermal barrier coatings - status and upcoming solutions for today's key issues*. Surface & Coatings Technology, 1999. **120**: p. 61-67.
2. Padture, N.P., M. Gell, and E.H. Jordan, *Materials science - Thermal barrier coatings for gas-turbine engine applications*. Science, 2002. **296**(5566): p. 280-284.
3. Caron, P. and T. Khan, *Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade applications*. Aerospace Science and Technology, 1999. **3**(8): p. 513-523.
4. Miller, R.A., *Current Status of Thermal Barrier Coatings - an Overview*. Surface & Coatings Technology, 1987. **30**(1): p. 1-11.
5. Wortman, D.J., B.A. Nagaraj, and E.C. Duderstadt, *Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Use*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 1989. **120**: p. 433-440.
6. Chen, W.R., X. Wu, B.R. Marple, R.S. Lima, and P.C. Patnaik, *Pre-oxidation and TGO growth behaviour of an air-plasma-sprayed thermal barrier coating*. Surface & Coatings Technology, 2008. **202**(16): p. 3787-3796.
7. Chen, W.R., X. Wu, B.R. Marple, and P.C. Patnaik, *Oxidation and crack nucleation/growth in an air-plasma-sprayed thermal barrier coating with NiCrAlY bond coat*. Surface & Coatings Technology, 2005. **197**(1): p. 109-115.
8. Guo, S. and Y. Kagawa, *Young's moduli of zirconia top-coat and thermally grown oxide in a plasma-sprayed thermal barrier coating system*. Scripta Materialia, 2004. **50**(11): p. 1401-1406.
9. Zhang, Y.J., X.F. Sun, T. Jin, N.R. Zhao, H.G. Guan, and Z.Q. Hu, *Microstructure of air plasma sprayed YSZ nanostructured thermal barrier coating*. Acta Metallurgica Sinica, 2003. **39**(4): p. 395-398.
10. Jackson, R.D., M.P. Taylor, H.E. Evans, and X.H. Li, *Oxidation Study of an EB-PVD MCrAlY Thermal Barrier Coating System*. Oxidation of Metals, 2011. **76**(3-4): p. 259-271.
11. Schulz, U., K. Fritscher, and A. Ebach-Stahl, *Cyclic behavior of EB-PVD thermal barrier coating systems with modified bond coats (vol 203, pg 449, 2008)*. Surface &

Coatings Technology, 2010. **205**(2): p. 682-682.

12. Ratzer-Scheibe, H.J., U. Schulz, and T. Krell, *The effect of coating thickness on the thermal conductivity of EB-PVD PYSZ thermal barrier coatings*. Surface & Coatings Technology, 2006. **200**(18-19): p. 5636-5644.

13. Reinhold, E., P. Botzler, and C. Deus, *EB-PVD process management for highly productive zirconia thermal barrier coating of turbine blades*. Surface & Coatings Technology, 1999. **120**: p. 77-83.

14. Jadhav, A.D., N.P. Padture, E.H. Jordan, M. Gell, P. Miranzo, and E.R. Fuller, *Low-thermal-conductivity plasma-sprayed thermal barrier coatings with engineered microstructures*. Acta Materialia, 2006. **54**(12): p. 3343-3349.

15. Taylor, T.A. and P.N. Walsh, *Thermal expansion of MCrAlY alloys*. Surface & Coatings Technology, 2004. **177**: p. 24-31.

16. Taylor, T.A. and P.N. Walsh, *Dilatometer studies of NiCrAlY coatings*. Surface & Coatings Technology, 2004. **188**: p. 41-48.

17. Tawancy, H.M. and L.M. Al-Hadhrani, *Comparative Performance of a Thermal Barrier Coating System Utilizing Platinum Aluminide Bond Coat on Alloys CMSX-4 (R) and MAR M (R) 002DS*. Journal of Engineering for Gas Turbines and Power-Transactions of the Asme, 2012. **134**(1).

18. Zhang, M. and A.H. Heuer, *Spatially varying microhardness in a platinum-modified nickel aluminide bond coat in a thermal barrier coating system*. Scripta Materialia, 2006. **54**(7): p. 1265-1269.

19. Chen, M.W., R. Ott, T.C. Hufnagel, P.K. Wright, and K.J. Hemker, *Microstructural evolution of platinum modified nickel aluminide bond coat during thermal cycling*. Surface & Coatings Technology, 2003. **163**: p. 25-30.

20. Vaidyanathan, K., M. Gell, and E. Jordan, *Mechanisms of spallation of electron beam physical vapor deposited thermal barrier coatings with and without platinum aluminide bond coat ridges*. Surface & Coatings Technology, 2000. **133**: p. 28-34.

21. Chen, W.R., E. Irissou, X. Wu, J.G. Legoux, and B.R. Marple, *The Oxidation Behavior of TBC with Cold Spray CoNiCrAlY Bond Coat*. Journal of Thermal Spray Technology, 2011. **20**(1-2): p. 132-138.

-
22. Li, Y., C.J. Li, Q. Zhang, G.J. Yang, and C.X. Li, *Influence of TGO Composition on the Thermal Shock Lifetime of Thermal Barrier Coatings with Cold-sprayed MCrAlY Bond Coat*. Journal of Thermal Spray Technology, 2010. **19**(1-2): p. 168-177.
23. Hesnawi, A., H.F. Li, Z.H. Zhou, S.K. Gong, and H.B. Xu, *Effect of surface condition during pre-oxidation treatment on isothermal oxidation behavior of MCrAlY bond coat prepared by EB-PVD*. Surface & Coatings Technology, 2007. **201**(15): p. 6793-6796.
24. Quadackers, W.J., S. V, D. Sebold, R. Anton, E. Wessel, and L. Singheiser, *Oxidation characteristics of a platinized MCrAlY bond coat for TBC systems during cyclic oxidation at 1000 degrees C*. Surface & Coatings Technology, 2005. **199**(1): p. 77-82.
25. Teratani, T., H. Yamano, N. Mifune, K. Tani, Y. Harada, and M. Okazaki, *Oxidation behavior of unmelted MCrAlY particle on MCrAlY bond coat and its effect on mechanical behavior of top coat in thermal barrier systems*. Journal of the Japan Institute of Metals, 2004. **68**(12): p. 1060-1067.
26. Rhouta, B. and B. Pieraggi, *Microstructural characterization of the oxide scale grown at the interface between PSZ top coat and MCrAlY bond coat*. High Temperature Corrosion and Protection of Materials 5, Pts 1 and 2, 2001. **369-3**: p. 687-694.
27. Scrivani, A., U. Bardi, L. Carrafiello, A. Lavacchi, F. Niccolai, and G. Rizzi, *A comparative study of high velocity oxygen fuel, vacuum plasma spray, and axial plasma spray for the deposition of CoNiCrAlY bond coat alloy*. Journal of Thermal Spray Technology, 2003. **12**(4): p. 504-507.
28. Rudolphi, M., D. Renusch, H.E. Zschau, and M. Schutze, *The effect of moisture on the delayed spallation of thermal barrier coatings: VPS NiCoCrAlY bond coat plus APS YSZ top coat*. Materials at High Temperatures, 2009. **26**(3): p. 325-329.
29. Li, Y., C.J. Li, Q.A. Zhang, L.K. Xing, and G.J. Yang, *Effect of Chemical Compositions and Surface Morphologies of MCrAlY Coating on Its Isothermal Oxidation Behavior*. Journal of Thermal Spray Technology, 2011. **20**(1-2): p. 121-131.
30. Richer, P., M. Yandouzi, L. Beauvais, and B. Jodoin, *Oxidation behaviour of CoNiCrAlY bond coats produced by plasma, HVOF and cold gas dynamic spraying*. Surface & Coatings Technology, 2010. **204**(24): p. 3962-3974.
31. Richer, P., A. Zuniga, M. Yandouzi, and B. Jodoin, *CoNiCrAlY microstructural changes*

- induced during Cold Gas Dynamic Spraying*. Surface & Coatings Technology, 2008. **203**(3-4): p. 364-371.
32. Zhang, Q., C.J. Li, C.X. Li, G.J. Yang, and S.C. Lui, *Study of oxidation behavior of nanostructured NiCrAlY bond coatings deposited by cold spraying*. Surface & Coatings Technology, 2008. **202**(14): p. 3378-3384.
33. Ni, L.Y., C. Liu, H. Huang, and C.G. Zhou, *Thermal Cycling Behavior of Thermal Barrier Coatings with HVOF NiCrAlY Bond Coat*. Journal of Thermal Spray Technology, 2011. **20**(5): p. 1133-1138.
34. Sohn, Y.H., E.Y. Lee, B.A. Nagaraj, R.R. Biederman, and R.D. Sisson, *Microstructural characterization of thermal barrier coatings on high pressure turbine blades*. Surface & Coatings Technology, 2001. **146**: p. 132-139.
35. Chen, W.R., R. Archer, X. Huang, and B.R. Marple, *TGO Growth and Crack Propagation in a Thermal Barrier Coating*. Journal of Thermal Spray Technology, 2008. **17**(5-6): p. 858-864.
36. Cernuschi, F., P. Bianchi, M. Leoni, and P. Scardi, *Thermal diffusivity/microstructure relationship in Y-PSZ thermal barrier coatings*. Journal of Thermal Spray Technology, 1999. **8**(1): p. 102-109.
37. Nathan, M. and J.S. Ahearn, *Nanometer-Scale Chemical Compatibility between Nickel Aluminate and Al₂O₃ or ZrO₂ Films*. Journal of Materials Science Letters, 1994. **13**(16): p. 1215-1218.
38. Watson, M., *Cambridge Materials Selector*. Vol. 2.01. 1994: Branta Design Limited.
39. Kim, K.T., H.G. Kim, and H.M. Jang, *Densification behavior and grain growth of zirconia powder compact under high temperature*. International Journal of Engineering Science, 1998. **36**(11): p. 1295-1312.
40. Nascente, P.A.P. and D.P.F. de Souza, *XPS characterisation of ceria-stabilised zirconia doped with iron oxide*. Applied Surface Science, 1999. **144-45**: p. 228-232.
41. Faaland, S., M.A. Einarsrud, and R. Hoier, *Reactions between La_{1-x}Ca_xMnO₃ (x = 0.3 and 0.6) and CaO-stabilized ZrO₂ powder mixtures studied on a nano-meter scale*. Journal of Materials Science Letters, 2000. **19**(15): p. 1379-1381.
42. Carta, G., N. El Habra, G. Rossetto, P. Zanella, M. Casarin, D. Barreca, C. Maragno, and

- E. Tondello, *MgO and CaO stabilized ZrO₂ thin films obtained by metal organic vapor deposition*. Surface & Coatings Technology, 2007. **201**(22-23): p. 9289-9293.
43. Wang, J., X.H. Zheng, and R. Stevens, *Fabrication and Microstructure Mechanical Property Relationships in Ce-Tzps*. Journal of Materials Science, 1992. **27**(19): p. 5348-5356.
44. Miller, R.A., *Thermal barrier coatings for aircraft engines: History and directions*. Journal of Thermal Spray Technology, 1997. **6**(1): p. 35-42.
45. Shukla, A.K., V. Sharma, N.A. Dhas, and K.C. Patil, *Oxide-ion conductivity of calcia- and yttria-stabilized zirconias prepared by a rapid-combustion route*. Materials Science and Engineering B-Solid State Materials for Advanced Technology, 1996. **40**(2-3): p. 153-157.
46. Witz, G., V. Shklover, W. Steurer, S. Bachegowda, and H.P. Bossmann, *Phase evolution in yttria-stabilized zirconia thermal barrier coatings studied by rietveld refinement of X-ray powder diffraction patterns*. Journal of the American Ceramic Society, 2007. **90**(9): p. 2935-2940.
47. Giraud, S. and J. Canel, *Young's modulus of some SOFCs materials as a function of temperature*. Journal of the European Ceramic Society, 2008. **28**(1): p. 77-83.
48. Tu, R. and T. Goto, *Thermal cycle resistance of yttria stabilized zirconia coatings prepared by MO-CVD*. Materials Transactions, 2005. **46**(6): p. 1318-1323.
49. Kondoh, J., H. Shiota, K. Kawachi, and T. Nakatani, *Yttria concentration dependence of tensile strength in yttria-stabilized zirconia*. Journal of Alloys and Compounds, 2004. **365**(1-2): p. 253-258.
50. Mercer, C., J.R. Williams, D.R. Clarke, and A.G. Evans, *On a ferroelastic mechanism governing the toughness of metastable tetragonal-prime (t') yttria-stabilized zirconia*. Proceedings of the Royal Society a-Mathematical Physical and Engineering Sciences, 2007. **463**(2081): p. 1393-1408.
51. Hannink, R.H.J., P.M. Kelly, and B.C. Muddle, *Transformation toughening in zirconia-containing ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, 2000. **83**(3): p. 461-487.
52. Ruh, R., G.W. Hollenberg, S.R. Skaggs, S.D. Stoddard, F.D. Gac, and E.G. Charles, *Axial and Linear Thermal-Expansion of ZrO₂ and HfO₂*. American Ceramic Society Bulletin,

1981. **60**(4): p. 504-506.

53. Cao, X.Q., R. Vassen, and D. Stoeber, *Ceramic materials for thermal barrier coatings*. Journal of the European Ceramic Society, 2004. **24**(1): p. 1-10.

54. Lima, R. and B. Marple, *Toward Highly Sintering-Resistant Nanostructured ZrO₂-7wt.%Y₂O₃ Coatings for TBC Applications by Employing Differential Sintering*. Journal of Thermal Spray Technology, 2008. **17**(5-6): p. 846-852.

55. Jayaraj, B., S. Vishweswaraiyah, V.H. Desai, and Y.H. Sohn, *Electrochemical impedance spectroscopy of thermal barrier coatings as a function of isothermal and cyclic thermal exposure*. Surface & Coatings Technology, 2004. **177**: p. 140-151.

56. Khan, A.N. and J. Lu, *Thermal cyclic behavior of air plasma sprayed thermal barrier coatings sprayed on stainless steel substrates*. Surface and Coatings Technology, 2007. **201**(8): p. 4653-4658.

57. Petorak, C., J. Ilavsky, H. Wang, W. Porter, and R. Trice, *Microstructural evolution of 7wt.% Y₂O₃-ZrO₂ thermal barrier coatings due to stress relaxation at elevated temperatures and the concomitant changes in thermal conductivity*. Surface and Coatings Technology, 2010. **205**(1): p. 57-65.

58. Ercan, B., K.J. Bowman, R.W. Trice, H. Wang, and W. Porter, *Effect of initial powder morphology on thermal and mechanical properties of stand-alone plasma-sprayed 7wt.% Y₂O₃-ZrO₂ coatings*. Materials Science and Engineering: A, 2006. **435-436**: p. 212-220.

59. Petorak, C. and R.W. Trice, *Effect of heat-treatment on stress relaxation behavior of plasma-sprayed 7wt.% Y₂O₃-ZrO₂ stand-alone coatings*. Surface and Coatings Technology, 2011. **205**(10): p. 3218-3225.

60. Withey, E., C. Petorak, R. Trice, G. Dickinson, and T. Taylor, *Design of 7 wt.% Y₂O₃-ZrO₂/mullite plasma-sprayed composite coatings for increased creep resistance*. Journal of the European Ceramic Society, 2007. **27**(16): p. 4675-4683.

61. Gaudon, M., E. Djurado, and N.H. Menzler, *Morphology and sintering behaviour of yttria stabilised zirconia (8-YSZ) powders synthesised by spray pyrolysis*. Ceramics International, 2004. **30**(8): p. 2295-2303.

62. Fischer, J. and B. Stawarczyk, *Compatibility of machined Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite and a veneering ceramic*. Dental Materials, 2007. **23**(12): p. 1500-1505.

-
63. Schlichting, K.W., N.P. Padture, and P.G. Klemens, *Thermal conductivity of dense and porous yttria-stabilized zirconia*. Journal of Materials Science, 2001. **36**(12): p. 3003-3010.
64. Johnson, J. and J. Qu, *Effective modulus and coefficient of thermal expansion of Ni-YSZ porous cermets*. Journal of Power Sources, 2008. **181**(1): p. 85-92.
65. Chaim, R. and M. Hefetz, *Effect of grain size on elastic modulus and hardness of nanocrystalline ZrO(2)-3 wt% Y(2)O(3) ceramic*. Journal of Materials Science, 2004. **39**(9): p. 3057-3061.
66. Kulkarni, A., A. Goland, H. Herman, A.J. Allen, T. Dobbins, F. DeCarlo, J. Ilavsky, G.G. Long, S. Fang, and P. Lawton, *Advanced neutron and X-ray techniques for insights into the microstructure of EB-PVD thermal barrier coatings*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2006. **426**(1-2): p. 43-52.
67. Schulz, U., C. Leyens, K. Fritscher, M. Peters, B. Saruhan-Brings, O. Lavigne, J.M. Dorvaux, M. Poulain, R. Mevrel, and M.L. Caliez, *Some recent trends in research and technology of advanced thermal barrier coatings*. Aerospace Science and Technology, 2003. **7**(1): p. 73-80.
68. Renteria, A.F., B. Saruhan, U. Schulz, H.J. Raetzer-Scheibe, J. Haug, and A. Wiedemann, *Effect of morphology on thermal conductivity of EB-PVD PYSZ TBCs*. Surface & Coatings Technology, 2006. **201**(6): p. 2611-2620.
69. Tan, Y., A. Shyam, W.B. Choi, E. Lara-Curzio, and S. Sampath, *Anisotropic elastic properties of thermal spray coatings determined via resonant ultrasound spectroscopy*. Acta Materialia, 2010. **58**(16): p. 5305-5315.
70. Herman, H., *Plasma-sprayed coatings*. Scientific American, 1988. **259**(3): p. 112-118.
71. Deshpande, S., A. Kulkarni, S. Sampath, and H. Herman, *Application of image analysis for characterization of porosity in thermal spray coatings and correlation with small angle neutron scattering*. Surface & Coatings Technology, 2004. **187**(1): p. 6-16.
72. Antou, G., G. Montavon, F. Hlawka, A. Cornet, and C. Coddet, *Characterizations of the pore-crack network architecture of thermal-sprayed coatings*. Materials Characterization, 2004. **53**(5): p. 361-372.
73. Bolot, R., J.H. Qiao, G. Bertrand, P. Bertrand, and C. Coddet, *Effect of thermal treatment on the effective thermal conductivity of YPSZ coatings*. Surface & Coatings

Technology, 2010. **205**(4): p. 1034-1038.

74. Allen, A.J., J. Ilavsky, G.G. Long, J.S. Wallace, C.C. Berndt, and H. Herman, *Microstructural characterization of yttria-stabilized zirconia plasma-sprayed deposits using multiple small-angle neutron scattering*. Acta Materialia, 2001. **49**(9): p. 1661-1675.

75. Kulkarni, A., Z. Wang, T. Nakamura, S. Sampath, A. Goland, H. Herman, J. Allen, J. Ilavsky, G. Long, J. Frahm, and R.W. Steinbrech, *Comprehensive microstructural characterization and predictive property modeling of plasma-sprayed zirconia coatings*. Acta Materialia, 2003. **51**(9): p. 2457-2475.

76. Allen, A.J., G.G. Long, H. Boukari, J. Ilavskya, A. Kulkarni, S. Sampath, H. Herman, and A.N. Goland, *Microstructural characterization studies to relate the properties of thermal-spray coatings to feedstock and spray conditions*. Surface & Coatings Technology, 2001. **146**: p. 544-552.

77. Kulkarni, A., J. Gutleber, S. Sampath, A. Goland, W.B. Lindquist, H. Herman, A.J. Allen, and B. Dowd, *Studies of the microstructure and properties of dense ceramic coatings produced by high-velocity oxygen-fuel combustion spraying*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2004. **369**(1-2): p. 124-137.

78. Raghavan, S., H. Wang, R.B. Dinwiddie, W.D. Porter, and M.J. Mayo, *The effect of grain size, porosity and yttria content on the thermal conductivity of nanocrystalline zirconia*. Scripta Materialia, 1998. **39**(8): p. 1119-1125.

79. Litovsky, E.Y. and M. Shapiro, *Gas-Pressure and Temperature Dependences of Thermal-Conductivity of Porous Ceramic Materials .I. Refractories and Ceramics with Porosity Below 30-Percent*. Journal of the American Ceramic Society, 1992. **75**(12): p. 3425-3439.

80. Wang, Z., A. Kulkarni, S. Deshpande, T. Nakamura, and H. Herman, *Effects of pores and interfaces on effective properties of plasma sprayed zirconia coatings*. Acta Materialia, 2003. **51**(18): p. 5319-5334.

81. Bertrand, G., P. Bertrand, P. Roy, C. Rio, and R. Mevrel, *Low conductivity plasma sprayed thermal barrier coating using hollow psz spheres: Correlation between thermophysical properties and microstructure*. Surface & Coatings Technology, 2008. **202**(10): p. 1994-2001.

-
82. Wei, S., W. Fu-chi, F. Qun-Bo, and M. Zhuang, *Effects of defects on the effective thermal conductivity of thermal barrier coatings*. Applied Mathematical Modelling, 2012. **36**(5): p. 1995-2002.
83. Wang, L., Y. Wang, X.G. Sun, J.Q. He, Z.Y. Pan, Y. Zhou, and P.L. Wu, *Influence of pores on the thermal insulation behavior of thermal barrier coatings prepared by atmospheric plasma spray*. Materials & Design, 2011. **32**(1): p. 36-47.
84. JC., M., *A treatise on electricity and magnetism* 1873: Oxford: Clarendon Press.
85. Cernuschi, F., S. Ahmaniemi, P. Vuoristo, and T. Mantyla, *Modelling of thermal conductivity of porous materials: application to thick thermal barrier coatings*. Journal of the European Ceramic Society, 2004. **24**(9): p. 2657-2667.
86. Russell, H.W., *Principles of Heat Flow in Porous Insulators*. Journal of the American Ceramic Society, 1935. **1**(18): p. 1-5.
87. Do, C.T., D.P. Bentz, and P.E. Stutzman, *Microstructure and thermal conductivity of hydrated calcium silicate board materials*. Journal of Building Physics, 2007. **31**(1): p. 55-67.
88. Wang, J., J.K. Carson, M.F. North, and D.J. Cleland, *A new structural model of effective thermal conductivity for heterogeneous materials with co-continuous phases*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2008. **51**(9-10): p. 2389-2397.
89. Klemens, P.G., *Thermal Conductivity of Inhomogeneous Media*. High Temperatures-high pressures, 1991. **23**(3): p. 241-248.
90. Schulz, B., *Thermal conductivity of porous and highly porous materials*. High Temperatures-high pressures, 1981. **13**: p. 649.
91. Hasselman, D.P.H., *Effect of Cracks on Thermal-Conductivity*. Journal of Composite Materials, 1978. **12**(Oct): p. 403-407.
92. Bolot, R., G. Antou, G. Montavon, and C. Coddet, *A two-dimensional heat transfer model for thermal barrier coating average thermal conductivity computation*. Numerical Heat Transfer Part a-Applications, 2005. **47**(9): p. 875-898.
93. Langer, S.A., E. Fuller, and W.C. Carter, *OOF: An image-based finite-element analysis of material microstructures*. Computing in Science & Engineering, 2001. **3**(3): p. 15-23.
94. Antou, G., R. Bolot, G. Montavon, C. Coddet, F. Hlawka, and A. Cornet. *Prediction of*

thermal spray coating thermal conductivity by 2D heat transfer modeling. in *Proceedings of the ITSC 2004*. 2004. Osaka, JAP.

95. Antou, G., F. Hlawka, R. Bolot, G. Montavon, C. Coddet, and A. Cornet. *Pore network architecture and thermal conductivity of Y-PSZ TBCs in situ remelted during their deposition.* in *Proceedings of the ITSC 2005*. 2005. Basel, Swiss.

96. Bolot, R., G. Antou, G. Montavon, and C. Coddet. *Calcul numérique de la conductivité thermique de dépôts de zircone yttrée élaborés par projection thermique.* in *proceedings of MATERIAUX 2006* 2006. Dijon, France.

97. Qiao, J.H., R. Bolot, H.L. Liao, P. Bertrand, and C. Coddet. *A 3D finite-difference model for the effective thermal conductivity of thermal barrier coatings.* in *Proceedings of the ITSC 2011*. 2011. Hamburg, GERMAN.

98. Bolot, R., J.L. Seichepine, J.H. Qiao, and C. Coddet, *Predicting the Thermal Conductivity of AlSi/Polyester Abradable Coatings: Effects of the Numerical Method.* *Journal of Thermal Spray Technology*, 2011. **20**(1-2): p. 39-47.

99. Martin, C.F., C. Josserond, L. Salvo, J.J. Blandin, P. Cloetens, and E. Boller, *Characterisation by X-ray micro-tomography of cavity coalescence during superplastic deformation.* *Scripta Materialia*, 2000. **42**(4): p. 375-381.

100. Kulkarni, A., S. Sampath, A. Goland, H. Herman, and B. Dowd, *Computed microtomography studies to characterize microstructure-property correlations in thermal sprayed alumina deposits.* *Scripta Materialia*, 2000. **43**(5): p. 471-476.

101. Takano, N., M. Zako, F. Kubo, and K. Kimura, *Microstructure-based stress analysis and evaluation for porous ceramics by homogenization method with digital image-based modeling.* *International Journal of Solids and Structures*, 2003. **40**(5): p. 1225-1242.

102. Singh, H. and A.M. Gokhale, *Visualization of three-dimensional microstructures.* *Materials Characterization*, 2005. **54**(1): p. 21-29.

103. Spowart, J.E., *Automated serial sectioning for 3-D analysis of microstructures.* *Scripta Materialia*, 2006. **55**(1): p. 5-10.

104. Lee, S.G., A.M. Gokhale, and A. Sreeranganathan, *Reconstruction and visualization of complex 3D pore morphologies in a high-pressure die-cast magnesium alloy.* *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*,

2006. **427**(1-2): p. 92-98.

105. Johnson, C.A., J.A. Ruud, R. Bruce, and D. Wortman, *Relationships between residual stress, microstructure and mechanical properties of electron beam physical vapor deposition thermal barrier coatings*. Surface & Coatings Technology, 1998. **108**(1-3): p. 80-85.

106. Kulkarni, A., A. Vaidya, A. Goland, S. Sampath, and H. Herman, *Processing effects on porosity-property correlations in plasma sprayed yttria-stabilized zirconia coatings*. Materials Science and Engineering: A, 2003. **359**(1-2): p. 100-111.

107. R.M., S., *Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide*. Journal of the American Ceramic Society, 1961. **44**(12): p. 628-629.

108. Azarmi, F., T. Coyle, and J. Mostaghimi, *Young's modulus measurement and study of the relationship between mechanical properties and microstructure of air plasma sprayed alloy 625*. Surface and Coatings Technology, 2009. **203**(8): p. 1045-1054.

109. Hasselman, D.P.H., *On the porosity dependence of the elastic moduli of polycrystalline refractory materials*. Journal of the American Ceramic Society, 1962. **45**: p. 452-453.

110. Zhao, Y.H. and G.J. Weng, *Effective Elastic Moduli of Ribbon-Reinforced Composites*. Journal of Applied Mechanics, 1990. **57**: p. 158-167.

111. Sevostianov, I. and M. Kachanov, *Modeling of the anisotropic elastic properties of plasma-sprayed coatings in relation to their microstructure*. Acta Materialia, 2000. **48**(6): p. 1361-1370.

112. Nakamura, T., G. Qian, and C.C. Berndt, *Effects of Pores on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Ceramic Coatings*. Journal of the American Ceramic Society, 2000. **83**(3): p. 578-584.

113. Available from: <<http://rsb.info.nih.gov/ij/docs/index.html>>.

114. Ctibor, P., R. Lechneroca, and V. Benes, *Quantitative analysis of pores of two types in a plasma-sprayed coating*. Materials Characterization, 2006. **56**(4-5): p. 297-304.

115. Dorvaux, J.M., O. Lavigne, R. Mévrel, M. Poulain, Y. Renollet, and C. Rio. *Modelling the Thermal Conductivity of Thermal Barrier Coatings*. in Proc. 85th AGARD SMP Meeting on Thermal Barrier Coatings. 1997. Aalborg, Denmark.

116. Yang, S.M. and M.K. Gobbert, *The optimal relaxation parameter for the SOR method*

applied to the Poisson equation in any space dimensions. Applied Mathematics Letters, 2009. **22**(3): p. 325-331.

117. Smith, G.D., *Numerical Solution of Partial Differential Equations: Finite Difference Methods* 1978, Oxford: Oxford University Press.

118. Roache, P.J., *Computational Fluid Dynamic, rev. ed.* 1982, Albuquerque, NM: Hermosa.

119. D.A. Anderson, J.C.T., and R.H. Pletcher, *Computational Fluid Mechanics and Heat Transfer* 1984, New York: Hemisphere.

120. Klemens, P.G. and M. Gell, *Thermal conductivity of thermal barrier coatings*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 1998. **245**(2): p. 143-149.

121. Chraska, T. and A.H. King, *Transmission electron microscopy study of rapid solidification of plasma sprayed zirconia - part I. First splat solidification*. Thin Solid Films, 2001. **397**(1-2): p. 30-39.

122. Hirschfelder, J.O., C.F. Curtiss, and R.B. Bird, *Molecular Theory of Gases and Liquids*. 4th ed 1967, New York: Wiley.

123. Litovsky, E., M. Shapiro, and A. Shavit, *Gas pressure and temperature dependences of thermal conductivity of porous ceramic materials .2. Refractories and ceramics with porosity exceeding 30%*. Journal of the American Ceramic Society, 1996. **79**(5): p. 1366-1376.

124. Mountjoy, C.Q. and W. Bondareff, *Comparison of Counts of Neurons in the Locus-Coeruleus Made from Serial Sections and from a Single Section at the Center of the Nucleus*. Canadian Journal of Neurological Sciences, 1986. **13**(4): p. 480-482.

125. Vachiratienchai, C., S. Boonchaisuk, and W. Siripunvaraporn, *A hybrid finite difference-finite element method to incorporate topography for 2D direct current (DC) resistivity modeling*. Physics of the Earth and Planetary Interiors, 2010. **183**(3-4): p. 426-434.

126. S. Langer, A.R., V.R. Coffman, G. Doğan. Available from: <http://www.nist.gov/mml/ctcms/oof/>.

127. Jannot, Y., A. Degiovanni, and G. Payet, *Thermal conductivity measurement of insulating materials with a three layers device*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2009. **52**(5-6): p. 1105-1111.

128. Taylor, R.E., *Thermal conductivity determinations of thermal barrier coatings*.

Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 1998. **245**(2): p. 160-167.

Chapitre 2 Caractérisation de microstructures

2.1 Caractérisation de la porosité par analyse d'image 2D

2.1.1 Microstructure de dépôts de zircone partiellement stabilisée à l'yttrine (Y-PSZ)

La modélisation 2D a été mise en œuvre à partir d'images 2D capturées par Microscopie électronique à balayage (MEB) ou Microscopie Optique (MO). La figure 2.1 montre une micrographie MEB (à gauche) et une micrographie MO (à droite) d'une coupe polie de dépôts de zircone partiellement stabilisée à l'yttrine (Y-PSZ) avec un grossissement de 100. Le dépôt a été préparé en utilisant une poudre commerciale produite par SULZER-METCO™ (7 % en poids d'yttrine).

En supposant que la résolution d'image soit suffisante, le taux de porosité du dépôt peut être quantifié par l'analyse d'images en raison du contraste élevé entre les pores foncés et le matériau hautement réfléchissant. Dans ce travail, les images ont été analysées en utilisant la version bêta 4 du logiciel Scion Image (Scion Corporation, Frederick, MD), qui n'est actuellement plus disponible, mais qui a été remplacé par Image J disponible à l'adresse suivante [1].

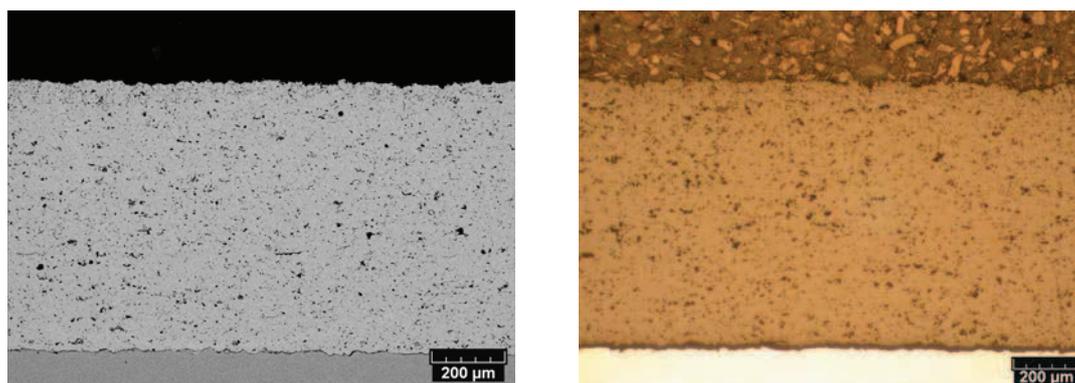


Figure 2.1 : Micrographies MEB (à gauche) et MO (à droite) d'une coupe polie de dépôts de zircone partiellement stabilisée à l'yttrine (Y-PSZ).

En comparant les deux images, on peut trouver que le taux de porosité correspondant à l'image obtenue par MO (13.5% obtenu par analyse d'image suivant la méthode décrite dans

[2]) semble plus élevé que celui correspondant à l'image MEB (8.5% avec la même méthode). La raison principale pourrait être la plus grande profondeur de champ du MEB (quelques centaines de fois supérieure à celle de la MO) éclaircissant la couleur des pores peu profonds. Avec l'augmentation du grossissement, la profondeur diminue de sorte que la porosité calculée par analyse d'image s'élève.

Concernant la profondeur de champ, il est difficile de dire quelle est la meilleure technique entre la microscopie électronique à balayage et la microscopie optique ? En effet, en MO, la surface rugueuse de l'échantillon pourrait être considérée comme des pores de faible profondeur, tandis que des pores réels peuvent être éclaircis et réduits avec une profondeur de champ supérieure. Toutefois, l'imagerie MO permet d'atteindre seulement 0,3 μm de résolution au maximum. Ainsi, beaucoup de détails fins très importants pour la précision des calculs ne peuvent pas être observés. Au contraire, la MEB permet de fournir des résolutions beaucoup plus élevées à fort grossissement. En effet, la résolution maximale d'une image MEB peut permettre d'atteindre quelques nanomètres pour un grossissement de 10000. Ainsi, plus de détails peuvent être observés sur une image MEB. Par conséquent, l'utilisation d'images MEB représente un meilleur choix relativement à des images MO en vue de la modélisation.

Si un fort grossissement apporte plus de détails, la région couverte devient cependant de plus en plus réduite. En tout état de cause, la zone couverte doit être suffisamment grande pour être représentative de la microstructure des dépôts. Des tests peuvent être mis en place à ce niveau afin de répondre aux questions suivantes :

Quel est le nombre d'images à traiter pour obtenir une valeur représentative ?

A partir de quel grossissement les calculs réalisés sur une image tendent-ils vers la moyenne des calculs réalisés en coupant cette image en 4 ? En effet, si les valeurs calculées ne sont pas concordantes, cela signifie que la zone couverte n'est pas représentative.

Au final un grossissement approprié doit être choisi au vu de ces tests.

Dans la mesure où la taille de la zone représentative dépend de la microstructure (par exemple taille et morphologie des pores), l'utilisation de grossissements différents a été utilisée pour les deux revêtements analysés dans le présent travail. La figure 2.2 présente deux poudres d'Y-PSZ, parmi lesquelles l'une est produite par SULZER-METCO™ et présente une forme angulaire/polyédrique et une taille de particule de 20 à 45 μm , et l'autre a été produite au laboratoire et ne compose de sphères creuses avec une taille de particules de 36 à 125 μm [3]. La figure 2.3 montre des images MEB en électrons rétrodiffusés de deux

revêtements Y-PSZ produits avec ces deux poudres, donc appelés Revêtement A (gauche) et Revêtement S (droite) respectivement. Le tableau 2-1 liste les valeurs relatives du module d'élasticité moyen obtenu pour les quarts d'image par rapport à la valeur calculée directement pour l'image entière, à deux directions pour les deux revêtements. Les valeurs ont été obtenues pour 3 images entières puis moyennées. En considérant le critère d'une différence inférieure à 10% (valeurs $\in]90\%,110\%[$ dans le tableau 2-1), des grossissements de 1000 et 500 ont été choisis pour les revêtements A et S respectivement.

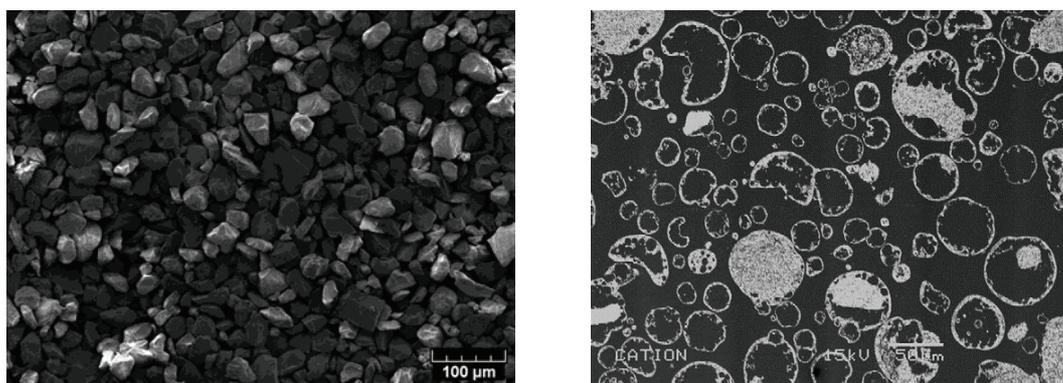


Figure 2.2 : Photographies des deux poudres d'Y-PSZ, parmi lesquelles la poudre de gauche produite par SULZER-METCO™, présente une forme angulaire/polyédrique avec une taille de particules comprise entre 20 et 45 µm, et la poudre de droite produite au laboratoire, est composée de sphères creuses avec une taille de particules comprise entre 36 et 125 µm [3]

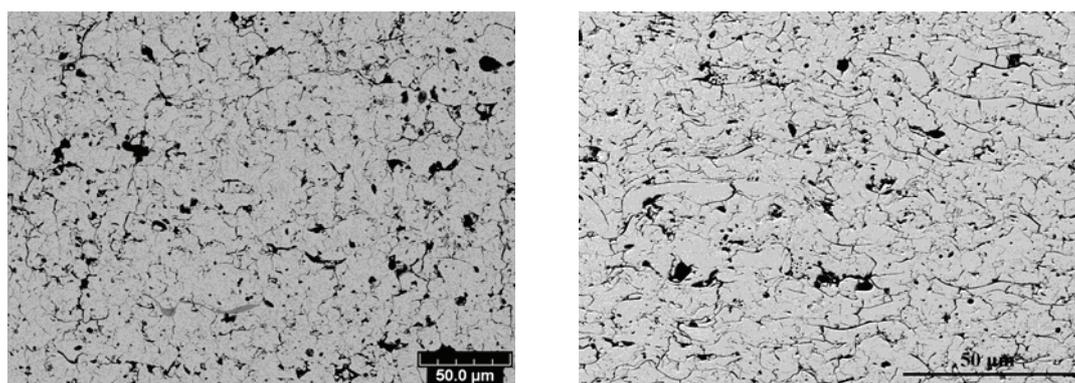


Figure 2.3 : Images de deux revêtements Y-PSZ élaborés à l'aide des poudres de la figure 2.2, à des grossissements de 500 (gauche) et 1000 (droite).

Pour éviter qu'une fissure ne traverse l'image, aboutissant ainsi à un module calculé très bas, la zone couverte doit être suffisante. Concernant le revêtement A, les longueurs moyennes de fissures dans les directions horizontale et verticale présentent peu de différences. Par

conséquent, les dimensions de la zone représentative minimale sont similaires dans les deux directions, ce qui peut être confirmé par l'obtention de résultats peu différents pour les deux directions (153% contre 141%, 110% contre 103% et 101% contre 92%, comme listés dans le tableau 2-1). Le grossissement de 500 satisfait le critère en même temps pour les deux directions du revêtement A.

Cependant, la longueur moyenne des pores interlamellaires est sensiblement supérieure à celle des fissures intralamellaires pour le revêtement S, car ce revêtement a été produit avec une poudre constituée de sphères creuses qui s'aplatissent fortement lors de leur écrasement. Par conséquent, les dimensions minimales sont sensiblement différentes suivant les deux directions pour ce revêtement, au vu de la comparaison sous un grossissement de 2000, (189% contre 107%). Au final, la zone couverte satisfait les dimensions dans les deux directions du revêtement S en même temps lorsque le grossissement est de 1000.

De par la variabilité des résultats en fonction de l'image traitée, on ne peut généralement pas se satisfaire d'une seule image pour caractériser le dépôt. Ainsi, plusieurs images sont analysées pour chaque dépôt et l'écart-type est fourni afin d'estimer la fiabilité du résultat.

Tableau 2-1 : Rapport entre la valeur moyenne du module d'élasticité obtenu pour les quarts de l'image et la valeur calculée directement avec l'image entière. Les calculs ont été réalisés pour les deux revêtements présentés sur la figure 2.3.

Grossissement	Zone couverte, μm^2	Revêtement A		Revêtement S	
		Horizontal	Vertical	Horizontal	Vertical
2000	72×54	153%	141%	189%	107%
1000	143×108	110%	103%	95%	104%
500	286×215	101%	92%		

2.1.2 Caractérisation de la porosité

Les revêtements céramiques élaborés par projection thermique présentent une structure lamellaire typique. Un dépôt élaboré à l'aide d'une poudre composée de sphères creuses de zirconne partiellement stabilisée à l'yttrine (Y-PSZ) a été analysé (tel que celui de l'image de droite sur la figure 2.3). Les images ont été capturées par MEB dans différentes régions au format 1024×768 pixels avec une résolution correspondante de 0,14 $\mu\text{m}/\text{pixel}$, c'est à dire avec un grossissement de 1000. En utilisant un seuil adéquat suivant la méthodologie décrite dans [2], l'image initiale en niveaux de gris peut être convertie en une image binaire, dans

laquelle les pixels blancs correspondent à la matrice Y-PSZ et les pixels noirs aux pores (tel que montré sur la figure 2.4). La notion de seuil signifie que si l'intensité de niveau de gris d'un pixel donné est supérieure ou égale à la valeur du seuil, la couleur est mise à 255 (c'est à dire blanc), sinon elle est mise à 0 (noir). Le taux de porosité est ensuite obtenu par quantification du ratio de pixels noirs au nombre total de pixels. Six images ont été analysées, puis les résultats ont été moyennés afin d'obtenir un résultat fiable.

