



**HAL**  
open science

# Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives

Elodie Pons

► **To cite this version:**

Elodie Pons. Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives. Matériaux. Université Grenoble Alpes, 2016. Français. NNT : 2016GREAI003 . tel-01293436v2

**HAL Id: tel-01293436**

**<https://theses.hal.science/tel-01293436v2>**

Submitted on 30 Mar 2016

**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.

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

### DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Elodie PONS**

Thèse dirigée par **Rafaël ESTEVEZ**

préparée au sein du **Laboratoire SIMaP**  
dans **l'École Doctorale I-MEP2**

## **Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives**

Thèse soutenue publiquement le **29 Février 2016**,  
devant le jury composé de :

**M. Eric MARTIN**

Professeur, LCTS, Université Bordeaux I, Rapporteur

**M. Vincent GUIPONT**

Ingénieur de recherche HDR, MINES ParisTech, Rapporteur

**M. Michel CORET**

Professeur, Ecole Centrale de Nantes, Président du jury

**M. Arnaud LONGUET**

Docteur, Safran, Snecma Villaroche, Examinateur

**M. Emanuel HERVE**

Docteur, CEA Le Ripault, Invité

**M. Rafaël ESTEVEZ**

Professeur, Université Joseph Fourier de Grenoble, Directeur de thèse

**M. Guillaume HUCHET**

Docteur, CEA Le Ripault, Encadrant





# REMERCIEMENTS

Ces trois années de thèse se sont déroulées au sein du Laboratoire Microstructure et Comportement du CEA Le Ripault. Je tiens donc, en premier lieu, à remercier le chef de laboratoire Christophe Tallaron qui m'a offert l'opportunité de réaliser ce projet professionnel. Je tiens également à remercier Philippe Belleville pour son chaleureux accueil au sein du service de Recherche des matériaux Céramiques et Composites.

Je tiens à remercier sincèrement mon encadrant Guillaume Huchet pour m'avoir soutenu au cours de ses trois années d'aventure scientifique et avoir cru en moi dès mon arrivée en tant que stagiaire. Il a su me donner l'autonomie dont j'avais besoin et m'éclairer de ses conseils avisés dans les moments plus obscurs pour avancer. Ses encouragements ont su me porter lors de présentations publics, de la rédaction du manuscrit, de la préparation de soutenance... Outre son apport professionnel certain, je me suis également beaucoup enrichie personnellement à ses côtés. Cette thèse étant également le fruit d'une collaboration avec le laboratoire du SIMaP de Grenoble, je souhaite pareillement remercier mon directeur de thèse Rafaël Estevez pour sa patience et son implication au cours de longues discussions à débattre des MZC, parfois jusqu'à la tombée de la nuit.

Je remercie Vincent Guipont et Eric Martin pour leur intérêt porté à ce travail en acceptant d'endosser le fastidieux rôle de rapporteur et pour leurs rapports de qualité. J'associe à ces remerciements Michel Coret pour avoir accepté de présider le jury de ma thèse et Arnaud Longuet pour avoir apporté sa vision industrielle en tant qu'examineur. J'adresse aussi mes remerciements à Emmanuel Hervé qui a accepté de faire parti de ce jury. Leurs questions et leurs remarques pertinentes au cours de ma soutenance ont permis de la rendre plus enrichissante.

Je souhaite également remercier Sébastien Fleurisson et Benoit Delmas du BE pour leur précieuse aide sous ABAQUS, ainsi que Christophe Delhomme qui a su faire preuve de patience en m'apportant son aide en informatique.

Je remercie aussi Emanuel Hervé et Benjamin Bernard de LPT<sub>h</sub> pour avoir partagé avec moi leur savoir sur le procédé de projection plasma et pour la multitude d'éprouvettes revêtues fournies durant ma thèse.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance à Jean-Marc Lechat et Bruno Changey de LEAT pour le collage des haltères de traction, pour m'avoir conseillé sur la procédure de collage à suivre pour la réalisation d'autres éprouvettes atypiques et avoir su s'adapter à des demandes parfois originales de collage et d'usinage.

J'adresse tous mes remerciements à l'ensemble du laboratoire LMC grâce auquel je me suis sentie « comme chez moi » durant ces trois années. Je souhaite tout particulièrement remercier Catherine pour son soutien moral, Jean-Louis, notre correspondant Excel, pour avoir soulevé des problématiques à l'origine de ma venue et son coaching au badminton et, enfin, Nicolas T. pour ses conseils et m'avoir permis de perfectionner mes présentations orales. Merci à Pascal sans qui je n'aurais pu avoir cette magnifique parure de « bijoux » et pour ses discussions passionnées autour du dessin, du parapente, du modélisme et tant d'autres... Je remercie François et Sylvain pour avoir levé certains mystères entourant Linux et leur aide sous Cast3M. Un grand merci également à Patrick G. et Jean-Phi pour leur aide à l'instrumentation des essais et collage des jauges ; leur savoir faire fut bien utile. Je remercie aussi Tristan pour sa formation au microscope numérique et Evelyne pour sa formation au MEB. Je tiens à remercier Anne-Marie pour ses observations au MO et sa précieuse aide au polissage des échantillons. Merci également à Denis pour ses conseils avisés sur la soutenance de thèse. Bien évidemment, j'adresse mes remerciements aux autres membres du laboratoire qui ont chacun, à leur façon, contribué à rendre



ses années agréables : Gaëlle, ancienne du labo qui a partagé son expérience dès mon arrivée, Laurence Q., Sophie, Amaury, qui a supporté tant de matinées RTL2 sans protester, ...  
Sans oublier bien sûr les collègues et amis de LECP pour avoir apporté leur bonne humeur, leur déguisements ripauliens, et m'avoir accepté parmi les leurs en de nombreuses occasions.

Durant ces longues années, j'ai pu réaliser de nombreux séjours au laboratoire du SIMaP pour améliorer mes connaissances en modélisation. Je tiens à remercier l'équipe du SIMaP pour leur accueil et, plus particulièrement, Marc, Aymen et Dery avec qui j'ai pu avoir des échanges très intéressants.

Ces trois années n'auraient pas été aussi agréables sans la présence des non-permanents du centre (thésards, post-docs, stagiaires, CDD...) et de l'association Asthéroid, dont la présidence fut pour moi une expérience forte enrichissante personnellement. Je tiens donc à adresser un énorme remerciement aux amies et amis rencontrés durant cette expérience de thèse : Maud, dont j'ai eu le grand plaisir de partager le bureau près de 3 ans (hé oui fallait le faire !), Tiffany, toujours présente dans les moments difficiles, Vincent, Thomas, les 3 Guillaume, Damien, Fabien, Kevin, Martin, Chris, Bastien, Juliette, Yann,... et bien d'autres encore. Leur bonne humeur dans les instants les plus stressants fut d'un grand réconfort. Sans oublier le mémorable créneau d'ultimate du vendredi midi qui restera un fort moment sportif !

Enfin, je remercie ma famille, mes parents et ma sœur, pour leur soutien au cours de ma soutenance. Merci à mon oncle Jean-Pierre pour m'avoir donné goût aux sciences lors de discussions passionnées et m'avoir guidé sur la voie du doctorat. Et merci à Mathieu pour son soutien, sa compréhension et sa patience, dieu sait qu'il en fallait.

# TABLE DES MATIERES

---

<b>PRESENTATION GENERALE .....</b>	<b>11</b>
<b>CHAPITRE I.....</b>	<b>15</b>
<b>ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>15</b>
<b>I. ELABORATION DES REVETEMENTS PROJETES PLASMA.....</b>	<b>16</b>
I.1 PRINCIPE DE LA PROJECTION PLASMA.....	16
I.2 MICROSTRUCTURE .....	17
I.3 PREPARATION DE SURFACE ET MECANISMES D'ADHESION .....	18
I.3.1 Mécanismes d'adhésion.....	18
I.3.2 Les techniques de préparation de surface .....	20
I.3.3 Rugosité de surface.....	21
I.4 CONTRAINTES RESIDUELLES .....	22
I.4.1 Contributions des contraintes résiduelles .....	22
I.4.2 Méthodes de mesure.....	24
<b>II. CARACTERISATION DES PROPRIETES D'ADHERENCE .....</b>	<b>27</b>
II.1 ADHERENCE .....	27
II.2 MECANIQUE ELASTIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE .....	28
II.2.1 Matériau homogène.....	28
II.2.2 Bi-matériau.....	30
II.3 ESSAIS DE CARACTERISATION DE L'AMORÇAGE .....	34
II.3.1 En mode I.....	34
II.3.2 En mode II.....	37
II.3.3 En mode mixte I/II.....	40
II.4 ESSAIS DE CARACTERISATION DE LA PROPAGATION.....	40
II.4.1 En mode I.....	41
II.4.2 En mode II.....	43
II.4.3 En mode mixte I/II.....	45
II.5 ESSAIS D'ADHERENCE APPLICABLES A L'ETUDE DES REVETEMENTS PLASMA.....	49
<b>III. MODELISATION DE LA RUPTURE INTERFACIALE ET ANALYSE PAR ELEMENTS FINIS .....</b>	<b>51</b>
III.1 APPROCHES GLOBALES .....	51
III.2 APPROCHES LOCALES .....	51
III.3 MODELES DE ZONES COHESIVES.....	52
III.3.1 Les différents modèles de zones cohésives.....	52
III.3.2 Loi bilinéaire .....	54
III.3.3 Critères d'amorçage de l'endommagement .....	56
III.3.4 Critères de rupture.....	57
III.3.5 Les problèmes numériques.....	58
III.3.6 Calibration des paramètres de la loi cohésive.....	60
<b>IV. SYNTHESE.....</b>	<b>61</b>

## **CHAPITRE II..... 63**

### **MATERIAUX DE L'ETUDE..... 63**

<b>I.</b>	<b>LES DIFFERENTS ENSEMBLES REVETEMENT/SUBSTRAT ETUDIES .....</b>	<b>64</b>
I.1	LES SYSTEMES MULTICOUCHES REVETUS PAR PROJECTION PLASMA AU CEA LE RIPULT .....	64
I.2	LES ENSEMBLES ETUDIES DANS LE CADRE DE LA THESE.....	65
I.2.1	Empilement n°1 .....	65
I.2.2	Empilement n°2.....	66
<b>II.</b>	<b>CARACTERISATION MECANIQUE ET PREPARATION DE SURFACE DES SUBSTRATS .....</b>	<b>68</b>
II.1	COMPORTEMENT MECANIQUE DES SUBSTRATS .....	68
II.1.1	Protocole expérimental .....	68
II.1.2	Comparaison des deux substrats .....	69
II.2	PREPARATION DE SURFACE ET RUGOSITE DES SUBSTRATS .....	70
II.2.1	Mesure de rugosité.....	70
II.2.2	Sans sous-couche d'accroche .....	70
II.2.3	Avec sous-couche d'accroche réalisée par projection pneumatique .....	70
<b>III.</b>	<b>CARACTERISATION DES REVETEMENTS PROJETES PLASMA .....</b>	<b>73</b>
III.1	ELABORATION PAR PROJECTION PLASMA.....	73
III.1.1	Machine à projeter .....	73
III.1.2	Réalisation des dépôts sur substrat .....	73
III.1.3	Réalisation des dépôts autoportés.....	74
III.2	MICROSTRUCTURE DES DEUX DEPOTS PLASMA .....	75
III.2.1	Revêtement céramique .....	75
III.2.2	Revêtement métallique .....	75
III.3	CONTRAINTES RESIDUELLES D'ELABORATION.....	76
III.3.1	Revêtement céramique .....	76
III.3.2	Revêtement métallique .....	76
III.3.3	Comparaison des deux revêtements .....	77
III.4	COMPORTEMENT MECANIQUE DES REVETEMENTS PLASMA .....	78
III.4.1	Revêtement céramique .....	78
III.4.2	Revêtement métallique .....	80
<b>IV.</b>	<b>SYNTHESE.....</b>	<b>84</b>

## **CHAPITRE III..... 87**

### **METHODOLOGIE POUR L'IDENTIFICATION ET LA VALIDATION DU MODELE COHESIF DE L'INTERFACE .....**

### **87**

<b>I.</b>	<b>DEMARCHE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE COUPLEE.....</b>	<b>88</b>
I.1	DEMARCHE GENERIQUE .....	88
I.2	DEMARCHE ADAPTEE AUX SPECIFICITES DE L'EMPILEMENT N°2 .....	89
I.3	DEMARCHE ADAPTEE AUX SPECIFICITES DE L'EMPILEMENT N°1 .....	90
<b>II.</b>	<b>ESSAIS SERVANT A L'IDENTIFICATION DES PARAMETRES DE LA LOI D'INTERFACE .....</b>	<b>91</b>
II.1	MESURE D'UN CRITERE D'ADHERENCE EN CONTRAINTE .....	91
II.1.1	Essai de traction.....	91
II.1.2	Essai de cisaillement bi-entaillé.....	94
II.2	MESURE D'UNE ENERGIE DE PROPAGATION.....	97
II.2.1	Essai de clivage en coin.....	97
II.2.2	Essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée.....	101
II.2.3	Essai four point bend End Notched Flexure (4-ENF) .....	104

<b>III.</b>	<b>ESSAIS DE VALIDATION .....</b>	<b>108</b>
III.1	ESSAI DE FLEXION AVEC ENTAILLE DECALEE .....	108
III.2	ESSAI DE TRACTION-PELAGE.....	109
III.2.1	Diamètre réduit d'haltère.....	109
III.2.2	Plot collé sur substrat incurvé.....	109
<b>IV.</b>	<b>MODELISATION DES ESSAIS D'ADHERENCE AVEC LES MZC.....</b>	<b>111</b>
IV.1	MODELE DE ZONES COHESIVES CHOISI.....	111
IV.1.1	Loi de Traction-Séparation.....	111
IV.1.2	Insertion dans le modèle.....	112
IV.1.3	Type d'éléments.....	113
IV.2	GEOMETRIE DES MODELES.....	113
IV.2.1	Conditions aux limites.....	113
IV.2.2	Gestion des contacts .....	115
IV.2.3	Modélisation des entailles .....	115
IV.2.4	Prise en compte des contraintes résiduelles.....	116
IV.3	EXPLOITATION DES RESULTATS NUMERIQUES.....	116
IV.3.1	Mesure des forces de réaction.....	116
IV.3.2	Longueur de process zone.....	118
IV.3.3	Calcul de la mixité modale $\Psi^*$ .....	120
IV.4	ETUDE PARAMETRIQUE .....	122
IV.4.1	Raideur initiale K .....	122
IV.4.2	Paramètre de régularisation visqueuse.....	123
IV.4.3	Influence de la taille de maille.....	124
<b>V.</b>	<b>CONCLUSION PARTIELLE .....</b>	<b>127</b>

**CHAPITRE IV.....129**  
**EMPILEMENT « REVETEMENT CERAMIQUE / SUBSTRAT CERAMIQUE » .....129**

<b>I.</b>	<b>ESTIMATION DE L'OUVERTURE CRITIQUE A RUPTURE BASEE SUR LES RESULTATS EXPERIMENTAUX.....</b>	<b>130</b>
I.1	ESSAI DE TRACTION.....	130
I.2	ESSAI DE FLEXION 4 POINTS SUR EPROUVETTE ENTAILLEE .....	131
I.2.1	Propagation asymétrique .....	131
I.2.2	Propagation symétrique .....	132
I.3	ESTIMATION DE L'OUVERTURE CRITIQUE .....	133
<b>II.</b>	<b>IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE EN MODE I.....</b>	<b>134</b>
II.1	RESULTATS EXPERIMENTAUX .....	134
II.2	RESULTATS NUMERIQUES .....	134
II.2.1	Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage.....	134
II.2.2	Courbes de chargement .....	135
II.2.3	Profil de contraintes à l'interface.....	135
II.2.4	Scénario de rupture.....	136
II.2.5	Vérification du critère d'amorçage et de rupture.....	138
<b>III.</b>	<b>IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE EN MODE II .....</b>	<b>139</b>
III.1	RESULTATS EXPERIMENTAUX EN MODE II : ESSAI DE CISAILLEMENT BI-ENTAILLE.....	139
III.1.1	Essais valides.....	139
III.1.2	Essais invalides .....	140
III.1.3	Bilan des essais .....	141

III.2	RESULTATS NUMERIQUES : CAS IDEAL DE RUPTURE ADHESIVE .....	141
III.2.1	Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage.....	142
III.2.2	Courbes de chargement .....	142
III.2.3	Profil de contraintes à l'interface.....	143
III.2.4	Scénario de rupture.....	144
III.2.5	Vérification du critère d'amorçage et de rupture.....	145
III.3	RESULTATS NUMERIQUES : PRISE EN COMPTE DES DEFAUTS DE PREPARATION.....	145
III.3.1	Champ de contraintes dans les éprouvettes défectueuses .....	146
III.3.2	Courbes de chargement .....	146
III.3.3	Scénario de rupture.....	147
III.4	BILAN DES SIMULATIONS.....	150
<b>IV.</b>	<b>VERIFICATION DE L'OUVERTURE A RUPTURE A PARTIR DE L'ESSAI DE FLEXION 4 POINTS.....</b>	<b>151</b>
IV.1	RESULTATS NUMERIQUES : CAS D'UNE PROPAGATION SYMETRIQUE.....	151
IV.1.1	Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage.....	151
IV.1.2	Courbes de chargement .....	151
IV.1.3	Scénario de rupture.....	152
IV.1.4	Vérification du critère d'amorçage et de rupture.....	154
IV.1.5	Mixité modale .....	154
IV.1.6	Bilan des simulations .....	155
IV.2	RESULTATS NUMERIQUES : CAS D'UNE PROPAGATION ASYMETRIQUE .....	155
IV.2.1	Hypothèses de calculs .....	155
IV.2.2	Courbes de chargement .....	156
<b>V.</b>	<b>VALIDATION DE LA LOI D'INTERFACE EN MODE MIXTE .....</b>	<b>158</b>
V.1	ESSAI DE FLEXION 4 POINTS AVEC ENTAILLE DECALEE.....	158
V.1.1	Résultats expérimentaux .....	158
V.1.2	Résultats numériques.....	159
V.2	ESSAI DE TRACTION-PELAGE.....	161
V.2.1	Résultats expérimentaux .....	161
V.2.2	Résultats numériques.....	161
<b>VI.</b>	<b>PRISE EN COMPTE DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE REVETEMENT PROJETE PLASMA. 167</b>	
VI.1	SIMULATION DES EFFETS DE TREMPÉ DANS LE REVETEMENT.....	167
VI.2	INFLUENCE DES CONTRAINTS RESIDUELLES SUR UN CHARGEMENT MECANIQUE DE TRACTION 167	
<b>VII.</b>	<b>CONCLUSION PARTIELLE .....</b>	<b>169</b>

## **CHAPITRE V..... 171**

### **EMPILEMENT « REVETEMENT METALLIQUE / SOUS-COUCHE POLYMERE / SUBSTRAT CERAMIQUE »..... 171**

<b>I.</b>	<b>IDENTIFICATION DE LA LOI D'INTERFACE EN MODE I.....</b>	<b>172</b>
I.1	RESULTATS EXPERIMENTAUX DES ESSAIS EN MODE I.....	172
I.1.1	Essai de clivage en coin.....	172
I.1.2	Essai de traction.....	174
I.1.3	Bilan des résultats expérimentaux .....	175
I.2	IDENTIFICATION DE L'ENERGIE D'ADHERENCE EN MODE I.....	175
I.2.1	Résultats numériques.....	175
I.2.2	Mixité modale .....	178
I.3	IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE DE TRACTION .....	179
I.3.1	Résultats numériques.....	179

I.4	BILAN.....	183
<b>II.</b>	<b>IDENTIFICATION DE LA LOI D'INTERFACE EN MODE II .....</b>	<b>184</b>
II.1	RESULTATS EXPERIMENTAUX DES ESSAIS EN MODE II.....	184
II.1.1	Essai 4-ENF .....	184
II.1.2	Essai de cisaillement bi-entaillé.....	187
II.1.3	Bilan des résultats expérimentaux .....	188
II.2	IDENTIFICATION DE L'ENERGIE D'ADHERENCE EN MODE II .....	188
II.2.1	Résultats numériques.....	189
II.2.2	Mixité modale.....	192
II.2.3	Influence du type de montage : comparaison montage articulé/montage guidé.....	192
II.3	IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE DE CISAILLEMENT .....	193
II.3.1	Résultats numériques.....	194
II.4	BILAN.....	197
<b>III.</b>	<b>VALIDATION DE LA LOI D'INTERFACE EN MODE MIXTE .....</b>	<b>198</b>
III.1	RESULTATS DE L'ESSAI DE FLEXION 4 POINTS.....	198
III.1.1	Estimation de l'énergie d'adhérence en mode mixte.....	198
III.1.2	Résultats expérimentaux et numériques : cas de l'entaille centrée .....	200
III.1.3	Résultats expérimentaux et numériques : cas de l'entaille décalée .....	204
III.1.4	Mixité modale.....	207
III.2	RESULTATS DE L'ESSAI PLOT COLLE SUR SUBSTRAT INCURVE .....	208
III.2.1	Résultats expérimentaux .....	208
III.2.2	Résultats numériques du modèle axisymétrique plan.....	209
III.2.3	Résultats numériques du modèle axisymétrique incurvé.....	214
III.3	BILAN.....	216
<b>IV.</b>	<b>IDENTIFICATION D'UNE LOI <math>G(\Psi^*)</math>.....</b>	<b>217</b>
<b>V.</b>	<b>PRISE EN COMPTE DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE REVETEMENT PROJETE PLASMA. 218</b>	
V.1	EFFET DE L'AMPLITUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES.....	218
V.2	SIMULATION DES EFFETS DE TREMPÉ DANS LE REVETEMENT.....	220
V.2.1	Calibration du champ de température appliqué.....	220
V.2.2	Profil de contrainte dans l'épaisseur d'une plaque.....	221
V.3	EFFETS DES CONTRAINTES RESIDUELLES SUR UN CHARGEMENT MECANIQUE DE TRACTION....	222
<b>VI.</b>	<b>CONCLUSION PARTIELLE .....</b>	<b>225</b>

**CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....227**

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....231**

**ANNEXES .....244**

ANNEXE 1 :	CALCULS DES CONTRAINTES ET DEFORMATIONS AU COURS D'UN ESSAI DE FLEXION 4 POINTS.	246
ANNEXE 2 :	CARACTERISATION MECANIQUE DE LA SOUS-COUCHE POLYMERE.....	247
ANNEXE 3 :	CALCUL DU MODULE ELASTIQUE EFFECTIF $E_{EFF}$ DE LA POUTRE COMPOSITE .....	252
ANNEXE 4 :	SUIVI DE L'AVANCEE DE FISSURE A L'AIDE DE JAUGES DE DEFORMATION .....	253
ANNEXE 5 :	ANALYSE DU SAUT DE SOLUTION SELON LA CONFIGURATION DE TRACTION.....	256
ANNEXE 6 :	ESSAI DE FLEXION 4 POINTS AVEC ENTAILLE CENTREE : CAS DE PROPAGATION ASYMETRIQUE	258

**LISTE DES FIGURES .....261**

**LISTE DES TABLEAUX.....267**



## PRESENTATION GENERALE

Face aux enjeux industriels, la réalisation de revêtements constitue une des solutions couramment employée afin d'apporter de nouvelles fonctionnalités (barrière thermique, protection contre l'usure ou une atmosphère oxydante, propriété optique, propriété électrique,...) aux matériaux de l'aéronautique, de l'automobile, de la micro-électronique ou encore du biomédical. A ces fins, de multiples procédés industriels existent et sont choisis selon divers critères : le type de matériaux constituant le revêtement, le coût, la topologie de la pièce à revêtir, l'épaisseur souhaitée, les caractéristiques mécaniques attendues... Parmi eux on distinguera les procédés de déposition par voie physique (PVD) ou chimique (CVD), ou bien les procédés de projection thermique, dont la projection par plasma d'arc soufflé. En raison de ses nombreux avantages, cette dernière technique est couramment adoptée.

Néanmoins, sous l'effet des sollicitations et des contraintes rencontrées en service, les pièces revêtues et les structures multicouches sont assujetties à de multiples mécanismes de défaillance : rupture adhésive, écaillage, délaminage... Il s'ensuit une perte de fonction du revêtement. Nous concevons parfaitement que l'écaillage d'une barrière thermique en céramique, déposée par évaporation EB-PVD, sur une aube de turbine, visible sur la Figure 0- 1, entraîne une vulnérabilité du matériau sous-jacent.

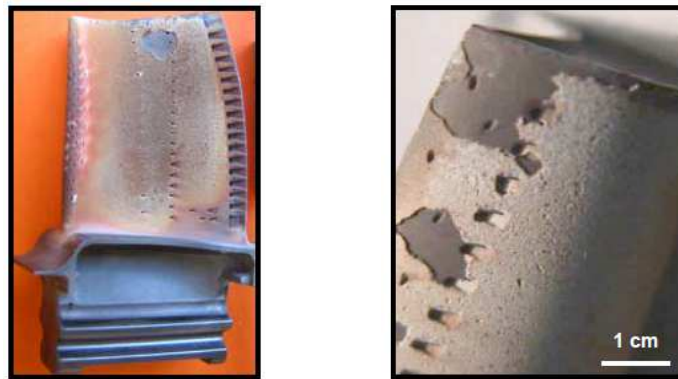


Figure 0- 1 : Ecaillage de barrières thermiques sur une aube de turbine [THE07]

Pour garantir l'intégrité d'une structure multicouche, les propriétés d'adhérence des revêtements sur leur substrat doivent être optimisées, selon l'application visée. C'est dans ce contexte que s'inscrit notre étude.

Dans le cadre des besoins du CEA Le Ripault, la tenue mécanique de divers systèmes revêtement/substrat, dont les revêtements sont réalisés par projection plasma sur le centre, est étudiée. Notamment, cette étude porte sur deux assemblages constitués d'un revêtement projeté plasma, l'un céramique et l'autre métallique, sur un substrat fragile en céramique, schématisés sur la Figure 0- 2.



Figure 0- 2 : Schéma des empilements étudiés



---

L'un des objectifs de ce travail est donc de caractériser et de quantifier l'adhérence des revêtements projetés plasma aux moyens d'essais mécaniques. Classiquement, les essais d'adhérence sont largement développés pour l'étude de l'adhérence de joints collés [MOR13] ou de composites stratifiés [VAN11] [PRO07], pour lesquels la littérature est plutôt féconde. Plus récemment, ils sont adaptés à l'étude de l'adhérence de revêtements céramiques sur substrats ductiles, pour des applications de type barrières thermiques par exemple [LIU05] [THE07] [VAU13]. Cependant, les applications à des revêtements projetés plasma sur des substrats à caractère fragile restent relativement rares en raison des risques de rupture cohésive demeurants au sein de ce dernier. La grande fragilité des substrats et des revêtements, impliqués dans notre étude, représente donc des difficultés supplémentaires à la mise en œuvre des essais d'adhérence existants. Afin de prévenir la rupture cohésive du substrat, les essais nécessitent un effort d'adaptation tenant compte des contraintes dimensionnelles et matérielles imposées par l'assemblage. Cela constitue la principale originalité de ce travail. Le substrat du premier multicouche présente la particularité d'être extrêmement fragile et très peu déformable, ce qui limite fortement le choix en essais d'adhérence. En revanche, le substrat du second système présente une déformabilité légèrement plus importante, permettant l'application d'un plus grand nombre d'essais.

Par ailleurs, afin de caractériser intégralement l'adhérence de l'interface, différents modes de sollicitation sont balayés à travers la réalisation de différents essais d'adhérence judicieusement choisis : traction, cisaillement bi-entaillé, clivage en coin, flexion 4 points sur éprouvette entaillée, four-point bend End Notched Flexure test (4-ENF),...

Le second objectif réside dans la prédiction du mécanisme de fissuration interfaciale dans une structure multicouche, par le biais de méthodes numériques. Afin de garantir la tenue mécanique des assemblages, l'amorçage ainsi que la propagation de fissures interfaciales sont modélisés par l'intermédiaire des Modèles de Zones Cohésives (MZC), sous le code éléments finis ABAQUS. Une loi cohésive de type bilinéaire est choisie pour décrire le comportement à rupture de l'interface d'intérêt. La question de la calibration des paramètres de la loi cohésive adaptée à nos interfaces se pose donc. Pour cela, une stratégie d'identification par méthode inverse de la loi d'interface est proposée : chaque paramètre est calibré de sorte que les réponses macroscopiques numériques rendent compte des résultats expérimentaux, pour chacun des essais d'adhérence préalablement sélectionnés. Ainsi, la démarche expérimentale et numérique couplée permet d'obtenir des scénarios de rupture conformes aux observations expérimentales et d'évaluer l'intégrité de la structure soumise à une sollicitation thermique ou mécanique donnée.

L'ensemble des résultats présentés dans ce manuscrit, structuré en cinq chapitres, s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire SIMaP de Grenoble et le CEA Le Ripault.

Les principales propriétés des revêtements réalisés par projection plasma sont détaillées dans le premier chapitre. Tout d'abord, le procédé d'élaboration ainsi que les mécanismes à l'origine de l'adhésion de ces revêtements y sont présentés.

Les concepts de la mécanique de la rupture indispensables à la bonne compréhension de l'étude sont également exposés. Un état de l'art des essais d'adhérence rencontrés dans la littérature est dressé afin d'en préciser les avantages, les limitations et leur applicabilité. Cette synthèse permettra de faciliter le choix en essais d'adhérence les plus appropriés à notre étude.

Les différentes approches numériques existantes pour la modélisation du mécanisme de fissuration interfaciale sont mentionnées dans ce chapitre. Parmi elles, les modèles de zones cohésives semblent a priori les plus adaptés à notre étude. Les difficultés liées à leur utilisation y sont mentionnées.

Le deuxième chapitre est dédié à la description des deux assemblages étudiés, en mettant l'accent sur les propriétés de l'interface et les préparations de surface des substrats. Chaque matériau constitutif, revêtement et

substrat, est caractérisé indépendamment pour connaître les propriétés mécaniques nécessaires à l'implémentation des modèles numériques et l'application des formules analytiques.

La démarche expérimentale et numérique couplée pour la calibration des paramètres de la loi cohésive fait l'objet d'un troisième chapitre. Elle s'appuie sur la réalisation d'essais d'adhérence judicieusement sélectionnés selon les spécificités des assemblages. Les conditions opératoires et les modifications géométriques des éprouvettes adoptées pour satisfaire les conditions de réalisation des essais sont précisées. Les essais d'adhérence, sollicitant l'interface sous un mode pur (I ou II), servent généralement à l'identification des paramètres, alors que les essais sollicitant l'interface sous un mode mixte (I/II) sont qualifiés d'essais de validation.

La rupture adhésive survenant au cours des essais d'adhérence est modélisée à l'aide des MZC. Les outils numériques nécessaires à la réalisation de ces modèles sont spécifiés dans ce chapitre. Par ailleurs, l'utilisation des MZC requiert un choix rigoureux des paramètres tels que la raideur initiale, la taille des éléments, le paramètre de régularisation visqueuse... Une étude paramétrique est donc accomplie afin de définir les paramètres adéquats au bon déroulement des calculs.

Le quatrième chapitre expose les résultats issus de la stratégie d'identification des paramètres de la loi cohésive appliquée à l'étude du premier empilement relatif au revêtement céramique projeté plasma. Les résultats expérimentaux et numériques associés à chaque essai d'adhérence sont mis en regard. Face à la difficulté de réalisation des essais d'adhérence sur ce multicouche, une hypothèse supplémentaire est faite et un critère de rupture en déplacement est choisi pour le modèle d'interface. La modélisation via les MZC apporte une meilleure compréhension concernant certains cas particuliers de rupture rencontrés expérimentalement.

Dans le dernier chapitre sont relatés les résultats relatifs au second empilement constitué d'un revêtement métallique projeté plasma. La même démarche d'identification est appliquée à la différence que le critère de rupture choisi est, cette fois, un critère énergétique, en raison du plus grand nombre d'essais d'adhérence disponibles. Une loi phénoménologique décrivant l'évolution de l'énergie d'adhérence de l'interface en fonction de la mixité modale pourra même être proposée. Finalement, l'influence de la prise en compte des contraintes résiduelles dans le revêtement, inhérentes au procédé d'élaboration, sera étudiée.

Une conclusion générale relatera les principaux résultats obtenus sur les deux assemblages étudiés et dégagera des perspectives d'amélioration de la démarche couplée.



---

# CHAPITRE I

## ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

---

Ce chapitre bibliographique a pour objectif de décrire, dans un premier temps, l'élaboration des revêtements par le procédé de projection plasma et les caractéristiques microstructurales et mécaniques qui en découlent. Les phénomènes décrits sont indispensables à une bonne compréhension des résultats.

Les moyens de caractérisation de l'adhérence d'interfaces seront largement évoqués. Les essais les plus adaptés à l'étude de revêtements élaborés par projection plasma seront mis en évidence en spécifiant les avantages et limitations associés.

Enfin, la dernière partie abordera les méthodes numériques, par éléments finis, permettant de décrire la rupture interfaciale de revêtements sur leur substrat. Parmi eux, les modèles de zones cohésives, qui semblent a priori les plus adaptés à notre étude, seront particulièrement détaillés.

### SOMMAIRE

---

<b>I.</b>	<b>ELABORATION DES REVETEMENTS PROJETES PLASMA.....</b>	<b>16</b>
I.1	PRINCIPE DE LA PROJECTION PLASMA .....	16
I.2	MICROSTRUCTURE .....	17
I.3	PREPARATION DE SURFACE ET MECANISMES D'ADHESION .....	18
I.4	CONTRAINTES RESIDUELLES .....	22
<b>II.</b>	<b>CARACTERISATION DES PROPRIETES D'ADHERENCE .....</b>	<b>27</b>
II.1	ADHERENCE.....	27
II.2	MECANIQUE ELASTIQUE LINEAIRE DE LA RUPTURE .....	28
II.3	ESSAIS DE CARACTERISATION DE L'AMORÇAGE.....	34
II.4	ESSAIS DE CARACTERISATION DE LA PROPAGATION .....	40
II.5	APPLICABILITE DES ESSAIS D'ADHERENCE AUX REVETEMENTS PROJETES PLASMA .....	49
<b>III.</b>	<b>MODELISATION DE LA RUPTURE INTERFACIALE ET ANALYSE PAR ELEMENTS FINIS .....</b>	<b>51</b>
III.1	APPROCHES GLOBALES.....	51
III.2	APPROCHES LOCALES.....	51
III.3	MODELES DE ZONES COHESIVES.....	52
<b>IV.</b>	<b>SYNTHESE.....</b>	<b>61</b>

---

---

## I. Elaboration des revêtements projetés plasma

---

La projection plasma permet de revêtir des pièces de formes complexes, à un coût raisonnable. Ceci tout en ayant l'opportunité de projeter des matériaux de tous types, même réfractaires, grâce aux très hautes températures considérées. Ce procédé a été adopté au CEA Le Ripault pour la réalisation des deux revêtements céramique et métallique étudiés.

Pour l'étude de l'adhérence des revêtements plasma, une bonne compréhension des propriétés mécaniques des revêtements et des mécanismes d'adhésion qui entrent en jeu est nécessaire. C'est pourquoi cette partie s'attache à décrire le procédé de projection et les caractéristiques particulières des revêtements qui en découlent, à savoir la microstructure, les propriétés mécaniques et les contraintes internes.

---

### I.1 Principe de la projection plasma

La projection plasma d'arc soufflé consiste à utiliser un jet plasma comme source de chaleur (transfert thermique) et de vitesse (transfert de quantité de mouvement) pour le transport et l'étalement des particules à projeter sur le substrat.

Une torche plasma, dont le fonctionnement est représenté sur la Figure I- 1, est constituée de deux électrodes concentriques. Un arc électrique de forte intensité est généré entre l'anode et la cathode, amorcé par une décharge haute fréquence, provoquant l'ionisation du gaz plasmagène (composé essentiellement d'Argon, d'Hélium ou d'Hydrogène) apporté dans la torche. Ce gaz est ainsi porté à très haute température, de l'ordre de 15000°C à 20000°C au cœur, puis il est conduit dans une tuyère dans laquelle il est accéléré et projeté à grande vitesse en sortie de buse. C'est à l'intérieur de ce jet plasma, fortement énergétique, que le matériau à projeter va être introduit sous forme de poudre, dont la taille des particules varie de 5 à 100  $\mu\text{m}$  dans le cas d'une projection conventionnelle. Le transport des poudres jusque dans le jet plasma est favorisé par l'utilisation d'un gaz porteur, usuellement de l'argon. Les particules sont alors fondues et propulsées à des vitesses de l'ordre de 100  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  à 400  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ . Elles viennent s'étaler et se solidifier quasi-instantanément, à une vitesse de trempe de l'ordre de  $10^6 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$  à  $10^8 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$  [BIA95] [VAR94], sur le substrat à revêtir.

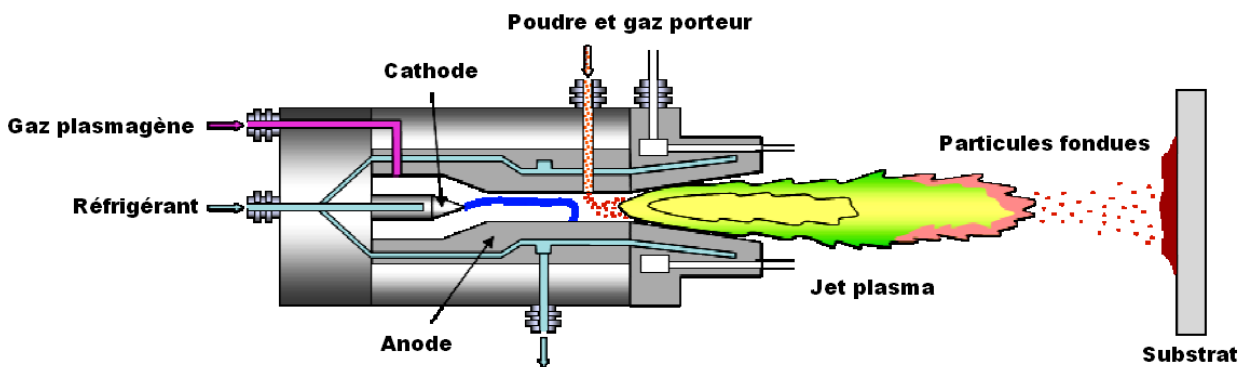


Figure I- 1 : Principe de fonctionnement d'une torche plasma [BAR04]

Plusieurs passages de la torche plasma devant la pièce sont nécessaires afin de former les empilements successifs pour la construction du dépôt. Le nombre, ainsi que la rapidité des passes, permettent de construire des dépôts d'épaisseur contrôlée. Une passe correspond à la projection d'une couche d'épaisseur d'environ 10  $\mu\text{m}$ .

## I.2 Microstructure

Le revêtement plasma est construit par empilement successif de gouttelettes de matériau fondues ou semi-fondues s'étalant sous forme de lamelles lors de l'impact, aussi appelées « splats ». Il présente donc une microstructure dite lamellaire, anisotrope et hétérogène en raison de la disparité des modes d'étalement et de solidification des particules. Par ailleurs, de nombreux défauts dus au procédé de projection plasma sont observables (Figure I- 2) :

- Pores
- Microfissures inter et intra-lamellaires
- Particules infondues
- Formation d'oxydes

La présence de porosité s'explique par un empilement imparfait des splats formant des microcavités ou bien l'emprisonnement de gaz durant la solidification des particules. La porosité de tels dépôts atteint en général un taux compris entre 10 % et 25 %. Le taux de porosité au sein d'un revêtement plasma peut être réduit en améliorant l'étalement des particules les unes sur les autres, et par conséquent en augmentant leur mouillabilité. Pour cela, plusieurs paramètres peuvent être optimisés afin d'améliorer les transferts thermiques jet plasma-particules, tel que l'augmentation du débit de poudre injectée [BAR04]. Un mauvais transfert thermique lors de la projection explique également la présence de particules infondues.

Les microfissures inter et intra-lamellaires sont dues à la contraction thermique des lamelles au cours de leur refroidissement sur le substrat. Elles jouent un rôle essentiel dans la relaxation des contraintes dites « de trempe » pouvant apparaître au sein du dépôt. Ce mécanisme est détaillé au paragraphe I.4. Par ailleurs, un mauvais contact entre les lamelles peut provoquer l'apparition de fissures inter-lamellaires.

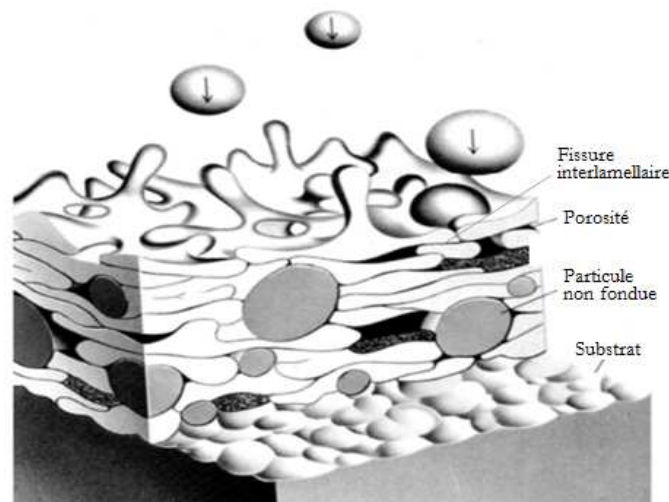


Figure I- 2 : Microstructure et défauts au sein de dépôts plasma [HER88]

De nombreux paramètres de projection influencent la microstructure et donc les propriétés mécaniques associées. En voici une liste non exhaustive :

- La distance projection
- Le débit de la poudre injecté
- L'intensité de la torche
- La vitesse de déplacement de la torche
- La température de chauffage du substrat
- L'atmosphère environnante (sous air, sous vide...)
- L'injecteur (diamètre, angle...)

---

Ces paramètres jouent en particulier sur la qualité d'étalement des « splats » sur le substrat ou sur la couche de dépôt sous-jacente. Ces paramètres sont réglés afin d'obtenir le contact optimal entre la lamelle et son substrat et entre lamelles. Notons par exemple que le préchauffage du substrat a deux effets notoires. D'une part, sur un substrat métallique, il améliore l'étalement des « splats » grâce à l'apparition d'une fine couche d'oxyde en surface [BIA97]. D'autre part, le contact entre lamelles étant amélioré, la connectivité entre les porosités est modifiée et la porosité du revêtement est réduite [KUR95].

Il est évident que la microstructure obtenue après élaboration va jouer un rôle important sur les propriétés mécaniques du revêtement. En effet, la présence des multiples défauts précédemment cités peut entraîner une diminution du module d'Young, de la résistance à rupture et de la ténacité du dépôt, par rapport au matériau dense. Par ailleurs, la structure stratifiée du revêtement lui confère des propriétés anisotropes.

### I.3 Préparation de surface et mécanismes d'adhésion

La microstructure et la qualité du dépôt dépendent de nombreux paramètres liés à la projection, et notamment de la préparation de surface du substrat. Différentes conditions de préparation de surface existent menant à des formes d'interface variées et, de ce fait, à des niveaux d'adhérence variés.

#### I.3.1 Mécanismes d'adhésion

Pour comprendre l'importance de la préparation de surface en amont de la projection plasma et le choix de la technique, il faut avant tout appréhender les mécanismes à l'origine de l'adhésion des particules.

L'adhésion est définie comme un état dans lequel deux surfaces sont maintenues ensemble par des liaisons physico-chimiques s'exerçant à l'interface. Plusieurs phénomènes d'interface sont à l'origine du mécanisme d'adhésion [BAR04], dont les principaux sont les suivants.

#### *Liaisons interatomiques et intermoléculaires*

Des liaisons chimiques interatomiques, dites de forte énergie, peuvent se créer à l'interface entre les deux matériaux si leur affinité chimique le permet [DAR03]. Elles sont de type covalent, métallique, ionique ou mixte. Elles sont de courtes portées et nécessitent donc un contact intime et dépourvu d'impuretés entre les deux surfaces en présence.

Cependant, ces réactions chimiques n'ont pas toujours lieu, ce qui laisse place à la création de liaisons physiques, dites de faible énergie, résultant de forces de Van der Waals ou de liaisons hydrogènes. Ces liaisons intermoléculaires ne peuvent expliquer à elles seules l'adhésion des revêtements sur leur substrat.

#### *Mouillage*

Le mouillage caractérise l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur le solide avec lequel il est mis en contact. Ce phénomène intervient donc lors de l'étalement des particules fondues sur le substrat, au cours de la projection plasma. Une bonne adhésion implique un bon mouillage du substrat [DAR03]. Cette condition est d'autant plus respectée que la tension superficielle du substrat est élevée. Des traitements de surface de nature chimique peuvent être réalisés en vue d'améliorer cette tension superficielle.

L'énergie d'adhésion  $W_{adh}$  est définie via la relation suivante, avec  $\theta$  représentant l'angle de contact du liquide avec le substrat et  $\gamma$  la tension interfaciale :

$$W_{adh} = \gamma(1 + \cos \theta). \quad \text{Equation I- 1}$$

Plus la goutte est étalée sur la surface du substrat, plus l'énergie d'adhésion due au mouillage est conséquente. Le mouillage s'accompagne de forces de Wan der Waals.

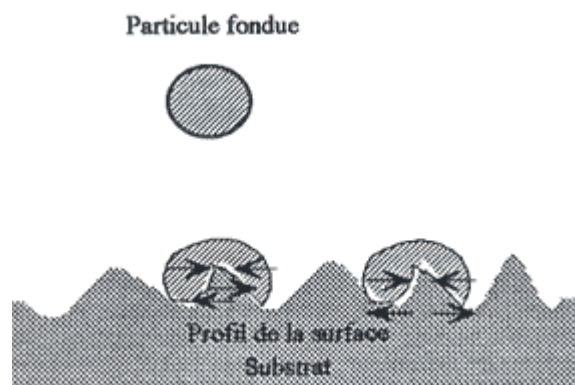
### ***Mécanismes de diffusion***

Des phénomènes de diffusion à l'interface des deux matériaux peuvent apparaître selon leur solubilité mutuelle, laissant ainsi place à une zone de transition. Dans le cas des matériaux polymères, l'interdiffusion se manifeste par l'enchevêtrement des molécules des deux matériaux conduisant à la disparition de l'interface et la formation d'une interphase [DAR03].

Dans le cas des métaux, il peut se former un gradient de composition, voir un alliage d'interface. Ce phénomène nécessite un apport d'énergie suffisant, notamment sous forme de chaleur. Il est donc favorisé par le maintien en température de l'ensemble substrat/revêtement. Lors de la projection plasma, il est fréquent qu'une couche d'oxyde se forme à la surface des substrats métalliques. Cette couche d'oxyde peut être bénéfique à l'adhésion du revêtement ou néfaste si elle est de type fragile. Le préchauffage du substrat contribue en général à la formation d'une couche d'interphase propice à l'étalement des lamelles [BIA97]. Néanmoins, la maîtrise de l'épaisseur de cette couche d'oxyde, par le contrôle de la température de préchauffage et du temps, est nécessaire afin de ne pas atteindre des épaisseurs trop importantes provoquant l'effet inverse en raison d'une couche trop fragile.

### ***Ancrage mécanique***

Le phénomène d'ancrage mécanique résulte de la contraction des lamelles projetées autour des irrégularités de la surface du substrat, durant leur refroidissement (Figure I- 3) [MEL94] [BAR04]. L'adhérence de type mécanique est admise comme le mécanisme prépondérant pour l'adhérence des revêtements réalisés par projection plasma. Sur un substrat lisse ( $R_a < 0,05 \mu\text{m}$ ), les phénomènes de mouillabilité ou de diffusion sont importants, alors que sur un substrat rugueux ( $R_a > 0,5 \mu\text{m}$ ), ils sont relayés au second plan face à la contribution d'origine mécanique [PAT05].



**Figure I- 3 : Ancrage mécanique d'une particule fondue**

Contrairement au cas d'un substrat lisse, l'étalement de la particule sur substrat rugueux est grandement réduit en raison des aspérités. La lamelle présente un aspect déchiqueté. Son épaisseur étant plus grande, son refroidissement est plus lent, menant à un meilleur contact [BIA97]. Bien évidemment, l'ancrage mécanique est étroitement lié à la mouillabilité qui est favorisée par une température de substrat plus élevée, de la même façon que sur substrat lisse. Avec une préchauffe du substrat, les lamelles apparaissent moins compactes et plus ancrées



---

dans les aspérités de surface. Par ailleurs, sur substrat lisse, la lamelle est plus étalée mais seule une portion de la lamelle (environ 10 %) reste réellement adhérente. Ce phénomène a été mis en évidence par Moreau sur la projection de molybdène sur substrat de verre et de molybdène [MOR95]. Tous ces arguments vont en faveur d'une rugosité plus élevée dans le but d'améliorer l'adhérence du revêtement.

L'accroche mécanique est fortement dépendante de la topologie du substrat. De nombreux auteurs ont tentés de corrélérer l'adhérence mécanique à des paramètres caractérisant la rugosité de surface. Ainsi, Cedelle [CED06] a montré que le paramètre de moyenne arithmétique  $R_a$  ne suffisait pas pour établir une corrélation directe. Il a donc introduit un paramètre, nommé Skewness, caractéristique la géométrie des aspérités et auquel l'adhérence mécanique semble corrélée de manière satisfaisante. D'autres suggèrent que la taille des aspérités soit adaptée à la taille des particules projetée, et plus précisément au diamètre, afin d'améliorer l'adhérence [VER11].

Plus généralement, l'augmentation de la rugosité du substrat est enclin à améliorer l'adhérence d'où l'importance du traitement de surface afin de générer la rugosité souhaitée.

### I.3.2 Les techniques de préparation de surface

Selon les mécanismes d'adhésion entrant en jeu, la surface du substrat est préparée de manière spécifique. Si les deux matériaux présentent une bonne affinité chimique, des traitements chimiques permettant l'éradication des impuretés seront préférés. Des traitements de type mécanique seront privilégiés pour accroître l'adhérence de revêtements projetés plasma. Ce paragraphe traite des différentes techniques de préparation de surface existantes.

#### ***Préparation chimique***

Le nettoyage par solvant permet d'éliminer les contaminants à la surface du substrat tels que les corps gras ou les poussières. Il fait appel au pouvoir dissolvant des solvants de type chloré, les hydrocarbures ou les dérivés oxygénés.

L'attaque acide, appelée également décapage, est une autre méthode de préparation de surface par voie chimique [VER11]. Elle résulte de la dissolution partielle du métal à l'aide d'un acide (sulfurique, chlorhydrique, phosphorique...) provoquant une réaction chimique en surface. L'acide s'attaque préférentiellement à certains composés de la surface, créant ainsi une rugosité en générale moins désordonnée que celle créée mécaniquement. Cette technique est suivie d'une étape de neutralisation de l'acide. Elle permet l'élimination de couches d'oxydes fragilisées ou de tout autre polluant en surface.

#### ***Préparation mécanique***

Dans le but d'améliorer l'adhérence par ancrage mécanique des revêtements projetés plasma, des traitements mécaniques de la surface sont appliqués. On notera par exemple l'abrasion qui consiste à frotter manuellement ou mécaniquement la surface du substrat avec un papier abrasif.

Le sablage est également une technique mécanique qui consiste à projeter des particules, sous une certaine pression, sur la surface de la pièce à revêtir. Elles érodent la surface lors de l'impact et augmentent ainsi sa rugosité. Des grains de corindon ( $Al_2O_3$ ), reconnus pour leur grande dureté, sont généralement utilisés à cet effet. La rugosité de surface dépend notamment de la taille de grains abrasifs, dont le diamètre est communément compris entre 300 et 1400  $\mu m$ , et du temps de projection [MEL97]. Elle peut dépasser une moyenne arithmétique  $R_a$  de 10  $\mu m$ . De plus, elle permet un nettoyage complémentaire de la pièce, tel que l'élimination d'oxydes. Cette technique est la plus couramment employée en amont de la projection plasma puisqu'elle permet de contrôler la rugosité et donc d'influer sur l'ancrage mécanique considéré comme le mécanisme d'adhésion prépondérant. Néanmoins, cette technique s'accompagne inévitablement de contraintes mécaniques de compression à la surface de la pièce, pouvant atteindre plusieurs centaines de MPa. Des déformations en flexion sur des substrats de faible épaisseur peuvent même être constatées [VER11].