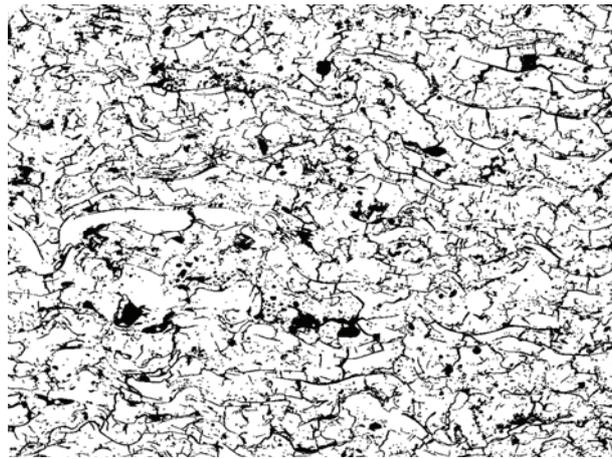


Figure 2.4 : Binarisation d'image et détermination de la porosité.

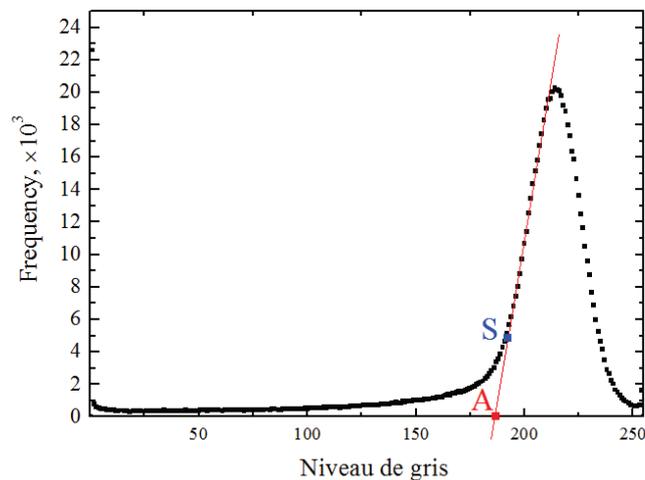


Figure 2.5 : Histogramme des niveaux de gris pour la micrographie de gauche sur la figure 2.3.

Pour une micrographie donnée, on peut considérer la distribution de niveau de gris $n(x)$ représentant le nombre de pixels n pour chaque intensité de niveau de gris x (x variant entre 0 et 255). La figure 2.5 présente l'historgramme des niveaux de gris pour la micrographie

située à droite de la figure 2.3. La courbe présente un pic quasi symétrique centré sur l'intensité du pixel le plus probable (« Most Probable Pixel Intensity », MPPI = 215). Ce pic correspond au signal d'électrons rétrodiffusés causé par le matériau (matrice solide). Sans tenir compte de la porosité, ce pic présente une distribution quasi gaussienne symétrique centrée sur le MPPI. En d'autres termes, le niveau de gris correspondant au matériau si situe essentiellement entre 175 et 255. Malheureusement, le côté gauche du pic est étiré vers la gauche au début du point S (niveau de gris de 192), car certains des pores présentent un niveau de gris proche de celui du matériau.

Dans des conditions idéales, les pores auraient dû présenter un niveau de gris de 0 car ils ne reflètent ni ne dispersent les radiations. Cependant, nous pouvons observer que les différents niveaux de gris correspondant à une fissure fine sont supérieurs à 100, alors que pour un pore de grande dimension, le niveau de gris correspondant est proche de 0, comme montré sur la figure 2.6. Il y a deux raisons principales expliquant l'augmentation de la réflexion des pores. Premièrement, la profondeur de champ importante du MEB provoque une possible réflexion jusqu'à une certaine profondeur au niveau des pores. En particulier, pour la plupart des fissures fines, il peut donc y avoir une source réfléchissante entre la surface et la profondeur de champ. Par exemple, si les deux surfaces latérales d'une fissure sont inclinées par rapport à la direction d'observation, il y aura sûrement une réflexion observée, d'où une intensité de gris croissante. Au contraire, pour les pores plus gros et plus globulaires, ce problème n'est pas sensible si bien qu'ils présentent souvent des niveaux de gris plus proches de 0. Concernant la deuxième raison, la limite de résolution provoque la présence de pixels combinés entre le matériau et les pores. Ainsi, la présence d'une porosité partielle dans un pixel diminue sa réflectivité, à savoir le niveau de gris. Ce cas se produit surtout au bord des pores. Sur la figure 2.7, nous pouvons voir que le bord d'un pore est plus clair que l'intérieur.

Au vu de ces indications, le choix du seuil est un facteur clé pour déterminer la porosité et donc les propriétés effectives calculées. De la discussion ci-dessus, nous pouvons conclure que le seuil le plus probable devrait être compris entre 175 et 192 pour la micrographie située à droite de la figure 2.3. La figure 2.8 montre une comparaison d'une partie de la micrographie en niveaux de gris de cette micrographie, avec les images binaires correspondantes produites en utilisant des seuils différents. En choisissant 192, nous conservons tous les détails observables des pores d'une microstructure donnée, mais la porosité totale est surestimée. En choisissant 175, quelques détails observables des pores

seront cette fois perdus. En appliquant des seuils intermédiaires (de 175 à 192) à la figure 2.4 de droite, la porosité correspondante augmente graduellement de 16,5% à 22,5% (figure 2.9).

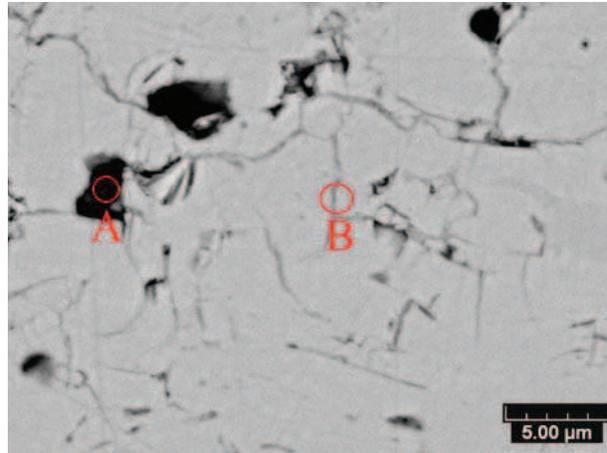


Figure 2.6 : Différence de niveaux de gris entre un gros pore globulaire (A) et d'une fissure fine (B).

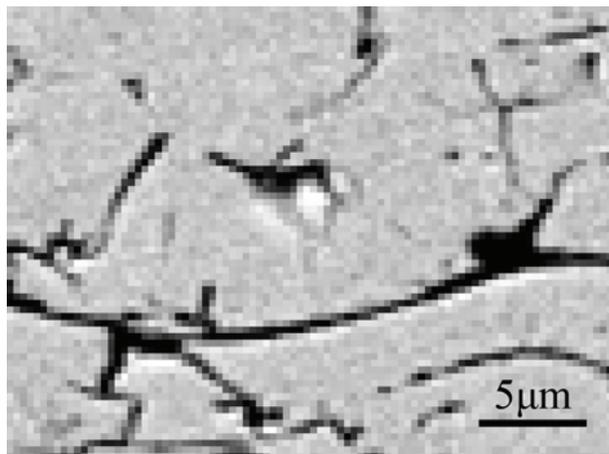


Figure 2.7 : Bord d'un pore plus clair que l'intérieur.

Par conséquent, nous avons proposé une méthode mathématique pour choisir la valeur du seuil initial à appliquer [2]. Sur la figure 2.5, le seuil a été choisi comme la valeur x à laquelle la ligne tangente au premier point d'inflexion du pic intercepte l'axe des x (soit une valeur du seuil correspondant au point A). En appliquant ce critère, une valeur de 185 a été retenue et nous a permis d'obtenir un taux moyen de porosité de 19.2%. Cette valeur assez élevée du seuil permet de garder la majorité des détails des pores observables d'une microstructure donnée, et même plus car l'épaisseur de ces détails peut sembler augmenter. Dans [2], nous avons finalement retenu un seuil de 170 correspondant mathématiquement à

un pic symétrique étendu jusqu'à 255 et ici centré autour de 212 (i.e. la différence entre 255 et 212 est reportée à gauche de 212 pour trouver la position du seuil). Néanmoins, afin de retenir un critère qui s'appliquerait aussi bien sur la même image plus foncée ou plus claire, la position de 170 peut aussi être définie comme suit :

position du pic (212) - largeur du pic au quart de sa hauteur

ou encore :

position du pic (212) - 2 largeur à 2/3 de sa hauteur.

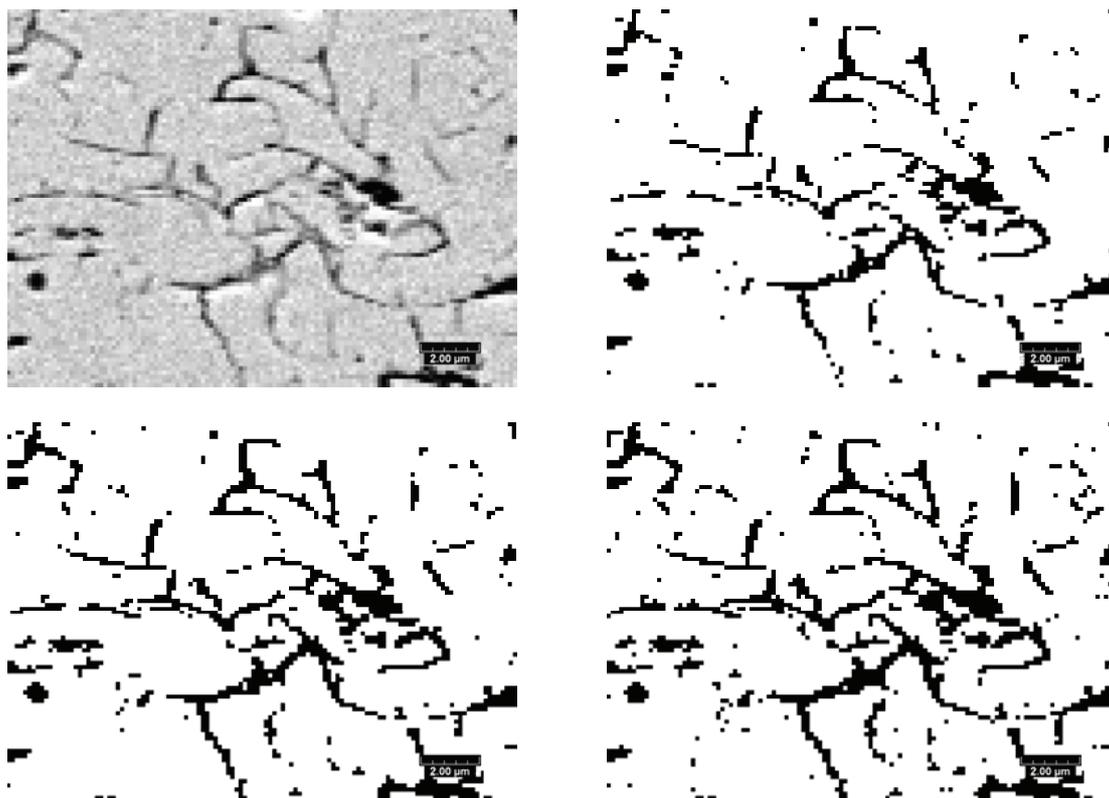


Figure 2.8 : Micrographie plus détaillée et images binaires obtenues pour différentes valeurs du seuil (175 en haut, 185 en bas à gauche et 192 à droite).

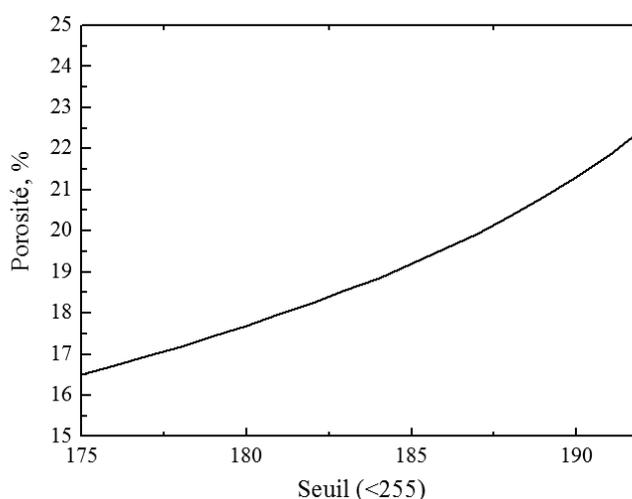


Figure 2.9 : Evolution du taux de porosité déterminée par application de seuils croissants.

2.1.3 Distinction de trois types de pores

En ce qui concerne les revêtements céramiques élaborés par projection thermique, les pores peuvent être différenciés suivant trois catégories comprenant (1) les pores interlamellaires, (2) les fissures intralamellaires et (3) les pores globulaires. Leur distinction a aussi été réalisée par analyse d'images à l'aide du logiciel Scion Image. Les gros pores, comprenant les pores globulaires en majorité et les fissures épaisses en minorité, ont tout d'abord été séparés par une série d'opérations d'érosion-dilatation (figure 2.10 à gauche). Ensuite, le réseau de microfissures, constitué de pores interlamellaires fins et de fissures intralamellaires, a été isolé après extraction des gros pores à partir de la figure 2.4 (figure 2.10 à droite).

Par la suite, le réseau de microfissures peut aussi être caractérisé par sa longueur totale selon l'orientation variant de 0° (parallèle au substrat) à 90° (perpendiculaire au substrat), par paliers de 5° (Figure 2.11). Les fissures présentant une orientation supérieure à 45° ont été classées comme des fissures intralamellaires alors que les autres représentent les pores interlamellaires. En supposant que les fissures intralamellaires et les pores interlamellaires présentent une épaisseur équivalente, la longueur des fissures a été considérée comme liée à leur niveau de porosité correspondant. En conséquence, les deux types de fissures seront répartis proportionnellement à leur longueur totale (voir partie 2.2). De cette façon, 6 images ont été analysées et la porosité totale calculée est $19,0\% \pm 1,1\%$, dans laquelle les contenus des pores interlamellaires, fissures intralamellaires et pores plus globulaires sont de $11,1\% \pm 0,5\%$, $4,2\% \pm 0,9\%$ et $3,7\% \pm 0,6\%$, respectivement (Figure 2.12).

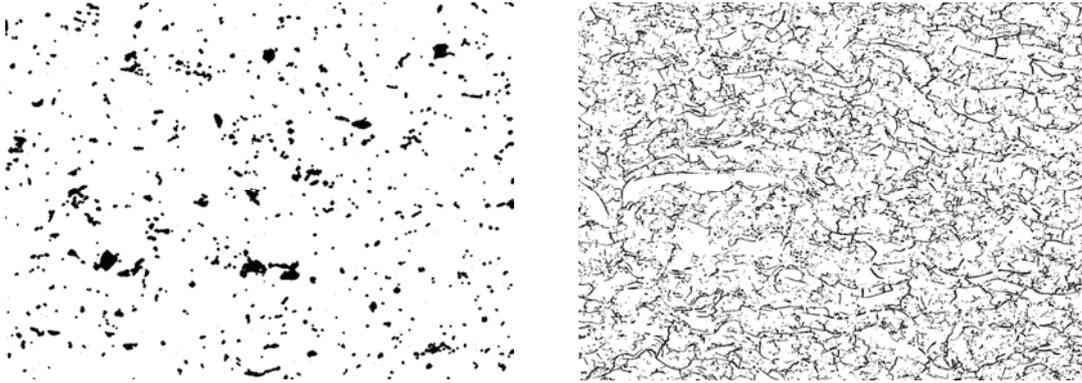


Figure 2.10 : Distinction entre les pores globulaires (à gauche) et le réseau de fissures fines (à droite).

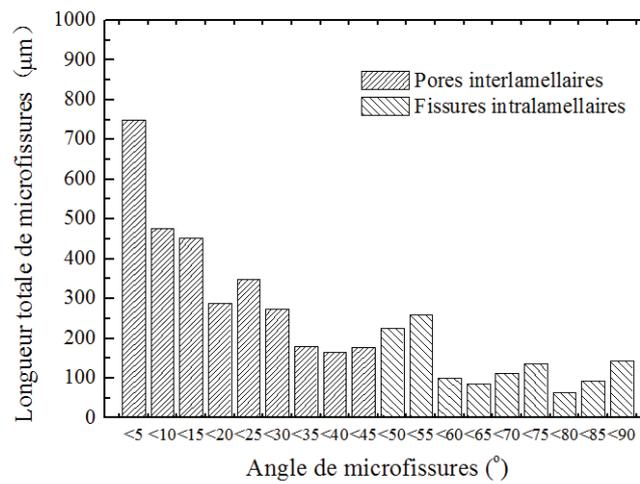


Figure 2.11 : Mesure de la longueur totale des microfissures en fonction de leur orientation à partir de 0° (parallèle au substrat) jusqu'à 90° (perpendiculaire au substrat) par paliers de 5° . Les pores interlamellaires et les fissures intralamellaires ont été classés à l'orientation de 45° [4].

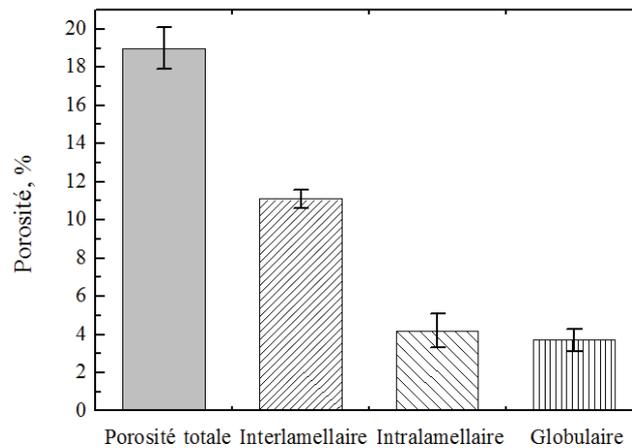


Figure 2.12 : Composition de la porosité totale à partir des trois types de pores, déterminée par analyse d'image [4].

2.2 Caractérisation 3D de la microstructure

2.2.1 Techniques avancées

Alors que les études des microscopies conventionnelles (MO, MEB et MET) révèlent la nature des caractéristiques microstructurales dans les dépôts céramiques, certaines techniques avancées nous permettent de quantifier les informations microstructurales ou même de reformer l'image 3D de la microstructure avec une résolution élevée.

Une image 3D de la microstructure peut être obtenue soit par micro-tomographie de rayons X (ou XMT pour X-ray micro-tomography) [5-7], soit par coupe sériée (Serial sectioning) [8-11]. La XMT, connue sous le nom de Micro CT, est une méthode non-destructive qui utilise les rayons X pour créer des coupes d'un objet 3D qui peuvent être utilisées pour recréer un modèle virtuel sans détruire l'objet original. Relativement à la XMT, la coupe sériée est une technique assez similaire, qui permet l'obtention des sections par des techniques automatisées de coupe, y compris une série d'étapes cycliques telles que la localisation, le polissage, et l'imagerie. Toutefois, ces techniques permettent une résolution moindre (plus de 1 μm) que les micrographies 2D conventionnelles obtenues par MEB ou MET. En d'autres termes, des caractéristiques très fines ne peuvent pas être visualisées.

Les informations microstructurales des dépôts peuvent également être quantifiées en termes de porosité, de dimensions d'ouverture, d'orientation et de morphologies grâce à la diffusion de neutrons aux petits angles (DNPA) [12-15] en combinaison avec la diffusion de rayons X aux petits angles (DRXPA) [5]. La diffusion se produisant entre l'interface pore/grain est détectée et les informations peuvent être analysées ultérieurement. Deux mesures, la diffusion POROD anisotrope et la "Multiple DNPA anisotrope" (MDNPA) [12, 13], sont impliquées dans la technique. Concernant les revêtements de barrières thermiques (TBC), les trois types de composantes de la porosité peuvent être distingués par ces deux techniques de mesures. La première permet d'acquérir des informations sur les caractéristiques fines et de distinguer les pores interlamellaires des fissures intralamellaires en fonction de l'orientation. La dernière présente une sensibilité beaucoup plus grande vis-à-vis des porosités globulaires et irrégulières. En comparaison avec les micrographies conventionnelles, la DNPA permet de détecter des microstructures plus fines (résolutions de 1 nm à 4 μm).

Pour les études suivantes de la modélisation des propriétés par application de la méthode des éléments finis (et (ou) différences finies), un modèle 2D [13] ou 3D de microstructures peut être développé à partir des résultats moyens de l'information des microstructures.

2.2.2 Génération d'une image 3D artificielle

A. Kulkarni et al. [13, 16] ont développé un modèle de microstructure de TBC à partir des informations microstructurales sur les pores obtenues au moyen de mesures DNPA afin de réaliser des calculs par éléments finis. Dans le même ordre d'idées, une image 3D artificielle a ici été reconstruite à partir des informations provenant de micrographies 2D obtenues par analyse d'image (comme montré dans les sections 2.1.2 et 2.1.3). Cette image 3D artificielle sera utilisée pour estimer les propriétés du dépôt (y compris la conductivité thermique et le module d'élasticité) à l'aide de méthodes basées sur les éléments finis ou les différences finies.

Le revêtement est supposé être composé de deux phases homogènes, à savoir les pores et la matrice Y-PSZ. Dans l'image 3D correspondante, les voxels (pixels volumiques) noirs ont été assignés aux pores et les voxels blancs ont été assignés au matériau. Selon les mesures précédentes, les trois composantes de la porosité, comprenant les pores globulaires, les pores interlamellaires et les fissures intralamellaires, ont permis d'élaborer un réseau poreux dans une matrice Y-PSZ en cohérence avec leurs fractions volumiques, ainsi que les morphologies et distributions d'orientation.

Les pores globulaires ont été idéalisés à l'aide de sphères présentant un diamètre stochastique allant de 3 à 30 voxels (c'est-à-dire de 0,42 à 4,2 μm). Tel que rapporté par P. Ctibor [17], les pores interlamellaires présentent généralement une forme de polygones (typiquement des quadrilatères en première approximation). Ceux-ci ont donc été formés horizontalement à l'aide de cuboïdes plats présentant une longueur et une largeur comprises entre 10 et 100 voxels (de 1,4 à 14 μm) et une épaisseur de 1 à 3 voxels (de 0,14 à 0,42 μm). Concernant les fissures intralamellaires, celles-ci démarrent et s'arrêtent au niveau des pores interlamellaires et se propagent perpendiculairement, en s'enchevêtrant avec une hauteur maximale de 25 à 35 voxels (de 3,5 à 4,9 μm) et une épaisseur de 1 à 2 voxels (de 0,14 à 0,28 μm). Toutes les limites maximales ou minimales des paramètres de taille décrites ci-dessus ont été estimées en comparant avec des images réelles de revêtements. Chaque paramètre de taille présente une distribution aléatoire dans sa gamme d'évolution et la distribution spatiale des pores est totalement aléatoire et suit les règles suivantes :

1. Chaque pore interlamellaire présente une lamelle « splat » sur lui, correspondant à une particule aplatie dans le revêtement. Chaque lamelle possède une épaisseur moyenne de 10 voxels (1,41 μm), équivalente à l'épaisseur typique d'une lamelle formée par l'écrasement d'une particule d'YSZ (calculé pour un diamètre moyen de particule de 20 μm et un degré

d'aplatissement correspondant de 2,96).

2. Les fissures intralamellaires traversent la couche, se propagent et aboutissent parfois à un autre pore interlamellaire.

3. Il est interdit aux pores interlamellaires d'envahir les couches (particules aplaties).

Avec ces paramètres, une image 3D artificielle de dépôts, contenant $300 \times 300 \times 300$ voxels, a été reconstruite en considérant les limites de capacité de calcul dans les étapes suivantes (Figure 2.13, à gauche). Quant aux morphologies et orientations des pores réels, la matrice a été ensuite déformée sinusoïdalement selon l'axe Y dans les plans X-Y et Y-Z (Figure 2.13, à droite). En comparant avec les images réelles, l'amplitude et la période de la sinusoïde ont été estimées à 5 voxels ($0,70 \mu\text{m}$) et 100 voxels ($14 \mu\text{m}$), respectivement.

La figure 2.14 compare une image MEB réelle de coupe de dépôts et une image de coupe de la structure artificielle à la même échelle (300×300 pixels). En comparant les deux images, les fissures horizontales et verticales présentes sur l'image à droite pourrait être considérées comme équivalentes aux fissures orientées différemment dans les structures réelles (image de gauche) pour les calculs suivants.

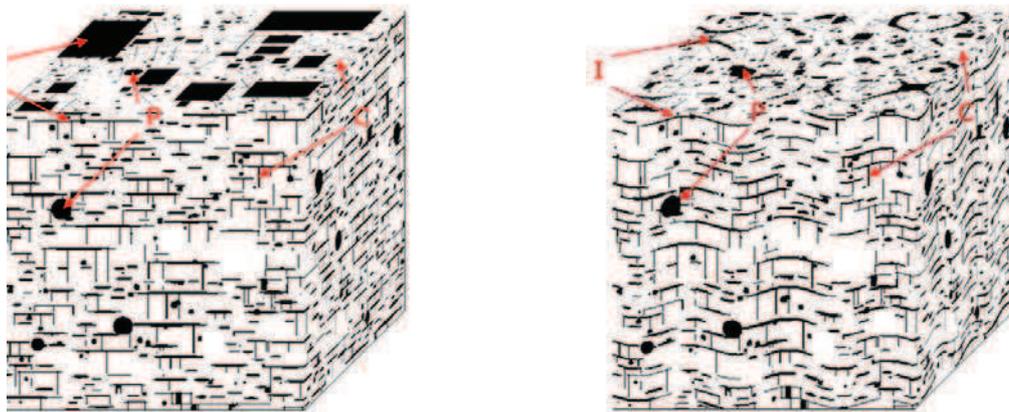


Figure 2.13 : Modèle structuré de dépôt (à gauche) et sa déformation sinusoïdale (à droite), avec I- pores interlamellaires, P- pores globulaires, C- fissures intralamellaires.

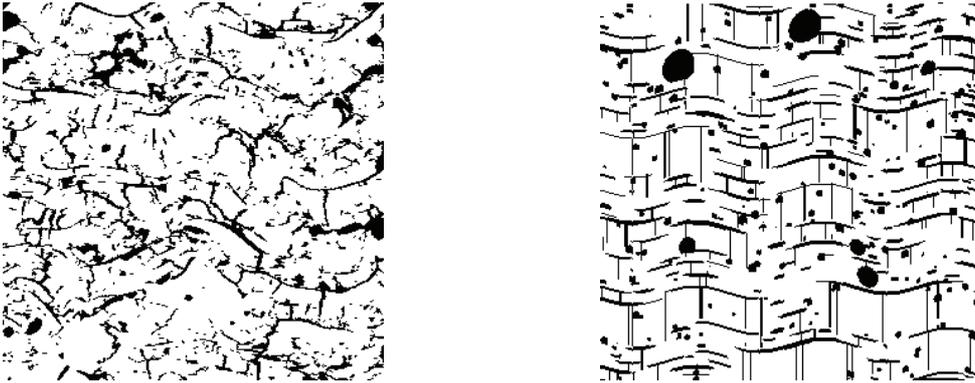


Figure 2.14 : Images de coupe d'un dépôt (à gauche) et d'une structure 3D artificielle (à droite).

2.3 Conclusions

Au terme de cette partie du travail, la caractérisation de la microstructure de dépôts YPSZ a été mise en œuvre par analyse d'images. Des micrographies MEB de coupes transversales de dépôts ont été utilisées pour la modélisation 2D. Cependant, de par la non disponibilité d'images de micro-tomographie 3D présentant une résolution suffisante pour l'instant, la mise en place de la modélisation 3D a été effectuée à partir d'une microstructure artificielle. Nous sommes ainsi parvenus aux résultats suivants :

1. l'image MEB est plus appropriée que l'image MO pour la modélisation en raison de sa résolution plus élevée et de sa profondeur de champ.
2. les grossissements de microscopes ont été déterminés à partir du critère suivant : la différence entre les valeurs moyennes calculées pour les quarts d'image et celle calculée pour l'image entière, doit être inférieure à 10%.
3. la valeur du seuil a été déterminée à partir d'une méthode basée sur l'histogramme des niveaux de gris correspondant à l'image.
4. les pores ont été catégorisés en trois types : pores globulaires, et fissures interlamellaires et intralamellaires, de sorte que les taux de porosité correspondant à chaque type ont été quantifiés.
5. une microstructure artificielle a ensuite été générée sur la base de ces trois types de porosités afin de représenter le dépôt YPSZ

2.4 Références

1. Available from: <<http://rsb.info.nih.gov/ij/docs/index.html>>.
2. Bolot, R., J.H. Qiao, G. Bertrand, P. Bertrand, and C. Coddet, *Effect of thermal treatment on the effective thermal conductivity of YPSZ coatings*. Surface & Coatings Technology, 2010. **205**(4): p. 1034-1038.
3. Bertrand, G., P. Bertrand, P. Roy, C. Rio, and R. Mevrel, *Low conductivity plasma sprayed thermal barrier coating using hollow psz spheres: Correlation between thermophysical properties and microstructure*. Surface & Coatings Technology, 2008. **202**(10): p. 1994-2001.
4. Qiao, J.H., R. Bolot, H.L. Liao, P. Bertrand, and C. Coddet. *A 3D finite-difference model for the effective thermal conductivity of thermal barrier coatings*. in *Proceedings of the ITSC 2011*. 2011. Hamburg, GERMANY.
5. Kulkarni, A., A. Goland, H. Herman, A.J. Allen, T. Dobbins, F. DeCarlo, J. Ilavsky, G.G. Long, S. Fang, and P. Lawton, *Advanced neutron and X-ray techniques for insights into the microstructure of EB-PVD thermal barrier coatings*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2006. **426**(1-2): p. 43-52.
6. Martin, C.F., C. Josserond, L. Salvo, J.J. Blandin, P. Cloetens, and E. Boller, *Characterisation by X-ray micro-tomography of cavity coalescence during superplastic deformation*. Scripta Materialia, 2000. **42**(4): p. 375-381.
7. Kulkarni, A., S. Sampath, A. Goland, H. Herman, and B. Dowd, *Computed microtomography studies to characterize microstructure-property correlations in thermal sprayed alumina deposits*. Scripta Materialia, 2000. **43**(5): p. 471-476.
8. Takano, N., M. Zako, F. Kubo, and K. Kimura, *Microstructure-based stress analysis and evaluation for porous ceramics by homogenization method with digital image-based modeling*. International Journal of Solids and Structures, 2003. **40**(5): p. 1225-1242.
9. Singh, H. and A.M. Gokhale, *Visualization of three-dimensional microstructures*. Materials Characterization, 2005. **54**(1): p. 21-29.
10. Spowart, J.E., *Automated serial sectioning for 3-D analysis of microstructures*. Scripta Materialia, 2006. **55**(1): p. 5-10.

11. Lee, S.G., A.M. Gokhale, and A. Sreeranganathan, *Reconstruction and visualization of complex 3D pore morphologies in a high-pressure die-cast magnesium alloy*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2006. **427**(1-2): p. 92-98.
12. Allen, A.J., J. Ilavsky, G.G. Long, J.S. Wallace, C.C. Berndt, and H. Herman, *Microstructural characterization of yttria-stabilized zirconia plasma-sprayed deposits using multiple small-angle neutron scattering*. Acta Materialia, 2001. **49**(9): p. 1661-1675.
13. Kulkarni, A., Z. Wang, T. Nakamura, S. Sampath, A. Goland, H. Herman, J. Allen, J. Ilavsky, G. Long, J. Frahm, and R.W. Steinbrech, *Comprehensive microstructural characterization and predictive property modeling of plasma-sprayed zirconia coatings*. Acta Materialia, 2003. **51**(9): p. 2457-2475.
14. Allen, A.J., G.G. Long, H. Boukari, J. Ilavskya, A. Kulkarni, S. Sampath, H. Herman, and A.N. Goland, *Microstructural characterization studies to relate the properties of thermal-spray coatings to feedstock and spray conditions*. Surface & Coatings Technology, 2001. **146**: p. 544-552.
15. Kulkarni, A., J. Gutleber, S. Sampath, A. Goland, W.B. Lindquist, H. Herman, A.J. Allen, and B. Dowd, *Studies of the microstructure and properties of dense ceramic coatings produced by high-velocity oxygen-fuel combustion spraying*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2004. **369**(1-2): p. 124-137.
16. Wang, Z., A. Kulkarni, S. Deshpande, T. Nakamura, and H. Herman, *Effects of pores and interfaces on effective properties of plasma sprayed zirconia coatings*. Acta Materialia, 2003. **51**(18): p. 5319-5334.
17. Ctibor, P., R. Lechneroca, and V. Benes, *Quantitative analysis of pores of two types in a plasma-sprayed coating*. Materials Characterization, 2006. **56**(4-5): p. 297-304.

Chapitre 3 Modélisation de la conductivité thermique

3.1 Modèle basé sur la méthode des différences finies

L'application d'une méthode de type différences finies pour estimer la conductivité thermique effective des revêtements élaborés par projection thermique a initialement été proposée par J.M. Dorvaux et al [1]. Cette méthode est basée sur l'intégration de l'équation du transfert de chaleur en régime stationnaire sur le domaine décrit par l'image du champ de porosité obtenu à partir d'une coupe transversale de dépôt. Cette équation peut être exprimée comme suit :

$$-\vec{\nabla} \cdot (\lambda \vec{\nabla} T) = 0 \quad (3-1)$$

dans laquelle λ est la conductivité thermique et T est la température.

Chaque pixel de l'image est considéré comme une cellule d'intégration de l'équation de diffusion de la chaleur. Pour une image binaire, les cellules sont monophasiques et isotropes. Une conductivité thermique est attribuée à chaque pixel en fonction de sa couleur : λ_m pour Y-PSZ (c'est à dire les pixels blancs sur l'image) et λ_g pour la porosité (les pixels noirs).

L'image du revêtement reflète sa microstructure à température ambiante. Cependant, le changement de température peut conduire à des variations de microstructure. Lorsque la température augmente, les fissures peuvent être comprimées en raison de l'expansion thermique de l'ensemble si bien que leur dimension peut être réduite. Cependant, la tendance peut aussi être inverse en considérant la dilatation du substrat, car la plupart des alliages sur lesquels sont appliqués les dépôts d'YSZ possèdent un coefficient de dilatation plus élevé que celui d'YSZ. Dans ce cas, la dilatation du substrat engendre des contraintes en tension dans le dépôt pouvant aboutir à une augmentation du volume des fissures. Par ailleurs, les fissures peuvent se dilater à haute température en raison de la contraction du volume induite par les transformations de phase. Quoi qu'il en soit, ce modèle peut au moins être appliqué pour l'estimation des propriétés des matériaux autour de la température ambiante.

3.2 Modèle numérique 2D

3.2.1 Discrétisation centrée

Pour le cas 2D cartésien, l'équation ci-dessus peut être exprimée par :

$$-\vec{\nabla} \cdot (\lambda \vec{\nabla} T) = -\frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) - \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right) = 0 \quad (3-2)$$

En supposant une formulation centrée du problème, une vue schématique de la discrétisation à l'échelle d'une cellule est présentée sur la figure 3.1. De cette façon, $T_{(i,j)}$ représente la température du centre du pixel (i,j) . Sans prendre en compte la conduction directe de la chaleur entre les domaines (i,j) et $(i+1,j+1)$ (ou $(i-1,j+1)$, ou $(i+1,j-1)$), l'intégration de l'équation de conduction de la chaleur mène à une formule à 5 points lors de la discrétisation.

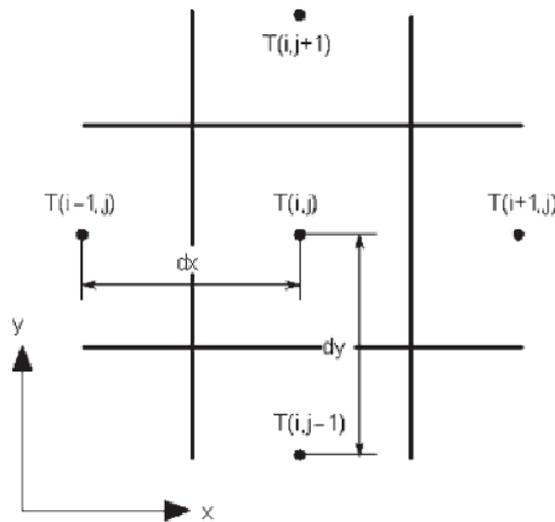


Figure 3.1 : Vue schématique d'une formulation centrée [2, 3].

Pour le cas particulier de pixels carrés, l'équation ci-dessus peut être discrétisée comme suit :

$$\begin{aligned} & -\left(T_{(i+1,j)} - T_{(i,j)}\right) / R_{(i+1/2,j)} + \left(T_{(i,j)} - T_{(i-1,j)}\right) / R_{(i-1/2,j)} \\ & -\left(T_{(i,j+1)} - T_{(i,j)}\right) / R_{(i,j+1/2)} + \left(T_{(i,j)} - T_{(i,j-1)}\right) / R_{(i,j-1/2)} = 0 \end{aligned} \quad (3-3)$$

où $R_{(i+1/2,j)}$ représente la résistivité thermique entre (i,j) et $(i+1,j)$; ou, alternativement, comme suit:

$$Ap_{(i,j)}T_{(i,j)} = Ax_{(i,j)}T_{(i+1,j)} + Ax_{(i-1,j)}T_{(i-1,j)} + Ay_{(i,j)}T_{(i,j+1)} + Ay_{(i,j-1)}T_{(i,j-1)} \quad (3-4)$$

avec

$$Ap_{(i,j)} = Ax_{(i,j)} + Ax_{(i-1,j)} + Ay_{(i,j)} + Ay_{(i,j-1)} \quad (3-5)$$

On peut supposer que la résistivité thermique $R_{(i+1/2,j)}$ est formée par les résistivités thermiques juxtaposées en série dans les deux demi-pixels. Par conséquent, les coefficients suivant l'axe X peuvent être définis par :

$$Ax_{(i,j)} = \frac{1}{R_{(i+1/2,j)}} = \frac{2}{\frac{1}{\lambda_{(i,j)}} + \frac{1}{\lambda_{(i+1,j)}}} \quad (3-6)$$

Suivant l'axe Y, il vient :

$$Ay_{(i,j)} = \frac{1}{R_{(i,j+1/2)}} = \frac{2}{\frac{1}{\lambda_{(i,j)}} + \frac{1}{\lambda_{(i,j+1)}}} \quad (3-7)$$

où, pour une image binaire, $\lambda_{(i,j)}$ vaut soit λ_m soit λ_g .

3.2.2 Discrétisation nodale

La figure 3.2 montre une autre méthode de discrétisation obtenue en utilisant une formulation nodale. Avec cette méthode, $T_{(i,j)}$ représente la température d'un nœud du pixel (i,j) . 2 pixels juxtaposés sont alors en parallèle vis-à-vis des nœuds, d'où une moyenne simple de la conductivité de part et d'autre. Par conséquent, les coefficients peuvent alors être définis par [3] :

$$Ax_{(i,j)} = \frac{\lambda_{(i+1,j)} + \lambda_{(i+1,j+1)}}{2} ; \quad Ay_{(i,j)} = \frac{\lambda_{(i,j+1)} + \lambda_{(i+1,j+1)}}{2} \quad (3-8)$$

Pour les images traitées, la condition aux limites est imposée en utilisant une température constante sur l'arête supérieure (par exemple, 50 °C) ainsi que sur l'arête inférieure (par exemple, 20 °C), alors qu'une hypothèse adiabatique est appliquée au niveau des deux arêtes latérales. Après convergence du calcul (résolution du système par une méthode itérative), la distribution de température en état stationnaire est obtenue sur l'ensemble de l'image. Le flux de chaleur et la conductivité thermique effective correspondant au domaine entier peuvent alors être déduits.

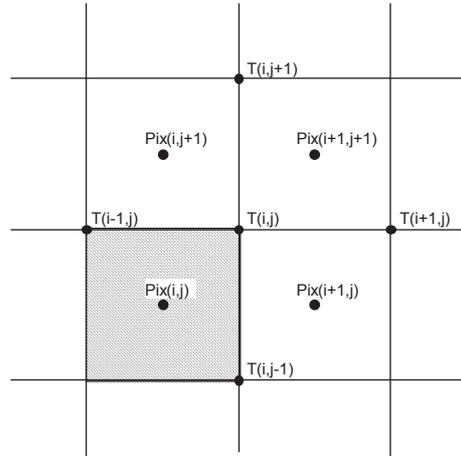


Figure 3.2 : Vue schématique d'une formulation nodale [3].

3.3 Modèle numérique 3D

Concernant le modèle 3D, l'équation de conduction de la chaleur s'écrit :

$$-\vec{\nabla} \cdot (\lambda \vec{\nabla} T) = -\frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) - \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right) - \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) = 0 \quad (3-9)$$

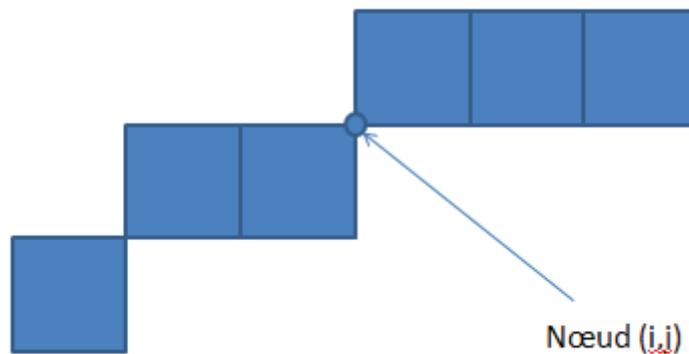


Figure 3.3 : exemple d'une fissure fine d'épaisseur avoisinant la dimension des pixels.

La formulation centrée présente l'avantage d'éviter la conduction thermique à travers un pore fin dont l'épaisseur serait du même ordre de grandeur que la dimension des pixels de l'image. Par exemple, en appliquant une formulation centrée sur le réseau poreux illustré sur la figure 3.3, la résistance thermique formée entre 2 centres de cellules comporte toujours au minimum celle correspondant à l'épaisseur d'un demi-pore. Au contraire, en appliquant une formulation nodale sur ce cas, la conduction thermique sera favorisée au niveau du nœud (i,j)

représenté sur la figure. Cette différence de discrétisation explique notamment pourquoi les valeurs de conductivité effective calculées avec la discrétisation nodale sont toujours supérieures à celles calculées avec une discrétisation centrée. Par conséquent, seule cette méthode (discrétisation centrée) a été utilisée pour la modélisation 3D.

Compte-tenu de la nouvelle dimension, deux cellules voisines supplémentaires (à l'avant et à l'arrière de la cellule centrale) sont réunies pour former une formule d'intégration à 7 points. La figure 3.4 montre une vue schématique d'une cellule du domaine (i.e., un voxel de l'image 3D) et de ses six voisins.

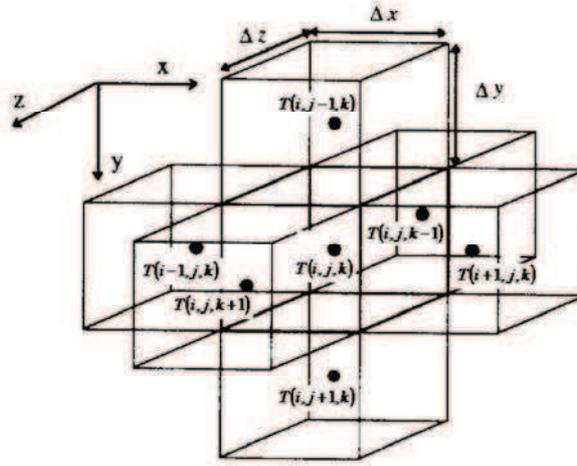


Figure 3.4 : Vue schématique d'une cellule du modèle 3D, y compris ses six voisins.