Une autre technique de traitement mécanique est le polissage. Elle permet de créer une rugosité contrôlée en cas d'études sur l'influence de la rugosité par exemple. Des substrats lisses d'une rugosité inférieure au micromètre, dits polis miroir, peuvent être produits en utilisant une pâte diamantée.

Après abrasion ou sablage, le substrat doit systématiquement être nettoyé pour enlever les résidus de particules de sablage restés incrustés sur la surface et pouvant entraver l'adhérence [MEL97]. Un bain d'ultrason, générant des vibrations haute fréquence, permet de séparer les particules faiblement liées à la surface.

### ***Dépôt d'une sous-couche d'accrochage***

Si l'affinité entre les deux matériaux n'est pas suffisante pour atteindre de bons niveaux d'adhérence, une sous-couche intermédiaire, dite d'accrochage, peut être réalisée. Les matériaux de cette sous couche sont judicieusement choisis afin de présenter une bonne affinité et des mécanismes d'adhésion performants (mouillabilité, liaisons chimiques, diffusion...) avec le substrat et le revêtement final.

Le problème d'adhésion substrat/revêtement est alors reporté au niveau des interfaces substrat/sous-couche et/ou sous-couche/revêtement.

Un autre avantage à l'existence d'une sous-couche est la réduction des discontinuités à l'interface dues aux contraintes thermiques dans le revêtement projeté plasma [HOB87], comme il sera évoqué au paragraphe I.4.1.

### I.3.3 Rugosité de surface

Comme nous l'avons discuté précédemment, la rugosité de surface du substrat apparaît comme un facteur important à considérer dans l'étude de l'adhérence des revêtements projetés plasma. Il convient donc de définir certains paramètres de rugosité qui seront employés par la suite pour la description de l'état de surface.

Le paramètre le plus souvent employé est le paramètre  $R_a$ , nommé moyenne arithmétique, puisqu'il fournit une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité. Il correspond à la moyenne arithmétique entre les pics et les creux successifs, sur une longueur de base donnée  $l$ , c'est-à-dire qu'il représente la moyenne des écarts à la ligne moyenne ( $y = 0$ ) :

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |y(x)| dx. \quad \text{Equation I- 2}$$

Le second paramètre est appelé rugosité totale  $R_{max}$  et représente la distance entre le pic maximal et le creux maximal observée sur le profil.

Enfin,  $R_z$  est la moyenne arithmétique de cinq valeurs de  $R_{max}$ , sur cinq portions de la longueur de base  $l$ .

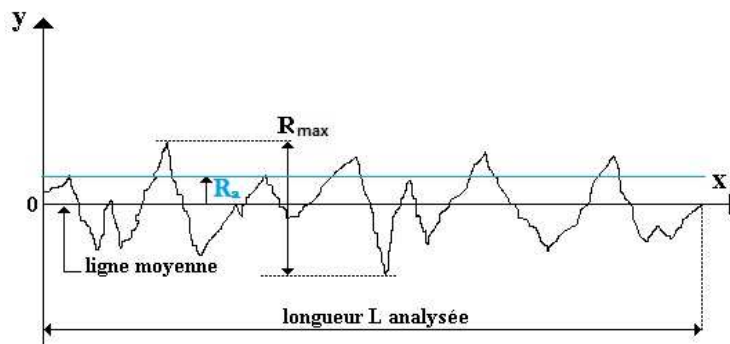


Figure I- 4 : Schématisation des paramètres de rugosité

---

## I.4 Contraintes résiduelles

Suite à la projection plasma, des contraintes résiduelles apparaissent dans la pièce revêtue, en l'absence même de contraintes extérieures. Sous l'effet d'une sollicitation mécanique ou thermique externe, ces contraintes résiduelles s'ajoutent à la contrainte externe.

Selon le signe de ces contraintes résiduelles, à savoir positives en tension et négatives en compression, la contrainte globale à appliquer pour atteindre la rupture du revêtement sera respectivement diminuée ou augmentée. Des contraintes résiduelles en tension sont donc néfastes d'un point de vue de la résistance à la rupture du matériau, alors que des contraintes en compression sont bénéfiques. Les contraintes résiduelles peuvent être préjudiciables aux propriétés mécaniques du revêtement mais également à la tenue de l'interface. C'est pourquoi, il est primordial de pouvoir identifier leur origine et de les quantifier.

### I.4.1 Contributions des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont de diverses origines et sont considérées comme la somme de différentes contributions suivantes :

#### ***Contrainte de trempe***

Suite à leur impact sur le substrat, les gouttelettes projetées se solidifient très rapidement, à une vitesse de refroidissement de l'ordre de  $10^6 \text{ K.s}^{-1}$  à  $10^8 \text{ K. s}^{-1}$  [BIA97], ce qui génère des contraintes appelées contraintes de trempe. En effet, la contraction thermique des lamelles lors de leur refroidissement est entravée par l'adhésion de ces dernières sur le substrat ou sur la couche de dépôt sous-jacente. Les lamelles ne peuvent donc pas se contracter librement. Il s'ensuit des contraintes de tension au sein même de la lamelle. Ces contraintes s'additionnent au fur et à mesure de l'empilement des lamelles. La présence de telles contraintes peut mener à la courbure ou la déformation de la pièce revêtue.

Elles peuvent atteindre théoriquement 100 MPa au sein d'une lamelle, néanmoins les contraintes mesurées expérimentalement sont bien moindres. En effet, divers phénomènes de relaxation interviennent (Figure I- 5), selon la nature du matériau projeté, ce qui a pour avantage de limiter fortement les contraintes de trempe. Des mécanismes de microfissurations verticales intra-lamellaires apparaissent dans le cas de céramiques projetées, et des phénomènes de fluage et de déformation plastique dans le cas de métaux projetés [CLY96] [KUR92]. Les phénomènes de microfissuration étant les plus efficaces, les contraintes de trempe sont d'ordinaire moins importantes dans les revêtements céramiques ( $< 50 \text{ MPa}$ ) que dans les métaux ( $\sim 100\text{-}300 \text{ MPa}$ ) [KUR95]. Un autre mécanisme de relaxation possible est le glissement interlamellaire ou interfacial dû à des contacts imparfaits entre « splats » ou avec le substrat. Ce dernier cas peut traduire une mauvaise adhérence du revêtement sur son substrat. C'est pourquoi il est important de pouvoir limiter ces contraintes au maximum.

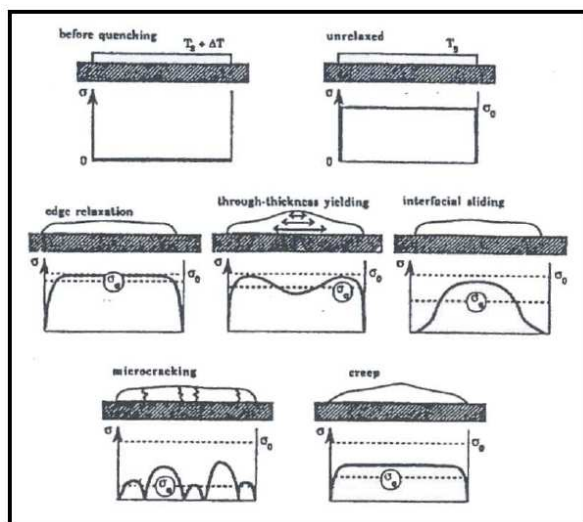


Figure I- 5 : Différents modes de relaxation au sein d'une lamelle [KUR91]

Dans les céramiques, les contraintes de trempe augmentent légèrement avec la température de projection. Cette tendance provient d'une augmentation de la qualité du contact interlamellaire avec la température. En revanche, dans les revêtements métalliques sensibles au fluage, tel que l'aluminium, la contrainte de trempe diminue avec la température de projection [KUR95].

Les contraintes de trempe ne dépendent plus ni de la nature, ni de la topologie du substrat au-delà d'une épaisseur de dépôt de 10 μm [KUR90]. Elles ne dépendent plus que des caractéristiques d'impact de la gouttelette fondue (distance de projection, température du substrat...).

**Contrainte thermique**

Lors de l'étape de refroidissement de la pièce, de la température de projection à la température ambiante, l'écart entre les coefficients de dilation thermique du substrat et du dépôt entraîne une différence de retraits de ces deux couches. Il résulte de cette différence de déformation et de la continuité des déformations à l'interface, un gradient de contraintes thermiques dans l'épaisseur, et donc la mise en flexion du bicouche.

Ces contraintes peuvent être en tension (si  $\alpha_d > \alpha_s$ ) ou en compression (si  $\alpha_d < \alpha_s$ ) au sein du dépôt, selon la nature des deux constituants.

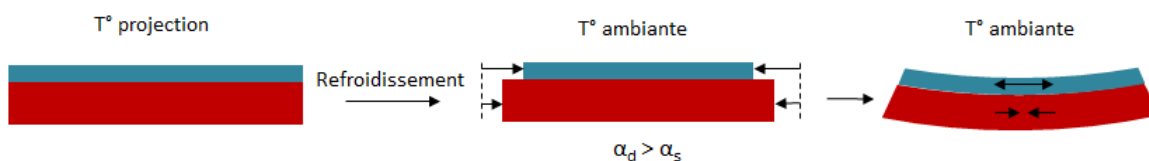


Figure I- 6 : Schématisation de l'apparition des contraintes thermiques en tension dans un bicouche

Elles sont calculées comme étant proportionnelle à la différence des coefficients de dilation thermique et à la variation de température entre l'ambiante et la température de projection, en contraintes planes :

$$\sigma_{th} = E_d (\alpha_d - \alpha_s) \Delta T . \tag{Equation I- 3}$$

---

Pour atténuer ces effets thermiques, une sous-couche de coefficient de dilatation thermique intermédiaire peut être réalisée, ou bien encore une seconde couche peut être déposée à l'identique sur la face opposée du substrat afin de compenser les contraintes induites par la première. Cette dernière solution est fréquemment employée pour les applications optiques.

Les contraintes thermiques peuvent tenter d'être limitées en contrôlant la température du substrat par un système de buses de refroidissement pulvérisant du gaz ou bien encore un système de refroidissement cryogénique. Elles sont fortement dépendantes de la température de projection.

### ***Contrainte structurelle***

Des contraintes d'ordre structurelles peuvent également apparaître si la projection s'accompagne d'une transformation de phase du matériau projeté, ce qui provoque une variation du volume cristallin. C'est le cas par exemple lors de la projection de la zircone, qui passe de la phase quadratique à la phase monoclinique, ou encore de l'alumine qui passe de l'alumine  $\gamma$  à l'alumine  $\alpha$ .

Ce type de contrainte est en général négligeable devant les autres contributions.

### ***Bilan des contraintes résiduelles***

La contrainte résiduelle au sein du revêtement plasma correspond donc à la superposition des différentes composantes précédemment citées. Il est intéressant de noter que les contraintes de trempe sont systématiquement en tension alors que les contraintes d'origine thermique peuvent être en tension ou en compression selon la nature des matériaux en présence. Contrairement à la contrainte de trempe qui évolue faiblement, la contrainte thermique est aisément modulable en fonction de la température de projection. Dans le cas où les contraintes thermiques sont en compression dans le revêtement, il est donc possible d'ajuster la température de projection de manière à rendre globalement nulles les contraintes résiduelles dans le revêtement.

## I.4.2 Méthodes de mesure

### ***Les différentes techniques***

Il existe différentes techniques de mesures, destructives ou non, des contraintes résiduelles induites dans le dépôt. Certaines permettent de mesurer la contrainte résiduelle totale et d'autres de déterminer les composantes de contrainte de trempe et thermique séparément. Voici une liste non exhaustive de ces différentes techniques :

- Méthode du trou incrémental : c'est une méthode destructive permettant de déterminer la répartition en profondeur des contraintes résiduelles. Elle est basée sur la relaxation des contraintes suite à un perçage qui conduit à des déformations mesurées par une rosette de jauges en surface.
- Diffractions des rayons X : c'est une technique non destructive. Les déformations des couches superficielles, plus spécifiquement du réseau atomique, induisent des modifications des paramètres cristallographiques mesurés. Elle est applicable uniquement sur des matériaux ayant une microstructure cristalline. Elle permet de mesurer une contrainte locale en surface (de 10 à 50  $\mu\text{m}$  [CLY96]) mais aussi d'établir un profil en profondeur des contraintes résiduelles par enlèvement de couches successif.
- Méthode de la flèche : c'est une méthode non destructive basée sur le suivi de la courbure de la pièce revêtue au cours de la projection ou a posteriori, conduisant alors à la détermination des contraintes résiduelles globales. L'étude de la courbure pendant la projection (construction du revêtement) et le refroidissement permet de calculer séparément la composante due aux contraintes de trempe et aux contraintes thermiques.

La méthode de la flèche est la méthode qui est utilisée pour la détermination des contraintes résiduelles au sein des revêtements plasma étudiés dans ces travaux. Le dispositif expérimental [BIA97] utilisé pour l'évaluation de la flèche in situ est composé d'un capteur de déplacements LVDT placé au centre de la plaque à revêtir (Figure I-7). L'enregistrement de la déviation centrale permet le calcul de la courbure progressive, notée  $K$ . Dans la littérature, plusieurs formules permettent de relier la variation de courbure durant la phase de projection  $\Delta K_q$  à la valeur de contrainte de trempe  $\sigma_q$ .

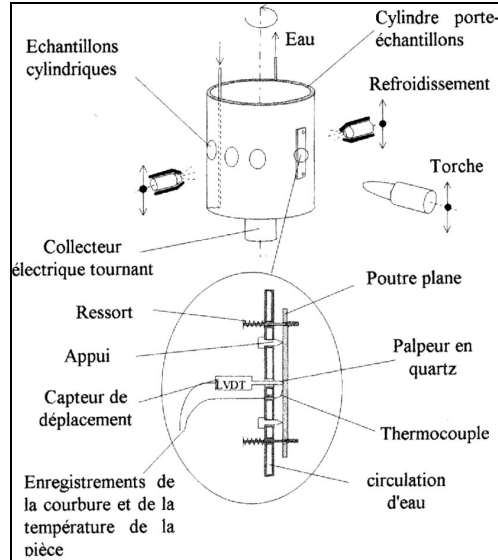


Figure I-7 : Dispositif expérimental pour la mesure in-situ des contraintes par la méthode de la flèche

### Les différentes formules analytiques

La première formule proposée par Stoney [STO09] suppose un dépôt mince sur un substrat épais, et requiert un certain nombre d'hypothèses qui sont les suivantes :

- Matériaux homogènes et isotropes
- Contacts interfaciaux et interlamellaires parfaits
- Matériaux parfaitement élastiques

Dans ces conditions, les contraintes de trempe peuvent être calculées par la formule simplifiée qui suit :

$$\sigma_q = \frac{E_s e_s^2}{6(1-\nu_s) e_d} \Delta K_q. \quad \text{Equation I- 4}$$

Cependant, les revêtements de notre étude, dont l'épaisseur avoisine plusieurs centaines de micromètres, ne respectent pas l'hypothèse de couches minces ( $e_s \gg e_d$ ). Ainsi, Brenner [BRE49] propose une formule semi-empirique pour laquelle l'erreur commise par rapport à la formulation théorique de Stoney n'excède pas quelques pourcents :

$$\sigma_q = \frac{E_s e_s (e_s + e_d \cdot k^{5/4})}{6(1-\nu_s) e_d} \Delta K_q, \quad \text{Equation I- 5}$$

où  $k$  est le rapport des modules d'Young réduits du dépôt et du substrat.

---

L'inconvénient de cette formule est qu'elle nécessite la connaissance des propriétés mécaniques du revêtement. Dans le CHAPITRE II, nous verrons que les caractéristiques mécaniques des constituants de l'empilement, dont celles du revêtement notamment, sont déterminées par essais mécaniques, ce qui nous permettra l'emploi de cette formule.

Les contraintes thermiques sont également évaluées à partir de la variation de courbure  $\Delta K_{th}$  lors du refroidissement, après projection. La formule simplifiée proposée par Stoney dans le cas de dépôts minces se retrouve encore :

$$\sigma_{th} = \frac{E_s e_s^2}{6(1-\nu_s) e_d} \Delta K_{th} .$$

**Equation I- 6**

## II. Caractérisation des propriétés d'adhérence

L'adhérence d'un revêtement sur son substrat est un des facteurs majeurs d'appréciation des performances d'une pièce revêtue. Il est primordial de pouvoir caractériser son adhérence afin d'optimiser les paramètres de projection et d'assurer l'intégrité de la structure.

Cette partie est donc consacrée à la description des techniques permettant d'évaluer l'adhérence d'une interface, sachant qu'elle peut être caractérisée par différents critères. Nous distinguerons les essais permettant la mesure directe d'un seuil de décohésion à l'amorçage et les essais permettant l'évaluation d'un critère énergétique par la propagation d'une fissure interfaciale. Nous nous attacherons à préciser les domaines d'applications des essais, à savoir la nature du substrat ou du revêtement et les épaisseurs caractéristiques entrant en jeu, afin de choisir les essais les plus adaptés à l'étude de l'adhérence des revêtements projetés plasma.

Tout d'abord, il convient de définir la notion d'adhérence et d'apporter des éléments de la mécanique linéaire de la rupture [GDO05], dans un matériau homogène puis un bi-matériau, pour une meilleure compréhension des résultats exposés par la suite.

### II.1 Adhérence

Il est important de distinguer la notion d'adhérence de celle d'adhésion.

L'adhésion est définie comme un état dans lequel deux surfaces sont maintenues ensemble par des liaisons physico-chimiques s'exerçant à l'interface. L'énergie d'adhésion désigne le gain d'énergie d'origine thermodynamique entre deux états : l'état où les deux surfaces sont libres et l'état pour lequel des liaisons se sont établies entre les deux surfaces. Selon Dupré [DUP04], elle s'écrit :

$$W_{adh} = \gamma_d + \gamma_s - \gamma_{int}, \quad \text{Equation I- 7}$$

avec  $\gamma_d$  et  $\gamma_s$  les énergies de surface du dépôt et du substrat

$\gamma_{int}$  l'énergie d'interface

En revanche, l'adhérence d'une liaison se définit comme sa résistance mécanique à la décohésion de l'interface. L'adhérence dépend à la fois des mécanismes d'adhésion et des mécanismes à l'origine de la propagation d'une fissure à l'interface.

Lors de la réalisation d'essais mécaniques qui consistent à désolidariser l'interface par propagation d'une fissure interfaciale, divers processus dissipatifs irréversibles entrent en jeu. Ces essais s'accompagnent le plus souvent de déformations plastiques, de phénomènes de microfissuration en tête de fissure, ou bien encore de friction au voisinage des zones endommagées, dépendant directement de la rugosité de l'interface. L'énergie mesurée lors de la mise en œuvre d'un essai mécanique est donc la somme de l'énergie d'adhésion et de l'énergie due à cette contribution mécanique [DUP04] [VOL02]. Cela explique que l'énergie d'adhérence mesurée soit toujours supérieure à l'énergie d'adhésion et qu'elle dépende du type d'essai utilisé. L'énergie d'adhérence, nommée  $G_C$ , est alors définie par la relation suivante :

$$G_C = W_{adh} + \Delta G, \quad \text{Equation I- 8}$$

où  $\Delta G$  représente l'énergie dissipée de manière irréversible par déformation plastique en fond de fissure lors de l'essai d'adhérence.



Ainsi la grandeur mesurable est l'adhérence de l'interface. Dans les faits, il existe plusieurs critères permettant de caractériser l'adhérence d'une interface selon le type d'essai employé. Un essai entraînant la décohésion instantanée de l'interface permet d'accéder directement à la mesure de sa résistance à la rupture, homogène à une contrainte [MPa]. Un essai impliquant la propagation d'une fissure interfaciale permet de mesurer l'énergie d'adhérence de l'interface, exprimée en J/m<sup>2</sup> ou en MPa.m<sup>1/2</sup>.

## II.2 Mécanique élastique linéaire de la rupture

### II.2.1 Matériau homogène

#### *Modes de fissuration*

La propagation d'une fissure plane dans un matériau se restreint à la superposition de trois modes de fissuration, schématisés sur la Figure I- 8.

Le mode I correspond au mode d'ouverture de la fissure : les deux lèvres de la fissure se déplacent perpendiculairement au plan de la fissure et dans des directions opposées. C'est généralement le mode de propagation le plus dangereux, ce qui explique le développement d'un grand nombre d'essais pour ce mode de rupture.

Dans le mode II (cisaillement plan) les lèvres se déplacent dans le plan de la fissure, dans une direction perpendiculaire au front de la fissure. Le mode III (cisaillement anti-plan) correspond à un mouvement des lèvres également dans le plan de la fissure, dans une direction parallèle au front de la fissure. Le mode II et III sont à l'origine des phénomènes de friction entre lèvres les plus importants.

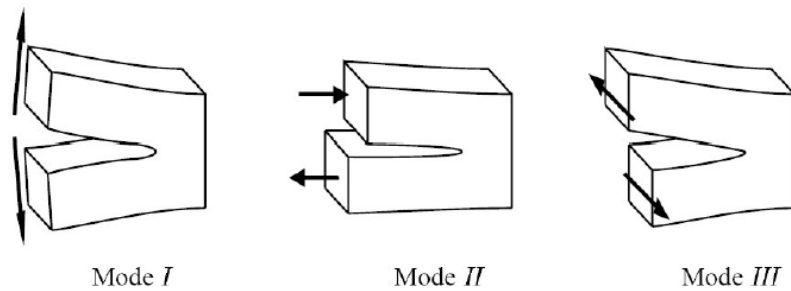


Figure I- 8 : Les modes de rupture

#### *Taux de restitution de l'énergie*

Dans un système élastique linéaire contenant une fissure de longueur «  $a$  » et soumis à des forces extérieures fournissant une énergie potentielle  $dW_{ext}$ , une avancée de fissure  $da$  s'accompagne d'une variation d'énergie de déformation élastique du système  $dW_{el}$  et d'une énergie de propagation de la fissure  $Gda$ . Le bilan thermodynamique implique donc que l'énergie dissipée pour faire propager la fissure d'une longueur infinitésimale  $da$  vaut :

$$-Gda = dW_{ext} + dW_{el}. \quad \text{Equation I- 9}$$

La variation d'énergie potentielle, par unité de surface, nécessaire à une avancée  $\delta a$  de fissure, pour une fissure de largeur  $b$ , est définie comme étant le taux de restitution d'énergie et s'exprime de la manière suivante [HUN12] :

$$G = -\frac{(dW_{ext} + dW_{el})}{bda} = -\frac{d\Pi}{bda} = -\frac{d\Pi}{dS}, \quad \text{Equation I- 10}$$

où  $\Pi$  est l'énergie potentielle stockée par le système.

**Critère de Griffith**

Griffith [GRI20] propose une approche énergétique globale afin de décrire les conditions de propagation d'une fissure préexistante dans un système. Ce critère de rupture est applicable aux matériaux fragiles.

Le système considéré est le suivant : un système fermé comporte une pré-fissure de surface  $S$ . L'énergie totale de ce système inclue :

- o Une énergie cinétique  $E_c$
- o Une énergie potentielle stockée par le système  $\Pi$
- o Une énergie de surface  $(S_{ext} + 2S)\gamma_s$ , où  $S_{ext}$  représente la surface externe du système et  $\gamma_s$  l'énergie de surface d'une surface libre

Le premier principe de la thermodynamique, considérant que l'énergie totale d'un système fermé est constante, s'écrit alors :

$$\delta E_c + \delta \Pi + 2\gamma_s \delta S = 0. \tag{Equation I- 11}$$

Pour une avancée infinitésimale de la fissure, c'est à dire  $\delta S$  tend vers 0, l'équation devient :

$$dE_c + d\Pi + 2\gamma_s dS = 0, \tag{Equation I- 12}$$

soit :

$$G = -\frac{d\Pi}{dS} = \frac{dE_c}{dS} + 2\gamma_s. \tag{Equation I- 13}$$

Lorsque la fissure ne se propage pas encore, c'est-à-dire, au repos, l'énergie cinétique est nulle. Cette situation critique se traduit par l'expression :

$$G = 2\gamma_s = G_c, \tag{Equation I- 14}$$

où  $G_c$  représente le taux de restitution de l'énergie critique.

Lorsque le taux de restitution de l'énergie  $G$  est inférieur au seuil critique  $G_c$  ( $G < G_c$ ), la fissure ne peut se propager en raison d'un apport énergétique insuffisant. Si la condition d'égalité  $G = G_c$  est remplie, les conditions requises à la propagation de la fissure sont rassemblées. La propagation est dite stable. Lorsque l'énergie dépasse ce seuil critique,  $G > G_c$  la fissure se propage également mais de manière instable. En effet, la condition suivante qui est satisfaite signifie que l'énergie cinétique du système augmente générant une propagation instable :

$$\frac{dE_c}{dS} > 0. \tag{Equation I- 15}$$

**Relation entre le taux de restitution de l'énergie et le facteur d'intensité de contrainte**

Un paramètre  $K$ , appelé facteur d'intensité de contraintes, et dépendant de la géométrie de la pièce, de la longueur de la fissure et du chargement externe, est défini. Pour chacun des modes de fissuration est défini un facteur d'intensité de contraintes correspondant :  $K_I$ ,  $K_{II}$ ,  $K_{III}$ . Ils sont reliés au taux de restitution de l'énergie  $G$  par la relation suivante :

$$G = \frac{1}{E'}(K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1}{2\mu} K_{III}^2, \tag{Equation I- 16}$$

avec  $E' = E$ , le module d'Young du matériau, sous l'hypothèse de contraintes planes, et  $E' = \frac{1}{1-\nu^2}$  sous l'hypothèse de déformations planes.

La valeur critique  $K_c$  correspondante est appelée la ténacité et est une caractéristique propre au matériau définissant sa résistance à la propagation brutale d'une fissure.

## II.2.2 Bi-matériau

Dans note étude, on s'intéresse particulièrement à la propagation d'une fissure à l'interface entre deux matériaux que sont le substrat et son revêtement. Quelques éléments de la théorie de la rupture interfaciale dans un bi-matériau sont donc donnés dans ce paragraphe.

### *Coefficients de Dundurs*

Pour caractériser les propriétés élastiques d'un bi-matériau, deux coefficients adimensionnés, appelés coefficients de Dundurs sont définis [DUN69]. Ils dépendent des propriétés élastiques de chacun des deux matériaux et respectent la convention adoptée sur la Figure I- 9.

$$\alpha = \frac{\mu_1(k_2 + 1) - \mu_2(k_1 + 1)}{\mu_1(k_2 + 1) + \mu_2(k_1 + 1)}, \quad \text{Equation I- 17}$$

$$\beta = \frac{\mu_1(k_2 - 1) - \mu_2(k_1 - 1)}{\mu_1(k_2 + 1) + \mu_2(k_1 + 1)}, \quad \text{Equation I- 18}$$

où  $k_i = 3 - 4\nu_i$  en déformations planes et  $k_i = (3 - \nu_i)/(1 + \nu_i)$  en contraintes planes.

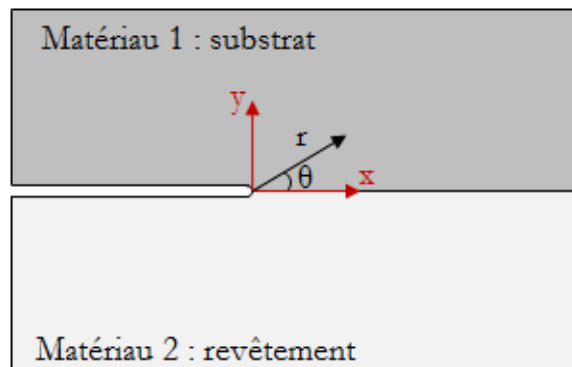


Figure I- 9 : Fissure à l'interface d'un bi-matériau

Ces coefficients sont représentatifs du contraste existant entre les propriétés élastiques des deux matériaux considérés, et tendent vers 0 lorsque les matériaux sont similaires. De plus, ils dépendent de la convention adoptée et changent de signe si les numérotations 1 ( $y > 0$ ) et 2 ( $y < 0$ ) sont intervertis.

Un autre paramètre  $\varepsilon$ , nommé constante d'hétérogénéité élastique, est caractéristique de l'hétérogénéité entre les deux matériaux :

$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left( \frac{1 - \beta}{1 + \beta} \right). \quad \text{Equation I- 19}$$

En déformation plane, il est borné de la manière suivante :  $-0,175 < \varepsilon < 0,175$ .

### Champ de contrainte en pointe de fissure

En raison des effets de couplages élastiques évoqués précédemment, les modes de sollicitation I et II apparaissent couplés dans la partie réelle et imaginaire du facteur d'intensité de contrainte complexe  $K = K_I + i K_{II}$ , alors que le mode III demeure indépendant. Le champ de contrainte proche de la pointe de fissure interfaciale entre deux matériaux s'exprime comme une combinaison linéaire de deux champs : le premier est un champ oscillant couplé, défini par le facteur d'intensité de contrainte complexe  $K$ , dont le maximum s'atténue en  $r^{1/2}$ , et le second est champ non-oscillant dépendant du facteur d'intensité de contrainte  $K_{III}$ . La forme complète des champs fut établie grâce à l'utilisation des potentiels complexes par Hutchinson [HUT87] et Rice [RIC90]. Dans le plan de l'interface,  $\theta = 0^\circ$ , au voisinage de la pointe de fissure, les composantes de contraintes normale et tangentielle sont couplées de la manière suivante :

$$\left( \sigma_{yy} + i \sigma_{xy} \right)_{\theta=0^\circ} = \frac{K \cdot r^{i\varepsilon}}{\sqrt{2\pi r}} . \quad \text{Equation I- 20}$$

### Mixité modale

Un paramètre appelé mixité modale,  $\Psi$ , est introduit afin de quantifier la proportion de sollicitation en mode I par rapport au mode II qui s'applique sur la fissure lors de sa propagation. Elle est définie comme l'argument du nombre complexe  $K$  :

$$\Psi = \arg(K) = \arctan\left(\frac{K_{II}}{K_I}\right) . \quad \text{Equation I- 21}$$

Cependant, la mixité modale définie ainsi présente l'inconvénient majeur d'être dépendante du choix des unités de longueur. Pour palier cela, on lui préférera l'angle défini comme la mixité modale normalisée,  $\Psi^*$ , et s'exprimant :

$$\Psi^* = \arg(Kr^{i\varepsilon}) = \arctan\left(\frac{\text{Im}(Kr^{i\varepsilon})}{\text{Re}(Kr^{i\varepsilon})}\right) = \Psi + \varepsilon \ln r . \quad \text{Equation I- 22}$$

La grandeur  $\Psi^*$  est indépendante du choix des unités mais dépend de la distance à la pointe de fissure  $r$ . Un second avantage de cette définition est qu'elle présente une signification physique. En effet, la mixité modale locale,  $\Psi^*_r$ , représente le rapport des contraintes tangentielle et normale s'exerçant sur une facette interfaciale située à la distance  $r$  de la pointe de fissure :

$$\Psi^*_r = \arctan\left(\frac{\sigma_{xy}}{\sigma_{yy}}\right)_{r, \theta=0^\circ} . \quad \text{Equation I- 23}$$

Sous une sollicitation en mode I pur, la mixité modale normalisée  $\Psi^*$  est un angle égal à  $0^\circ$ . En revanche, lorsque la sollicitation s'approche d'un mode II pur, cet angle tend vers  $\Psi^* = \pm 90^\circ$ .

## Relation entre l'énergie d'adhérence interfaciale et la mixité modale

Expérimentalement, il est observé que l'adhérence d'une interface augmente avec l'évolution de la mixité modale vers les modes de cisaillement (modes II et III). Cela a été observé pour des interfaces entre la résine époxyde et différents systèmes tels que le verre [LIE92] [CAO89], l'aluminium et l'acier [WAN90], ou encore à des interfaces alumine ( $Al_2O_3$ )/niobium [ODO92]. Cette évolution se conçoit aisément puisque les mécanismes dissipatifs en grande partie responsables de l'adhérence (cf § II.1) varient selon l'orientation de la sollicitation mécanique. En effet, plus le mode de sollicitation se rapproche du mode II, plus les phénomènes de frottement entre les lèvres de la fissure sont importants, notamment dans le cas d'interfaces rugueuses [CAO89]. Par ailleurs, une dissipation d'énergie due à la déformation plastique de l'adhésif ou des couches adjacentes, au cours de l'essai, explique l'augmentation de l'énergie d'adhérence avec l'accroissement du cisaillement (mode II) [LIE92] [TVE93] [SWA02].

Il s'avère que l'adhérence de certains systèmes est très sensible à l'orientation de la sollicitation alors que d'autres le sont en moindre mesure [SWA02], en raison de mécanismes dissipatifs moins conséquents. L'adhérence de l'interface  $G$  est donc une fonction de l'angle de mixité modale normalisée  $\Psi^*$ , et peut être représentée schématiquement par l'évolution  $G(\Psi^*)$  de la Figure I- 10. L'énergie d'adhérence est la somme de l'énergie d'adhésion, qui est constante quelle que soit l'orientation de la sollicitation, et de l'énergie dissipée de manière irréversible au cours de l'essai mécanique.

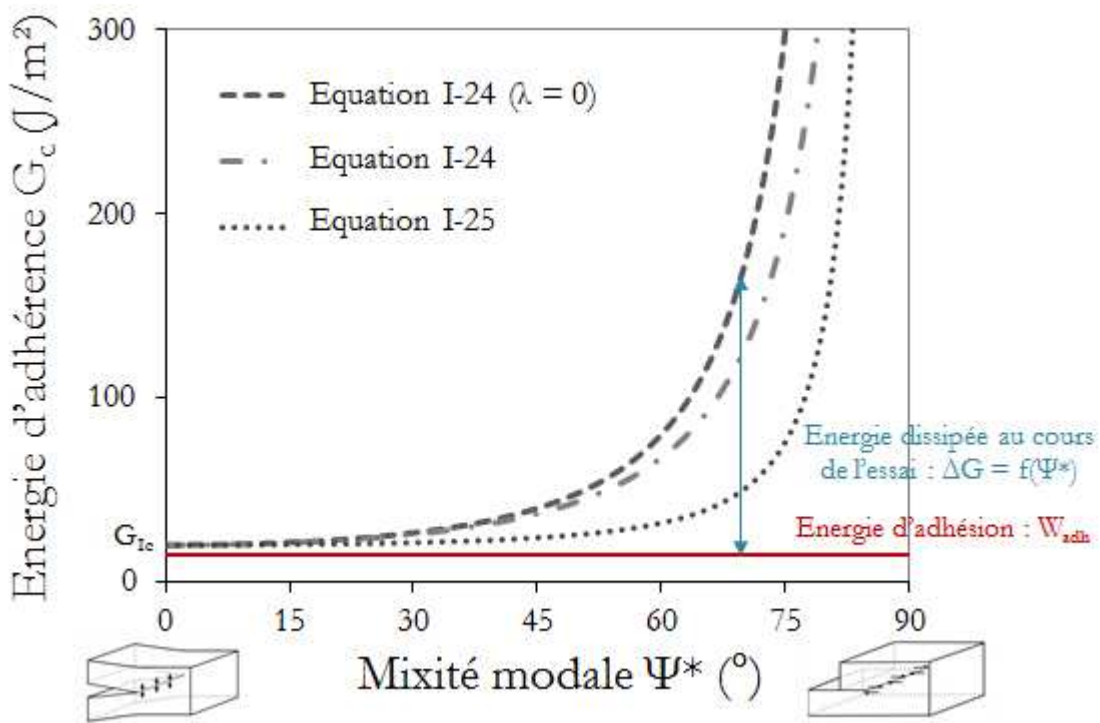


Figure I- 10 : Evolution de l'énergie d'adhérence en fonction de la mixité modale

Certains auteurs ont proposé des modèles phénoménologiques basés sur des observations expérimentales afin de décrire l'évolution de l'énergie d'adhérence  $G_c$  en fonction de la mixité modale. Les deux les plus répandus dans la littérature ont été proposés par Hutchinson et Suo [HUT92] :

$$G_c = G_{IC} \left[ 1 + \tan^2((1 - \lambda)\Psi^*) \right] \quad \text{Equation I- 24}$$

$$G_c = G_{IC} \left[ 1 + (1 - \lambda) \tan^2(\Psi^*) \right] \quad \text{Equation I- 25}$$

$G_{Ic}$  est l'énergie de rupture en mode I pur de l'interface et  $\lambda$  est un paramètre caractéristique de l'influence du mode II compris entre 0 et 1. Plus ce paramètre tend vers 0, plus l'influence du mode II est importante, alors que l'évolution de  $G_c$  est très peu dépendante du mode II lorsque  $\lambda = 1$ .

Ces modèles décrivent tous des lois  $G(\Psi^*)$  symétriques par rapport à  $\Psi^* = 0^\circ$ . En pratique, il est souvent observé une évolution  $G(\Psi^*)$  asymétrique, pour laquelle le minimum de l'énergie d'adhérence est atteint pour  $\Psi^* \neq 0^\circ$  [LIA95] [CHA92]. La courbe  $G(\Psi^*)$  peut éventuellement être traduite suivant l'axe des abscisses, et recentrée, en fonction du choix arbitraire de la distance  $r$  à laquelle est calculée la mixité modale  $\Psi^*$ .

L'évolution de l'énergie d'adhérence en fonction de la mixité peut être déterminée par différentes approches [BRA12]. Certains auteurs utilisent un unique essai d'adhérence pour lequel on peut faire varier l'angle de mixité [WAN90] [ODO92] [JEN93], alors que d'autres préfèrent balayer différentes mixités modales à travers plusieurs essais conduisant à des mixités modales différentes [CAO89].

Dans tous les cas, il est primordial de préciser la/les mixité(s) modale(s) associée(s) à l'essai réalisé pour la détermination de l'énergie d'adhérence. Pour des géométries d'essais et des chargements mécaniques simples, il est possible de calculer analytiquement cet angle de mixité. En revanche, pour des configurations plus complexes, un recours au calcul par éléments finis sera souvent nécessaire. La méthode de calcul employée dans cette étude sera décrite dans le CHAPITRE III.

---

## II.3 Essais de caractérisation de l'amorçage

Les essais pour la caractérisation de l'amorçage du délaminage doivent remplir plusieurs critères pour une mesure fiable de la résistance à rupture de l'interface. Ils nécessitent l'application d'un champ de contrainte homogène à l'interface d'étude, et une minimisation des concentrations de contraintes. Après l'amorçage du délaminage, la propagation est instable, entraînant ainsi une rupture brutale de l'interface. Enfin, seule l'interface doit être rompue et les autres matériaux de l'empilement doivent être sauvegardés de tout endommagement pouvant influencer la mesure. En plus de répondre à ces attentes, l'essai de caractérisation de l'amorçage doit également être adapté à l'étude des revêtements projetés plasma.

Dans cette partie, un état de l'art des essais permettant de mesurer un seuil de décohésion à l'amorçage de l'interface est établi. L'objectif est d'identifier les domaines d'applications des essais existants dans la littérature afin de choisir les essais les plus appropriés à l'étude de l'adhérence des revêtements projetés plasma étudiés, qui présentent de multiples spécificités qui seront détaillées dans le CHAPITRE II. Le principe des différents essais sera explicité et, au besoin, leur adaptation à l'étude de l'adhérence des revêtements sera évoquée.

### II.3.1 En mode I

Tout d'abord, les essais sollicitant l'interface d'étude sous une sollicitation mécanique de mode I, c'est-à-dire en traction pure, sont décrits dans ce paragraphe.

#### *Essai de traction*

L'essai de traction est le plus largement répandu au niveau industriel car il est simple de mise en œuvre. En effet, il consiste à solliciter la liaison étudiée en traction en appliquant une force perpendiculairement à l'interface, par l'intermédiaire d'un ou deux plot(s) collé(s) sur le revêtement et le substrat.

Cet essai est particulièrement adapté à l'étude de système bicouche de type substrat/revêtement. Il est couramment utilisé pour la mesure d'adhérence de revêtements réalisés par projection thermique.

Cet essai permet d'accéder à une mesure quantitative de la résistance en traction de l'interface, en divisant la force maximale mesurée à la rupture par la surface de l'interface rompue. Cette grandeur est donc homogène à une contrainte en MPa.

Cet essai se décline dans la littérature sous plusieurs géométries représentées sur la Figure I- 11.

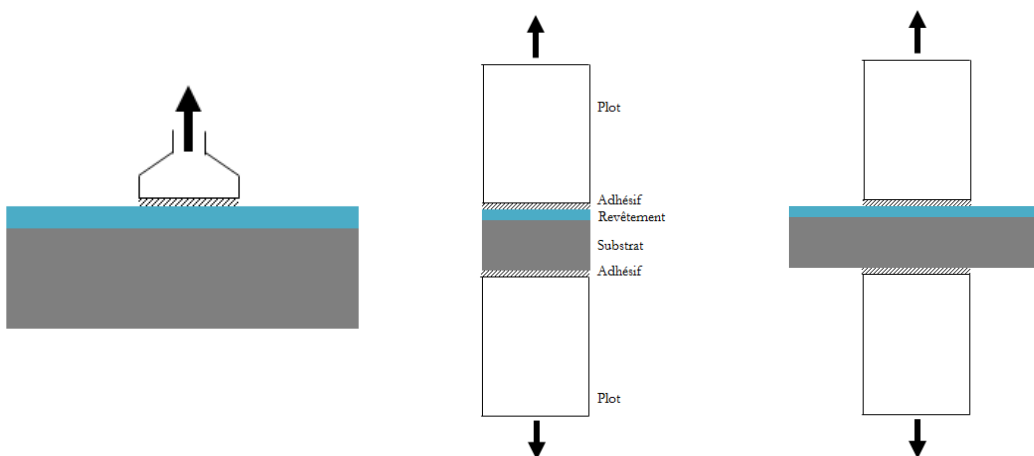


Figure I- 11 : Essais de traction a) Traction par pion collé b) Traction par plots collés c) Essai « Pull-off »

L'essai de traction par pion collé, pour lequel un seul pion est collé du côté du revêtement, s'applique particulièrement sur des structures de grandes dimensions. Le substrat doit être particulièrement rigide dans ce cas. Un dispositif portatif est fréquemment utilisé pour mesurer l'adhérence de revêtements (Figure I- 12). Il consiste à coller un plot de diamètre compris entre 10 et 28 mm, d'après la norme ISO 4624 [NF EN ISO 4624] ou son équivalent ASTM D 4541, et à fixer l'assemblage autour de la tige du pion. Une arrivée d'air permet de mettre le dispositif sous pression et d'engendrer un effort de traction sur le pion. La pression, sous laquelle l'arrachement du pion a lieu, est ensuite convertie en contrainte à rupture. La différence entre cette configuration et les autres configurations de traction est que le maintien de l'échantillon s'effectue par la base du dispositif, c'est-à-dire sur une zone circulaire à la surface du revêtement, et non par la face inférieure opposée.

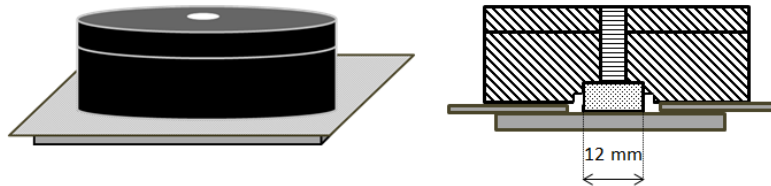


Figure I- 12 : Schéma du dispositif portatif de traction par pion collé

Pour l'essai de traction par plots collés, deux plots cylindriques sont collés ou soudés sur chacune des faces de la pièce, du côté substrat et du côté revêtement. Cet essai de mesure de l'adhérence sous forme d'une résistance à la rupture est normalisé selon la norme française [NF EN 582] ou américaine [ASTM C633]. Cette norme, appliquée à l'étude des revêtements réalisés par projection thermique, préconise l'utilisation de pastilles de diamètre 25,4 mm ou 40 mm, sur laquelle le dépôt est projeté sur une face. Un nombre d'essai minimal (à hauteur de trois) sur des échantillons ayant été revêtus en un seul cycle de projection est préconisé.

L'essai de traction pull-off présente la même géométrie que l'essai de traction plots collés, à la différence que le diamètre des plots collés, du côté du substrat et du dépôt, est inférieur aux dimensions de l'échantillon revêtu [CHE11].

Néanmoins, l'essai de traction présente différents inconvénients, dont la difficulté de générer un effort uniforme sur la surface de l'interface, qui ne peut l'être que si l'alignement des plots est parfait, sans quoi des efforts de cisaillement sont introduits.

Par ailleurs, il **n'est pas applicable à des revêtements de forte adhérence**, supérieure à 50 MPa environ, car la mesure de la résistance est limitée par celle de l'adhésif ou de la soudure, intermédiaire dans la transmission des efforts [MAR07].

Il requière généralement un revêtement suffisamment épais ( $> 10 \mu\text{m}$  [CHE11]) afin d'éviter que l'adhésif ne pénètre jusqu'à l'interface par les porosités et n'induisse une erreur sur la mesure de l'adhérence. Cet essai n'est **pas recommandé pour les revêtements très minces et poreux**.

Plusieurs types de rupture peuvent résulter de l'essai de traction. Afin de caractériser les propriétés d'adhérence de l'interface, une rupture exclusivement de l'interface est attendue.

Il est important de signaler la dispersion souvent élevée des mesures pour cet essai.

L'avantage de cet essai est d'être applicable à une **grande variété de revêtements sur substrat**, qu'ils soient ductiles ou fragiles.



---

## Méthode LASAT

L'essai par choc laser, ou encore appelé méthode LASAT (LAsER Shock Adhesion Test), est une autre technique permettant d'évaluer la résistance d'adhérence d'un revêtement. Elle consiste à utiliser un laser de forte énergie fournissant une impulsion laser de courte durée, à l'opposé de la face revêtue. Cette énergie va engendrer la conversion d'une fine épaisseur de substrat en plasma. L'expansion du plasma exerce une pression dans le matériau, et génère ainsi une onde de choc, d'une amplitude pouvant atteindre plusieurs dizaines de GPa (Figure I- 13). Cette onde de choc se propage dans l'empilement, puis se réfléchit en une onde de détente sur la face arrière libre de l'échantillon. Un jeu de réflexion et de transmission des ondes aux interfaces se produit. Si les conditions d'amplitude et de temps de maintien sont réunies, le croisement d'ondes de détente engendre une traction localisée à l'interface revêtement/substrat. Lorsque le seuil de traction est suffisamment élevé, l'écaillage de l'interface survient.

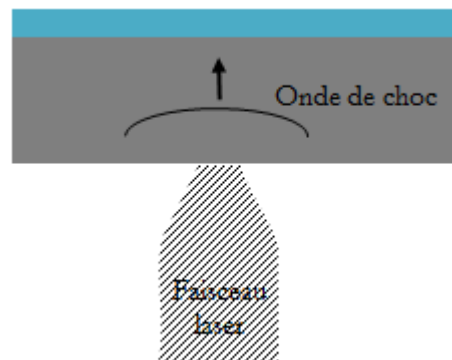


Figure I- 13 : Essais par choc laser

Originellement, cette technique est utilisée pour estimer l'adhérence de revêtements fins, d'épaisseur d'ordre micrométrique, tel que les revêtements déposés par voie chimique (CVD). Le développement de cette technique dans les années 1980 et l'apparition de lasers plus puissants ont permis son application à des revêtements épais, de plusieurs centaines de micromètres. Elle est appliquée, entre autres, pour l'étude de barrières thermiques en zirconium déposées par EB-PVD [FAB13] et de revêtements réalisés par projection plasma en hydroxyapatite [GUI10] ou en cuivre [BAR04] [BOL04]. Au final, cette technique est applicable à une grande variété d'épaisseur de revêtements, mais nécessite des échantillons inférieurs à quelques millimètres.

L'avantage certain de cette méthode est la possibilité d'automatiser le contrôle de pièces revêtues dans le secteur industriel, l'énergie d'impact étant fixée, afin de vérifier la qualité d'une interface par une méthode non destructive (CND). Pour examiner la présence de fissures interfaciales, des méthodes interférométriques durant l'essai ou des coupes post-mortem peuvent être effectuées. Pour certains types de revêtements, l'apparition de cloques ou de blanchissements à la surface du revêtement suffisent pour attester d'un endommagement interfacial.

De plus, cet essai ne nécessite qu'une petite quantité de surface à solliciter, de l'ordre de quelques millimètres carrés. Il présente également l'avantage d'être dépourvu de contacts avec un quelconque élément intermédiaire.

Néanmoins, la difficulté principale de la méthode LASAT réside dans la quantification des contraintes de traction générées à l'interface puisque la sollicitation produite est relativement complexe. Cela nécessite le recours à une simulation numérique de la propagation des ondes de choc au sein du multicouche [LAP11].

## II.3.2 En mode II

Une partie des essais d'adhérence sollicitant l'interface en cisaillement sont décrits dans ce paragraphe. La plupart des essais traditionnels proviennent de l'étude de l'adhérence d'adhésifs ou de composites stratifiés, et nécessitent donc une mise en œuvre particulière afin d'être réalisables sur des systèmes revêtement/substrat.

***Essai de cisaillement par simple et double recouvrement***

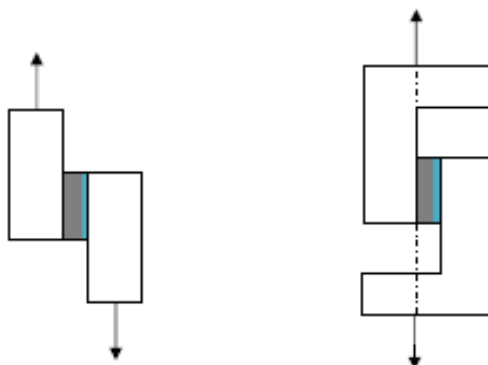
L'essai de cisaillement probablement le plus répandu est l'essai de cisaillement à simple recouvrement dont la géométrie est représentée sur la Figure I- 14-a. Il est employé principalement pour la détermination de la résistance d'adhérence au cisaillement dans les joints collés [DAR03]. Les deux bras constituant l'éprouvette sont soumis à des forces de traction, de directions opposées, parallèles à la liaison, jusqu'à la décohésion.

Cependant, cette configuration impose un moment de flexion à chaque bras de l'éprouvette en raison du désalignement des efforts de traction appliqués à l'éprouvette. Cela génère un effort de traction à l'interface et par conséquent l'impossibilité d'obtenir un effort de cisaillement pur. Il est montré que la mixité modale obtenue dans cette configuration d'essai avoisine  $65^\circ$  à  $80^\circ$  [KAF02]. Afin de corriger cet effet et de générer du cisaillement pur à l'interface, la géométrie de l'éprouvette peut être modifiée selon la configuration de cisaillement à double recouvrement représentée sur la Figure I- 14-b.



**Figure I- 14 : Essais de cisaillement a) à simple recouvrement b) à double recouvrement**

Cet essai, initialement destiné à l'étude des joints collés, n'est que très rarement adapté à l'étude de l'adhérence de système revêtement/substrat. Cela peut s'expliquer par une géométrie d'éprouvette particulièrement peu adaptée aux revêtements et nécessitant de grandes dimensions. Néanmoins, l'essai de cisaillement proposé par la norme américaine ASTM F 1044 est adapté aux systèmes revêtement/substrat par l'ajout de renforts collés sur le substrat et sur le revêtement (Figure I- 15-a) [MAR07]. Là encore une configuration corrigée (Figure I- 15-b) existe afin d'aligner les efforts de traction dans le plan de l'interface dans le but d'éliminer l'apparition de moment de flexion



**Figure I- 15 : Essais de cisaillement a) standard b) corrigé**

L'inconvénient principal de cet essai est l'utilisation de colle entre le système revêtement/substrat et les bras, tout comme pour l'essai de traction, ce qui limite la résistance de l'interface mesurée à la résistance de la colle elle-même.

---

## Essai de cisaillement par compression bi-entaillé

L'essai de compression bi-entaillé est un procédé grandement inspiré de l'essai de cisaillement, appliqué à la détermination de la résistance au cisaillement interlaminaire, des matériaux composites à matrices céramique à renforts fibreux, décrit dans la norme [NF EN 658-4]. Un essai de cisaillement à la géométrie très similaire, appelé « Modified Rail Shear test », est également utilisé pour des applications sur des composites stratifiés [VAN11].