Pour le cas particulier de voxels cubiques, l'équation ci-dessus a été discrétisée et peut être exprimée comme suit :

$$Ap_{(i,j,k)}T_{(i,j,k)} = Ax_{(i,j,k)}T_{(i+1,j,k)} + Ax_{(i-1,j,k)}T_{(i-1,j,k)} + Ay_{(i,j,k)}T_{(i,j+1,k)} + Ay_{(i,j-1,k)}T_{(i,j-1,k)} + Az_{(i,j,k)}T_{(i,j,k+1)} + Az_{(i,j,k-1)}T_{(i,j,k-1)} \quad (3-10)$$

avec

$$Ap_{(i,j,k)} = Ax_{(i,j,k)} + Ax_{(i-1,j,k)} + Ay_{(i,j,k)} + Ay_{(i,j-1,k)} + Az_{(i,j,k)} + Az_{(i,j,k-1)} \quad (3-11)$$

où les coefficients peuvent être définis par :

$$Ax_{(i,j,k)} = \frac{2}{\frac{1}{\lambda_{(i,j,k)}} + \frac{1}{\lambda_{(i+1,j,k)}}}; Ay_{(i,j,k)} = \frac{2}{\frac{1}{\lambda_{(i,j,k)}} + \frac{1}{\lambda_{(i,j+1,k)}}}; Az_{(i,j,k)} = \frac{2}{\frac{1}{\lambda_{(i,j,k)}} + \frac{1}{\lambda_{(i,j,k+1)}}} \quad (3-12)$$

Concernant les conditions aux limites, des températures constantes sont imposées sur la

surface supérieure (par exemple, 50°C) et la surface inférieure (par exemple, 20°C). Pour les quatre faces latérales (gauche, droite, avant et arrière), une condition de flux nul a été appliquée (idem cas 2D pour les arêtes latérales).

3.4 Procédures de résolution des systèmes linéaires

3.4.1 Méthodes de Jacobi et Gauss-Seidel

En considérant le cas de systèmes composés d'un nombre important d'équations (plusieurs centaines de milliers en fonction du nombre de nœuds), la procédure de résolution appliquée présente une forte influence sur le taux de convergence et le temps de calcul requis. Généralement, les procédures de résolution utilisées pour des systèmes de dimension importante sont souvent basées sur des algorithmes itératifs dont les performances dépendent de la taille du système et d'autres paramètres, comme la surrelaxation [4]. En effet, les méthodes de résolution directe avec assemblage complet sont réservées aux systèmes de dimension moindre. Les méthodes itératives de type Jacobi et Gauss-Seidel (ci-après dénommé GS) [5] sont certainement les plus célèbres. Ces deux méthodes diffèrent entre elles en ce sens que l'équation (3-4) pour la condition 2D s'écrit comme :

$$Ap_{(i,j)}T_{(i,j)}^m = Ax_{(i,j)}T_{(i+1,j)}^{m-1} + Ax_{(i-1,j)}T_{(i-1,j)}^{m-1} + Ay_{(i,j)}T_{(i,j+1)}^{m-1} + Ay_{(i,j-1)}T_{(i,j-1)}^{m-1} \quad (3-13)$$

pour le premier, et comme :

$$Ap_{(i,j)}T_{(i,j)}^m = Ax_{(i,j)}T_{(i+1,j)}^{m-1} + Ax_{(i-1,j)}T_{(i-1,j)}^m + Ay_{(i,j)}T_{(i,j+1)}^{m-1} + Ay_{(i,j-1)}T_{(i,j-1)}^m \quad (3-14)$$

pour le second, où m est l'étape considérée dans le processus itératif. En fait, la procédure GS utilise une mise à jour immédiate de $T_{(i,j)}$ de sorte que le $T_{(i-1,j)}$ et $T_{(i,j-1)}$ auront déjà été mises à jour au moment du traitement de la cellule suivante durant les itérations.

Dans le cas 3D, l'Eq. (3-10) s'écrit :

$$Ap_{(i,j,k)}T_{(i,j,k)}^m = Ax_{(i,j,k)}T_{(i+1,j,k)}^{m-1} + Ax_{(i-1,j,k)}T_{(i-1,j,k)}^m + Ay_{(i,j,k)}T_{(i,j+1,k)}^{m-1} + Ay_{(i,j-1,k)}T_{(i,j-1,k)}^m + Az_{(i,j,k)}T_{(i,j,k+1)}^{m-1} + Az_{(i,j,k-1)}T_{(i,j,k-1)}^m \quad (3-15)$$

pour la méthode GS.

3.4.2 Méthode de surrelaxations successives (SOR)

Ces deux algorithmes sont extrêmement simples, mais la convergence est très lente pour les grands systèmes d'équations, ce qui implique un nombre d'itérations conséquent. La

procédure de surrelaxations successives (SOR) induit une convergence beaucoup plus rapide : elle est similaire à GS, sauf qu'une surrelaxation point par point est effectuée lors de chaque itération. En d'autres termes, le changement de T_p pour un point à chaque itération est considéré comme ω fois supérieur à celui obtenu en utilisant la méthode GS (avec $1 < \omega < 2$), comme suit :

$$T_p^{m+1} = T_p^m + \omega (T_p^{m+1,GS} - T_p^m) \quad (3-16)$$

Ainsi, la procédure SOR est strictement similaire à Gauss-Seidel quand $\omega = 1$. Trois exemples sont présentés sur la figure 3.5 pour démontrer l'influence du paramètre de surrelaxation sur le nombre d'itérations nécessaire pour obtenir la convergence. L'utilisation d'un facteur de relaxation optimisé améliore la convergence de manière très significative : le nombre d'itérations peut être divisé par 30 relativement à la procédure GS en utilisant un facteur de relaxation optimal [5]. Il s'agit ici de petits systèmes ($n_y=36$, $n_x=n_z=48$ au maximum) mais la diminution du nombre d'itérations vis-à-vis de GS augmente encore pour des systèmes plus conséquents.

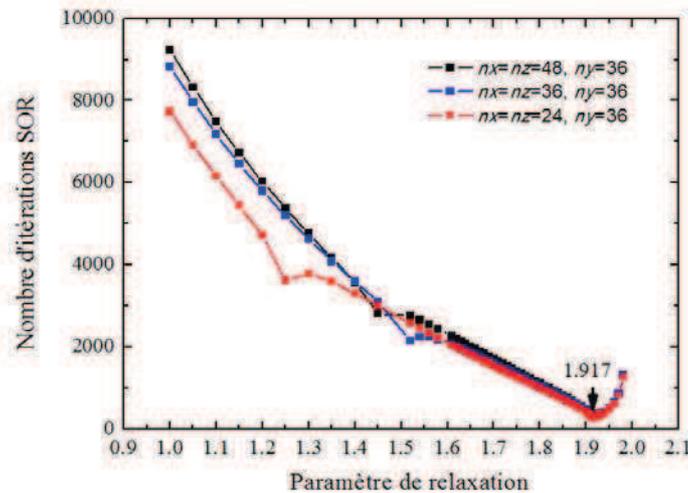


Figure 3.5 : Influence du paramètre de surrelaxation sur le nombre d'itérations nécessaire pour une même précision des solutions numériques.

Le paramètre de surrelaxation ω optimal induisant la convergence la plus rapide peut être déterminé comme suit [6, 7] :

$$\omega_{opt} = 2 / \left(1 + \sqrt{1 - r_\rho^2} \right) \quad (3-17)$$

où r_ρ peut être défini par:

$$r_\rho = \frac{\cos\left(\frac{\pi}{nx+1}\right) + \cos\left(\frac{\pi}{ny+1}\right)}{2} \quad (3-18)$$

Pour le cas d'un domaine carré ($nx = ny = N$), cette équation est alors simplifiée à [4] :

$$\omega_{opt} = 2 / (1 + \sin(\pi h)) \quad (3-19)$$

dans laquelle $h=1/(N+1)$ pour un modèle 2D consistant en $N \times N$ équations. Toutefois, nous avons récemment trouvé que ω_{opt} est à peine dépendante du nombre de nœuds suivant les directions perpendiculaires au transfert de la chaleur (nx et nz pour une image 3D où ny est le nombre de cellules suivant la direction transversale). Ainsi, sur la figure 3.5, une même valeur de ω_{opt} a été obtenue pour trois images présentant un même nombre de pixels suivant la verticale (ny) mais différents nx et nz . Par ailleurs, la valeur optimale réelle (1,917) est un peu plus grande que celle définie par l'Eq. (3-19) (1,844). Par conséquent, les différences ont été vérifiées pour plusieurs valeurs de ny . Finalement, une fonction d'ajustement analytique semblant plus adéquate a été proposée à la place de l'Eq. (3-19) (résultats présentés sur la figure 3.6) :

$$\omega_{opt} = 2 - \frac{1}{1 + \left(\frac{ny}{4.5}\right)^{1.1}} \quad (3-20)$$

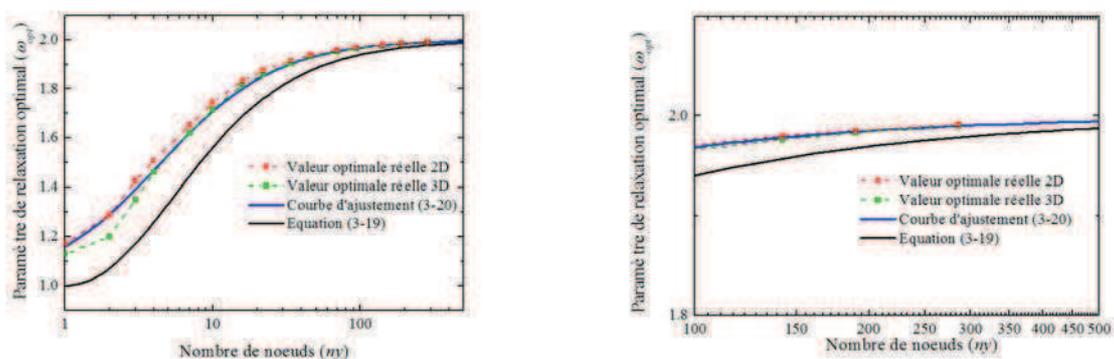


Figure 3.6 : Evolution du paramètre de surrelaxation optimal en fonction du nombre de nœuds suivant y et région zoomée avec $100 < ny < 500$.

Ces valeurs optimales de ω_{opt} semblent également convenir en 3D (Figure 3.6) au vu des différences négligeables entre les valeurs 2D et 3D, en particulier pour les grandes valeurs de

n_y (Figure 3.6, à droite). Cette constatation est conforme aux résultats obtenus par S. Yang [4] indiquant que la valeur optimale de ω_{opt} pour le cas 2D est également applicable pour des dimensions supérieures (suivant toutes les dimensions spatiales). Par conséquent, la valeur de ω_{opt} est égale à 1,99 pour $n_y = 300$ aussi bien pour les calculs 2D que les calculs 3D.

3.4.3 Résidus et condition d'arrêt

Quelle que soit la procédure de résolution du problème, le résidu global peut être défini comme suit :

$$\text{Res} = \frac{1}{n} \sum_n \left| \frac{Ap_{(i,j)} T_{(i,j)}^m - Ax_{(i,j)} T_{(i+1,j)}^m - Ax_{(i-1,j)} T_{(i-1,j)}^m - Ay_{(i,j)} T_{(i,j+1)}^m - Ay_{(i,j-1)} T_{(i,j-1)}^m}{Ap_{(i,j)}} \right| \quad (3-21)$$

où n est le nombre total de cellules. En pratique, ce résidu est calculé seulement toutes les 20 itérations (son temps de calcul est identique à celui d'une itération) et le calcul s'arrête lorsque $\text{Res} < \epsilon_c$, dans lequel ϵ_c est une petite valeur définissant le critère de convergence.

3.5 Conductivité thermique de YPSZ et des pores

3.5.1 Estimation de la conductivité thermique du matériau YPSZ

La conduction thermique dans une céramique peut être expliquée par la théorie ondulatoire du milieu cristallin [8]. En manque d'électrons libres, la conduction thermique dans une céramique fait intervenir la diffusion de phonons. A température élevée, une contribution supplémentaire liée au rayonnement apparaît. Concernant YPSZ à faible température, la conductivité thermique intrinsèque est influencée par plusieurs facteurs, comprenant la température, la concentration en Y_2O_3 , la structure cristalline, le joint de grains, ainsi que la présence de défauts cristallins et d'autres imperfections, etc.

En général, la teneur en Y_2O_3 détermine la structure cristalline d'YPSZ [9]. A température ambiante, la zircone pure (ZrO_2) se trouve sous la phase monoclinique. Avec l'augmentation de la température, la phase monoclinique se transforme en phase tétragonale à 1100°C puis en phase cubique à 1900°C. Toutefois, la présence d' Y_2O_3 peut réduire l'énergie libre des phases à haute température. Ainsi, pendant le refroidissement, la phase cubique subit une transformation microstructurale en phase tétragonale plutôt qu'en phase monoclinique. Si la teneur en Y_2O_3 est suffisamment élevée (>8% en molaire ou 13,7% en massique), la phase cubique pure peut exister. La phase monoclinique présente une conductivité thermique plus

élevée, et la phase tétragonale une conductivité intermédiaire relativement à la phase cubique (qui possède la conductivité la plus faible). Dans ce travail, les matériaux utilisés comportent une teneur massique de 7% d' Y_2O_3 , et présentent une structure multiphasique composée des phases tétragonale et cubique.

P.G. Klemens et al. [8] ont quantifié théoriquement l'effet des défauts ponctuels et des joints de grains sur la conductivité thermique d'YPSZ à 7% d' Y_2O_3 en massique, comme montré sur la figure 3.7. La conductivité d'YPSZ décroît avec la diminution de la taille de grains. Par ailleurs, l'augmentation de la température aboutit à la diminution de la conductivité d'YPSZ. Plus la taille de grain est élevée, plus la tendance à la diminution avec la température est nette. La conductivité thermique du cristal sans défaut diminue de $6 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 0°C , à $1,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 1000°C .

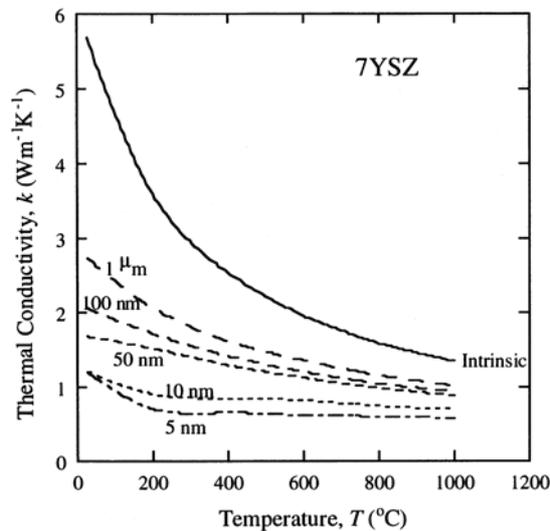


Figure 3.7 : Réduction théorique de la conductivité thermique de YPSZ à 7% d' Y_2O_3 en poids en raison des défauts ponctuels et de la diffusion aux joints de grains pour différentes tailles de grains [8].

Le sujet de cette étude porte sur des dépôts d'YPSZ élaborés par projection thermique. En raison du refroidissement directionnel et de la solidification rapide au cours de la projection, la plupart des grains présents dans les revêtements possèdent une structure colonnaire fine. T. Chraska [10] a rapporté la structure typique de splats d'YPSZ issues de projection plasma sur un substrat en inox préchauffé à 450°C . Les grains colonnaires présentent une largeur moyenne de 65 nm et une hauteur de 1,5 à 1,8 μm . Par conséquent, conformément à la figure 3.7, la conductivité thermique moyenne des grains colonnaires à température ambiante est d'environ $1,8 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ suivant la direction parallèle au plan des splats et d'environ 2,9

$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ suivant la direction perpendiculaire au plan des splats (c'est-à-dire suivant l'épaisseur de la splat). Toutefois, un modèle isotrope des pixels a été pris en compte dans notre modèle si bien que la conductivité thermique d'Y-PSZ a donc été estimée par une valeur moyenne. En considérant que le gradient de température imposé est perpendiculaire au plan de la splat, la valeur effective est certainement plus proche de $2,9 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ que $1,8 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$. Ainsi une valeur de $2,5 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ a été retenue.

3.5.2 Estimation de la conductivité thermique des pores

En ce qui concerne les pores, λ_g peut être estimée en considérant la conductivité thermique de l'air emprisonné dans les pores en première approximation. La conductivité thermique de l'air augmente avec la température, alors qu'elle n'est pas significativement influencée par la pression dans la plage normale (entre 2700 Pa et 200 MPa). Par conséquent, elle peut être estimée par la loi Sutherland, comme suit [11] :

$$\lambda_g = \lambda_0 \left(\frac{T}{T_0} \right)^{3/2} \frac{T_0 + B}{T + B} \quad (3-22)$$

où $\lambda_0 = 2.4214 \times 10^{-2} W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$, $T_0 = 273.15 K$ et $B = 194.4 K$ pour l'air.

Cependant, puisque le libre parcours moyen des molécules d'air peut être du même ordre que l'épaisseur des pores, la conductivité thermique effective des pores peut différer sensiblement de celle de l'air dans un milieu non confiné en raison de l'effet Knudsen (soit l'effet de raréfaction). En tenant compte de cet effet, la conductivité peut être exprimée comme [12] :

$$\lambda_g = \lambda_{atm} \frac{1}{1 + C \left(\frac{T}{p \delta} \right)} \quad (3-23)$$

où λ_{atm} est la conductivité du gaz à pression atmosphérique en milieu non confiné ; p pression du gaz dans la lacune ou la fissure et δ l'épaisseur d'une fissure. Le coefficient $C = 2.5 \times 10^{-5} Pa \cdot m \cdot K^{-1}$ pour l'air [13].

En considérant le cas de l'estimation de la conductivité thermique effective à des températures proches de l'ambiante, et en considérant une pression interne des pores également proche de l'ambiante, les valeurs constantes à 300K et 1 atm peuvent être appliquées. La conductivité λ_g a tendance à diminuer avec la réduction de la dimension des

fissures (comme le montre dans la figure 3.8). La valeur maximale de λ_g est égale à la conductivité thermique de l'air dans l'atmosphère ($0,025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Elle est de 90% de cette valeur pour un pore de $0,7 \mu\text{m}$ (~ 5 pixels sur une image en grossissement 1000). Pour les pores observables les plus fins (dimension de l'ordre du pixel), λ_g diminue à $0,016 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Dans la partie suivante, l'épaisseur de fissure sera estimée au moyen de l'analyse d'image.

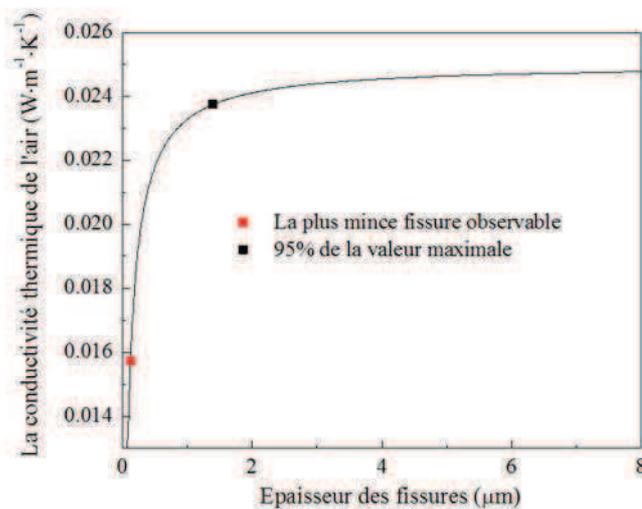


Figure 3.8 : Influence de l'épaisseur des fissures fines sur la conductivité thermique de l'air.

3.5.3 Mesure de l'épaisseur de fissure par analyse d'image

Bien que λ_g soit significativement influencée par l'épaisseur de fissure, aucun document prenant en compte l'effet Knudsen ne peut être trouvé pour les revêtements. En effet, il est difficile de connaître l'épaisseur locale des fissures et de leur affecter ainsi une conductivité variable. Toutefois, l'analyse d'image peut permettre de mesurer approximativement l'épaisseur de chaque fissure. Dans ce présent travail, les images ont été analysées en combinant l'utilisation du logiciel de traitement d'images Scion (version bêta 4) à l'analyse par un nouvel algorithme codé en langage C.

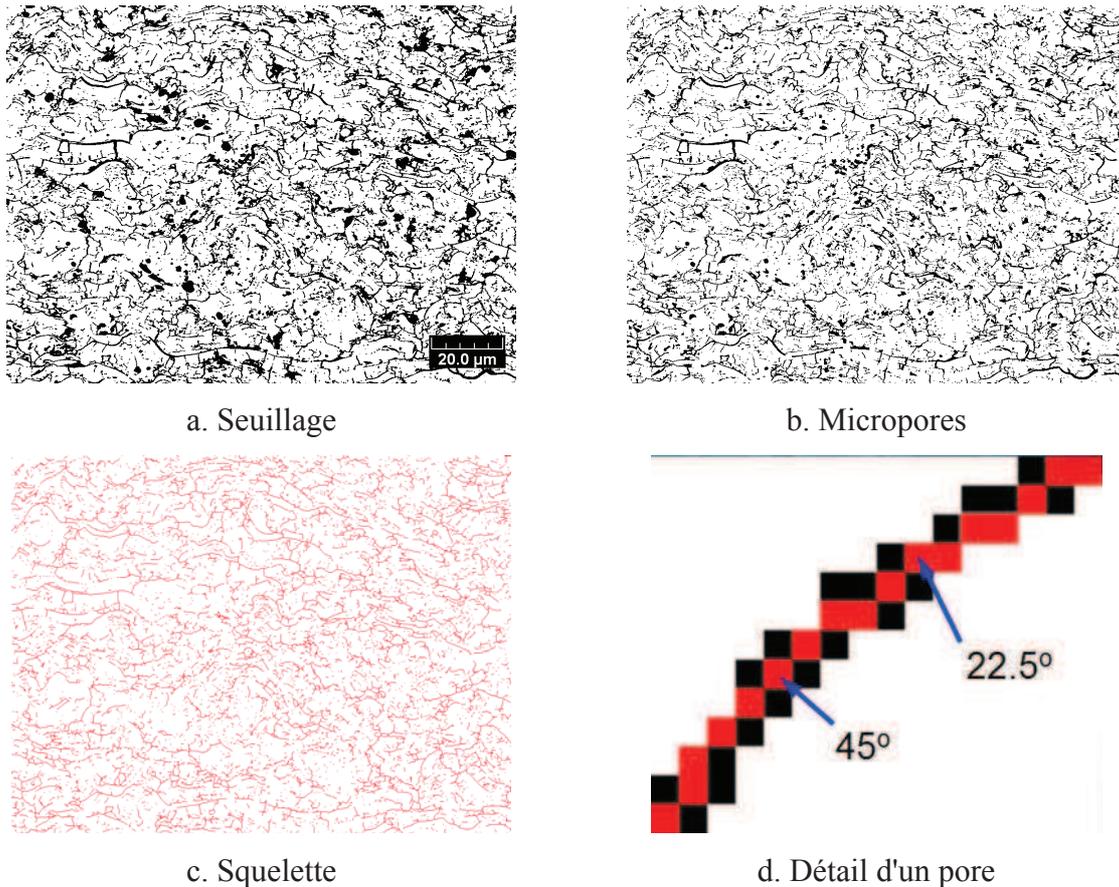


Figure 3.9 : Mesure de l'épaisseur des pores par analyse d'image pour les pores ayant des dimensions inférieures à 1,4 μm, afin d'appliquer l'effet Knudsen.

Le processus détaillé est décrit comme suit : tout d'abord, les images en niveaux de gris, comme montré dans la figure 2.2, sont converties en images binaires en appliquant un seuillage [14] (Figure 3.9a).

Deuxièmement, le réseau de micropores est obtenu en soustrayant les pores présentant un diamètre ou une épaisseur d'au moins 10 pixels (1,4 μm) à l'image d'origine à l'aide de l'utilisation de l'opération "2D rolling ball" (Figure 3.9b) de scion. Les pores ainsi soustraits sont globulaires et jouent un rôle beaucoup plus faible dans la diminution des transferts de chaleur en comparaison des pores interlamellaires. Ainsi, le changement de λ_g a été ignoré pour ces pores globulaires.

Troisièmement, le squelette des micropores avec une épaisseur de 1 pixel a été obtenu en mettant en œuvre l'opération de "skeletonisation" (représenté par des pixels rouges sur les Figures 3.9c et 3.9d). Quatrièmement, le squelette est supposé être linéaire au sein de chaque pixel. Ainsi, le squelette présente un angle unique (vs. l'axe X) qui peut être estimé à partir

de l'orientation de ses voisins par rapport à lui-même. L'angle (de 0° à 90°) a donc été enregistré dans une matrice *Angle* de dimension $(n_x \times n_y)$, dans laquelle les valeurs sont nulles pour les pixels sans squelette. Les exemples de 45° et $22,5^\circ$ sont illustrés sur la figure 3.9d et le reste peut être fait de la même manière.

Enfin, l'orientation du squelette peut être considérée comme celle de la fissure. Par conséquent, les angles ont été affectés à la "chaire" du réseau poreux (les pixels noirs sur la figure 3.9d) perpendiculairement à l'orientation des fissures. Une fois ce travail réalisé, tous les pixels rouges et noirs sont comptés suivant la direction normale (perpendiculaire) au squelette pour mesurer l'épaisseur de la fissure. Pour réaliser cette partie de manière commode, les valeurs des angles et des épaisseurs sont enregistrées dans les matrices *Angle* et *Thic*, respectivement.

3.6 Résultats numériques et analyse

3.6.1 Un exemple de calcul 2D

Le calcul 2D a été mis en œuvre en utilisant une image MEB de coupe transversale de dépôt. La binarisation a été appliquée avec un seuil de 185 (Figure 3.10 à gauche) et une porosité de 19.2 % est alors obtenue. La figure 3.10 de droite présente le champ de température dans le domaine. De par le gradient vertical imposé, les températures élevées correspondent aux zones rouges et les températures basses aux zones bleues. Une distribution de température en escalier peut être observée au niveau des fissures horizontales (variation importante de température à travers chaque pore).

La figure 3.11 présente le champ correspondant à l'amplitude du gradient de température calculé, dans lequel les valeurs les plus élevées sont brillantes et inversement. Il s'agit d'un gradient relatif dépendant des températures imposées sur les faces (arêtes) du dessus et du dessous. On peut remarquer que les zones présentant un gradient de température élevé sont superposées aux fissures horizontales. Elles correspondent à l'observation de transitions de couleurs sur le graphe des températures ce qui confirme ainsi le rôle de résistance thermique joué par les pores fins horizontaux. Les fissures longues n'apparaissent pas aussi brillantes que les fissures courtes, et certaines d'entre elles donnent des taches grises. D'autre part, les pores globulaires jouent un rôle négligeable de résistance thermique.

La figure 3.12 présente le champ de flux thermique calculé pour le même cas. Le flux thermique est élevé dans les zones brillantes et inversement. Ainsi, on peut observer que le

flux thermique est le plus élevé entre les pores alignés (zones brillantes) : en effet, la matrice solide entre deux pores alignés joue la fonction de "Ponts" pour le flux thermique. Au contraire, les pores correspondent à des zones de faible flux thermique (régions sombres), parce que leur conductivité thermique est faible. En fait, le flux thermique contourne les pores et se propage à travers la structure poreuse pour trouver des chemins (ponts) entre les pores. La présence de deux pores successifs avec un passage étroit correspond à un flux thermique élevé dans le pont correspondant.

La conductivité thermique effective peut être déduite du flux thermique et de l'épaisseur de l'image, à partir de l'équation suivante :

$$\kappa_{eff} = \frac{1}{c} \frac{\sum_{i=0}^{c-1} \phi_i}{\Delta T} l \quad (3-24)$$

dans laquelle ϕ_i est le flux thermique traversant chaque pixel au niveau de l'arête supérieure ou inférieure; c est la largeur et l la hauteur de l'image; ΔT représente la différence de température entre l'arête supérieure et l'arête inférieure. Le flux thermique ϕ_i peut être calculé à partir de la température et de la conductivité thermique des pixels au niveau des arêtes supérieure ou inférieure de l'image, tel qu'exprimé par l'équation suivante :

$$\phi_{(i,l)} = \sum_{i=0}^{c-1} Ay_{(i,l-1)}(T_1 - T_{(i,l-1)}) \quad \text{or} \quad \phi_{(i,0)} = \sum_{i=0}^{c-1} Ay_{(i,0)}(T_{(i,1)} - T_2) \quad (3-25)$$

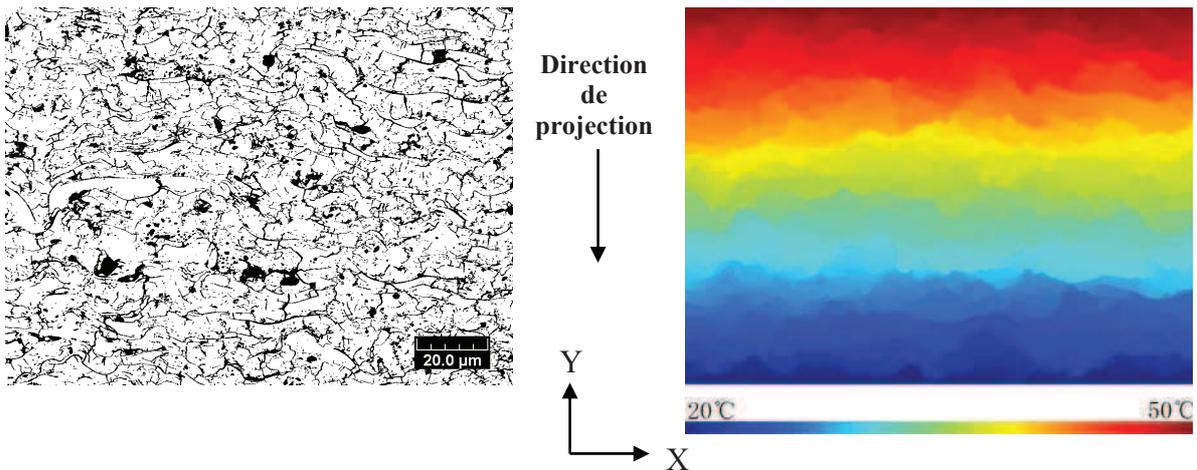


Figure 3.10 : Image MEB binaire d'une coupe de dépôts (à gauche), et champ de température calculé (à droite).



Figure 3.11 : Gradient de température calculé pour l'image de dépôt de la figure 3.10



Figure 3.12 : Champ de flux thermique calculé pour l'image de dépôt de la figure 3.10

Les champs de flux thermique et du gradient thermique ne seront pas présentés dans les sections suivantes, sauf si nécessaire.

La conductivité thermique calculée avec la formulation centrée est de $0,61 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ suivant la direction de projection pour l'image mentionnée.

Suivant la perpendiculaire à la direction de projection, la conductivité thermique a été calculée à $0,89 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, ce qui représente une augmentation d'environ 46% relativement à la valeur obtenue à travers l'épaisseur du dépôt. Ce résultat confirme que les conductivités thermiques des revêtements élaborés par projection plasma sont anisotropes et dépendent de l'orientation des pores.

3.6.2 Influence des conductivités thermiques des pores et du matériau

Comme indiqué dans la section 3.5, les conductivités thermiques des pores et du matériau ne sont pas vraiment constantes, même si cette hypothèse peut tout de même être faite en première approximation. En considérant quelques facteurs, tels que la température, l'épaisseur de fissures ou encore la taille de grains du matériau, la conductivité peut s'avérer variable dans une certaine mesure. Dans le cadre de certaines études, différentes valeurs de la conductivité thermique ont été utilisées. Pour Exemple, A. Kulkarni [15, 16] ont utilisé $2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour YPSZ à 7% d' Y_2O_3 en massique alors que Z. Wang [17] a choisi $2,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (valeur identique à celle retenue dans notre étude). Dans cette section, l'influence de la conductivité des pores et du matériau sur la conductivité effective calculée a été quantifiée. En particulier, on a fait varier la conductivité des pores dans la plage $0,01 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ - $0,05 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et la conductivité du matériau dans la plage $1,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ - $3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

La figure 3.13 montre l'influence de la conductivité thermique des pores sur la conductivité effective calculée en supposant une conductivité de $2,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour la matrice solide. La conductivité thermique effective du dépôt augmente avec l'augmentation de la conductivité des pores. Selon cette figure, on peut estimer la variation de la conductivité thermique effective calculée si la conductivité des pores change par exemple en raison d'un changement de la température ou de la pression. Par exemple, la conductivité des pores s'élève à $0,33 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ lorsque la température augmente à 100°C (déterminée par l'équation (3-21)). La conductivité thermique effective correspondante est alors de $0,68 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ au lieu de $0,61$. Cependant, l'effet d'un changement partiel (local et pas uniforme), par exemple en raison de l'effet Knudsen (3-22), ne peut pas être déterminé avec cette méthode. Ce cas sera discuté dans la section suivante.

La figure 3.14 présente l'influence de la conductivité thermique d'YPSZ sur la conductivité effective calculée en utilisant une conductivité de $0,025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour les pores. L'augmentation de la conductivité du matériau induit une augmentation approximativement linéaire de la conductivité effective avec une sensibilité inférieure à 1 (la conductivité effective n'est pas multipliée par 2 si la conductivité du matériau l'est). Dès que la température, la taille de grain ou un autre facteur change, la variation de la conductivité de la matrice peut être évaluée à partir de la figure 3.6. De même, les variations engendrées sur la conductivité effective peuvent être estimées à l'aide de la figure 3.14.

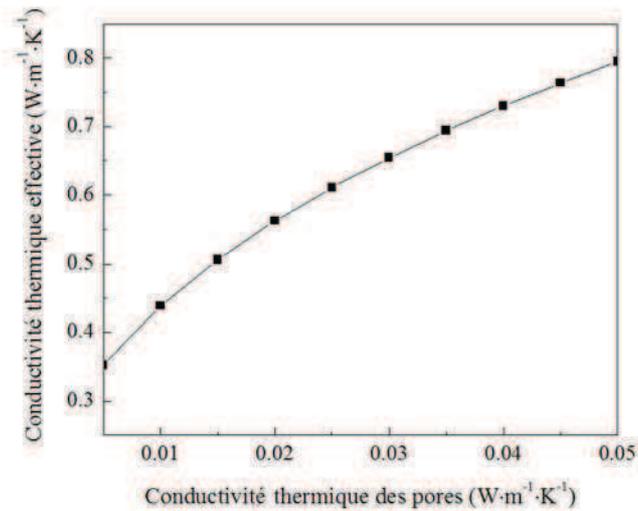


Figure 3.13 : Influence de la conductivité thermique des pores sur la conductivité effective calculée avec une conductivité de $2,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour la matrice solide.

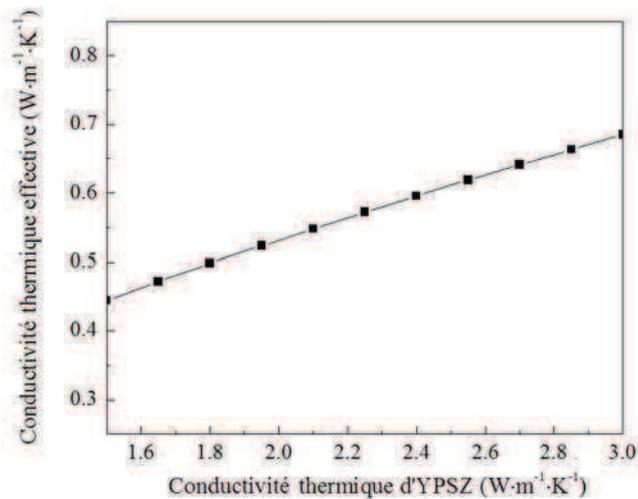


Figure 3.14 : Influence de la conductivité thermique d'YPSZ sur la conductivité effective calculée pour une conductivité des pores de $0,025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

3.6.3 Influence du seuillage de l'image

Le choix du seuil détermine directement si un pixel appartient à la matrice solide ou aux pores. Bien que deux méthodes permettant de déterminer le seuil aient été expliquées dans le Chapitre 2, on pourrait obtenir des valeurs différentes par simple observation. Par conséquent, l'influence du seuillage sur le taux de porosité a été illustrée dans le Chapitre 2. De plus, l'influence sur le calcul de la conductivité effective sera discutée dans cette section.

La figure 3.15 présente les images binaires obtenues à partir de l'image en niveaux de gris de la figure 2.2 en appliquant des seuils différents, parmi lesquels nous proposons initialement 185 puis nous avons plutôt retenu 170 suite à la comparaison des valeurs calculées de la conductivité thermique à celle mesurée [14]. Quatre valeurs de seuil (175, 180, 185 et 190) ont été utilisées et la porosité correspondante a été obtenue par le rapport des pixels noirs.

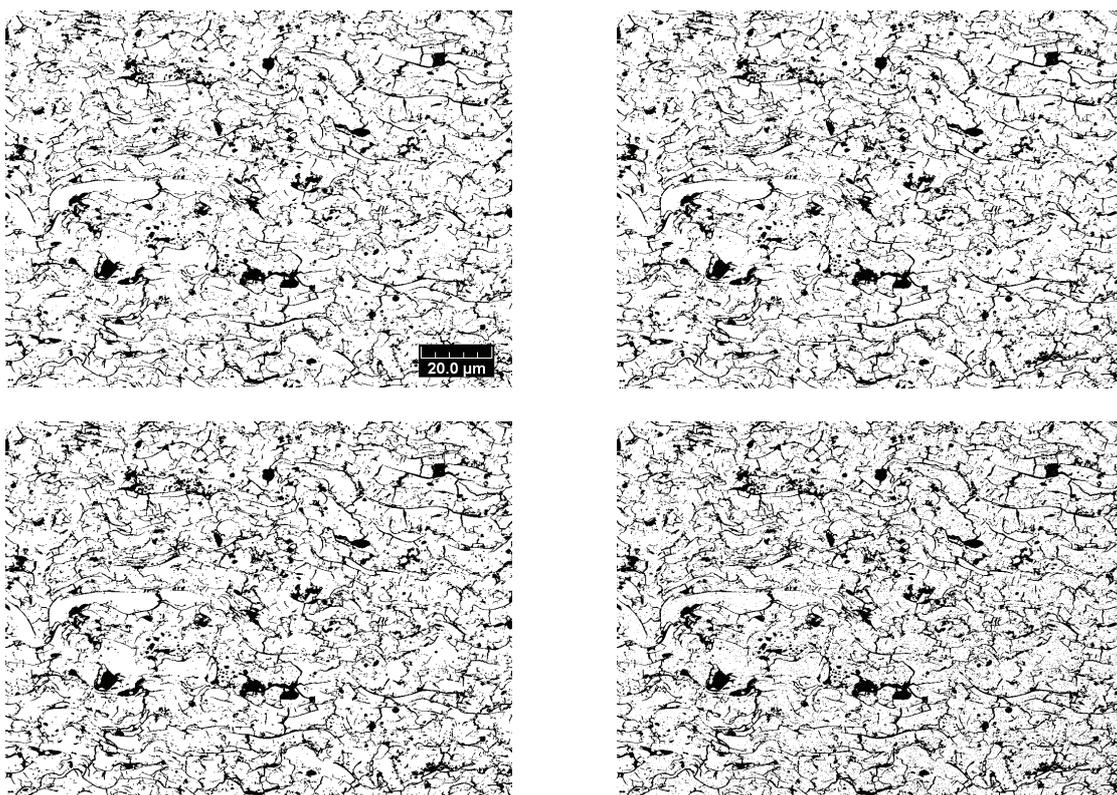


Figure 3.15 : Images binaires obtenues à partir de l'image en niveaux de gris de la figure 2.2 en appliquant des seuils différents: En haut à gauche 175; en haut à droite 180; en bas à gauche 185; en bas à droite 190.

Le tableau 3-1 montre l'influence du seuil des images sur la porosité et la conductivité thermique effective calculée. Plus le seuil est élevé, plus le taux de porosité obtenu par analyse d'image est élevé également. En comparaison avec le seuil de 175, le taux de porosité augmente de plus de 7% pour le seuil de 180, 16% pour 185, et atteint jusqu'à +29% pour le seuil de 190. En raison de la faible conductivité des pores, la conductivité thermique calculée diminue avec l'augmentation de la porosité, mais pas tout à fait dans les mêmes proportions que le taux de porosité. En effet, la conductivité thermique calculée diminue de 8% pour le seuil de 180, 18% pour 185, et 27% pour 190.

Tableau 3-1 : Taux de porosités et conductivités thermiques effectives calculées pour des images binaires obtenues en appliquant différents seuils.

Seuil	175	180	185	190
Porosité (%)	16.5	17.7	19.2	21.3
λ_{eff} ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	0.74	0.68	0.61	0.54

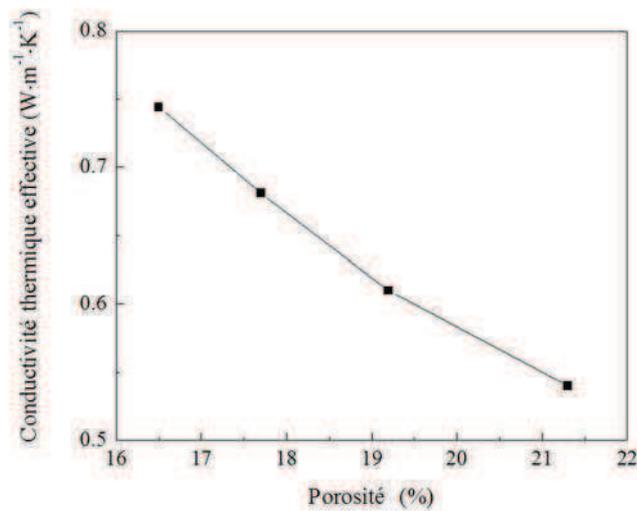


Figure 3.16 : Effet de la porosité sur la conductivité effective calculée.

La figure 3.16 montre l'influence de la porosité sur la conductivité effective calculée. La courbe indique une décroissance quasi linéaire avec une légère tendance amortie. En d'autres termes, l'augmentation de la porosité a un effet de moins en moins élevé sur les conductivités effectives calculées. Avec le relèvement du seuil, l'épaisseur des pores augmente, et quelques fines fissures initialement discontinues deviennent progressivement continues, comme le montre la figure 3.15. Puis, l'apparition de pores isolés survient. En raison de la contribution moindre des pores isolés pour la résistance thermique, la tendance amortie de la diminution se manifeste un peu plus clairement lorsque le seuil atteint 185.