Dans le cas de l'essai de cisaillement bi-entaillé, l'éprouvette est entaillée transversalement de part et d'autre jusqu'à l'interface d'intérêt, centrée dans l'éprouvette, puis elle est soumise à une force de compression dans la direction parallèle à cette interface. La résistance d'adhérence au cisaillement de l'interface est calculée par le rapport de la force maximale appliquée pour obtenir la rupture sur la surface cisailée de l'éprouvette, localisée entre les deux entailles.

Cet essai est de principe similaire à l'essai de traction à simple recouvrement, mais avec une géométrie d'éprouvette permettant l'alignement de l'effort de compression avec le plan de l'interface (Figure I- 16-a). La sollicitation mécanique générée est donc proche du cisaillement pur, ce qui constitue le principal avantage de cette technique [DAR03]. Afin d'éviter toute rotation de l'éprouvette, et donc une déviation de la mixité modale, l'effort doit être précautionneusement appliqué pour être uniforme et perpendiculaire à la surface de l'éprouvette. Par ailleurs, un effort de compression, remplaçant l'effort de traction dans l'essai de cisaillement à simple recouvrement, est appliqué à l'éprouvette. Cela est favorable à des matériaux de type fragile présentant davantage de risques de rupture cohésive en traction.

Cet essai est applicable à certains composites mais également pour des systèmes bi-matériau, pour lesquels l'interface se trouve centrée [DUP04].

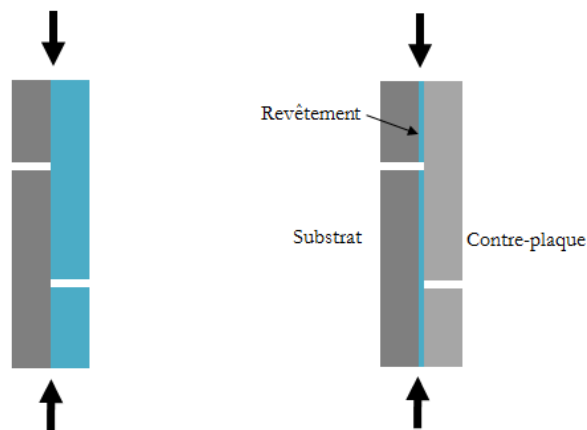


Figure I- 16 : Essai de compression bi-entaillé a) adapté à un système bi-matériau b) adapté à un système revêtement/substrat

Dans sa première configuration (Figure I- 16-a), l'essai de cisaillement est utilisé par la caractérisation de l'adhérence de système bi-matériau [DUP04] ou d'adhésif. Il nécessite alors des **épaisseurs assez grandes** pour éviter le flambage de l'éprouvette (épaisseur supérieure à 1 mm d'après la norme [NF EN 658-4]) et équivalentes pour les deux matériaux en présence. Il n'est donc pas directement applicable à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés plasma, généralement d'épaisseur inférieure au millimètre, dans cette configuration.

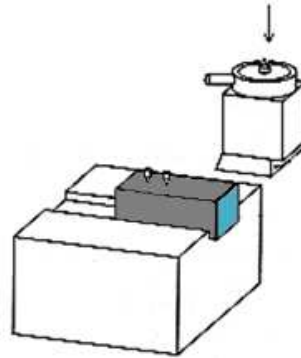
Il peut toutefois être adapté à l'étude de l'adhérence de couples revêtement/substrat en ajoutant un massif rapporté, symétriquement au substrat, collé sur le revêtement (Figure I- 16-b). Il est donc possible d'**adapter cet essai pour l'étude de revêtements de faibles épaisseurs**.

Là encore, un inconvénient majeur est l'utilisation de colle pour l'ajout d'une contre-plaque et rendre l'éprouvette symétrique. Cela rend délicat l'application de cet essai pour des revêtements très minces et poreux, comme c'est le cas pour l'essai de traction plots collés.

Un essai de compression sur un multicouche pour application barrières thermiques, composé d'un substrat de superalliage à base Nickel, d'une sous couche d'adhésion métallique et d'un revêtement céramique en zircone, a été employé pour la détermination de l'énergie d'adhérence [ZHU15]. La géométrie de l'essai est similaire à l'essai de cisaillement bi-entaillé présenté dans cette partie, mais ne comporte pas d'entailles dans l'éprouvette. Le revêtement céramique subit un flambage au cours de l'essai, se délamine de son substrat puis s'écaille. L'essai couplé à la modélisation par un modèle de zones cohésives permet d'accéder à l'identification de l'adhérence de l'interface.

### ***Essai de cisaillement par outil de coupe***

Contrairement aux essais précédents qui nécessitent l'emploi de colle pouvant contaminer l'interface dans le cas de revêtements poreux et fins, l'essai de cisaillement par outil de coupe ne requiert pas l'utilisation de colle. Cet essai fait l'objet d'une norme [NF EN 15340] pour l'étude de l'adhérence au cisaillement de revêtements réalisés par projection thermique. Il s'agit d'appliquer un effort de cisaillement parallèle à l'interface étudiée par l'intermédiaire d'une plaque de cisaillement en métal dur, appelé outil de coupe. Cette plaque est fixée à un bras qui assure le mouvement de descente lors de la mise en charge. L'éprouvette revêtue est insérée dans un porte-éprouvette garantissant son alignement et son maintien au cours de l'essai. Le bord de la plaque de cisaillement doit être parallèle à l'interface revêtement/substrat ainsi qu'à la face supérieure de l'éprouvette (Figure I- 17).



**Figure I- 17 : Essai de cisaillement par outil de coupe [NF EN 15340]**

De la même façon que pour un essai de traction, la résistance au cisaillement de l'interface est calculée à partir de la force maximale mesurée durant la rupture. Mais cela n'est possible que si la rupture se localise à l'interface. En effet, plusieurs cas de figure peuvent se présenter. Si la rupture a bien lieu à l'interface (rupture dite adhésive), la force maximale mesurée est représentative de la résistance d'adhérence au cisaillement. En revanche, il se peut que la rupture survienne dans le dépôt (rupture dite cohésive), ou qu'elle soit mixte. C'est le cas lorsque l'adhérence du dépôt sur son substrat est supérieure ou équivalente à la cohésion de ce dernier. Alors, la mesure ne peut nous renseigner sur la résistance d'adhérence du revêtement.

Cet essai est **recommandé pour des revêtements projetés d'une épaisseur supérieure à 150  $\mu\text{m}$** , le réglage de la distance entre l'outil de coupe et l'interface étant critique.

Par ailleurs, cet essai ne **permet pas de mesurer la résistance au cisaillement de revêtements trop durs** car ce dernier se désintègre en petites particules sans qu'il y ait de rupture adhésive. De même, pour les revêtements tendres et/ou poreux, un bourrelet peut se former en avant de la plaque de cisaillement et empêchant la rupture adhésive. Dans les travaux de Marot [MAR07] sur l'adhérence des revêtements projetés thermiquement, l'essai de cisaillement normalisé a montré ses limites pour l'étude de l'adhérence de revêtements céramiques durs, tels que le cermet WC-Co-Cr et le  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ , pour lesquels une rupture cohésive dans l'épaisseur du revêtement a été obtenue. La rupture adhésive de l'interface n'a pu être atteinte que pour un revêtement métallique NiCr de forte épaisseur, supérieure à 180  $\mu\text{m}$ . Compte tenu de la difficulté de mise en œuvre sur les revêtements céramiques projetés thermiquement, cet essai sera écarté des possibilités d'essais pour la mesure d'un seuil de décohéation au cisaillement.

Certains essais permettent de mesurer une résistance à la rupture de l'interface sous un mode mixte en générant simultanément des efforts de traction et de cisaillement. C'est le cas de l'essai Arcan et de l'essai brésilien schématisés sur la Figure I- 18. La particularité de ces essais est la possibilité de faire varier la mixité modale, pour une même géométrie d'éprouvette, en disposant l'éprouvette sous un angle contrôlé par rapport à la direction de chargement. Ils sont donc souvent employés pour la détermination de loi  $G(\Psi^*)$  d'une interface.

Ces essais sont classiquement utilisés pour déterminer la résistance à la rupture des composites stratifiés [VAN11] et des assemblages collés.

Ils sont difficilement adaptables à l'étude de systèmes revêtement/substrat car des supports très spécifiques sont utilisés pour la réalisation de l'essai et contraignent la géométrie des éprouvettes.

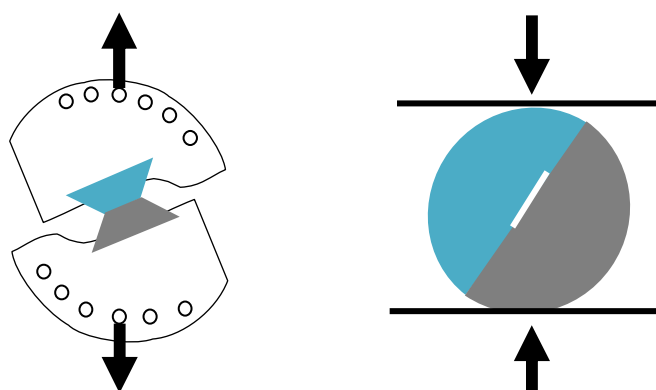


Figure I- 18 : a) Essai Arcan b) Essai brésilien

#### II.4 Essais de caractérisation de la propagation

Bon nombre d'essais d'adhérence induisent une propagation instable de la fissure interfaciale, menant à la mesure d'un seuil de décohérence à l'amorçage, comme les essais présentés dans le paragraphe précédent.

D'autres essais conduisent à la propagation d'une fissure interfaciale stable, permettant de caractériser la propagation du délaminage. Une énergie d'adhérence interfaciale, ou taux de restitution de l'énergie critique, peut alors être calculée.

Ce type d'essais exige des conditions de réalisation bien spécifiques. Afin de caractériser uniquement la propagation et de s'exempter des aléas de l'étape d'amorçage (caractérisée séparément par les essais d'amorçage), les éprouvettes doivent, en général, comporter une amorce de fissure préexistante. La pré-fissure est créée soit par un moyen mécanique (usinage, ablation de matière...), soit par une contamination de l'interface dès l'élaboration de l'éprouvette (zone non adhérente). D'autre part, la géométrie des éprouvettes doit être conçue de manière à générer exclusivement une fissure interfaciale. Dans le cas où l'un des matériaux du système a un comportement fragile, il faut s'assurer que la fissure ne déviât pas dans celui-ci en mode I pour provoquer sa rupture. La géométrie des éprouvettes doit donc être particulièrement adaptée. Enfin, comme évoqué au paragraphe II.2.2, l'énergie d'adhérence est fortement dépendante de la mixité modale. Il sera donc indispensable de préciser la valeur de la mixité modale associée à l'essai.

Cette partie résume une grande partie, sans être exhaustive, des essais de caractérisation de la propagation interfaciale existants dans la littérature, pour les différents modes de sollicitations : mode I, mode II et mode mixte I/II.

## II.4.1 En mode I

*Essai de pelage*

L'essai de pelage est couramment utilisé dans le domaine industriel car très simple de mise en œuvre. Le revêtement est arraché de son substrat grâce à l'application d'une force de traction qui tire le revêtement sous une incidence constante. Différentes configurations sont possibles en faisant varier l'angle de pelage, toutefois les plus fréquents sont le pelage à  $90^\circ$  ou à  $180^\circ$  (Figure I- 19).



Figure I- 19 : Essai de pelage a) à  $90^\circ$  b) à  $180^\circ$

L'énergie d'adhérence de l'interface peut être estimée de manière quantitative à partir de la force critique appliquée pour obtenir l'arrachement du revêtement, de la largeur de la bande et de l'angle de pelage  $\theta$ , sous l'hypothèse d'une déformation purement élastique du revêtement.

Le revêtement ne doit pas être trop fin, sans quoi des déformations plastiques peuvent apparaître durant le délaminage et influencer sur la mesure de l'énergie d'adhérence [EVA01]. Dans ce cas, la configuration peut être modifiée au moyen d'un rouleau (Figure I- 20) pour limiter les déformations plastiques du revêtement décollé.

Cet essai reste cependant assez limité puisque l'on conçoit aisément qu'il ne peut s'appliquer qu'à des **revêtements suffisamment flexibles et fins** pour être pelés. Il est largement utilisé pour la caractérisation de l'adhérence de revêtements polymères par exemple. Enfin, le substrat mis en jeu est généralement rigide. Pour des couches minces, il faudra avoir recours à l'utilisation d'une bande adhésive comme renfort pour décoller le film sans le rompre (Figure I- 20) [ROY08].



Figure I- 20 : Configurations adaptées de l'essai de pelage a) Pelage au rouleau b) Pelage avec renfort

*Essai de clivage en coin et à force constante (DCB)*

L'essai de clivage réside en la propagation stable d'une fissure à l'interface d'un assemblage revêtement/substrat, à partir d'une pré-fissure initiée en bordure d'éprouvette. Il sollicite l'interface en traction pure (la mixité modale est proche de  $0^\circ$ ) par application d'un chargement vertical à l'extrémité de l'éprouvette. Deux essais de clivage, présentant une géométrie identique, sont possibles : l'essai de clivage en coin s'effectue à ouverture constante grâce à l'insertion d'un coin à vitesse constante le long de l'interface (Figure I- 21-a), alors que l'essai de clivage nommée DCB (Double Cantilever Beam) s'effectue à force constante (Figure I- 21-b).

Classiquement utilisé pour l'étude des assemblages collés ou des composites stratifiés [VAN11] [PRO07], il est facilement adaptable à l'étude de revêtements par l'ajout d'un raidisseur symétriquement au substrat. Ce raidisseur est souvent composé du même matériau que le substrat. L'éprouvette « sandwich » est alors constituée

de deux couches de substrat rigides entourant le revêtement. Cette configuration permet notamment de d'étudier l'adhérence de systèmes revêtement/substrat.

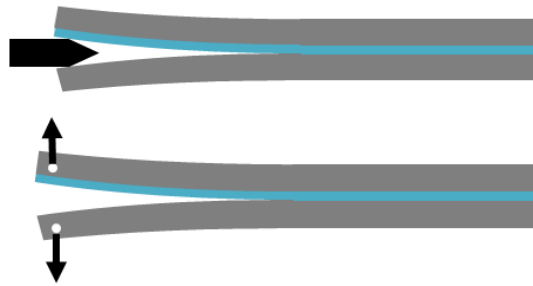


Figure I- 21 : Essai de clivage a) Clivage en coin b) DCB

Une formule qui découle de la théorie des poutres, considérant une flexion simple de deux poutres encastées, permet le calcul du taux de restitution de l'énergie de l'interface. Elle fait intervenir les caractéristiques géométriques et élastiques du substrat, l'épaisseur du coin introduit (dans le cas du clivage en coin) ou la force appliquée (dans le cas de l'essai DCB), et la longueur de la fissure interfaciale [HAS06].

Ce calcul suppose que les substrats ne se déforment pas plastiquement et que la plasticité reste confinée dans une zone proche de la pointe de fissure. Dans le cas contraire, il faudra prendre en compte la dissipation d'énergie due à la plasticité. L'épaisseur du substrat ainsi que l'épaisseur du coin doivent donc être judicieusement choisies afin de permettre la mise en flexion de l'éprouvette sans plastification. Dans le cas de substrat en céramique, ce désagrément est évité, mais il existe un risque de rupture cohésive élevé. Ce type d'essai est notamment employé pour l'étude de l'adhérence de revêtements céramiques sur substrats métalliques [COL88].

Le principal inconvénient de ce type d'essais est la nécessité de connaître la longueur de la fissure interfaciale pour la détermination du taux de restitution de l'énergie. En effet, la pointe de fissure est difficilement localisable, ce qui induit des dispersions importantes. Dans le cas de matériaux transparents il est possible d'utiliser des méthodes optiques pour localiser le fond de fissure. Sinon, d'autres méthodes basées sur la théorie des poutres en flexion consistent à mesurer le profil des poutres et à estimer la longueur de fissure par régression linéaire entre la courbure mesurée (par technique de corrélation d'images par exemple) et la courbure calculée par la théorie des poutres.

Une configuration modifiée peut être employée dans le cas de substrats trop épais et fragiles, tels que les céramiques, ou bien dans le cas de substrats polymères dont on souhaite augmenter considérablement l'épaisseur afin d'en empêcher la plastification. Il s'agit de l'essai de clivage asymétrique dont la géométrie est représentée sur la Figure I- 22. Dans cette configuration, la formule permettant le calcul du taux de restitution de l'interface fait également intervenir les caractéristiques géométriques et matériaux du revêtement, en plus de celles du substrat [HAS06]. Par ailleurs, la mixité modale est modifiée et s'écarte du mode I pur.



Figure I- 22 : Essai de clivage asymétrique

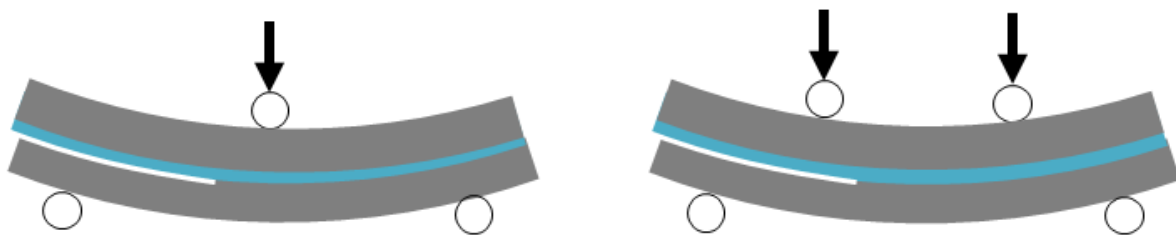
La difficulté de détermination de la longueur de fissure persiste dans cette configuration. En supposant l'une des couches rigides et l'autre flexible, il est possible d'évaluer la position de la pointe de fissure par la mesure des déformations au moyen d'une série de jauges de déformation collée sur la poutre supérieure incurvée sous l'effet du coin [BUD09]. Cette technique est adoptée pour le suivi de fissure sur un essai de traction en Annexe 4.

## II.4.2 En mode II

**Essai « End Notched Flexure »**

Cet essai consiste à solliciter l'interface sous un mode proche du mode II pur en appliquant un effort de flexion sur une éprouvette à la géométrie particulière. Une éprouvette « sandwich », adaptée à l'étude de revêtements, est pré-entaillée à l'interface à l'une de ses extrémités. Cet essai est classiquement utilisé pour caractériser la propagation du délaminage, sous un mode II, dans les composites stratifiés [VAN11] [PRO07] [LI\*06].

L'éprouvette est soumise à une sollicitation de flexion 3 points dans le cas de l'essai End Notched Flexure (ENF) ou à une sollicitation de flexion 4 points dans le cas de l'essai Four Point End Notched Flexure (4-ENF) comme représenté sur la Figure I- 23. L'essai 4-ENF est souvent préféré car il conduit à une propagation stable de fissure à l'interface, alors que l'essai ENF doit respecter une condition sur la longueur de l'entaille interfaciale initiale pour atteindre des conditions de propagation stable.



**Figure I- 23 : Essai End Notched Flexure a) 3 points (ENF) b) 4 points (4-ENF)**

La propagation de la fissure interfaciale s'effectue alors sous une charge constante. Le taux de restitution de l'énergie est déterminé soit à partir d'une formule issue de la théorie des poutres [MAR99] [ZIL05], soit à partir de l'évolution de la complaisance de l'éprouvette au cours de la propagation de la fissure interfaciale [SCH00] [DAV05]. Cette dernière méthode nécessite la connaissance de la longueur de la fissure interfaciale, ce qui n'est pas aisé puisqu'il n'y a pas d'ouverture de la fissure en mode II. La dispersion constatée via cet essai est donc relativement élevée. Schuecker [SCH00] a comparé deux méthodes de détermination de la longueur de fissure pour en démontrer l'influence : une méthode par ultrasons, qui s'avère apparemment plus précise, et une méthode optique. Cependant, la méthode de calcul par la théorie des poutres nécessite la connaissance exacte des propriétés et des géométries des matériaux pour l'application de la formule, ce qui constitue également une source d'incertitudes.

De nombreux facteurs influent sur la précision de la mesure de l'énergie d'adhérence : le moyen de mesure de la longueur de fissure interfaciale, le moyen de mesure des déplacements des appuis, la méthode de détermination de la complaisance, les dimensions de l'éprouvette...



---

### *Essai End Loaded Split (ELS)*

L'essai ELS consiste en l'encastrement d'une éprouvette d'un côté et l'application d'un effort vertical de l'autre, conduisant à une propagation interfaciale sous un mode proche du mode II pur. La géométrie de l'éprouvette est identique à l'essai ENF précédant, c'est-à-dire qu'elle est pré-entaillée du côté où l'effort est appliqué.

La difficulté de cet essai réside dans la complexité des conditions de chargement et d'encastrement qui nécessitent un montage complexe.



Figure I- 24 : Essai ELS

### *Essai de cisaillement par traction*

Un dernier essai sollicitant l'interface en mode II est l'essai de cisaillement par traction. Une éprouvette de traction plane revêtue sur une de ses faces est sollicitée en traction par l'application d'un effort parallèle à l'interface, comme schématisé sur la Figure I- 25.

Plusieurs scénarios de rupture sont envisageables selon la nature du revêtement. Pour un revêtement fragile, des fissures verticales apparaissent dans le revêtement puis bifurquent à l'interface provoquant le délaminage de ce dernier. Le revêtement fragile peut également s'écailler au cours de l'essai. Pour un revêtement ductile, en revanche, les fissures dans le revêtement apparaissent orientées à 45° par rapport à la direction de chargement. De la même façon, elles bifurquent puis se propagent à l'interface, engendrant la délamination progressive du revêtement sous l'effet des contraintes résiduelles.

Plusieurs modèles ont été développés, selon le scénario de rupture, afin de déterminer le taux de restitution de l'énergie de l'interface.

Quel que soit le type de rupture du revêtement, ductile ou fragile, comme dans le cas de barrières thermiques [WU\*11] [ZHO02], cet essai requiert un **substrat extrêmement ductile et déformable**.



Figure I- 25 : Essai de cisaillement par traction

## II.4.3 En mode mixte I/II

***Essai de gonflement-décollement***

L'essai de gonflement consiste à injecter, avec une pression croissante et contrôlée, un fluide incompressible sur la face arrière d'un revêtement à travers un orifice aménagé dans le substrat. Sous l'effet de la pression exercée par le fluide, le revêtement se déforme. La flèche maximale induite par le gonflement, fonction de la quantité de fluide injecté, est mesurée au cours de l'essai. A partir d'une pression critique, le revêtement se décolle de son substrat sur le pourtour de l'orifice (Figure I- 26). La pression est subitement relaxée à cause de l'augmentation de volume sous la membrane, ce qui se traduit par une décroissance de la courbe pression-flèche. La propagation de la fissure se poursuit sous injection continue de fluide. Il est alors possible de déterminer l'énergie d'adhérence de l'interface par un ajustement numérique de la courbe expérimentale pression-flèche enregistrée [DUP04]. La mixité modale associée à cet essai est généralement de l'ordre de  $-55^\circ$ , mais peut varier entre  $-40^\circ$  et  $-90^\circ$  selon la nature et l'épaisseur des couches.



**Figure I- 26 : Essai de gonflement-décollement**

Cet essai présente cependant un risque de rupture prématurée de la membrane avant d'atteindre le délaminage de l'interface. Il est donc applicable uniquement à **un revêtement suffisamment ductile, mince et flexible** [DUP04] [LAP11]. Une épaisseur de revêtement supérieure à  $2\ \mu\text{m}$  est recommandée afin d'éviter les effets de plissage [CHE11].

De plus, il nécessite le forage du substrat sans détérioration et contamination de la liaison. Il n'est donc pas recommandé pour des liaisons de faible adhérence entre deux matériaux fragiles, de type revêtement céramique/substrat céramique [CHE11].

Un revêtement poreux, tels que les revêtements projetés plasma, peuvent fausser les mesures à cause d'une pénétration de fluide dans les porosités. Pour palier cela, l'essai peut être modifié en utilisant un poinçon solide appliquant une pression sous le revêtement.

***Essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée***

L'essai de flexion 4 points met en jeu une éprouvette parallélépipédique composée d'au minimum de deux couches de matériaux et placée entre deux appuis externes et internes. Une pré-fissure est introduite au centre de l'éprouvette, perpendiculairement à l'interface, pour s'affranchir de l'étape d'amorçage de la fissure [DUP04]. Cette éprouvette est ensuite soumise à un effort de flexion 4 points, souvent privilégié à la flexion 3 points car il a l'avantage de maintenir un moment de flexion constant entre les deux appuis internes. Sous l'effet de cette sollicitation, deux fissures symétriques se propagent à l'interface étudiée. La propagation stable de fissure a lieu sous un chargement constant.

Le taux de restitution de l'énergie est calculé en fonction des paramètres géométriques et élastiques des différentes couches de l'éprouvette et de la force sous laquelle la propagation a lieu [CHA89], sans que la longueur des fissures interfaciale ne soit nécessaire.

La mixité modale associé à cet essai est proche de  $45^\circ$  mais est susceptible de varier selon l'épaisseur et la nature des couches en présence.

Dans le cas d'un revêtement épais, la configuration bicouche schématisée sur la Figure I- 27-a est utilisée [VIJ96]. En revanche, dans le cas de l'étude de couches minces, l'ajout d'un raidisseur est essentiel au bon déroulement de l'essai. L'éprouvette « sandwich » ainsi réalisée est schématisée sur la Figure I- 27-b. Cette géométrie est également préférée dans le cas de revêtements fragiles et friables, s'écaillant durant l'essai et empêchant la propagation continue de fissure à l'interface, ne permettant donc pas de déterminer l'énergie d'adhérence.

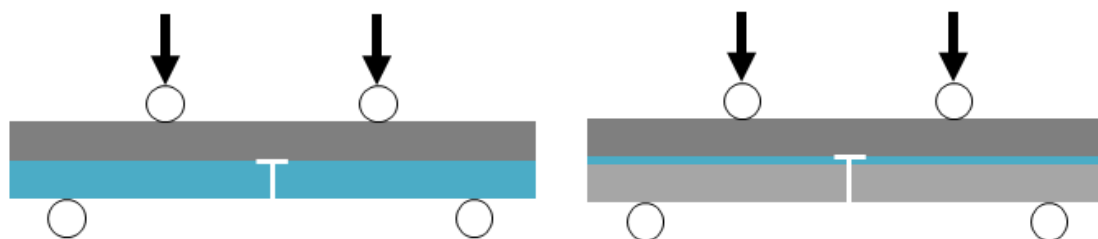


Figure I- 27 : Essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée a) adapté à un système bi-matériau b) adapté à un système revêtement/substrat

Cet essai est particulièrement adapté pour l'étude des **revêtements céramiques projetés plasma sur substrats métalliques** pour les applications de type barrières thermiques [CHE11] [HOF98] [ZHA12] [VAU13] [THE08] [YAM06] [KUC00].

Il est en revanche plus complexe de mise en œuvre lorsqu'il fait intervenir des substrats de type fragile susceptibles de se rompre de manière cohésive au cours de la flexion [CHE11]. En microélectronique, l'essai de flexion 4 points est le plus utilisé pour étudier l'adhérence d'une interface, souvent de type métal/céramique, au sein d'un système composé de plusieurs couches minces. Pour cela, l'empilement de multicouches est inséré entre deux plaques de raidisseurs en silicium, matériau très fragile [HUG04] [DAU98] [TRA11] [LEE09] [DAM05] [SHA05] [HIR06] [GAN05]. Ces nombreuses applications dans le domaine de la microélectronique prouvent la faisabilité de cet essai au moyen de substrats raides et fragiles.

Cet essai est également employé pour l'étude d'interfaces fragiles entre deux couches de céramiques, dans les cellules SOFC. Généralement, les couches minces fragiles sont entourées par deux plaques métalliques pour permettre la réalisation de l'essai [DEL08].

En conclusion, l'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée est utilisé dans de nombreuses applications, sur des revêtements généralement de type fragile et des substrats de diverses natures, fragiles ou ductiles.

Certains auteurs ont souligné la difficulté de faire propager deux fissures parfaitement symétriques à l'interface [WAN05] [GAD12] [HUA05], ce qui est particulièrement vrai lors de l'emploi de substrats fragiles. Face à cette difficulté, des essais de flexion 4 points modifiés sont développés. Des essais de flexion 4 points sur une éprouvette ablatée d'une partie de son substrat/raidisseur et du revêtement, depuis sous un appui interne jusqu'au centre (Figure I- 28), a permis de faire propager une seule fissure interfaciale [ZHA10] [HIR06]. Cette configuration asymétrique permet un meilleur contrôle de la propagation de fissure.

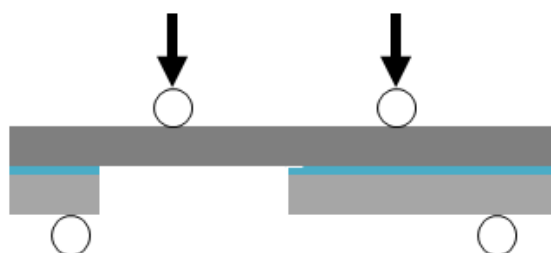


Figure I- 28 : Essai de flexion 4 points asymétrique

### Essai d'indentation normale et transverse

Face à la quantité importante de matériaux nécessaire et aux géométries d'éprouvette parfois complexes, d'autres essais de caractérisation ont vu le jour. Les essais d'adhérence dérivés de l'indentation permettent de pallier ces difficultés et ne nécessitent qu'une petite quantité de matière à tester. Ils sont par ailleurs applicables sur des surfaces ne nécessitant pas de préparation particulière et de géométrie plus complexe, telles que des surfaces incurvées.

Parmi les essais dérivés de l'indentation, il existe l'essai d'indentation normale (Figure I- 29-a). Il consiste à introduire une pointe d'indenteur sphérique, conique ou même pyramidale, à la surface du revêtement provoquant sa décohésion. Deux comportements sont possibles selon la dureté relative du revêtement. S'il est ductile, le revêtement flambe sous l'effet de la compression générée par la pénétration de l'indenteur, et deux cloques apparaissent. Lors de la décharge, les cloques fusionnent. Un modèle basé sur l'analyse de plaque en flexion est proposé par Marshall et Evans [MAR84] pour calculer le taux de restitution de l'énergie à partir du diamètre de la cloque créée et de la force critique, pour un film fin sous indentation conique.

Si le revêtement est fragile, il se fissure de manière cohésive sous l'action de l'indenteur. Le revêtement se décolle puis finit par s'écailler. L'analyse est beaucoup moins aisée à cause de la complexité des ruptures et de la fragmentation multiple se produisant. Il est plus difficile d'aboutir à une quantification de l'énergie d'adhérence.

L'indentation normale étant donc restreinte à l'étude de **couches minces** (généralement  $< 5 \mu\text{m}$ ) **de type ductile**, de par son principe, une autre technique basée sur l'indentation sur une coupe transverse est développée (Figure I- 29-b). Cette technique est employée pour des **revêtements épais** (généralement  $> 200 \mu\text{m}$ ) puisqu'il faut qu'ils soient d'épaisseur supérieure à la taille de l'indenteur.

L'indentation interfaciale consiste en la décohésion du revêtement de son substrat par l'intermédiaire d'un indenteur Vickers ou Knoop (géométrie pyramidale) enfoncé à cette interface et provoquant l'apparition d'une fissure. Le rayon de la zone de décollement «  $a$  » générée à l'interface et la charge  $P$  appliquée par l'indenteur sont liés par une relation de proportionnalité de type :  $a \propto P^n$ , où l'épaisseur  $n$  dépend de l'épaisseur du revêtement. Pour un système donné revêtement/substrat, l'épaisseur de revêtement n'influence pas la charge pour laquelle apparaît une fissure interfaciale. Les courbes  $\ln(a)$  en fonction de  $\ln(P)$ , pour plusieurs épaisseurs de revêtement, s'intersectent en un même point correspondant à la charge critique du décollement. Cette charge peut être considérée comme un critère d'adhérence de l'interface, ou bien être intégré dans le calcul d'une ténacité interfaciale  $K_c$ , constituant un autre critère d'adhérence [CHI96].

Cette technique a été utilisée le plus souvent pour la détermination de la ténacité interfaciale de **revêtements céramiques**, en carbures de chrome projetés thermiquement [LES93] [CHI96] [LIU05] ou alumine [ZHA04] [LIU05], **sur divers substrats métalliques**.

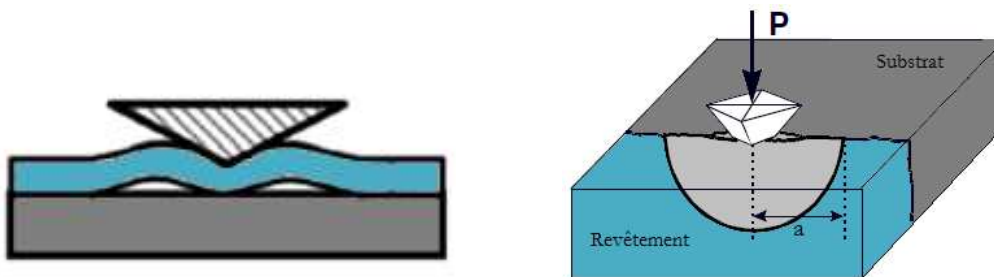


Figure I- 29 : Indentation a) normale b) interfaciale

Lorsque des revêtements sont trop fins pour que l'essai d'indentation interfaciale soit applicable, une technique dérivée peut être employée : la méthode VIC (Vickers Indentation Cracking) ou encore appelée indentation transverse. Elle repose sur le même principe que l'indentation interfaciale à la différence que l'indentation est réalisée transversalement dans le substrat, en retrait de l'interface.

---

Si le substrat est ductile, une déformation plastique autour de la zone indentée apparaît et, selon la distance à l'interface, l'état de contrainte engendré peut entraîner la rupture adhésive de celle-ci. La relation entre la distance d'indentation à l'interface, la charge appliquée et la longueur de fissure générée à l'interface nous informe sur l'adhérence du revêtement. Ce type d'essai a été réalisé avec succès sur des revêtements en zircone yttrée, d'environ 30  $\mu\text{m}$ , sur des alliages à base Nickel-Chrome [VER11].

Si le substrat est fragile, il se fissure sous l'action de l'indenteur. Les fissures amorcées aux extrémités de l'indenteur vont se propager jusqu'à l'interface, et éventuellement dévier à l'interface. Cette technique, particulièrement bien adaptée à des **substrats fragiles**, est employée sur des revêtements ductiles en cuivre, de 600 nm, sur substrat fragile en silicium [ROY08].

Ces techniques dérivées de l'indentation présentent néanmoins plusieurs inconvénients. Le bilan d'énergie effectué entre l'état initial et final prend en compte l'énergie d'amorçage de la fissure, souvent aléatoire, et ignore les conditions mécaniques d'amorçage [DUP04]. Les mécanismes de rupture qui entrent en jeu sont souvent complexes à analyser pour obtenir un critère d'adhérence quantitatif.

### ***Essai Mixed Mode Bending***

L'essai Mixed Mode Bending (MMB) est une combinaison de l'essai DCB, sollicitant l'interface en mode I, et de l'essai ENF, sollicitant l'interface en mode II. La géométrie de l'éprouvette est similaire à l'essai DCB et ENF, à savoir une éprouvette « sandwich » dont une plaque raidisseur a été ajoutée pour symétriser l'éprouvette, et pré-fissurée à l'interface à partir d'une extrémité.

Un effort est appliqué sur le levier de chargement afin d'introduire simultanément du mode I et II à l'interface. Le montage spécifique permet de balayer une gamme de mixité modale importante selon la distance d'application de l'effort P par rapport au centre de l'éprouvette. A noter qu'il est difficile d'obtenir une sollicitation proche du mode I avec cette configuration d'essai.

Cet essai est généralement utilisé pour caractériser la propagation du délaminage dans les composites stratifiés [VAN11] [PRO07] et plus récemment il est adapté à la microélectronique pour l'étude d'interfaces de type métal (cuivre)/résine époxy [KOL11].

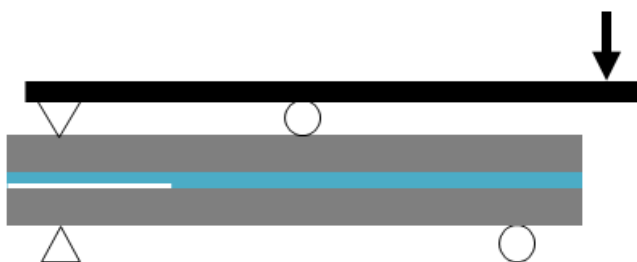


Figure I- 30 : Essai MMB

## II.5 Applicabilité des essais d'adhérence aux revêtements projetés plasma

La sélection des essais sera effectuée dans le CHAPITRE III en regard des spécificités de chacun des multicouches (nature des matériaux, épaisseurs...) décrites dans le CHAPITRE II.

Parmi tous les essais d'adhérence présentés, nous retiendrons deux essais d'amorçage, l'un en mode I, l'autre en mode II et deux essais de propagation, dans la mesure du possible en mode I et en mode II. Selon les spécificités du multicouche étudié, certains essais ne sont pas applicables.

Enfin, nous retiendrons aussi certains essais de propagation sollicitant l'interface en mode mixte I/II en tant qu'essais de validation.

Afin de faciliter notre choix, un récapitulatif est proposé dans les tableaux suivants ; classés selon le critère mesuré. Les natures des revêtements et substrats ainsi que les épaisseurs caractéristiques impliquées sont précisées pour chacun des essais.

Il est à noter que la plupart des essais sont adaptés à l'étude de revêtements ductiles ou fragiles (dans le cas des barrières thermiques en céramique) sur des substrats ductiles. Dans le cas de multicouches faisant intervenir des revêtements et substrats tout deux fragiles, le choix en essais d'adhérence est plus restreint.



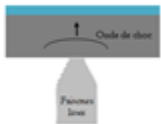

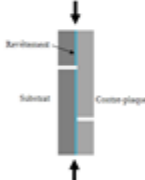


Essai d'amorçage	Nature revêtement	Nature substrat	Epaisseur caractéristique	Limite(s)
	Non poreux Grande variété	Grande variété	Revêtement épais > 10 µm	Grande structure Limité à des adhérence faible
	Non poreux Grande variété	Grande variété	Revêtement épais > 10 µm	Limité à des adhérence faible
	*	*	Grande variété	Nécessite l'apport de la modélisation pour la quantification des contraintes
	Grande variété	Grande variété	*	Grandes dimensions nécessaires
	*	*	Revêtement épais et mince	Risque de flambage si éprouvette trop mince
	Non friable Pas trop tendre Non fragile	Grande variété	Revêtement épais > 150 µm	Fragmentation du revêtement
	*	*	*	Support spécifique

Figure I- 31 : Récapitulatif des caractéristiques des essais d'amorçage (\* peu référencé)





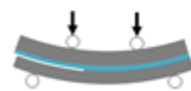


Essai de propagation en mode I	Nature revêtement	Nature substrat	Epaisseur caractéristique	Limite(s)
	Ductile Flexible	Grande variété	Revêtement épais	Risque de déformations plastiques
	Ductile Flexible	Grande variété	Revêtement mince	
	Ductile ou fragile	Flexible (recommandé) et rigide	Substrat épais Revêtement mince	
	Flexible	Rigide Fragile	Revêtement épais	
Essai de propagation en mode II	Nature revêtement	Nature substrat	Epaisseur caractéristique	Limite(s)
	*	Flexible recommandé	Revêtement épais et mince	
	*	Flexible recommandé	Revêtement épais et mince	
	Ductile ou fragile	Ductile	*	Fragmentation du revêtement

Figure I- 32 : Récapitulatif des caractéristiques des essais de propagation en mode I et II (\* peu référencé)


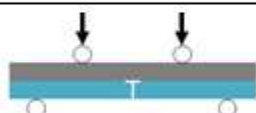
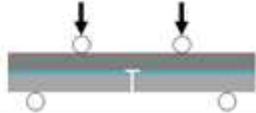
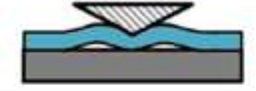
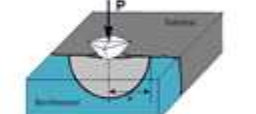

Essai de propagation en mode I/II	Nature revêtement	Nature substrat	Epaisseur caractéristique	Limite(s)
	Non poreux Flexible Ductile	Grande variété	Revêtement mince	Risque de contamination de l'interface
	Non friable	Ductile	Revêtement épais	
	Fragile et ductile	Ductile (recommandé) et fragile	Revêtement épais et mince	
	Ductile	Grande variété	Revêtement mince < 5 μm	Mode de sollicitation complexe
	Fragile	Grande variété	Revêtement épais	Mode de sollicitation complexe
	*	Flexible	Revêtement épais et mince	Montage complexe

Figure I- 33 : Récapitulatif des caractéristiques des essais de propagation en mode mixte I/II (\* peu référencé)

### III. Modélisation de la rupture interfaciale et analyse par éléments finis

De multiples méthodes numériques employant les éléments finis sont développées afin de rendre compte des mécanismes de fissuration au sein d'une structure. Une présentation succincte de ces différentes approches sera réalisée en prenant soin de distinguer les approches globales et les approches locales. Le principe, les avantages et les limitations de chaque méthode seront mis en évidence pour nous permettre d'effectuer le choix le plus cohérent pour l'étude de la fissuration interfaciale nous concernant.

Enfin, l'accent sera mis sur les modèles de zones cohésives qui constituent la méthode numérique qui semble la plus appropriée. Plus particulièrement, le principe ainsi que les difficultés rencontrées par l'emploi de cette technique seront abordés et des précautions d'usage seront proposées.

#### III.1 Approches globales

Les approches globales sont basées sur la mécanique de la rupture dans les milieux continus. Ils s'appuient généralement sur des paramètres énergétiques, tels que le taux de restitution de l'énergie, afin de prédire la propagation de fissure. Parmi les plus fréquemment rencontrées, nous citerons la méthode intégral J, la méthode VCCT (Virtual Crack-Closure Technique) et XFEM (EXtend Finite Element Method).

La méthode qui repose sur l'intégrale de contour J est basée sur le calcul de la variation d'énergie élastique, restituée au sein du contour J défini en pointe de fissure, lors d'une avancée infinitésimale de fissure. Lorsque l'énergie restituée est supérieure au taux de restitution d'énergie critique, la fissure est autorisée à se propager. La méthode VCCT suppose que l'énergie libérée pour une petite avancée de fissure est identique à l'énergie nécessaire pour sa fermeture, sous un même effort externe. Ces deux méthodes nécessitent un maillage fin en pointe de fissure afin de décrire convenablement le champ de contrainte et de déformations. Un maillage raffiné en pointe de fissure, dit en « toile d'araignée », suffit.

La méthode des éléments finis a fait ses preuves mais présente des problèmes de convergence numérique lorsque des singularités apparaissent, comme c'est le cas lors de problèmes de fissuration. C'est pourquoi la méthode XFEM a vu le jour. Elle est basée sur l'enrichissement des éléments en pointe de fissure. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet une prédiction correcte du trajet de fissuration sans avoir recours à des méthodes de remaillage ou à un maillage relativement fin.

Les méthodes globales sont généralement simples d'application, mais permettent de modéliser uniquement la phase de propagation de la fissure sur la base de critères énergétiques, sans tenir compte de l'étape d'amorçage.

#### III.2 Approches locales

Contrairement aux approches globales, les approches locales cherchent à modéliser le comportement du matériau en pointe de fissure, sur la base de la physique des processus de dégradation aux échelles fines. Elles reposent sur la mécanique de l'endommagement pour déterminer les conditions d'amorçage et de propagation de la fissure.

Des modèles issus de la mécanique de l'endommagement, tels que le modèle de Gurson pour modéliser la rupture ductile en assimilant un matériau avec des microcavités de différentes tailles à un matériau poreux ou le modèle de Rousselier qui est une variante, sont basés sur une approche locale.

Lorsqu'il y a localisation de la rupture dans les matériaux ductiles ou rupture fragile, les modèles de zones cohésives peuvent être employés. Ils reposent sur une loi adoucissante modélisant l'endommagement du matériau lorsqu'un seuil critique en contrainte est atteint. Les modèles de zones cohésives nécessitent cependant la connaissance du trajet de la fissure.



---

Les approches locales requièrent néanmoins une finesse du maillage importante afin de décrire le champ de contraintes en pointe de fissure. Numériquement, elles sont donc plus lourdes d'application. Cependant, elles présentent l'avantage majeur de pouvoir décrire aussi bien les mécanismes d'amorçage que de propagation. Elles permettent également d'introduire une longueur intrinsèque permettant de rendre compte des effets de taille dans une structure. Cette longueur caractéristique est par exemple représentée par la zone de transition, dans les modèles de zones cohésives, située entre la zone rompue et la zone saine.

### III.3 Modèles de zones cohésives

Compte tenu des avantages et limitations de chacune des méthodes numériques précédemment citées, la modélisation de la rupture par l'intermédiaire des modèles de zones cohésives est préférée. En effet, cette méthode permet de modéliser aussi bien l'étape d'amorçage que l'étape de propagation de la fissure. Elle permet également de tenir compte des effets de taille susceptibles d'intervenir dans notre problème, notamment concernant la variation des épaisseurs de revêtements au sein des multicouches étudiés. Enfin, la limitation mentionnée concernant la connaissance du trajet de fissuration n'est pas problématique dans notre étude puisque la fissure est localisée à l'interface entre le revêtement et le substrat.

#### III.3.1 Les différents modèles de zones cohésives

##### ***Principe***

Les modèles de zones cohésives décrivent localement le processus de fissuration. Sa formulation peut être fondée sur la définition de potentiels d'interaction ou bien inspirée de la mécanique de l'endommagement, comme c'est le cas du modèle implémenté dans ABAQUS dû à Camanho et Davila [CAM02].

Originellement, Barenblatt [BAR59] est le premier à proposer un tel modèle afin de remédier au problème de singularité de contrainte en fond d'entaille, comme prédit par la mécanique élastique linéaire de la rupture. Il propose donc une amélioration de la théorie de Griffith dans les matériaux quasi-fragiles en introduisant une zone de transition en pointe de la fissure, entre la zone rompue et la zone saine. Les modèles de zones cohésives sont caractérisés par une loi dite cohésive qui décrit le comportement d'une surface soumise à une sollicitation mécanique.

Par la suite, de nombreux auteurs ont proposés des lois cohésives caractéristiques des matériaux étudiés et du mécanisme de rupture associé (rupture fragile ou rupture ductile lorsqu'elle est localisée). De nombreuses lois cohésives sont proposées dans la littérature et diffèrent selon la nature du matériau (ductile, fragile, composite...) ou bien encore le type de chargement considéré (monotone ou cyclique).

##### ***Rupture fragile ou ductile localisée dans un matériau***

Dugdale [DUG60] a proposé un modèle analytique simple permettant de lever la singularité en pointe de fissure. Il est bien adapté à la description du craquelage des polymères amorphes. Il considère l'existence d'une zone appelée « process zone », de longueur  $l_{\infty}$ , définie comme la surface en fond d'entaille soumise à une répartition de forces cohésives (Figure I- 34). Il considère une répartition uniforme de la contrainte normale en fond d'entaille  $\sigma$  égale à la limite d'élasticité du matériau. Au-delà d'une ouverture critique  $\delta_m$  entre les deux flancs de la fissure, les forces cohésives qui s'exercent sont supposées nulles.

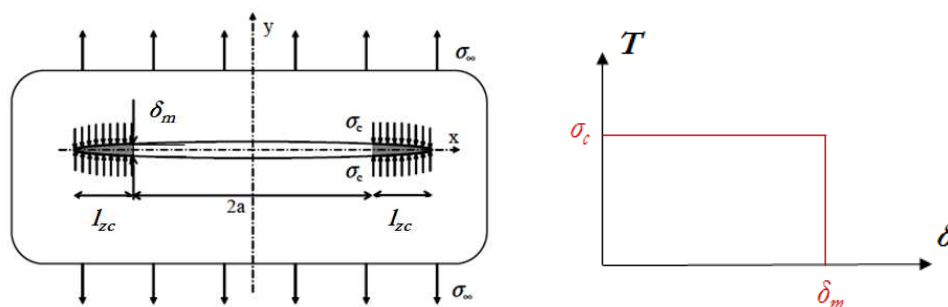


Figure I- 34 : Description du modèle cohésif de Dugdale et loi cohésive associée

Puis, Hillerborg [HIL76] a proposé un modèle cohésif adoucissant, en combinaison avec les éléments finis, pour analyser la propagation de fissure dans des matériaux où la zone endommagée est étendue, c'est-à-dire que la « process zone » est de taille non négligeable devant les dimensions de la structure, tel que pour les bétons. Il introduit les concepts d'énergie de rupture  $G$ , définie comme l'énergie de surface nécessaire pour séparer les deux lèvres de la fissure, et de contrainte critique  $\sigma_c$ , définie comme la valeur maximale de la contrainte en pointe de fissure pour laquelle la fissure s'amorce. Cette loi cohésive adoucissante a été approximée ensuite par une loi trilineaire, par Elices [ELI02], pour l'étude de polymères et de métaux.

Enfin, Tvergaard et Hutchinson [TVE92] ont quelque peu modifié le modèle cohésif de Dugdale pour modéliser la propagation de fissure dans des matériaux élasto-plastiques. La loi cohésive alors développée est de forme dite trapézoïdale. Ils l'utilisent pour traiter des phénomènes de nucléation, de croissance et de coalescence propres à la rupture ductile.

Les lois de Dugdale ou de Tvergaard et Hutchinson sont généralement employées pour décrire le processus de rupture ductile [SCH06], telle que la rupture par craquelage dans les polymères amorphes, puisqu'elles permettent de restituer correctement le champ de déformation en pointe de fissure dans les matériaux ductiles.

### Rupture à l'interface d'un bi-matériau

Les modèles de zones cohésives sont particulièrement adaptés à la modélisation de la rupture interfaciale pour laquelle la localisation du trajet de la fissure est a priori connue. Ils connaissent un essor dans les années 1990 avec l'application de ces modèles cohésifs aux interfaces de matériaux composites, de joints collés ou encore de pièces revêtues.

Needleman [NEE87] [NEE90] est le premier a proposé une loi cohésive de forme polynomiale et exponentielle pour décrire la décohésion de particules dans des composites à matrice céramique. Son modèle dérive d'un potentiel d'interaction dans lequel sont impliquées des contributions normale et tangentielle. Xu et Needleman [XU\*93] introduisent, par la suite, un potentiel inspiré de la loi de décohésion interatomique permettant de généraliser le couplage normal et tangentiel (Figure I- 35).

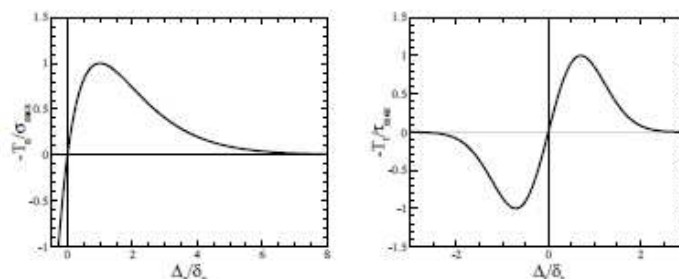


Figure I- 35 : Description de la composante normale et tangentielle de la loi de Xu et Needleman [XU\*93]

---

Chandra [CHA02] a également appliqué cette formulation pour l'analyse de la rupture d'un composite à matrice métallique et fibres en céramique.

Le modèle de Needleman subit par la suite une amélioration de Tvergaard [TVE92] afin de rendre compte de l'irréversibilité de l'endommagement. Cette formulation est particulièrement appliquée à l'étude de chargements cyclés en définissant une décharge linéaire permettant de ne pas suivre le profil défini par le potentiel d'interaction.

Plus tard, un modèle linéaire voit le jour grâce à Camacho et Ortiz [CAM96] pour les problèmes de fissuration sous impact dans les matériaux fragiles. Puis, une relation de type bilinéaire est employée par Geubelle et Baylor [GEU98] pour les problèmes de délaminage dans les composites. Cette loi bilinéaire peut être considérée comme une approximation du modèle de Tvergaard.