3.6.4 Influence de la résolution d'image

En raison de la conductivité beaucoup plus faible des pores, le niveau de porosité influence évidemment la conductivité thermique effective d'un revêtement. Toutefois, une porosité élevée n'implique pas forcément une faible conductivité du dépôt car l'architecture du réseau

poreux joue un rôle encore plus important. En ce qui concerne la modélisation, une microstructure continue est représentée par une image discrète correspondant à un assemblage de pixels. Par conséquent, la résolution d'image est un facteur clé pour déterminer le degré de représentativité de l'image. En théorie, plus la résolution est élevée, plus l'image sera proche de la structure réelle, et plus le résultat calculé sera fiable. La figure 3.17 présente quatre images de la même zone à des résolutions différentes (soit 25%, 50%, 75%, et 100%). Les résolutions correspondantes sont de 0,14 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ pour l'image à 100% et de 0,56 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ pour l'image à 25%. Ces images nous montrent des structures totalement différentes, en particulier pour les images concernant la résolution la plus élevée (0,14 $\mu\text{m}/\text{pixel}$) et la résolution la plus faible (0,56 $\mu\text{m}/\text{pixel}$). On distingue clairement la présence de fissures fines continues sur l'image à 100%. Au contraire, les fissures apparaissent discontinues sur l'image à 25% de résolution alors que le taux global de porosité est inchangé. Par conséquent, les résultats calculés seront donc très différents d'une image à l'autre.

La figure 3.18 montre le champ de température calculé pour l'image de la figure 3.17. On peut observer que le champ de température présente des paliers de plus en plus marqués avec l'augmentation de la résolution de l'image. En effet, le matériau situé entre deux fissures successives possède une température relativement homogène alors qu'un saut de température est observé aux fissures. Les fissures sont plus continues sur l'image de résolution élevée ; elles sont donc plus longues que sur l'image à faible résolution. Par conséquent, ce résultat confirme l'importance de la longueur de fissure sur la résistance thermique, en particulier suivant le plan perpendiculaire au gradient thermique imposé.

Le tableau 3-2 résume les résultats numériques. Bien que les différentes photos présentent un niveau similaire de porosité, il est évident que la résolution d'image a un effet significatif sur la conductivité thermique effective calculée. Plus la résolution de l'image est élevée, plus la conductivité thermique calculée est faible. La différence en termes de conductivités effectives calculées correspond à environ 15% pour l'image à 75% de résolution, 23% pour l'image à 50% de résolution (356×242 pixels) et atteint jusqu'à 62% pour l'image à 25% de résolution (178×121 pixels). Ces différences importantes sont liées à une perte d'information, en particulier pour les fissures fines qui ont tendance à disparaître du réseau de pores sur les images à faible résolution (ou au moins à devenir complètement discontinues).

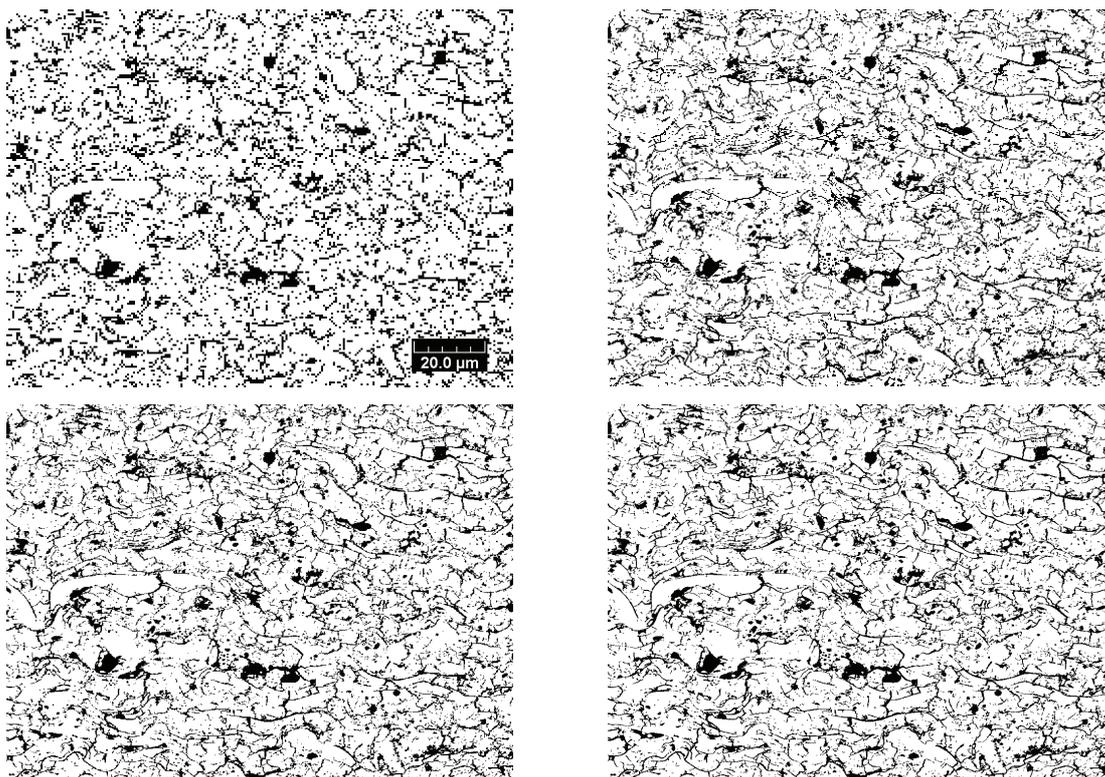


Figure 3.17 : Images de la même région d'intérêt à différentes résolutions. En haut à gauche: 25%; en haut à droite: 50%; en bas à gauche: 75%; en bas à droite: 100%.

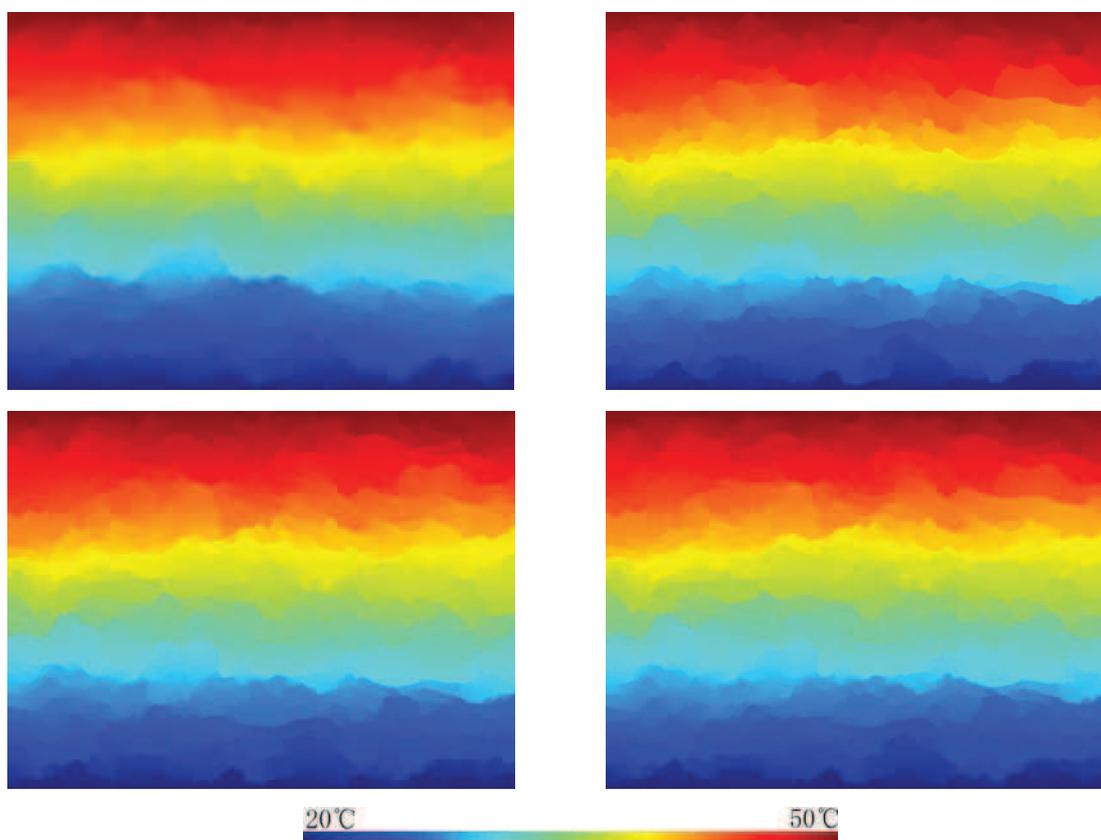


Figure 3.18 : Champs de température correspondant aux images de la Figure 3.17.

Tableau 3-2 Influence de la résolution d'image sur la conductivité thermique effective calculée.

Résolution d'image	256×192 pixels (25% images)	512×384 pixels (50% images)	768×576 pixels (75% images)	1024×768 pixels (100% images)
Porosité (%)	19.1	19.1	19.1	19.1
λ_{eff} (W·m ⁻¹ ·K ⁻¹)	0.99	0.75	0.70	0.61

3.6.5 Comparaison entre les discrétisations centrée et nodale

Dans la section 3.3, nous avons introduit deux méthodes de discrétisation, à savoir la discrétisation centrée et la discrétisation nodale. Physiquement, ces 2 méthodes sont très différentes au niveau du mode de connexion entre les pixels : en série pour la première et en parallèle pour la seconde. Tous les calculs ci-dessus ont été effectués avec la méthode centrée. Dans la présente section, une comparaison des résultats produits avec les 2 méthodes a été mise en œuvre.

Deux revêtements ont été considérés pour étudier l'influence de la structure du réseau poreux sur la conductivité thermique effective calculée. Comme mentionné ci-dessus, l'un a été élaboré avec une poudre fabriquée en interne et composée de sphères creuses, à savoir le revêtement S. Un seuil de 185 a été défini en appliquant la méthode décrite dans le chapitre 2, de sorte qu'un taux de porosité de 19,0% a été obtenu. Ce taux de porosité semble un peu plus élevé que celui mesuré (17%) [18]. Il est évident que cette surestimation de la porosité résulte d'une surestimation de l'épaisseur de fissure. Cependant, la continuité des fissures est plus importante que l'épaisseur de fissure elle-même pour influencer la conductivité thermique obtenue. L'application d'un seuil de 185 permet donc de maintenir la continuité des fissures sans trop surévaluer le taux de porosité.

L'autre dépôt a été élaboré avec une poudre commerciale composée de particules anguleuses polyédriques, comme indiqué sur la figure 3.19, à savoir le revêtement A. L'image en niveaux de gris a été convertie en image binaire en appliquant un seuil de 170 obtenu avec la même méthode. Le taux de porosité correspondant est de 18,4%. Ainsi, les deux revêtements présentent des taux de porosités approximativement équivalents, mais leurs structures sont assez différentes. Concrètement, le revêtement S présente une structure très lamellaire dans laquelle les pores interlamellaires horizontaux sont plus nombreux et plus longs que les fissures intralamellaires verticales. Inversement, le revêtement A ne présente pas de

différences significatives au niveau de sa structure suivant des deux directions.

Les conductivités thermiques effectives suivant la direction verticale ont été calculées pour les deux revêtements décrits ci-dessus. En raison de la présence de pores interlamellaires plus longs et en quantité plus importante, le revêtement élaboré avec la poudre composée de sphères creuses présente une conductivité thermique calculée plus faible. Le tableau 3-3 présente une synthèse des résultats obtenus. Pour les 2 images, des différences peuvent être notées entre les résultats calculés avec les formulations nodale et centrée. En particulier, les conductivités effectives calculées augmentent de 28% (de $0,61 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $0,78$) pour la figure 3.10 et de 21% (de $0,90 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $1,09$) pour la figure 3.18. La formulation nodale fournit donc des conductivités thermiques calculées plus élevées que la formulation centrée. Les deux méthodes sont toutes deux soutenues par des modèles physiques. Toutefois, le modèle centré devrait être plus fiable suivant la description dans Section 3.3. La raison expliquant les différences entre les deux méthodes a été dévoilée dans une de nos publications [14]. Dans ce travail, nous avons notamment pu montrer que la différence entre des résultats calculés avec les 2 méthodes de discrétisation diminue lorsque la résolution des images augmente. Par conséquent, la résolution des images doit être augmentée pour faire converger la conductivité thermique calculée pour les deux formulations. Ainsi, la résolution a été doublée puis triplée en divisant les pixels.

Le tableau 3-3 montre aussi l'effet de la résolution d'image sur les résultats de conductivité thermique. Pour la formulation centrée, les valeurs des conductivités effectives calculées augmentent lorsque la résolution d'image augmente. Ce résultat est contraire au résultat obtenu précédemment en diminuant la résolution d'image mais à ce moment, la diminution de la résolution était associée à l'obtention progressive d'un réseau poreux beaucoup plus discontinu. Ici, on n'altère pas la résolution d'image mais on place plusieurs cellules dans un même pixel (4 puis 9). Lorsque la résolution est doublée puis triplée, la conductivité thermique calculée augmente de $0,2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $0,3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement S, respectivement. En ce qui concerne le revêtement A, les conductivités calculées augmentent de manière plus évidente, de $0,4 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $0,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ respectivement. On peut remarquer que les variations observées en augmentant la résolution d'image (ou plus exactement en plaçant plusieurs cellules dans chaque pixel) sont beaucoup plus faibles que celles précédemment obtenues en réduisant la résolution. La raison est que la diminution précédente de la résolution a été obtenue par fusion de plusieurs pixels (en altérant donc l'image) alors que cette nouvelle méthode fait intervenir la division des pixels de l'image

(sans altération mais également sans augmentation de la précision de l'image elle-même). Dans le premier cas, le changement de la résolution d'image implique le changement de la microstructure, mais l'affinement des cellules est utilisé pour le second cas (4 puis 9 cellules dans chaque pixel de dimension inchangée). Ni la porosité, ni la morphologie des pores ne sont affectés en divisant les pixels. Afin de discriminer les deux méthodes en fonction du changement réel de la résolution d'image, nous avons directement considéré la densité du maillage au lieu de la résolution de l'image dans cette section.

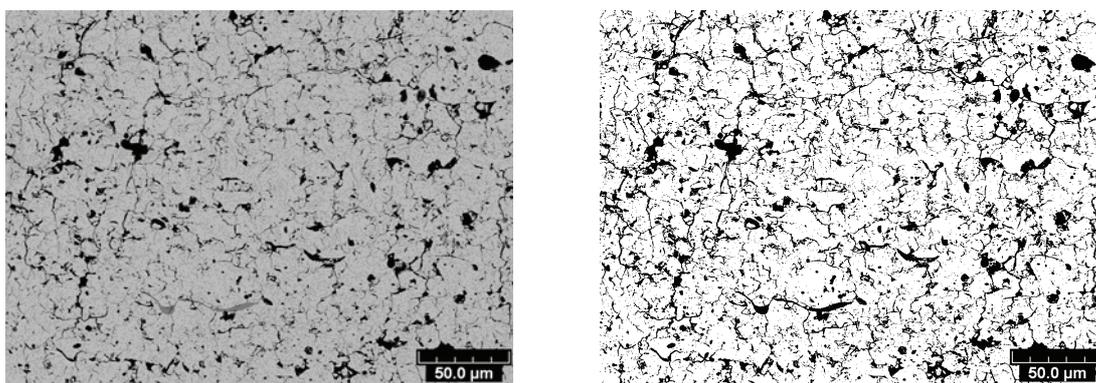


Figure 3.19 : Image MEB du dépôt élaboré avec une poudre commerciale composée de particules anguleuses polyédriques et image binaire correspondante.

Tableau 3-3 : Influence de la résolution d'image (densité du maillage) et de la formulation de la discrétisation sur la conductivité thermique effective calculée.

Type de dépôt	Porosité (%)	Résolution de l'image (100%=1024×768 pixels)	Conductivité thermique ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)	
			Formulation centrée	Formulation nodale
Revêtement S	19.1	100%	0.61	0.78
		200%	0.63	0.74
		300%	0.64	0.72
Revêtement A	18.4	100%	0.90	1.09
		200%	0.94	1.06
		300%	0.95	1.04

Concernant la formulation nodale, la tendance est inverse si bien que les résultats obtenus avec les 2 formulations convergent vers une même valeur lorsque la résolution augmente. En effet, la conductivité thermique effective calculée diminue avec l'augmentation de la densité des mailles quel que soit le dépôt. Avec le doublement puis le triplement de la densité

du maillage, les conductivités effectives calculées diminuent de $0,04 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $0,06 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement S élaboré à partir de sphères creuses, et de $0,03 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $0,05 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement A (poudre anguleuse). Bien que les valeurs de conductivités obtenues avec la formulation nodale soient toujours plus élevées que celles calculées avec la formulation centrée, les différences deviennent de plus en plus faibles avec l'augmentation de la résolution de l'image (plus exactement du nombre de cellules dans chaque pixel). Pour une densité de 300% du maillage, la différence entre les 2 formulations diminue à $0,08 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement S et $0,09 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement A (contre des différences 2 fois supérieures à la résolution d'origine). On peut supposer que les conductivités thermiques calculées avec les deux méthodes pourraient être égales lorsque la résolution atteint un niveau suffisamment élevé.

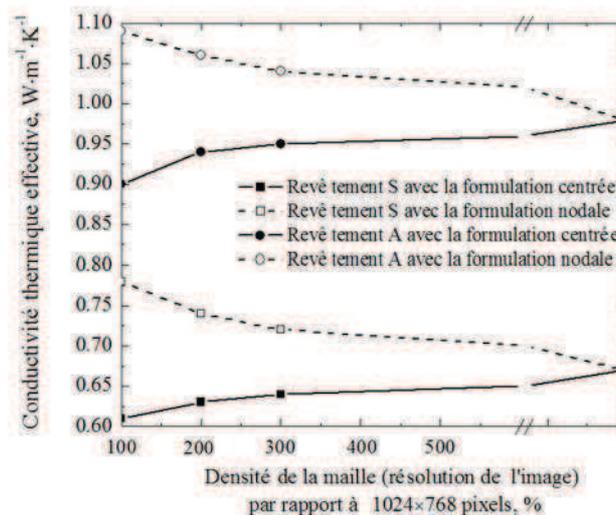


Figure 3.20 : L'évolution de la conductivité thermique effective calculée avec l'augmentation de la densité de mailles.

La figure 3.20 montre l'évolution de la conductivité thermique effective calculée avec l'augmentation de la densité du maillage. Avec l'extrapolation des courbes suivant la direction positive de l'axe X, les courbes obtenues pour les deux méthodes de discrétisation pourraient se rejoindre. Le point d'intersection indique la valeur fiable de la conductivité thermique, excluant l'influence de la densité de maille ou encore de la méthode de discrétisation. Compte-tenu de la tendance des courbes, le point d'intersection est probablement intermédiaire entre les formulations centrée et nodale. Par ce moyen, les conductivités thermiques calculées sont censées être de $0,67 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement S

et $0,98 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement A, respectivement. Toutefois, les valeurs calculées de la conductivité thermique sont toujours inférieures aux valeurs mesurées. En effet, les valeurs prédites obtenues avec cette méthode d'extrapolation restent plus faibles ($0,67 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $0,99$ pour la mesure pour le revêtement S et $0,98 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $1,24$ pour la mesure pour le revêtement A).

A l'heure actuelle, l'explication la plus probable concerne l'hypothèse 2D utilisée dans tous les travaux de modélisation effectués jusqu'à maintenant. Ainsi, la modélisation 3D semble être nécessaire pour aborder le problème de conduction thermique réelle dans une structure aussi complexe qu'un revêtement élaboré par projection. En particulier, il semble tout à fait envisageable que la probabilité de trouver un chemin conducteur dans un réseau 3D soit supérieure à ce qu'elle est dans le réseau 2D formé par une coupe. Ceci contribuera inexorablement à une augmentation de la conductivité thermique calculée relativement au cas 2D, ce qui tendrait à diminuer les différences entre modèles et mesures.

3.6.6 Validation du modèle 3D

Un modèle tridimensionnel a été développé au cours de l'année 2009. Toutefois, le programme n'a pas pu être testé sur des images tridimensionnelles de revêtements réels jusqu'à maintenant, et la question de la résolution de ces images sera critique. Par conséquent, un réseau de pores artificiel, généré suivant la méthode présentée dans le Chapitre 2, a été utilisé pour valider le modèle 3D de la conduction thermique. Les revêtements A et S, comme expliqué dans la section précédente, ont été analysés pour générer des images artificielles dans un format cubique ($300\times 300\times 300$ voxels), comme indiqué sur la figure 3.21. Le revêtement A diffère du revêtement S et présente une porosité d'environ 18,5%, dans laquelle les taux de chaque type de pores sont de 7,5% pour les pores interlamellaires, 5,9% pour les fissures intralamellaires, et 5,1% pour les pores globulaires respectivement. Le tableau 3-4 présente un résumé de la décomposition de la porosité des deux revêtements.

Dérivée d'une image réelle de revêtement, l'image 3D artificielle doit présenter une conductivité thermique équivalente à celle du dépôt réel correspondant. Par conséquent, la conductivité thermique correspondant aux 2 structures artificielles a été évaluée puis comparée à celle de l'image réelle d'origine (1024×768 pixels) correspondante. De manière identique aux calculs réalisés sur les revêtements réels, des calculs 2D ont été effectués sur des sections de chaque image 3D. Pour obtenir une valeur fiable, l'ensemble des 300

sections (300×300 pixels) parallèles au plan de coordonnées X-Y (comme indiqué sur la figure 3.21) et l'ensemble des 300 sections parallèles au plan de coordonnées Y-Z ont été utilisées. La moyenne des résultats et l'écart-type correspondants à ces 600 sections ont ensuite été obtenus. Concernant le revêtement S, la conductivité thermique calculée à partir de l'ensemble des sections de l'image 3D du dépôt artificiel est de $0,62 \pm 0,01 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Cette valeur est à comparer à la valeur de $0,59 \pm 0,02 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ obtenue à partir des images de coupe transversale du dépôt réel (voir tableau 3-5). Ces résultats indiquent que cette image 3D artificielle présente presque les mêmes caractéristiques que le revêtement réel en termes de conductivité thermique effective calculée sur des sections transversales.

Cependant, les résultats indiquent une concordance moins bonne entre l'image réelle et l'image artificielle pour le revêtement A. En effet, la conductivité thermique effective calculée à partir des sections de l'image 3D du revêtement artificiel, est de $1,08 \pm 0,01 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $0,90 \pm 0,03 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour la moyenne des images du dépôt réel. Ce résultat implique que la reconstruction des images artificielles doit être approfondie et améliorée afin d'être appliquée aux revêtements. Il reste donc encore des problèmes concernant la fiabilité de cette méthode en raison des facteurs subjectifs, tels que la taille des pores, la distance entre les pores, etc. Heureusement, il est possible de réduire ou même d'éliminer l'influence de ces paramètres à partir de statistiques réalisées par analyse d'image. Quoiqu'il en soit, l'image reconstruite peut être considérée comme une nouvelle structure par laquelle on peut étudier les différences entre modélisations 2D et 3D et l'objectif de l'étude est autant celui-ci que l'obtention de structures artificielles fiables à 100%.

Tableau 3-4: Statistiques portant sur la composition de la porosité pour les revêtements A et S .
L'écart-type est indiqué entre parenthèses.

Revêtements d'alimentations différentes	Porosité, %		
	Pores interlamellaires	Fissures intralamellaires	Pores globulaires
Revêtement S	11.1 (0.5)	4.2 (0.9)	3.7 (0.6)
Revêtement A	7.5 (0.7)	5.9 (0.8)	5.1 (0.5)

Tableau 3-5: Comparaison de la conductivité thermique effective calculée à partir des images réelles et des coupes des images 3D artificielles générées pour les deux revêtements - l'écart-type est indiqué entre parenthèses.

Type de revêtement	Porosité, %	Conductivité thermique, $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	
		Images réelles	Coupes des images 3D artificielles
Revêtement S	19.1	0.59 (0.02)	0.62 (0.01)
Revêtement A	18.4	0.90 (0.03)	1.08 (0.01)

Le modèle 3D de conductivité thermique doit être validé par la mise en œuvre d'un exemple de calcul sur la structure artificielle. La figure 3.21 présente les images 3D artificielles sensées représenter les revêtements S (à gauche) et A (à droite). Ces images sont sensiblement différentes en termes de longueur de fissures, comme c'est aussi le cas pour les structures réelles présentées sur la figure 2.3. La figure 3.22 montre les champs de température correspondants. Les températures élevées sont représentées par la couleur rouge et les températures les plus basses par la couleur bleue. Le champ de température se présente sous forme de paliers avec les pores interlamellaires comme limites. Cette observation confirme que les pores interlamellaires jouent un rôle important sur la résistance thermique des revêtements élaborés par projection plasma. D'autre part, un gradient de température élevé apparaît à travers les fissures fines, ce qui est moins le cas pour les pores globulaires de dimension plus importante. Le facteur essentiel pour bloquer la conduction de la chaleur semble donc être la longueur des fissures plutôt que leur épaisseur. Néanmoins, sur des dépôts réels, les pores fins ont tendance à disparaître lors des cycles de montée en température subits par les dépôts.

La conductivité thermique effective peut être calculée à partir du flux thermique et de la taille de l'image, avec l'équation suivante :

$$\kappa_{eff} = \frac{1}{d \cdot c} \sum_{j=0}^{d-1} \sum_{i=0}^{c-1} \phi_{ijk} l \quad (3-26)$$

dans laquelle ϕ_{ijk} représente le flux thermique à travers chaque pixel de la face supérieure ou inférieure; c est la largeur, d la profondeur et l la hauteur (épaisseur) de l'image; ΔT est la différence de température imposée entre les faces supérieure et inférieure. Les ϕ_{ijk} sont liés aux températures et à la conductivité thermique de chaque pixel, et peuvent être calculés

par les équations suivantes :

$$\phi_{(i,l,k)} = \sum_{k=0}^{d-1} \sum_{i=0}^{c-1} Ay_{(i,l-1,k)} (T_1 - T_{(i,l-1,k)}) \quad \text{ou} \quad \phi_{(i,0,k)} = \sum_{j=0}^{d-1} \sum_{i=0}^{c-1} Ay_{(i,0,k)} (T_{(i,1,k)} - T_2) \quad (3-27)$$

Avec cette méthode, les valeurs de la conductivité thermique calculée par le modèle 3D sont de $0,95 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement S et $1,45 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement A, respectivement. Ces valeurs sont significativement plus élevées que les valeurs calculées en 2D (0,95 pour 0,62 et 1,45 pour 1,08), mais également plus proches des résultats expérimentaux, (0,95 pour 0,99 et 1,45 contre 1,3). Ces résultats révèlent tout d'abord les différences entre modélisations 2D et 3D, et d'autre part la meilleure fiabilité de la modélisation 3D.

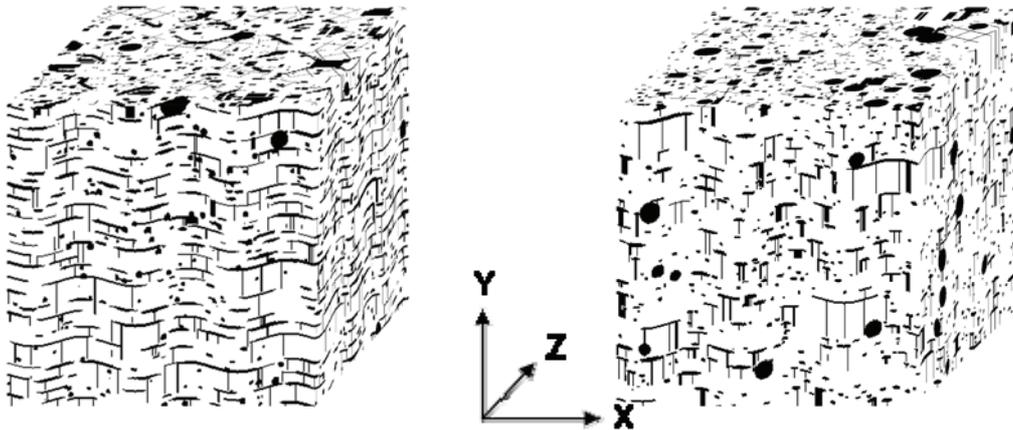


Figure 3.21 : Images 3D artificielles sensées représenter les revêtements S (à gauche) et A (à droite).

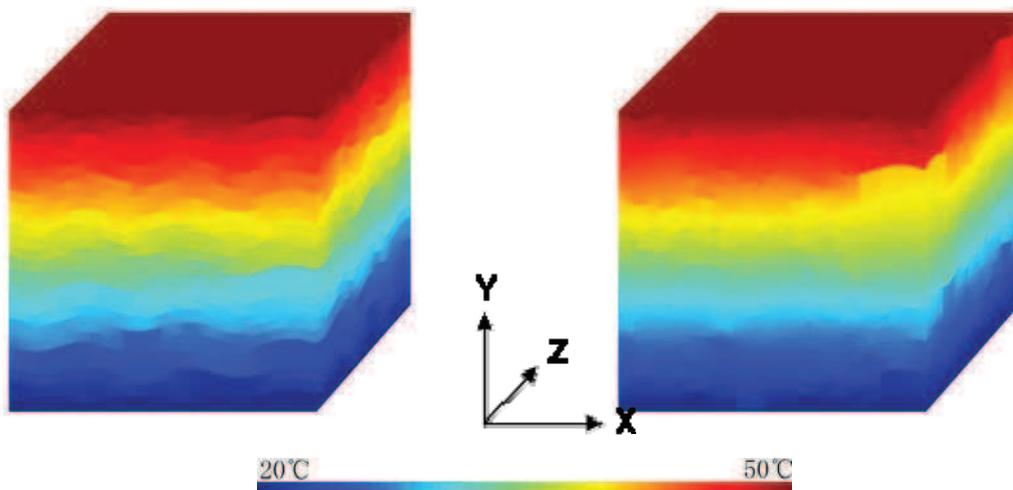


Figure 3.22 : Champs de température correspondants aux images 3D dans la figure 3.21.

3.6.7 Influence de la taille d'image

Les images utilisées dans la modélisation doivent être représentatives de la microstructure des revêtements. En d'autres termes, les images doivent être capturées de manière aléatoire dans une région typique de la structure. En outre, chaque image peut être considérée comme une cellule unitaire qui doit être suffisamment grande pour représenter convenablement la microstructure. Dans ces travaux, les images capturées pour les coupes de dépôts réels sont au format 1024×768 pixels avec une résolution de 0,14 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ (soit une zone couverte d'environ 143×108 μm), comme indiqué sur la figure 3.10. Afin d'étudier l'effet de la taille de l'image, l'image d'origine (Figure 3.10) a été découpée en 4 images de taille 50% suivant chaque direction (format 512×384 pixels), 9 images de taille 33% (337×253 pixels) et 16 images de taille de 25% (256×192 pixels). Après réalisation des calculs pour l'ensemble des images ainsi générées, les résultats ont ensuite été moyennés. Ces images représentent une région d'intérêt absolument identique afin que les différences éventuelles sur les valeurs calculées ne traduisent que l'effet de la dimension de la zone couverte par les images prises individuellement.

La figure 3.23 montre l'influence de la taille de l'image 2D (surface couverte) sur la conductivité thermique effective calculée pour des images représentant la même région. Les résultats moyens indiquent une tendance croissante avec la diminution de la taille d'image. Les valeurs calculées de la conductivité thermique effective augmentent de 0,61 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 0,62 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ lorsque la taille d'image est réduite de moitié ou d'un facteur trois. Elles augmentent à 0,63 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ lorsque la taille d'image est réduite d'un facteur quatre. Les variations sont donc relativement faibles et négligeables. En d'autres termes, l'utilisation d'images au format 256×192 pixels reste appropriée pour obtenir un résultat fiable. Cependant, plus le nombre d'image est élevé (c'est-à-dire plus les images sont de petite dimension), plus l'écart-type augmente. En effet, l'écart-type correspondant augmente de 0,07 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour une subdivision en 4 images, à 0,10 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour une subdivision en 9 images, et à 0,12 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour une subdivision de 16 images. Ainsi, plus la dimension de la surface couverte par l'image est faible, plus le nombre d'images doit être augmenté pour obtenir une fiabilité des résultats lorsque des petites images sont utilisées.

Une condition limite de type adiabatique (flux nul) est définie au niveau des arêtes latérales de l'image. Bien que cette condition soit la plus proche de l'état réel à ce jour, elle affecte plus ou moins les résultats calculés. On peut constater que la réduction de la taille d'image

correspond essentiellement à l'ajout de conditions limites supplémentaires aux interfaces de la subdivision du domaine. Par conséquent, l'utilisation d'images plus grandes est recommandée pour les travaux de modélisation de la conductivité thermique en considérant tout de même la capacité de calcul de l'ordinateur à disposition.

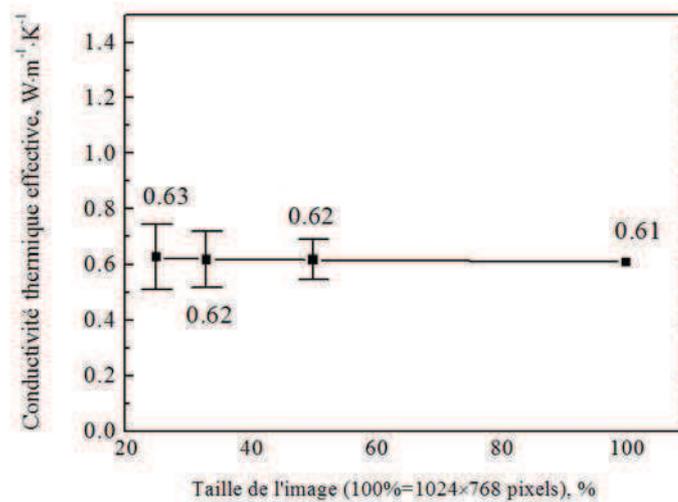


Figure 3.23 : Influence de la taille de l'image 2D sur la conductivité thermique effective calculée pour des images représentant une même région.

La taille de l'image ne doit pas constituer une limite pour la modélisation 2D. Du calcul ci-dessus, on peut considérer que la taille des images 2D considérée dans la présente étude (1024x768 pixels) est suffisante. Au vu des résultats, on pourrait même envisager d'utiliser un grossissement plus élevé et d'augmenter en parallèle le nombre d'images traitées.

Concernant la modélisation 3D, la longueur du côté de l'image 3D ne peut pas être aussi grande que celle de l'image 2D car les calculs 3D requièrent toujours d'énormes ressources. Par conséquent, la taille maximale de l'image 3D a été confirmée comme 320x320x300 pixels pour notre serveur équipé de 24 Go de RAM (système 64 bits). Cette image d'origine a alors été découpée en plusieurs images plus petites pour étudier l'effet de la taille du domaine sur les valeurs de conductivité calculées. Les résultats ont ensuite été moyennés. La figure 3.24 montre une comparaison des conductivités thermiques effectives calculées avec des images 3D subdivisées en sous-domaines mais représentant globalement la même région. Comme en 2D, les conductivités calculées semblent augmenter progressivement avec la diminution du volume des subdivisions de la structure (augmentation du nombre de subdivisions). Les augmentations de la conductivité thermique calculée sont de

0,01 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 0,03 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 0,04 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, et 0,07 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ lorsque la structure d'origine est subdivisée en sous-volumes de $160\times 160\times 150$ voxels (8 volumes), $107\times 107\times 100$ voxels (27 volumes), $107\times 107\times 75$ voxels (36 volumes) et $80\times 80\times 50$ voxels (96 volumes), respectivement. Par ailleurs, les écart-types correspondants augmentent à 0,02 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 0,08 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, 0,11 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et 0,13 $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ respectivement, pour les différentes tailles de subdivisions. En raison de la valeur relativement faible de l'écart-type et de la tendance plutôt modérée de l'augmentation de la conductivité calculée par rapport au cas du calcul direct sur le volume entier, une taille de sous-volumes de $160\times 160\times 150$ voxels semble suffisante pour la modélisation afin d'économiser les ressources de calcul (le traitement de 8 sous-volumes est moins coûteux que le traitement direct du volume formé par ces 8 sous-volumes).

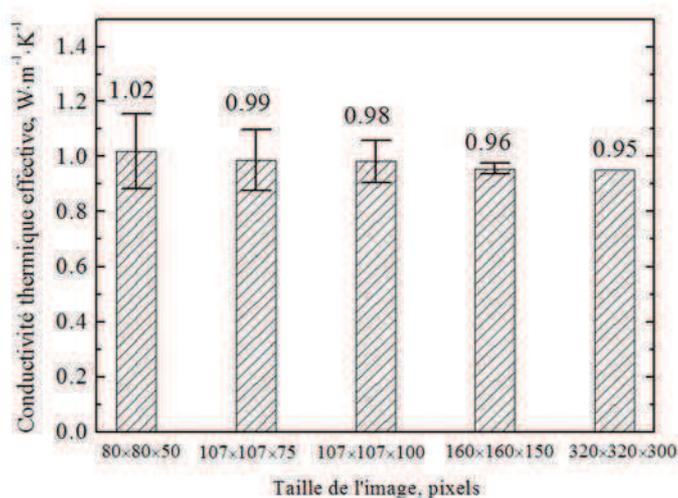


Figure 3.24 : Comparaison des conductivités thermiques effectives calculées avec des images 3D subdivisées représentant globalement la même région.

3.6.8 Comparaison avec la modélisation par éléments finis

La fiabilité de l'image 3D a été validée par application de la méthode des différences finies (ou volumes finis). Les résultats tendent à confirmer la raison pour laquelle des conductivités thermiques effectives trop faibles sont obtenues à partir des calculs effectués sur la base de la modélisation 2D réalisée sur des coupes de dépôt [13]. Des études complémentaires doivent toutefois être mises en œuvre en utilisant d'autres méthodes numériques. Compte-tenu des différences précédemment révélées entre les différences finies et les éléments finis [17], la

conductivité thermique a ensuite été calculée par modélisation de type éléments finis. En particulier, les codes FEM, OOF2 [18] et ANSYS (Version 12.1) ont été utilisés pour effectuer des calculs 2D et 3D respectivement. OOF est un logiciel libre développé par le NIST (National Institut of Standards and Technology). Il s'agit d'un logiciel spécialement conçu pour la modélisation 2D basée sur des images de coupes micrographiques de matériaux multiphasiques. Les calculs ont été mis en œuvre pour les revêtements A et S mentionnés précédemment, à la fois pour les images MEB réelles de coupes transversales et les coupes transversales des structures artificielles. Ceci afin de valider la fiabilité de l'utilisation d'images 3D artificielles pour la méthode des éléments finis. Pour obtenir une valeur fiable, 6 images réelles et 10 coupes (300×300 pixels) de la structure artificielle ont été considérées. Ces dernières étaient composées de 5 coupes prises parallèlement au plan X-Z (comme indiqué sur la figure ure 3.21) et 5 coupes parallèles au plan Y-Z (voir figure ure 3.21). Les résultats ont ensuite été moyennés et sont présentés dans le tableau 3-6. La différence entre FDM et FEM peut également être illustrée à travers la comparaison des résultats calculés avec les 2 méthodes.

Comme pour les calculs réalisés par FDM, la structure 3D artificielle correspondant au revêtement S présente une conductivité thermique effective proche de celle des dépôts réels avec la méthode des éléments finis. La conductivité thermique effective calculée à partir des coupes de la structure 3D artificielle pour le revêtement S est plus proche de celle calculée pour les images du dépôt réel. En effet, la différence n'est que de $0,03 \pm 0,06 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, soit environ 5%. Ce résultat permet de confirmer la représentativité de l'image artificielle pour le revêtement S du point de vue de la conduction thermique. Toutefois, la différence entre les conductivités calculées avec les deux types d'images (coupes du dépôt réel ou coupes de la structure artificielle), s'élève à $0,19 \pm 0,06 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, soit environ 18% pour le revêtement A. Le tableau 3-6 présente une comparaison des conductivités thermiques calculées en 2D entre FDM (TS2C avec formulation centrée, à savoir TS2C_CC) et FEM (OOF2 et ANSYS) sur des images réelles et les coupes transversales des structures artificielles. OOF2 et ANSYS étant basés sur des méthodes similaires, il est à la fois compréhensible et réconfortant de constater que les deux logiciels produisent des résultats quasi-identiques. D'une manière générale, les conductivités calculées par FEM sont supérieures à celles obtenues avec notre code TS2C_CC basé sur une méthode de type volumes finis (FDM), d'environ 20% pour le revêtement S et 15% pour le revêtement A. La raison principale, déjà démontrée dans nos travaux [3], provient de l'utilisation de méthodes de discrétisation différentes pour les deux

codes : une formulation centrée est utilisée dans TS2C_CC, alors qu'une formulation nodale est appliquée dans les modèles basés sur la méthode des éléments finis (FEM). Par conséquent, il est plus intéressant de comparer les résultats obtenus par FEM avec ceux calculés avec la formulation nodale de TS2C (à savoir TS2C_NF).

Le tableau 3-7 présente la comparaison des conductivités thermiques calculées en 2D par FEM et FDM en formulations centrée (TS2C_CC) et nodale (TS2C_NF). On constate que les différences de conductivités thermiques calculées entre TS2C_NF et FEM sont beaucoup plus faibles que celles relevées entre TS2C_CC et FEM, soit $0,05 \pm 0,04 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $0,12 \pm 0,04 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement S et $0,03 \pm 0,04 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $0,15 \pm 0,04 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le revêtement de A. Ce résultat confirme le point de vue démontré dans [3]. La différence restante résulte de l'utilisation de fonctions d'interpolation en FEM.

Toutefois, les efficacités de calcul des deux types de logiciels sont très différentes. Le tableau 3-8 montre une comparaison du temps de calcul et de la mémoire RAM requise entre TS2C, OOF2 et ANSYS pour l'obtention d'un résidu de 10^{-7} avec des images réelles et les coupes des structures artificielles. En comparant relativement à OOF2, ANSYS économise le temps d'environ 80%-90% et nécessite environ 29% de RAM en moins pour le traitement d'une petite image et 81% de RAM en moins pour une image de dimension supérieure. ANSYS semble plus performant que OOF aussi bien au niveau du temps de calcul que de la RAM requise : le système d'équations est certainement mieux réordonné, avec une largeur de bande inférieure, ce qui diminue des besoins en RAM et améliore le temps d'accès aux données. Il est évident que notre code TS2C demande beaucoup moins de ressources calcul que les deux autres logiciels. En comparant avec OOF2, TS2C économise environ 92% du temps alors que les besoins en RAM sont sans commune mesure (-99,7%). En comparant avec ANSYS qui semble plus efficace que OOF, TS2C présente aussi un avantage évident. Il économise le temps de calcul d'environ 26% pour une image de coupe de dépôt réel (image de dimension importante) et 68% pour les coupes transversales de structures artificielles (images plus modestes en termes de dimensions). Le résultat le plus marquant est que TS2C utilise seulement 1% à 2% de la RAM dont ANSYS a besoin. Bien que le calcul parallèle sous ANSYS nous permette d'utiliser plusieurs cœurs afin de réduire le temps, la consommation en RAM reste quant à elle un problème incontournable. La raison est très simple : en 2D, seuls les 5 coefficients non nuls de chaque équation du système, nécessitent un stockage (7 en 3D) avec TS2C. Au contraire, les logiciels basés sur la méthode des éléments finis requièrent un stockage des éléments sur toute une largeur de bande (qui en

principe devrait être de l'ordre de la largeur ou de la hauteur de l'image au minimum). Avec cette considération, le rapport des besoins en RAM devrait être de l'ordre de 5/300 pour une image artificielle et 5/768 pour une image de coupe de dépôt réel. En pratique cet ordre de grandeur est effectivement le bon au vu des besoins constatés. A ce sujet, nous pourrions encore diminuer les besoins en RAM sous TS2C en limitant le nombre de champs stockés à son strict minimum. Néanmoins, la RAM ne constituant pas un réel problème avec TS2C, ce type d'optimisation n'a pas été effectué. Au vu de ces éléments, l'utilisation de TS2C constitue un meilleur choix notamment pour des images de dimension importante. Concernant OOF, une image 2D de dimension 1024×768 nécessite environ 10 Go de RAM, ce qui n'est possible qu'avec un système 64 bits (limitation à 4 Go dont environ 3 utilisables pour les systèmes 32 bits).

Tableau 3-6: Comparaison des conductivités thermiques calculées en 2D entre FDM (TS2C_CC) et FEM (OOF2 et ANSYS), sur des images réelles et des coupes transversales de structures 3D artificielles - les écart-types sont indiqués entre parenthèses.

Type de revêtements	Type d'image	Conductivité thermique, $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$		
		TS2C	OOF2	ANSYS
Revêtement S	Images réelles	0.59(0.02)	0.71(0.07)	0.71(0.06)
	Coupes transversales de la structure artificielle	0.62(0.03)	0.74(0.06)	0.74(0.06)
Revêtement A	Images réelles	0.90(0.03)	1.05(0.05)	1.05(0.05)
	Coupes transversales de structure artificielle	1.08(0.01)	1.24(0.07)	1.24(0.07)

Tableau 3-7: Comparaison des conductivités thermiques calculées en 2D en utilisant une méthode de type éléments finis (FEM) ou volumes finis (FDM) avec une formulation centrée (TS2C_CC) et une formulation nodale (TS2C_NF). L'écart-type est indiqué entre parenthèses.

Type d'image	Conductivité thermique, $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$		
	TS2C_CC	TS2C_NF	FEM
Images MEB du revêtement S	0.59(0.02)	0.76(0.02)	0.71(0.06)
Images MEB du revêtement A	0.90(0.03)	1.08(0.03)	1.05(0.05)

Tableau 3-8: Comparaison du temps de calcul et de la mémoire RAM requise entre TS2C et les logiciels

FEM OOF2 et ANSYS pour une valeur de résidu de 10^{-7} avec des images réelles et des coupes de structures artificielles.

Type d'image	Temps (secondes)			RAM (M Octets)		
	TS2C	ANSYS	OOF2	TS2C	ANSYS	OOF2
Images réelles (1024×768 pixels)	170	230	2200	28	1830	9700
Coupes des structures artificielles (300×300 pixels)	7	22	90	4	780	1100

Les différences entre méthodes FDM et FEM ont été montrées pour le cas de la modélisation 2D. La comparaison des deux méthodes doit être approfondie pour la modélisation 3D, comme indiqué dans le tableau 3-9. OOF2 ne disposant pas de la fonctionnalité 3D, seuls TS2C_CC (3D) et ANSYS ont été exceptionnellement utilisés. Bien que le serveur utilisé pour les calculs dispose de 24 Go de RAM, l'image 3D de $320 \times 320 \times 300$ voxels a dû être segmentée en raison de la consommation élevée de RAM sous ANSYS. Les dimensions de $160 \times 160 \times 150$ voxels, $107 \times 107 \times 100$ voxels, $107 \times 107 \times 75$ voxels et $80 \times 80 \times 50$ voxels ont donc été choisies pour chaque partie. De même que pour les résultats obtenus en 2D, la conductivité thermique calculée et l'écart-type ont tendance à augmenter avec la diminution de la taille de l'image (ou plutôt avec la diminution de la taille des sous-volumes). De même, les conductivités calculées en FEM sous ANSYS sont toujours plus élevées que celles obtenues avec TS2C_CC (3D) basé sur une approche FDM. La différence est d'environ $0,2 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ quelle que soit la taille des sous-volumes. La valeur absolue de la différence est plus grande qu'en 2D. Toutefois, la variation de la valeur relative semble presque la même (de l'ordre de 20%). En outre, les résultats calculés en 3D avec ANSYS indiquent une conductivité thermique de $1,17 \pm 0,02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, qui est plus élevée que le résultat expérimental ($0,99 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) pour le revêtement réel de plus de 18%.

D'autre part, d'après les résultats calculés en 2D, la structure artificielle présente une conductivité thermique plus élevée (d'environ 5%) relativement à celle du revêtement réel correspondant. Si elle pouvait être mesurée, la valeur de la conductivité thermique de cette structure artificielle serait donc probablement d'environ $1,04 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, en supposant un rapport identique pour les cas 2D et 3D. Il est donc confirmé (du point de vue expliqué dans la section 3.6.5) que la valeur réelle de la conductivité thermique se situe dans l'intervalle des valeurs calculées avec la formulation centrée et la formulation nodale, la plus proche étant peut-être la première.

Tableau 3-9: Comparaison entre FDM et FEM de la conductivité thermique effective calculée pour le revêtement S, avec des images 3D subdivisées représentant la même région. L'écart-type est indiqué entre parenthèses.

Taille d'image	Conductivité thermique, $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	
	TS2C_CC (3D)	ANSYS
320×320×300 voxels	0.95	
160×160×150 voxels	0.96 (0.02)	1.17 (0.02)
107×107×100 voxels	0.98 (0.08)	1.18 (0.07)
107×107×75 voxels	0.99 (0.11)	1.19 (0.10)
80×80×50 voxels	1.02 (0.13)	1.23 (0.13)

Tableau 3-10: Comparaison de la consommation de RAM et du temps de calcul en FDM (TS2C_CC (3D)) et FEM (ANSYS) pour un résidu équivalent de 10^{-7} à partir de sous-volumes 3D représentant la même région.

Taille d'image	Temps (secondes)		RAM (M Octets)	
	TS2C_CC (3D)	ANSYS	TS2C_CC (3D)	ANSYS
320×320×300 voxels	4600 (résidu de 10^{-4})		1200	
160×160×150 voxels	315	26000	150	9580
107×107×100 voxels	60	4100	44	2850
107×107×75 voxels	30	1500	33	1800
80×80×50 voxels	6	300	13	860

Le tableau 3-10 présente une comparaison de la consommation de RAM et du temps de calcul requis entre TS2C_CC (3D) (FDM) et ANSYS (FEM) pour l'obtention d'un résidu de 10^{-7} . On peut observer que TS2C est beaucoup plus efficace qu'ANSYS aussi bien en termes de temps de calcul que de RAM requise. En particulier, plus le domaine est grand, plus TS2C économise les ressources de calcul relativement à ANSYS. Pour le plus grand domaine (de dimension 160×160×150 voxels) que nous avons pu tester avec les deux méthodes, ANSYS consomme environ 82 fois plus de temps de calcul et environ 60 fois plus de RAM que TS2C. En considérant la nécessité de considérer des volumes représentatifs le plus important possible en 3D, TS2C est donc plus approprié pour la réalisation de calculs 3D en général (d'ailleurs quel que soit le volume, il est préférable d'utiliser TS2C).

3.6.9 Comparaison entre modélisations 2D et 3D

3.6.9.1. Comparaison entre modélisations 2D et 3D pour les structures 3D artificielles

Les conductivités thermiques obtenues pour les structures artificielles ont été calculées par modélisation 2D et modélisation 3D. Comme démontré précédemment, la conductivité thermique calculée est de $0,62 \pm 0,01 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour les coupes de l'image 3D artificielle correspondant au revêtement S, relativement à $0,95 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour la modélisation 3D sur l'image 3D entière (voir tableau 3-5). En ce qui concerne le revêtement A, la conductivité thermique calculée est de $1,08 \pm 0,01 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour les coupes transversales de l'image 3D artificielle, relativement à $1,45 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour la modélisation 3D. Tous les résultats présentés dans cette section ont été produits avec la version centrée de TS2C. Les différences entre résultats 2D et 3D révèlent que la conductivité thermique calculée en 3D est significativement plus élevée que celle calculée en 2D, pour la même structure (-25 à -35 % en 2D suivant le cas).

La différence entre modélisations 2D et 3D est également confirmée par les résultats obtenus par modélisation de type éléments finis. Dans ce cas, la conductivité thermique calculée est de $0,71 \pm 0,06 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour des coupes transversales de l'image 3D artificielle du revêtement S, relativement à la valeur de $1,17 \pm 0,02 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ obtenue par modélisation 3D sous ANSYS.

Ces différences peuvent être expliquées par le schéma de la conduction thermique, comme indiqué sur les figures 3.1 et 3.4. En modélisation 2D, chaque pixel échange de la chaleur avec ses voisins dans le plan de sorte que le flux de chaleur perpendiculaire au plan n'est pas compté (hypothèse adiabatique suivant la profondeur). En principe, cette hypothèse est applicable uniquement à condition que la microstructure dans la troisième dimension soit totalement symétrique ou répétitive, tel que c'est le cas pour les matériaux homogènes ou les composites renforcés par des fibres longues. Malheureusement, les TBC sont des matériaux aléatoires désordonnés pour lesquels cette hypothèse n'est pas valable proprement dit.

La figure 3.25 montre une coupe transversale de l'image artificielle 3D et les champs de température correspondants calculés avec TS2C par modélisations 2D et 3D. On peut observer que le gradient de température obtenu par modélisation 2D est plus marqué que celui obtenu par modélisation 3D. Ce résultat indique que le rôle des pores est moins important sur la résistance thermique pour la modélisation 3D en raison de la conduction thermique hors du plan. Par conséquent, la conductivité thermique calculée en 3D est plus

élevée. La baisse de conductivité thermique associée à la modélisation 2D est donc due à la conduction thermique négligée dans la direction Z perpendiculaire à l'image 2D considérée, dont la valeur doit dépendre de la structure suivant cette direction. Pour les TBC, des caractéristiques équivalentes peuvent être supposées dans le plan perpendiculaire à la direction de projection. Pour cette raison, la valeur totale de la conduction thermique suivant la direction Z peut être supposée égale à celle calculée suivant la direction X. Avec cette hypothèse, en comparant avec la modélisation 3D, la modélisation 2D prend en compte la moitié de l'effet de la conduction thermique dans le plan perpendiculaire à la direction de projection. Par conséquent, on peut imaginer qu'il y ait une certaine régularité dans les relations entre résultats 2D et 3D.

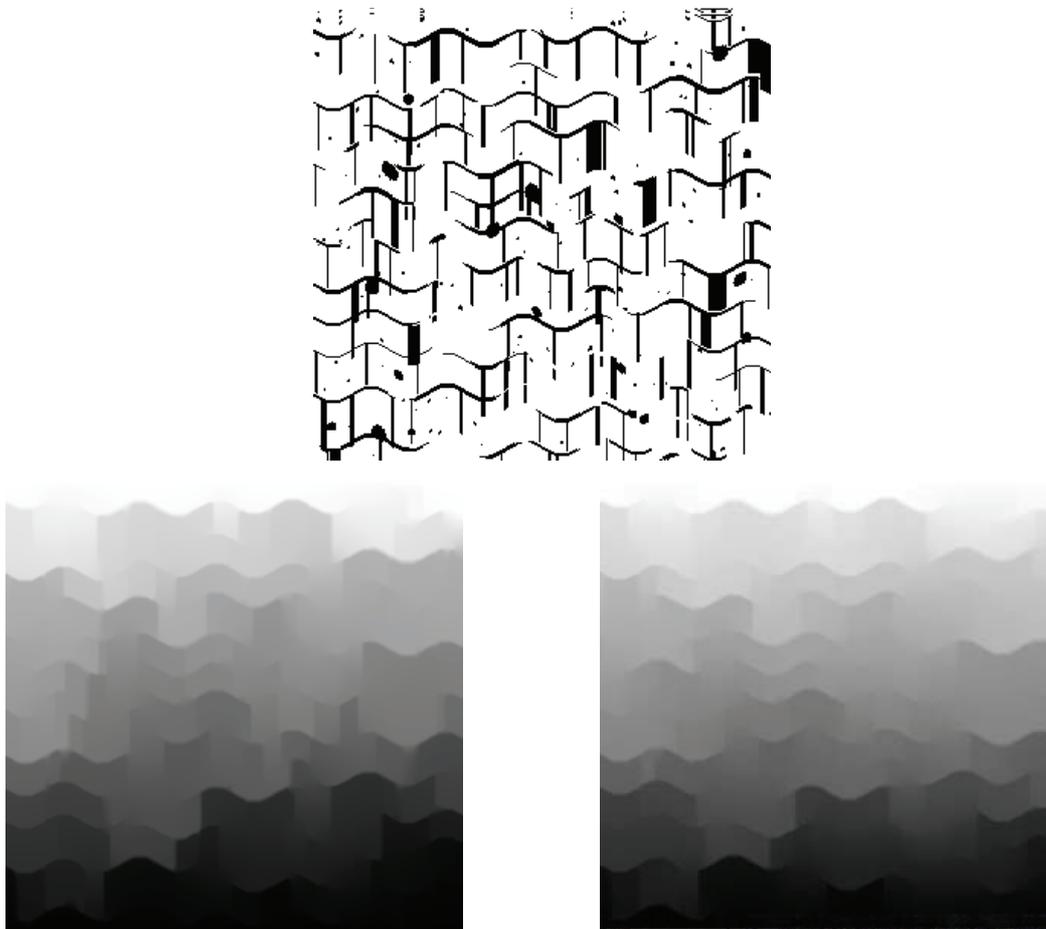


Figure 3.25 : Coupe de l'image artificielle 3D et champs de température calculés avec TS2C par modélisations 2D et 3D respectivement.

En outre, la conductivité thermique calculée en 3D est bien sûr en meilleur accord avec les résultats expérimentaux ($0,95 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $0,99$ pour le revêtement S et $1,45 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

contre 1,24 pour le revêtement A). Ce résultat révèle que l'utilisation de la modélisation 2D pour les revêtements élaborés par projection reste discutable alors que la modélisation 3D est plus conforme aux conditions réelles.

3.6.9.2. Relations entre modélisations 2D et 3D

Parmi les résultats précédents, il est important de mentionner les différences entre modélisations 2D et 3D. Aussi bien en utilisant notre code TS2C qu'en utilisant un logiciel de type éléments finis tel que ANSYS, les conductivités thermiques calculées en 2D sont plus faibles que celles calculées en 3D. Cette conclusion a donc été vérifiée pour différentes structures 3D possédant des taux de porosités variables : 5,0%, 7,5%, 10,0%, 12,1%, 14,3%, 16,7%, 19,0% et 21,0%. Dans ce cas, la taille des pores correspondant à chaque structure augmente proportionnellement au taux de porosité de la structure en question. Par exemple, la taille des pores de la structure avec le taux de porosité de 7,5% est de 1,5 fois celle de la structure avec le taux de porosité de 5%. Les calculs effectués pour toutes les images ainsi générées ont finalement été obtenus à la fois sur les coupes transversales de ces images 3D (pour la modélisation 2D) et pour les images entières (pour la modélisation 3D). Les résultats ont ensuite été moyennés pour la modélisation 2D et sont présentés dans le tableau 3-11.

Tableau 3-11: Comparaison de la conductivité thermique effective entre modélisations 2D et 3D, calculée avec des structures 3D artificielles de porosités croissantes et de tailles de pores croissantes.

Porosité (%)	5.0	7.5	10.0	12.1	14.3	16.7	19.0	21.0
Taille des pores (%)	26	39	53	64	75	88	100	110
2D λ_{eff} (W·m ⁻¹ ·K ⁻¹)	1.67	1.37	1.11	1.00	0.89	0.71	0.62	0.51
3D λ_{eff} (W·m ⁻¹ ·K ⁻¹)	1.92	1.69	1.48	1.34	1.27	1.08	0.98	0.83
Différences 2D/3D	0.25	0.32	0.37	0.34	0.38	0.37	0.36	0.32

Le tableau 3-11 permet de vérifier que la conductivité thermique calculée en 3D est effectivement plus élevée que celle calculée en 2D principalement parce que le flux de chaleur perpendiculaire au plan est négligé dans la modélisation 2D, même si cette hypothèse n'est pas valide pour les revêtements élaborés par projection thermique. D'autre

part, la modélisation 3D est en meilleur accord avec la situation réelle du transfert de chaleur. Pour cette raison, la modélisation 3D est plus raisonnable et les résultats calculés sont plus proches des valeurs expérimentales.

Il est très intéressant de constater que les différences entre les résultats calculés avec les deux méthodes (2D ou 3D) semblent rester autour de $0,3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et varient ainsi très peu avec le taux de porosité. Pour vérifier ce point, des structures supplémentaires doivent être utilisées pour la modélisation. Par conséquent, des réseaux 3D artificiels avec un type unique de pores (pores interlamellaires ou pores globulaires) ont été générés pour deux niveaux de porosité (12,1% et 19,0%) et 4 niveaux de la dimension des pores (diamètres de 1, 10, 20 et 30 pixels pour les pores globulaires et longueurs de 20, 40 et 60 pixels pour les pores interlamellaires). Les résultats sont présentés dans le tableau 3-12. Il est intéressant de constater que les différences entre les résultats calculés persistent, mais ces différences se maintiennent rarement à $0,3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Ainsi, dans la plupart des cas, les différences sont moindres et atteignent par exemple $0,13 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour les images composées de pores globulaires. Par ailleurs, les différences pour les images composées de pores interlamellaires sont supérieures à celles obtenues pour les images composées de pores globulaires. Par exemple pour une même taille de 20 pixels, les différences sont de $0,31 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $0,16$ pour la porosité de 12 % et de $0,31 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $0,18$ pour la porosité de 19 %.

Pour étudier la relation entre les résultats 2D et 3D, tous les résultats calculés ont été représentés sur la figure 3.26. Une tendance correspondant à une fonction en loi puissance permet de définir assez précisément la relation entre résultats 2D et 3D (corrélation présentée sur la Figure 3.26). Ainsi cette corrélation s'exprime comme suit :

$$\kappa_{3D} = a\kappa_{2D}^b \quad (3-28)$$

dans laquelle a est égal à 1,3197 et b est égal à 0,6919.

Le type des pores et le taux de porosité ne semblent pas affecter cette fonction. Ce résultat tend à démontrer l'hypothèse de l'existence d'une relation entre les résultats 2D et 3D émise dans la section précédente. Avec cette fonction, la prédiction de la conductivité thermique 3D pour l'image 3D artificielle du revêtement S à partir du résultat 2D ($0,62 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) correspond parfaitement à la valeur réelle ($0,95 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$). Pour le revêtement A, le résultat 3D prédit avec la corrélation est de $1,39 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ en utilisant le résultat 2D de 1,08, alors que la valeur calculée est de $1,45 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Ainsi, un accord satisfaisant a donc été trouvé entre les résultats prédits à partir du modèle 2D et de la corrélation 2D/3D et les résultats

calculés directement en 3D. Malheureusement, la vérification pour des images réelles de revêtements n'est pas accessible jusqu'à présent en raison du manque d'images 3D réelles. Toutefois, si cette fonction pouvait être confirmée dans des travaux ultérieurs, l'analyse 2D basée sur des images de coupes pourrait demeurer une méthode alternative pour estimer la conductivité thermique 3D, relativement au calcul direct sur un volume 3D. De fait, les besoins en termes de ressources calcul seront considérablement réduits et l'efficacité sera évidemment augmentée.

Tableau 3-12 : Comparaison de la conductivité thermique effective entre modélisations 2D et 3D, calculée avec des structures 3D artificielles composées de différents types de pores et de différentes tailles de pores pour deux niveaux de porosité.

Types de pores	Taille de pores, pixels	Conductivité thermique, $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$			
		Porosité de 12%		Porosité de 19%	
		2D	3D	2D	3D
Pores interlamellaires	20	1.07	1.38	0.98	1.29
	40	0.72	1.02	0.65	0.94
	60	0.57	0.81	0.50	0.75
Pores globulaires	10	1.83	2.04	1.60	1.79
	20	1.87	2.03	1.60	1.78
	30	1.88	2.01	1.53	1.75

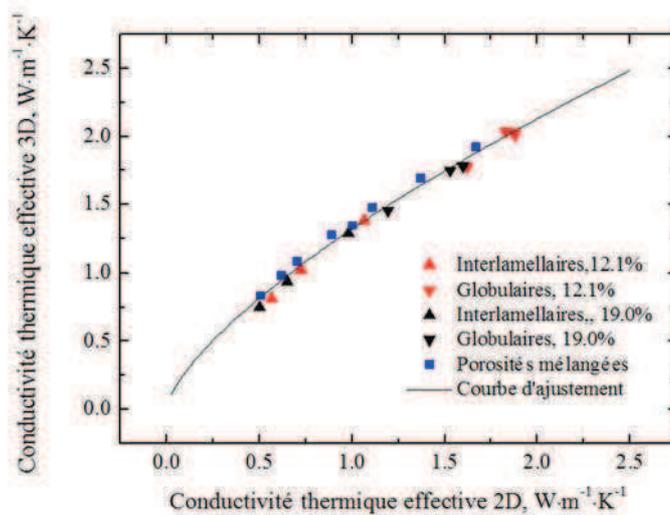


Figure 3.26 : Relation entre les conductivités thermiques 2D et 3D calculées pour les différents réseaux de porosité artificiels.

3.6.10 Effet Knudsen sur la conductivité thermique effective

3.6.10.1. Effet Knudsen sur la conductivité thermique des pores dans le revêtement

La variation de la conductivité thermique du gaz piégé dans les pores, en raison de l'effet de la dimension des pores, a été considérée en accord avec la loi de Knudsen, comme expliqué par l'Eq. (3-23). Selon cette équation, l'effet Knudsen sur la conductivité thermique de l'air dans les pores devient de plus en plus faible avec l'augmentation de taille des pores. Compte-tenu de son influence négligeable pour les pores de dimension importante, l'effet Knudsen a été pris en compte uniquement pour les pores présentant une dimension inférieure ou égale à $1,4 \mu\text{m}$. Ainsi, une valeur de $0,025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ a été directement attribuée aux pores de dimension supérieure à $1,4 \mu\text{m}$. De par la limite de la résolution d'image, les pores les plus fins observables sur l'image possèdent une dimension de $0,14 \mu\text{m}$ (soit 1 pixel) et leur conductivité thermique diminue à $0,16 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

La figure 3.27 présente une image de coupe transversale du revêtement S et le champ de conductivité thermique des pores correspondant en considérant l'effet Knudsen. Une conductivité thermique élevée apparaît en bleu clair et une conductivité faible en bleu foncé, dans le domaine $0,016 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ - $0,025 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Le matériau solide apparaît en couleur blanche. On peut observer qu'un abaissement de la conductivité thermique est obtenu dans les pores fins. Ainsi, plus un pore est mince, plus la conductivité thermique sera faible. En outre, environ 81% des pores (par rapport à la porosité totale) présentent une conductivité thermique inférieure à $0,024 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Toutefois, seule une petite partie d'entre eux présentent une conductivité thermique proche d'une valeur inférieure : environ 30% possèdent une conductivité inférieure à $0,020 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (<2 pixels) et environ 6% possèdent une conductivité égale à $0,016 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (<1 pixel).

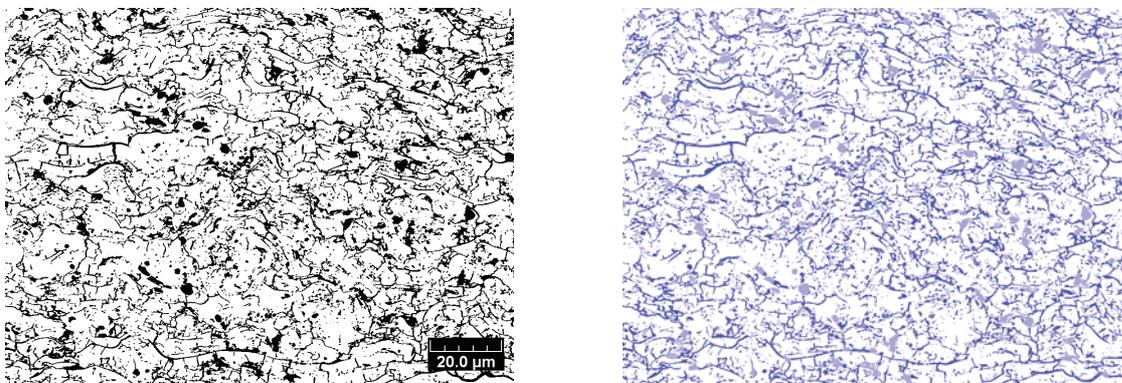


Figure 3.27 : Image de coupe transversale et le champ de conductivité thermique des pores déterminé en prenant en compte l'effet Knudsen

3.6.10.2. Amélioration pour les pores plus petits qu'un pixel

En raison de l'existence de pores de dimension inférieure à un pixel, une mesure directe de l'épaisseur ne semble pas applicable à ces derniers. Heureusement, leur conductance peut être estimée en combinant des modèles exprimant la structure interne d'un pixel à l'effet Knudsen.

La majeure partie des pixels, contenant initialement à la fois des pores et de la matrice solide, sont considérées comme des pores lors de l'application du seuillage. Une partie minoritaire est en revanche classée, comme matériau solide. Par conséquent, des erreurs de la résistance thermique R_p se produisent lors du seuillage car les pores peuvent être élargis ou rétrécis d'un pixel. L'épaisseur peut être surestimée au maximum de 1 pixel ainsi que R_p augmente de :

$$\frac{\Delta R_p}{R_p} = \frac{a}{1-a} + \frac{1}{(1-a)n} \quad (3-29)$$

avec $a = (\lambda'_g - \lambda_g) / \lambda_g$,

dans lesquelles n est l'épaisseur réelle de fissures, pixel ; a, dont la valeur peut être cherchée dans la figure 3.8, montre le changement de la conductivité thermique des fissures.

Plus la fissure est épaisse, plus la valeur de a est faible. L'influence d'une augmentation de l'épaisseur des pores est alors négligeable pour les pores de grande dimension car les deux termes de l'équation (3-29) valent alors environ 0. Concernant les fissures de taille moyenne (1 - 10 pixels), ces deux termes diminuent avec la réduction de l'épaisseur. En effet, la valeur de $\Delta R_p / R_p$ (=1.6) est plus grande si une fissure de 1 pixel est surestimée à 2 pixels. Par ailleurs, une épaisseur supérieure à (mais proche de) 1 pixel est sous-estimée à 1 pixel. Ces deux tendances se compensent dans une certaine mesure. Ainsi, le changement de résistance thermique n'a pas été considéré pour les fissures plus épaisses que 1 pixel. Cependant, cette valeur devrait peut-être beaucoup plus grande que 1.6 pour une fissure très fine. Par conséquent, l'augmentation de son épaisseur a été exceptionnellement prise en compte pour des pores fins de dimension inférieure à 1 pixel.

Deux modèles ont été proposés afin d'illustrer la structure interne d'un pixel, comme indiqué sur la figure 3.28. L'image de gauche montre un modèle avec une hypothèse selon laquelle une fissure traverse le pixel, de sorte que le pixel est anisotrope. Ce modèle est donc adapté à la situation de fines fissures à l'intérieur du pixel. Suivant la direction \vec{s} indiquant le

gradient de température, les pores et le matériau solide ont été considérés comme connectés en série et la conductivité thermique effective peut être exprimée comme suit :

$$\lambda_e = \frac{1}{(1-f_p)/\lambda_m + f_p/\lambda_g} \quad (3-30)$$

dans laquelle f_p présente la fraction de la surface occupée par les pores dans le pixel.

En général, le gradient maximal de température se révèle être perpendiculaire à l'orientation des fissures. Par conséquent, la conductivité thermique suivant la direction parallèle au gradient de température n'est pas essentielle parce qu'elle a peu d'effet sur le résultat de la conductivité thermique effective du revêtement. Au contraire, la valeur suivant la direction normale semble beaucoup plus importante pour influencer la résistance thermique.

La fraction d'épaisseur de pores est égale à la fraction volumique (f_p) en supposant un pore de forme parallélogramme dans un pixel. λ_g dans l'Eq. (3-30) est remplacée par l'Eq. (3-23) de sorte que l'équation suivante, quand $f_p > 0$, est dérivé :

$$\lambda_e = \frac{\delta_0}{\frac{\delta_0 - \delta}{\lambda_m} + \frac{p\delta + CT}{p\lambda_{atm}}} \quad (3-31)$$

dans laquelle δ_0 est la longueur d'un pixel et égale à 0,14 μm ; δ est l'épaisseur du pore; p est la pression du gaz dans les pores et $C = 2.5 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m} \cdot \text{K}^{-1}$ pour l'air. Selon cette équation, l'influence de l'épaisseur des pores sur la conductivité thermique effective d'un pixel est ainsi présentée sur la figure 3.29. Avec l'augmentation de l'épaisseur des pores (la fraction volumique), la conductivité thermique d'un pixel diminue de plus en plus lentement. En effet, la diminution de la conductivité thermique en raison de l'effet Knudsen compense la diminution de la fraction volumique de la porosité dans le pore. En conséquence, une diminution évidente n'a pas pu être observée lors de l'augmentation de l'épaisseur des pores. En fait, les pixels présentant une faible fraction de porosité seront convertis en blancs (matière solide), de sorte que la partie droite de la figure 3.29 est plus significative. Par conséquent, la valeur $0,016 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ est à peu près applicable pour toutes les fissures fines de dimension inférieure à un pixel.

L'image de droite dans la figure 3.28 montre un pixel isotrope en supposant une structure désordonnée combinant matériau et porosité. Suivant n'importe quelle direction, la conductivité thermique effective peut être calculée par le modèle EMT [19], exprimé

alternativement par :

$$f_p \frac{\lambda_g - \lambda_e}{\lambda_g + 2\lambda_e} + (1 - f_p) \frac{\lambda_m - \lambda_e}{\lambda_m + 2\lambda_e} = 0 \quad (3-32)$$

Selon ce modèle, λ_e est beaucoup plus sensible à la fraction volumique de porosité dans le pixel. Compte-tenu de la variation de λ_e causée par l'effet Knudsen, l'influence de la fraction volumique de porosité sur λ_e peut être décrite par la figure 3.30. En comparant à la figure 3.29, la conductivité thermique du pixel diminue plus rapidement. Cependant, ce modèle semble plus approprié pour représenter des pores isolés, qui ont peu d'effet sur la conductivité thermique effective des revêtements. Par conséquent, le premier modèle est utilisé pour décrire tous les pores fins (de dimension inférieure à $0,14 \mu\text{m}$) et une conductivité thermique de $0,016 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ est utilisée actuellement.



Figure 3.28 : Schémas de 2 modèles expliquant la structure interne d'un pixel.

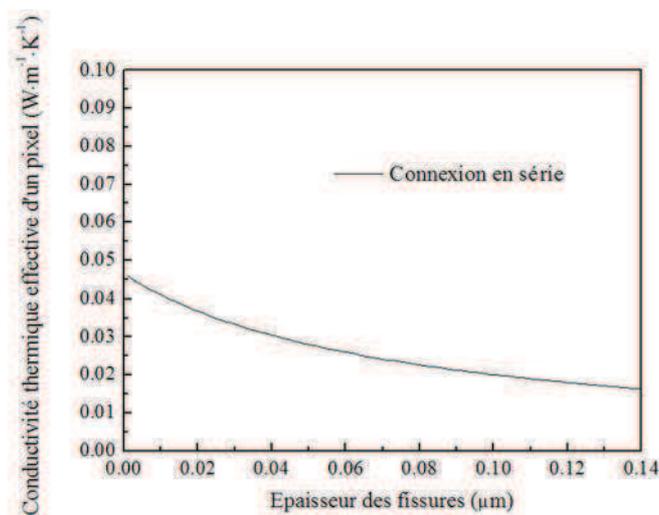


Figure 3.29 : Conductivité thermique effective d'un pixel suivant la direction du gradient thermique en fonction de l'épaisseur des pores, pour des fissures d'épaisseur inférieure à $0,14 \mu\text{m}$.

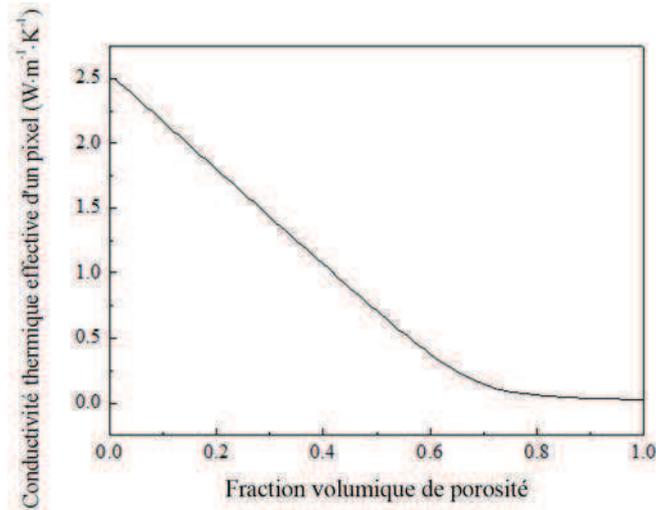


Figure 3.30 : Influence de la fraction volumique de porosité sur la conductivité thermique effective d'un pixel de structure désordonnée.

3.6.10.3. Effet Knudsen sur la conductivité thermique calculée du revêtement

L'effet Knudsen sur la conductivité thermique des revêtements a d'abord été montré par des comparaisons entre calculs 2D. 6 images en coupe transversale ont été utilisées pour obtenir une valeur représentative. Les résultats moyens et l'écart-type sont indiqués dans le Tableau 3-13. En conséquence, la conductivité thermique calculée était de $0,59 \pm 0,02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ avec la méthode précédente [18, 19]. En comparaison, elle diminue à $0,54 \pm 0,03 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ en tenant compte de l'effet Knudsen (montré dans le tableau 3-13). Ainsi, la différence est 8,5%, ce qui n'apparaît pas très évident. Il faut expliquer que le taux de porosité extrêmement fine (≤ 1 pixel) est seulement de 3,5% pour les revêtements présents. Même en appliquant une conductivité de $0,016 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à tous les pores, la conductivité thermique effective calculée ne diminue pas en deçà de $0,50 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Cette comparaison implique que les fissures fines jouent un rôle important sur la résistance thermique bien qu'elles soient peu nombreuses (en terme de taux de porosité). La conductivité thermique semble également aussi sensible à la structure du réseau poreux qu'au taux de porosité. Par ailleurs, l'effet Knudsen est plus évident pour des structures plus poreuses et formées de pores plus fins, tels que par exemple les matériaux nano poreux.

La structure artificielle du revêtement S générée à partir des informations microstructurales d'un revêtement réel a été employée pour le calcul. Compte-tenu des différences entre les calculs 2D et 3D [19], la modélisation a été mise en œuvre pour considérer l'effet Knudsen dans les deux cas. Des calculs 2D ont également été effectués pour chaque coupe

transversale de la structure 3D artificielle (comprenant l'ensemble des 300 coupes parallèles au plan X-Y ainsi que les 300 coupes parallèles au plan Y-Z). La conductivité thermique moyenne calculée est diminuée de $0,61 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $0,56 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (équivalent à 8,2%) en prenant en compte l'effet Knudsen (Tableau 3-13). Vis-à-vis des résultats obtenus sur des coupes de dépôts réels, une influence relativement équivalente de l'effet Knudsen a ainsi été obtenue. Toutefois, pour le calcul 3D, les différences semblent encore plus faibles et les conductivités calculées ne décroissent que de $0,95 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $0,92 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ (équivalent à 3,2%).

Le mécanisme de transfert de chaleur peut être interprété de manière simple : le flux de chaleur essaie de trouver un chemin optimum pour contourner les pores à travers la structure. Toutefois, une partie du flux de chaleur ne peut pas trouver de meilleur chemin qu'un passage à travers le réseau poreux. Pour la modélisation 3D, cette partie est inférieure car le flux de chaleur dispose potentiellement d'un chemin alternatif suivant la troisième dimension. Par conséquent, l'influence d'un changement de la valeur de la conductivité λ_g des pores de sorte à prendre en compte l'effet Knudsen, est moins sensible sur les résultats calculés en 3D.

Tableau 3-13: Influence de l'effet Knudsen sur les conductivités thermiques 2D et 3D calculées par TS2C. L'écart-type est indiqué entre parenthèses.

Types d'image	Conductivité thermique, $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	
	Sans l'effet Knudsen	Avec l'effet Knudsen
Images 2D	0.59 (0.02)	0.54 (0.03)
Coupes de l'image 3D	0.61 (0.01)	0.56 (0.01)
Image 3D	0.95	0.92

3.6.11 Validation de la modélisation par éléments finis

Dans des travaux précédents [18, 19], les différences entre modélisations par FEM et FDM ont été démontrées. L'effet Knudsen sur la conductivité thermique effective des revêtements a pu être pris en compte dans la méthode FDM. Des études complémentaires ont également été réalisées en utilisant la méthode des éléments finis. En particulier, ANSYS a été utilisé pour effectuer des calculs 2D et 3D sur les images mentionnées ci-dessus. En raison de l'élévation des besoins en RAM pour ANSYS, l'image 3D a dû être segmentée avec une

dimension de $150 \times 150 \times 150$ voxels pour chaque partie (8 volumes distincts dans la structure initiale de $300 \times 300 \times 300$ voxels). De plus, 20 coupes transversales de la structure 3D artificielle ont été utilisées pour obtenir un résultat représentatif en 2D. Les résultats ont ensuite été moyennés et sont présentés dans le tableau 3-14.

Comme pour les résultats calculés en FDM, la diminution de la conductivité thermique a été confirmée dans les calculs réalisés par éléments finis, tant pour les images réelles que pour l'image 3D artificielle du revêtement. La conductivité thermique calculée diminue de $0,71 \pm 0,06 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à $0,67 \pm 0,05 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour les images réelles, de $0,76 \pm 0,02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à $0,71 \pm 0,02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour les coupes transversales de l'image 3D artificielle, et de $1,17 \pm 0,02 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à $1,12 \pm 0,03 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ pour le calcul 3D. Les réductions ne semblent pas très différentes en comparaison de celles obtenues avec la méthode FDM. Les différences entre modélisations 2D et 3D sont plus élevées en valeurs absolues mais restent du même ordre en termes de valeurs relatives.

On peut noter que les différences obtenues par modélisation 3D (4,2 %) sont encore plus faibles que celles calculées par modélisation 2D (6,6 %) pour une même structure, malgré le fait que le domaine 3D ait été décomposé en sous-domaines sous ANSYS (en raison des exigences de mémoire vive).

Tableau 3-14: Influence de l'effet Knudsen sur les conductivités thermiques du revêtement S calculées 2D et 3D par ANSYS. L'écart-type est indiqué entre parenthèses.

Types d'image	Conductivité thermique, $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	
	Sans l'effet Knudsen	Avec l'effet Knudsen
Images 2D	0.71 (0.06)	0.67 (0.05)
Coupes de l'image 3D	0.76 (0.02)	0.71 (0.02)
Image 3D	1.17 (0.02)	1.12 (0.03)

3.7 Validation avec les résultats expérimentaux

La validation des résultats obtenus par modélisation doit être effectuée par comparaison avec des résultats expérimentaux pour le revêtement A. Le revêtement a été élaboré par projection plasma à pression atmosphérique (de type APS) sur des pions en inox de 20 mm de diamètre et de 2 mm d'épaisseur. L'épaisseur du revêtement a été mesurée à environ $830 \mu\text{m}$. La Figure 3.31 montre les micrographies de la poudre et d'une coupe transversale polie du

revêtement, observée par microscopie électronique à balayage (MEB) dans le mode électrons secondaires et rétrodiffusés, respectivement.

La diffusivité thermique d'un dépôt peut être mesurée par différentes méthodes dont la méthode dite « flash ». La technique « flash laser » [20, 21], est une méthode standardisée ASTM (E1461), et consiste à soumettre toute la face avant d'un échantillon de petite taille (pièce) à un pulse laser de courte durée : le temps d'irradiation est généralement inférieur à 1 ms. La courbe de montée en température de la face arrière est enregistrée et analysée (Figure 3.32). L'analyse inclut la comparaison de cette courbe expérimentale avec la solution mathématique calculée pour un spécimen semi-infini initialement à température homogène et soumis à un flash d'énergie. Une grande plage de valeurs de diffusivité peut être calculée à partir de la courbe.

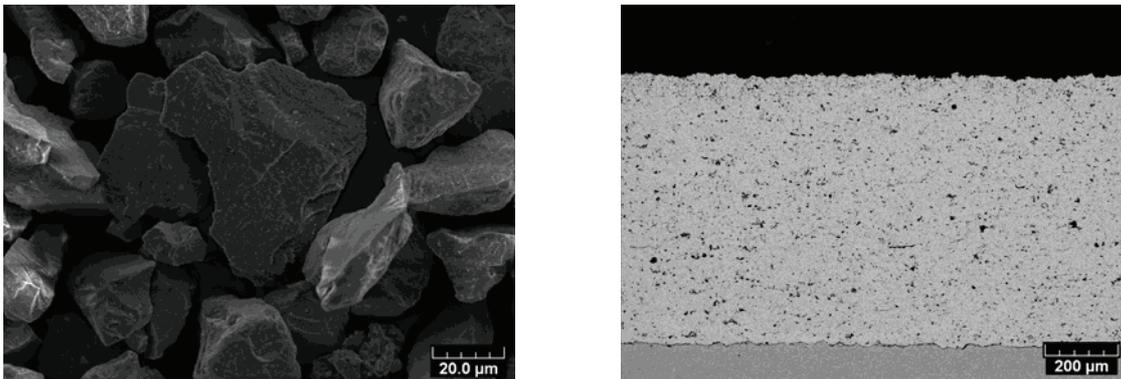


Figure 3.31 : Poudre anguleuse (à gauche) élaborée par fusion/broyage et coupe transversale du revêtement élaboré (à droite).

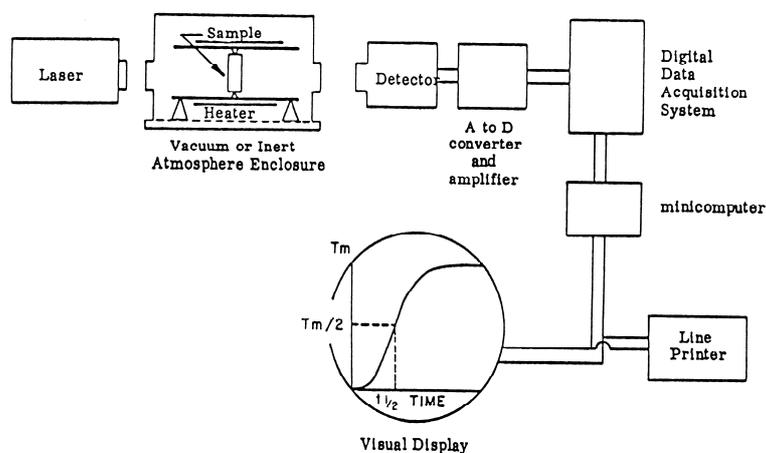


Figure 3.32 : Schéma de la technique « flash laser » [20].