Une loi bilinéaire est également utilisée par Camanho et Davilá [CAM02] pour la modélisation d'essais ENF, DCB et MMB pour le délaminage de composites à renfort fibreux. Ce modèle considère une irréversibilité de l'endommagement et sera ensuite implémenté dans le code éléments finis ABAQUS. C'est ce modèle qui sera employé pour les travaux présentés dans ce mémoire, c'est pourquoi une description plus précise de la loi cohésive bilinéaire est effectuée dans la partie suivante.

Plus récemment, les modèles cohésifs ont été employés pour l'étude du délaminage de revêtements sur leur substrat [CUM12] [GAO04], dont les revêtements projetés plasma [ZHU15] et les revêtements déposés par voie physique (PVD) [YUA03] [VAU13] [RAK14].

D'une manière générale, quel que soit la forme de la loi cohésive utilisée, l'énergie de séparation  $G$  à apporter pour faire propager la fissure d'une unité d'aire s'exprime :

$$G = \int_0^{\delta_m} T_i \times d\delta_i, \quad \text{Equation I- 26}$$

et représente l'aire sous la courbe de la loi cohésive.

### ***Influence de la forme de la loi***

Face à la multitude de lois cohésives proposées dans la littérature, nous pouvons nous demander quel type de loi est la plus adaptée à notre cas. Et plus particulièrement quelle est l'influence de la forme de la loi ? Cette problématique a souvent été abordée dans la littérature. Alfano [ALF06] a montré une légère dépendance de la réponse macroscopique force-déplacement, sur un essai DCB et d'un essai de cisaillement, selon la loi employée. La loi de forme exponentielle semble plus stable numériquement par rapport à une loi trapézoïdale. Néanmoins, la loi bilinéaire, très proche de la loi exponentielle, semble être le meilleur compromis entre une bonne approche des résultats numériques et un faible coût numérique. Plus généralement, la réponse macroscopique d'un système semble relativement peu dépendre de la forme de la loi cohésive [MON00] [PEN13], mais à l'échelle locale, en pointe de la fissure par exemple, la dépendance semble plus marquée. Une règle empirique prescrit souvent l'utilisation d'une loi bilinéaire pour la rupture fragile et une loi trapézoïdale pour la rupture ductile.

### III.3.2 Loi bilinéaire

Pour modéliser la rupture aux interfaces revêtement/substrat étudiées, une loi cohésive bilinéaire est retenue. Dans cette partie nous nous attachons donc à présenter ce modèle cohésif.

### Description de la loi

Le comportement à rupture de l'interface est régi par une loi Traction-Séparation de type bilinéaire, illustrée sur la Figure I- 36. Le comportement sous une direction normale ( $i=n$ ) et sous une direction tangentielle ( $i=t$ ) est décrit par une même loi, dont seuls les paramètres varient selon la direction de sollicitation.

Dans une première phase ascendante de la courbe, la contrainte  $T$  à l'interface augmente linéairement avec l'ouverture  $\delta$ , selon une pente initiale décrite par le paramètre  $K$ . Nous verrons que ce paramètre doit être choisi de manière adéquate afin de ne pas altérer les propriétés élastiques effectives de l'assemblage et assurer la continuité des déplacements au voisinage de l'interface (cf CHAPITRE III). Dans cette phase, l'interface est considérée comme saine et possède un comportement linéaire élastique non endommagé.

Lorsque la contrainte critique de traction ou de cisaillement ( $T_{i,max}$ ,  $i = n ; t$ ) est atteinte, l'interface commence à s'endommager. Le comportement de l'interface est alors décrit par la phase descendante de la courbe simulant une perte de raideur et un endommagement progressif de l'interface. Le lien avec la mécanique de l'endommagement est établi par la définition d'une variable d'endommagement  $D$ . Il est important de noter, qu'en cas de décharge, il y a irréversibilité de l'endommagement.

Finalement, l'ouverture entre les deux lèvres de l'interface atteint une valeur critique  $\delta_{i,max}$  correspondant à la rupture de l'interface. A partir de cet instant, la germination d'une fissure a lieu.

La relation Traction-séparation peut s'exprimer ainsi :

$$T_i = \begin{cases} K\delta_i, & \delta_i \leq \delta_{i,0} \\ (1-D)K\delta_i, & \delta_{i,0} < \delta_i < \delta_{i,m} \\ 0, & \delta_i \geq \delta_{i,m} \end{cases} \quad \text{Equation I- 27}$$

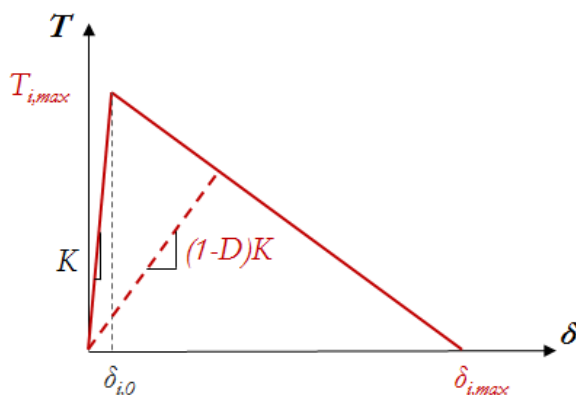


Figure I- 36 : Description du modèle cohésif bilinéaire

L'énergie de séparation qu'il faut fournir pour faire propager la fissure d'une unité de surface est égale au taux de restitution de l'énergie  $G_{i,c}$ . Cette grandeur est équivalente à l'aire sous la courbe de la loi Traction-Séparation. Dans le cas d'une loi bilinéaire, elle est reliée à la contrainte critique et à l'ouverture critique par la relation suivante :

$$G_{i,c} = \frac{1}{2} T_{i,max} \times \delta_{i,m} \quad \text{Equation I- 28}$$

Par conséquent, pour identifier intégralement une loi cohésive bilinéaire il suffit de déterminer deux paramètres parmi  $G_{i,c}$ ,  $T_{i,max}$  et  $\delta_{i,m}$ , et ce pour chacun des modes purs.

---

## Evolution de l'endommagement

Dans la partie adoucissante de la loi cohésive, l'endommagement de l'interface est quantifié par l'intermédiaire d'une variable d'endommagement  $D$  définie ainsi :

$$D = \begin{cases} 0, & \delta_i \leq \delta_{i,0} \\ \frac{\delta_{i,m}(\delta_i - \delta_{i,0})}{\delta_i(\delta_{i,m} - \delta_{i,0})}, & \delta_{i,0} < \delta_i < \delta_{i,m} \\ 1, & \delta_i \geq \delta_{i,m} \end{cases} \quad \text{Equation I- 29}$$

Cette variable est comprise entre 0 et 1. La zone de l'interface pour laquelle  $0 < D < 1$  est définie comme la « process zone ». A l'amorçage de l'endommagement  $D = 0$  et lors de la germination de la fissure  $D = 1$ , correspondant alors à une ouverture critique atteinte. A cet endroit ( $D \geq 1$ ), les forces cohésives exercées sur les surfaces de l'interface sont considérées nulles.

### Chargement mixte

Précédemment sont décrits les comportements de l'interface sous une direction normale ou tangentielle. Sous un chargement mixte entre les directions normal et tangentielle, il faut définir un déplacement effectif équivalent et une contrainte effective équivalente, dépendants des valeurs normales et tangentielles, comme suit :

$$T_{eq} = \sqrt{T_n^2 + T_t^2}, \quad \text{Equation I- 30}$$

$$\delta_{eq} = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_t^2}, \quad \text{Equation I- 31}$$

Avec  $\langle . \rangle$  le crochet de Macaulay qui représente la partie positive du nombre. Un état purement en compression n'induit donc pas d'endommagement ; le crochet de Macaulay est alors égal à 0.

### III.3.3 Critères d'amorçage de l'endommagement

Le processus d'endommagement de l'interface s'initie lorsque les contraintes ou les déformations satisfont un critère, appelé critère d'amorçage de l'endommagement. Il existe plusieurs critères d'amorçage possibles.

Les critères de contrainte ou de déformation maximale, nommés MAXS ou MAXE, considèrent que l'endommagement s'amorce lorsque le rapport maximal de la contrainte ou de la déformation respectivement sur la contrainte critique ou déformation critique atteint une valeur de 1 :

$$\max \left\{ \frac{\langle T_n \rangle}{T_{n,\max}}; \frac{T_t}{T_{t,\max}} \right\} = 1, \quad \text{Equation I- 32}$$

$$\max \left\{ \frac{\langle \varepsilon_n \rangle}{\varepsilon_{n,\max}}; \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_{t,\max}} \right\} = 1. \quad \text{Equation I- 33}$$

Des critères d'amorçage quadratique en contrainte ou déformation, nommés QUADS ou QUADE, existent également. Ils supposent que l'endommagement commence lorsqu'une fonction quadratique faisant intervenir le rapport de la contrainte ou de la déformation sur la contrainte critique ou déformation critique atteint une valeur de 1 :

$$\left( \frac{\langle T_n \rangle}{T_{n,\max}} \right)^2 + \left( \frac{T_t}{T_{t,\max}} \right)^2 = 1, \quad \text{Equation I- 34}$$

$$\left( \frac{\langle \varepsilon_n \rangle}{\varepsilon_{n,\max}} \right)^2 + \left( \frac{\varepsilon_t}{\varepsilon_{t,\max}} \right)^2 = 1. \quad \text{Equation I- 35}$$

### III.3.4 Critères de rupture

De la même façon que pour le critère d'amorçage, un critère de rupture doit être défini afin d'identifier l'instant de la rupture. Là encore plusieurs critères sont possibles : un critère en déplacement ou un critère énergétique peut être choisi. C'est-à-dire que la fissure se propage lorsque le déplacement entre les lèvres de la future fissure atteint une ouverture critique, ou lorsque le taux de restitution de l'énergie totale atteint le taux de restitution critique  $G_c$ .

#### *En déplacement*

Le critère en déplacement considère l'apparition de la fissure lorsque le déplacement équivalent entre les deux flancs de l'interface atteint une ouverture critique, nommée  $\delta_m$  :

$$\delta_{eq} = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_t^2} = \delta_m, \quad \text{Equation I- 36}$$

où  $\delta_{eq}$  représente le déplacement équivalent sous un mode mixte.

#### *En énergie*

Le critère en énergie considère la propagation de la fissure lorsque le taux de restitution de l'énergie atteint un seuil critique, appelé le taux de restitution de l'énergie critique  $G_c$ .

Ce taux de restitution de l'énergie critique dépendant de la mixité modale et peut être défini à l'aide de différents critères. Parmi les critères de rupture énergétiques existants, citons les plus couramment utilisés : un critère de rupture de type loi puissance et un critère empirique proposé par Benzeggagh et Kenane, noté BK. Le premier critère suppose que les rapports des taux de restitution de l'énergie  $G_i$  ( $i = n ; t$ ), associés au mode I et II, sur les taux de restitution de l'énergie critique  $G_{i,c}$  ( $i = n ; t$ ), dans chacun des modes, est régi par une loi de type puissance. Il est également appelé critère « Power law » :

$$\left( \frac{G_I}{G_{I,c}} \right)^\alpha + \left( \frac{G_{II}}{G_{II,c}} \right)^\alpha = 1, \quad \text{Equation I- 37}$$

où  $\alpha$  est un paramètre matériau choisi empiriquement. Ce critère est également appelé critère linéaire si  $\alpha = 1$  et critère quadratique si  $\alpha = 2$ .

Plus récemment, un critère empirique établi par Benzeggagh et Kenane définit le taux de restitution de l'énergie critique selon la mixité modale de la manière suivante :

$$G_c = G_{I,c} + (G_{II,c} - G_{I,c}) \left( \frac{G_{II}}{G_I + G_{II}} \right)^\beta, \quad \text{Equation I- 38}$$

où  $\beta$  est un paramètre matériau déterminé empiriquement.

D'autres critères d'amorçage de l'endommagement ou de rupture peuvent être identifiés et adaptés à l'étude d'interfaces spécifiques. C'est l'objet du travail de Vandellos [VAN11] qui a tenté d'identifier ces critères sur la base de résultats d'essais d'adhérence et de modélisations dans le cadre de structures en composites stratifiés.

### III.3.5 Les problèmes numériques

Malgré des avantages certains, l'utilisation des modèles de zones cohésives suscite encore des problèmes d'ordre numérique. L'ensemble des problèmes qui peuvent être rencontrés sont abordés dans cette partie afin d'identifier les difficultés liées à la réalisation de nos modélisations et d'en faire le meilleur usage pour l'obtention d'un calcul fiable.

#### ***Instabilité numérique : saut de solution***

L'un des problèmes numériques majeur lors de l'utilisation des modèles de zones cohésives est la perte d'unicité de la solution qui peut se produire. En effet, le caractère adoucissant rencontré pour les lois cohésives rend le problème mal posé. Cette instabilité apparaît lorsque l'énergie emmagasinée dans le système est supérieure à l'énergie emmagasinée dans la zone cohésive, qui est équivalente au taux de restitution de l'énergie  $G_c$ . Cet excès d'énergie engendre la rupture brutale de la zone cohésive

Ce problème peut être illustré par un problème 1D de traction uniaxiale, constitué d'un barreau élastique, modélisé par un ressort de raideur  $k$  et de longueur  $L$ , et d'un élément d'interface, selon le schéma de la Figure I- 37, développé par Chaboche et al [CHA01]. Le modèle cohésif utilisé dans cet exemple est de type Needleman.

La réponse du ressort est modélisée par une droite en pointillée, de pente  $-k/L$ . La solution du problème est donnée par le point d'intersection entre la réponse du ressort et la loi cohésive. Dans la phase ascendante de la loi cohésive, il existe toujours une unique intersection et donc une unique solution, schématisé par le point d'abscisse  $u_0$ . En revanche, dans la phase adoucissante de la loi cohésive, il existe deux cas :

- o Cas où le ratio  $k/L$  est suffisamment grand : il existe toujours une unique solution et la réponse est stable.
- o Cas où le ratio  $k/L$  est plus petit que la pente locale de la loi cohésive : il n'existe plus de point de fonctionnement. Il y a perte d'unicité de la solution. Cette situation correspond à un saut de solution de  $u_a$  à  $u_b$ . Physiquement, cela se traduit par une énergie stockée par le système global trop importante par rapport à l'énergie nécessaire à la séparation de l'interface.

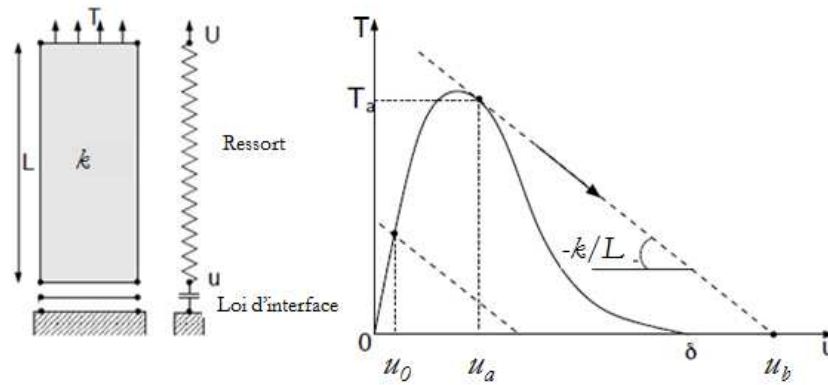


Figure I- 37 : Illustration du problème de saut de solution dans un modèle élastique cohésif [CHA01]

Des solutions au problème de saut de solution sont proposées dans la littérature. En général, des méthodes de régularisation sont employées. Les techniques le plus souvent rencontrées sont les suivantes :

- Face aux problèmes d'instabilités mécaniques, un algorithme de Riks, encore appelé longueur d'arc, est utilisé pour trouver des branches de solutions instables où un algorithme classique de Newton-Raphson échoue. En effet, un algorithme de Newton-Raphson impose un déplacement croissant dans le schéma de résolution qui ne permet pas de revenir à un pas négatif. Néanmoins, cette solution implique un effort d'implémentation conséquent.
- Une modélisation dynamique, en passant en ABAQUS/Explicit, permet également de résoudre le problème. Ce changement équivaut à transformer le surplus d'énergie stockée en énergie cinétique, ce qui revient à augmenter le ratio  $k/L$  et donc à vérifier ainsi l'unicité de la solution.
- Une régularisation visqueuse peut également être employée [GAO04] [HAM09] [ZHU15] [FAO12]. Cette technique consiste à dissiper une partie de l'énergie élastique stockée en énergie visqueuse dans les éléments cohésifs afin d'assurer l'unicité de la solution. Elle présente cependant certains inconvénients dont le fait d'ajouter une énergie visqueuse supplémentaire à l'énergie du système, qui est alors fictivement augmentée et plus représentative de la physique du problème. Le paramètre de régularisation visqueuse sera donc à choisir avec précaution, après une étude paramétrique permettant d'étudier son influence, et qui sera réalisée dans le CHAPITRE III. Par ailleurs, l'emploi d'une régularisation visqueuse peut introduire une dépendance à la vitesse de chargement [CHA01]. Enfin, l'incrément de temps doit être choisi suffisamment petit, c'est à dire inférieur au paramètre de régularisation visqueuse, afin d'assurer la convergence [GAO04].  
C'est cette dernière méthode qui sera envisagée pour résoudre les problèmes d'instabilités numériques dans notre étude.

### ***Perte de raideur artificielle du système***

L'insertion de zones cohésives (de type intrinsèque, c'est-à-dire avec une raideur initiale  $K$  finie), à l'interface entre chaque élément d'un modèle éléments finis induit une souplesse additionnelle artificielle. Or, pour étudier la rupture interfaciale, une seule zone cohésive est insérée à l'interface d'intérêt ce qui limite grandement ce phénomène.

Néanmoins, la raideur initiale de la zone cohésive, définie par le paramètre  $K$ , doit être choisie avec précaution. Il ne doit pas être trop grand de manière de ne pas mal conditionner le problème, ce qui empêcherait la convergence du calcul. Et, il ne doit pas être trop petit afin de ne pas introduire une complaisance trop importante et d'assurer la continuité des déplacements au voisinage de l'interface [MON00]. Dans le CHAPITRE III sera évoqué le choix effectué pour ce paramètre.



---

### *Dépendance au maillage*

Il existe également une dépendance du chemin de fissuration selon la topologie et la finesse du maillage. Il s'agit d'un problème de convergence spatiale. Cependant, dans notre cas où nous étudions la rupture interfaciale entre deux matériaux, la localisation de la fissure est connue, ce qui éradique ce problème.

En revanche, il persiste un problème de divergence selon la taille de maille utilisée pour décrire la zone cohésive [TUR07] [MOR13]. Une discrétisation spatiale suffisamment fine est requise afin de garantir la convergence du calcul. Une étude paramétrique sera menée dans le CHAPITRE III afin d'évaluer la taille de maille requise pour décrire correctement la répartition des efforts cohésifs le long de l'interface.

### III.3.6 Calibration des paramètres de la loi cohésive

Outre les problèmes numériques pouvant apparaître, la principale problématique de l'emploi des modèles de zones cohésives est la détermination des paramètres de la loi cohésive. Il s'avère que les paramètres clés des modèles de zones cohésives sont la contrainte critique, l'ouverture critique et le taux de restitution de l'énergie (aire sous la courbe). Mais comment faut-il calibrer ces paramètres ? Pouvons-nous les assimiler à des paramètres matériaux par exemple ?

Plusieurs méthodologies couplant expérimentation et modélisation sont proposées dans la littérature afin de calibrer un ou plusieurs paramètres de la loi cohésive. Les paramètres sont généralement calibrés numériquement, sous chaque mode pur, pour rendre compte du comportement expérimental de l'interface, et plus particulièrement pour rendre compte de la forme de la courbe force-déplacement obtenue expérimentalement grâce à divers essais d'adhérence [ILY09] [LEE10]. Puis, une validation est réalisée à l'aide d'un essai faisant intervenir simultanément les deux modes de sollicitation. Parfois les paramètres sont également calibrés sur l'évolution de la longueur de délaminage au cours de l'essai [ZHU15].

## IV. Synthèse

La projection plasma est un procédé industriel générant des revêtements aux propriétés mécaniques et microstructurales complexes, dont les spécificités ont été abordées dans ce chapitre. Les propriétés des deux revêtements de l'étude seront évaluées de manière plus précise grâce à des caractérisations mécaniques, ce qui fait l'objet du CHAPITRE II.

Par ailleurs, le mécanisme principal à l'origine de l'adhésion des revêtements projetés plasma est l'ancrage mécanique. Il doit néanmoins s'accompagner d'une bonne mouillabilité afin que les lamelles s'insèrent dans les aspérités de surface du substrat. En projection plasma, une préparation de surface par sablage ou à l'aide d'une sous-couche d'accroche est souvent privilégiée afin d'apporter la rugosité de surface nécessaire à l'accroche mécanique. Une attention particulière sur l'état des interfaces de nos multicouches sera donc apportée dans le CHAPITRE II.

Enfin, une autre particularité liée au procédé de projection plasma est l'apparition de contraintes internes dans le revêtement. Elles peuvent conduire à une détérioration de l'adhérence du revêtement. C'est pourquoi il pourra être intéressant d'évaluer leur impact sur l'adhérence de l'interface. Cet aspect sera traité dans les CHAPITRE IV et CHAPITRE V.

Les essais d'adhérence les plus couramment rencontrés dans la littérature sont exposés dans ce chapitre. Ils sont, pour la plupart, originellement employés pour l'étude de joints collés ou des composites stratifiés. Néanmoins, leur géométrie peut être adaptée dans le but de satisfaire aux conditions de réalisations sur des revêtements projetés plasma. Les domaines d'applications, les natures des revêtements et substrats, les épaisseurs caractéristiques et les adaptations éventuelles de ces différents essais sont spécifiés afin de permettre le choix le plus approprié à l'étude de nos revêtements. Néanmoins, ce choix nécessite une connaissance plus approfondie des caractéristiques de chaque constituant des assemblages, c'est pourquoi il ne sera réalisé qu'au CHAPITRE III.

Afin de modéliser à la fois l'amorçage et la propagation de la fissuration aux interfaces entre revêtements projetés plasma et leur substrat, les Modèles de Zones Cohésives (MZC) ont été choisis. Malgré les nombreux avantages qu'ils présentent, des précautions d'usage sont proposées dans ce chapitre pour pallier les problèmes numériques pouvant apparaître. Enfin, la problématique principale des MZC est la calibration des paramètres de la loi cohésive utilisée ; loi de type bilinéaire dans notre étude. Pour ce faire, une approche expérimentale et numérique couplée, pour l'identification des paramètres, est proposée dans le CHAPITRE III.



---

## CHAPITRE II

### MATERIAUX DE L'ETUDE

---

Deux assemblages constitués de revêtements projetés plasma sur des substrats céramiques fragiles sont retenus pour l'étude de l'adhérence et l'application de la démarche qui sera présentée dans le CHAPITRE III.

Les matériaux constitutifs sont caractérisés indépendamment par des essais de flexion 4 points sur éprouvette entaillée ou de traction afin d'identifier leur comportement mécanique et les propriétés élastiques utiles à l'application des formules analytiques et à la réalisation des modélisations par la suite. Les spécificités liées au procédé d'élaboration, telle que l'apparition de contraintes résiduelles dans les revêtements, seront également abordées.

Une attention particulière sera apportée sur les états de surfaces des substrats (préparation, rugosité...) et l'aspect des interfaces observées par micrographie.

#### SOMMAIRE

---

<b>I.</b>	<b>LES DIFFERENTS ENSEMBLES REVETEMENT/SUBSTRAT ETUDIES .....</b>	<b>64</b>
I.1	LES SYSTEMES MULTICOUCHES REVETUS PAR PROJECTION PLASMA AU CEA LE RIPAULT .....	64
I.2	LES ENSEMBLES ETUDIES DANS LE CADRE DE LA THESE.....	65
<b>II.</b>	<b>CARACTERISATION MECANIQUE ET PREPARATION DE SURFACE DES SUBSTRATS .....</b>	<b>68</b>
II.1	COMPORTEMENT MECANIQUE DES SUBSTRATS .....	68
II.2	PREPARATION DE SURFACE ET RUGOSITE DES SUBSTRATS .....	70
<b>III.</b>	<b>CARACTERISATION DES REVETEMENTS PROJETES PLASMA .....</b>	<b>73</b>
III.1	ELABORATION PAR PROJECTION PLASMA.....	73
III.2	MICROSTRUCTURE DES DEUX DEPOTS PLASMA .....	75
III.3	CONTRAINTES RESIDUELLES D'ELABORATION.....	76
III.4	COMPORTEMENT MECANIQUE DES REVETEMENTS PLASMA .....	78
<b>IV.</b>	<b>SYNTHESE.....</b>	<b>84</b>

---

---

## I. Les différents ensembles revêtement/substrat étudiés

---

Un état de l'art succinct de quelques systèmes multicouches étudiés par le CEA est effectué. Ces empilements ont en commun la réalisation d'un revêtement épais par projection plasma de poudres (céramique, métallique ou mixtes) sur des substrats de différente nature (céramique, métallique, composite...).

Deux ensembles multicouches ont été spécifiquement retenus dans le cadre de la thèse, en raison du caractère fragile de leurs constituants (substrat et revêtement) et de la faible rugosité du substrat. Les échantillons fournis par les élaborateurs sont décrits d'un point de vue macroscopique (géométrie de base) et d'un point de vue microstructural (micrographie optique des couches et des interfaces d'intérêt).

---

### I.1 Quelques systèmes multicouches revêtus par projection plasma au CEA

La projection plasma est un procédé d'élaboration très utilisé dans certains secteurs industriels, tels que l'aéronautique ou le biomédical, pour conférer des propriétés de surface spécifiques à des pièces soumises à des environnements thermomécaniques sévères (oxydation, corrosion, hautes températures, frottements...). Possédant un savoir-faire reconnu dans le développement de revêtements multifonctionnels à microstructure multi-échelle, le CEA Le Ripault réalise des dépôts plasma épais pour améliorer les performances de pièces en service [CEA12]. Les matériaux mis en œuvre par projection plasma sont principalement les céramiques oxydes, les carbures, les borures et les métaux.

L'industrialisation de tels procédés d'élaboration consiste notamment à adapter les conditions de projection à la réalisation de pièces complexes et/ou de grandes dimensions. Cela impose une parfaite maîtrise de la température des pièces (obtenue par refroidissement cryogénique par exemple) et le recours à une robotisation avancée pour le contrôle des épaisseurs [CEA12].

Deux exemples de réalisation du Laboratoire de Projection Thermique sont présentées Figure II- 1 : un alliage métallique projeté sur un tube (a) et une tuile céramique plasma formée en  $B_4C$  (b).



Figure II- 1 : Exemples de pièces réalisées au CEA Le Ripault [CEA12]

Ces systèmes multicouches sont composés au minimum de deux couches fonctionnelles, dont le substrat et le revêtement projeté plasma, qui sont généralement de nature différente. Les micrographies optiques de la Figure II- 2 illustrent quelques exemples d'empilements étudiés récemment au CEA le Ripault dans le cadre de collaborations industrielles et universitaires : zircone yttrée (YSZ) sur acier inoxydable (thèse CEA/SAFRAN-SNECMA), borure de zirconium ( $ZrB_2$ ) projeté sur composite thermostuctural (thèse CEA/SAFRAN-HERAKLES) ou encore aluminium sur bakélite recouverte d'une sous-couche d'accroche polymère (post-doc CEA Le Ripault).

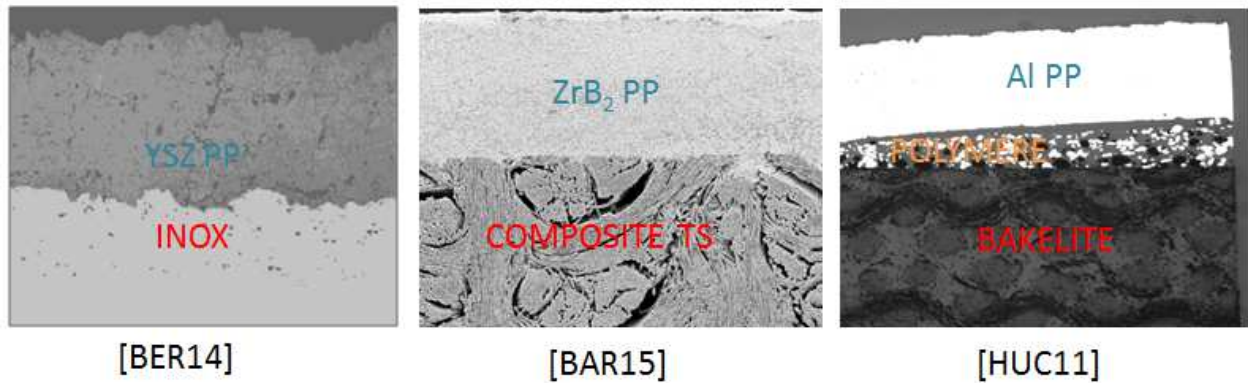


Figure II- 2 : Micrographies d'empilements étudiés dans le cadre de thèses ou de post-doctorats

## I.2 Les ensembles étudiés dans le cadre de la thèse

Parmi les différents types d'ensembles multicouches étudiés au CEA, ces travaux de thèse se focalisent sur l'étude de deux systèmes composés d'un substrat céramique fritté. La principale particularité de ces empilements réside donc dans la grande fragilité et la faible déformabilité de leur substrat, ce qui constitue une des principales difficultés de l'étude. Le premier objectif est donc d'adapter et de mettre en œuvre des essais mécaniques permettant de caractériser l'adhérence de revêtements projetés plasma sur des substrats ayant cette spécificité.

Les deux paragraphes suivants visent à présenter de manière générale les caractéristiques de deux empilements référencés N°1 ou N°2, en termes de matériaux constitutifs, d'épaisseurs caractéristiques et de typologie de l'interface. La nature des compositions des empilements ne sera pas complètement détaillée. Néanmoins, le choix des matériaux permet d'être représentatif de céramiques industrielles classiques et garantit donc le caractère générique de notre démarche.

### I.2.1 Empilement n°1

Le premier empilement étudié, visible sur la Figure II- 3, est constitué d'un substrat céramique millimétrique et d'un revêtement céramique de quelques centaines de micromètres d'épaisseur.

Le substrat céramique est élaboré par frittage de poudres oxydes métalliques et possède une microstructure polycristalline. Sa masse volumique est de l'ordre de  $5 \text{ g/cm}^3$  et le taux de porosité est inférieur à 2 %.

Le revêtement céramique est élaboré par projection plasma en atmosphère inerte. Il présente une microstructure lamellaire et un taux de porosité de l'ordre de 15 à 25 %, dû aux différents défauts d'élaboration (fissures inter-lamellaires, fissures intra-lamellaires, pores...).

De plus, la micrographie optique de la Figure II- 3 révèle une interface « revêtement/substrat » relativement lisse. L'adhésion du dépôt plasma étant essentiellement d'origine mécanique, cela pourrait donc présager d'une faible adhérence de cette liaison « céramique/céramique ».

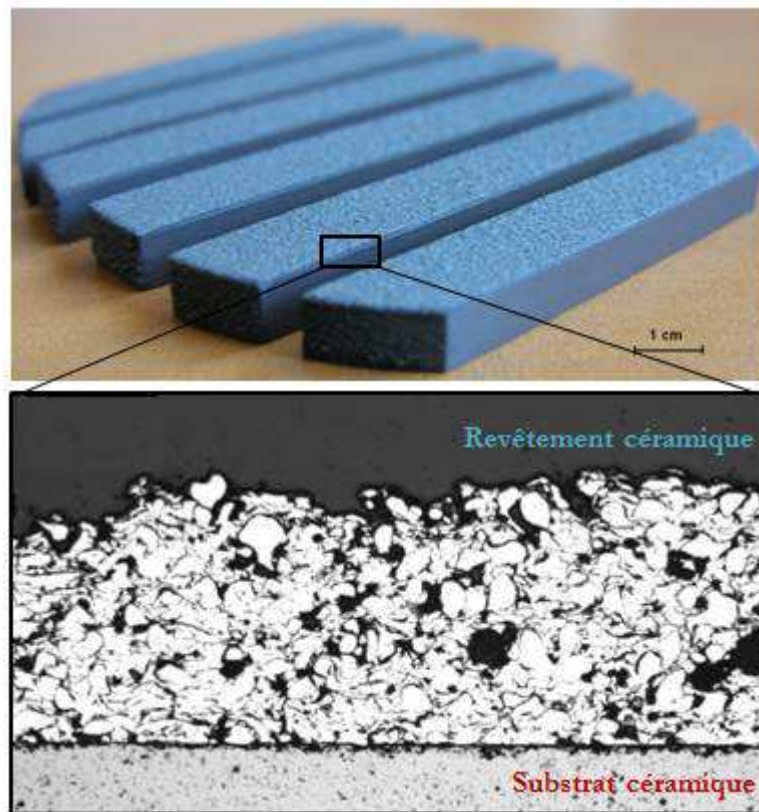


Figure II- 3 : Matériaux de l'empilement N°1 (céramique/céramique)

Les deux matériaux constitutifs de l'empilement N°1 ont, dans un premier temps, été caractérisés indépendamment afin d'identifier leur loi de comportement mécanique et les sollicitations à rupture (contrainte et déformation). Ces propriétés mécaniques ont été mesurées au moyen d'essais de flexion 4 points, tant pour le substrat (§ II.1) que pour le dépôt, en configuration autoporté et sur substrat (§ III.4.1).

L'empilement n°1 est produit sous forme de disques de diamètre 70 mm, dans lesquels peuvent être prélevés des échantillons parallélépipédiques, comme des barrettes de flexion (Figure II- 3).

### I.2.2 Empilement n°2

Le second empilement étudié, visible sur la Figure II- 4, est composé d'un substrat céramique millimétrique, d'une sous-couche d'accroche polymère de quelques dizaines de microns d'épaisseur et d'un revêtement métallique d'une centaine de microns d'épaisseur.

Le substrat céramique est un graphite poreux élaboré par frittage et commercialisé sous la référence EDM3®. La masse volumique affichée par le fournisseur est de l'ordre de 1,78 g/cm<sup>3</sup>.

La sous-couche d'accroche est élaboré par projection pneumatique d'un mélange de particules polymères (majorité) et métalliques (minorité), dans le but de renforcer l'adhésion du revêtement plasma. Sa microstructure et ses propriétés mécaniques sont plus amplement détaillées dans le paragraphe II.2.3.



Le revêtement métallique est élaboré à partir de poudres d'aluminium allié, par projection plasma sous air. Outre un taux de porosité de l'ordre de 10 à 15 %, sa microstructure lamellaire lui confère des propriétés mécaniques très différentes des aluminiums conventionnels (cf. § III.4).

De plus, la micrographie optique de la Figure II- 4 révèle que la première interface « sous-couche polymère / substrat céramique » possède une rugosité plus importante que l'empilement N°1, avec une couche polymère qui semble bien s'ancrer dans les aspérités du substrat graphite. Cela pourrait donc présager d'une meilleure adhérence de cette liaison « polymère/céramique ».

Les particules d'aluminium composant le revêtement plasma sont ensuite projetées, à température et vitesse élevées, sur la sous-couche ductile qui va se déformer à leur contact et s'enchevêtrer avec ce dernier. L'ancrage mécanique du revêtement métallique plasma sur la sous-couche polymère semble également de meilleure qualité que pour l'empilement N°1. La seconde interface « revêtement métallique / sous-couche polymère » semble présenter une rugosité comparable à la première interface. Les résultats d'essais d'adhérence présentés au CHAPITRE V permettront toutefois d'identifier que cette liaison « polymère / métal » constitue le point faible du second empilement.

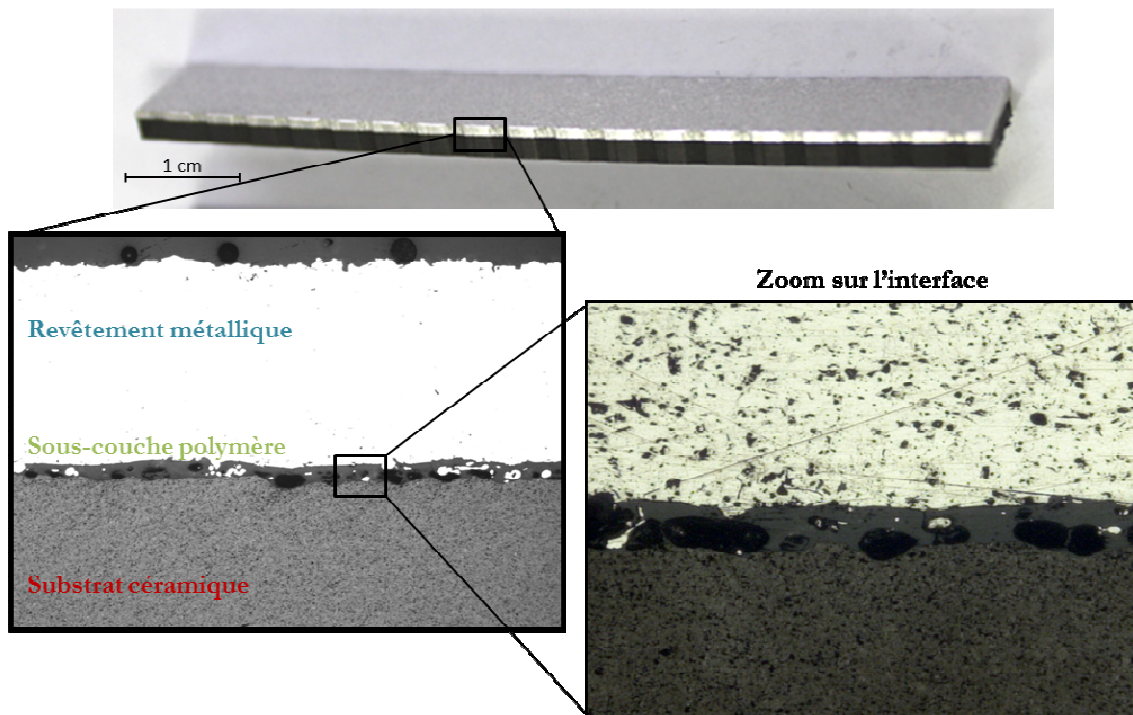


Figure II- 4 : Matériaux de l'empilement N°2 (métal/polymère/céramique)

Les trois matériaux constitutifs de l'empilement N°2 ont, dans un premier temps, été caractérisés indépendamment afin d'identifier leur loi de comportement mécanique et les sollicitations à rupture (contrainte et déformation). Ces propriétés mécaniques ont été mesurées au moyen d'essais de flexion 4 points, tant pour le substrat (§ II.1) que pour le dépôt métallique, en configuration autoporté et sur substrat (§ III.4.2), mais également par essai de traction pour les deux revêtements (§ II.2.3 et III.4.2).

Les échantillons revêtus sont produits sous forme de plaques rectangulaires de dimensions environ  $60 \times 150$  mm<sup>2</sup> et de disques de diamètre 25 mm. Les plaques sont ensuite découpées pour les besoins des essais mécaniques sous la forme d'éprouvettes de plus petites dimensions.



---

## II. Caractérisation mécanique et préparation de surface des substrats

---

Dans cette partie sont présentées les caractéristiques mécaniques des substrats céramiques employés au sein des deux ensembles multicouches. Des essais de flexion 4 points ont permis de quantifier les principales caractéristiques mécaniques (module d'élasticité et sollicitations à rupture).

De plus, les préparations de surface des substrats, sur lesquels sont projetés les revêtements plasma, sont également détaillées. En particulier, l'un des substrats est recouvert d'une sous-couche d'accroche polymère, dont le comportement mécanique sera étudié.

---

### II.1 Comportement mécanique des substrats

#### II.1.1 Protocole expérimental

Des essais de flexion uniaxiale ont été réalisés sur les deux substrats céramiques au moyen d'une machine électromécanique de traction/compression INSTRON 5866® (Figure II- 5, à gauche). Une cellule de capacité 5 kN a été utilisée pour mesurer l'effort appliqué au cours du fléchissement des éprouvettes parallélépipédiques, dont la section rectangulaire est d'épaisseur  $b = 4$  mm et de largeur  $b = 8$  mm. Le montage de flexion 4 points inversé articulé, de modèle Discaptelec®, est configuré avec une portée de longueur  $L = 40$  mm et un entraxe de chargement de longueur  $l = 20$  mm.

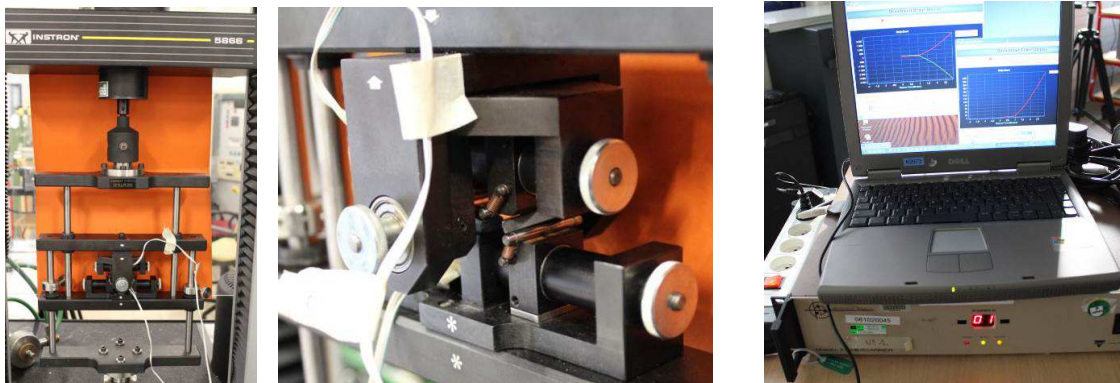


Figure II- 5 : Machine d'essai INSTRON 5866 équipée d'un montage de flexion 4 points Discaptelec® (à gauche) et centrale d'acquisition Vishay 5000 pour mesure de déformation (à droite)

La vitesse de déplacement de la traverse est imposée à 0,2 mm/min. La déformation maximale induite au cours du fléchissement est mesurée au moyen d'une jauge uniaxiale de marque Kyowa, de longueur de grille 5 mm (KFG-5-120-C1-11), collée au centre de la face sollicitée en tension puis reliée à un système d'acquisition Vishay modèle 5000 (Figure II- 5, à droite). En cas de comportement non-linéaire élastique du substrat, une jauge de déformation est également positionnée sur la face comprimée, avec une colle cyano-acrylate CC-33A.

Enfin, la contrainte maximale est calculée en fonction de la charge appliquée et des dimensions caractéristiques de l'essai, au moyen d'une équation relevant de la théorie de l'élasticité (cf. détails en Annexe 1) :

$$\sigma_{\max} = \frac{3}{2} \frac{F(L-l)}{bh^2} \quad \text{Equation II- 1}$$

## II.1.2 Comparaison des deux substrats

La Figure II- 6 représente l'évolution de la contrainte maximale appliquée (approximations élastiques) en fonction de la déformation maximale relevée sur la face tendue des deux substrats céramiques. Une seule courbe expérimentale est représentée par substrat pour plus de clarté sur le graphique.

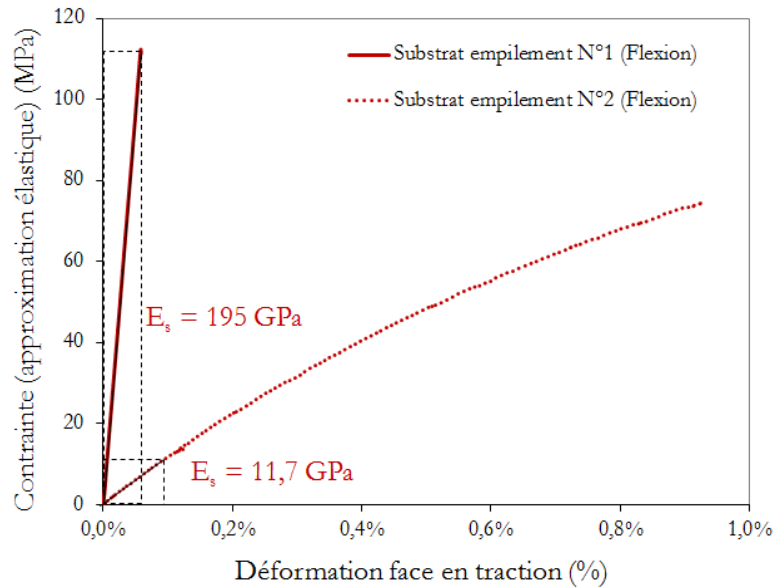


Figure II- 6 : Comportement mécanique du substrat des empilements N°1 et N°2, sollicités en flexion 4 points

Le substrat n°1 présente un comportement linéaire-élastique jusqu'à la rupture fragile des 5 éprouvettes testées. Le module d'Young est estimé à 195 GPa pour l'essai illustré (contre  $186 \pm 7$  GPa pour les 5 éprouvettes). La déformation maximale mesurée n'excède pas  $0,07 \pm 0,01$  %, tandis que la contrainte à rupture vaut  $106 \pm 15$  MPa.

Le substrat n°2 présente un comportement non-linéaire jusqu'à sa rupture fragile des 21 éprouvettes testées. Le module d'élasticité  $E_s$  est estimé à  $11,7 \pm 0,1$  GPa, par régression linéaire sur un domaine réduit de déformation [0 - 0,1 %]. La déformation maximale mesurée atteint près de  $0,98 \pm 0,04$  %, tandis que la contrainte à rupture est évaluée à  $78 \pm 4$  MPa.

Cette dernière grandeur est surestimée par rapport à la contrainte maximale réellement vue par la face sollicitée en traction, en raison d'une légère dissymétrie de comportement en traction/compression ( $- 0,76 \pm 0,11$  % relevée sur la face en compression de 3 éprouvettes à l'instant de rupture). L'Equation II- 1 ne peut donc s'appliquer correctement aux essais de flexion sur graphite, sans prise en compte de la non-linéarité.

Bien qu'ils présentent tous deux une **rupture de type fragile aléatoire**, le substrat de l'empilement n°2 s'avère **beaucoup souple et déformable** que le substrat de l'empilement n°1.

---

## II.2 Préparation de surface et rugosité des substrats

### II.2.1 Mesure de rugosité

Les paramètres caractérisant la rugosité des échantillons sont mesurés à l'aide d'un rugosimètre Perthometer de la marque Mahr®, possédant une pointe diamant MFW 250 de rayon de 2  $\mu\text{m}$ . Trois de ces paramètres, à savoir le Ra, le Rz et le Rmax (définis dans le § I.3.3 du CHAPITRE I), sont déterminés aux différentes étapes de préparation de surface des deux substrats.

### II.2.2 Sans sous-couche d'accroche

L'empilement N°1 présente la particularité d'avoir une interface relativement lisse (Figure II- 3). En effet, aucune préparation de surface mécanique, tel que du sablage, n'a été réalisée sur le substrat céramique peu afin de ne pas provoquer sa rupture prématurée avant projection du revêtement. Brute d'usinage, la surface du substrat est nettoyée chimiquement afin d'éviter la présence d'impuretés pouvant entraver l'adhésion du dépôt plasma. Les paramètres de rugosité du premier substrat sont listés dans le Tableau II- 1. La très faible rugosité arithmétique (< 1,8  $\mu\text{m}$ ) va sans doute conduire à un ancrage mécanique très limité du revêtement plasma.

	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rz ( $\mu\text{m}$ )
Substrat céramique (après nettoyage)	< 1,8 $\mu\text{m}$	< 11,1 $\mu\text{m}$

Tableau II- 1 : Paramètres de rugosité du substrat céramique de l'empilement N°1

### II.2.3 Avec sous-couche d'accroche réalisée par projection pneumatique

#### ***Préparation de surface du substrat n°2***

Pour l'empilement N°2, une sous-couche d'accroche est préalablement réalisée afin d'améliorer l'adhésion du dépôt métallique sur le substrat céramique (cf. § I.2.2 du CHAPITRE II). Pour favoriser l'adhésion de cette sous-couche, le substrat graphite est préalablement sablé, puis nettoyé par cryogénie pour éliminer toutes formes d'impuretés à la surface. Les principaux paramètres de rugosité du substrat, avant et après sablage, sont donnés dans le Tableau II- 2. Le Rz du second substrat préparé est de l'ordre de 6  $\mu\text{m}$ .

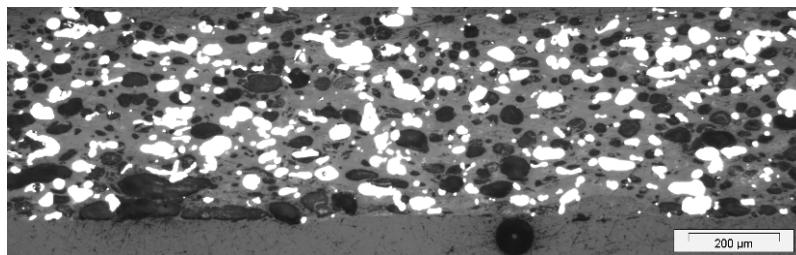
	Ra ( $\mu\text{m}$ )	Rz ( $\mu\text{m}$ )	Rmax ( $\mu\text{m}$ )
Substrat graphite (avant préparation)	0,3	2,2	3,5
Substrat graphite (après préparation)	5,6	36	40

Tableau II- 2 : Paramètres de rugosité du substrat graphite de l'empilement N°2

### ***Projection de la sous-couche d'accroche***

La sous-couche polymère est réalisée après sablage du substrat graphite, par projection pneumatique d'un mélange de poudres mixtes. Ce procédé consiste à déposer des particules à l'état solide, contrairement à la projection plasma où les particules projetées se trouvent à l'état liquide ou semi-liquide, en les accélérant à grande vitesse sur le substrat. Un pistolet pneumatique est utilisé à cet effet. La projection par voie pneumatique présente l'avantage d'être pratiquée à température ambiante et donc de permettre la projection de matériaux se dégradant en température et de matériaux isolants tels que les polymères. Les particules projetées s'ancrent de manière mécanique dans les aspérités du substrat précédemment sablé.

La sous-couche d'accroche est composée en grande majorité de polysulfone, entre 75 % et 85 % (en gris sur la Figure II- 7), de particules d'aluminium à hauteur de 15 % à 20 % (en blanc) et de porosité à environ 10 % à 15 % (en noir). D'une taille de 20 à 80  $\mu\text{m}$ , les particules métalliques ont pour rôle d'assurer une continuité chimique entre la sous-couche et le revêtement plasma.



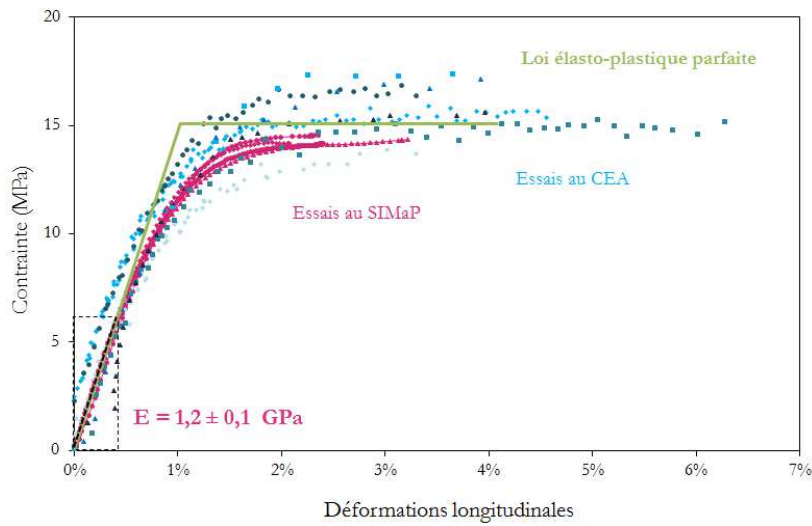
**Figure II- 7 : Micrographie optique d'un dépôt autoporté en polymère chargé d'épaisseur 500  $\mu\text{m}$**

### ***Comportement mécanique de la sous-couche d'accroche***

Pour étudier les propriétés d'adhérence du second revêtement plasma, il est important de déterminer au préalable le comportement mécanique de la sous-couche d'accroche. Les propriétés mécaniques ont été mesurées au moyen d'essais de traction sur des dépôts autoportés de différentes épaisseurs (80 et 200  $\mu\text{m}$ ). Les éprouvettes ont une géométrie « haltère », avec une largeur utile de 10 mm (Figure II- 8).