La diffusivité thermique est alors calculée par l'équation :

$$\alpha = K_x L^2 / t_x \quad (3-33)$$

où α est la diffusivité thermique, K_x sont des constantes connues correspondant à différents pourcentages d'augmentation de la température de la face arrière, l est l'épaisseur de l'échantillon et t_x est le temps écoulé pour que la température de la face arrière augmente de $x\%$ relativement à son maximum. Afin de convertir les résultats de diffusivité thermique en valeurs de conductivité thermique, la densité apparente ρ et la capacité thermique spécifique sous pression constante c_p doivent être tout d'abord mesurées. La conductivité thermique κ est ensuite calculée par l'équation :

$$\kappa = \alpha \rho c_p \quad (3-34)$$

En raison de l'absorption relativement faible de l'énergie laser pour le matériau YPSZ, un film de Ti d'environ 1 μm a été déposé par PVD sur la surface extérieure du revêtement. Ce film permet une meilleure absorption de la lumière laser en surface. Ainsi, la diffusivité thermique α a été mesurée à $5,3 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$, et le c_p à $0,468 \text{ J/g}\cdot\text{K}$. D'autre part, la densité apparente ρ du dépôt a été mesurée à partir du ratio masse/volume. La masse du dépôt correspond à l'augmentation du poids de l'échantillon après projection. Son volume a été calculé en supposant une forme strictement cylindrique du dépôt. La valeur de la masse volumique ρ ainsi estimée est de $5,0 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$, ce qui correspond bien à la valeur de la densité d'YPSZ dense, pondérée en fonction du taux de porosité. La conductivité thermique mesurée par cette méthode est donc de $1,24 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

En ce qui concerne les résultats obtenus par modélisation avec TS2C en formulation centrée, la conductivité thermique obtenue par le calcul 2D est de $0,90 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ en utilisant des images de coupes transversales. Cette valeur est donc en-deçà de la valeur mesurée. Toutefois, il a été confirmé à partir de calculs réalisés sur des réseaux poreux artificiels, que la valeur de la conductivité calculée en 3D est plus élevée que celle calculée en 2D. Ainsi, la conductivité thermique 3D pourrait être estimée à partir des valeurs obtenues en 2D en utilisant la fonction de corrélation 2D/3D établie pour les réseaux poreux artificiels (voir Eq. (3-28)). La valeur prédite est alors de $1,23 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Bien que ce résultat soit peut-être un peu sous-estimé en raison de l'utilisation de la formulation centrée (une valeur supérieure est obtenue en formulation nodale), il a été montré que l'effet Knudsen peut abaisser la conductivité calculée et compenser la différence. En conséquence, le résultat prédit a été

considéré en bon accord avec la valeur mesurée.

3.8 Conclusions

Au terme de cette partie du travail, un modèle du transfert de chaleur a été développé en appliquant une méthode de type différences finies (FDM), en 2D et 3D, avec deux formulations de discrétisation centrée et nodale, pour estimer la conductivité thermique d'un dépôt poreux. La méthode de surrelaxation successive (SOR) a été employée pour résoudre les systèmes d'équations de dimension élevée. L'influence de la nature du matériau et des pores sur la conductivité thermique effective calculée des dépôts a été étudiée. L'influence des paramètres d'image, tel que la résolution, la taille, a ensuite été étudiée. Puis, une comparaison entre formulations centrée et nodale a été réalisée. En particulier, l'effet Knudsen a été quantifié pour les pores fins à l'aide de l'analyse d'image. Enfin, la différence entre modélisations 2D et 3D a été montrée sur la base de calculs réalisés sur une microstructure artificielle. Nous sommes parvenus aux résultats suivants :

1. Le coefficient de relaxation optimal ω_{opt} dépend seulement de la longueur suivant la direction du transfert de la chaleur (ny) et s'écrit :

$$\omega_{opt} = 2 - \frac{1}{1 + \left(\frac{ny}{4.5}\right)^{1.1}} \quad (3-20)$$

2. L'augmentation de la conductivité thermique du matériau ou des pores induit l'augmentation des conductivités effectives calculées, avec une tendance logarithmique pour la variation de $0,01 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $0,05 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ de la conductivité des pores, et avec un comportement linéaire lors de la variation de $1,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ de la conductivité du matériau.

3. En appliquant un seuil plus élevé sur l'image, le taux de porosité obtenu par analyse d'image augmente de sorte que la conductivité thermique calculée est plus faible. Elle diminue de 8% pour le seuil de 180, 18% pour 185, et 27% pour 190, en comparaison avec le seuil de 175.

4. Sur une image à haute résolution, les fissures apparaissent plus continues, et la conductivité thermique est donc plus faible.
5. L'utilisation d'une formulation nodale induit une conductivité thermique effective plus élevée qu'avec une formulation centrée. Toutefois, les différences diminuent avec l'augmentation de la densité du maillage. Une valeur fiable s'affranchissant de l'effet de la densité du maillage, peut être estimée dans l'intervalle des valeurs obtenues avec les deux formulations.
6. De par l'utilisation d'une formulation nodale, la conductivité thermique est plus élevée pour les calculs réalisés sous OOF et ANSYS utilisant une méthode de type éléments finis, en comparaison avec les conductivités calculées par différences finies avec une formulation centrée. Cependant, la conductivité effective demeure un peu plus faible que celle calculée par différences finies avec une formulation nodale, ce qui implique les fonctions d'interpolation appliquées en éléments finis.
7. L'augmentation de la taille du domaine améliore la fiabilité des calculs.
8. La prise en compte de l'effet Knudsen mène à une petite diminution de la conductivité thermique des dépôts, mais cette diminution demeure inférieure à 8%.
9. Les valeurs calculées par modélisation 3D sont toujours beaucoup plus élevées que celles obtenues par modélisation 2D, et il semble exister une fonction de corrélation reliant les résultats obtenus en 3D à ceux obtenus en 2D :

$$\kappa_{3D} = 1.3197 \kappa_{2D}^{0.6919} \quad (3-28)$$

10. Au final, les valeurs prédites de la conductivité thermique des dépôts ont été vérifiées par des mesures expérimentales réalisées par A. Degiovanni à Nancy, pour le dépôt A utilisé dans ce travail (des mesures réalisées à l'ONERA étaient déjà disponibles pour le dépôt S). Les conductivités effectives obtenues par le modèle 2D sont sensiblement plus faibles que les valeurs mesurées : $0,59 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $0,99$ et $0,90 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ contre $1,24$ pour les dépôts S et A respectivement. Cependant, en appliquant l'équation indiquée ci-dessus (corrélation 2D/3D), les valeurs 3D correspondantes sont alors de $0,92 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ et $1,23 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, ce qui représente un très bon accord avec les valeurs expérimentales.

3.9 Références

1. Dorvaux, J.M., O. Lavigne, R. Mévrel, M. Poulain, Y. Renollet, and C. Rio. Modelling the Thermal Conductivity of Thermal Barrier Coatings. in Proc. 85th AGARD SMP Meeting on Thermal Barrier Coatings. 1997. Aalborg, Denmark.
2. Bolot, R., G. Antou, G. Montavon, and C. Coddet, A two-dimensional heat transfer model for thermal barrier coating average thermal conductivity computation. Numerical Heat Transfer Part a-Applications, 2005. 47(9): p. 875-898.
3. Bolot, R., J.L. Seichepine, J.H. Qiao, and C. Coddet, Predicting the Thermal Conductivity of AlSi/Polyester Abradable Coatings: Effects of the Numerical Method. Journal of Thermal Spray Technology, 2011. 20(1-2): p. 39-47.
4. Yang, S.M. and M.K. Gobbert, The optimal relaxation parameter for the SOR method applied to the Poisson equation in any space dimensions. Applied Mathematics Letters, 2009. 22(3): p. 325-331.
5. Smith, G.D., Numerical Solution of Partial Differential Equations: Finite Difference Methods 1978, Oxford: Oxford University Press.
6. Roache, P.J., Computational Fluid Dynamic, rev. ed. 1982, Albuquerque, NM: Hermosa.
7. D.A. Anderson, J.C.T., and R.H. Pletcher, Computational Fluid Mechanics and Heat Transfer 1984, New York: Hemisphere.
8. Klemens, P.G. and M. Gell, Thermal conductivity of thermal barrier coatings. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 1998. 245(2): p. 143-149.
9. Witz, G., V. Shklover, W. Steurer, S. Bachegowda, and H.P. Bossmann, Phase evolution in yttria-stabilized zirconia thermal barrier coatings studied by rietveld refinement of X-ray powder diffraction patterns. Journal of the American Ceramic Society, 2007. 90(9): p. 2935-2940.
10. Chraska, T. and A.H. King, Transmission electron microscopy study of rapid solidification of plasma sprayed zirconia - part I. First splat solidification. Thin Solid Films, 2001. 397(1-2): p. 30-39.
11. Hirschfelder, J.O., C.F. Curtiss, and R.B. Bird, Molecular Theory of Gases and Liquids.

4th ed 1967, New York: Wiley.

12. Litovsky, E., M. Shapiro, and A. Shavit, Gas pressure and temperature dependences of thermal conductivity of porous ceramic materials .2. Refractories and ceramics with porosity exceeding 30%. *Journal of the American Ceramic Society*, 1996. 79(5): p. 1366-1376.
13. Mountjoy, C.Q. and W. Bondareff, Comparison of Counts of Neurons in the Locus-Coeruleus Made from Serial Sections and from a Single Section at the Center of the Nucleus. *Canadian Journal of Neurological Sciences*, 1986. 13(4): p. 480-482.
14. Bolot, R., J.H. Qiao, G. Bertrand, P. Bertrand, and C. Coddet, Effect of thermal treatment on the effective thermal conductivity of YPSZ coatings. *Surface & Coatings Technology*, 2010. 205(4): p. 1034-1038.
15. Kulkarni, A., S. Sampath, A. Goland, H. Herman, and B. Dowd, Computed microtomography studies to characterize microstructure-property correlations in thermal sprayed alumina deposits. *Scripta Materialia*, 2000. 43(5): p. 471-476.
16. Kulkarni, A., Z. Wang, T. Nakamura, S. Sampath, A. Goland, H. Herman, J. Allen, J. Ilavsky, G. Long, J. Frahm, and R.W. Steinbrech, Comprehensive microstructural characterization and predictive property modeling of plasma-sprayed zirconia coatings. *Acta Materialia*, 2003. 51(9): p. 2457-2475.
17. Wang, Z., A. Kulkarni, S. Deshpande, T. Nakamura, and H. Herman, Effects of pores and interfaces on effective properties of plasma sprayed zirconia coatings. *Acta Materialia*, 2003. 51(18): p. 5319-5334.
18. G. Bertrand, P. Bertrand, P. Roy, C. Rio and R. Mevrel, Low Conductivity Plasma Sprayed Thermal Barrier Coating Using Hollow PSZ Spheres: Correlation between Thermophysical Properties and Microstructure, *Surf Coat Tech*, 202 (2008) 1994-2001.

Chapitre 4 Modélisation du module d'élasticité

4.1 Rappels sur la théorie de l'élasticité

4.1.1 Tenseur des contraintes

L'état de contrainte en un point M (Figure 4.1) est caractérisé par le tenseur des contraintes. Il s'agit d'un tenseur symétrique du second ordre représenté par une matrice. On définit trois vecteurs contraintes à un point M, ce qui conduit à 3×3 composantes qui forment la matrice des contraintes au point M, les axes orthogonaux aux plans de coupe étant ici x ; y et z :

$$\underline{\underline{\sigma}}(M) = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad (4-1)$$

Les σ_{ij} sont les composantes du tenseur des contraintes. Plus généralement, la connaissance en un point M des vecteurs contraintes sur trois facettes deux à deux perpendiculaires permet de calculer le vecteur contrainte dans n'importe quel plan passant par le point M et caractérise donc l'état de contrainte au point M.

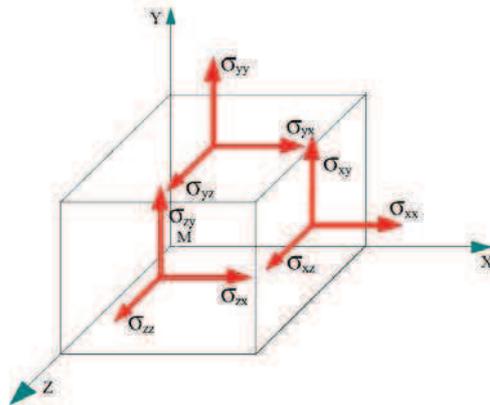


Figure 4.1 : Contraintes autour du point M.

Par suite du théorème de réciprocité des contraintes tangentielles,

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ji} \quad (4-2)$$

L'équation (4-1) peut s'exprimer par :

$$\overline{\overline{\sigma}}(M) = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ Sym & & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \quad (4-3)$$

Dans cette notation, le premier indice indique la direction de la normale à la facette sur laquelle s'exercent les contraintes, et le deuxième, la direction de la contrainte.

4.1.2 Contrainte normale et tangentielle

Soit un point M d'un solide, et une direction repérée par un vecteur \vec{n} (normale extérieure à la matière). Soit une facette infiniment petite d'aire dS de normale \vec{n} . Le vecteur des contraintes au point M sur la direction \vec{n} s'écrit :

$$\vec{T}(M, \vec{n}) = \overline{\overline{\sigma}} \vec{n} \quad (4-4)$$

Soit :

$$\begin{bmatrix} T_x \\ T_y \\ T_z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} & \sigma_{yz} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} n_x \\ n_y \\ n_z \end{bmatrix} \quad (4-5)$$

où $\vec{n} = [n_x \ n_y \ n_z]^t$ sont les composants de la normale \vec{n} .

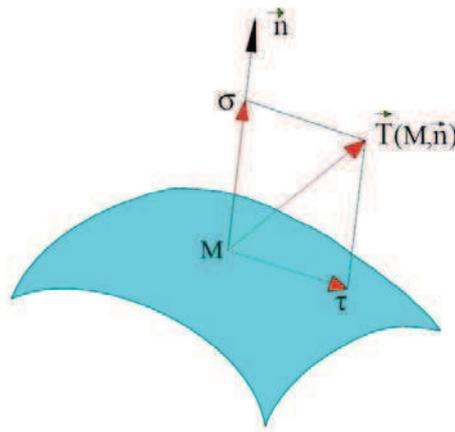


Figure 4.2 : Contrainte normale σ et tangentielle τ au point M.

Figure 4.2 présente le vecteur des contraintes en point M et pour la direction \vec{n} . Soit sur la normale, on obtient alors la contrainte normale σ , s'exprime par :

$$\sigma = \vec{T}(M, \vec{n}) \cdot \vec{n} = \vec{n} \overline{\overline{\sigma}} \vec{n} \quad (4-6)$$

Soit sur le plan tangent, on obtient la contrainte tangentielle τ telle que :

$$\tau^2 = \left| \vec{T}(M, \vec{n}) \right|^2 - \sigma^2 \quad (4-7)$$

où $\left| \vec{T}(M, \vec{n}) \right|$ est la norme du vecteur des contraintes.

4.1.3 Contraintes principales et repères principaux

Il existe trois orientations particulières, orthogonales entre elles, pour lesquelles le cisaillement τ est nul. Le solide est alors soumis suivant ces directions, soit à une sollicitation en traction ($\sigma > 0$), soit à une sollicitation en compression ($\sigma < 0$). Ces trois repères sont les repères principaux des contraintes. Les contraintes y sont notées traditionnellement σ_1 , σ_2 , et σ_3 , et sont appelées contraintes principales. Par convention, ces contraintes sont rangées dans l'ordre décroissant de leur valeur algébrique, ce qui n'implique pas obligatoirement l'ordre décroissant de leur valeur absolue :

$$\sigma_1 \geq \sigma_2 \geq \sigma_3$$

En mathématiques, les contraintes principales et les repères principaux sont obtenus par diagonalisation du tenseur des contraintes. Les contraintes principales s'expriment alternativement :

$$\overline{\sigma(M)} \vec{X}_i = \sigma_i \vec{X}_i \quad (4-8)$$

Si les trois valeurs propres σ_i sont distinctes, les vecteurs propres correspondants \vec{X}_i sont orthogonaux. Les trois directions correspondantes des vecteurs propres sont les repères principaux et les valeurs propres σ_i sont les contraintes principales. De même, les déformations correspondantes aux repères principaux sont appelées les déformations principales.

On peut montrer que dans le plan (σ, τ) (appelé plan de Mohr) de la contrainte tangentielle, fonction de la contrainte normale, l'extrémité des vecteurs contraintes $\vec{T}(M, \vec{n})$ admissibles, \vec{n} tournant autour du point M est la surface ombrée de la figure 4.3.

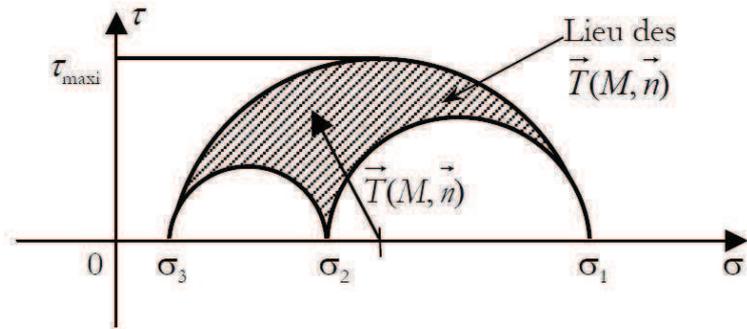


Figure 4.3 : Tricercele de Mohr au point M.

4.1.4 Relations Contraintes-Déformations

Dans le cas de matériaux homogènes et dans le domaine élastique linéaire, la relation qui relie le tenseur des contraintes au tenseur des déformations, se note sous la forme d'une matrice carrée 9×9 que l'on ramène à 6×6 du fait de la symétrie des tenseurs des contraintes et déformations : c'est la matrice de Hooke, dite aussi loi constitutive :

$$\sigma = H\varepsilon \quad \text{ou} \quad \varepsilon = H^{-1}\sigma \quad (4-9)$$

dans laquelle H^{-1} est la matrice inverse. Pour un matériau anisotrope, la loi en trois dimensions s'écrit :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{xz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_x} & -\frac{\nu_{yx}}{E_y} & -\frac{\nu_{zx}}{E_z} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{xy}}{E_x} & \frac{1}{E_y} & -\frac{\nu_{zy}}{E_z} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{xz}}{E_x} & -\frac{\nu_{yz}}{E_y} & \frac{1}{E_z} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{xy}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{yz}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{xz}} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \tau_{xy} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{xz} \end{bmatrix} \quad (4-10)$$

avec $\frac{\nu_{yx}}{E_y} = \frac{\nu_{xy}}{E_x}$, $\frac{\nu_{zx}}{E_z} = \frac{\nu_{xz}}{E_x}$, $\frac{\nu_{zy}}{E_z} = \frac{\nu_{yz}}{E_y}$,

dans lesquels E_i sont les modules d'élasticité ; ν_{ij} sont les coefficients de Poisson ; G_{ij} sont les modules d'élasticité en cisaillement ou les modules de glissement, qui relient les contraintes tangentielles τ_{ij} aux déformations angulaires γ_{ij} . Les constantes élastiques

indépendantes sont au nombre de neuf : E_x , E_y , E_z , G_{xy} , G_{xz} , G_{yz} , ν_{xy} , ν_{xz} et ν_{yz} .

Heureusement, les revêtements élaborés par projection thermique peuvent être supposés comme des matériaux isotropes dans le plan perpendiculaire à la direction de projection [1]. Dans ce cas, de tels matériaux sont dits isotropes transversalement [2]. En supposant que la direction de projection soit l'axe Y , les propriétés à l'échelle macroscopique dans le plan $X-Z$ ne présentent pas de différence. On a alors :

$$\begin{cases} E_x = E_z \\ \nu_{xy} = \nu_{zy} \\ G_{xy} = G_{zy} \\ G_{xz} = \frac{E_x}{2(1 + \nu_{xz})} \end{cases} \quad (4-11)$$

Le nombre de constantes élastiques indépendantes est ainsi réduit à cinq : E_x , E_y , G_{xy} , ν_{xy} et ν_{xz} .

On définit un coefficient de Poisson suivant la direction de projection $\nu_T = \nu_{xy} = \frac{E_x}{E_y} \nu_{yx}$ et

un autre dans le plan perpendiculaire ($\nu_H = \nu_{xz} = \nu_{zx}$).

Pour les matériaux isotropes, il n'y a plus que 2 constantes élastiques indépendantes communément indiquées par le module de Young (E) et le coefficient de Poisson (ν). Le module de glissement s'exprime par :

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)} \quad (4-12)$$

4.1.5 Etat plan de contrainte et de déformation

4.1.5.1. Déformation plane

Dans le cas de la modélisation 2D dans des coupes de dépôts, on peut considérer les hypothèses de déformation plane ou de contrainte plane. Le premier état est applicable si on considère un dépôt de section transversale constante. L'hypothèse de déformation plane consiste à considérer un comportement plan identique quelle que soit la profondeur (pas de déformation suivant la direction normale au plan). Généralement cette hypothèse s'applique dans le cas d'une épaisseur infinie suivant la direction normale (en pratique épaisseur large).

En conséquence, les déformations associées à l'axe transversal, z en l'occurrence, seront prises égales à zéro. On a donc :

$$\varepsilon_{zz} = \gamma_{xz} = \gamma_{yz} = 0 \quad \text{et} \quad \tau_{xz} = \tau_{yz} = 0 \quad (4-13)$$

La loi bidimensionnelle devient pour les déformations planes :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{xx} & C_{xy} & 0 \\ C_{yx} & C_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & G_{xy} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} \quad (4-14)$$

$$\text{avec } C_{xx} = \frac{E_x}{A_1 - \frac{A_3 A_2}{A_4}}, \quad C_{xy} = \frac{E_x}{-\frac{A_4 A_1}{A_2} + A_3}, \quad C_{yx} = \frac{E_y}{A_4 - \frac{A_2 A_3}{A_1}}, \quad C_{yy} = \frac{E_y}{-\frac{A_4 A_1}{A_3} + A_2};$$

dans lesquels $A_1 = 1 - \nu_{zx} \nu_{xz}$, $A_2 = -(\nu_{yx} + \nu_{zx} \nu_{yz})$, $A_3 = -(\nu_{xy} + \nu_{zy} \nu_{xz})$, $A_4 = 1 - \nu_{zy} \nu_{yz}$.

En supposant que le revêtement est projeté le long de l'axe Y , on a donc :

$$A_1 = 1 - \nu_H^2, \quad A_2 = -\frac{E_y}{E_x} (\nu_T + \nu_T \nu_H), \quad A_3 = -(\nu_T + \nu_T \nu_H), \quad A_4 = 1 - \frac{E_y}{E_x} \nu_H^2 \quad (4-15)$$

$$\text{avec } \nu_T = \nu_{xy} = \frac{E_x}{E_y} \nu_{yx},$$

dans lequel ν_H est le coefficient de Poisson dans le plan perpendiculaire au substrat pour le cas 3D.

4.1.5.2. Contrainte plane

Le problème de déformation plane pour un matériau anisotrope est assez compliqué à résoudre, car le coefficient de Poisson suivant l'axe Z doit être pris en considération. A l'inverse de l'état de déformation plane, l'hypothèse de contrainte plane suppose que toutes les contraintes associées à l'axe transversale, z en l'occurrence, sont nulles. On a donc :

$$\sigma_{zz} = \tau_{xz} = \tau_{yz} = 0 \quad \text{et} \quad \gamma_{xz} = \gamma_{yz} = 0 \quad (4-16)$$

Loi de Hooke (4-10) permet d'établir que :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \gamma_{xy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E_x} & -\frac{\nu_{yx}}{E_y} & 0 \\ -\frac{\nu_{xy}}{E_x} & \frac{1}{E_y} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{G_{xy}} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \tau_{xy} \end{bmatrix} \quad (4-17)$$

$$\text{avec } \frac{V_{xy}}{E_x} = \frac{V_{yx}}{E_y}.$$

Cette approche étant directement applicable aux éléments de faibles épaisseurs, les éléments membranes, plaques et coques suivront cette hypothèse de contrainte plane.

4.1.6 Critère de rupture

Dans la mesure où les céramiques de type Y-PSZ sont des matériaux fragiles, le critère de contrainte normale maximale peut être utilisé pour juger de la rupture du matériau. Ce critère, également connu sous le nom de critère de Coulomb, est basé sur la théorie de la contrainte normale maximale. Selon cette théorie, la rupture se produit lorsque la contrainte principale maximale atteint la limite de rupture du matériau pour une traction simple.

Ce critère est utilisé pour des matériaux fragiles. Il suppose que la limite de rupture du matériau est identique en traction et en compression. Cette hypothèse n'est pas applicable dans tous les cas. Par exemple, les fissures réduisent fortement la résistance du matériau en traction, alors que leur effet est beaucoup plus faible en compression, sachant que les fissures ont tendance à se refermer.

Les matériaux fragiles ne présentent pas de limite d'élasticité spécifique. Il n'est donc pas recommandé d'utiliser la limite d'élasticité pour définir la contrainte limite pour ce critère.

Selon cette théorie, la rupture se produit quand :

$$\sigma_1 \geq \sigma_{\text{limite}} \quad (4-18)$$

où σ_1 est la contrainte principale maximale.

Ainsi, on peut définir un coefficient de sécurité égal à $\sigma_{\text{limite}}/\sigma_1$.

4.2 Modélisation par éléments finis basée sur l'image

L'image numérique d'un matériau est particulièrement adaptée à l'analyse en utilisant des techniques de modélisation pour étudier les relations entre les propriétés effectives et la microstructure des matériaux poreux. La première raison est que l'image représente la microstructure réelle d'un dépôt de sorte que la fiabilité du résultat calculé peut être relativement élevée. Deuxièmement, de par la nature numérique des images de type bitmap, celles-ci sont composées de pixels (ou voxels pour des images en 3D). Les pixels (ou voxels suivant le cas) peuvent ainsi être utilisés directement pour former un maillage de type éléments finis (e.g. chaque pixel peut être un élément), et il reste alors à imposer des

conditions aux limites appropriées et à spécifier les propriétés des matériaux. Souvent, il est relativement facile de distinguer les éléments affectés à différents matériaux à l'aide d'un processus de seuillage des images. On produit alors une image correspondant à la distribution des phases (2, 3 ou plus) dans le matériau solide. Des simulations peuvent être utilisées pour étudier les propriétés effectives du matériau (thermique, mécanique, etc.), leurs modes de défaillance ou encore leur comportement sous des conditions de charge connues. Dans cette étude, deux logiciels de calcul par éléments finis, OOF2 et ANSYS, ont été utilisés pour estimer le module d'élasticité effectif de revêtements Y-PSZ.

4.2.1 Génération du modèle éléments finis

Le revêtement a été élaboré par projection thermique de type APS (Projection plasma sous air à pression atmosphérique), d'une poudre commerciale de zircone partiellement stabilisée à l'yttrine (7% en poids) produite par Sulzer-Metco. Des images MEB de coupes transversales polies ont été capturées dans le format 1024x768 pour générer le modèle 2D avec un grossissement de 500, correspondant à une résolution de $0,28 \mu\text{m}/\text{pixel}$, tel que montré sur la figure 4.4. Les images ont ensuite été converties en images binaires avec un seuil de 170. Des éléments carrés ont été générés directement à partir des pixels et les propriétés du matériau ont été affectées en fonction de la couleur correspondant à chaque pixel : Y-PSZ pour le blanc et pores pour le noir.

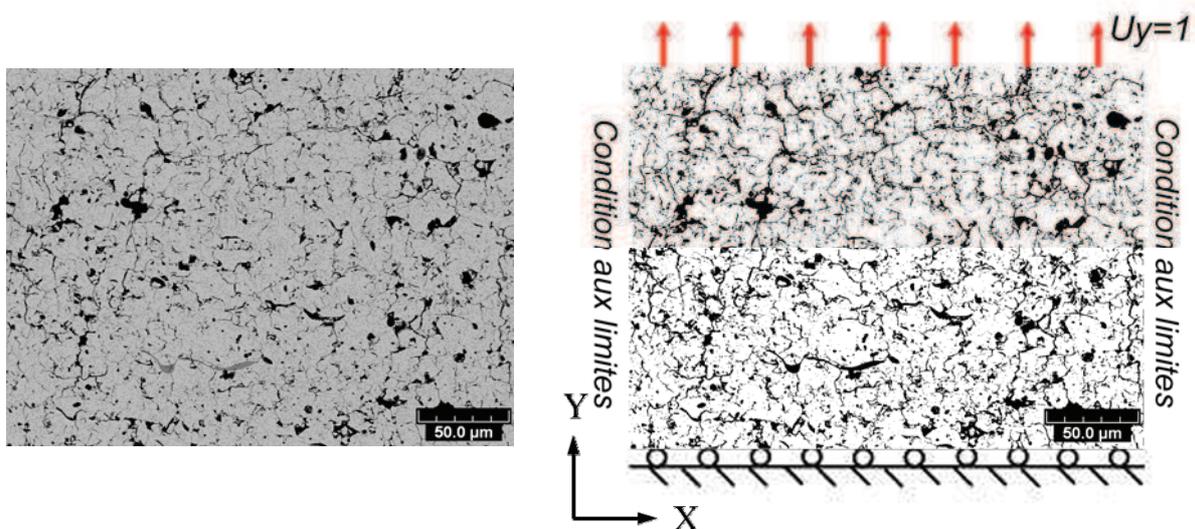


Figure 4.4 : Image en coupe transversale d'un revêtement Y-PSZ à la résolution de $0,28\mu\text{m}/\text{pixel}$ (à gauche) et image binaire avec conditions aux limites (à droite).

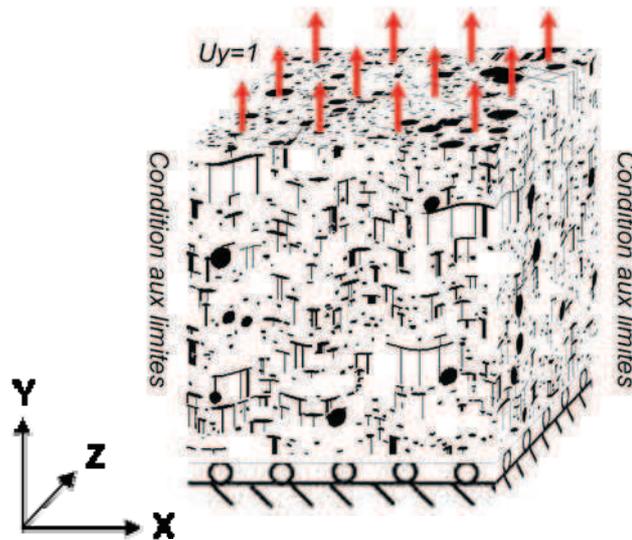


Figure 4.5 : Image 3D artificielle et conditions aux limites.

Afin de calculer le module d'élasticité vertical, une déformation verticale est appliquée sur le domaine. En pratique, un déplacement vertical constant a été imposé sur les nœuds situés sur la ligne supérieure de l'image ($U_y=1$ si $y=ny$), et un déplacement vertical nul a été imposé aux nœuds situés sur la ligne inférieure ($U_y=0$ si $y=0$). Pour les arêtes latérales, différentes conditions aux limites ont été appliquées. Des conditions supplémentaires de contraintes doivent être définies afin de déterminer la solution en cas de conditions aux limites libres. Dans le présent travail, le point d'origine a alors été fixé.

Une modélisation 3D a par ailleurs été mise en œuvre avec l'image 3D artificielle générée à l'aide des informations sur les pores de ce revêtement, à l'aide de la méthode décrite dans le chapitre 2. Les voxels ont permis la génération d'éléments de type hexaèdres : voxels blancs pour le matériau et noirs pour les pores. Concernant les conditions aux limites, un déplacement vertical est appliqué pour calculer le module d'élasticité vertical, comme représenté sur la figure 4.5. Différentes conditions aux limites ont également été définies au niveau des faces latérales. La contrainte peut être obtenue par le calcul et le module d'élasticité effectif peut être calculé à partir de la contrainte et de la déformation.

4.2.2 Propriétés élastiques des matériaux

A faible charge (ou faible déplacement imposé), une loi de comportement de type élastique peut être supposée pour la céramique. C'est donc dans ces conditions que les premières simulations ont été réalisées.

La modélisation du dépôt est identique à celle d'un matériau composite comportant 2 phases (le matériau Y-PSZ et les pores). Toutefois, les propriétés élastiques des deux phases doivent tout d'abord être déterminées. Z. Wang et al. [3] ont utilisé une valeur de 200 GPa comme module d'élasticité du Y-PSZ, alors que J. Johnson et al. [4] ont choisi $E=216\text{GPa}$ et $\nu=0,315$ pour le module d'élasticité et le coefficient de Poisson respectivement. Même avec un même rapport stœchiométrique d' Y_2O_3 , Y-PSZ peut cependant présenter des propriétés différentes car celles-ci sont influencées par de nombreux facteurs. Premièrement, le matériau Y-PSZ à 7% d'Yttrine en poids (soit 4% en fraction molaire) peut être composé de trois polymorphes parmi lesquels la phase cubique (*c*) présente un module d'élasticité de 220 GPa, la phase tétragonale (*t*) présente un module de 214 GPa et la phase monoclinique (*m*) présente un module de 230 GPa à température ambiante [5]. Lors de l'élaboration d'un revêtement, la vitesse de refroidissement peut affecter la nucléation et la croissance cristalline, et la transformation de phase *t*-à-*m* se produit par recuit à basse température [6]. Ainsi, les fractions volumiques des différentes phases peuvent être différentes. Deuxièmement, la température doit être considérée, car le revêtement peut servir dans des conditions différentes. La figure 4.6 montre l'influence de la température sur le module d'élasticité du matériau pour 3 pourcentages molaires d'Yttrine [7]. Dans tous les cas, l'augmentation de la température s'accompagne d'une diminution du module d'élasticité. Par ailleurs, R. Chaim et al. [5] ont montré que la taille des grains possède également une influence significative sur le module d'élasticité à l'échelle nanométrique. En particulier, la valeur du module diminue considérablement avec la diminution de la taille des grains pour Y-PSZ à 3% d' Y_2O_3 en poids à l'échelle nanométrique, comme montré sur la figure 4.7. Dans ce travail, les revêtements ont été élaborés avec Y-PSZ à 7% d'yttrine en poids. Dans ces conditions, la microstructure est généralement composée d'un mélange des phases tétragonale et monoclinique. On peut donc penser que le module d'élasticité du matériau doit être compris entre les valeurs correspondant à chacune des deux phases, soit entre 214 et 220 GPa. Par conséquent, les valeurs $E=216\text{GPa}$ et $\nu=0,315$ ont été utilisées pour le module d'élasticité et le coefficient de Poisson de l'Y-PSZ respectivement.

En ce qui concerne les pores, le module d'élasticité et le coefficient de Poisson devraient être nuls d'un point de vue physique. Toutefois, l'utilisation de valeurs nulles rend la convergence des calculs difficile. Par conséquent, une faible valeur du module d'élasticité (par exemple, $E=10^4\text{Pa}$) est affectée aux pores et le même coefficient de Poisson que pour Y-PSZ ($\nu=0,315$) est choisi. En pratique, ce faible module d'élasticité des pores n'a que peu

d'influence sur les résultats calculés, car cette valeur (et la résistance mécanique associée) est négligeable en comparant avec la valeur du module d'élasticité de Y-PSZ.

Numériquement, l'utilisation d'une faible valeur du module d'élasticité des pores permet de maintenir des déplacements cohérents des nœuds situés dans les zones poreuses. De plus, cette solution consistant à conserver un maillage (et un calcul) dans les pores, présente l'avantage d'éviter toute interpénétration de 2 zones solides situées par exemple de part et d'autre d'un pore interlamellaire. En éléments finis, les méthodes n'utilisant pas de maillage des pores ont du mal à s'affranchir de ce problème d'interpénétration et la seule méthode envisageable semble être l'usage d'éléments de contact sur le pourtour de l'ensemble des pores. Ici, le maintien d'un maillage dans les pores permet de pallier ce problème.

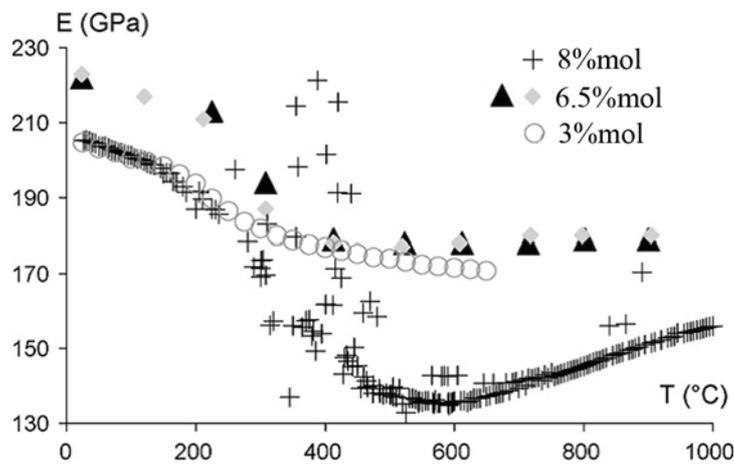


Figure 4.6 : Module d'élasticité en fonction de la température de la zircone en 8%, 6,5% et 3% molaires de Y_2O_3 [7].

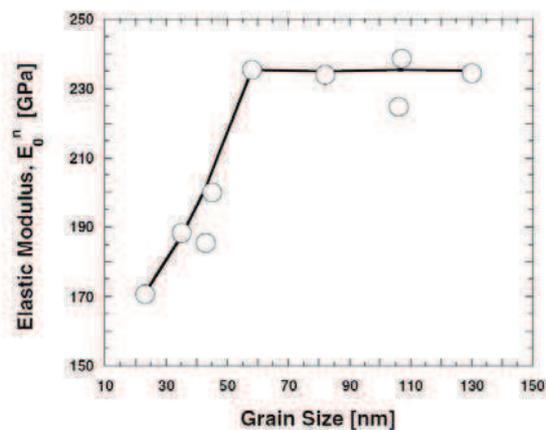


Figure 4.7 : Influence de la taille de grain sur le module d'élasticité d'Y-PSZ [5].

4.2.3 Condition aux limites

Trois types de conditions aux limites ont été testés pour les arêtes latérales du modèle 2D ou les faces latérales du modèle 3D. La première méthode est simple et consiste à utiliser une condition de bord libre ($\sigma_{\vec{n}} = 0$, $\tau = 0$), où \vec{n} indique la direction normale au côté latéral ou à la face latérale. Afin de déterminer la solution dans le cas d'une condition de bord libre, des contraintes supplémentaires doivent être définies. Dans le présent travail, le point d'origine a été fixé (déplacement fixé à 0 non seulement pour U_y mais aussi pour U_x). Cette condition n'a que peu d'influence sur les résultats calculés car une concentration de contrainte ne peut pas être trouvée au point d'origine. La condition de type bord libre est facile à définir et la charge de calcul est relativement faible.

En pratique, cette condition n'est toutefois pas représentative de la réalité des revêtements. En effet, il serait préférable de définir des conditions contraignantes au niveau des arêtes (ou faces) latérales. L'hypothèse d'une condition de symétrie s'applique beaucoup mieux au cas des revêtements. Par conséquent, l'utilisation d'une condition de symétrie au niveau des limites latérales a également été testée. En mécanique des solides, la règle générale veut alors que la composante du vecteur de déplacement perpendiculaire au plan soit égale à zéro ($U_{\vec{n}} = 0$) et que la composante du vecteur de rotation autour des directions tangentielles soit nulle ($ROT_{\vec{t}} = 0$).

Par ailleurs, certains chercheurs [8-10] ont suggéré l'utilisation d'une condition périodique au niveau des limites latérales car l'image calculée est sensée constituer un volume élémentaire représentatif (VER) du solide. En mécanique élastique, la règle générale veut que les différences entre les vecteurs de déplacement des deux côtés opposés (ou faces opposées) maintiennent un vecteur constant parallèle à l'axe X ou l'axe Z. Les expressions mathématiques de ces trois types de conditions aux limites sont présentées dans le Tab. 4-1. Il n'y a pas de doute sur le fait que la microstructure du revêtement n'apparaît pas strictement symétrique ou périodique. Les conditions contraignantes au bord sont mieux adaptées que la condition de liberté pour représenter la situation réelle. Toutefois, la charge de calcul augmente considérablement. Jusqu'à présent, la meilleure condition aux limites n'a pas encore été trouvée. Toutefois, on rappelle que l'objectif n'est pas de représenter le comportement du matériau dans des conditions de vie réelles mais uniquement d'estimer ses propriétés effectives. L'utilisation d'une condition de limite libre sur les arêtes ou faces latérales peut donc s'avérer appropriée dans ce sens.

Intuitivement, la condition de périodicité semble la moins réaliste au niveau de la représentation de la structure. En effet, celle-ci pourrait se comprendre uniquement en cas de continuité de la distribution des phases d'un côté de l'image relativement au côté opposé (ce qui n'est pas le cas).

Tableau 4-1 : Les expressions mathématiques de trois types de condition aux limites.

Condition aux limites	Expressions mathématiques		
	Modèle 2D	Modèle 3D	
		$x=0$ et $x=nx$	$z=0$ et $z=nz$
Libre	$\sigma_n = 0, \quad \tau = 0$	$\sigma_x = 0, \quad \tau = 0$	$\sigma_z = 0, \quad \tau = 0$
Symétrique	$U_x = 0, \quad ROT_z = 0$	$U_x = 0, \quad ROT_y = 0, \quad ROT_z = 0$	$U_z = 0, \quad ROT_z = 0, \quad ROT_y = 0$
Périodique	$\bar{U} _{x=nx, y=y_j} - \bar{U} _{x=0, y=y_j}$ $-\bar{U} _{x=nx, y=0} = 0$	$\bar{U} _{x=nx, y=y_j, z=z_k} - \bar{U} _{x=0, y=y_j, z=z_k}$ $-\bar{U} _{x=nx, y=0, z=0} = 0$	$\bar{U} _{x=x_i, y=y_j, z=nz} - \bar{U} _{x=x_i, y=y_j, z=0}$ $-\bar{U} _{x=0, y=0, z=nz} = 0$

4.2.4 Expression du module d'élasticité

4.2.4.1. Contrainte plane

La contrainte et la déformation peuvent être obtenues par calcul pour des conditions aux limites contraignantes. En considérant l'ensemble du domaine de calcul comme un seul élément, les propriétés élastiques effectives peuvent être calculées par la contrainte et la déformation aux limites. Tel que démontré précédemment, les relations entre contrainte et déformation sont différentes pour les conditions de contrainte plane et de déformation plane. En ce qui concerne la première condition, la relation est conforme à l'Eq. (4-17) qui peut s'exprimer par :

$$\begin{cases} \frac{\sigma_{xx}}{E_x} - \frac{\nu_{yx}\sigma_{yy}}{E_y} = \varepsilon_{xx} \\ -\frac{\nu_{xy}\sigma_{xx}}{E_x} + \frac{\sigma_{yy}}{E_y} = \varepsilon_{yy} \end{cases} \quad (4-19)$$

dans lesquels la contrainte est calculée par :

$$\sigma_{xx} = \frac{1}{ny \times L} \sum_{y=0}^{ny} F_x \quad \text{and} \quad \sigma_{yy} = \frac{1}{nx \times L} \sum_{x=0}^{nx} F_y \quad (4-20)$$

où L est la longueur d'un pixel ; F_x et F_y représentent les composantes normales

(horizontale) et verticale du vecteur de contrainte à chaque nœud sur la limite considérée.

i.a. Condition libre aux limites

L'utilisation de différentes conditions aux limites fait également ressortir des expressions différentes du module d'élasticité. Sous une condition de limites latérales libres, la force le long de l'axe X (où X désigne la normale dans le plan en 2D ou la normale à la face en 3D) dans un état de déplacement vertical peut être ignorée ($\sigma_{xx} = 0$), de telle sorte que le terme contenant le coefficient de Poisson est égal à zéro. À la suite, le module d'élasticité effectif vertical E_y peut être calculé par l'une des deux équations et s'exprime simplement par :

$$E_y = \frac{\sigma_{yy}}{\varepsilon_{yy}} \quad (4-21)$$

où σ_{yy} est la composante verticale du vecteur de contrainte à chaque nœud sur l'arête supérieure ($y=ny$) ou inférieure ($y=0$). De même, le module d'élasticité horizontal effectif doit être calculé dans la condition de déplacement horizontal et s'exprime par :

$$E_x = \frac{\sigma_{xx}}{\varepsilon_{xx}} \quad (4-22)$$

i.b. Condition symétrique aux limites

En ce qui concerne la condition aux limites de type symétrie, l'expression du module d'élasticité effectif est plus compliquée. Dans la mesure où la force suivant la direction orthogonale au déplacement n'est pas nulle, le coefficient de Poisson effectif doit être connu.