La faible épaisseur et la faible rigidité des éprouvettes ne permettent pas une instrumentation par extensométrie au contact ou par jauges. Les déformations subies par le matériau sont donc suivies par corrélation d'images au cours du chargement, après projection d'un mouchetis sur une face. Quelques difficultés ont été rencontrées pour mesurer les déformations transverses sur les faibles épaisseurs, en raison de la courbure initiale des éprouvettes. Les essais de traction ont été réalisés sur deux dispositifs équipés d'un système de corrélation d'images : l'un localisé au laboratoire SIMaP à Grenoble et l'autre au CEA Le Ripault (montage illustré Figure II- 8). La description des techniques utilisées et l'analyse des résultats complets sont reportées en Annexe 2.

Les courbes représentant la contrainte vraie en fonction de la déformation mesurée sur des éprouvettes d'épaisseur 80  $\mu\text{m}$  sont tracées sur le graphe de la Figure II- 8. La sous-couche d'accroche en polymère chargé présente un comportement élasto-plastique avec un module d'élasticité de  $1,2 \pm 0,1$  GPa et un coefficient de Poisson de  $0,21 \pm 0,07$ . Le seuil de plasticité est de l'ordre de 15 MPa et la rupture se produit pour une déformation axiale moyenne comprise entre 3,3 et 6,3 %. Une loi élasto-plastique parfaite est représentée en vert, au cas où la plasticité de la sous-couche doit être prise en compte dans les calculs Eléments Finis.



**Figure II- 8 : Comportement mécanique en traction du polysulfone chargé de 80 μm d'épaisseur et dispositif CEA**

Par ailleurs, le polysulfone fourni par Udel ® est un thermoplastique qui conserve une bonne tenue mécanique en température (140 – 460°C). Pur, il possède un module d'élasticité de 2,5 GPa et un allongement à rupture de l'ordre de 50 à 100 %. Le polymère chargé présente donc des propriétés mécaniques inférieures au matériau non chargé, à cause des particules métalliques et de la porosité (cf. étude présentée en Annexe 2).

### III. Caractérisation des revêtements projetés plasma

Pour l'étude de l'adhérence des revêtements projetés plasma sur leur substrat, il est nécessaire de mieux appréhender le comportement des revêtements réalisés par projection plasma, qui constituent la couche d'intérêt des empilements. Par ailleurs, connaître leur comportement est indispensable pour les travaux de modélisation qui seront effectués. Cette partie a donc pour objectif principal de mettre en évidence les corrélations existantes entre la microstructure de ce type de revêtement, dépendante du mode d'élaboration, et les propriétés mécaniques. Pour ce faire des micrographies optiques ainsi que des essais mécaniques adaptés ont été réalisés au Laboratoire Microstructure et Comportement. Par ailleurs, une estimation des contraintes résiduelles, consécutives au procédé de projection plasma, est réalisée.

#### III.1 Elaboration par projection plasma

##### III.1.1 Machine à projeter

Une machine à projeter, également appelée M.A.P, est utilisée pour l'élaboration des revêtements plasma selon la méthodologie présentée dans le paragraphe I.1 du CHAPITRE I. Ce dispositif, tel qu'illustré Figure II- 9, est composé d'une cabine hermétique de projection à l'intérieur de laquelle se situent les différents organes : torche plasma, porte-échantillons, systèmes de refroidissement... La cabine hermétique a pour avantage de permettre des projections sous atmosphère contrôlée : sous air ambiant, sous vide, ou bien sous un gaz inerte tel que l'argon ou l'hélium afin d'éviter les phénomènes d'oxydation.



Figure II- 9 : Cabine de projection thermique (à gauche) et torche plasma (à droite) du CEA Le Ripault [CEA12]

##### III.1.2 Réalisation des dépôts sur substrat

Sous forme de plaques ou de disques, les substrats à revêtir sont maintenus sur un porte-échantillons par un système de fixation à base de ressorts ou de vis de serrage. Lors de la projection, il est nécessaire de combiner un mouvement de translation vertical de la torche plasma à un mouvement de rotation du porte-échantillons.

Des buses de refroidissement placées de part et d'autre de la torche (Figure II- 9) permettent le refroidissement de la surface de la pièce par projection d'argon (cas de l'empilement N°1) ou de gaz cryogénique (cas de l'empilement N°2). La cryogénie est une technique très coûteuse mais permet d'abaisser sensiblement la

température de la pièce à revêtir. Pour limiter encore plus la température de projection, un second système cryogénique (projetant de l'argon liquide par exemple) peut être utilisé en face arrière du porte-échantillon. Des passes successives de matière sont réalisées jusqu'à atteindre l'épaisseur de dépôt désirée par les élaborateurs. Pour faciliter le collage d'haltères ou de contreplaques indispensables aux essais d'adhérence (cf. chapitre III), les deux revêtements plasma sont laissés **bruts de projection** (Figure II-10).

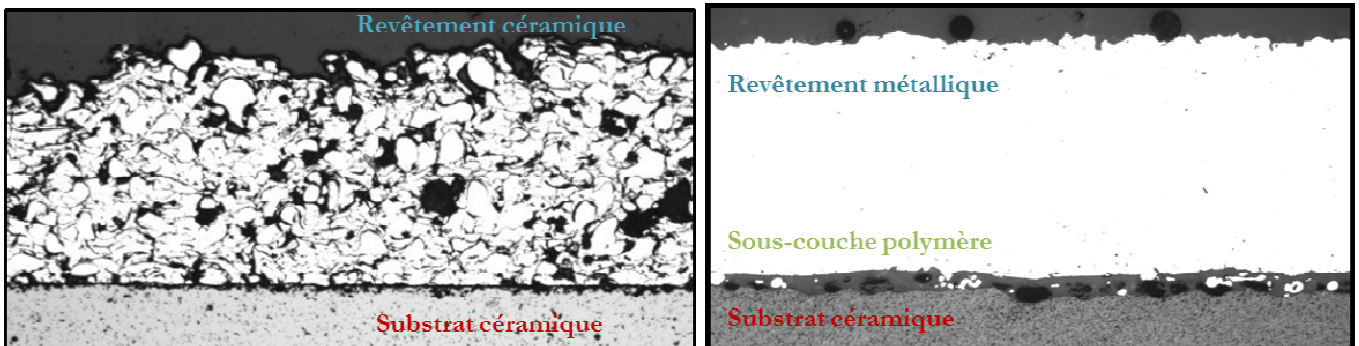


Figure II-10 : Micrographies optiques des deux revêtements bruts de projection

### III.1.3 Réalisation des dépôts autoportés

Afin d'étudier le comportement de revêtements plasma de manière totalement décorrélée des propriétés de leur substrat, des revêtements plasma-formés, dit encore dépôts autoportés, sont fabriqués avec les mêmes paramètres de projection thermique. Les échantillons sont exclusivement constitués du matériau projeté, avec une microstructure et un comportement mécanique relativement comparables au revêtement projeté sur substrat.

Une première méthode consiste à projeter le dépôt sur un substrat revêtu au préalable d'une sous-couche de démoulage. Les échantillons sont ensuite désolidarisés du substrat par attaque chimique, sans recourir a posteriori à leur surfacage, comme pour le dépôt céramique (empilement N°1) autoporté d'épaisseur 1 mm.

Une seconde méthode consiste à projeter le dépôt sur un support métallique à facettes, puis de le désolidariser mécaniquement pour former une plaque autoportée (Figure II-11). Le dépôt métallique (empilement N°2) a notamment été projeté sur 8 facettes de dimensions 200 x 70 mm<sup>2</sup>, sur une épaisseur d'environ 2,5 mm. Après avoir scié les 8 arêtes vives, les plaques se désolidarisent du substrat sous l'effet d'une relaxation de contraintes résiduelles d'élaboration.



Figure II-11 : Plaques autoportées d'épaisseur 2,5 mm en aluminium plasma et éprouvette de traction « haltère »

Les plaques sont ensuite usinées pour obtenir des éprouvettes de géométrie variable, à l'image de l'éprouvette de traction « haltère » d'épaisseur 2 mm illustrée Figure II-11. Son surfacage peut générer des contraintes résiduelles d'usinage qui, selon la technique utilisée, dégrade ou améliore les propriétés mécaniques du matériau [ARN15].



## III.2 Microstructure des deux dépôts plasma

### III.2.1 Revêtement céramique

Le premier revêtement présente une microstructure lamellaire caractéristique des dépôts céramiques réalisés par projection plasma (cf. CHAPITRE II, § I.2.1). Le taux porosité global est compris entre 15 et 25 %, déterminé par combinaison de mesures de densités géométrique et hydrostatique. Les défauts de volume, tels que des pores et des microfissures inter-lamellaires ou intra-lamellaires, sont nettement visibles sur la micrographie optique de la Figure II-12. On relève également quelques particules peu étalées, voire infondues, qui peuvent s'expliquer par des conditions de projection relativement peu énergétiques.

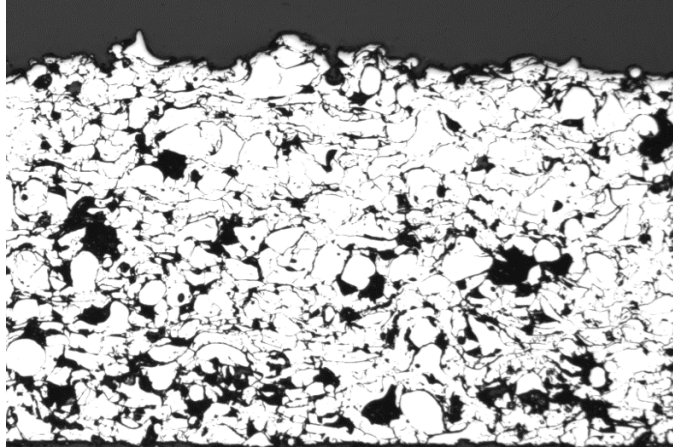


Figure II-12 : Micrographie optique du dépôt céramique projeté plasma

### III.2.2 Revêtement métallique

Le second revêtement plasma présente également une microstructure lamellaire. La densité géométrique et hydrostatique des éprouvettes autoportées est de l'ordre de  $2,30 \pm 0,02$ , soit un taux de porosité de 10 à 15 % par rapport au matériau dense. Les défauts de volume concernent surtout des pores et des fissures inter-lamellaires visibles sur la micrographie optique (MO) de la Figure II-13. La proportion de fissures est moindre que pour le revêtement céramique en raison d'une température de fusion moins élevée et de la capacité des particules métalliques à accommoder les contraintes d'élaboration. C'est ainsi que les fissures intra-lamellaires, généralement observées au sein des dépôts céramiques, ne figurent pas sur la fractographie MEB de la Figure II-13.

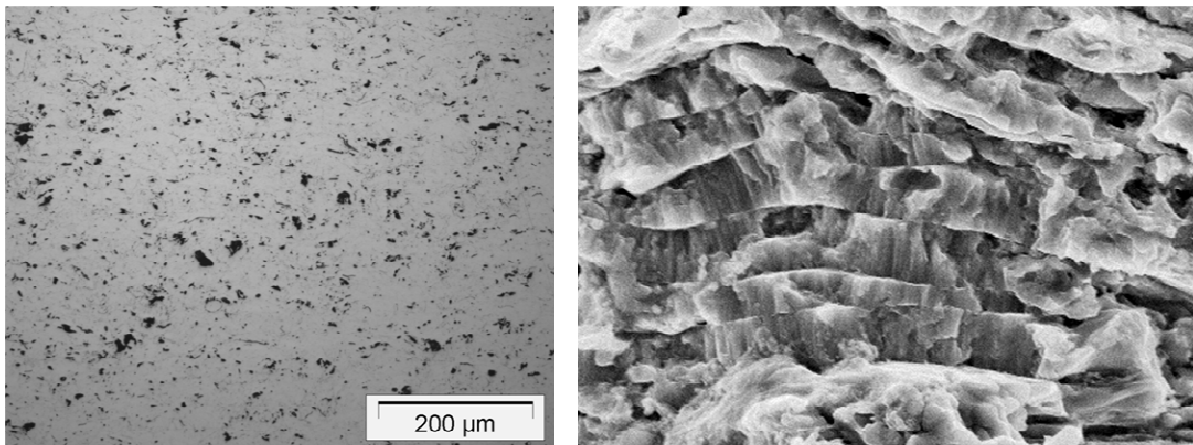


Figure II-13 : Micrographie MO et fractographie MEB d'un dépôt d'aluminium projeté plasma [HUC14]



---

### III.3 Contraintes résiduelles d'élaboration

#### III.3.1 Revêtement céramique

Durant la projection plasma, le substrat céramique est maintenu à température ambiante par un système cryogénique pulvérisant de l'argon. Une étude antérieure avait été menée [BIA97] afin d'évaluer séparément les deux composantes de la contrainte résiduelle induites lors de la projection plasma de ce matériau : la contrainte de trempe et la contrainte thermique.

Pour ce faire, un dispositif constitué d'un capteur de déplacement LVDT permet de suivre l'évolution de la courbure de l'échantillon, in-situ et lors du refroidissement de la pièce à la fin de la projection. L'évaluation des contraintes est basée sur la méthode la flèche : la formule semi-empirique de Brenner, prenant en considération les caractéristiques mécaniques du dépôt, dont l'épaisseur est non négligeable, permet d'estimer les contraintes de trempe  $\sigma_q$ , et la formule de Stoney est utilisée pour l'évaluation des contraintes thermiques  $\sigma_{th}$  (CHAPITRE I, §I.4.2.).

Les contraintes de trempe sont peu élevées au sein du revêtement céramique :  $5 \text{ MPa} < \sigma_q < 10 \text{ MPa}$ . De plus, les contraintes thermiques sont en compression car le coefficient de dilatation thermique du dépôt céramique est inférieur à celui du substrat. L'amplitude de cette composante est faible, compte tenu des faibles températures de projection qui entrent en jeu :  $-10 \text{ MPa} < \sigma_{th} < 0 \text{ MPa}$ . La température du substrat a été ajustée par les élaborateurs au cours de la projection, de façon à annuler les contraintes résiduelles d'élaboration [BIA97].

#### III.3.2 Revêtement métallique

L'évaluation des contraintes résiduelles dans le revêtement métallique a été réalisée post-projection. Les composantes de contrainte de trempe et de contrainte thermique ne sont donc pas mesurables séparément puisqu'aucun suivi n'est réalisé au cours de la projection.

Les courbures induites suivant la longueur et la largeur d'échantillons plans (Figure II-14), de dimensions  $140 \times 64 \times 4 \text{ mm}^3$ , ont été mesurées à l'aide d'un profilomètre de marque Mahr ®, sur des longueurs respectives 130 et 60 mm. La technique a été utilisée avant projection des revêtements, sur le substrat sablé et nettoyé, et après projection du dépôt plasma. Ainsi, le différentiel de courbure permet de tenir compte uniquement des contraintes résiduelles induites par les projections et d'exclure les contraintes d'origine mécanique (sablage du substrat par exemple).



**Figure II-14 : Eprouvette de l'empilement N°2 déformée sous l'effet des contraintes résiduelles d'élaboration**

Pour l'empilement n°2, les contraintes résiduelles d'élaboration sont essentiellement des contraintes de trempe, dont l'amplitude a été estimée par la formule de Brenner à partir du profil de la Figure II-15 :  $28 \text{ MPa} < \sigma_q < 34 \text{ MPa}$ .

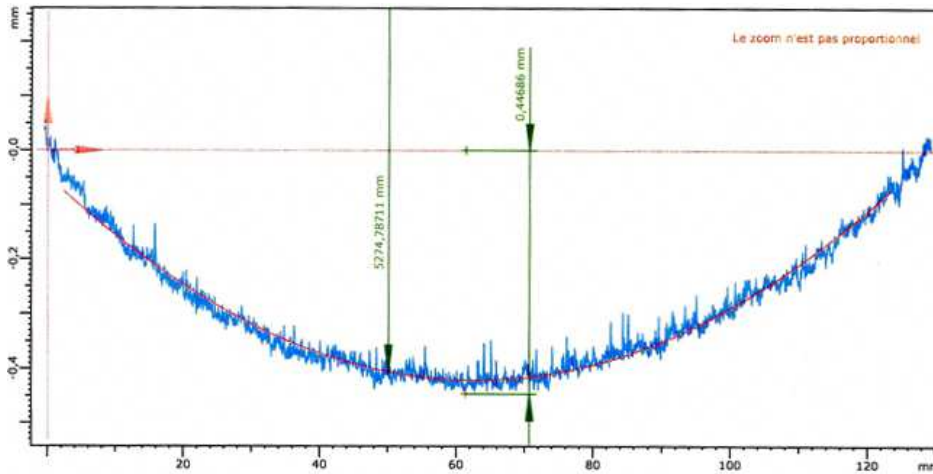


Figure II-15 : Exemple de profil mesuré après projection plasma du dépôt métallique

Des mesures antérieures avaient permis d'évaluer des amplitudes de contraintes de trempe légèrement supérieures au sein de dépôts plasma d'aluminium projetés sur des substrats aluminium [MAS00], selon la formule (Brenner ou Stoney) utilisée :  $40 \text{ MPa} < \sigma_q < 45 \text{ MPa}$ .

L'écart observé est probablement attribué à la présence de la sous-couche polymère, et non aux contraintes thermiques, car le coefficient de dilatation thermique du dépôt est cette fois supérieur à celui du substrat ( $\sigma_{th} < 0 \text{ MPa}$ ). L'amplitude des contraintes thermiques est d'autant plus négligeable que le substrat a été maintenu à température ambiante.

### III.3.3 Comparaison des deux revêtements

Le tableau suivant récapitule les ordres de grandeur des contraintes induites au cours de la projection plasma des deux revêtements étudiés. Il s'avère que les contraintes résiduelles d'élaboration pour l'empilement N°1 sont très inférieures à celles mesurées pour l'empilement N°2. Faute de déformation des disques « céramique/céramique » (Figure II- 3), la forte courbure des plaques revêtues « métal/polymère/céramique » (Figure II-14) témoignaient a priori de cet écart significatif entre les deux empilements.

	Dépôt céramique	Dépôt métallique
Contrainte de trempe	5 à 10 MPa	40 à 45 MPa
Contrainte thermique	0 à - 10 MPa	≈ 0 MPa
Contraintes résiduelles	-5 à +10 MPa	28 à 34 MPa

Tableau II-3 : Bilan des contraintes résiduelles dans les deux revêtements projetés plasma

## III.4 Comportement mécanique des revêtements plasma

### III.4.1 Revêtement céramique

#### *Protocole expérimental*

Des essais de flexion 4 points ont été réalisés sur les dépôts céramiques au moyen des montages utilisés pour caractériser les substrats (cf. § II.1). Des cellules de force de capacité respective 500 N et 5 kN équipent le dispositif pour solliciter les éprouvettes en configuration autoportée (Figure II- 16, à gauche) et en bicouche (Figure II- 16, à droite). Des jauges de déformation ont été positionnées au préalable sur les deux faces des éprouvettes, à l'aide d'une colle à base de cyano-acrylate spécifique pour les matériaux poreux (CC-35), entre les appuis distants de 20 mm et 40 mm.

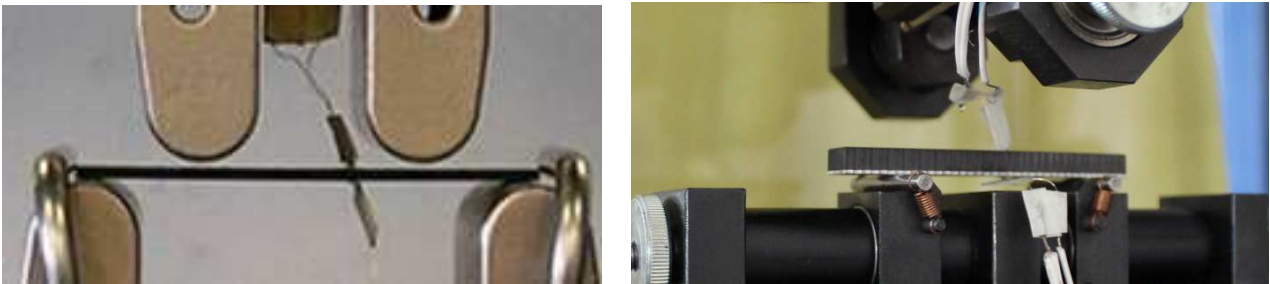


Figure II- 16 : Essai de flexion 4 points sur dépôt céramique autoporté (à gauche) et sur bicouche (à droite)

#### *Comportement du dépôt autoporté d'épaisseur 1 mm*

Cinq essais de flexion monotone ont été réalisés sur des éprouvettes de dépôt céramique autoporté d'épaisseur  $b = 1,07$  mm et de largeur  $b = 10$  mm. La vitesse de déplacement de la traverse est imposée à 1 mm/min. La Figure II-17 représente l'évolution de la contrainte de flexion (calculée par l'Equation II- 1 en approximations élastiques) en fonction de la déformation mesurée par la jauge située sur la face tendue. Ces courbes mettent en évidence un comportement non-linéaire du matériau jusqu'à la rupture fragile.

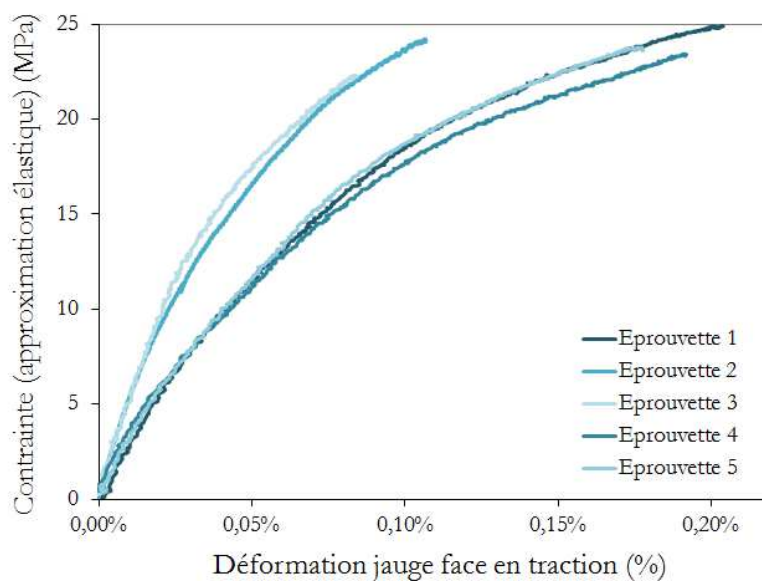


Figure II-17 : Comportement mécanique du dépôt céramique autoporté, sollicité en flexion 4 points

Le domaine linéaire-élastique semble réduit ( $< 5$  MPa), voire inexistant. Le module d'élasticité du dépôt est estimé à  $39 \pm 15$  GPa, par régression polynomiale d'ordre 3 sur l'ensemble de la courbe contrainte-déformation. Une très forte dispersion est observée tant sur le module et que sur la déformation à rupture ( $0,15 \pm 0,05$  %), alors que la contrainte à rupture semble très peu dispersée ( $24 \pm 1$  MPa).

D'après la Figure II-18, les amplitudes de déformation vue par la face tendue (entre 0,08 et 0,20 %) sont plus élevées que celles vues sur l'autre face (entre -0,07 et -0,14 %) à l'instant de rupture. Un comportement dissymétrique en traction/compression peut donc être mis en évidence par essai de flexion 4 points. Cela peut s'expliquer par un phénomène d'ouverture des fissures inter-lamellaires du côté de la face sollicitée en traction alors qu'elles sont maintenues fermées du côté de la face en compression.

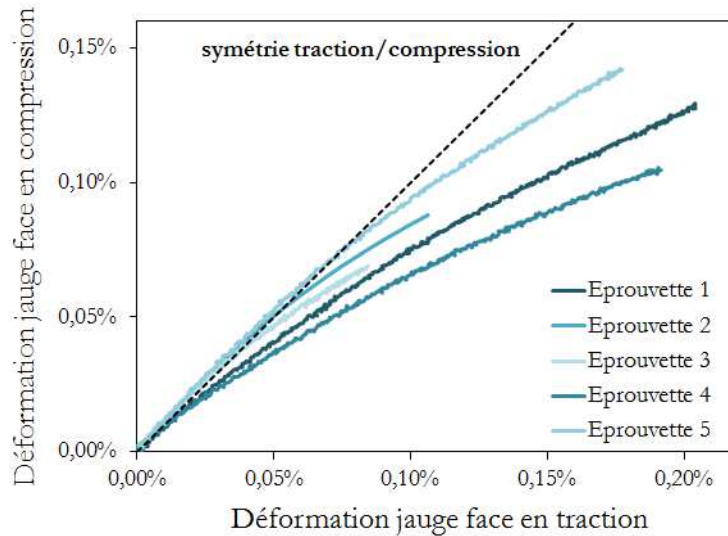


Figure II-18 : Comparaison des amplitudes de déformation vues par les faces tendue et comprimée

### *Comportement du dépôt en configuration bicouche*

Deux éprouvettes bicouches instrumentées, de largeur 8 mm et d'épaisseur totale 5,7 et 2,9 mm, ont été sollicitées en alternant la position du dépôt céramique sur les deux faces, respectivement sur les faces comprimée et tendue. Dans les deux cas, la vitesse de déplacement imposée est de 0,2 mm/min.

La force appliquée en fonction des déformations relevées par les deux jauges est représentée Figure II-19. Lorsque le revêtement est sollicité en compression (courbe orange sur la Figure II-19), l'exploitation des déformations vues par les jauges démontre que les deux faces de l'éprouvette sont soumises à des sollicitations quasi-identiques en traction et en compression. Les déformations à rupture mesurées par les jauges sur la face tendue et comprimée valent respectivement 0,036 % et - 0,039 %, soit un écart de 8 %.

Lorsque le revêtement céramique est situé du côté de la face tendue, les jauges enregistrent des déformations à rupture différentes sur les deux faces (courbe violette sur la Figure II-19). La déformation à rupture mesurée par la jauge sur le revêtement de la face tendue est de 0,09 %, alors qu'elle n'est que de - 0,06% sur la face comprimée du côté du substrat. Un rapport d'environ 1,5 existe entre le taux de déformation côté face tendue et le taux de déformation côté face comprimée. Cette légère dissymétrie est due à la différence de propriétés élastiques et d'épaisseur entre les deux couches de matériaux. Dans cette configuration (revêtement en traction), la déformation à rupture est du même ordre de grandeur que la déformation à rupture vue par la face tendue des éprouvettes de dépôt autoporté (entre 0,08 et 0,20 %).

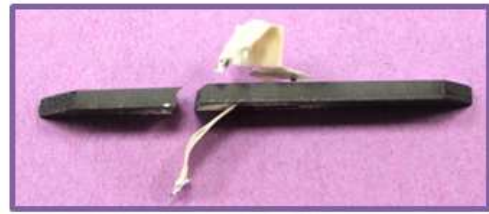
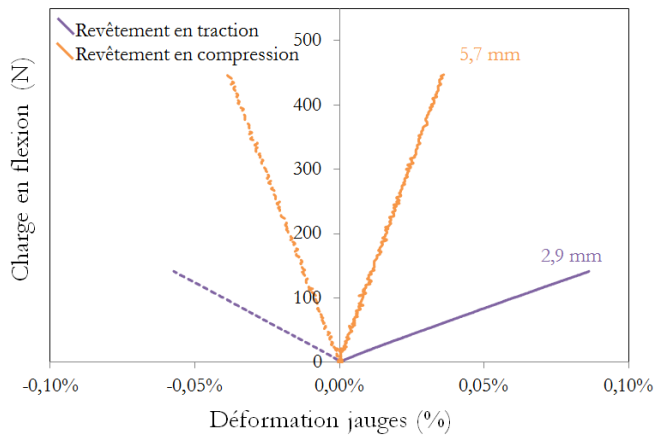


Figure II-19 : Courbes force-déformation relevées sur les faces tendue et comprimée des bicouches (à gauche) et faciès de rupture (à droite)

### III.4.2 Revêtement métallique

#### *Protocole expérimental*

Le dépôt métallique a été caractérisé en flexion 4 points, avec le même dispositif que celui utilisé pour l'étude du revêtement céramique, mais cette fois équipé d'un capteur LVDT sous un appui interne (Figure II-20, à gauche). La principale nouveauté est que ce matériau a surtout pu être caractérisé en traction pure (Figure II-20, à droite).

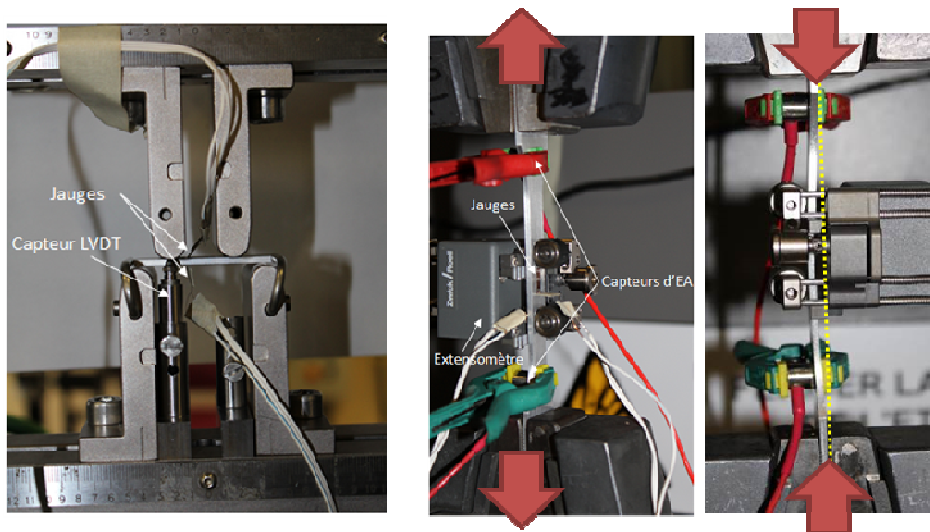


Figure II-20 : Essais de flexion (à gauche) et de traction/compression (à droite) sur dépôt métallique autoporté

Les essais de traction ont été effectués au moyen d'une machine électromécanique ZWICK®, équipée d'une cellule de force de capacité 10 kN et de deux mors à serrage manuel. De section  $S_0 = 10 \times 2 = 20 \text{ mm}^2$  et de longueur 60 mm, la zone utile des éprouvettes de géométrie « haltère » est instrumentée avec un extensomètre au contact, des jauges de déformation uniaxiales et deux capteurs d'émission acoustique.

Au cours de l'allongement de l'éprouvette, induit par un déplacement imposé par la traverse à 0,2 mm/min, la contrainte axiale augmente proportionnellement avec la force appliquée  $F$  selon la relation :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} . \quad \text{Equation II- 2}$$

Compte tenu de la faible déformabilité des dépôts plasma, les effets Poisson seront négligés et la section réellement sollicitée sera considérée égale à la section initiale  $S_0$ .

### Comportement du dépôt autoporté d'épaisseur 2 mm

La Figure II-21 superpose les courbes de flexion et de traction monotones obtenues sur des éprouvettes autoportées usinées. Représentées en fonction des déformations longitudinale ou axiales mesurées par les jauges, les trois courbes mettent en évidence un comportement non-linéaire en traction jusqu'à la rupture fragile du matériau métallique. Le comportement non-linéaire à la compression, observé au début du chargement de l'éprouvette n°2, est dû au flambement de l'éprouvette en deçà de -20 MPa (cf. Figure II-20).

Les valeurs de module d'élasticité ont été déterminées sur une gamme réduite de déformation, pour laquelle la contrainte augmente de façon quasi-linéaire : le module de flexion est légèrement plus élevé que le module de traction ( $40,1 \pm 0,4$  GPa contre  $35 \pm 1$  GPa). Analysée au cours d'un stage ingénieur [ARN15], l'augmentation de module aurait pour origine une densification du dépôt par écrouissage de la surface des éprouvettes usinées.

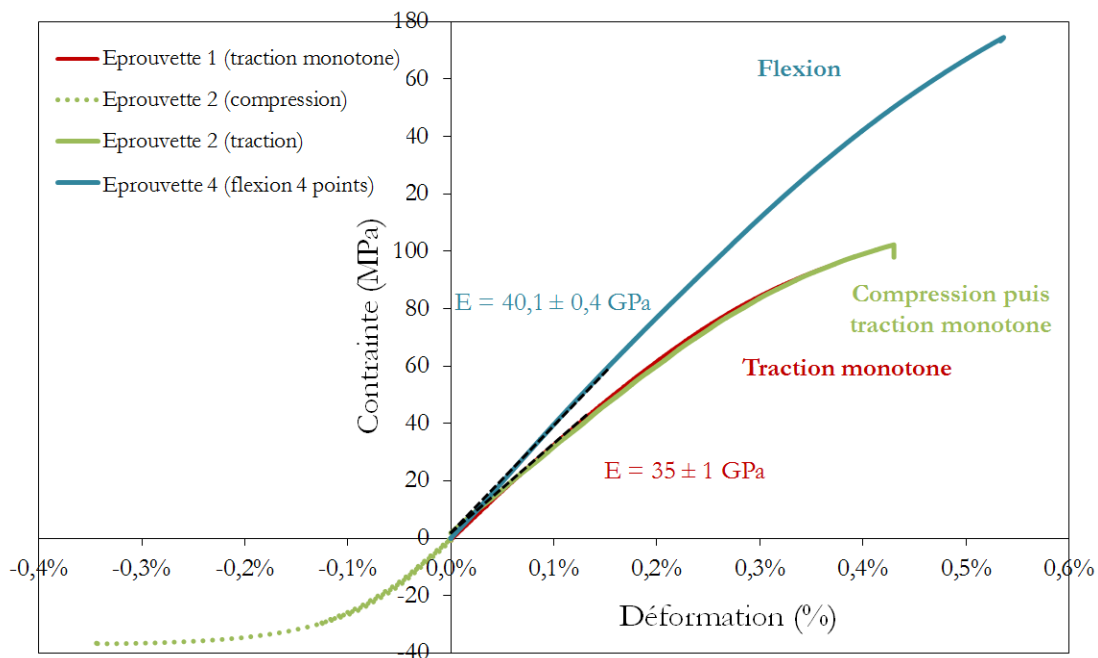


Figure II-21 : Comparaison du comportement mécanique du dépôt métallique en traction et en flexion

De plus, la courbe de flexion se situe toujours au-dessus des courbes de traction. La déformation à rupture mesurée sur l'éprouvette de flexion est supérieure à celles relevées sur les éprouvettes de traction ( $0,48 \pm 0,04$  % contre  $0,38 \pm 0,04$  %). Le constat est identique pour la contrainte à rupture, néanmoins ce résultat est à nuancer puisqu'une surestimation de l'amplitude des contraintes de flexion est commise par la formule analytique utilisée (approximations élastiques).

Un comportement dissymétrique en traction/compression a également été observé pour le dépôt métallique au-delà de 0,1 % de déformation, mais est moins marqué que pour le dépôt céramique (cf. § III.2.2) : à l'instant de rupture, l'amplitude de déformation relevée sur la face comprimée est de -0,49 %, contre 0,53 % sur la face tendue (Figure II-22).



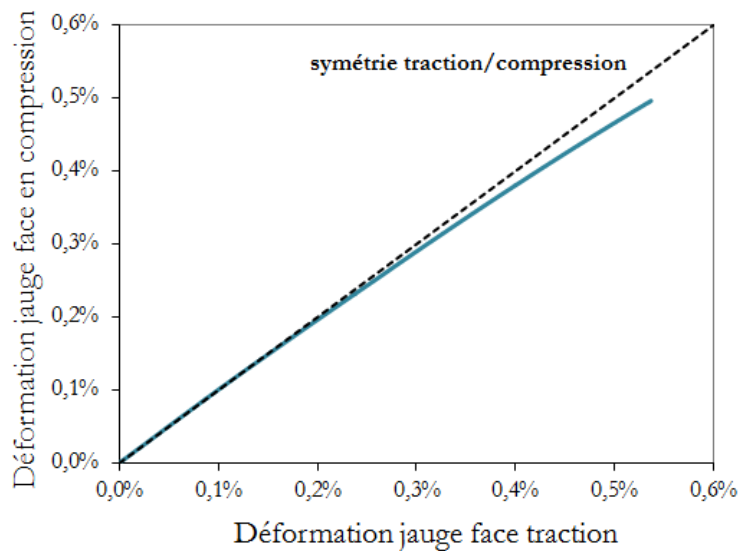


Figure II-22 : Comparaison des déformations vues par les faces tendue et comprimée sur éprouvette de flexion

Pour tenter de mettre en évidence un probable endommagement du matériau, un essai de traction incrémentale a été réalisé en augmentant l'amplitude du chargement à chaque cycle (+ 10 MPa) et en déchargeant l'éprouvette jusqu'à -10 MPa. Représentées en fonction de la déformation relevée par les jauges axiales ou par l'extensomètre, les courbes contrainte-déformation sont identiques (Figure II-21). De légères boucles d'hystérésis apparaissent au cours des cycles successifs, probablement induites par des phénomènes de frottement lors de l'ouverture/fermeture progressive des fissures inter-lamellaires initialement présentes dans le matériau.

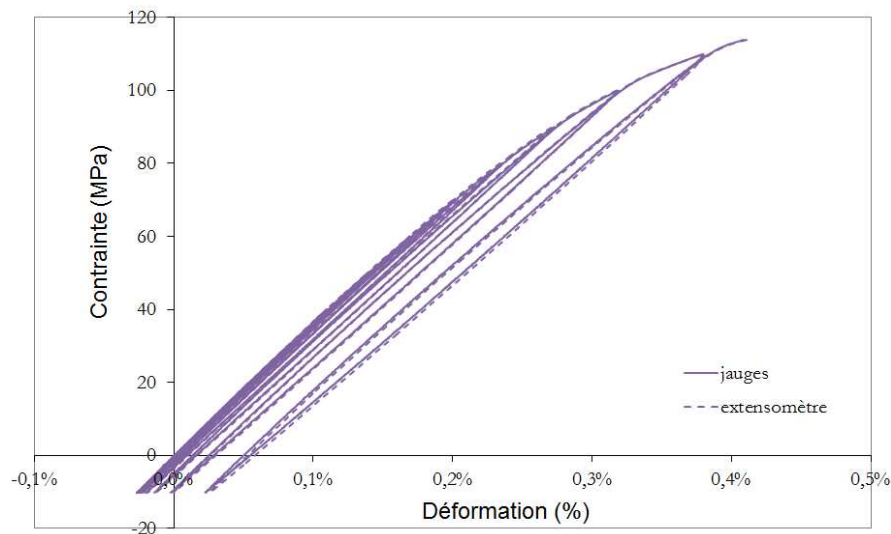
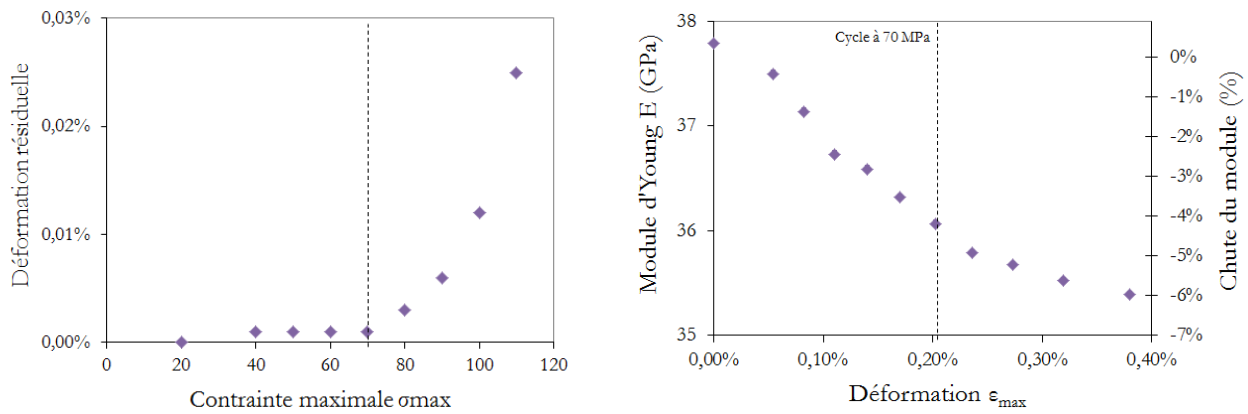


Figure II-23 : Courbes contrainte-déformation relevées au cours d'un essai de traction incrémentale

De plus, la Figure II-24 révèle que la déformation résiduelle mesurée par les jauges augmente de façon significative à partir du cycle d'amplitude 70 MPa. Dans le même temps, le module d'élasticité mesuré après chaque cycle, dans la partie linéaire de la décharge sur la gamme  $[\sigma_{max}; \sigma_{max} - 20 \text{ MPa}]$ , diminue également. La perte de module est de l'ordre de - 6 % à l'issue du dernier cycle de chargement à 110 MPa.



**Figure II-24 : Evolution de la déformation résiduelle (à gauche) et du module d'élasticité à la décharge (à droite) au cours des cycles subis par l'éprouvette de traction**

Ces effets sont bien les témoins d'un comportement endommageable du revêtement projeté plasma. Pour modéliser le comportement mécanique de ce revêtement plasma de manière pertinente, une loi de type élastique-endommageable a été identifiée dans la cadre d'un stage ingénieur [ARN15], au moyen d'un modèle développé par l'ONERA [ONE14]. Pour de faibles niveaux de déformation (< 0,2 %), une loi linéaire-élastique est largement suffisante.

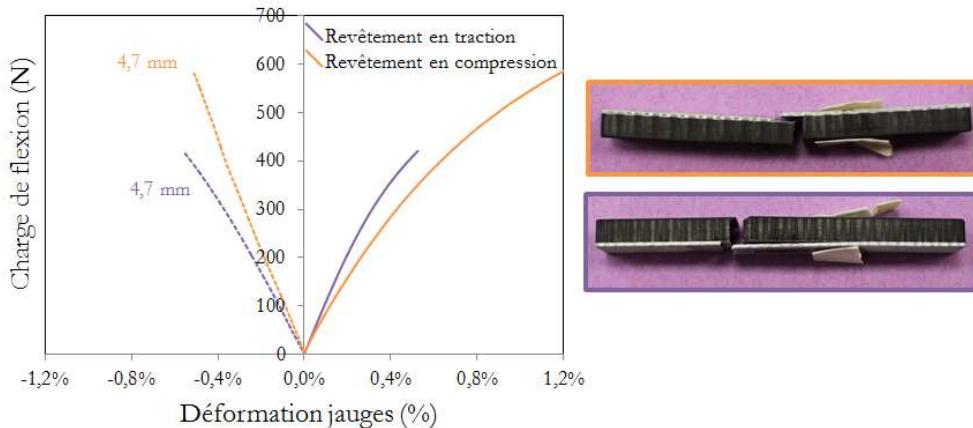
**Comportement du dépôt en configuration tricouche**

Deux éprouvettes tricouches, instrumentées par des jauges, de largeur 8 mm et d'épaisseur totale 4,7 mm toutes les deux, ont été sollicitées en alternant la position du dépôt métallique sur les deux faces. Dans les deux cas, la vitesse de déplacement imposée est de 0,2 mm/min.

La force appliquée en fonction des déformations relevées par les deux jauges, situées sur la face tendue et comprimée, est représentée Figure II-25.

Une forte dissymétrie en traction/compression est observable lorsque le revêtement est situé sur la face comprimée. Une déformation à rupture de 1,2 % est mesurée sur la face tendue (substrat) contre - 0,51 % sur la face comprimée (revêtement), soit un rapport de plus de 2,3. La déformation à rupture du substrat dans la configuration tricouche est du même ordre de grandeur que celle mesurée, sur le substrat seul dans le paragraphe II.1.2, d'environ 1 %.

Cet effet est moins marqué lorsque le revêtement est positionné en traction : la déformation à rupture sur la face tendue atteint 0,52 % contre - 0,56 % sur la face comprimée. Dans cette configuration, la déformation à rupture du tricouche est identique à celle du dépôt autoporté en flexion, à savoir de 0,52 %.



**Figure II-25 : Courbes force-déformation relevées sur les faces tendue et comprimée des tricouches (à gauche) et faciès de rupture associés (à droite)**



## IV. Synthèse

Les empilements étudiés présentent les spécificités suivantes, rendant la réalisation d'essais d'adhérence plus complexe et problématique :

- Une grande fragilité des substrats
- Une faible déformabilité des substrats (< 1%) et des revêtements projetés plasma (< 0,6 %)
- Une faible rugosité du substrat céramique

Dans le cas du second empilement, une sous couche est réalisée avant la projection du revêtement dans le but d'améliorer son ancrage mécanique et donc son adhésion. La rugosité est tout de même plus importante dans ce second cas.

Dans l'empilement N°1, le module d'élasticité du revêtement est cinq fois plus faible que celui du substrat (Figure II-26). Le revêtement présente toutefois un comportement fragile, tout comme son substrat.

Contrairement au premier empilement, l'empilement N°2 possède un revêtement projeté plasma de rigidité trois fois plus importante que son substrat. Le revêtement ainsi que le substrat sont légèrement plus déformables que dans le cas de l'empilement N°1.

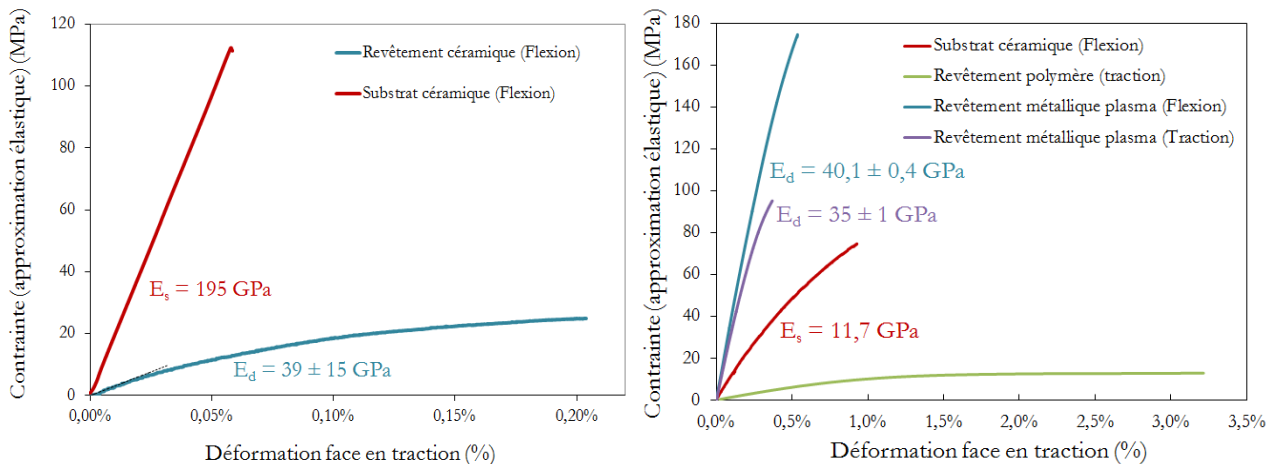


Figure II-26 : Comportement mécanique des constituants de l'empilement N°1 (à gauche) et de l'empilement N°2 (à droite)

Les revêtements céramique et métallique présentent tous deux une microstructure typique des revêtements réalisés par projection plasma, avec de la porosité et un réseau de fissures inter-lamellaires conséquent. Les différents moyens de caractérisation utilisés, flexion et traction, ont permis de révéler un comportement non linéaire en traction et dissymétrique en traction/compression, phénomène caractéristique d'un endommagement du matériau. L'essai de traction cyclé effectué sur le revêtement métallique a permis de conforter cette hypothèse en mettant en évidence une augmentation progressive des déformations résiduelles et une chute du module d'élasticité au cours du cyclage. Ce comportement endommageable est directement corrélé à la microstructure particulière des revêtements due à leur mode d'élaboration et s'explique par l'ouverture et la propagation de défauts originellement présents dans le matériau.

Ces essais mécaniques ont permis de déterminer les propriétés mécaniques (module d'élasticité, coefficient de Poisson, ...) utiles à la modélisation du comportement des différentes couches de l'empilement. Les grandeurs concernant les revêtements (plasma ou pneumatique) n'ont été quantifiées que dans le plan, et non dans l'épaisseur : une hypothèse d'isotropie sera donc effective par la suite, faute de données. Les valeurs des

coefficients de Poisson non caractérisées sont issues de bases de données CEA. Le tableau suivant récapitule les propriétés importantes qui seront utilisées pour la suite.

		Préparation de surface	Ra du substrat	Epaisseur éprouvette (mm)	Caractéristiques mécaniques				
					Essai	Module d'élasticité $E_0$ (GPa)	Coefficient de Poisson	Contrainte à rupture $\sigma_{max}$ (MPa)	Déformation à rupture $\varepsilon_{max}$ (%)
Empilement n°1	Substrat céramique	Nettoyage chimique	< 1 $\mu\text{m}$	4	Flexion	<b>195 (186 <math>\pm</math> 7)</b>	0,30	106 $\pm$ 15	0,07 $\pm$ 0,01
	Dépôt céramique			1	Flexion	<b>39 <math>\pm</math> 15</b>	0,25	24 $\pm$ 1 *	0,15 $\pm$ 0,05
Empilement n°2	Substrat graphite	Sablage + Nettoyage + Sous couche	6 $\mu\text{m}$	4	Flexion	<b>11,7 <math>\pm</math> 0,1</b>	0,30	78 $\pm$ 7 *	0,98 $\pm$ 0,04
	Sous-couche polymère			0,08	Traction	<b>1,2 <math>\pm</math> 0,1</b>	0,21 $\pm$ 0,07	15 $\pm$ 1	3,60 $\pm$ 1,00
	Dépôt aluminium			2	Traction	<b>35,0 <math>\pm</math> 1,0</b>	0,23 $\pm$ 0,01	102 $\pm$ 6	0,38 $\pm$ 0,04
	Flexion	<b>40,1 <math>\pm</math> 0,4</b>	165 $\pm$ 9 *		0,48 $\pm$ 0,04				

**Tableau II-4 : Bilan des propriétés des différentes couches des deux empilements (\* approximations élastiques)**

Désormais, les constituants des deux empilements et les difficultés associées à leur comportement mécanique sont mieux connus. Ces contraintes dimensionnelles (taille réduite des échantillons) et matérielles (fragilité des substrats et des revêtements), imposées par la méthode d'élaboration de ces assemblages, ont pour conséquence de limiter le choix en essais d'adhérence et de contraindre à adapter les essais existants en conséquence. Ils devront donc être judicieusement choisis en conséquence et adaptés, au besoin, aux matériaux étudiés. La méthodologie expérimentale et numérique mise en place est évoquée dans le chapitre III.



---

## CHAPITRE III

# METHODOLOGIE POUR L'IDENTIFICATION ET LA VALIDATION DU MODELE COHESIF DE L'INTERFACE

---

La démarche expérimentale et numérique couplée, pour la calibration des paramètres de la loi cohésive, est présentée dans ce chapitre. Elle s'appuie sur la mise en œuvre d'essais d'adhérence judicieusement sélectionnés selon les spécificités des assemblages décrits dans le CHAPITRE II. Les conditions opératoires des essais et les modifications géométriques des éprouvettes adoptées pour satisfaire le bon déroulement des essais sont précisées. Les essais utiles à l'identification en mode pur des paramètres cohésifs seront distingués des essais de validation en mode mixte.

Les modèles de zones cohésives sont employés pour modéliser la rupture adhésive survenant au cours des essais d'adhérence. Les outils numériques nécessaires à la réalisation de ces modèles seront spécifiés. Par ailleurs, l'utilisation des MZC requière un choix rigoureux des paramètres tels que la raideur initiale, la taille des éléments, le paramètre de régularisation visqueuse... Une étude paramétrique sera donc accomplie afin de définir les paramètres adéquats pour la réalisation des calculs numériques.

### SOMMAIRE

---

<b>I.</b>	<b>DEMARCHE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE COUPLEE.....</b>	<b>88</b>
I.1	DEMARCHE GENERIQUE .....	88
I.2	DEMARCHE ADAPTEE AUX SPECIFICITES DE L'EMPILEMENT N°2 .....	89
I.3	DEMARCHE ADAPTEE AUX SPECIFICITES DE L'EMPILEMENT N°1 .....	90
<b>II.</b>	<b>ESSAIS SERVANT A L'IDENTIFICATION DES PARAMETRES DE LA LOI D'INTERFACE .....</b>	<b>91</b>
II.1	MESURE D'UN CRITERE D'ADHERENCE EN CONTRAINTE .....	91
II.2	MESURE D'UNE ENERGIE DE PROPAGATION.....	97
<b>III.</b>	<b>ESSAIS DE VALIDATION .....</b>	<b>108</b>
III.1	ESSAI DE FLEXION AVEC ENTAILLE DECALEE .....	108
III.2	ESSAI DE TRACTION-PELAGE.....	109
<b>IV.</b>	<b>MODELISATION DES ESSAIS D'ADHERENCE AVEC LES MZC.....</b>	<b>111</b>
IV.1	MODELE DE ZONES COHESIVES CHOISI.....	111
IV.2	GEOMETRIE DES MODELES.....	113
IV.3	EXPLOITATION DES RESULTATS NUMERIQUES.....	116
IV.4	ETUDE PARAMETRIQUE .....	122
<b>V.</b>	<b>CONCLUSION PARTIELLE .....</b>	<b>127</b>

---

# I. Démarche expérimentale et numérique couplée

## I.1 Démarche générique

Afin de décrire le délaminage d'une interface soumise à un mode de sollicitation mixte, il faut disposer des lois cohésives en mode I pur et II pur ainsi que des critères d'amorçage de l'endommagement et de propagation de l'endommagement reliant les paramètres de ces deux lois entre eux.

Ces critères seront choisis parmi les nombreux critères disponibles sous le code éléments finis ABAQUS, utilisé pour les modélisations. L'influence du critère sur la réponse macroscopique pourra éventuellement être étudiée pour choisir le plus adapté à notre matériau. Nous ne chercherons pas, dans cette étude, à proposer de nouveaux critères d'amorçage et de propagation pour l'étude du délaminage des revêtements projetés plasma sur substrat fragile, bien que certains auteurs aient proposés une procédure d'identification des critères pour l'étude de composites stratifiées basée sur la mise en place d'un grand nombre d'essais [VAN11].

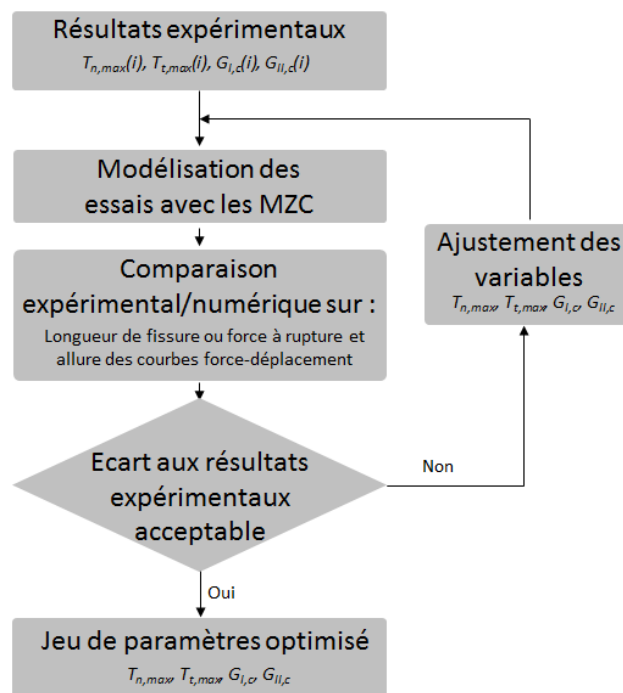


Figure III- 1 : Démarche d'optimisation des paramètres du modèle cohésif

L'objectif est d'identifier les différents paramètres de la loi cohésive en mode I pur et mode II pur afin de pouvoir, en choisissant judicieusement les critères, décrire convenablement le comportement de l'interface soumise à une sollicitation quelconque. Pour ce faire, une démarche expérimentale et numérique couplée est proposée et schématisée sur la Figure III- 1.

Il s'agit de mettre en œuvre différents essais d'adhérence qui sollicitent l'interface sous un mode I et II afin d'estimer expérimentalement la résistance d'adhérence et l'énergie d'adhérence de l'interface sous ces deux modes. Ces différents essais sont ensuite modélisés par le biais des modèles de zones cohésives (MZC). Les valeurs de contraintes  $T_i$  et d'énergie d'adhérence  $G_i$  déterminées expérimentalement sont utilisées en tant que données d'entrée initiales à la modélisation. La réponse macroscopique du modèle est ensuite comparée avec les données expérimentales : les courbes de chargement, les forces à rupture, les longueurs de fissure lors de la propagation ou bien encore les déformations du revêtement lors du pelage constituent les différents points de

comparaison possibles. Les paramètres de la loi cohésive sont alors ajustés en conséquence afin de minimiser l'écart entre les résultats expérimentaux et numériques. Enfin, un jeu de paramètres optimisé est obtenu et pourra être utilisé pour la modélisation du comportement de l'interface, dans une structure plus complexe et sous diverses sollicitations.

Des essais de validation, faisant intervenir simultanément du mode I et du mode II, permettront d'éprouver la loi cohésive avec les paramètres préalablement identifiés.

## 1.2 Démarche adaptée aux spécificités de l'empilement N°2

La démarche d'identification proposée implique la réalisation d'un certains nombres d'essais afin d'identifier les paramètres de la loi indépendamment les uns des autres : chaque essai servira à l'ajustement d'un seul paramètre de la loi cohésive (cf Figure III- 2).

Plus spécifiquement, l'identification de la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  et du taux de restitution de l'énergie  $G_{I,c}$  en mode I nécessiteront la réalisation de deux essais sous un mode I de sollicitation. L'un permettant d'estimer une contrainte d'adhérence par une rupture brutale de l'interface, et l'autre permettant d'évaluer l'énergie d'interface par suivi de la propagation d'une fissure interfaciale. La modélisation de ces essais ne nécessite que la connaissance de la loi en mode I, à savoir l'intervention de deux paramètres parmi  $T$ ,  $G$  et  $\delta$ . L'ajustement du paramètre  $G_{I,c}$  est effectué en premier puisque l'influence du paramètre  $T_{n,max}$  sur la réponse numérique est la plus faible. Puis, ce sera au tour du paramètre  $T_{n,max}$  d'être optimisé, pour une valeur  $G_{I,c}$  fixée. Une boucle est effectuée afin d'optimiser ce jeu de paramètre en mode I.

La même démarche est effectuée en mode II pour l'identification du jeu de paramètres  $(G_{II,c}; T_{t,max})$ , faisant également intervenir deux essais différents sous un mode II de sollicitation.

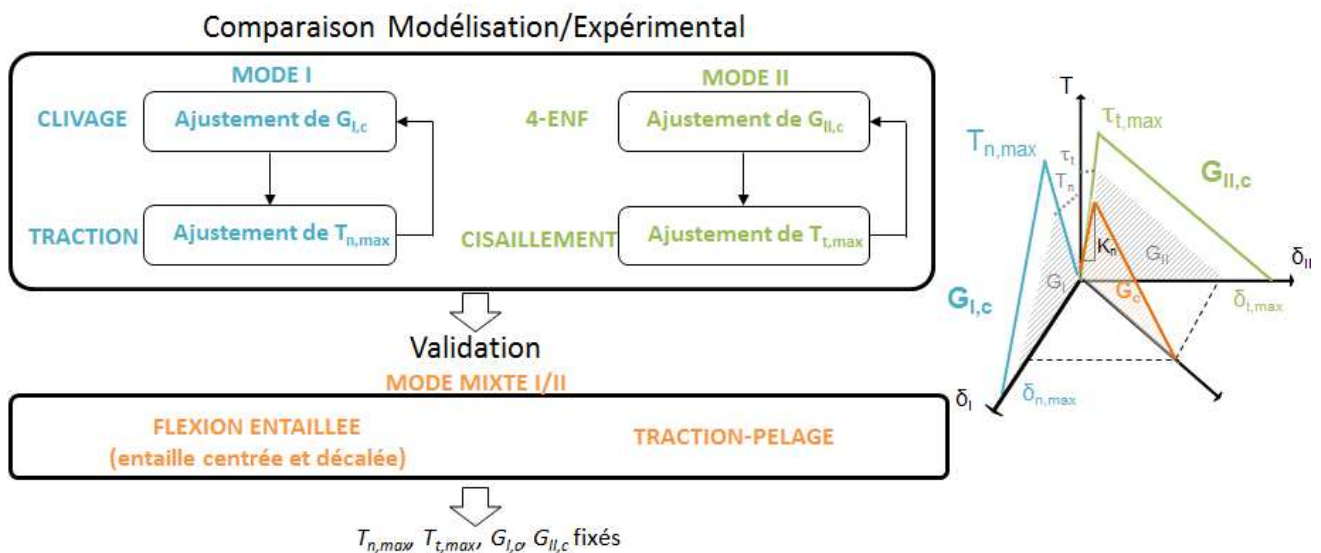


Figure III- 2 : Essais employés et stratégie pour l'identification des paramètres de la loi cohésive de l'empilement N°2

### I.3 Démarche adaptée aux spécificités de l'empilement N°1

La réalisation d'essais d'adhérence est plus complexe dans le cas de l'empilement N°1 compte tenu de la plus grande fragilité du substrat et du revêtement tout deux en céramique. Certains essais ne peuvent être réalisés avec succès. Par conséquent, la stratégie d'identification s'en voit légèrement modifiée (cf Figure III- 3). Notamment, les deux essais permettant la mesure des énergies d'adhérence  $G_{I,c}$  et  $G_{II,c}$  sont à exclure. Seul l'essai d'adhérence, utilisé comme essai de validation dans le cas de l'empilement N°2, est envisageable sur l'empilement N°1, ce qui nous fournit une seule mesure de l'énergie d'adhérence sous une sollicitation mixte. Le nombre d'essais étant restreint, une hypothèse supplémentaire devra être faite pour réduire le nombre de paramètres à identifier : nous supposons l'ouverture critique à rupture identique quel que soit le mode de sollicitation exercé, à savoir  $\delta_{n,max} = \delta_{t,max}$ . L'ouverture critique sera estimée par le biais des résultats expérimentaux.

Les résistances d'adhérence en mode I et en mode II, sont les deux paramètres restant à identifier. Deux essais sollicitant l'interface sous un mode de sollicitation en traction et en cisaillement serviront à leur ajustement. Pour la validation de la loi cohésive après identification, d'autres essais de validation sont donc envisagés.

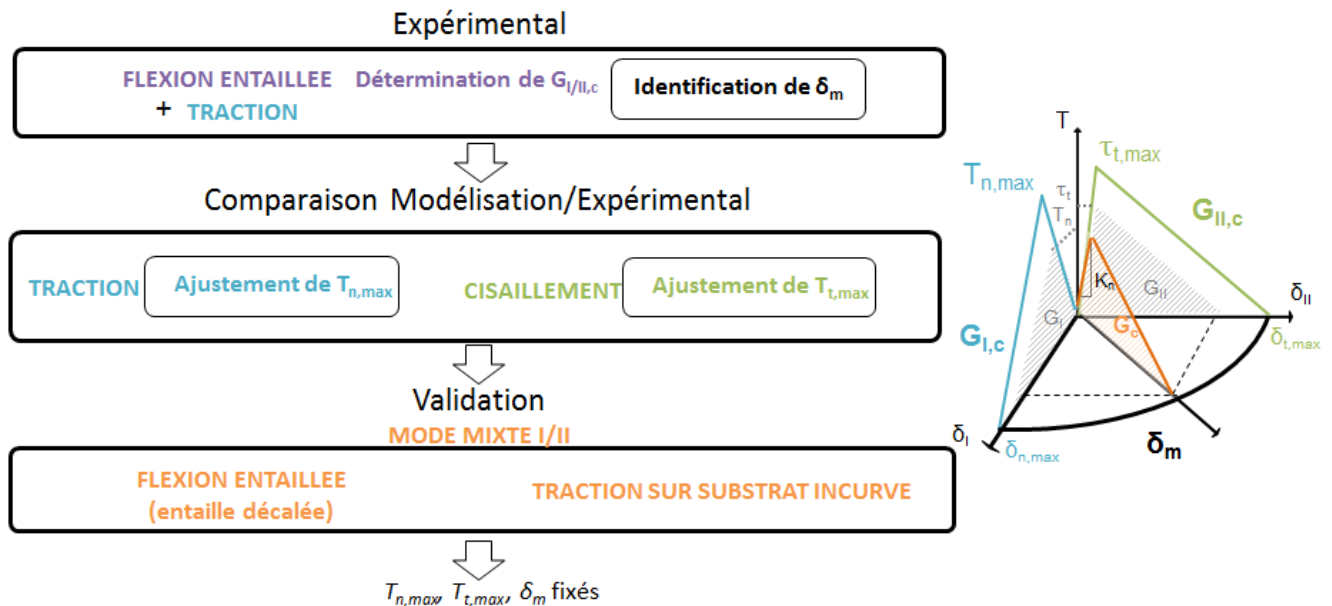


Figure III- 3 : Essais et stratégie pour l'identification des paramètres de la loi cohésive de l'empilement N°1

Dans les parties suivantes sont présentés les différents essais d'adhérence choisis pour l'identification des paramètres et les outils numériques employés pour la réalisation des modélisations et l'exploitation de ces essais.

## II. Essais servant à l'identification des paramètres de la loi d'interface

---

Les essais d'adhérence sélectionnés selon les caractéristiques des matériaux de l'empilement (épaisseur, fragilité...) et les contraintes dimensionnelles, sont présentés dans cette partie. Les dispositifs expérimentaux, les procédures d'essais, l'exploitation des résultats, ainsi que les avantages et inconvénients de chacun y sont détaillés. Dans le but d'adapter ces essais aux particularités des empilements étudiés, nous verrons qu'il sera parfois nécessaire d'en optimiser les protocoles et la géométrie des éprouvettes.

---

### II.1 Mesure d'un critère d'adhérence en contrainte

#### II.1.1 Essai de traction

L'essai de traction permet la détermination d'un seuil de décohésion de l'interface étudiée sous forme d'une contrainte ; valeur directement comparable à la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  du modèle cohésif que l'on cherche à identifier. Cet essai sollicite l'interface en mode de traction pure et présente l'avantage d'être simple de mise en œuvre et donc assez largement répandu dans le domaine de la projection plasma pour la mesure d'adhérence des barrières thermiques.

#### *Préparation des éprouvettes*

L'objectif de cet essai est d'appliquer un effort de traction afin de rompre, de manière adhésive, l'interface dont on souhaite mesurer la tenue mécanique. Pour la réalisation des essais de traction, deux haltères en aluminium sont collées de part et d'autre de l'empilement substrat/revêtement plasma fabriqué sous forme de pastilles d'épaisseur de 5 mm. Le collage se fait par l'intermédiaire d'une colle Araldite bi-composants et d'un peigne dentelé, de profondeur 0,2 mm, permettant la dépose d'une épaisseur calibrée et constante. La colle est judicieusement choisie afin d'éviter une pénétration à travers les pores du revêtement pouvant provoquer une contamination de l'interface. Cette opération se fait sur un banc de collage prévu à cet effet, permettant l'alignement des haltères autour d'un même axe de révolution, évitant ainsi l'introduction d'efforts de cisaillement au cours de l'essai. Le choix de la colle est crucial car elle constitue souvent une limite à la détermination de la résistance d'adhérence si sa résistance à la traction y est elle-même inférieure.

#### *Procédure expérimentale*

Cet essai est issu de la norme [NF EN 582], préconisant un diamètre d'échantillon de 25,4 mm (1 pouce). Les pastilles de l'empilement N°1 ont toutefois été produites avec un diamètre supérieur de 30 mm. Il s'agit d'une configuration CEA antérieure à la norme.

Les essais de traction sont réalisés sur la machine électromécanique INSTRON 5866 équipée d'un dispositif de fixation adapté aux haltères et d'une cellule de charge de capacité 10 kN (pour l'empilement N°1) et 5 kN (pour l'empilement N°2). La vitesse de déplacement de la traverse est fixée à 0,2 mm /min jusqu'à la rupture, afin de respecter la limite d'augmentation de la charge de  $1000 \pm 100$  N/s préconisée par la norme [NF EN 582].



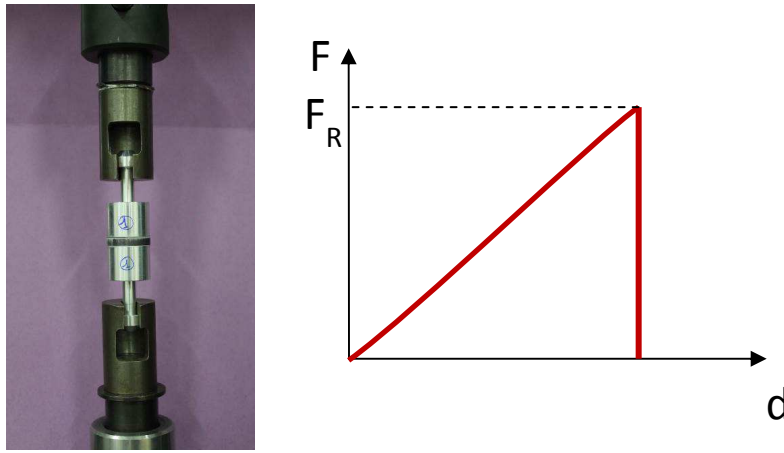


Figure III- 4 : Dispositif d'essai de traction normalisé (à gauche) et courbe de chargement associée (à droite)

### **Analyse des résultats**

Une courbe de chargement type est représentée sur la Figure III- 4 (à droite) : la charge augmente linéairement en fonction du déplacement imposé, jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette sous la charge maximale  $F_R$ .

Plusieurs types de ruptures peuvent être observés :

- Rupture cohésive de l'adhésif lorsque la résistance à rupture de la colle utilisée est inférieure à celle de l'interface ou des constituants de l'empilement.
- Rupture dans la couche de revêtement plasma ou bien dans le substrat lui-même ; la rupture est alors dite cohésive.
- Rupture à l'interface revêtement/substrat étudiée ; la rupture est alors dite adhésive.

Dans ce dernier cas de rupture uniquement, il est possible de déterminer la résistance d'adhérence à la traction  $T_{exp}$  de l'interface par le rapport de la force à rupture mesurée  $F_R$  sur la section rompue de manière adhésive  $S_0$  :

$$T_{exp} = \frac{F_R}{S_0} \quad \text{Equation III- 1}$$

Dans les autres cas de rupture (rupture de l'adhésif ou rupture cohésive d'un des matériaux de l'empilement) cela nous renseigne sur la tenue mécanique minimale de l'interface, mais ne nous permet pas de calculer directement sa résistance d'adhérence.

Cet essai présente une incertitude sur la contrainte bien inférieure à 1%, ce qui est négligeable face à la dispersion expérimentale en générale observée. Cette constatation est valable également pour l'essai de cisaillement qui sera présenté dans le paragraphe II.1.2.

### **Choix de la configuration de traction**

Les essais de traction sur pastilles de diamètre 30 mm ont démontré une forte influence des défauts de projection pouvant apparaître sur les pourtours des pastilles revêtues. Par ailleurs, ces matériaux sont amenés à subir des études de vieillissement hydrique et sont donc placés en enceinte climatique, où ils vont subir des dégradations préférentielles sur les bords. Afin de s'affranchir des hétérogénéités de l'interface pouvant engendrer une rupture prématurée, une configuration permettant de tester le cœur de l'échantillon est envisagée. C'est pourquoi, des pastilles de plus grandes dimensions, de diamètre 70 mm, ont été réalisées et des haltères de diamètre 30 mm et 70 mm sont collés respectivement du côté du revêtement plasma et du côté du substrat (cf Figure III- 5). Une autre configuration a été réalisée en collant une haltère de plus petite dimension, de 10 mm de diamètre, sur le revêtement.

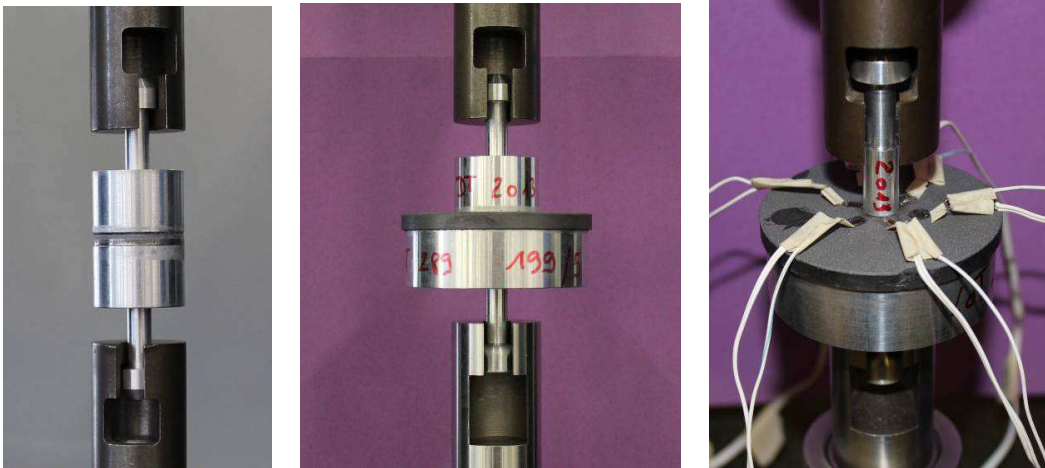


Figure III- 5 : Photos des différentes configurations testées en traction

L'essai de traction a été modélisé, via les modèles de zones cohésives, pour les différentes configurations présentées ci-dessus. Le modèle employé est décrit dans la suite, au paragraphe IV. Des valeurs prédéfinies de la contrainte critique de traction du modèle cohésif et de l'ouverture critique sont choisies pour une étude comparative entre les différentes configurations de traction :  $T_{n,max} = 6$  MPa et  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$  (cf données d'entrée du modèle dans le CHAPITRE IV).

La Figure III- 6 représente la contrainte normale le long de l'interface revêtement/substrat pour les différentes configurations testées. La contrainte normale fluctue entre environ 5 MPa et 7 MPa le long de l'interface, sous l'haltère collée sur le revêtement plasma. Une variation d'environ  $\pm 15\%$  autour de sa valeur moyenne ( $T_{n,max} = 6$  MPa) est observée. Ce phénomène est observable lorsque la base des haltères collées est mal dimensionnée, c'est-à-dire que la hauteur de la base est trop faible par rapport au diamètre de l'haltère. Néanmoins, lorsque ces variations sont considérées suffisamment faibles, le calcul de la résistance d'adhérence à la traction par l'Equation III- 1 se justifie.

Il est également intéressant de noter que le profil de contrainte normale est quasi-identique pour les configurations avec haltères de diamètres 30 mm/30 mm et de diamètres 30 mm/70 mm. Ce résultat laisse présager d'un scénario de rupture similaire dans ces deux configurations ; ce qui ne sera probablement pas le cas pour la troisième configuration avec haltères de diamètres 10 mm/70 mm.

La formule pour le calcul de la résistance d'adhérence à la traction (Equation III- 1) pourra également être utilisée pour la configuration  $\Phi 30 \text{ mm} / \Phi 70 \text{ mm}$ .

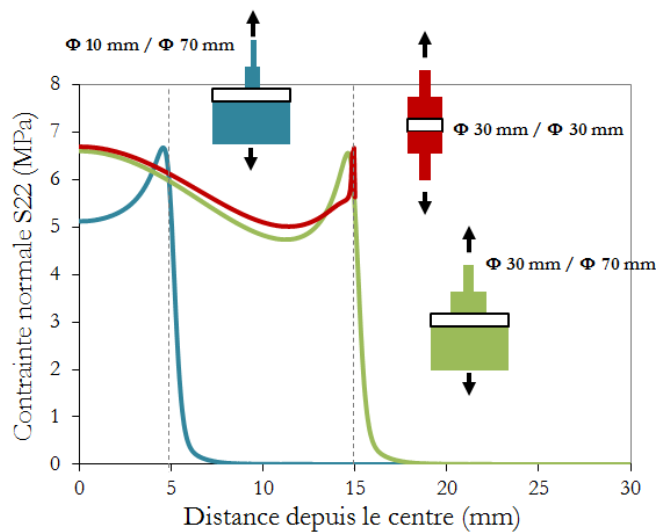


Figure III- 6 : Profil de contrainte normale à l'interface pour différentes configurations

---

Compte tenu des observations précédentes, la configuration choisie pour la réalisation des essais de traction sur l'empilement N°2 est celle décrite sur la Figure III- 7, qui s'écarte légèrement du cadre normalisé. Des plaques de dimensions 64×140 mm<sup>2</sup> sont revêtues par projection plasma, puis découpées à la scie à fil en échantillons carrés de dimensions 25×25 mm<sup>2</sup>. Des haltères de diamètre 20 mm, cette fois, sont collées selon le même procédé de part et d'autre de l'éprouvette. Le choix d'haltères de plus petit diamètre pour cet empilement (20 mm au lieu de 30 mm) permet de limiter les effets de courbure des échantillons néfastes au collage, dus à l'apparition de contraintes résiduelles lors de la projection (cf CHAPITRE II, § III.3.2). Par ailleurs, cette configuration évite également l'apparition d'effets de bord, tels que des défauts de projection ou des dégradations en périphérie, pouvant impacter directement les résultats des essais, comme c'est le cas sur des pastilles.



**Figure III- 7 : Configuration d'essai de traction sur l'empilement N°2**

Dans cette configuration, proche de la configuration  $\Phi 30$  mm/ $\Phi 70$  mm de l'empilement N°1, la formule pour le calcul de la résistance d'adhérence reste valable.

### II.1.2 Essai de cisaillement bi-entaillé

L'essai de traction permet la mesure d'un seuil de décohésion de l'interface sous une sollicitation en mode I, mais pour l'identification totale de la loi cohésive de l'interface, il est primordial d'obtenir la même information sous une sollicitation en mode II. C'est pourquoi, un essai de cisaillement a été sélectionné et adapté à l'étude des empilements N°1 et N°2.

Cet essai est préféré à un essai de cisaillement par simple au double recouvrement en raison des petites dimensions d'éprouvettes nécessaires à sa réalisation.

#### ***Préparation des éprouvettes et adaptation de leur géométrie***

L'objectif de cet essai est de rompre de manière adhésive la section d'interface localisée entre les deux entailles, comme décrit dans le CHAPITRE I, paragraphe II.3.2. Cependant, compte tenu de la faible épaisseur des revêtements plasma (quelques centaines de micromètres), une configuration bicouche n'est pas envisageable pour obtenir la rupture adhésive souhaitée. Le revêtement plasma étant fragile et peu déformable (cf CHAPITRE II), une rupture cohésive dans celui-ci est attendue. Cet essai se doit donc d'être modifié et adapté en conséquence.

Certains essais non adaptés à l'étude de systèmes bicouche substrat/revêtement de faible épaisseur peuvent être classiquement adaptés en transformant ce système en un bi-matériau massif par l'ajout, symétriquement au substrat, d'un massif rapporté [DUP04]. Les éprouvettes, initialement des bicouches de dimensions  $15 \times 30$  mm<sup>2</sup> et d'épaisseur environ 5 mm, voient leur géométrie modifiée selon la procédure schématisée sur la Figure III- 9 :

- L'éprouvette est, tout d'abord, découpée dans l'épaisseur du substrat, à mi-hauteur, au moyen d'une scie à fil.
- La contre plaque ainsi créée est collée du côté du revêtement pour jouer le rôle de renfort.  
L'étape de collage, détaillée sur la Figure III- 8, consiste en 2 - la protection des bords de l'éprouvette par l'ajout de ruban adhésif, 3 - l'application de la colle Araldite 2014 bi-composant sur le dépôt et le passage d'un peigne, de profondeur de dents 0,2 mm et de pas 0,4 mm, pour le calibrage de l'épaisseur de colle, 4 - le positionnement des contre-plaques sur les bicouches par l'intermédiaire d'un support à tiges amovibles, et enfin 5 - la mise en compression des éprouvettes pendant 48 h pour la phase de polymérisation de la colle.

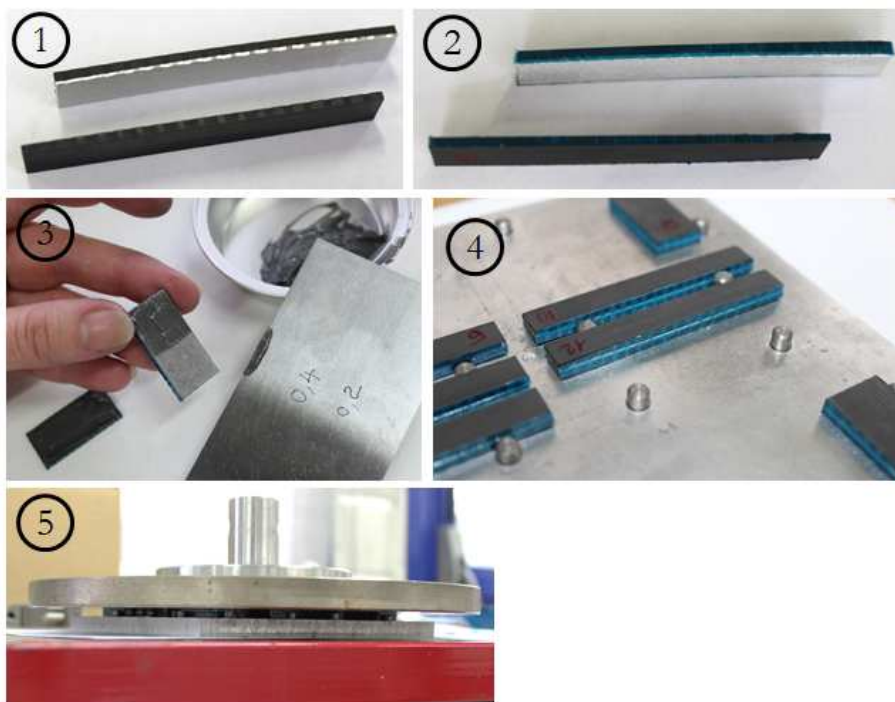


Figure III- 8 : Protocole de collage des éprouvettes

- Deux entailles sont réalisées à la scie à fil diamantée, de diamètre  $\Phi$  300  $\mu$ m, de part et d'autre de l'éprouvette, distantes entre-elles de 8 mm. Elles s'arrêtent à l'interface d'étude exactement.
- Les bords et coins de l'éprouvette sont aplanis et chanfreinés.
- Certaines éprouvettes sont ensuite polies sur la tranche afin de mieux discerner les différentes interfaces et de pouvoir localiser optiquement la fissure.

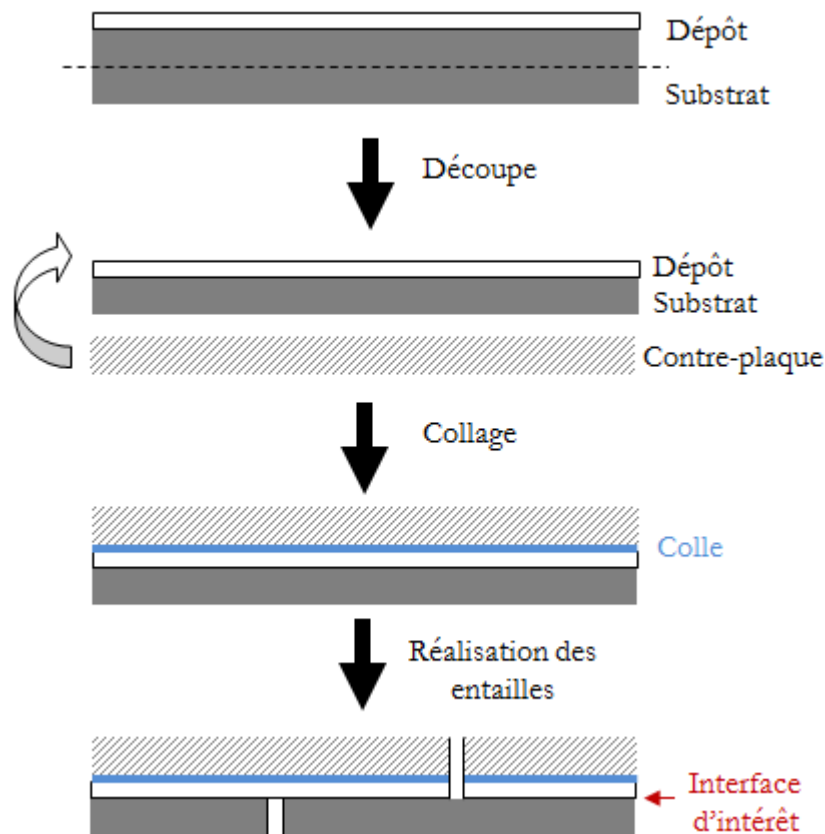


Figure III- 9 : Protocole de préparation des éprouvettes pour l'essai de cisaillement bi-entailé

**Procédure expérimentale**

Les essais de cisaillement sont réalisés sur une machine INSTRON 5866, équipée d'une cellule de charge de 5 kN, sous un déplacement imposé de 0,2 mm /min.

Un outil de guidage est utilisé afin de maintenir l'éprouvette à la verticale durant l'essai et d'éviter son flambement ou l'introduction de rotations parasites. Un système de cales permet le réglage de l'outil selon l'épaisseur de l'éprouvette. Selon la norme [NF EN 658-4], dont cet essai est grandement inspiré, l'éprouvette doit être disposée avec les entailles libres comme représenté sur la Figure III-10. Puis, l'outil de guidage est placé entre deux plateaux de compression.

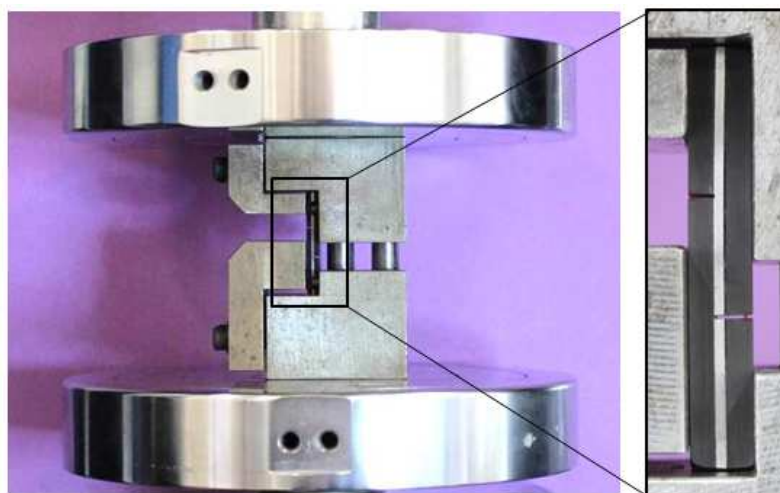


Figure III-10 : Dispositif d'essai de cisaillement bi-entailé

### **Analyse des résultats**

L'allure de la courbe de chargement observée, dans le cas idéal d'une rupture adhésive entre les deux entailles, est similaire à la courbe de chargement d'un essai de traction (cf Figure III- 4, à droite), à savoir linéaire d'un premier temps, puis une forte chute de charge témoigne d'une rupture brutale de l'éprouvette.

Pour cet essai, différents scénarios de rupture peuvent être obtenus :

- La rupture peut être de type adhésif à l'interface substrat/revêtement, entre les deux entailles, comme attendue. Une résistance d'adhérence au cisaillement peut alors être aisément calculée par la formule suivante :

$$\tau_{\text{exp}} = \frac{F_R}{S_0} . \quad \text{Equation III- 2}$$

$F_R$  étant la force à rupture et  $S_0$  la section de l'éprouvette rompue, contenue entre les deux entailles.

- La rupture adhésive de l'interface substrat/revêtement peut se prolonger en dehors de la zone entre les deux entailles.
- La rupture peut également être cohésive si la fissure initiée depuis une des entailles se propage directement au travers d'un des constituants de l'empilement : substrat ou revêtement.
- La rupture adhésive de la liaison collée est aussi envisageable dans le cas d'une mauvaise tenue mécanique de la colle en cisaillement.
- Enfin, une rupture mixte, combinant au moins deux modes de rupture précédemment cités, est possible.

Dans tous ces derniers cas de rupture, l'essai sera considéré comme non valide.

Il est important de noter qu'il existe une forte influence de la qualité de préparation des éprouvettes sur le scénario de rupture observé. En effet, des entailles réalisées à la scie à fil trop courtes ou trop longues, ne s'arrêtant pas exactement au niveau de l'interface substrat/revêtement, peuvent conduire à une rupture autre qu'une rupture purement adhésive à l'interface d'intérêt. Cette constatation est particulièrement vraie dans le cas de l'empilement N°1 pour lequel le substrat céramique est extrêmement fragile et la rupture à travers ce dernier est fréquente. Ce cas sera traité dans le CHAPITRE IV.

## II.2 Mesure d'une énergie de propagation

### II.2.1 Essai de clivage en coin

Contrairement aux essais de traction et de cisaillement permettant la mesure d'un seuil de tenue mécanique de l'interface substrat/revêtement, l'essai de clivage en coin permet la mesure d'un autre critère d'adhérence, à savoir l'énergie d'adhérence de la liaison. Cette valeur mesurée correspond au taux de restitution de l'énergie, équivalente à l'aire sous la courbe de la loi cohésive en mode I. Il est donc intéressant de pouvoir déterminer cette grandeur. Par ailleurs, cet essai sollicite l'interface sous un mode de sollicitation proche de la traction pure. Il n'est pas possible de déterminer expérimentalement la mixité modale exacte associée à l'essai, mais cet apport pourra être fait par le biais de la modélisation.

### **Préparation des éprouvettes**

L'essai de clivage en coin est d'ordinaire utilisé pour évaluer l'adhérence des assemblages collés et leur vieillissement [HAS06] [GUI02]. Cet essai peut s'étendre à l'étude de systèmes multicouches avec revêtement plasma à condition d'adapter sa configuration. De la même façon que pour l'essai de cisaillement, l'éprouvette doit être symétrisée par l'ajout d'une contre-plaque sur le revêtement selon le protocole précédemment décrit (cf



Figure III- 9). A la différence de l'éprouvette de cisaillement, une seule entaille est réalisée, à la scie à fil, selon la direction de l'interface à une extrémité de l'éprouvette, aboutissant à la géométrie représentée sur la Figure III-11.

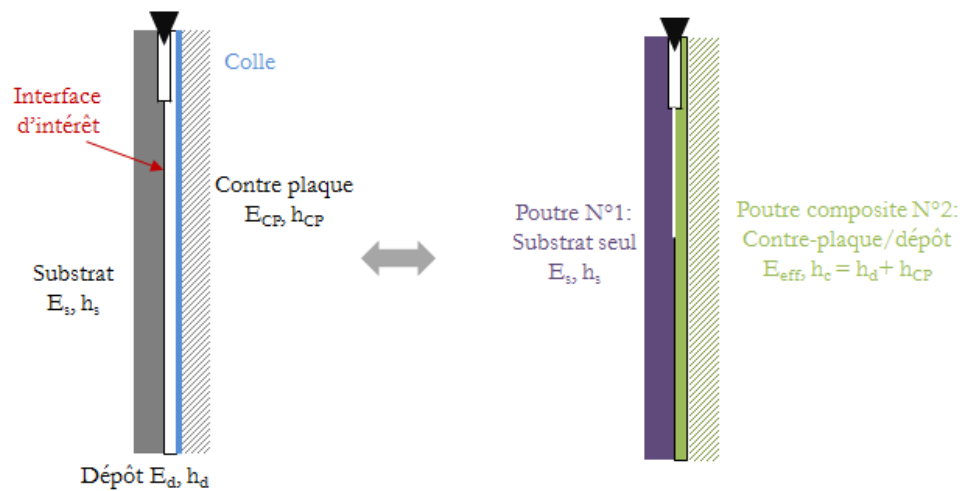


Figure III-11 : Schéma d'une éprouvette multicouche pour l'essai de clivage en coin

Cependant, cet essai ne sera applicable qu'à l'étude de l'empilement N°2. En effet, l'importante fragilité et rigidité du substrat ainsi que la faible adhésion de l'interface de l'empilement N°1 rend la mise en œuvre de cet essai impossible. La propagation de fissure interfaciale est trop rapide et nécessite des éprouvettes de grandes dimensions, pour l'empilement N°1. L'un des inconvénients de cette technique est qu'elle est praticable uniquement sur des matériaux suffisamment flexibles.

### Procédure expérimentale

Cet essai est réalisé au moyen de la machine INSTRON5866 équipée d'un mors à serrage manuel dans la partie inférieure, et d'un coin en acier inoxydable amovible, fixé à la traverse. Une cellule de charge de capacité 500 N suffit à cet essai. L'objectif est d'amorcer et propager une fissure à l'interface étudiée, par l'insertion d'un coin, d'une épaisseur de  $\delta = 1$  mm, dans la zone d'amorçage conçue par la pré-entaille. Une fois la fissure développée, elle se propage de manière stable et atteint une longueur constante (distance entre le fond de fissure et le coin). Le coin est déplacé à vitesse constante de 0,2 mm/min, alors que l'éprouvette est maintenue serrée verticalement à l'aide du mors sur une distance d'environ 7 mm (Figure III-12).

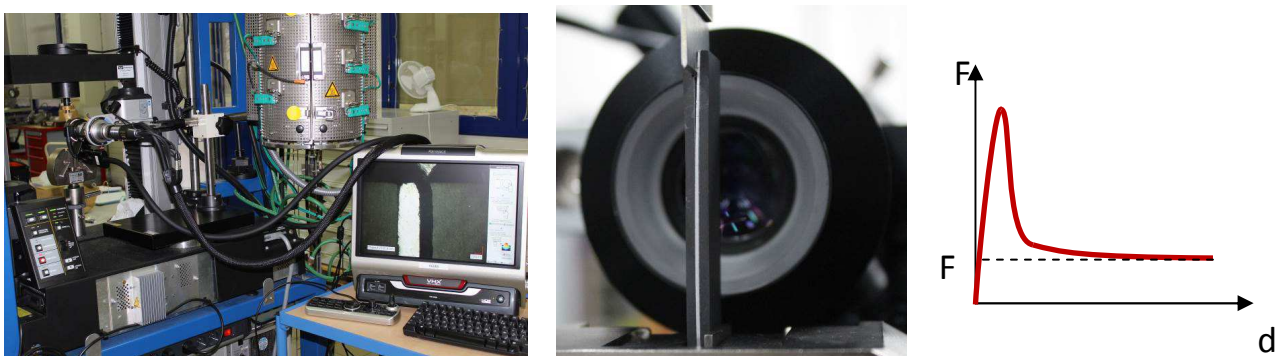


Figure III-12 : Dispositif d'essai de clivage en coin (à gauche), microscope 3D numérique (au centre) et allure de la courbe de chargement associée (à droite)

La courbe de chargement au cours d'un essai de clivage en coin a l'allure idéale présentée sur la Figure III-12 : la charge augmente linéairement lors de l'introduction du coin dans l'entaille, la charge décroît ensuite lors de l'amorçage de la fissure en fond d'entaille, enfin la propagation de la fissure devient stable et a lieu sous chargement constant  $F_p$ .

### **Analyse des résultats**

Pour un système multicouche, la formule utilisée est plus complexe que dans le cas d'un assemblage collé symétrique, composé de deux plaques identiques d'un même matériau. Bien que la sous-couche de polymère et la couche de colle soient supposées négligeables car elles possèdent une faible épaisseur et une faible rigidité par rapport aux autres constituants de l'empilement, l'éprouvette multicouche conserve un caractère non symétrique. L'énergie d'adhérence en mode I,  $G_{I,C}$ , entre deux matériaux d'épaisseurs et de modules élastiques distincts, s'exprime par un calcul issu de la théorie des poutres en flexion [CRE92] [BOU96]. Ce calcul fournit une approximation raisonnable de l'énergie d'adhérence d'un bicouche asymétrique. Cependant pour un calcul plus précis le modèle de Kanninen basé sur le principe de fondation élastique peut être employé. Pour notre cas d'étude, la formule basée sur la théorie des poutres est utilisée et adaptée à l'étude d'un système tri-couche substrat graphite/revêtement aluminium plasma/contre-plaque en graphite. Il s'agit de considérer le substrat graphite comme une des poutres fléchissantes (en violet sur la Figure III-11), et le bicouche contre-plaque/revêtement plasma comme la seconde poutre (en vert sur la Figure III-11) constituant l'éprouvette. Le module élastique effectif  $E_{eff}$  de la poutre composite contre-plaque/revêtement est déterminé par le calcul détaillé en Annexe 3. Dans le cas d'une déformation purement élastique des matériaux, l'énergie d'adhérence en mode I pour l'empilement N°2 est déterminée par la formule :

$$G_{I,c} = \frac{3 \Delta^2 \overline{E_s} h_s^3 \overline{E_{eff}} h_c^3}{8 a^4 \overline{E_s} h_s^3 + \overline{E_{eff}} h_c^3}, \quad \text{Equation III- 3}$$

où  $\Delta$  est l'écartement induit par l'insertion du coin entre les deux parties de l'éprouvette, c'est-à-dire l'épaisseur totale du coin  $\delta$  moins la largeur initiale de la pré-entaille  $d_e = 350 \mu\text{m}$  ;  $\Delta = \delta - d_e = 650 \mu\text{m}$  et «  $a$  » représente la longueur de la fissure interfaciale. Cette formule est applicable uniquement dans l'hypothèse où la fissure interfaciale est de longueur bien supérieure à l'épaisseur des poutres de l'éprouvette,  $a \gg b$ , afin que les effets de cisaillement en pointe de fissure soient négligeables. Dans le cas contraire, le modèle de Kanninen peut être appliqué. L'incertitude de calcul commise sur l'énergie d'adhérence  $G_{I,C}$  est essentiellement due à la détermination de la longueur de fissure interfaciale :

$$\Delta G_{I,c} = 4 \frac{\Delta a}{a} G_{I,c}. \quad \text{Equation III- 4}$$

### **Suivi de la longueur de fissure interfaciale**

Le suivi et la mesure précise de la longueur de fissure sont donc primordiaux pour le calcul de l'énergie d'adhérence. Deux méthodes de mesure, dont la précision sera comparée, ont été utilisées. La première est une méthode optique permettant le suivi de la fissure sur la tranche de l'éprouvette au moyen d'un microscope numérique 3D pouvant atteindre un grossissement  $\times 4000$  et  $1,05 \mu\text{m}$  de précision. Cependant, elle présente un inconvénient majeur : le fond de fissure est difficilement localisable en raison de la très faible déformabilité des matériaux constitutifs de l'éprouvette. Par ailleurs, l'interface d'intérêt entre la couche de polymère et le revêtement aluminium plasma présente des zones d'enchevêtrement.



Afin de s'assurer de la validité des mesures faites avec le microscope, une seconde méthode est employée. Les profils de déformation des deux poutres en flexion de part et d'autre de l'éprouvette sont déterminés par corrélation d'images. Ces essais ont été réalisés au laboratoire du SIMaP de Grenoble. Un mouchetis fin est réalisé avec un aérographe sur une face de l'éprouvette (Figure III-13). La résolution de la caméra employée pour le suivi des déformations est de  $6000 \times 4500$ , soit une précision de  $12,5 \mu\text{m}$ .

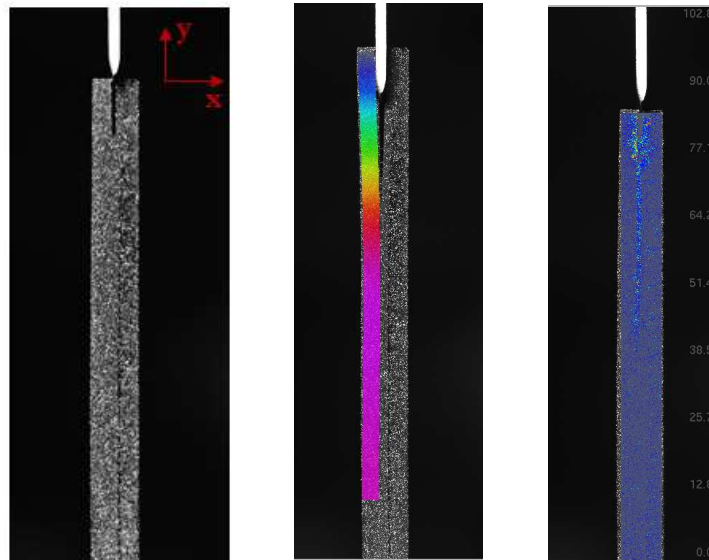


Figure III-13 : Mouchetis (à gauche), visualisation du champ de déplacement (au centre) et de l'erreur de corrélation (à droite) issus de la corrélation d'images sur une éprouvette de clivage

Le profil obtenu par corrélation d'images est alors approché par régression polynomiale de degré 3. La théorie d'Euler-Bernoulli pour une poutre en flexion, encastrée en son extrémité, nous donne le profil de déformation suivant :

$$Ux(y) = \frac{\Delta}{4} \left( 2 - 3 \frac{y}{a} + \frac{y^3}{a^3} \right). \quad \text{Equation III- 5}$$

Une comparaison du profil de courbure mesuré par corrélation d'images avec le profil de déformation calculé par la théorie des poutres (cf formule ci-dessus) nous permet donc d'estimer la longueur de fissure « a ».

Par ailleurs, l'ouverture créée par l'apparition de la fissure à l'interface nuit au bon déroulement de la corrélation. Cette discontinuité est mise en évidence par l'apparition de zones où l'erreur de corrélation commise est élevée (Figure III-13, à droite). Il est donc également possible d'estimer la position de la pointe de fissure par le biais de cette méthode.

### ***Mixité modale***

Lors d'un essai de clivage en coin sur une éprouvette parfaitement symétrique, une sollicitation en traction pure est appliquée ; correspondant à une mixité modale de  $0^\circ$ . En réalité, du cisaillement est généré aux abords de la pointe de fissure interfaciale lors d'un essai car l'éprouvette est non symétrique. Dans notre cas d'étude, la mixité modale associée à cet essai ne sera donc pas nulle.

Il serait néanmoins possible de s'approcher d'un mode I pure en sélectionnant avec soin les dimensions de la contre-plaque à rajouter. Il est notamment possible de calculer l'épaisseur de la contre-plaque de telle sorte à entraîner une déflexion identique pour les deux parties l'éprouvette, induisant ainsi une mixité proche de  $0^\circ$  [BOE99].

II.2.2 Essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée

L'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée permet la mesure de l'énergie d'adhérence d'une interface sous un mode de sollicitation mixte, proche d'une mixité modale de 45° [CHA89]. La mixité modale associée à cet essai sera vérifiée par modélisation pour les deux types d'empilements étudiés. Cet essai est répandu dans le domaine de la microélectronique [DAU98] et des barrières thermiques [YAM06] [ZHA12] [THE08] pour l'étude de l'adhérence de systèmes multicouches.

**Préparation des éprouvettes**

Il a été adapté à l'étude de système bicouche avec un revêtement fragile ou de très faible épaisseur, par l'ajout d'une contre-plaque sur le revêtement, également appelé raidisseur [HOF98]. Cette technique présente de nombreux avantages, dont le fait de limiter la fragmentation des dépôts fragiles par le biais du raidisseur. Ce dernier permet également de positionner le dépôt proche de la ligne neutre de l'assemblage afin d'en minimiser sa déformée lors de l'essai. Par ailleurs, cela augmente l'épaisseur effective de l'éprouvette et donc l'énergie élastique stockée dans le système, ce qui permet une propagation interfaciale sous un chargement modéré. Les conditions optimales sont ainsi réunies pour obtenir une fissuration interfaciale, sans déformation excessive des constituants, évitant l'apparition de déformations plastiques, et sans fissuration transverse du revêtement. La contre-plaque est ajoutée selon la procédure décrite au paragraphe II.1.2.

Il est recommandé de réaliser une amorce de fissure préexistante afin d'éviter les aléas de l'étape d'amorçage de la fissure [DUP04]. Une pré-entaille centrée est donc réalisée à la scie à fil à travers la contre-plaque et la colle, jusque dans la couche de revêtement plasma (Figure III-14).

**Procédure expérimentale**

L'éprouvette multicouche ainsi fabriquée est testée sur une machine INSTRON 5866, équipée d'une cellule de charge de capacité 500 N. Le montage de flexion 4 points utilisé est un montage guidé, dont les dimensions des entraxes sont réglables. Les entraxes intérieur et extérieur des appuis sont respectivement fixés à  $l = 20$  mm et  $L = 40$  mm. Les deux appuis supérieurs se déplacent à la vitesse constante de 0,05 mm/min. Les éprouvettes sont parallélépipédiques de dimensions environ  $50 \times 8 \times 5$  mm<sup>3</sup>.