Bien que la relation $\frac{v_{yx}}{E_y} = \frac{v_{xy}}{E_x}$ nous permette d'éliminer des inconnues, les équations ne

peuvent toujours pas être résolues. Afin de résoudre ce problème, les calculs ont été effectués en deux fois en imposant des déformations suivant la direction verticale puis suivant la direction horizontale. Par conséquent, le module d'élasticité effectif et le coefficient de Poisson peuvent alors être exprimés par :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_x = \sigma_{xx} - \frac{\sigma'_{xx} \sigma'_{yy}}{\sigma'_{yy}} \\ E_y = \sigma'_{yy} - \frac{\sigma'_{xx} \sigma_{yy}}{\sigma_{xx}} \\ \nu_{yx} = \frac{\sigma'_{xx} E_y}{\sigma'_{yy} E_x} \end{array} \right. \quad (4-23)$$

où σ_{xx} et σ_{yy} sont les contraintes normales sur le domaine dans un état de force horizontale. Inversement, σ'_{xx} et σ'_{yy} sont les contraintes normales dans un état de force verticale.

i.c. Condition périodique aux limites

La condition aux limites de type périodique nous apporte une expression différente du module d'élasticité effectif. Dans la mesure où les faces latérales sont maintenues parallèles, le déplacement horizontal du nœud $(nx, 0)$ est considéré comme étant ε_{xx} en état de charge vertical. Le coefficient de Poisson est donc calculé par $\varepsilon_{yy}/\varepsilon_{xx}$. Par conséquent, le module d'élasticité effectif et le coefficient de Poisson sont dérivés par :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_x = \frac{\sigma_{xx}}{\varepsilon_{xx} + \frac{\sigma_{yy} \varepsilon_{yy}^2}{\sigma_{yy} \varepsilon_{xx} - \sigma_{xx} \varepsilon_{yy}}} \\ E_y = \frac{\sigma_{yy}}{\varepsilon_{yy}} - \frac{\sigma_{xx}}{\varepsilon_{xx}} \\ \nu_{yx} = \frac{\varepsilon_{yy}}{\varepsilon_{xx}} \end{array} \right. \quad (4-24)$$

Avec cette méthode, les modules d'élasticité effectifs aux directions horizontale et verticale peuvent être théoriquement calculés avec un seul calcul. Cependant, la contrainte suivant la direction perpendiculaire à la force est si petite que les modules d'élasticité peuvent également être calculés par les équations (4-21) et (4-22).

4.2.4.2. Déformation plane

Sous la condition de déformation plane, l'expression du module d'élasticité effectif est beaucoup plus compliquée en raison des coefficients de Poisson inconnus ν_T et ν_H ,

comme démontré dans les équations (4-14) et (4-15). Par conséquent, C_{xx} , C_{xy} , C_{yx} et C_{yy} doivent être tout d'abord obtenues par calcul. Par exemple, les calculs ont été mis en place en deux fois en appliquant des forces le long de l'axe X ou de l'axe Y. La condition aux limites de type symétrie a été choisie en raison du calcul plus simple des 4 coefficients. Ainsi, les solutions sont les suivantes :

$$C_{xx} = \frac{\sigma_{xx}}{\varepsilon_{xx}}, \quad C_{xy} = \frac{\sigma'_{xx}}{\varepsilon'_{yy}}, \quad C_{yx} = \frac{\sigma_{yy}}{\varepsilon_{xx}} \quad \text{and} \quad C_{yy} = \frac{\sigma'_{yy}}{\varepsilon'_{yy}} \quad (4-25)$$

où σ_{xx} et σ_{yy} sont les contraintes normales sur le domaine dans un état de force horizontale et inversement σ'_{xx} et σ'_{yy} sont les contraintes normales dans un état de force verticale.

Ces 4 solutions constituent également un système d'équations dans lequel les modules d'élasticité (E_x et E_y) et les coefficients de Poisson (ν_T et ν_H) représentent 4 variables indépendantes, comme suit :

$$C_{ij} = f_n(E_x, E_y, \nu_T, \nu_H) \quad (4-26)$$

La deuxième étape consiste donc à résoudre ces équations. En raison de la procédure complexe de résolution, ces équations ont été résolues par un programme en langage C.

4.2.4.3. Condition 3D

Le module d'élasticité effectif pour une déformation 3D peut être obtenu par l'équation (4-10). De même que pour le calcul 2D, l'expression du module élastique effectif est différente suivant les trois types de conditions aux limites. En raison de la valeur nulle du terme contenant le coefficient de Poisson ν pour la condition de limite libre, l'expression est aussi simple, comme suit :

$$E_i = \frac{\sigma_{ii}}{\varepsilon_{ii}} \quad (4-27)$$

pour les forces le long de l'axe i ($i=x, y$ or z).

En ce qui concerne la condition aux limites de type périodicité, les coefficients de Poisson ν_T et ν_H doivent être connus d'abord. Heureusement, les deux constantes indépendantes peuvent être obtenues en un seul calcul à partir des forces d'étirement le long de l'axe X. Par conséquent, le module d'élasticité effectif et le coefficient de Poisson s'expriment alors

comme suit :

$$\left\{ \begin{array}{l} E_x = E_z = \frac{\sigma_{xx}}{\varepsilon_{xx}} - \frac{\sigma_{yy}}{\varepsilon_{yy}} - \frac{\sigma_{zz}}{\varepsilon_{zz}} \\ E_y = \frac{\sigma_{yy}}{\varepsilon_{yy} + \frac{\varepsilon_{xx}(\sigma_{xx} + \sigma_{zz})}{\varepsilon_{yy} E_x}} \\ \nu_T = \nu_{xy} = \frac{\varepsilon_{xx}}{\varepsilon_{yy}} \\ \nu_H = \nu_{xz} = \frac{\varepsilon_{xx}}{\varepsilon_{zz}} \end{array} \right. \quad (4-28)$$

En fait, la contrainte perpendiculaire à la direction de déformation est négligeable pour un allongement faible. Par conséquent, l'expression du module d'élasticité n'est pas différente de l'Eq. (4-27).

En utilisant les coefficients de Poisson ν_{ij} obtenus à partir du calcul avec la condition aux limites de périodicité, le module d'élasticité effectif calculé avec la condition de symétrie peut être exprimé suivant :

$$E_i = \frac{\sigma_{ii} - \nu_{ij}\sigma_{jj} - \nu_{ik}\sigma_{kk}}{\varepsilon_{ii}} \quad (4-29)$$

pour les forces le long de l'axe i ($i = x, y$ ou z). j et k sont les 2 autres axes.

4.2.5 Maillage à résolution adaptable

4.2.5.1. Maillage 2D

OOOF2 nous permet de générer un maillage hétérogène à partir d'une image. La figure 4.8 montre un maillage de type éléments finis pour une partie (243×243 pixels) de la figure 4.4 (1024×768 pixels). Le maillage est conforme à la microstructure. Un maillage fin est utilisé dans les régions présentant des caractéristiques fines alors qu'un maillage plus grossier est utilisé ailleurs. Cette méthode de maillage réduit considérablement le nombre de nœuds afin d'économiser les ressources nécessaires pour le calcul. Le nombre de nœuds pour cette image diminue de 59049 à 35646 (soit environ 40%) relativement au cas du maillage basé sur les pixels. La mémoire vive est également économisée de 40%.

Cependant, le calcul pour le problème mécanique consomme beaucoup plus de mémoire vive que celui sur le problème de conduction thermique. Ainsi, une image entière ne peut pas

être utilisée en raison de la limite de capacité en mémoire vive. Pour pallier cela, une image au format 1024x786 a été découpée en quatre parties de 512x384 pixels. Le calcul a ensuite été réalisé avec chacune des 4 parties et une valeur moyenne a été obtenue. Cette méthode réduisant la taille du volume de calcul, elle peut influencer la fiabilité des résultats calculés. Heureusement, tout comme pour le calcul thermique, ANSYS consomme beaucoup moins de mémoire vive qu'OOF2 pour le calcul mécanique. Pour cette raison, ANSYS a également été utilisé dans ce chapitre.

Pour utiliser les fonctions de maillage d'ANSYS, l'image doit être convertie dans un modèle structural reconnu par ANSYS (de type "shell" ou "solide" plutôt que "plane"). Toutefois, il a été constaté que les modèles consomment alors plus de mémoire vive qu'en constituant directement les éléments à partir des pixels. De plus, le maillage généré à partir du modèle contient toujours plus de nœuds que celui construit directement à partir des pixels. Heureusement, un nouveau maillage a été conçu avec l'idée d'une résolution d'image variable. Ce maillage est appelé maillage à résolution adaptable. La figure 4.9 montre une partie de ce maillage. Jusqu'à présent, 2 niveaux de résolution peuvent être appliqués pour le maillage : la résolution est réduite de moitié au cœur de la matrice alors que la résolution d'origine est conservée au voisinage des interfaces matrice/pores. On peut voir clairement les détails du maillage sur la figure 4.9 à droite. Les deux types d'éléments doivent être reliés par une couche de transition composée d'éléments de type trapèzes et de triangles. En conséquence, le nombre de nœuds pour cette image est réduit à 31858 (contre 59049 pixels pour l'image maillée de manière uniforme et 35646 éléments pour le maillage généré sous OOF2). La méthode de « maillage à résolution adaptable » semble donc plus efficace pour la réduction du nombre de nœuds que celle utilisée sous OOF2.

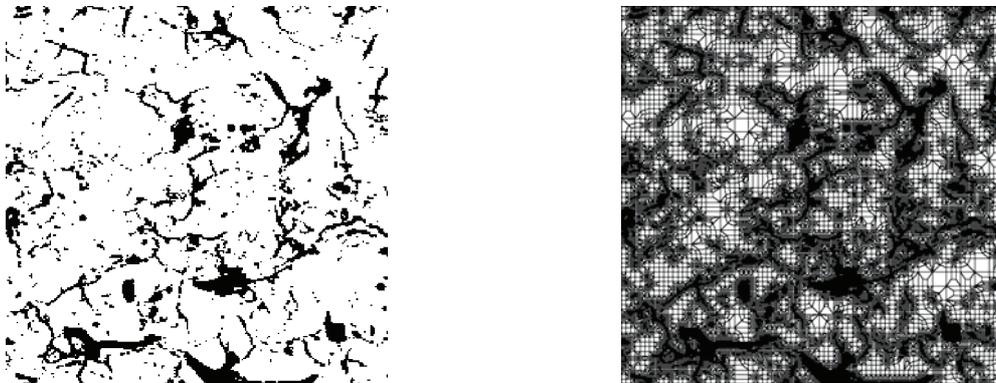


Figure 4.8. Une partie de la figure 4.4 et le maillage d'éléments finis généré par OOF2.

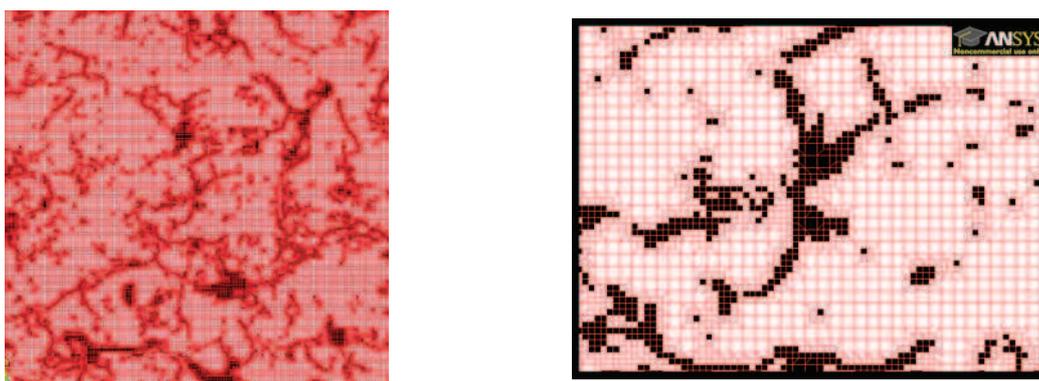


Figure 4.9. Le maillage à résolution adaptable d'éléments finis en ANSYS et une partie avec un fort grossissement.

4.2.5.2. Maillage 3D

En général, un modèle 3D contient un grand nombre de nœuds, par exemple 3.44 millions pour une image de $150 \times 150 \times 150$ pixels. L'utilisation d'un maillage adaptatif semble donc encore plus nécessaire afin d'économiser les ressources. Cependant, OOF2 n'est pas capable de générer et de calculer un modèle 3D. ANSYS représente donc la seule possibilité dont nous disposons. Un maillage à résolution adaptable a donc été généré sous ANSYS. La figure 4.10 montre ce maillage de type éléments finis 3D sous ANSYS ainsi qu'une partie à un grossissement plus élevé. De manière similaire au cas 2D, les éléments possédant deux résolutions différentes doivent être reliés par une couche de transition composée d'éléments tétraédriques, de pyramides et de prismes. Une diminution de plus de 40% du nombre de nœuds (de 3,375 millions à environ 2 millions) peut être obtenue grâce à cette méthode de maillage.

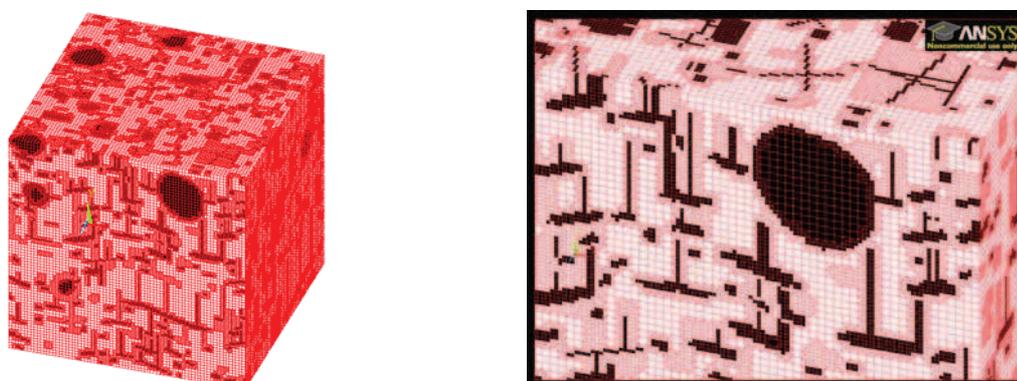


Figure 4.10. Maillage à résolution adaptable par éléments finis en ANSYS et une partie d'un grossissement élevé.

4.3 Résultats numériques par la méthode des éléments finis et analyse

4.3.1 Exemples de modélisation 2D et 3D

Un calcul a été réalisé pour l'image 2D de droite de la figure 4.4 avec un déplacement vertical et une condition de liberté sur les arêtes latérales. En raison de la fragilité du matériau, le critère généralement considéré pour les céramiques est celui de la contrainte principale maximale. Par conséquent, la figure 4.11 montre les champs de la contrainte principale maximale et de la déformation principale maximale. Les zones rouges correspondent aux valeurs élevées et les zones bleues aux valeurs les plus faibles. Dans la phase Y-PSZ, les zones de déformation maximale correspondent aussi aux zones de contrainte maximale. De par le faible module d'élasticité affecté aux pores, les déformations maximales se situent dans les fissures horizontales où la contrainte reste cependant très faible. Des concentrations de contraintes sont observées au niveau des "ponts" entre deux fissures horizontales, tel qu'indiqué dans la zone encerclée. Lorsque le taux d'allongement du domaine est de 1/786, la contrainte maximale atteint 95,5 GPa et la déformation maximale 0,87. Compte-tenu de la résistance à la traction de la phase Y-PSZ à 7% en masse (<800 MPa [11]), la condition de rupture est satisfaite dans les zones rouges (> 1 GPa) et peut être atteinte ou presque atteinte dans les zones jaunes (entre 100 MPa et 1 GPa) de l'image de gauche. Toutefois, les zones rouges sont si peu présentes qu'une rupture du revêtement est à exclure. Cependant, la rupture du matériau pourrait tout de même être proche au vu de l'étendue des régions jaunes.

D'autre part, cette conclusion peut être vérifiée en comparant la contrainte moyenne à la résistance à la traction des revêtements Y-PSZ. En particulier, la contrainte moyenne suivant la direction d'étirement est ici de 32,6 MPa. Cette valeur est proche mais ne dépasse pas la résistance à la traction des revêtements Y-PSZ élaborés par projection plasma (> 35 MPa [12, 13]). La correspondance des deux analyses démontre bien la fiabilité de la modélisation basée sur l'application de la méthode des éléments finis sur une image.

Quoi qu'il en soit, le déplacement unitaire imposé (pour une hauteur totale de 786 pixels) est arbitraire. Comme une loi de comportement élastique est appliquée, on pourrait considérer qu'il s'agit de 1/100 pour une hauteur de 786, ce qui diminuerait les contraintes engendrées d'un facteur 100. Ainsi, l'amplitude des contraintes ne doit pas être considérée et seule la distribution doit l'être

Un modèle 3D a été développé à partir d'une image 3D artificielle possédant une taille de

150×150×150 voxels. Le calcul a été effectué sous une condition de liberté au niveau des faces latérales verticales avec un déplacement vertical imposé au niveau des faces du dessous et du dessus ($U_y=1$ à $y=ny$). La figure 4.12 présente les champs de la contrainte principale maximale et de la déformation principale maximale. En raison d'un taux d'allongement plus grand (1/150), la contrainte dans le domaine apparaît comme étant beaucoup plus élevée que pour la modélisation 2D. La contrainte maximale ne se trouve pas sur les faces extérieures du domaine en raison de la condition de liberté appliquée. De même, la déformation maximale se situe dans les fissures horizontales où la contrainte est beaucoup plus faible. Le matériau transfert principalement les efforts alors que les pores contribuent plus à la déformation.

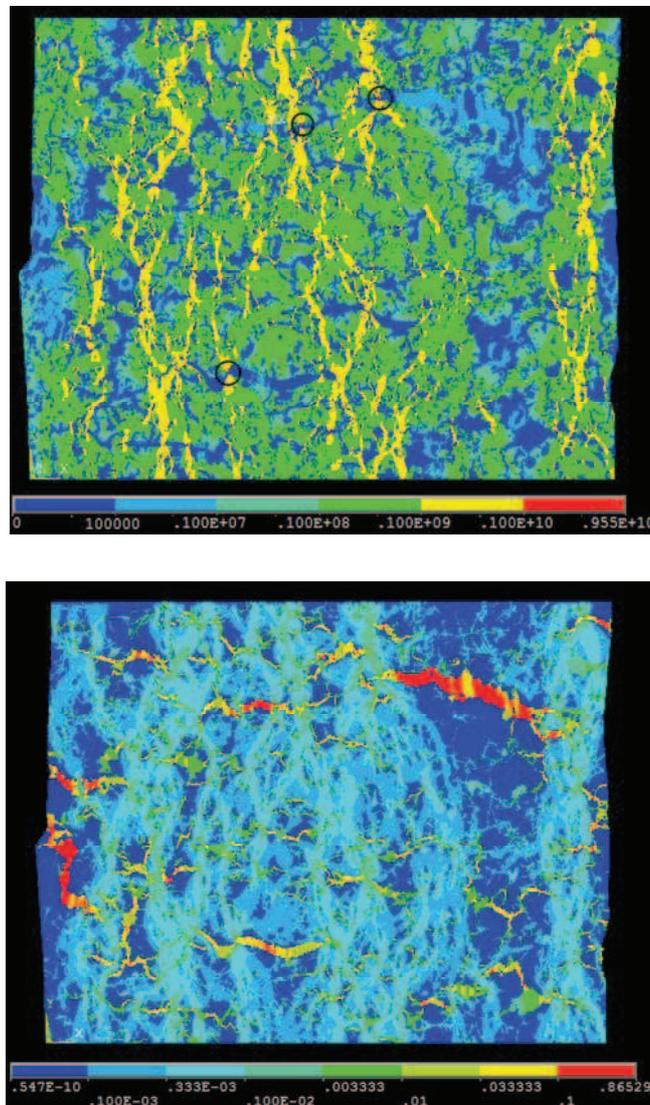


Figure 4.11 : Champs de contrainte principale maximale (en haut) et de déformation principale maximale (en bas) avec un déplacement vertical imposé sur l'image de droite de la figure 4.4.

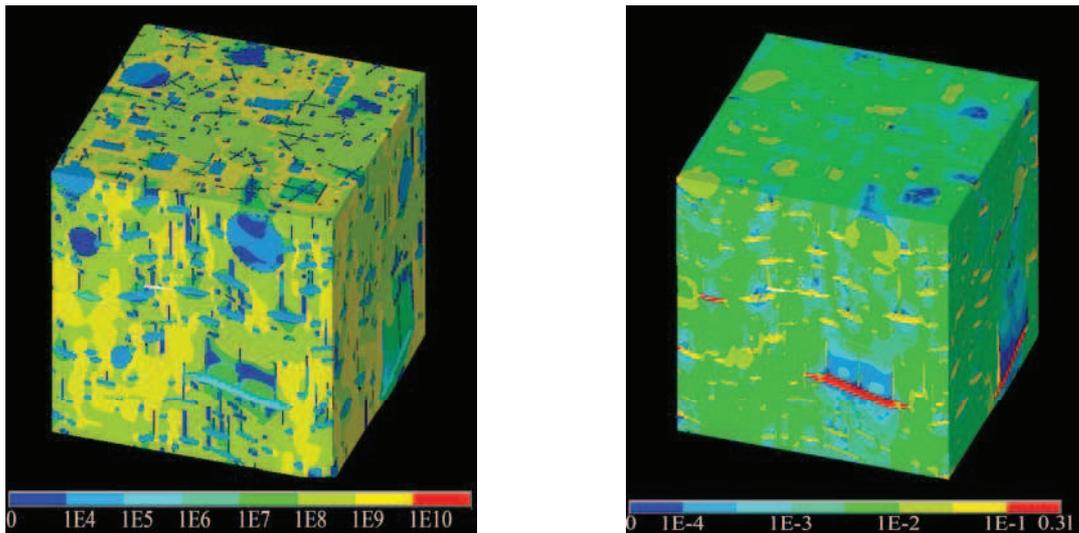


Figure 4.12. Champs de contrainte principale maximale (à gauche) et de déformation principale maximale (à droite) d'un modèle 3D avec un déplacement vertical imposé.

4.3.2 Influence du seuillage appliqué sur les images MEB

Afin de distinguer le matériau des pores, une image MEB en niveaux de gris a été convertie en une image binaire à l'aide d'un processus de seuillage. Le choix du seuil agit directement sur le taux de porosité obtenu pour l'image binaire et ensuite sur le module effectif calculé. Deux méthodes ont été proposées ailleurs [14]. L'une est basée sur l'histogramme de la distribution des niveaux de gris et l'autre est basée sur des considérations purement visuelles. Cependant, on peut obtenir différentes valeurs du seuil avec ces deux méthodes. Par conséquent, l'étude de l'influence du seuil semble nécessaire.

Le tableau 4-2 résume la correspondance entre porosité et modules d'élasticité calculés en fonction du seuil. Des valeurs de 155, 160, 165 et 168 ont été appliquées sur la figure 4.4 de gauche. Les taux de porosité correspondant augmentent de 14,9% à 16,0%, puis 17,4% et enfin 18,5%. L'augmentation la porosité aboutit à la diminution du module d'élasticité. Le module effectif a été calculé avec une condition de type limite libre au niveau des arêtes latérales. Par rapport au module calculé avec le taux de porosité de 14,9%, les modules d'élasticité horizontaux correspondant diminuent de 30%, 46% et 54% pour les taux de porosité de 16,0%, 17,4% et 18,5% respectivement. En parallèle, les modules d'élasticité verticaux correspondant diminuent de 21%, 40% et 48%, respectivement. Une comparaison minutieuse permet de remarquer une décroissance non linéaire du module d'élasticité avec le taux de porosité. En particulier, avec l'augmentation du seuil, le module calculé diminue en

respectant une tendance amortie.

Il est également intéressant de noter que quel que soit le seuil appliqué et la porosité qui en résulte, le module d'élasticité suivant la direction horizontale est ici systématiquement inférieur au module estimé suivant la direction verticale. Ceci tend à démontrer que les fissures intralamellaires apparaissant lors de la solidification des lamelles et permettant la relaxation des contraintes dans le matériau, contribuent plus à la diminution du module d'élasticité effectif du dépôt que les pores interlamellaires fins. Intuitivement, une tendance inverse était attendue.

Tableau 4-2 : Evolution de la porosité et du module d'élasticité effectif calculé en fonction du seuil appliqué - l'écart type est indiqué entre parenthèses.

Seuil (/255)	Porosité moyenne	Module d'élasticité effectif, GPa	
		Horizontal	Vertical
155	14.9%	41 (4)	48 (4)
160	16.0%	29 (4)	38 (4)
165	17.4%	22 (3)	29 (3)
168	18.5%	19 (3)	25 (2)

La figure 4.13 présente une comparaison d'une même partie de l'image binaire produite pour différents seuils. Le pore situé dans la zone rouge encerclée devient continu plutôt qu'intermittent avec l'augmentation du seuil, alors que le pore situé dans la zone bleue encerclée ne subit que peu d'évolution. Toutefois, des pores isolés apparaissent suite à l'augmentation du seuil, comme indiqué dans la zone au contour vert. On peut en déduire que l'augmentation de la porosité totale avec l'augmentation de la valeur du seuil est liée à deux contributions distinctes correspondant (1) à l'augmentation de la connectivité des fissures et (2) à l'apparition de pores isolés. Toutefois, les fissures ne changent plus, si le seuil atteint un niveau élevé, tel que présenté dans la zone bleue. Par conséquent, les pores isolés émergents contribuent principalement à l'augmentation de la porosité pour un niveau élevé du seuil. Du fait que les pores isolés ont moins d'effet sur les propriétés élastiques, l'augmentation du seuil a un effet de moins en moins important sur la diminution du module calculé. Afin de conserver plus de détails sur de fines fissures, l'utilisation de la plus grande valeur de seuil (168) est proposée pour ce revêtement.

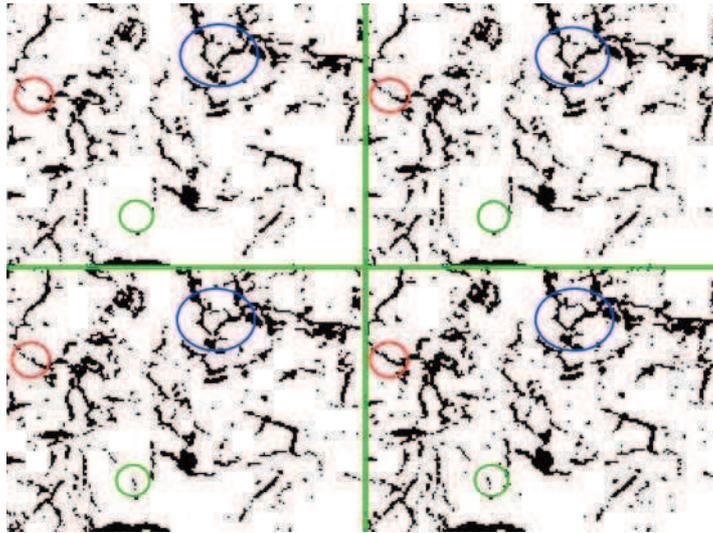


Figure 4.13 : Zoom sur une même partie d'images binaires obtenues pour différentes valeurs du seuil (haut / gauche 155, haut / droite 160, bas / gauche 165 et bas / droite 168).

4.3.3 Influence de la résolution d'images

Il est intéressant de remarquer que la résolution d'image peut agir sur le module d'élasticité effectif calculé. Des tests ont été effectués pour des images de résolutions différentes (soit 25%, 50%, ou 100%). Le tableau 4-3 liste les résultats numériques obtenus. Bien que les différentes photos présentent un niveau de porosité similaire, la résolution de l'image a un effet significatif sur le module élastique calculé. Plus la résolution d'image est élevée, plus faible est la valeur du module d'élasticité calculé. En ce qui concerne les modules horizontaux calculés, un facteur 3 est obtenu pour l'image à 50% de résolution ($0,56 \mu\text{m}/\text{pixel}$) et un facteur 5 est obtenu pour l'image à 25% de résolution ($1,12 \mu\text{m}/\text{pixel}$). Pour le module vertical, les facteurs correspondant sont de 2,4 et 3,7 pour les résolutions de 50% et 25% respectivement. La raison est probablement une perte d'information, en particulier sur les fissures fines qui ont tendance à disparaître à faible résolution d'image.

La figure 4.14 présente une comparaison de la structure poreuse représentée sur l'image à faible résolution ($1,12 \mu\text{m}/\text{pixel}$) et à la résolution initiale ($0,28 \mu\text{m}/\text{pixel}$). L'image à faible résolution présente une architecture formée de pores discontinus : de nombreux chemins peuvent être observés à travers les fissures initialement continues sur l'image à haute résolution. Ainsi, bien que le niveau de porosité soit assez similaire (18,5%) pour toutes les images, il est possible d'observer de nombreux pixels noirs isolés sur l'image à faible résolution. Sans doute est-il préférable de choisir une résolution plus élevée de l'image

(<0,28 $\mu\text{m}/\text{pixel}$). Toutefois, un compromis doit être fait entre la résolution des images et la taille du domaine, qui sont tous contrôlés par le grossissement du microscope. Des caractéristiques fines peuvent être visualisées à fort grossissement, ce qui aboutit inversement à un domaine de dimension restreinte. La taille du domaine doit être suffisamment grande pour être représentative des caractéristiques globales du revêtement (notion de volume représentatif). Par conséquent, des images de coupes transversales ont été capturées pour un grossissement de 500 dans le travail présent.

Tableau 4-3 : Evolution de la porosité et du module d'élasticité effectif calculé en fonction de la résolution d'image - l'écart type est indiqué entre parenthèses.

Résolution ($\mu\text{m}/\text{pixel}$)	Porosité moyenne	Module d'élasticité effectif, GPa	
		Horizontal	Vertical
1,12	18.5%	94 (8)	92 (6)
0,56	18.5%	57 (5)	61 (4)
0.28	18.5%	19 (3)	25 (2)

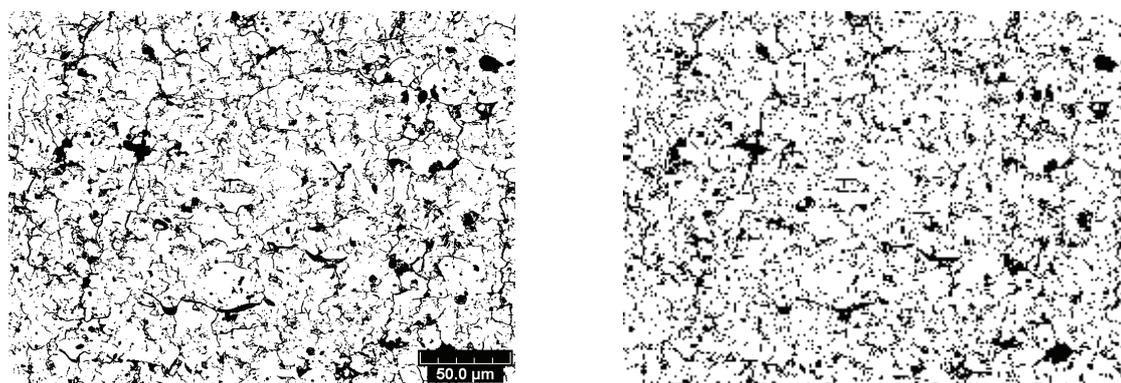


Figure 4.14 : Comparaison de la structure poreuse représentée dans l'image initiale (0,28 $\mu\text{m}/\text{pixel}$) et à faible résolution (1,12 $\mu\text{m}/\text{pixel}$).

4.3.4 Influence du module d'élasticité de Y-PSZ et des pores

Le module d'élasticité initial d'Y-PSZ peut être affecté par de nombreux facteurs, tels que la température et la taille des grains. Les chercheurs ont parfois utilisé différentes valeurs pour la modélisation relativement à 216 GPa. Par exemple, Wang et.al [3] ont utilisé 200 GPa. Par conséquent, l'influence du module utilisé pour Y-PSZ sur le module effectif doit nécessairement être étudiée. Ainsi, différentes valeurs du module comprises entre 180 et 216 GPa ont été choisies pour Y-PSZ. Les calculs ont été effectués avec une condition de type limite libre au niveau des arêtes latérales.

D'autre part, le module affecté aux pores devrait en principe tendre vers 0. Cependant, des problèmes de convergence apparaissent en deçà d'une certaine valeur du module affecté aux pores. Ainsi une valeur plus élevée doit être retenue. Dans le présent travail, des valeurs de 1 à 10^7 Pa (avec un incrément exponentiel) ont été testées afin de déterminer une valeur appropriée.

La figure 4.15 présente l'influence du module d'élasticité affecté aux pores sur le module effectif calculé pour le revêtement. On peut observer que l'augmentation du module affecté aux pores aboutit à l'augmentation du module effectif du revêtement, seulement si la valeur est supérieure à 10^6 Pa. En effet, en deçà de 10^6 Pa, le module affecté aux pores influence à peine le résultat calculé. En d'autres termes, toute valeur inférieure à 10^6 Pa est appropriée pour le module affecté aux pores.

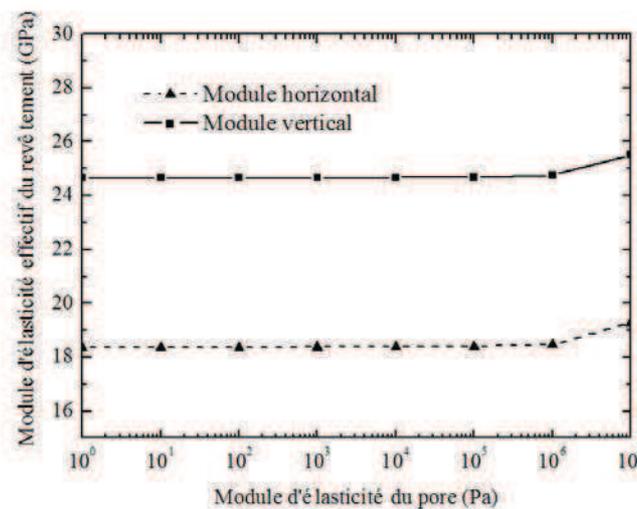


Figure 4.15 : Influence du module d'élasticité affecté aux pores sur le module effectif calculé pour le revêtement. Le module d'Y-PSZ est ici de 216 GPa.

La figure 4.16 présente l'évolution du module d'élasticité effectif calculé du revêtement avec l'augmentation du module affecté au matériau Y-PSZ entre 180 et 216 GPa. Une valeur de 10^4 Pa est choisie pour le module affecté aux pores. Il est intéressant de noter qu'une relation linéaire a été trouvée entre le module effectif du revêtement (E_{eff}) et la valeur du module affectée au matériau Y-PSZ (E_m). Toutefois, les deux droites présentent des pentes différentes mais passent par le point d'origine en prolongement. En raison du module négligeable affecté aux pores, le module effectif du revêtement est principalement affecté par la valeur du module de Y-PSZ (et pas par celle des pores). Ce résultat indique une relation

proportionnelle entre E_{eff} et E_m :

$$E_{eff} = \Phi(p) E_m \tag{4-29}$$

dans laquelle $\Phi(p)$ représente un coefficient décrivant l'effet de la porosité sur le module d'élasticité effectif du matériau. Cette relation correspond aux modèles analytiques [15-18] introduits dans le chapitre 1.

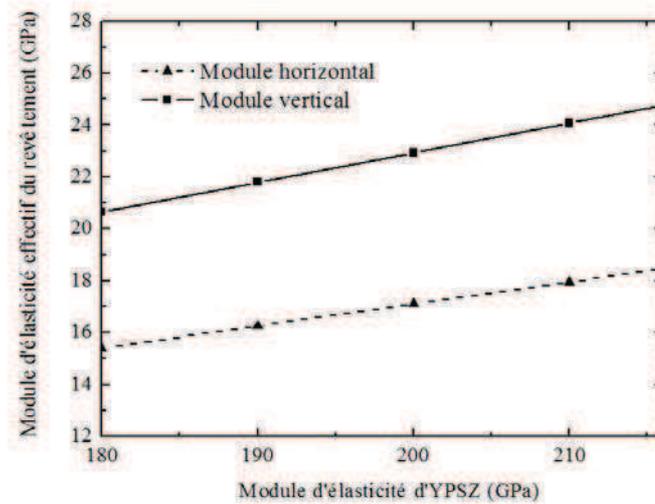


Figure 4.16. Influence du module d'élasticité du matériau Y-PSZ sur le module effectif calculé du revêtement. Le module affecté aux pores est ici de 10^4 Pa.

4.3.5 Comparaison entre les résultats obtenus avec les hypothèses de contrainte plane ou de déformation plane

Pour résoudre le problème 2D, on peut aussi supposer une condition de déformation plane. Cette hypothèse est assez différente de l'hypothèse de contrainte plane suivant laquelle la coupe transversale du dépôt est considérée comme une plaque libre infiniment mince. Suivant la condition de déformation plane, le matériau est censé présenter une structure répétitive dans les plans parallèles. Ainsi, le déplacement est toujours dans le plan (déplacement nul suivant la normale au plan).

Le tableau 4-4 compare les modules effectifs calculés pour la micrographie de la figure 4.4 sous les conditions de contrainte plane et de déformation plane. Les résultats indiquent des valeurs relativement différentes. En particulier, les modules calculés en déformation plane sont plus élevés que ceux obtenus en contrainte plane, de 32% suivant la direction

horizontale et de 20% suivant la direction verticale.

Tableau 4-4 : Comparaison des modules effectifs calculés pour la micrographie de la figure 4.4 sous les conditions de contrainte plane et de déformation plane.

Conditions	Module d'élasticité effectif, GPa	
	Horizontal	Vertical
Contrainte plane	19	25
Déformation plane	25	30

Le module effectif calculé avec l'hypothèse de déformation plane semble plus proche de la valeur expérimentale (35 GPa suivant la direction horizontale) mesurée par un essai de flexion. Ceci révèle que l'application de l'hypothèse de déformation plane est peut-être mieux adaptée à la situation réelle que la condition de contrainte plane. En fait, un revêtement peut être considéré comme une plaque libre infiniment mince, seulement suivant la direction de l'épaisseur, mais pas suivant la direction transversale. Ainsi, la contrainte suivant sur l'axe Z doit être considérée. C'est pourquoi la valeur obtenue avec l'hypothèse de contrainte plane est plus loin de la valeur mesurée. La condition de déformation plane ($U_z=0$) impose une contrainte suivant z. Bien que cette contrainte soit différente de la réalité, elle est certainement meilleure que la condition de liberté de déformation suivant z.

4.3.6 Comparaison entre différentes conditions aux limites

Différentes conditions aux limites impliquent différentes microstructures (par exemple la condition de symétrie implique une structure répétitive suivant la direction normale), et peuvent donc donner lieu à des modules d'élasticité effectifs différents. Afin d'étudier l'influence de la condition aux limites utilisée sur les arêtes latérales, des conditions de liberté, de symétrie et de périodicité ont été appliquées pour la modélisation 2D et la modélisation 3D. Les modélisations 2D ont été réalisées à la fois avec des images MEB réelles et des coupes d'une image 3D artificielle (300×300 pixels). Dans la mesure où le problème 3D consomme beaucoup plus de RAM, les calculs 3D ont été réalisés uniquement à partir d'une image artificielle 3D plus petite, présentant une taille de 150×150×100 voxels, comme montré sur la Figure 4.17.

Les résultats calculés sont présentés dans le tableau 4-5. Pour la modélisation 2D,

L'utilisation de conditions aux limites contraignantes (symétrie ou périodicité) mène à un module d'élasticité effectif calculé plus élevé que la condition de liberté. Pour la micrographie réelle, l'augmentation du module effectif vertical est de 8% et 12% pour les conditions symétriques et périodiques respectivement. De même, les valeurs correspondantes augmentent de 5% et 15% pour la direction horizontale. En ce qui concerne la structure artificielle, les incréments correspondants sont de 6% et 11% pour la direction verticale et de 10% et 13% pour la direction horizontale pour les conditions symétriques et périodiques, respectivement. La valeur obtenue avec la condition de périodicité est la plus élevée pour les deux structures et la plus proche de la valeur expérimentale parmi les trois conditions aux limites. Ce résultat tendrait à indiquer que la condition aux limites de périodicité est peut-être la plus appropriée pour les revêtements. Néanmoins, elle est illogique dans la mesure où il n'y a pas de continuité du réseau poreux entre l'arête droite et l'arête gauche du revêtement sur l'image. Ce point est d'ailleurs sûrement à l'origine de l'augmentation du module d'élasticité notée avec cette hypothèse. En effet, elle implique une rupture quasi assurée de toutes les fissures au niveau des arêtes latérales, ce qui contribue à renforcer la rigidité du matériau.

En ce qui concerne la modélisation 3D, les différences de modules d'élasticité effectifs calculés avec les trois conditions semblent beaucoup plus faibles en relatif. La plus grande différence se produit entre les modules horizontaux calculés avec la condition de liberté (122 GPa) et la condition de symétrie (131 GPa). Ainsi, la différence n'est que de 5% relativement à la première valeur. Les résultats obtenus avec les conditions de liberté et de périodicité sont approximativement égaux suivant la direction horizontale et présentent une différence inférieure à 3% pour la direction verticale. Compte-tenu de l'augmentation du temps de calcul et de la mémoire vive pour la condition de périodicité au niveau des limites latérales (et des commentaires indiqués précédemment), la condition de liberté peut représenter une alternative intéressante.

Tableau 4-5 : Influence des conditions aux limites sur les modules d'élasticité effectifs calculés sur deux structures et par modélisations 2D et 3D. L'écart-type est indiqué entre parenthèses.