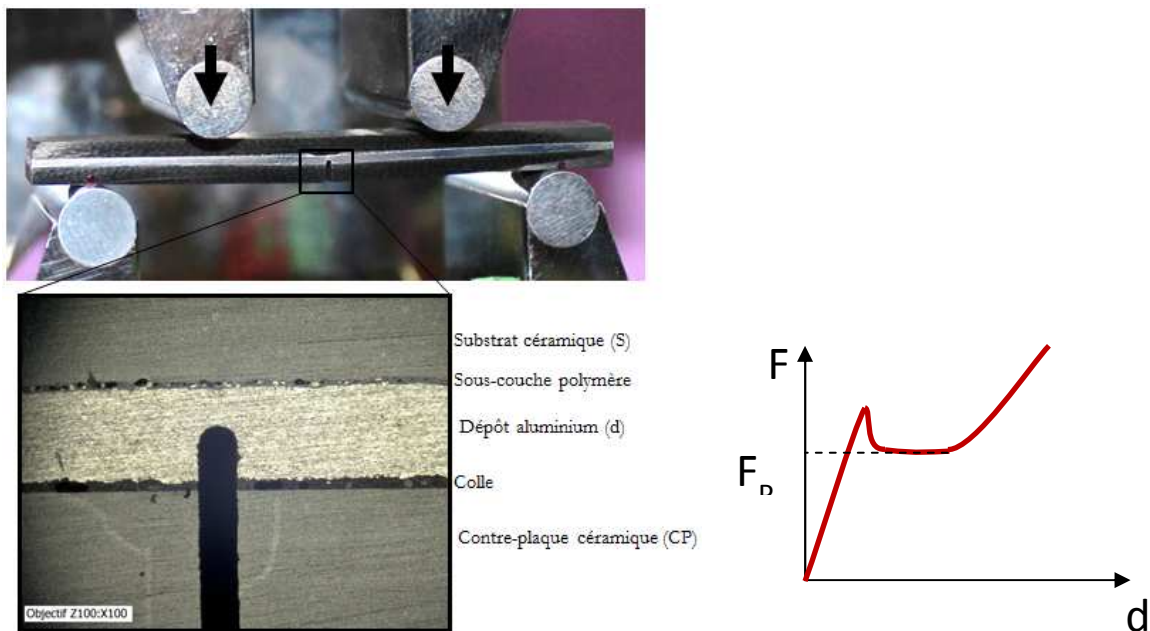


Figure III-14 : Dispositif de flexion 4 points sur éprouvette entaillée, sur empilement N°2 (à gauche) et allure idéale de la courbe de chargement associée (à droite)

Cet essai consiste à faire propager deux fissures de manière symétrique à l'interface d'intérêt, à partir d'une entaille perpendiculaire à cette interface. Dans les premiers temps de l'essai, l'éprouvette se déforme de manière élastique. Puis, lorsque la charge est suffisante, une fissure s'amorce en fond de pré-entaille et se propage jusqu'à l'interface, ce qui provoque une chute brutale de la force. Enfin, la fissure bifurque idéalement à l'interface et se propage symétriquement, sous un chargement constant  $F_p$ . A cause des effets de cisaillement qui s'amplifient, les fissures présentent des difficultés pour se propager davantage une fois les appuis internes atteints. La sollicitation en flexion se poursuit sur la partie non fissurée de l'éprouvette ; la charge augmente à nouveau de manière linéaire. Ces différentes étapes de l'essai sont visualisables sur la courbe de chargement typique d'un essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée, sur la Figure III-14.

### Analyse des résultats

Une solution analytique du calcul de l'énergie d'adhérence  $G_{I/II,C}$ , pour un tricouche, est proposée par Hofinger [HOF98], par modification du calcul établi par Charalambides sur un bi-matériaux [CHA89]. Le taux de restitution de l'énergie correspond à la différence d'énergie de déformation entre l'état final  $U_f$ , c'est-à-dire l'état dans lequel l'éprouvette est fissurée entre les deux appuis internes, et l'état initial non fissuré  $U_i$ . D'après la théorie des poutres et sous l'hypothèse de déformations planes, l'énergie de déformation s'exprime ainsi :

$$U = \frac{M^2(1-\nu^2)}{2EI}, \quad \text{Equation III- 6}$$

où  $E$  et  $\nu$  sont le module d'élasticité et le coefficient de Poisson du matériau,  $I$  le moment quadratique de la poutre et  $M$  le moment de flexion. En l'occurrence, dans le cas d'un essai de flexion 4 points symétrique, le moment de flexion est constant entre les deux appuis internes. Lors d'une propagation stable et symétrique de fissures à l'interface il vaut :

$$M = \frac{F_p(L-l)}{4b}, \quad \text{Equation III- 7}$$

où  $L$  et  $l$  sont les longueurs d'entraxes externes et internes et  $b$  la largeur de l'éprouvette.

Le taux de restitution de l'énergie devient donc :

$$G_{III,C} = U_f - U_i = \frac{M^2(1-\nu_s^2)}{2E_s} \left( \frac{1}{I_s} - \frac{1}{I_c} \right), \quad \text{Equation III- 8}$$

où  $I_s$  est le moment quadratique de la poutre non fissurée de l'éprouvette à l'état final, c'est à dire de la couche de substrat, et  $I_c$  le moment quadratique de la poutre à l'état initial, c'est à dire l'éprouvette totale. Les couches de colle et de polymère sont supposées d'épaisseurs négligeables, les moments quadratiques, par unité de longueur, s'expriment alors :

$$I_s = \frac{h_s^3}{12}, \quad \text{Equation III- 9}$$

$$I_c = \frac{h_s^3}{3} + k \frac{h_d^3}{3} + \mu \left( \frac{h_{CP}^3}{3} + h_{CP}^2 h_d + h_d^2 h_{CP} \right) - \frac{(h_s^2 - kh_d^2 - \mu(h_{CP}^2 + 2h_d h_{CP}))^2}{4(h_s + kh_d + \mu h_{CP})}, \quad \text{Equation III- 10}$$

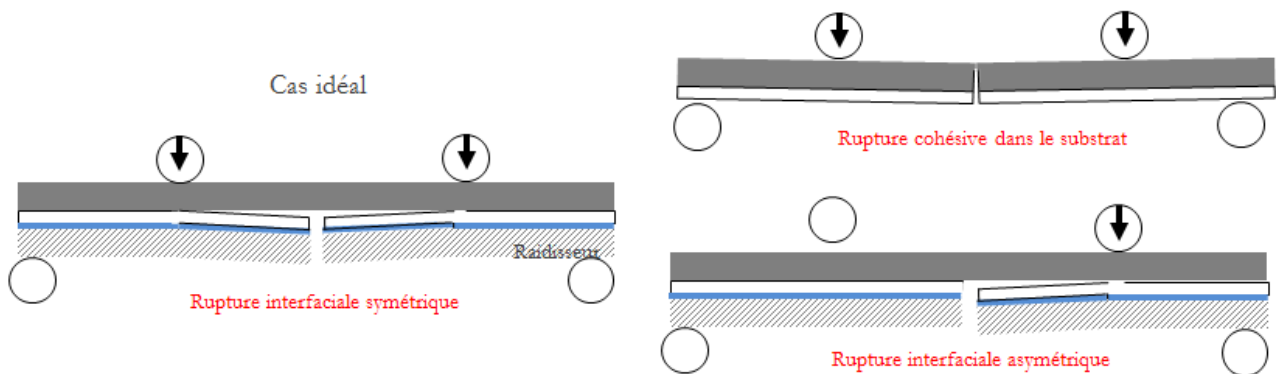
$$\text{Avec : } k = \frac{E_d(1-\nu_s)^2}{E_s(1-\nu_d)^2} \text{ et } \mu = \frac{E_{CP}(1-\nu_s)^2}{E_s(1-\nu_{CP})^2}.$$

L'énergie d'adhérence de la liaison est calculée avec l'Equation III- 8, à partir des paramètres géométriques et matériaux de l'éprouvette, et de la force  $F_p$  sous laquelle la propagation interfaciale a lieu (Figure III-14, à droite). Expérimentalement, il s'agit donc de mesurer la force sous laquelle les fissures se propagent de manière stable à l'interface.

***Ecart aux cas de propagation symétrique***

Comme il est expliqué dans le CHAPITRE II, les empilements présentent certaines particularités qui rendent cet essai plus complexe de mise en œuvre. En effet, les substrats sont relativement fragiles et il arrive qu'une rupture cohésive transverse dans le substrat survienne au cours de l'essai (Figure III-15). Cela s'est avéré d'autant plus vrai pour l'empilement N°1. L'exploitation de l'essai est alors impossible puisqu'une rupture adhésive interfaciale est nécessaire. Néanmoins, ce phénomène est limité par l'ajout du raidisseur qui permet de minimiser les déformations au sein de l'éprouvette.

Toutefois, des imperfections persistent. Il est fréquent qu'une propagation interfaciale d'un seul côté de l'éprouvette soit observée (Figure III-15). Ce phénomène a plusieurs origines possibles et sera tenté d'être expliqué dans le CHAPITRE IV à l'aide des modélisations. La fissure en fond d'entaille, dans le dépôt, peut s'amorcer préférentiellement d'un côté de l'entaille et ainsi privilégier un côté de l'éprouvette pour la propagation. Ou bien, il arrive qu'un léger défaut de planéité de l'éprouvette compromette le contact entre les appuis internes et cette dernière. Un contact préférentiel s'établit d'un côté, provoquant une dissymétrie du chargement et donc une asymétrie de propagation de la fissure interfaciale.



**Figure III-15 : Différents scénarios de propagation de fissure**

Dans le cas particulier d'une propagation asymétrique, le moment de flexion entre les appuis internes n'est plus constant. La formule précédente ne peut donc s'appliquer. Le calcul des moments de flexion et du taux de restitution de l'énergie a été repris, pour un bi-matériau, sous une configuration asymétrique [WAN08]. L'application de cette méthode nécessite cependant la détermination précise des longueurs de fissures à l'interface, ce qui n'est pas aisé.

## II.2.3 Essai four point bend End Notched Flexure (4-ENF)

L'essai 4-ENF est utilisé pour mesurer l'énergie d'adhérence de l'interface substrat/revêtement plasma sous un mode de sollicitation en cisaillement. Là encore, la mixité modale exacte ne pourra être confirmée qu'à l'aide de la modélisation (cf paragraphe IV.3.3). Cet essai est classiquement utilisé pour l'étude du délaminage au sein des composites lamellaires [MAR99] [SCH00] [ZIL05]. Il consiste à faire propager une fissure préexistante à l'interface étudiée sous un mode II, tout en sollicitant l'éprouvette sous un chargement de flexion 4 points, identique à l'essai précédent.

### *Procédure expérimentale*

La même machine d'essai INSTRON5866 est utilisée, en revanche, le montage de flexion utilisé diffère. Un montage articulé, de type Discaptelec, est utilisé avec des entraxes 20 mm et 40 mm (Figure III-16), permettant d'atténuer les défauts de parallélisme. Les appuis amovibles sont les appuis externes. Le contact entre les appuis et l'éprouvette est ainsi continu tout au long de l'essai, la force appliquée au niveau des deux appuis est égale, ce qui conduit à un moment de flexion constant entre les deux appuis internes. Par ailleurs, cette configuration permet de limiter fortement les efforts de cisaillement entre les appuis.

Cet essai nécessitant des efforts plus importants pour faire propager la fissure en mode II, une cellule de capacité 5 kN est employée. La traverse se déplace à une vitesse de 0,2 mm/min.

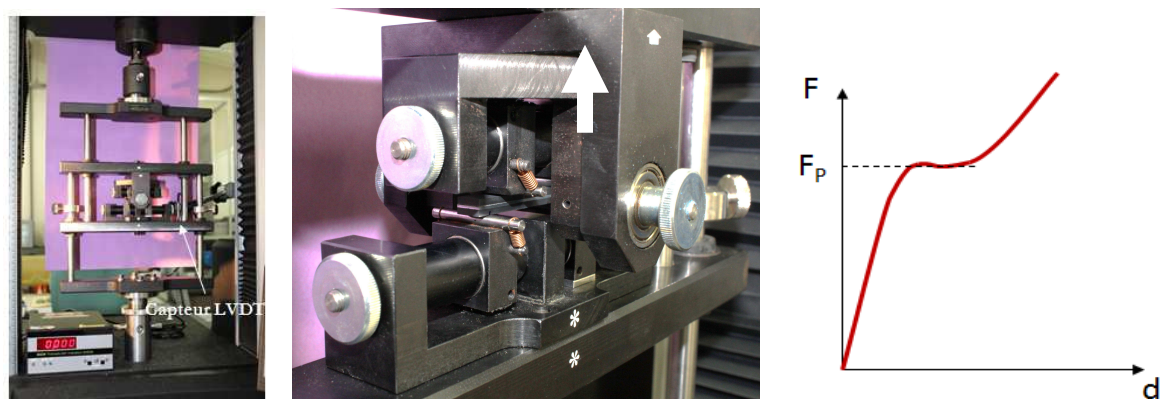


Figure III-16 : Dispositif 4-ENF (à gauche) et allure de la courbe de chargement associée (à droite)

Lors de l'essai, le chargement augmente d'abord de manière linéaire avec le déplacement de la traverse. Lorsque la force est suffisamment élevée, la fissure se propage à l'interface sous un chargement constant. La fissure atteint alors l'appui interne, à partir duquel elle présente des difficultés pour se propager davantage. La courbe de chargement idéale obtenue lors d'un essai 4-ENF est schématisée sur la Figure III-16.

### *Préparation des éprouvettes*

Toujours dans l'objectif de positionner l'interface la plus proche possible de la fibre neutre de l'assemblage, une contre-plaque est collée sur le revêtement plasma, suivant le même protocole de collage du paragraphe II.1.2. Pour les besoins de l'essai, une pré-fissure doit être réalisée à l'interface étudiée depuis l'extrémité de l'éprouvette jusqu'à une position entre les deux appuis internes. Dans ce cas, une entaille à la scie à fil ne peut être réalisée car elle implique un retrait de matière sur une largeur d'environ 350  $\mu\text{m}$  qui fragiliserait l'éprouvette lors de la mise en compression. Par ailleurs, la longueur initiale de la pré-fissure doit être connue puisqu'elle intervient dans le calcul de l'énergie d'adhérence. Une autre technique, schématisée sur la Figure III-17, a donc été trouvée pour satisfaire à ces conditions. Un essai de flexion 4 points avec une pré-entaille située sous un appui interne permet l'amorce et la propagation de fissure à l'interface ; cet essai sera décrit au paragraphe III.1. L'avantage de cet essai

est que la longueur de fissure interfaciale créée est connue puisque la propagation s'arrête sous le second appui interne. La fissure interfaciale créée est donc de même longueur que l'entraxe interne utilisée lors de l'essai de flexion décalée :  $l$ . L'extrémité gauche de l'éprouvette est ensuite retirée par le biais d'une scie à fil.

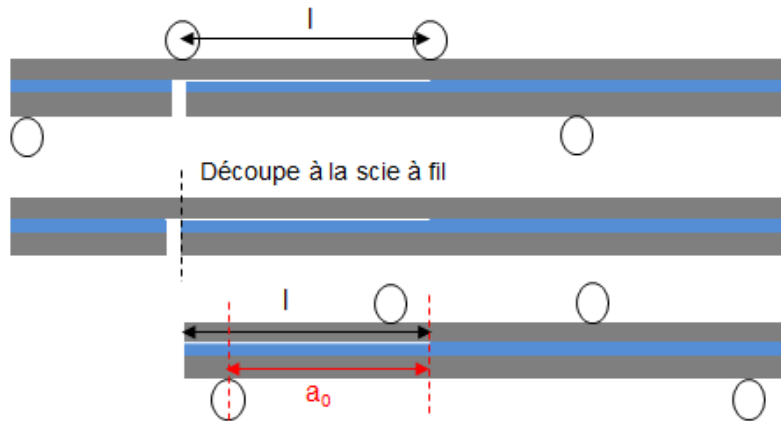


Figure III-17 : Protocole de préparation d'une éprouvette pour essai 4-ENF

### Analyse des résultats : méthode issue de la théorie des poutres

L'énergie d'adhérence interfaciale se déduit de l'expression suivante [KAN85] :

$$G_{II,c} = \frac{F^2}{2b} \frac{\partial C}{\partial a}. \quad \text{Equation III- 11}$$

Pour calculer l'énergie d'adhérence interfaciale sous un mode II, deux méthodes sont classiquement utilisées : la méthode découlant de l'application de la théorie des poutres ou la méthode de calibration de la complaisance (CCM).

La première technique consiste à expliciter la complaisance  $C$  de l'éprouvette soumise à un chargement de flexion 4 points en appliquant les formules issues de la théorie des poutres [MAR99]. La complaisance s'avère être une fonction linéaire de la longueur de fissure interfaciale  $a$ . L'énergie d'adhérence en mode II sera donc indépendante de la longueur de fissure. Dans l'hypothèse d'une configuration d'essai avec un montage articulé, c'est-à-dire pour laquelle les forces exercées par les deux appuis internes sont égales, l'équation peut se simplifier ainsi :

$$G_{II,c}^{BT} = \frac{F^2(R-2)}{16b^2D} \left( \frac{L-l}{2} \right)^2, \quad \text{Equation III- 12}$$

où le paramètre  $b$  représente la largeur de l'éprouvette,  $l$  et  $L$  sont les dimensions des entraxes internes et externes du montage, et  $F$  est la force totale exercée sur l'éprouvette lors du délaminage. Le paramètre  $D$  est la rigidité en flexion de l'éprouvette multicouche non fissurée :

$$D = \frac{E_{eff} I_{eq}}{b}, \quad \text{Equation III- 13}$$

avec  $I_{eq}$  le moment quadratique de la poutre équivalente composée de trois couches, avec l'épaisseur de colle et celle de la sous-couche en polymère négligées : substrat céramique/revêtement métallique/contre-plaque en céramique également.  $E_{eff}$  est le module d'élasticité effectif de cette même poutre composite dont les dimensions

---

sont conservées. Ces deux paramètres sont calculés de la même manière que dans l'Annexe 3 avec les formules généralisées au cas d'un tricouche au lieu d'un bicouche.

Enfin, le paramètre  $R$  représente le rapport de la rigidité en flexion de la poutre composite non fissurée, à savoir l'éprouvette tricouche, sur la poutre délaminée, à savoir la couche de substrat seule dans notre configuration ( $E_s$ ,  $I_s$ ) :

$$R = \frac{E_{eff} I_{eq}}{E_s I_s}. \quad \text{Equation III- 14}$$

Le paramètre  $R$  est généralement pris égal à 8 lorsque l'éprouvette est homogène et entaillée en son centre, c'est-à-dire considérée symétrique [ZIL05] [SUN05]. Dans d'autres cas, pour une éprouvette multicouche non symétrique ou bien pour une géométrie particulière, le calcul du paramètre  $R$  requiert un effort supplémentaire [YOS04] [SUN98].

L'un des inconvénients principaux de cette méthode est qu'elle fait intervenir les paramètres géométriques et matériaux des constituants de l'éprouvette souvent difficiles à déterminer précisément (module d'élasticité  $E$ , largeur  $b$ , hauteurs des couches  $b...$ ). Par ailleurs, des hypothèses fortes sont faites pour appliquer la théorie des poutres. Mais, l'avantage majeur est que l'énergie d'adhérence est indépendante de la longueur de fissure interfaciale souvent problématique à mesurer.

### ***Analyse des résultats : méthode de calibration de la complaisance***

La seconde méthode présente l'avantage de ne pas faire intervenir les paramètres géométriques et matériaux dans le calcul de l'énergie d'adhérence. En revanche, il est indispensable de connaître la longueur de fissure au cours de l'essai. Cette méthode consiste à déterminer directement l'évolution de la complaisance  $C$  de l'éprouvette en fonction de la longueur de fissure interfaciale  $a$ , afin de déterminer le terme  $\partial C / \partial a$  de l'Equation III- 11. D'après la théorie des poutres, l'évolution de la complaisance en fonction de la fissure est linéaire. Il suffira alors de déterminer la pente de la courbe  $C(a)$ . Deux moyens s'offrent à nous pour déterminer l'évolution de la complaisance en fonction de la longueur de fissure interfaciale :

- La complaisance peut être mesurée au cours de la propagation de la fissure. Des cycles de charge-décharge sont réalisés pour mesurer l'évolution de la complaisance après chaque incrément de propagation de fissure. A chaque cycle, l'éprouvette est remise en charge de sorte à faire propager la fissure sur une courte distance de quelques millimètres seulement [DAV05] [ZIL05] [SCH00].
- La complaisance peut également être déterminée antérieurement à la propagation de fissure. La complaisance mesurée sera alors une complaisance initiale. Pour parvenir à la relation  $C(a)$ , soit plusieurs essais monotones peuvent être réalisés sur des éprouvettes possédant une fissure de longueur initiale variable [ZIL05], soit une seule éprouvette peut être testée à condition de réaliser des cycles de chargement dans la partie linéaire, sans induire de propagation. Dans ce dernier cas, l'éprouvette est translatée horizontalement entre les appuis après chaque cycle afin de faire varier la longueur de fissure initiale [DAV05]. La première solution est assez coûteuse puisqu'elle nécessite d'avoir un grand nombre d'éprouvettes avec des fissures initiales de différentes longueurs. La seconde, est également contraignante puisqu'elle implique de posséder des éprouvettes de dimensions suffisamment grandes pour pouvoir effectuer une translation le long des appuis.

La première méthode qui consiste à suivre l'évolution de la complaisance au cours de la propagation de la fissure sera donc choisie. La complaisance est définie comme la pente de la courbe charge-déplacement, dans la partie linéaire. La question de la mesure du déplacement au cours de l'essai se pose donc. Là encore, plusieurs choix sont possibles : le déplacement de la machine peut être pris en considération ou bien un capteur LVDT peut être

placé sous les appuis afin d'obtenir des déplacements plus précis. Cela permet de s'affranchir des déplacements parasites induits par la souplesse du montage, et donc d'écartier la complaisance du montage du calcul de la complaisance de l'éprouvette. Ces deux moyens de mesure seront utilisés et comparés. Néanmoins, il a été montré que l'utilisation des déplacements de la machine induisait une différence sur l'énergie interfaciale au maximum de l'ordre de 7 % seulement par rapport l'utilisation des déplacements via un capteur LVDT [SCH00]. Une des sources d'erreurs possible dans le calcul de l'énergie d'adhérence est la mesure de la longueur de fissure au cours de l'essai. La longueur de fissure sera déterminée par suivi optique au moyen d'un microscope numérique, initialement et entre chaque cycle.

L'essai 4-ENF nécessite une déformation de l'éprouvette conséquente afin d'obtenir une propagation sous un mode II. Or, dans le cas des empilements étudiés, les substrats sont extrêmement fragiles. Cet essai se révèle impossible de mise en œuvre sur l'empilement N°1 possédant un substrat peu déformable. Une fissure transversale se développe dans la couche de substrat lorsque la charge devient trop importante (la force atteinte est alors de 285 N), sans apparition de non-linéarité et de propagation interfaciale.



---

### III. Essais de validation

---

L'exploitation des essais précédents permet de déterminer soit un seuil de résistance en contrainte de l'interface, soit une énergie d'adhérence. Ces valeurs nous permettent d'alimenter le modèle cohésif utilisé pour l'étude de l'endommagement et de la rupture de l'interface entre les revêtements plasma et leur substrat. Une fois l'intégralité des paramètres du modèle cohésif identifiés, nous nous devons de procéder à une validation de ce modèle sur des essais différents. Les essais présentés dans cette partie font intervenir simultanément du mode I et du mode II en proportion variable.

---

#### III.1 Essai de flexion avec entaille décalée

L'essai de flexion avec entaille décalée présente une configuration et des conditions d'essai identiques à l'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée décrit dans le paragraphe II.2.2. Le même montage guidé, ainsi que les mêmes dimensions d'entraxes sont utilisés. Les éprouvettes sont préparées selon le même protocole à la différence que la pré-entaille, perpendiculaire à l'interface, et réalisée sous l'un des appuis internes (Figure III-18). Une fissure s'amorce en fond d'entaille puis bifurque à l'interface. Elle se propage d'un seul côté de l'interface, entre les deux appuis internes.

En pratique, l'essai de flexion 4 point symétrique présente des difficultés dans l'obtention d'une propagation de fissures interfaciales parfaitement symétriques à cause de légères asymétries du chargement pouvant survenir. A contrario, l'essai de flexion 4 points modifié avec entaille décalée sous un appui permet de gommer cette difficulté en impliquant la propagation d'une seule fissure à l'interface. L'intérêt de cet essai est la longueur de la propagation interfaciale plus importante qu'avec l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée. Cela présente un intérêt certain pour l'étude des empilements avec substrats fragiles et peu déformables pour lesquels la propagation interfaciale se fait de manière souvent asymétrique et très rapide jusqu'aux appuis internes, sous une configuration avec entaille centrée. Les difficultés rencontrées ainsi que l'avantage d'adopter un essai de flexion modifié très semblable au notre sont évoqués dans la bibliographie [ZHA10] [HIR06].

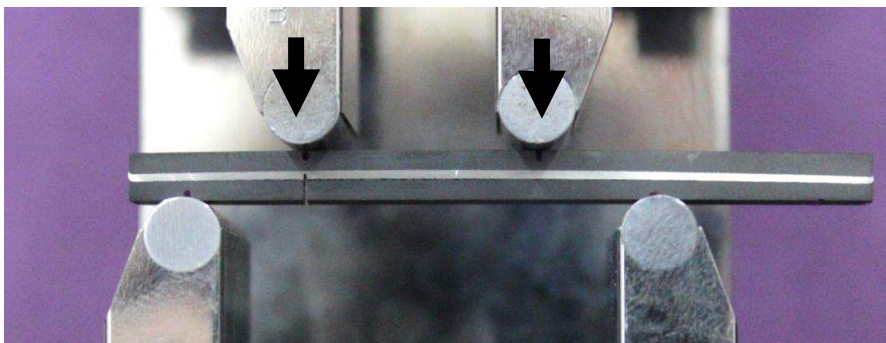


Figure III-18 : Dispositif de flexion 4 points avec entaille décalée

La propagation étant clairement asymétrique au cours de l'essai, ce qui implique un moment de flexion non constant entre les appuis, le calcul analytique de l'énergie d'adhérence explicité dans le paragraphe II.2.2 ne peut être appliqué.

Par ailleurs, la courbe de chargement en fonction du déplacement appliqué sera différente du cas symétrique. C'est sur la comparaison des courbes de chargement expérimentale et numérique que reposera la validation du modèle cohésif. La fissure interfaciale se propage sous un mode de sollicitation mixte, proche du cas symétrique, qui sera déterminé plus précisément par modélisation.

### III.2 Essai de traction-pelage

Les deux essais qui suivent reposent sur le même principe qu'un essai de traction classique. Le premier est utilisé en tant qu'essai de validation sur l'empilement N°1 alors que le second est employé sur l'empilement N°2.

#### III.2.1 Diamètre réduit d'haltère

Cette configuration s'inspire d'un essai de traction classique pour lequel deux haltères sont collées de part et d'autre d'une pastille revêtue (cf paragraphe II.1.1. Essai de traction). La machine INSTRON 5866 est toujours utilisée pour cet essai, et la vitesse de déplacement de la traverse est également de  $0,2 \text{ mm/min}$ .

La principale différence est la faible section de l'haltère collée du côté du dépôt plasma, d'un diamètre de  $10 \text{ mm}$ , alors que l'haltère inférieure est de diamètre  $70 \text{ mm}$ . L'énergie emmagasinée lors de cet essai de traction est donc relativement faible : la rupture interfaciale survient alors sous un chargement critique, mais sans provoquer la rupture simultanée du revêtement plasma. Une cloque se forme donc sous l'haltère de petite dimension, puis s'étend progressivement sous un chargement quasi-constant (Figure III-19).

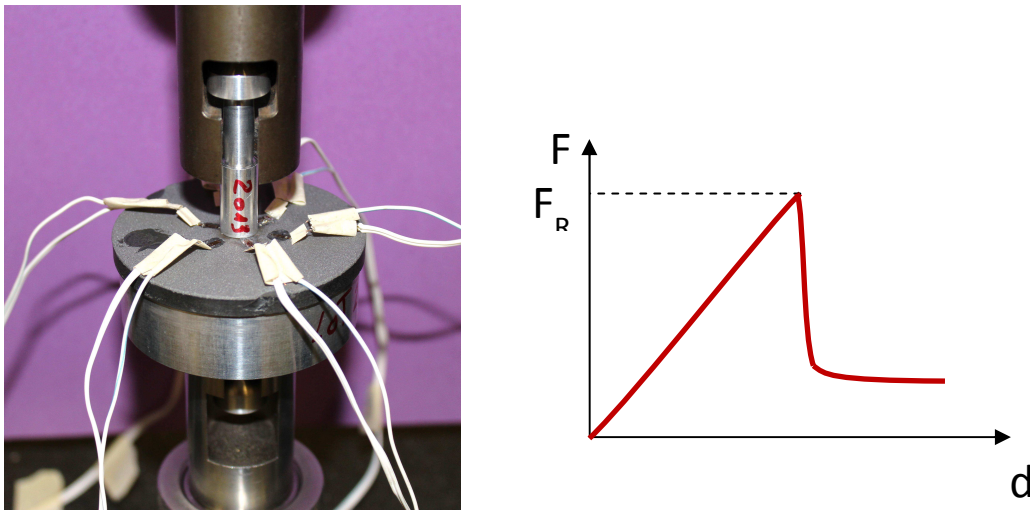


Figure III-19 : Dispositif de traction modifiée (à gauche) et allure de la courbe de chargement associée (à droite)

Afin de suivre l'évolution de la fissure interfaciale, des jauges extensométriques sont collées sur le revêtement plasma tout autour de l'haltère supérieure (Figure III-19). Pour le second essai réalisé, trois jauges sont disposées le long d'un rayon à  $3 \text{ mm}$ ,  $9 \text{ mm}$  et  $15 \text{ mm}$  du bord de l'haltère. Elles nous permettent d'analyser l'isotropie de propagation de la fissure interfaciale et son avancée au cours de l'essai. Les déformations données par les jauges seront analysées et comparées aux déformations obtenues via la modélisation (cf Annexe 4).

Une résistance d'adhérence à la traction peut être également mesurée via cet essai puisque la contrainte normale sous l'haltère est quasi-constante. Le profil de contrainte visualisable sur la Figure III- 6 justifie cette analyse.

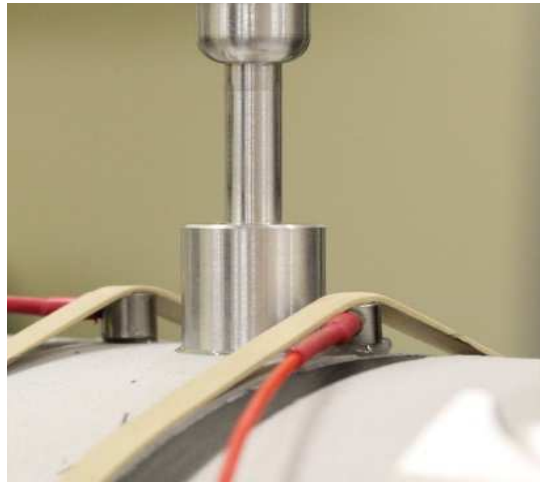
#### III.2.2 Plot collé sur substrat incurvé

Dans le cadre de leur application, les revêtements étudiés peuvent être projetés sur des substrats incurvés présentant une forme de « tuile ». Or la géométrie de la structure peut influencer les conditions aux limites de l'essai et donc la tenue de l'interface aux sollicitations. C'est pourquoi la tenue mécanique de ces empilements est également étudiée sur des substrats non plans.

Un dispositif d'essai a été conçu et développé au CEA Le Ripault pour la réalisation d'essai de traction sur des empilements incurvés. Avant la réalisation d'un essai, une série d'étapes fastidieuses est nécessaire pour garantir le

---

bon maintien de l'éprouvette, et l'alignement et le centrage des haltères collées. Le dispositif utilisé à cet usage est en cours de brevetage. Les essais de traction sont ensuite réalisés par le biais d'une machine d'essai MTS 50 Wide, équipée d'un capteur 10 kN.



**Figure III-20 : Dispositif d'essai plot collé sur substrat incurvé**

Le scénario de rupture est similaire à l'essai de traction avec diamètre réduit d'haltère : rupture interfaciale puis pelage du dépôt. La courbe de chargement présente la même allure (cf Figure III-19).

Au cours de l'essai de traction, l'éprouvette subit des efforts de flexion puisqu'elle est fixée au bâti par ses pourtours uniquement, la partie inférieure étant laissée libre de charge. Les conditions aux limites dans cette configuration diffèrent donc des conditions aux limites de l'essai de traction sur liaison plane, pour lequel la partie inférieure de l'éprouvette est maintenue fixe par l'haltère inférieure. Ces différences de conditions seront à prendre en compte pour la modélisation.

Par ailleurs, les contraintes normales à l'interface ne sont pas constantes dans cette configuration, ce qui ne permet pas d'appliquer la formule du calcul de résistance d'adhérence à la traction. Le profil de contraintes normales à l'interface sera vérifié par modélisation dans le CHAPITRE V.

## IV. Modélisation des essais d'adhérence avec les MZC

Chaque essai précédemment présenté fait l'objet d'une modélisation via l'utilisation d'un modèle de zones cohésives à l'interface d'intérêt. L'analyse des résultats numériques permettra soit l'identification des paramètres de la loi cohésive, soit la validation de la loi a posteriori. La forme de la loi cohésive et les critères d'endommagement et de rupture choisis sont explicités dans cette partie. Les outils numériques employés et les points essentiels à la réalisation des modèles, sous le logiciel éléments finis ABAQUS, sont précisés : contacts, type d'éléments, conditions aux limites...

Enfin, comme il a été évoqué dans le CHAPITRE I, l'utilisation des modèles cohésifs requiert un choix rigoureux des paramètres, la taille de l'élément ou bien encore le paramètre de régularisation visqueuse. La réalisation d'une étude paramétrique a donc permis de faire ce choix pour l'étude des deux empilements.

### IV.1 Modèle de zones cohésives choisi

#### IV.1.1 Loi de Traction-Séparation

La loi cohésive choisie pour modéliser le comportement des interfaces revêtement/substrat étudiées est une loi de traction-séparation bilinéaire, proposée par Camanho [CAM02]. Elle se trouve déjà implémentée sous le code éléments finis ABAQUS. Le paramètre  $T_{max}$  représente la contrainte critique,  $\delta_m$  l'ouverture critique et  $G_c$  le taux de restitution de l'énergie.  $K$  représente la raideur initiale de la zone cohésive. Ces paramètres sont liés entre eux par la formule suivante :

$$G_c = \frac{T_{max} \times \delta_m}{2} \quad \text{Equation III- 15}$$

Sous chacun des modes de rupture (mode I pur ou mode II pur), la loi permet de décrire le comportement de l'interface grâce à deux de paramètres physiques parmi  $T_{n,max}$ ,  $G_{I,c}$  et  $\delta_{n,max}$  en mode I, et  $T_{t,max}$ ,  $G_{II,c}$  et  $\delta_{t,max}$  en mode II (Figure III-21). Pour modéliser le comportement d'une interface sous un mode de sollicitation mixte, il est nécessaire :

- d'identifier les paramètres sous chacun des modes purs (I et II) ;
- de définir un critère d'amorçage de l'endommagement ;
- de définir un critère de rupture.

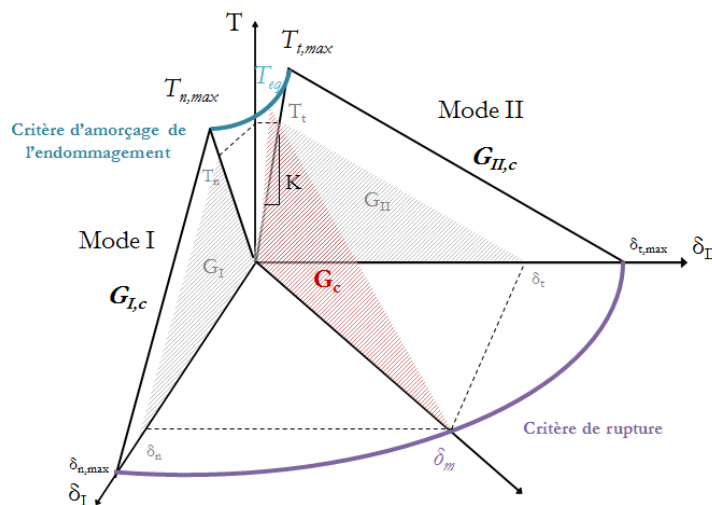


Figure III-21 : Loi traction-séparation bilinéaire

Un critère en contrainte quadratique (nommé QUADS) nous a semblé le plus adapté pour caractériser l'amorçage de l'endommagement. Il fait intervenir à la fois la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  et la contrainte critique de cisaillement  $T_{t,max}$  :

$$\left(\frac{T_n}{T_{n,max}}\right)^2 + \left(\frac{T_t}{T_{t,max}}\right)^2 = 1. \quad \text{Equation III- 16}$$

Pour notre étude, nous avons choisi d'utiliser un critère Power Law linéaire pour modéliser la rupture de l'interface de l'empilement N°2. Cette loi est la plus largement utilisée dans la littérature. Elle fait intervenir un paramètre  $a$ , fixé à 1 pour notre étude :

$$\left(\frac{G_I}{G_{c,I}}\right)^\alpha + \left(\frac{G_{II}}{G_{c,II}}\right)^\alpha = 1. \quad \text{Equation III- 17}$$

Un critère d'évolution de l'endommagement faisant intervenir une condition sur l'ouverture critique, au lieu d'une condition sur l'énergie d'adhérence, est également employé pour l'étude de l'empilement N°1 :

$$\delta_m = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_t^2}. \quad \text{Equation III- 18}$$

#### IV.1.2 Insertion dans le modèle

Sous ABAQUS, il existe des éléments cohésifs, pour lesquels est associée une loi cohésive comme celle décrite dans le paragraphe précédent. Ces éléments surfaciques sont insérés à l'interface entre deux « parts » que sont ici le revêtement plasma et son substrat, maillés par des éléments volumiques (Figure III-22).

Une couche unique d'éléments cohésifs est introduite. Initialement, la zone cohésive a une épaisseur nulle et les nœuds des parties inférieure et supérieure sont confondus. Sous l'effet d'une sollicitation, les éléments cohésifs s'ouvrent et un déplacement relatif entre les nœuds apparaît.

La couche d'éléments cohésifs est liée aux « parts » adjacentes par une contrainte cinématique de type TIE impliquant une surface dite « maîtresse » et une surface dite « esclave ». Cette contrainte TIE permet d'assurer la continuité des déplacements entre les nœuds des deux surfaces liées entre elles. Les nœuds de la surface « esclave » sont contraints à suivre les mêmes déplacements que ceux de la surface « maîtresse » à laquelle elle est associée. Généralement, la surface « esclave » est celle des deux qui appartient à la partie la plus finement maillée, ou bien pour un maillage équivalent, la surface appartenant à la partie la moins rigide. La surface d'un solide rigide ne peut être une surface « esclave ».

Les surfaces de la zone cohésive sont forcément les surfaces dites « esclaves » car elles possèdent le maillage plus fin.

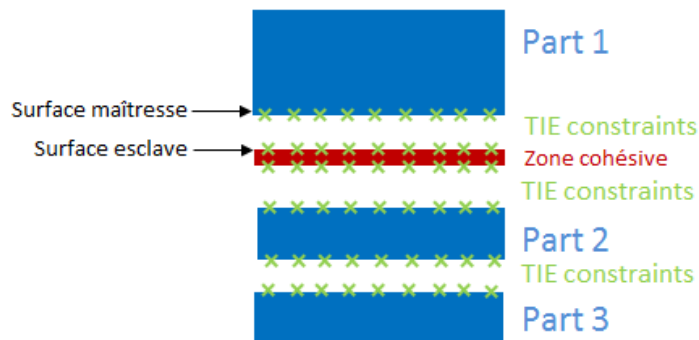


Figure III-22 : Schématisation de l'insertion d'une zone cohésive dans un modèle

Les différents ensembles du modèle (revêtement plasma, substrat, haltères, contre-plaque...) sont également liés entre eux par une interaction de type TIE.

IV.1.3 Type d'éléments

Les éléments cohésifs utilisés sont nommés COHAX4 lorsqu'ils sont employés dans un modèle 2D axisymétrique comme pour l'essai de traction, et COH2D4 dans un modèle 2D, sous l'hypothèse de déformations ou contraintes planes.

Les modèles de traction (quel que soit la dimension des haltères) sont réalisés via un modèle axisymétrique. Les différentes couches des empilements sont maillées à l'aide d'éléments de type CAX8, du second ordre.

Pour la modélisation de l'essai de cisaillement, les différentes parties constitutives sont maillées avec des éléments hexagonaux, présentant une meilleure convergence que les éléments triangulaires, du 1<sup>er</sup> ordre. L'essai de cisaillement est modélisé sous l'hypothèse de déformations planes, compte tenu de la largeur de l'éprouvette grande devant les autres dimensions. Les éléments utilisés sont donc de type CPE4.

En revanche, pour les essais de clivage en coin, flexion (avec entaille centrée ou décalée) et 4-ENF, des phénomènes de flexion interviennent, impliquant l'utilisation d'éléments de second ordre, c'est-à-dire faisant intervenir une interpolation quadratique. Les modèles sont également supposés en déformation plane ; les éléments sont alors de type CPE8. Ces éléments permettent de prendre en compte des effets non linéaires comme la flexion ou bien la plasticité d'un matériau. Les types d'éléments employés dans la modélisation sont reportés dans le Tableau III- 1.

Essai	Hypothèse de modélisation	Type d'éléments
Traction	Axisymétrique	CAX8
Cisaillement	Déformation plane	CPE4
Clivage	Déformation plane	CPE8
Flexion	Déformation plane	CPE8
4-ENF	Déformation plane	CPE8

Tableau III- 1 : Type d'éléments utilisés selon la configuration d'essai

IV.2 Géométrie des modèles

IV.2.1 Conditions aux limites

Pour les modèles de traction, quelles que soient les dimensions de l'altère utilisée, un déplacement vertical est imposé au niveau de la tête de l'altère supérieure et le déplacement selon la direction vertical est bloqué au niveau de la tête d'altère inférieure :  $U_2 = 0$  (Figure III-23, configuration a). L'essai de traction est réalisé selon un modèle axisymétrique.

De même pour l'essai de cisaillement, un déplacement vertical est imposé sur toute la surface supérieure de l'éprouvette multicouche, simulant l'effort de compression appliquée par le plateau. Pour modéliser au mieux le maintien de l'éprouvette exercé par l'outil de guidage, les déplacements horizontaux de certains bords latéraux de l'éprouvette sont bloqués :  $U_1 = 0$ . La surface inférieure est elle aussi privée des déplacements verticaux (Figure III-23, configuration b). La modélisation de l'essai de cisaillement est réalisée via l'hypothèse de déformations planes.

L'éprouvette de l'essai de clivage en coin est encastrée à son extrémité sur une largeur de 7 mm (Figure III-23, configuration c). Le coin d'insertion est modélisé par deux demi-rouleaux pour lesquels on impose, dans une première phase, un déplacement horizontal dans des directions opposées, puis un déplacement vertical identique pour les deux. Cet essai est modélisé également en déformations planes.

Dans le cas des modèles de flexion et 4-ENF avec montage guidé, un déplacement vertical est imposé au niveau des points de référence des appuis internes ; les autres degrés de liberté étant bloqués. Les appuis externes se voient attribuer une condition d'encastrement (trois degrés de liberté nuls) au niveau du point de référence (Figure III-23, configurations d et f). Compte tenu des symétries de l'essai de flexion 4 points avec propagation symétrique de fissure interfaciale, une demie éprouvette seulement est modélisée. Ce n'est pas le cas pour l'essai 4-ENF et pour l'essai de flexion 4 points avec propagation de fissure asymétrique pour lesquels l'éprouvette devra entièrement être modélisée. Par ailleurs, toutes ces modélisations sont réalisées dans le cadre de l'hypothèse de déformations planes.

Pour la modélisation du montage rotulé, les deux rouleaux représentant les appuis internes sont reliés entre eux par l'intermédiaire d'une barre rigide. Le point de référence du montage rotulé auquel est imposé la condition de déplacement ( $U_2 \neq 0$  et  $U_1 = 0$ ) est situé au centre (Figure III-23, configuration e). Ces conditions aux limites autorisent la rotation du montage lors de l'essai.

L'essai de traction sur substrat incurvé est dans un premier temps modélisé de manière simplifiée. A la vue des conditions aux limites et de la géométrie réelle de l'essai, une modélisation 3D serait nécessaire. Cependant, pour étudier l'influence des conditions aux limites et la différence de chargement par rapport à l'essai de traction double haltère, un modèle 2D axisymétrique, avec des conditions aux limites adaptées, semble suffisant. De même que pour l'essai de traction classique, un déplacement vertical est imposé au niveau de la tête d'haltère supérieure. En revanche, les conditions de blocage diffèrent : l'éprouvette n'est pas fixée sous sa base mais au niveau de ses bords, ce qui autorise la flexion de l'ensemble du système (Figure III-23, configuration g). Cela permet de reproduire les conditions réelles d'essai, c'est à dire avec un maintien de l'éprouvette au bâti par une zone éloignée de la zone de test.

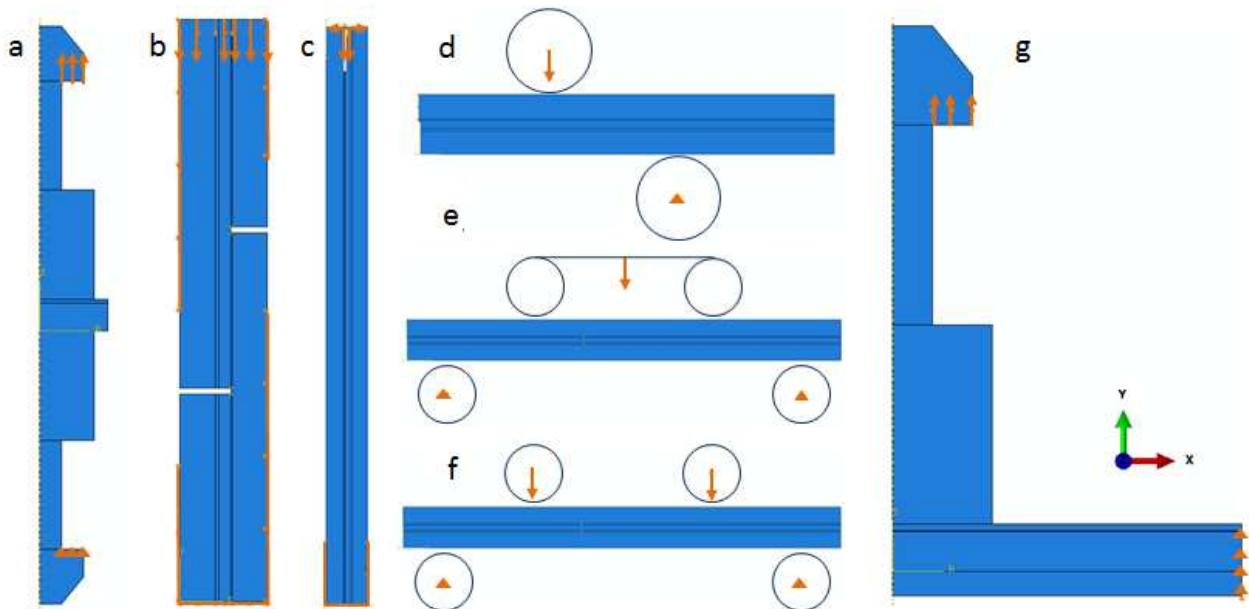


Figure III-23 : Conditions aux limites imposées a) Traction b) Cisaillement c) Clivage en coin d) Flexion 4 points e) 4-ENF avec montage articulé f) 4-ENF avec montage guidé g) Traction « plot collé »



IV.2.2 Gestion des contacts

La modélisation de certains essais d'adhérence nécessite la mise en place de contacts entre les montages expérimentaux et les éprouvettes multicouches :

- Dans les modèles de flexion 4 points et 4-ENF, les appuis externes et internes sont modélisés par des cylindres supposés infiniment rigides.
- L'insertion et l'avancement du coin dans le modèle de clivage est modélisé par deux demi-rouleaux rigides qui s'écartent (Figure III-24) et entre en contact avec l'entaille jusqu'à être distants d'une valeur égale à l'épaisseur du coin, puis ils s'avancent avec la même vitesse de déplacement.

Une propriété de contact est définie entre ces solides rigides et l'éprouvette : le contact tangentiel est supposé sans effets de friction, et le contact normal à la surface de l'éprouvette est supposé « hard contact ». La surface considérée comme la surface « maîtresse » est toujours celle impliquant le solide rigide, et la surface « esclave » sera celle de l'éprouvette déformable.

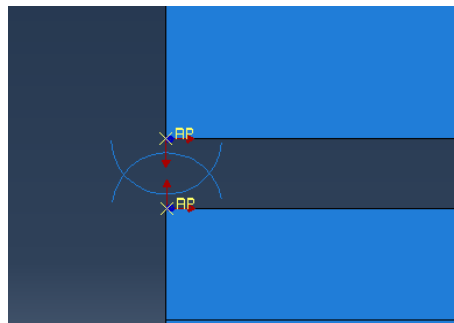


Figure III-24 : Demi-rouleaux rigides modélisant l'insertion du coin lors d'un essai de clivage

IV.2.3 Modélisation des entailles

Comme présenté dans la partie II, des entailles sont réalisées à la scie à fil, en amont de l'essai de flexion, de clivage en coin et de cisaillement, afin de créer une amorce de fissure. Ces entailles sont donc prises en compte et modélisées telles que représentées sur la Figure III-25. Pour le modèle de cisaillement, les entailles vont jusqu'à l'interface avec la zone cohésive, et ont une géométrie rectangulaire qui induit une singularité. Néanmoins, cette géométrie permet d'éviter la création d'angles aigus difficiles à mailler si l'entaille était arrondie.

Pour l'essai de flexion, une entaille de géométrie arrondie est réalisée jusque dans la couche de revêtement plasma, puis une fissure est créée depuis le fond d'entaille jusqu'à l'interface. L'étape d'amorçage et de propagation de la fissure dans le dépôt plasma n'est donc pas modélisée. L'état où le dépôt est totalement fissuré dans son épaisseur, avant bifurcation de la fissure à l'interface, est considéré comme l'état initial du calcul. La modélisation de la rupture cohésive du dépôt n'est pas réalisée car aucun critère de rupture du dépôt n'est pour l'instant implémenté.

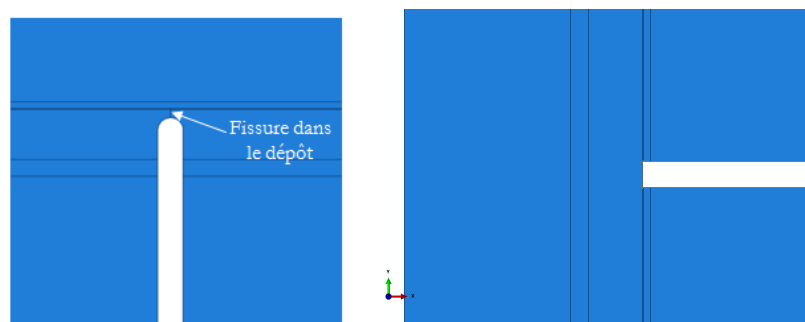


Figure III-25 : Entailles du modèle de flexion 4 points (à gauche) et du modèle de cisaillement (à droite)



## IV.2.4 Prise en compte des contraintes résiduelles

Le procédé de projection plasma génère des contraintes résiduelles, plus au moins importantes selon les types de revêtements projetés et les conditions de projection. Il est donc intéressant d'étudier l'influence des contraintes résiduelles dans nos modèles, et plus particulièrement sur la force à rupture.