Conditions aux limites	Modules d'élasticité effectifs, GPa					
	Revêtement réel		Structure artificielle			
	Modélisation 2D		Modélisation 2D		Modélisation 3D	
	Horizontal	Vertical	Horizontal	Vertical	Horizontal	Vertical
Libre	19 (3)	25 (2)	31 (3)	47 (5)	124	119
Symétrie	20 (3)	27 (2)	34 (2)	50 (5)	131	116
Périodicité	22 (2)	28 (2)	35 (2)	52 (4)	124	122

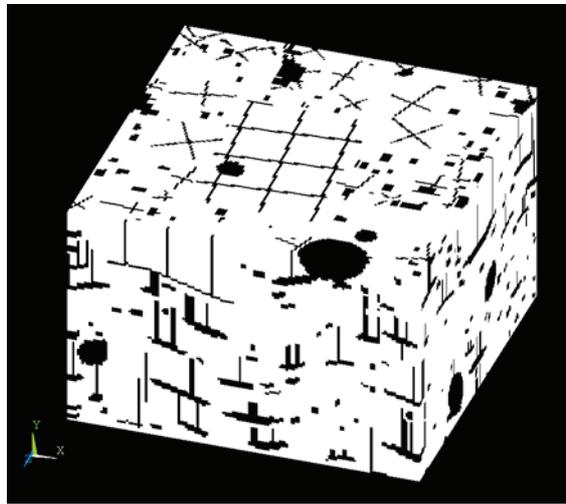


Figure 4.17 : Exemple d'image 3D artificielle.

4.3.7 Comparaison entre modélisations 2D et 3D

Les deux colonnes à droite du tableau 4-5 montrent les résultats de modules d'élasticité effectifs obtenus par modélisations 2D et 3D pour la structure artificielle présentée sur la Figure 4.17. La modélisation 2D a été effectuée avec 16 coupes transversales d'une image 3D plus grande (300×300×300 voxels), comprenant 8 coupes parallèles au plan X-Y et 8 coupes parallèles au plan Y-Z avec une sélection aléatoire. Les deux images 3D présentent une structure équivalente. Bien que la valeur calculée ait tendance à augmenter avec la diminution de la taille de l'image, la variation est probablement inférieure à 5% entre les deux images, compte-tenu des résultats obtenus au niveau de la conductivité thermique : $0.95 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour une image de 300×300×300 voxels contre 0.98 pour une image de 107×107×100 voxels.

On peut remarquer que les modules d'élasticité horizontaux calculés sont plus petits que les modules calculés suivant la direction verticale pour la modélisation 2D, alors qu'ils sont presque identiques (ou même inversés) pour la modélisation 3D. En effet, dans cette structure, les fissures horizontales sont réparties de manière plus uniforme que les fissures verticales. En prenant par exemple la face avant de l'image 3D (présentée sur la figure 4.17), une meilleure connectivité des matériaux semble apparaître suivant dans la direction verticale. Les fissures verticales concentrées dans le milieu de cette face, à gauche, traversent presque l'image sur toute sa hauteur de sorte que le module calculé apparaît plus faible suivant la direction horizontale. Toutefois, le résultat 3D indique que la structure 3D présente une connectivité équivalente suivant les deux directions. Par conséquent, le revêtement peut être mieux connecté dans le volume 3D.

Il est intéressant de noter que les modules effectifs calculés pour la même structure diffèrent assez largement entre modélisations 2D et 3D. Le module obtenu par modélisation 3D est presque 4 fois supérieur à celui obtenu par modélisation 2D suivant la direction horizontale, et plus de 2 fois supérieur dans la direction verticale. Il était attendu que les résultats 3D devaient être beaucoup plus proches des valeurs réelles car la modélisation 2D pour ce genre de structures semble inadaptée. En effet, ni l'hypothèse de contrainte plane, ni celle de déformation plane ne semblent appropriées pour les revêtements élaborés par projection thermique car ces revêtements présentent une profondeur non négligeable et une structure différente dans la direction normale à la coupe transversale. Par conséquent, la modélisation 3D est fortement suggérée pour aborder le module réel d'un revêtement. Cependant, les résultats présents indiquent que la structure artificielle utilisée n'est pas représentative d'un revêtement réel au niveau du comportement mécanique. Au niveau des calculs réalisés en 2D sur des micrographies réelles, les modules effectifs calculés sont assez nettement en-deçà des mesures. Néanmoins, les résultats obtenus en 3D sur l'image artificielle indiquent que les modules d'élasticité calculés en 3D sont plus élevés qu'en 2D. Cette tendance, si elle se confirmait sur les images réelles tendrait à indiquer que les résultats potentiellement obtenus en 3D sur des structures réelles devraient aller dans le bon sens.

4.4 Validation par des résultats expérimentaux

4.4.1 Module d'élasticité mesuré par indentation Knoop

Des mesures expérimentales du module d'élasticité ont été réalisées sur une coupe transversale du revêtement par indentations Knoop [19]. L'indenteur Knoop présente une forme pyramidale en diamant qui produit une indentation en forme de losange ayant un rapport approximatif entre diagonales longue (a) et courte (b) de 7.11:1. La profondeur de l'indentation est d'environ 1/30 de sa longueur. La technique Knoop utilisée pour mesurer E est basée sur la mesure de la reprise élastique des dimensions des empreintes de l'indentation Knoop. L'équation pour déterminer le module d'élasticité (E , en Pa) est alors :

$$E_e = \frac{-\alpha H}{\frac{b'}{a'} - \frac{b}{a}} \approx \frac{-\alpha H}{\frac{b' - b}{a}} \quad (4-30)$$

où α est une constante (0,45) ; H est la dureté Knoop (en Pa) ; a' et b' sont les longueurs des diagonales principales et secondaires de l'empreinte de l'indentation Knoop. Pendant le déchargement, la reprise élastique réduit la longueur de la diagonale secondaire de l'empreinte d'indentation (b'), alors que la longueur de la diagonale principale de l'empreinte d'indentation reste relativement inchangée ($a' \approx a$), comme représenté sur la figure 4.18. Le rapport connu de la diagonale principale sur la secondaire (7,11) de l'indenteur est comparé à celui correspondant à l'empreinte d'indentation. La mesure du recouvrement dépend du rapport dureté sur module (H/E) du matériau enfoncé. Par conséquent, comme la mesure des valeurs de E par indentation Knoop est largement basée sur la reprise élastique de la diagonale secondaire (b'), cette technique peut être utilisée pour mesurer les valeurs de E dans des directions différentes par simple alignement de b' avec la direction de E souhaitée.

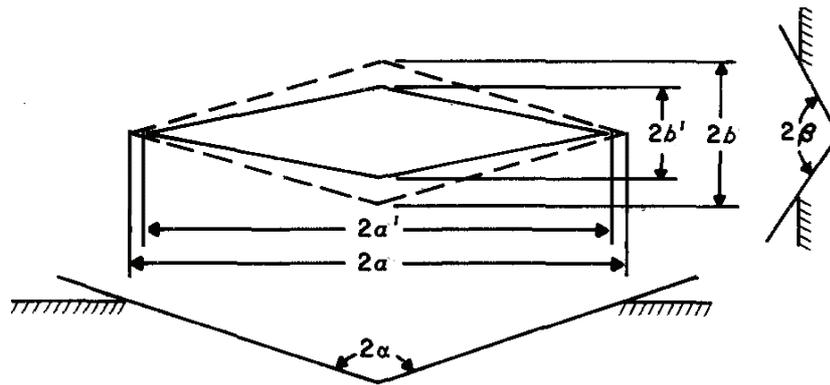


Figure 4.18 : Empreinte d'indentation Knoop présentant la reprise élastique en surface des diagonales [20].

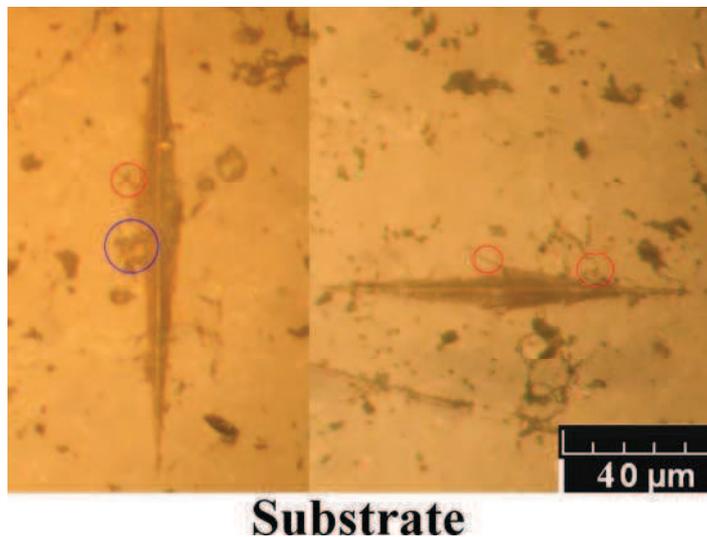


Figure 4.19 : Mesures des modules d'élasticité horizontal E_h (à gauche) et vertical E_v (à droite) sur une coupe de revêtement par indentation Knoop.

Par conséquent, les indentations ont été réalisées avec une diagonale secondaire de l'indenteur Knoop positionnée parallèlement à la surface du substrat pour mesurer E_h et perpendiculairement à la surface du substrat pour mesurer E_v , comme représenté sur la figure 4.19. Une charge de 300 gf et un temps de 15 s ont été utilisés. De plus, 10 empreintes suivant chaque direction ont été réalisées lors de ces mesures.

Le module d'élasticité horizontal E_h mesuré suivant cette méthode est de $104,6 \pm 17,3$ GPa alors que le module vertical E_v a été mesuré à $94,5 \pm 19,1$ GPa. Les valeurs de E mesurées suivant les deux directions ne sont donc statistiquement pas différentes. Ainsi, le rapport moyen E_v/E_h mesuré est de 0,9, ce qui correspond à un comportement quasi élastique

isotrope de ce revêtement. Cependant, la diagonale minimale b' est si petite que l'erreur de lecture peut être relativement importante. De plus, la présence d'effondrements (par exemple dans la zone encerclée en bleu sur la figure 4.19) et de fractures (par exemple dans les zones encerclées en rouge sur la figure 4.19) dans la région locale pendant le chargement, interfèrent avec la mesure de b' . Par conséquent, les valeurs mesurées évoluent dans une plage relativement large représentée par l'écart-type.

4.4.2 Essai de flexion

Le modèle peut également être validé par comparaison avec des résultats expérimentaux obtenus par essais de flexion. Cet appareil nous permet de mesurer le module d'élasticité du revêtement dans le plan parallèle au substrat. La figure 4.20 montre le banc d'essais. Une charge à la baisse est appliquée à une extrémité du banc à l'aide de poids marqués. Une force d'élévation est donc produite à l'autre extrémité et peut être calculée par le principe de levier :

$$F = \frac{L_1 \sum_i m_i g}{L_2} \quad (4-31)$$

dans laquelle m_i est le poids à l'extrémité de gauche et L_1 et L_2 sont les longueurs des bras de levier.

D'autre part, l'échantillon est fixé à une extrémité pour former une poutre encastree. L'autre extrémité est soulevée par la force vers le haut. La déflexion est alors mesurée à cette extrémité. La figure 4.21 montre le schéma de l'essai de flexion d'une poutre bicouches. Le module d'élasticité global de la poutre est déduit de l'équation donnant la déviation à l'extrémité :

$$E_e = \frac{4FL^3}{Ubh_t^3} \quad (4-32)$$

dans laquelle :

E_e : Module d'élasticité de la poutre ;

F : Charge appliquée à l'extrémité libre de la poutre ;

L : Longueur libre de la poutre;

U : Déflexion à la fin de la poutre;

b : Largeur de la poutre;

h_t : Epaisseur de la poutre.

En connaissant le module d'élasticité E_s du substrat ainsi que son épaisseur, et en supposant une valeur E_c du module d'élasticité du revêtement, il est possible de calculer le module effectif E_e par :

$$E_e = \frac{12Ay_n}{bh_t^3} \quad (4-33)$$

avec :

$$A = -y_N b \left\{ E_s \left[h_s - h_s^2 / y_N + h_s^3 / (3y_N^2) \right] + E_c \left[h_t - h_s - (h_t^2 - h_s^2) / y_N + (h_t^3 - h_s^3) / (3y_N^2) \right] \right\}$$

et $y_N = \left[E_s h_s^2 + E_c (h_t^2 - h_s^2) \right] / \left(2 \left[E_s h_s + E_c (h_t - h_s) \right] \right)$

dans lesquelles E_s et E_c sont les modules d'élasticité du substrat et du revêtement; h_s et h_t sont les épaisseurs du substrat et substrat+dépôt respectivement; y_N représente l'épaisseur entre la fibre neutre et le bas du substrat.

E_e et E_s peuvent être calculés à partir des mesure pour les échantillons avec ou sans revêtement. Par conséquent, E_c est la seule inconnue dans l'équation et peut être calculée correctement. Cette équation représente une équation cubique et peut être résolue par un programme en langage C par exemple.

Trois dépôts ont été élaborés lors d'une même projection pour la réalisation des mesures. Sur l'appareil présenté sur la figure 4.20, les poids sont ajoutés un par un à l'extrémité de gauche et on a donc 5 mesures via l'ajout successif de 5 poids identiques. De telles mesures ont été répétées pour chacun des 3 revêtements élaborés. Ainsi, 15 mesures ont été effectuées pour chaque échantillon et un résultat moyen a ensuite été obtenu. Au final, le module horizontal mesuré avec cette méthode est de 35 ± 3 GPa.

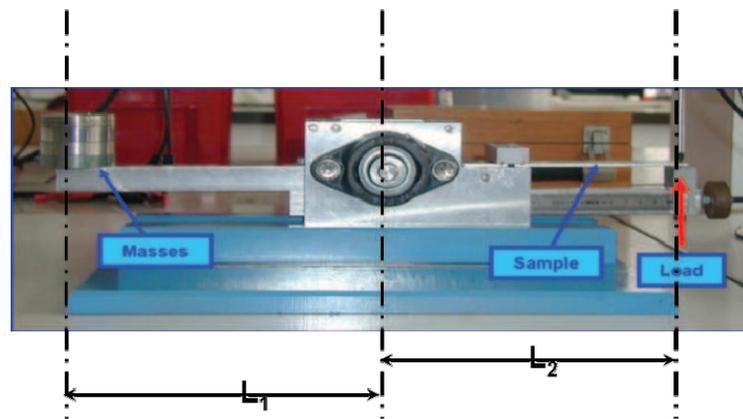


Figure 4.20 : Banc d'essais de flexion.

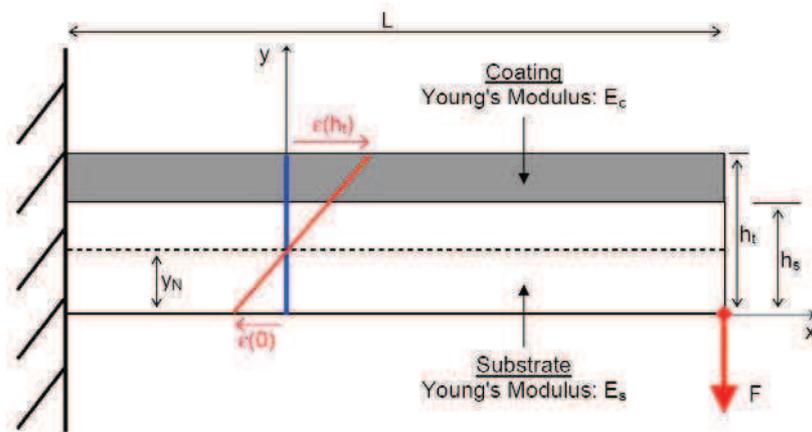


Figure 4.21 : Schéma de l'essai de flexion d'une poutre bicouches.

4.4.3 Validation du modèle

La figure 4.22 présente une comparaison des résultats obtenus par modélisation 2D avec les mesures effectuées par essais de flexion et indentation Knoop. Pratiquement, une hypothèse de contrainte plane a été choisie pour le modèle 2D. Une condition limite de type liberté a été appliquée sur les arêtes latérales pour tous les calculs.

La valeur mesurée par indentation Knoop est presque trois fois plus élevée que celle obtenue par essai de flexion. La mesure réalisée par indentation Knoop reflète le module élastique d'un certain volume autour de l'empreinte. Le volume est du même ordre de grandeur que la taille de l'empreinte. Compte-tenu des dimensions de l'empreinte (plusieurs dizaines de micromètres), la mesure du module par indentation Knoop semble plus appropriée pour un petit échantillon ou un échantillon de taille indépendante, comme par exemple une particule

ou un matériau homogène. Par conséquent, ces valeurs reflètent peu l'effet des pores et il s'agit donc d'une mesure très locale du module d'élasticité qui devrait être proche de la valeur du module d'élasticité du matériau dense. La valeur mesurée par essais de flexion peut être comparée aux valeurs figurant dans la bibliographie pour des revêtements également élaborés par projection plasma APS de poudres fondues broyées : 75 GPa pour un revêtement à 7,6% de porosité [3] et 78 GPa pour un dépôt à environ 12% de porosité [2]. En considérant la porosité plus élevée de notre revêtement (de l'ordre de 18,5%) qui tend à abaisser le module, la valeur mesurée de 35GPa apparaît comme cohérente.

En comparant avec les valeurs mesurées par indentation Knoop, les valeurs obtenues par modélisation 2D sont environ 5 fois plus faibles suivant la direction horizontale et 4 fois plus faibles suivant la direction verticale. De même, la valeur du module calculé suivant la direction horizontale est environ 2 fois inférieure à la valeur mesurée par essai de flexion (19 GPa pour le modèle contre 35 GPa pour la mesure).

Ces comparaisons révèlent que la modélisation 2D est assez peu fiable pour l'estimation du module d'élasticité des revêtements élaborés par projection thermique. Heureusement, la valeur du module d'élasticité obtenue par modélisation 3D peut s'avérer plus élevée et devrait se rapprocher de la valeur expérimentale compte-tenu des résultats obtenus sur la structure 3D artificielle.

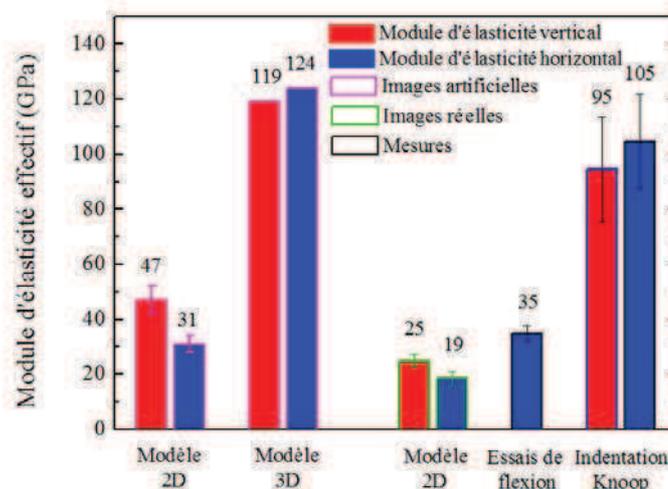


Figure 4.22 : Comparaison entre les résultats de la modélisation et des mesures par essai de flexion et indentation Knoop.

4.5 Conclusions

Au cours de ce chapitre, nous nous sommes également attachés à prédire le module d'élasticité d'un dépôt avec les modèles 2D et 3D générés par éléments finis. Différentes conditions aux limites ont été appliquées et les expressions du module effectif ont ensuite été déduites. L'effet des conditions aux limites a donc été quantifié. En outre, les hypothèses de déformation plane et de contrainte plane ont été considérées pour le modèle 2D. Sur la base de ces conditions, l'influence des paramètres d'images, tel que la résolution et le seuil, a été étudiée. Ensuite, l'utilisation de propriétés différentes pour les deux phases a été testée. En particulier, une méthode de maillage a été nouvellement développée pour réduire le nombre de nœuds : cette méthode a été appelée "maillage à résolution adaptable". Nous sommes parvenus aux conclusions suivantes :

1. L'augmentation des valeurs du seuil appliqué sur les images aboutit à une élévation du taux de porosité, et donc à une diminution du module d'élasticité. En appliquant des seuils de 155, 160, 165 et 168, les modules horizontaux correspondants sont de 41, 29, 22 et 19 GPa, respectivement. Les valeurs verticales sont elles de 48, 38, 29 et 25 GPa, respectivement.
2. Une image à faible résolution présente une architecture formée de pores discontinus. Au contraire, sur une image à résolution élevée, on note la présence de fissures fines continues. Du fait de la moindre importance des pores isolés sur la résistance thermique, la valeur calculée du module d'élasticité horizontal augmente de 19 à 57 GPa en appliquant une résolution d'image réduite de moitié, et à 94 GPa avec une résolution de 25%. Le module vertical augmente quant à lui de 25 GPa à 61 GPa, puis 92 GPa, pour les mêmes résolutions.
3. En raison du module négligeable des pores, le module effectif du revêtement est principalement déterminé par la valeur du module du matériau Y-PSZ. Ainsi, une relation linéaire a été trouvée entre le module d'élasticité effectif du revêtement et le module d'Y-PSZ.
4. Les modules calculés avec une hypothèse de déformations planes sont beaucoup plus élevés que ceux obtenus en contraintes planes. La différence est de 32% suivant la direction horizontale et de 20% suivant la direction verticale.
5. L'utilisation d'une condition aux limites contraignante (périodique ou symétrique) aboutit

à l'obtention d'un module calculé un peu plus élevé que pour la condition libre pour le modèle 2D, et également pour le modèle 3D.

6. En calculant avec une même structure artificielle, les modules d'élasticité effectifs calculés diffèrent largement entre modélisations 2D et 3D. Le module obtenu par modélisation 3D est presque 4 fois supérieur à celui obtenu par modélisation 2D suivant la direction horizontale, et plus de 2 fois supérieur suivant la direction verticale.
7. Des valeurs expérimentales du module d'élasticité ont été obtenues par indentation Knoop et test de flexion. La valeur mesurée par indentation Knoop est presque trois fois supérieure à la valeur obtenue par l'essai de flexion. L'essai de flexion est plus adapté à des comparaisons entre modélisation et mesures car l'indentation Knoop donne plus une valeur locale du module.
8. La valeur calculée par modélisation 2D (19 GPa) correspond à 54% de la valeur mesurée par essai de flexion (35 GPa). Cependant, de par les résultats obtenus sur la structure artificielle, on peut supposer que le module obtenu à partir d'une image 3D réelle sera plus élevé que 19 GPa, et sans doute plus proche de la valeur expérimentale.

4.6 Références

1. Nakamura, T., G. Qian, and C.C. Berndt, *Effects of Pores on Mechanical Properties of Plasma-Sprayed Ceramic Coatings*. Journal of the American Ceramic Society, 2000. **83**(3): p. 578-584.
2. Tan, Y., A. Shyam, W.B. Choi, E. Lara-Curzio, and S. Sampath, *Anisotropic elastic properties of thermal spray coatings determined via resonant ultrasound spectroscopy*. Acta Materialia, 2010. **58**(16): p. 5305-5315.
3. Wang, Z., A. Kulkarni, S. Deshpande, T. Nakamura, and H. Herman, *Effects of Pores and Interfaces on Effective Properties of Plasma Sprayed Zirconia Coatings*. Acta Materialia, 2003. **51**(18): p. 5319-5334.
4. Johnson, J. and J. Qu, *Effective modulus and coefficient of thermal expansion of Ni-YSZ porous cermets*. Journal of Power Sources, 2008. **181**(1): p. 85-92.
5. Chaim, R. and M. Hefetz, *Effect of grain size on elastic modulus and hardness of nanocrystalline ZrO(2)-3 wt% Y(2)O(3) ceramic*. Journal of Materials Science, 2004. **39**(9): p. 3057-3061.
6. Sato, T., S. Ohtaki, and M. Shimada, *Transformation of Ytria Partially Stabilized Zirconia by Low-Temperature Annealing in Air*. Journal of Materials Science, 1985. **20**(4): p. 1466-1470.
7. Giraud, S. and J. Canel, *Young's modulus of some SOFCs materials as a function of temperature*. Journal of the European Ceramic Society, 2008. **28**(1): p. 77-83.
8. Guessasma, S., N. Benseddiq, and D. Lourdin, *Effective Young's modulus of biopolymer composites with imperfect interface*. International Journal of Solids and Structures, 2010. **47**(18-19): p. 2436-2444.
9. Ramazani, A., K. Mukherjee, U. Prah, and W. Bleck, *Modelling the effect of microstructural banding on the flow curve behaviour of dual-phase (DP) steels*. Computational Materials Science, 2012. **52**(1): p. 46-54.
10. Takano, N., M. Zako, F. Kubo, and K. Kimura, *Microstructure-based stress analysis and evaluation for porous ceramics by homogenization method with digital image-based modeling*. International Journal of Solids and Structures, 2003. **40**(5): p. 1225-1242.

11. Kondoh, J., H. Shiota, K. Kawachi, and T. Nakatani, *Yttria concentration dependence of tensile strength in yttria-stabilized zirconia*. Journal of Alloys and Compounds, 2004. **365**(1-2): p. 253-258.
12. Shen, W., F.C. Wang, Q.B. Fan, Z.A. Ma, and X.W. Yang, *Finite element simulation of tensile bond strength of atmospheric plasma spraying thermal barrier coatings*. Surface & Coatings Technology, 2011. **205**(8-9): p. 2964-2969.
13. Khoddami, A.M., A. Sabour, and S.M.M. Hadavi, *Microstructure formation in thermally-sprayed duplex and functionally graded NiCrAlY/Yttria-Stabilized Zirconia coatings*. Surface & Coatings Technology, 2007. **201**(12): p. 6019-6024.
14. Bolot, R., J.H. Qiao, G. Bertrand, P. Bertrand, and C. Coddet, *Effect of Thermal Treatment on the Effective Thermal Conductivity of YPSZ Coatings*. Surface & Coatings Technology, 2010. **205**(4): p. 1034-1038.
15. R.M., S., *Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide*. Journal of the American Ceramic Society, 1961. **44**(12): p. 628-629.
16. Azarmi, F., T. Coyle, and J. Mostaghimi, *Young's modulus measurement and study of the relationship between mechanical properties and microstructure of air plasma sprayed alloy 625*. Surface and Coatings Technology, 2009. **203**(8): p. 1045-1054.
17. Hasselman, D.P.H., *On the porosity dependence of the elastic moduli of polycrystalline refractory materials*. Journal of the American Ceramic Society, 1962. **45**: p. 452-453.
18. Zhao, Y.H. and G.J. Weng, *Effective Elastic Moduli of Ribbon-Reinforced Composites*. Journal of Applied Mechanics, 1990. **57**: p. 158-167.
19. Lima, R.S., S.E. Kruger, and B.R. Marple, *Towards engineering isotropic behaviour of mechanical properties in thermally sprayed ceramic coatings*. Surface & Coatings Technology, 2008. **202**(15): p. 3643-3652.
20. Conway, J.C., *Determination of Hardness to Elastic-Modulus Ratios Using Knoop Indentation Measurements and a Model Based on Loading and Reloading Half-Cycles*. Journal of Materials Science, 1986. **21**(7): p. 2525-2527.

Conclusions

Les propriétés de matériaux tels que les dépôts élaborés par projection thermique peuvent être estimées par modélisation sur la base d'images. Le développement de tels modèles utilise des méthodes numériques faisant usage d'images de la microstructure du matériau. Dans ces travaux, les cellules (éléments) du modèle ont été générées directement à partir des pixels de l'image.

Des images MEB ont été analysées en utilisant la version bêta 4 du logiciel Scion Image (Scion Corporation, Frederick, MD) de sorte que trois types de pores (interlamellaire, intralamellaire et globulaire) ont été discernés et que leurs taux ont été quantifiés. Une image 3D artificielle a été générée à partir des trois types de porosité afin de développer des modèles 3D.

Conductivité thermique

Un modèle 3D du transfert de chaleur a été nouvellement développé par une méthode de type différences finies (FDM) pour estimer la conductivité thermique d'un dépôt d'YPSZ à partir d'images. Ce modèle nous permet de mieux appréhender les mécanismes de transfert de chaleur à travers un matériau poreux.

Dans la mesure où l'obtention d'images 2D à résolution élevée est toujours plus facile à obtenir qu'une image 3D à résolution identique, un modèle 2D a été également appliqué de sorte que quelques conclusions sont obtenues :

1. L'influence des propriétés des matériaux et des pores sur la conductivité thermique effective calculée de dépôts a été étudiée. L'augmentation de la conductivité thermique du matériau ou des pores induit un accroissement des conductivités calculées, présentant une tendance logarithmique lors d'une variation de $0,01 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $0,05 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour les pores, et semblant linéaire lors d'une variation de $1,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour le matériau.
2. L'influence des paramètres liés à l'image, tel que le seuil, la résolution et la taille, a ensuite été étudiée. En appliquant un seuil plus élevé, une porosité plus élevée est obtenue par analyse d'image de sorte que la conductivité thermique calculée est alors plus faible. La conductivité calculée diminue de 8% pour le seuil de 180, 18% pour 185, et 27% pour 190, en comparaison avec le seuil de référence de 175. L'utilisation d'une valeur de 185 a été proposée à partir de l'histogramme des niveaux de gris pour une

image MEB.

3. Dans une image à résolution élevée, les fissures apparaissent plus continues, et la conductivité thermique calculée est donc plus faible. La différence en termes de conductivités effectives calculées correspond à environ 15% pour une image à 75% de résolution, 23% pour une image à 50% de résolution et atteint jusqu'à 62% pour une image à 25% de résolution.
4. La taille de l'image influence légèrement la conductivité thermique calculée. Cependant, l'augmentation de la taille du domaine améliore la fiabilité de calcul.
5. Une comparaison entre formulations centrée et nodale a ensuite été faite. L'utilisation d'une formulation nodale aboutit à une conductivité thermique calculée plus élevée que la formulation centrée. Cependant, les différences tendent à diminuer avec l'augmentation de la densité du maillage. Pour la même raison, la conductivité thermique calculée est plus élevée en appliquant une méthode de type éléments finis (qui utilise aussi une formulation nodale), en comparaison avec l'utilisation d'une méthode de type différences finies avec une formulation centrée.
6. L'effet Knudsen a été quantifié pour les pores fins. Les épaisseurs des fissures ont été mesurées à l'aide d'analyses d'image. L'effet Knudsen mène à une petite diminution de la conductivité thermique du dépôt. Néanmoins, la diminution demeure inférieure à 8% en 2D et 4% en 3D.
7. Les différences entre les modélisations 2D et 3D ont été démontrées à partir d'une microstructure artificielle. Les conductivités calculées par le modèle 3D sont toujours beaucoup plus élevées que celles obtenues par le modèle 2D, et il semble exister une corrélation 2D/3D :

$$\kappa_{3D} = 1.3197 \kappa_{2D}^{0.6919} \quad (3-28)$$

8. Au final, les valeurs prédites de la conductivité thermique des dépôts ont été vérifiées par des mesures expérimentales, pour les deux dépôts utilisés dans ce travail. Les valeurs obtenues par modélisation 2D sont sensiblement plus faibles que celles mesurées : 0,59 W·m⁻¹·K⁻¹ contre 0,99 et 0,90 W·m⁻¹·K⁻¹ contre 1,24 pour les deux dépôts, respectivement. Cependant, les valeurs 3D correspondantes en appliquant l'équation ci-dessus s'élèvent à 0,92 W·m⁻¹·K⁻¹ et 1,23 W·m⁻¹·K⁻¹, ce qui est en bien meilleur accord avec les valeurs expérimentales.

Module d'élasticité

Nous nous sommes également attachés à prédire le module d'élasticité d'un dépôt avec les modèles 2D et 3D générés par éléments finis. Différentes conditions aux limites ont été appliquées et les expressions du module effectif ont ensuite été déduites. L'effet des conditions aux limites a donc été quantifié. En outre, les hypothèses de déformation plane et de contrainte plane ont été considérées pour le modèle 2D. Sur la base de ces conditions, l'influence des paramètres d'images, tel que la résolution et le seuil, a été étudiée. Ensuite, l'utilisation de propriétés différentes pour les deux phases a été testée. En particulier, une méthode de maillage a été nouvellement développée pour réduire le nombre de nœuds : cette méthode a été appelée maillage à résolution adaptable. Nous sommes parvenus aux conclusions suivantes :

1. L'augmentation des valeurs du seuil appliqué sur les images aboutit à une élévation du taux de porosité, et donc à une diminution du module d'élasticité. En appliquant des seuils de 155, 160, 165 et 168, les modules horizontaux correspondants sont de 41, 29, 22 et 19 GPa, respectivement. Les valeurs verticales sont elles de 48, 38, 29 et 25 GPa, respectivement.
2. Une image à faible résolution présente une architecture formée de pores discontinus. Au contraire, sur une image à résolution élevée, on note la présence de fissures fines continues. Du fait de la moindre importance des pores isolés sur la résistance thermique, la valeur calculée du module d'élasticité horizontal augmente de 19 à 57 GPa en appliquant une résolution d'image réduite de moitié, et à 94 GPa avec une résolution de 25%. Le module vertical augmente quant à lui de 25 GPa à 61 GPa, puis 92 GPa, pour les mêmes résolutions.
3. En raison du module négligeable des pores, le module effectif du revêtement est principalement déterminé par la valeur du module du matériau Y-PSZ. Ainsi, une relation linéaire a été trouvée entre le module d'élasticité effectif du revêtement et le module d'Y-PSZ.
4. Les modules calculés avec une hypothèse de déformations planes sont beaucoup plus élevés que ceux obtenus en contraintes planes. La différence est de 32% suivant la direction horizontale et de 20% suivant la direction verticale.
5. L'utilisation d'une condition aux limites contraignante (périodique ou symétrique)

aboutit à l'obtention d'un module calculé un peu plus élevé que pour la condition libre pour le modèle 2D, et également pour le modèle 3D.

6. En calculant avec une même structure artificielle, les modules d'élasticité effectifs calculés diffèrent largement entre modélisations 2D et 3D. Le module obtenu par modélisation 3D est presque 4 fois supérieur à celui obtenu par modélisation 2D suivant la direction horizontale, et plus de 2 fois supérieur suivant la direction verticale.
7. Des valeurs expérimentales du module d'élasticité ont été obtenues par indentation Knoop et test de flexion. La valeur mesurée par indentation Knoop est presque trois fois supérieure à la valeur obtenue par l'essai de flexion. L'essai de flexion est plus adapté à des comparaisons entre modélisation et mesures car l'indentation Knoop donne plus une valeur locale du module.
8. La valeur calculée par modélisation 2D (19 GPa) correspond à 54% de la valeur mesurée par essai de flexion (35 GPa). Cependant, de par les résultats obtenus sur la structure artificielle, on peut supposer que le module obtenu à partir d'une image 3D réelle sera plus élevé que 19 GPa, et sans doute plus proche de la valeur expérimentale.

Perspectives

Modèle de conduction ionique

Les dépôts de zircone sont aussi utilisés comme électrolyte dans les piles à combustibles à oxydes solides (ou SOFC selon l'acronyme anglais de Solid oxide fuel cells). La Figure 4.23 montre deux types de SOFC : une pile à combustible tubulaire à gauche et une plane à droite. Dans les piles à combustible, l'électrolyte est une couche dense et imperméable aux gaz qui agit comme une membrane séparant le combustible situé du côté de l'anode, de l'air situé du côté de la cathode. En plus d'être imperméable au gaz, l'électrolyte doit être un bon isolant électrique : les électrons résultant de la réaction d'oxydation du côté anode sont contraints à se déplacer au travers du circuit externe avant de rejoindre le côté cathode. Le point le plus important pour l'électrolyte est qu'il doit être capable de conduire les ions oxygène de la cathode vers l'anode. Pour cette raison, la fiabilité d'un matériau électrolytique se mesure en termes de conductivité ionique.

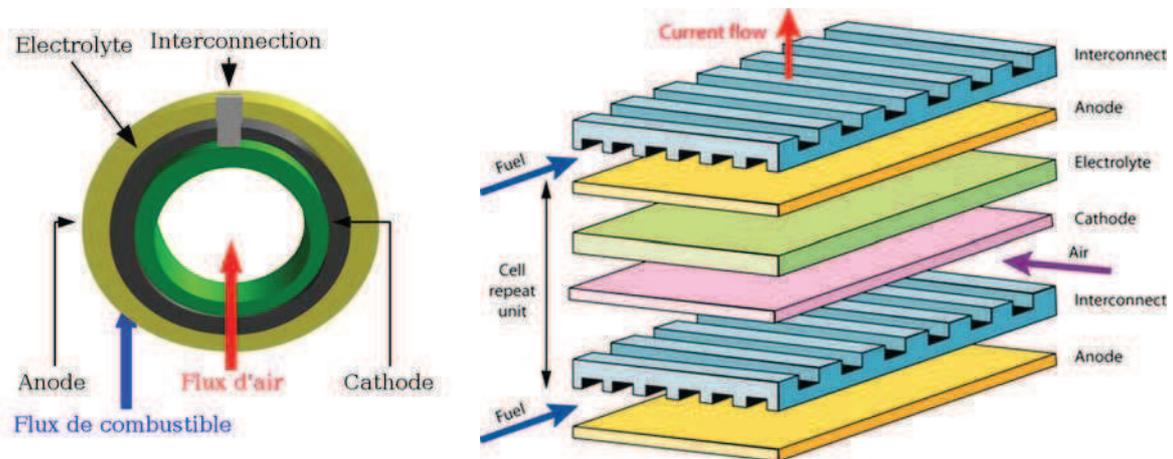


Figure 4.23 : Schéma d'une SOFC tubulaire (à gauche) et plane (à droite).

En raison de la même forme des équations de conduction thermique et électronique en régime stationnaire, un modèle de conduction ionique pourrait être développé à partir de celui du transfert de chaleur. La conductivité ionique effective de dépôts pourrait alors être estimée par des modèles 2D et 3D à partir d'images, afin de quantifier la valeur de la conductivité ionique et de vérifier l'influence de l'hypothèse 2D/3D. Les modèles pourront être validés par comparaison avec des mesures expérimentales.

Modèle mécanique par différences finies

Le développement de modèles mécaniques 2D et puis 3D par différences finies pourrait être mis en œuvre pour estimer le module d'élasticité d'un dépôt poreux. Les relations contrainte/déformation se conforment à la loi de Hooke. En régime stationnaire, la balance des forces suivant une direction et l'équilibre du couple imposé à chaque cellule doivent être satisfaits. Ainsi, les équations différentielles s'écrivent :

$$\begin{cases} \frac{\partial \sigma_x}{\partial x} + \frac{\partial \tau_{yx}}{\partial y} + \frac{\partial \tau_{zx}}{\partial z} + X = 0 \\ \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_y}{\partial y} + \frac{\partial \tau_{zy}}{\partial z} + Y = 0 \\ \frac{\partial \tau_{xz}}{\partial x} + \frac{\partial \tau_{yz}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_z}{\partial z} + Z = 0 \end{cases}$$

avec $\tau_{xz} = \tau_{zx}$, $\tau_{xy} = \tau_{yx}$, $\tau_{yz} = \tau_{zy}$

dans lesquelles X, Y, Z sont les composantes de la force par unité de volume.

L'application de la méthode des différences finies peut simplifier les termes différentiels par interpolation linéaire. Une condition de déplacement peut être appliquée aux limites afin de calculer le module d'élasticité.

Les résultats produits par ce modèle basé sur une méthode de type différences finies pourront tout d'abord être comparés avec les résultats obtenus avec une modélisation de type éléments finis, comme montré dans le chapitre 4. Ensuite, les différences entre modélisations 2D et 3D pourront être montrées et quantifiées. Enfin, ce modèle devra être validé par comparaison avec des résultats de mesure.

Extension des modèles aux matériaux composites

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité d'adhésion). Généralement, un matériau composite est composé d'une matrice et d'un renfort. Le renfort permet d'améliorer la qualité de la matière en vue d'une certaine application (légèreté, rigidité à un effort, etc.) Par exemple, un béton armé est composé d'une matrice (gravier, sable, ciment, eau, durcissant au séchage) et d'une ossature en acier.

Depuis plusieurs années, la fabrication de composites par des technologies de projection

thermique a été mise en œuvre, comme par exemple l'élaboration d'un revêtement WC-Co par procédé HVOF. Il existe aussi des nouvelles applications pour certains matériaux, comme par exemple l'élaboration de revêtements WC-Co nanostructurés par projection à froid [1, 2]. On peut donc envisager d'appliquer les travaux réalisés dans cette étude à d'autres types de revêtements tels que ceux mentionnés ci-dessus.

La phase de renfort peut être considérée comme une seconde phase remplaçant les pores ou venant s'y ajouter de sorte qu'on pourrait utiliser les modèles développés dans ces travaux au cas des composites. Les matériaux composites pouvant être poreux, l'utilisation de 3 phases ou plus devra alors être envisagée. Le point le plus important peut concerner la problématique de l'interface entre le renfort et la matrice. Par exemple, l'interface pourrait se séparer lorsque la contrainte atteint une certaine valeur.

Par ailleurs, l'utilisation d'images 3D réelles sera obligatoire afin de valider l'ensemble des résultats et conclusions obtenus à partir d'images artificielles. L'utilisation d'images capturées par XMT semble un meilleur choix car cette technique est plus adaptable aux céramiques et il est possible de la mettre en œuvre en France.

Références

1. Kim, H.J., C.H. Lee, and S.Y. Hwang, *Fabrication of WC-Co coatings by cold spray deposition*. *Surface & Coatings Technology*, 2005. **191**(2-3): p. 335-340.
2. Yang, G.J., P.H. Gao, C.X. Li, and C.J. Li, *Simultaneous strengthening and toughening effects in WC-(nanoWC-Co)*. *Scripta Materialia*, 2012. **66**(10): p. 777-780.

Résumé

Dans la présente étude, la conductivité thermique et le module d'élasticité de revêtements d'YPSZ élaborés par projection plasma ont été prédits par modélisations numériques 2D et 3D de type différences finies et éléments finis.

L'influence de la résolution d'image, de la taille et de la valeur du seuil sur les propriétés prédites du revêtement a été étudiée. En outre, les effets de la méthode numérique et du type de condition aux limites ont été étudiés. En particulier, la quantification de l'effet Knudsen (effet de raréfaction) sur le transfert de chaleur à travers une structure poreuse a été réalisée par modélisation numérique en combinaison avec l'analyse d'image. Les conductivités effectives obtenues par modélisation 3D s'avèrent plus élevées que celles obtenues en 2D, et aussi en meilleur accord avec les résultats mesurés. Une corrélation 2D/3D a été trouvée pour la modélisation de la conductivité thermique : cette corrélation permet de prédire les valeurs 3D à partir des valeurs calculées en 2D.

Mots-clés : Barrières thermiques ; modélisation numérique sur la base d'images ; modélisations 2D et 3D ; différences finies ; éléments finis ; conductivité thermique ; effet Knudsen ; module d'élasticité.

Abstract

In the present study, the thermal conductivity and elastic modulus of thermal spray YPSZ coatings were predicted by 2D and 3D finite differences and finite elements numerical modeling based on cross-sectional images.

The influence of the image resolution, size and threshold on the predicted properties of the coating was studied. Moreover, the effects of the numerical method and of the boundary condition were investigated. In particular, the quantification of the Knudsen effect (rarefaction effect) on the heat transfer through a porous structure was realized by numerical modeling in combination with image analysis. The predicted thermal conductivities obtained by 3D modeling were found to be higher than those obtained by 2D modeling, and in better agreement with the measured results. A 2D/3D correlation was successfully found for the modeling of thermal conductivity: this correlation allows predicting 3D computed values from 2D ones.

Keywords: Thermal spray YPSZ coatings; image-based numerical modeling; 2D and 3D; finite differences; finite elements; thermal conductivity; Knudsen effect; elastic modulus.