Une sollicitation thermique peut être simulée afin de générer des contraintes de traction dans le revêtement. Pour cela, une variation de température  $\Delta T < 0$  est appliquée à la couche de revêtement plasma, grâce à l'outil «Predefined Field». Un coefficient de dilatation thermique du revêtement est introduit préalablement dans le modèle. La variation de température à appliquer pour générer les contraintes résiduelles sera déterminée par comparaison des courbures induites sur une plaque revêtue, de dimensions connues. Une procédure d'identification inverse de la variation de température  $\Delta T$ , schématisée sur la Figure III-26, consiste à comparer les flèches obtenues numériquement et expérimentalement par mesures profilométriques.

Une fois la variation de température calibrée, la sollicitation thermique sera appliquée à la couche de revêtement pour modéliser l'apparition des contraintes résiduelles. Puis, dans un second temps, les chargements mécaniques seront modélisés de la même manière que sans la prise en compte des contraintes résiduelles.

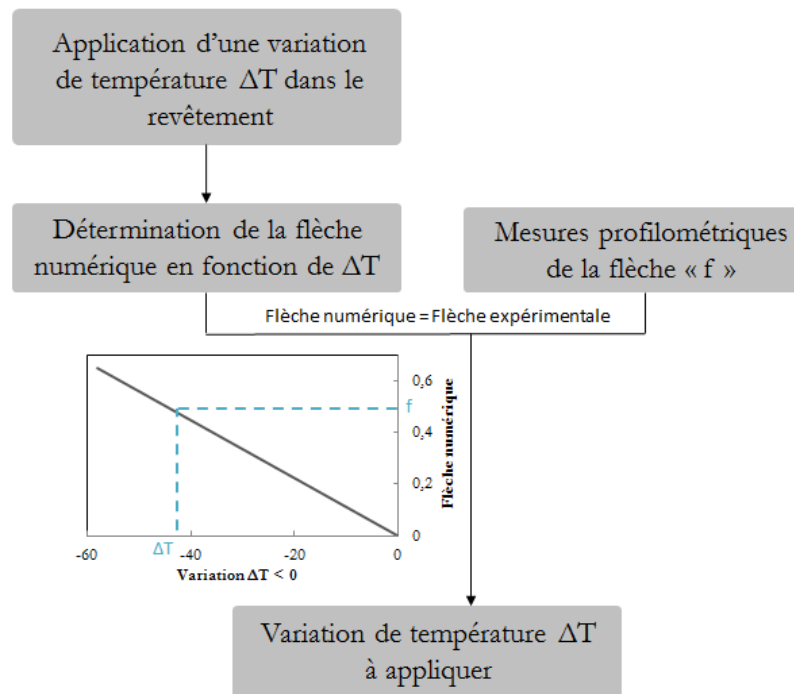


Figure III-26 : Procédure d'identification de la variation de température  $\Delta T$

## IV.3 Exploitation des résultats numériques

### IV.3.1 Mesure des forces de réaction

Les courbes charge-déplacement expérimentales et numériques des différents essais seront comparées dans le but d'identifier les paramètres de la loi cohésive. Cette partie est donc destinée à expliquer comment sont calculées les forces de réactions à partir de chacun des modèles.

Dans le cas des essais avec appuis (flexion 4 points et 4-ENF), l'extraction de la force de réaction  $RF2$  se fait aisément depuis le point d'application du déplacement, à savoir le point de référence du solide rigide. Elle est ensuite multipliée par la largeur de l'éprouvette pour obtenir la force appliquée en Newton.

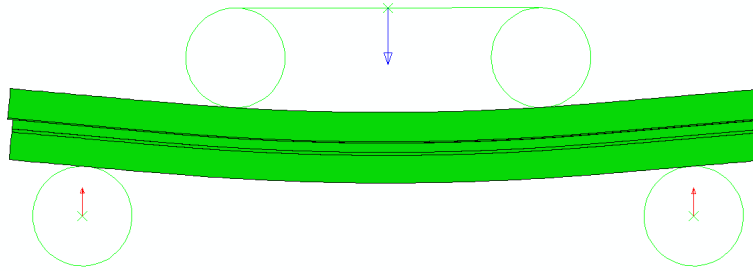


Figure III-27 : Forces de réaction du modèle 4-ENF

La détermination de la force à partir du modèle de traction et de cisaillement est plus compliquée puisque la force de réaction n'est pas concentrée en un point. Les conditions aux limites sont appliquées sur une surface. Il s'agit donc de repérer une section (de surface  $S = \pi r^2$  dans le cas de l'essai de traction ou  $S = b \times e$  dans le cas de l'essai de cisaillement) sur laquelle les contraintes normales  $S22$  sont constantes afin d'appliquer l'une des deux formules suivantes :

$$F = S22 \times \pi r^2, \quad \text{Equation III- 19}$$

$$F = b \sum_i S22_i \times e_i. \quad \text{Equation III- 20}$$

La section située au centre de la partie réduite de l'haltère supérieure (de rayon  $r = 4 \text{ mm}$ ) est prise comme référence pour le calcul de la force au cours de l'essai. En effet, la contrainte normale est constante dans cette section tout au long de l'essai, comme il est vérifié sur la Figure III-28. La contrainte  $S22$  est supposée linéaire le long du rayon d'haltère et elle est calculée comme étant la moyenne des valeurs de contraintes dans l'élément au centre et au bord de l'haltère. L'Equation III- 19 peut ensuite s'appliquer.

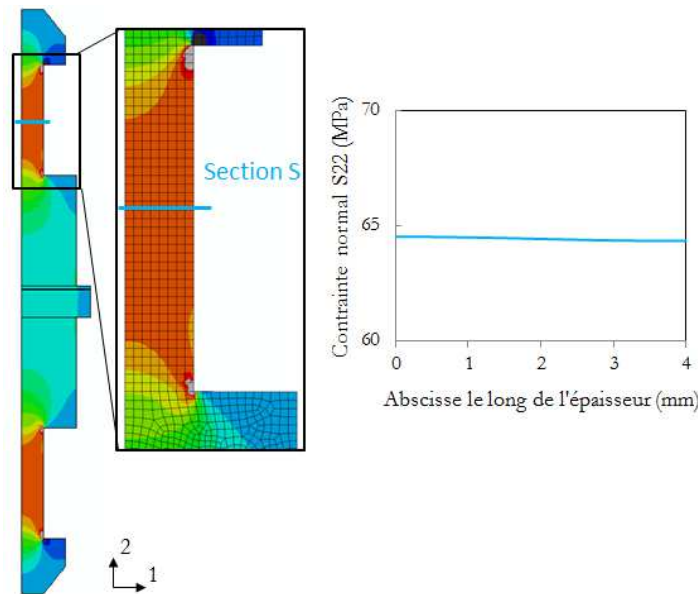


Figure III-28 : Répartition de la contrainte normale le long de l'épaisseur du modèle de traction

Une intégration par partie en utilisant l'Equation III- 20 sera effectuée sur la surface supérieure de l'éprouvette de cisaillement. Il est bien vérifié que les contraintes normales sont constantes par partie dans chaque couche de l'éprouvette, d'épaisseur  $e_i$ , sur la Figure III-29.

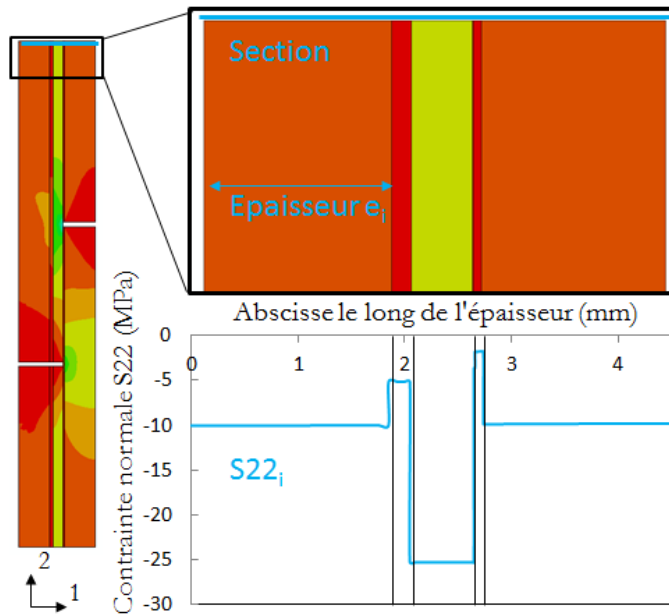


Figure III-29 : Répartition de la contrainte normale le long de l'épaisseur du modèle de cisaillement

#### IV.3.2 Longueur de process zone

D'un point de vue physique, il existe une zone située entre l'interface considérée complètement saine et l'interface rompue, nommée « process zone ». Dans cette zone des efforts s'exercent encore entre les deux flancs de la fissure et sont régis par la loi de traction-séparation définie précédemment. Elle correspond à la distance délimitée par la pointe de fissure où les contraintes exercées sont suffisantes pour atteindre le critère d'amorçage de l'endommagement et l'endroit où le critère de rupture est atteint, à savoir lorsque l'ouverture critique  $\delta_m$  entre les lèvres de la fissure est atteinte.

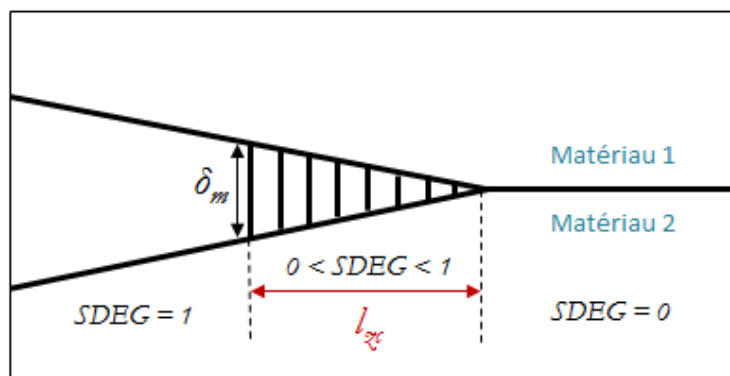


Figure III-30 : Représentation de la « process zone »

Dans la littérature, différentes formules analytiques sont proposées pour estimer la longueur théorique de la « process zone » de forme générale :

$$l_{zc} = M \frac{\overline{E^*} \times G_c}{T_{max}^2}, \quad \text{Equation III- 21}$$

avec  $G_c$  l'énergie d'adhérence de l'interface,  $T_{max}$  la contrainte critique de l'interface,  $\overline{E^*}$  le module effectif transverse hors-plan.

Il s'exprime pour un bi-matériau, dans l'hypothèse de déformations planes [SIL13] :

$$\overline{E}^* = \frac{2E_1 E_2}{E_1 + E_2}, \quad \text{Equation III- 22}$$

avec

$$\overline{E} = \frac{E}{(1-\nu^2)}. \quad \text{Equation III- 23}$$

Et  $M$  est un paramètre adimensionnel qui varie dans la littérature entre 0,21 [HUI03] et 1 [HIL76]. La formule la plus communément utilisée est celle pour laquelle  $M=1$ . C'est celle que nous emploierons dans cette étude.

A noter que la formule analytique précédente est valable dans le cadre d'une structure supposée infinie. Différents auteurs ont étudié l'influence de l'épaisseur de la structure sur la longueur de la « process zone » et ont proposés la formule suivante [YAN05], tenant compte de la demi-épaisseur de la structure ou épaisseur de la plus fine couche adjacente à la fissure,  $b$  :

$$l_{zc} = \left( \overline{E}^* \frac{G_c}{T_{\max}} \right)^{1/4} h^{3/4}. \quad \text{Equation III- 24}$$

Les longueurs de « process zone » estimées en mode I et en mode II pour les deux empilements, et avec les deux différentes formules exprimées précédemment, sont résumées dans le Tableau III- 2.

$l_{zc}$ (mm)	Empilement N°1		Empilement N°2	
	Mode I	Mode II	Mode I	Mode II
Eq.III-21	5,81	7,44	1,71	9,11
Eq.III-24	1,19	1,16	0,17	0,26

Tableau III- 2 : Longueur de « process zone » pour les deux empilements

### Représentation numérique de la « process zone »

Numériquement, la « process zone » est le tronçon d'éléments de la zone cohésive pour laquelle la variable d'endommagement  $SDEG$  est strictement comprise entre 0 et 1. Il sera possible de vérifier que la longueur de la « process zone » obtenue numériquement est cohérente avec la longueur estimée théoriquement.

L'interface est considérée parfaitement saine lorsque la variable d'endommagement est égale à 0, représentée par des éléments de couleur bleu foncé lors la modélisation sous ABAQUS (Figure III-31). Elle est considérée endommagée lorsque  $0 < SDEG < 1$  (couleurs entre le bleu clair et le rouge). Enfin, l'interface est supposée rompue lorsque la variable est égale à 1, c'est-à-dire lorsque les éléments cohésifs sont de couleur grise.

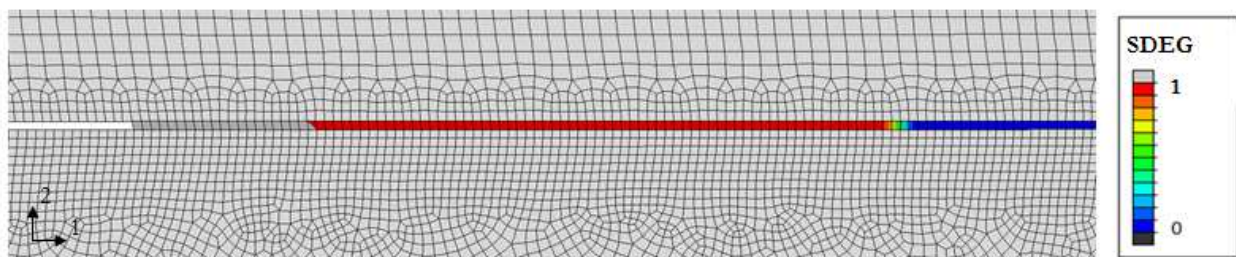


Figure III-31 : Visualisation de la « process zone » au cours d'un essai 4-ENF

Il est primordial de connaître la mixité modale associée à l'essai d'adhérence effectué, car la valeur de l'énergie d'adhérence mesurée en est directement dépendante. Or, la détermination expérimentale de cette grandeur est impossible. Il faut donc avoir recours à la modélisation de ces essais pour estimer la mixité modale  $\Psi^*$ .

Différentes méthodes peuvent être employées pour la détermination numérique de la mixité modale. L'angle de mixité modale peut être calculé à partir des contraintes en amont de la pointe de fissure, c'est dire dans la zone non rompue, ou bien à partir des déplacements entre les deux lèvres de la fissure.

#### ***A partir du champ de contrainte en pointe de fissure***

Pour appliquer la première méthode, les contraintes doivent être déterminées par un calcul éléments finis sur l'interface en amont de la pointe de fissure. L'angle de mixité modale représente le rapport des contraintes tangentielles sur les contraintes normales. Les contraintes sont calculées au niveau des points d'intégration puis extrapolées aux nœuds de l'élément. Cette extrapolation peut induire une légère erreur sur le calcul de la mixité. Une fois les contraintes normales et tangentielles calculées, la formule suivante peut être appliquée :

$$\Psi^* = \arctan\left(\frac{\sigma_{xy}}{\sigma_{yy}}\right). \quad \text{Equation III- 25}$$

Par ailleurs, l'introduction d'une régularisation visqueuse peut influencer le niveau des contraintes dans la zone cohésive (cf Figure III-34) ce qui rend cette méthode peut fiable d'utilisation.

#### ***A partir des déplacements en pointe de fissure***

La seconde méthode qui consiste à exploiter le champ de déplacements en pointe de fissure est assez largement répandue [LAU08] [VAU13] [DEL08]. Dans le plan complexe, le champ de déplacements s'exprime de manière simplifiée ainsi [CHA89] :

$$\delta_y + i\delta_x = Ae^{i(\Psi + \varepsilon \ln(r) - \arctan(2\varepsilon))}, \quad \text{Equation III- 26}$$

où  $A$  est un nombre réel non explicité ici et  $\varepsilon$  est le paramètre d'hétérogénéité de Dundurs exprimé dans le CHAPITRE I, paragraphe II.2.2. Nous pouvons alors définir l'angle de phase, nommé  $\Phi$ , comme l'argument du nombre complexe  $\delta_y + i\delta_x$  (Figure III-32). On aboutit alors immédiatement à la formulation suivante de la mixité modale normalisée [MAT89] :

$$\Psi^* = \Phi - \varepsilon \ln\left(\frac{r}{R}\right) + \arctan(2\varepsilon), \quad \text{Equation III- 27}$$

avec 
$$\Phi = \arctan\left(\frac{\delta_x}{\delta_y}\right). \quad \text{Equation III- 28}$$

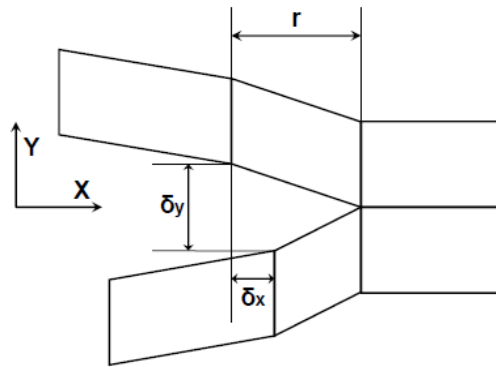


Figure III-32 : Déplacements relatifs entre les lèvres de la fissure

Le paramètre  $r$  représente la distance de la pointe de fissure à laquelle sont extraits les déplacements numériques pour l'application de la formule. Cette distance sera prise comme référence pour le calcul de la mixité modale quel que soit l'essai. Le paramètre  $R$  est introduit afin de normaliser la mixité et de rendre cette grandeur indépendante du choix des unités.  $R$  représente une longueur caractéristique du problème pouvant être choisie de différente manière. Elle peut être prise égale à l'épaisseur de la plus fine couche du multicouche, ou à  $1/10^{\text{ème}}$  de cette épaisseur [HUT92] [SHI91] [DEL07], ou égale à la taille de la process zone, ou bien égale à une unité de longueur [MAT89]. Elle peut aussi être justifiée énergétiquement [LAU08] [VAU13] : elle correspond alors à la distance critique à laquelle le taux de restitution d'énergie calculé numériquement par la méthode de la perturbation est égal à celui calculé analytiquement par méthode des déplacements des lèvres de la fissure.

La méthode des déplacements sera préférée pour déterminer la mixité modale des sollicitations appliquées. La grandeur caractéristique  $R$  sera choisie arbitrairement à  $1/10^{\text{ème}}$  de l'épaisseur la plus fine de notre multicouche, à savoir de l'ordre de quelques dizaines de micromètres pour l'empilement N°1 et N°2. Enfin, les déplacements relatifs seront calculés à une distance  $r = 10 \mu\text{m}$  de la pointe de fissure supposée localisée à l'endroit où la variable d'endommagement  $SDEG = 1$ . Dans ces conditions, le terme correctif  $\varepsilon \ln\left(\frac{r}{R}\right)$  est négligeable.

L'hétérogénéité des propriétés élastiques entre les deux matériaux voisins de la fissure interfaciale induit un angle supplémentaire, d'une valeur  $\arctan(2\varepsilon)$ , dans le calcul de la mixité modale. C'est-à-dire que pour une propagation en mode I pur, par exemple, la mixité modale sera nulle ( $\Psi^* = 0^\circ$ ) pour un matériau homogène ( $\varepsilon = 0$ ) mais impliquera une mixité modale non nulle ( $\Psi^* = \arctan(2\varepsilon) \neq 0^\circ$ ) pour une propagation à l'interface de deux matériaux distincts. Le terme  $\arctan(2\varepsilon)$  ne dépend que des propriétés des matériaux de l'empilement considéré et est indépendant de la sollicitation appliquée. Pour les deux empilements étudiés et pour une fissure localisée à l'interface revêtement céramique/substrat céramique et revêtement métallique/sous-couche polymère, il vaut :

	Empilement N°1	Empilement N°2
$\varepsilon$	-0,075	0,114
$\arctan(2\varepsilon)$	-8,6°	12,8°

 Tableau III- 3 : Valeur de l'angle  $\arctan(2\varepsilon)$  selon l'empilement étudié

*Remarque : Le signe de cet angle dépend de la convention adoptée dans le CHAPITRE I, paragraphe II.2.2. Selon la configuration des essais mis en œuvre, la numérotation est susceptible d'être intervertit menant à un changement de signe de l'angle  $\arctan(2\varepsilon)$ .*

---

## IV.4 Etude paramétrique

Une étude paramétrique est réalisée pour étudier l'influence des paramètres du modèle cohésif et les choisir de manière la plus judicieuse.

### IV.4.1 Raideur initiale K

L'insertion d'éléments d'interface d'une raideur finie peut induire une souplesse supplémentaire dans le modèle, dont la raideur apparente s'en voit modifiée. Afin de ne pas introduire une complaisance trop importante dans le système et d'assurer la continuité des champs de déplacements à l'interface considérée avant l'amorçage de la décohésion, la raideur initiale de la zone cohésive ajoutée ne doit pas être trop faible. Par ailleurs, le paramètre K ne doit pas être trop important afin de ne pas « mal conditionner » le système.

Certains modèles cohésifs, dits extrinsèques, possèdent une raideur initiale infinie, ce qui permettrait d'éviter ce problème. En revanche, des problèmes d'instabilité numérique causés par l'aspect adoucissant de la loi cohésive se font remarqués, ce qui engendre généralement la non convergence du calcul. Un modèle cohésif de type intrinsèque avec une raideur initiale suffisamment élevée semble donc la solution la plus adaptée.

La condition empirique, basée sur le fait que le module équivalent du système global (avec zone cohésive) doit être similaire au module de la structure sans la zone cohésive, est généralement suivie [TUR07] :

$$K = \alpha \frac{E}{h}, \quad \text{Equation III- 29}$$

où  $E$  est le module d'Young dans la direction normale à la zone cohésive et  $h$  l'épaisseur de la couche adjacente. Le paramètre  $\alpha$  est un paramètre très grand par rapport à 1. Turon l'a choisi égale à 50.

Dans son étude de l'influence de la raideur, sur essai DCB, Turon a montré qu'au-delà d'une raideur de  $10^{10}$  N/mm<sup>3</sup> le nombre d'itérations nécessaire à la convergence du calcul augmente significativement. En revanche, pour une raideur inférieure à  $10^4$  N/mm<sup>3</sup> la courbe force-déplacement s'en trouve relativement modifiée puisque la raideur est trop faible pour assurer parfaitement le transfert de contrainte entre les deux couches adjacentes à la zone cohésive. Dans son cas, la raideur idéale vaut  $10^6$  N/mm<sup>3</sup>. Généralement, dans la bibliographie, la raideur K est choisie d'un ordre supérieur à  $10^5$  N/mm<sup>3</sup> [PEN13].

Les essais de caractérisation réalisés sur les revêtements plasma nous ont permis de mesurer un module d'élasticité uniquement dans la direction du plan de projection (cf CHAPITRE II). Par la suite, nous supposons égales les valeurs de module transverse et normal (hypothèse d'isotropie).

Les raideurs de la zone cohésive fixées pour la modélisation de l'empilement N°1 et N°2, sont résumées dans le Tableau III- 4 :

	Empilement N°1	Empilement N°2
K	$10^9$ N/mm <sup>3</sup>	$8 \times 10^8$ N/mm <sup>3</sup>

Tableau III- 4 : Valeur des raideurs initiales selon l'empilement étudié

IV.4.2 Paramètre de régularisation visqueuse

Comme évoqué dans le CHAPITRE I, des problèmes de convergence numérique peuvent apparaître à cause du caractère adoucissant de la loi cohésive. En effet, l'endommagement d'un élément cohésif peut conduire à la restitution brutale de l'énergie élastique emmagasinée par les éléments volumiques voisins ce qui entraîne sa rupture instantanée. Cela se traduit par un « snap back » ou un saut de solution. Parmi les différentes solutions s'offrant à nous, l'utilisation de la technique de régularisation visqueuse est choisie. Ce choix est motivé par la simplicité de mise en œuvre de cette technique et son efficacité démontrée dans de multiples études [GAO04] [ZHU15].

Cette technique consiste à introduire une dépendance visqueuse dans la zone cohésive qui permet de retarder la restitution soudaine d'énergie et d'éviter ainsi un saut de solution. Le principal inconvénient de cette méthode est que l'énergie du système est fictivement augmentée et ne correspond plus à la physique du problème. Le choix du paramètre de viscosité, nommé  $\mu$ , doit donc se faire de manière judicieuse.

L'influence de ce paramètre sur les courbes force-déplacement macroscopique et contrainte-ouverture dans la zone cohésive est donc étudiée. La Figure III-33 et Figure III-34 représentent l'influence sur la réponse macroscopique que peut avoir une variation de ce paramètre entre  $10^{-3}$  et  $10^{-5}$ , pour l'exemple de l'essai de cisaillement bi-entaillé, pour l'empilement N<sup>o</sup>2.

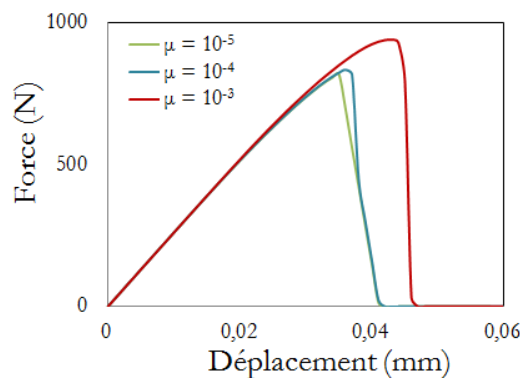


Figure III-33 : Influence du paramètre de viscosité sur la courbe force-déplacement du modèle de cisaillement

Une viscosité trop élevée de  $10^{-3}$  entraîne une surestimation de la contrainte à rupture de près de 15 % (cf Figure III-33). De plus, un écart à la courbe contrainte de cisaillement-ouverture théorique de la zone cohésive est constatée (cf Figure III-34). Un pic de contrainte est observé : elle dépasse allègrement la contrainte critique de cisaillement fixée à  $T_{t,max} = 7,3$  MPa pour cette modélisation et atteint -12,2 MPa et -7,6 MPa pour un paramètre de viscosité respectivement égal à  $10^{-3}$  à  $10^{-4}$ . En revanche, pour une viscosité de  $10^{-5}$  la contrainte de cisaillement est de -7,3 MPa, c'est-à-dire égale à la valeur théorique fixée.

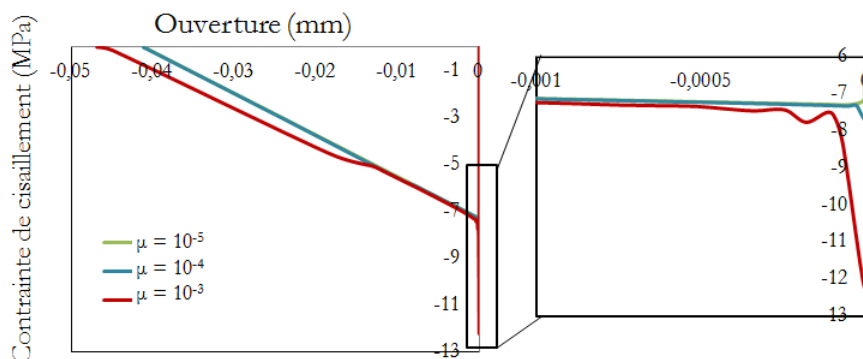


Figure III-34 : Influence du paramètre de viscosité sur la courbe contrainte-ouverture de la zone cohésive du modèle de cisaillement



Par ailleurs, il est important de vérifier que l'énergie visqueuse dissipée est négligeable par rapport à l'énergie externe du système entier. Pour cela nous pouvons extraire de la modélisation les deux paramètres *ALLCD* (creep dissipation energy) et *ALLWK* (external energy) puis les comparer (cf Figure III-35). Un pic d'énergie visqueuse représentant environ 28 % de l'énergie du système est observé pour une viscosité de  $10^{-3}$ , ce qui est non négligeable. Il est beaucoup moins conséquent pour une viscosité de  $10^{-4}$  et quasi-inexistant pour une viscosité de  $10^{-5}$ .

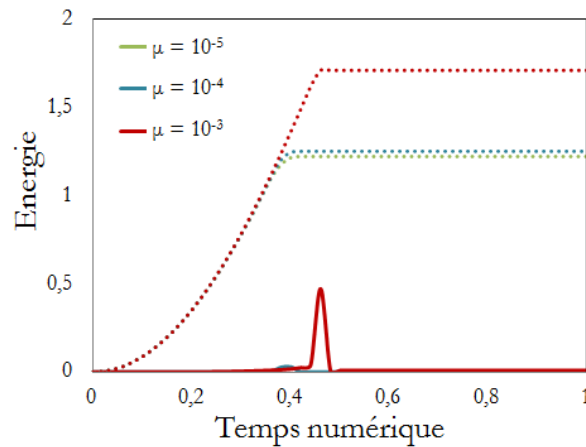


Figure III-35 : Influence du paramètre de viscosité sur l'apport d'énergie visqueuse. Traits pointillés (paramètre *ALLWK*), traits continu (paramètre *ALLCD*)

Il est important de noter que l'utilisation de la régularisation visqueuse peut également induire une dépendance à la vitesse de chargement [CHA01]. Nous nous sommes donc attelé à vérifier qu'aucune dépendance au temps ne soit constatée dans notre cas en faisant varier le paramètre « time period » du modèle qui influe directement sur la vitesse de chargement. Aucune différence sur le comportement macroscopique n'a été observée.

Par ailleurs, pour assurer la convergence du calcul, le pas de temps doit être adapté et choisi inférieur ou du même ordre de grandeur que le paramètre de régularisation visqueuse [GAO04]. Ceci peut impliquer une augmentation significative du temps de calcul si le paramètre de régularisation visqueuse choisi est très faible. Un compromis est donc à trouver.

D'après l'étude paramétrique réalisée, un paramètre de régularisation de l'ordre de  $\mu = 10^{-5}$  est convenable puisqu'il n'implique pas de modification significative de l'énergie du système et est suffisant pour permettre la bonne convergence du calcul, sans un trop grand nombre d'itérations.

#### IV.4.3 Influence de la taille de maille

Il est important de noter que la principale source de divergence numérique est imputable à la taille de maille du modèle. En effet, une taille de maille trop grande dans la zone cohésive ne permet pas de décrire correctement la répartition des contraintes en pointe de fissure à l'origine de l'endommagement. En contrepartie, une taille de maille trop fine implique des temps de calculs relativement élevés. Il est donc important d'utiliser une taille de maille adaptée à notre problème. Cette partie est donc consacrée à l'étude de la dépendance au maillage.

Afin de garantir la convergence du calcul, le champ de contrainte en pointe de fissure doit être décrit par une discrétisation spatiale suffisamment fine. Pour cela, un nombre minimal d'éléments  $N$  est attendu pour décrire cette distribution. Plusieurs auteurs proposent d'estimer la taille des éléments cohésifs  $t_{maille}$  à partir de la taille de la « process zone » sur laquelle l'évolution de la contrainte est significative. Ils proposent de mettre usuellement entre 3 et 10 éléments dans la « process zone » [DAV01].

$$t_{maille} = \frac{l_{zc}}{N} \quad \text{Equation III- 30}$$

Nous choisissons de décrire la « process zone » sur  $N = 10$  éléments environ, ce qui induit une taille de maille de l'ordre de  $100 \mu\text{m}$  pour la modélisation de l'empilement N°1 et de  $10$  à  $20 \mu\text{m}$  pour l'empilement N°2. Pour justifier ce choix, une étude paramétrique de l'influence de la taille de maille sur la réponse macroscopique est réalisée pour le modèle de traction et de cisaillement, sur l'empilement N°2, ci-après. La modélisation de l'essai de traction sur l'empilement N°2 est réalisée avec différentes finesse du maillage. Les paramètres de la zone cohésive sont fixés arbitrairement. La Figure III-36 représente l'évolution de la contrainte normale à l'interface le long d'un rayon d'haltère, du centre jusqu'au bord, en fonction de différentes taille de maille, à un instant où l'interface est en grand partie endommagée.

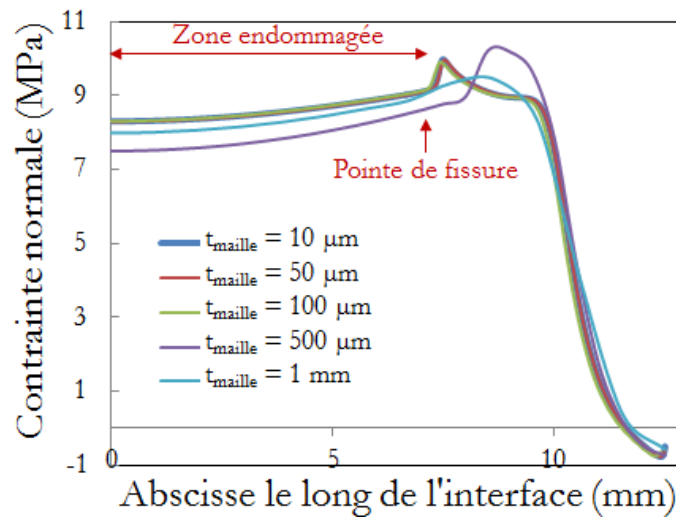


Figure III-36 : Profil de contrainte normale le long d'un rayon selon la taille de maille

La diminution de la contrainte en amont de la pointe de fissure est captée lorsque la taille de maille est inférieure à  $100 \mu\text{m}$ . Au-delà, la présence d'endommagement ou de fissure à l'interface n'est pas restituée correctement. Il conviendra donc de choisir une taille de maille d'au maximum  $100 \mu\text{m}$  pour cette configuration d'essai.

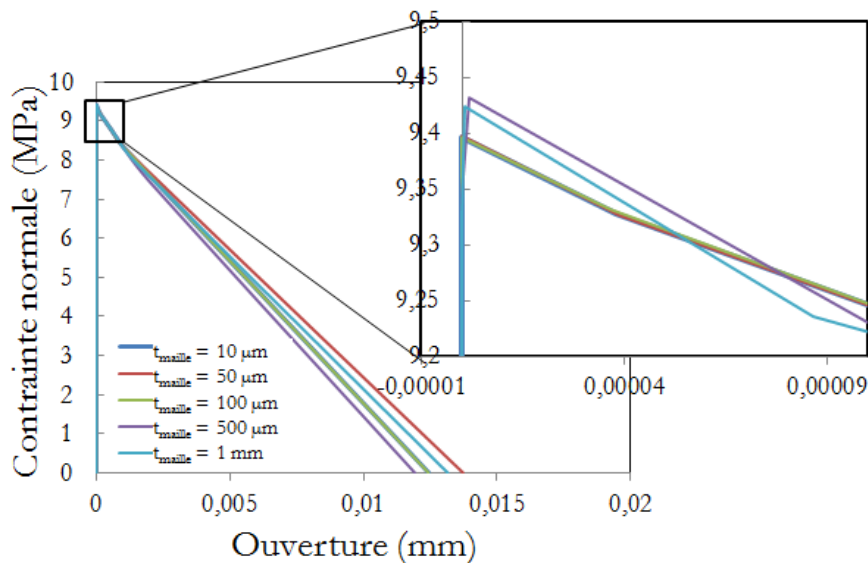


Figure III-37 : Courbe contrainte-ouverture dans la zone cohésive selon la taille de maille

La contrainte normale critique, à partir de laquelle l'endommagement apparaît, est visualisable sur la Figure III-37 pour différentes tailles de maille. Pour une taille de maille supérieure à 100  $\mu\text{m}$ , elle est surestimée d'environ 0,3 % à 0,4 % par rapport à la valeur théorique fixée.

De plus, la convergence de la force à rupture est également assurée pour une taille de maille inférieure à 100  $\mu\text{m}$  (cf Figure III-38).

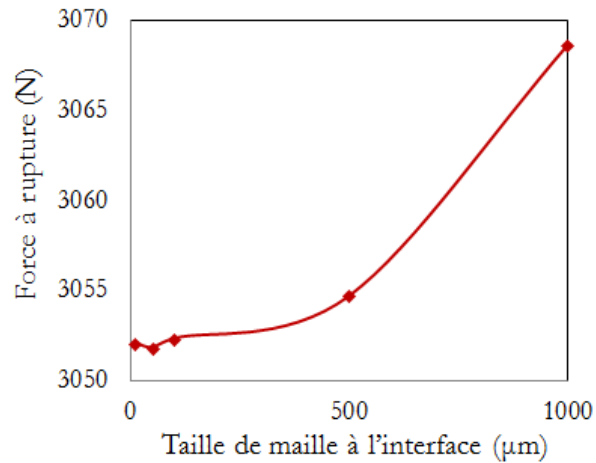


Figure III-38 : Influence de la taille de maille sur la force à rupture

Afin de restituer correctement le champ de contrainte à l'interface, et notamment en pointe de fissure, la taille de maille à l'interface pour la modélisation de l'essai de traction sera fixée à  $t_{maille} = 50 \mu\text{m}$ .

Pour résumer, le Tableau III- 5 récapitule les tailles de maille utilisées pour assurer la convergence du calcul des différents essais.

$t_{maille}$	Empilement N°1	Empilement N°2
<b>Traction</b>	50 $\mu\text{m}$	50 $\mu\text{m}$
<b>Cisaillement</b>	10 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$
<b>Clivage en coin</b>	-	10 $\mu\text{m}$
<b>Flexion 4 points</b>	10 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$
<b>4-ENF</b>	-	10 $\mu\text{m}$
<b>Traction modifiée</b>	10 $\mu\text{m}$	10 $\mu\text{m}$

Tableau III- 5 : Taille de maille de la zone cohésive selon l'essai modélisé

Il est à noter que plus le maillage est fin, plus le temps de calcul augmente. Il faut donc trouver un compromis entre finesse du maillage et temps de calcul. Le Tableau III- 6 résume les temps de calcul obtenus pour l'essai de traction sur l'empilement N°2 selon la taille de maille.

$t_{maille}$	10 $\mu\text{m}$	50 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	500 $\mu\text{m}$	1 mm
Temps de calcul	5 h10 min	3 h	47 min	7 min	7 min

Tableau III- 6 : Temps de calcul selon la taille de maille pour l'essai de traction

## V. Conclusion partielle

Les conditions opératoires des différents essais mis en œuvre pour la caractérisation de l'adhérence des interfaces des deux empilements sont décrites dans ce chapitre. Chaque essai permet l'identification d'un paramètre de la loi cohésive en mode I (essai de traction et essai de clivage en coin) ou en mode II (essai de cisaillement bi-entaillé ou essai 4-ENF). Les difficultés de mise en œuvre et les adaptations géométriques des éprouvettes adoptées pour garantir la réussite de l'essai y sont soulignées. Elles font généralement référence à l'introduction d'une contre-plaque afin de rendre l'éprouvette symétrique et de la consolider.

Certains essais d'adhérence présentés permettront d'éprouver les modèles d'interface en mode mixte. C'est le cas de l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée ou décalée et de l'essai de traction modifié faisant intervenir du pelage.

Les différents outils numériques (type d'élément, contacts, conditions aux limites, insertion des entailles...) nécessaires à la réalisation des modélisations des différents essais sont également précisés. Les études paramétriques effectuées permettent de définir les tailles de maille, la raideur initiale et le paramètre de régularisation visqueuse adéquats pour la suite.

Les chapitres IV et V suivants exposent les résultats expérimentaux et numériques, obtenus respectivement sur les empilements N°1 et N°2, en suivant la démarche d'identification inverse des paramètres de la loi cohésive, présentée dans la première partie de ce chapitre. A savoir, le CHAPITRE IV traite de l'identification des paramètres  $T_{n,max}$ ,  $T_{t,max}$  et  $\delta_m$  de la loi cohésive usuelle à l'empilement N°1 et le CHAPITRE V relate l'identification des paramètres  $T_{n,max}$ ,  $T_{t,max}$ ,  $G_{I,c}$  et  $G_{II,c}$  de la loi cohésive de l'empilement N°2. Cette différence de paramètres à calibrer s'explique par un choix différent du critère de rupture pour le modèle cohésif : critère de rupture en déplacement pour l'empilement N°1 ou critère de rupture en énergie pour l'empilement N°2.



---

## CHAPITRE IV

# EMPILEMENT « REVETEMENT CERAMIQUE / SUBSTRAT CERAMIQUE »

---

La démarche expérimentale/numérique couplée présentée dans le CHAPITRE III est appliquée pour l'identification des paramètres de la loi cohésive sur l'empilement N°1. Dans un premier temps, l'ouverture critique à rupture est estimée sur la base des résultats expérimentaux. Puis, la contrainte critique de traction et la contrainte critique de cisaillement sont identifiées grâce à des essais sollicitant l'interface en mode I et en mode II : essai de traction plots collés et essai de cisaillement bi-entailé. Enfin, un essai de flexion et un essai de traction-pelage nous permettent respectivement de vérifier la cohérence de l'ouverture critique et de valider la loi cohésive identifiée préalablement.

Ce chapitre expose donc les résultats expérimentaux et numériques de chaque essai d'adhérence appliqué à l'empilement N°1 selon la démarche décrite ci-dessus. Par ailleurs, nous verrons que le recours à la modélisation nous permet de mieux appréhender certains résultats expérimentaux tels que des anomalies sur les courbes de chargement ou des défauts de rupture.

### SOMMAIRE

---

<b>I. ESTIMATION DE L'OUVERTURE CRITIQUE A RUPTURE BASEE SUR LES RESULTATS EXPERIMENTAUX.....</b>	<b>130</b>
I.1 ESSAI DE TRACTION.....	130
I.2 ESSAI DE FLEXION 4 POINTS SUR EPROUVETTE ENTAILLEE.....	131
I.3 ESTIMATION DE L'OUVERTURE CRITIQUE .....	133
<b>II. IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE EN MODE I.....</b>	<b>134</b>
II.1 RESULTATS EXPERIMENTAUX .....	134
II.2 RESULTATS NUMERIQUES .....	134
<b>III. IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE EN MODE II .....</b>	<b>139</b>
III.1 RESULTATS EXPERIMENTAUX EN MODE II : ESSAI DE CISAILLEMENT BI-ENTAILLE.....	139
III.2 RESULTATS NUMERIQUES : CAS IDEAL DE RUPTURE ADHESIVE .....	141
III.3 RESULTATS NUMERIQUES : PRISE EN COMPTE DES DEFAUTS DE PREPARATION.....	145
III.4 BILAN DES SIMULATIONS.....	150
<b>IV. VERIFICATION DE L'OUVERTURE A RUPTURE A PARTIR DE L'ESSAI DE FLEXION 4 POINTS.....</b>	<b>151</b>
IV.1 RESULTATS NUMERIQUES : CAS D'UNE PROPAGATION SYMETRIQUE.....	151
IV.2 RESULTATS NUMERIQUES : CAS D'UNE PROPAGATION ASYMETRIQUE .....	155
<b>V. VALIDATION DE LA LOI D'INTERFACE EN MODE MIXTE .....</b>	<b>158</b>
V.1 ESSAI DE FLEXION 4 POINTS AVEC ENTAILLE DECALEE.....	158
V.2 ESSAI DE TRACTION-PELAGE.....	161
<b>VI. PRISE EN COMPTE DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE REVETEMENT PROJETE PLASMA. 167</b>	
VI.1 SIMULATION DES EFFETS DE TREMPÉ DANS LE REVETEMENT.....	167
VI.2 INFLUENCE DES CONTRAINTS RESIDUELLES SUR UN CHARGEMENT MECANIQUE DE TRACTION	
167	
<b>VII. CONCLUSION PARTIELLE .....</b>	<b>169</b>

---

---

## I. Estimation de l'ouverture critique à rupture basée sur les résultats expérimentaux

---

Un critère de rupture basé sur une ouverture critique entre les lèvres de la fissure est choisi, puisqu'un critère énergétique (tel que le critère Power Law) requiert la connaissance des taux de restitution critique de l'énergie en mode I et en mode II. Or, compte tenu du nombre restreint d'essais applicables sur l'empilement N°1, leur identification directe est inenvisageable, mais certaines mesures en mode mixte sont accessibles.

L'objectif de cette partie est d'aboutir à l'estimation de l'ouverture critique  $\delta_m$ , alimentant le modèle cohésif, grâce aux résultats expérimentaux des essais de traction et de flexion 4 points avec entaille centrée, fournissant respectivement une contrainte critique de traction et une énergie d'adhérence.

---

### I.1 Essai de traction

Afin de s'affranchir des effets de bords potentiels, comme relaté dans le CHAPITRE III, une configuration avec des haltères de diamètre 30 mm et 70 mm, respectivement collées du côté du revêtement projeté plasma et du substrat, est choisie. Cette configuration est celle imposée dans le cadre d'un programme d'étude sur le vieillissement de la liaison, démarré avant le début de la thèse. Six essais de ce type sont réalisés, dont les courbes de chargement expérimentales sont reportées sur la Figure IV- 1.

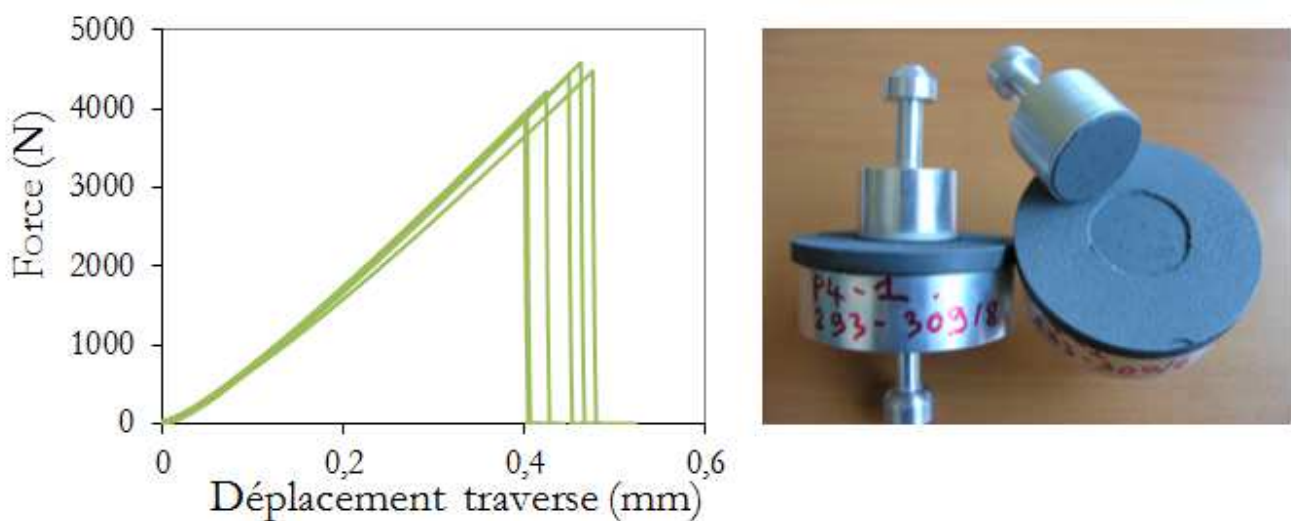


Figure IV- 1 : Courbes de chargement de l'essai de traction et faciès de rupture

Au cours de l'essai, la charge augmente proportionnellement au déplacement imposé par la traverse. Puis, survient une chute de charge correspondant à la rupture brutale de l'interface revêtement céramique/substrat céramique. Le faciès de rupture, observable sur la Figure IV- 1, témoigne d'une rupture purement adhésive de l'interface, ce qui nous autorise à appliquer le calcul de la résistance d'adhérence à la traction. Le revêtement plasma est rompu sur une section de diamètre proche de celui de l'haltère collée, à savoir 30 mm.

Une bonne reproductibilité et une faible dispersion des essais de traction sont observables. La force à rupture de l'interface s'élève à  $F_R = 4263 \pm 284$  N en moyenne, ce qui mène à une résistance d'adhérence à la traction de  $\sigma_R = 6,0 \pm 0,4$  MPa en moyenne.

## I.2 Essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée

Cinq essais de flexion 4 points ont été effectués, pour la détermination de l'énergie d'adhérence du revêtement sur son substrat. Une entaille est réalisée au centre de l'éprouvette, du côté de la contre-plaque et de la couche de colle, jusque dans la couche de revêtement céramique projeté plasma. La pointe de la pré-entaille se situe à environ 200  $\mu\text{m}$  de l'interface d'étude.

Certains essais sont régulièrement interrompus afin de réaliser des micrographies de l'interface à l'aide d'un microscope numérique (Figure IV- 3 et Figure IV- 4), d'où des sauts de force relevés sur deux courbes de chargement présentées sur la Figure IV- 2. Les éprouvettes de flexion sont chargées de manière linéaire, tant que l'interface ne subit pas d'endommagement (point N°1). Deux scénarios distincts de rupture adhésive sont mis en évidence et détaillés ci-après.

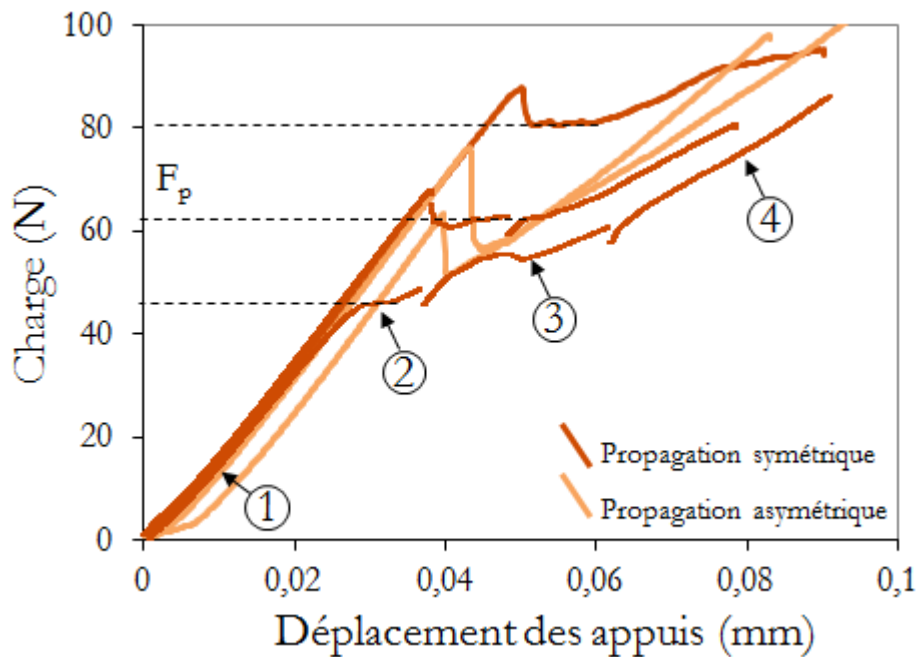


Figure IV- 2 : Courbes de chargement des essais de flexion 4 points avec entaille centrée

### I.2.1 Propagation asymétrique

L'énergie emmagasinée lors de la mise en charge est restituée brutalement : le ligament de revêtement se rompt provoquant une chute brutale de la charge et une fissure apparaît simultanément à l'interface. Une seule fissure s'amorce d'un côté de l'éprouvette et, par la suite, une propagation asymétrique est constatée (Figure IV- 3). Dans ce cas, le palier de propagation est très peu marqué. La fissure atteint rapidement l'appui interne, et l'éprouvette est rechargée linéairement. Le minimum de force enregistré, correspondant à la propagation interfaciale, semble légèrement plus faible que dans le cas d'une propagation symétrique. Il est estimé entre 51,6 N et 56,5 N.



Figure IV- 3 : Fissuration asymétrique au cours d'un essai de flexion 4 points



## I.2.2 Propagation symétrique

Lorsque la force exercée est suffisante, une fissure s'initie à l'interface avant même la rupture totale du ligament de revêtement restant (image N°2, Figure IV- 4). Soit aucune chute de charge n'est observée, soit on distingue une légère chute de charge ayant pour origine une rupture partielle du ligament de revêtement restant. Dans ce cas, la fissure se propage symétriquement à l'interface, et un palier de propagation, estimé entre 46 N et 81 N, est constaté sur les courbes de chargement (point N°2). La rupture du ligament intervient progressivement au cours de la propagation interfaciale (point N°3 de la Figure IV- 2 et image N°3 de la Figure IV- 4). Enfin, la fissure atteint les appuis internes à partir desquels elle se propage plus difficilement en raison de l'accroissement du cisaillement entre les appuis internes et externes. La partie non fissurée de l'éprouvette, c'est-à-dire la couche de substrat céramique, est alors remise en charge de manière linéaire (point N°4) jusqu'à sa rupture cohésive.

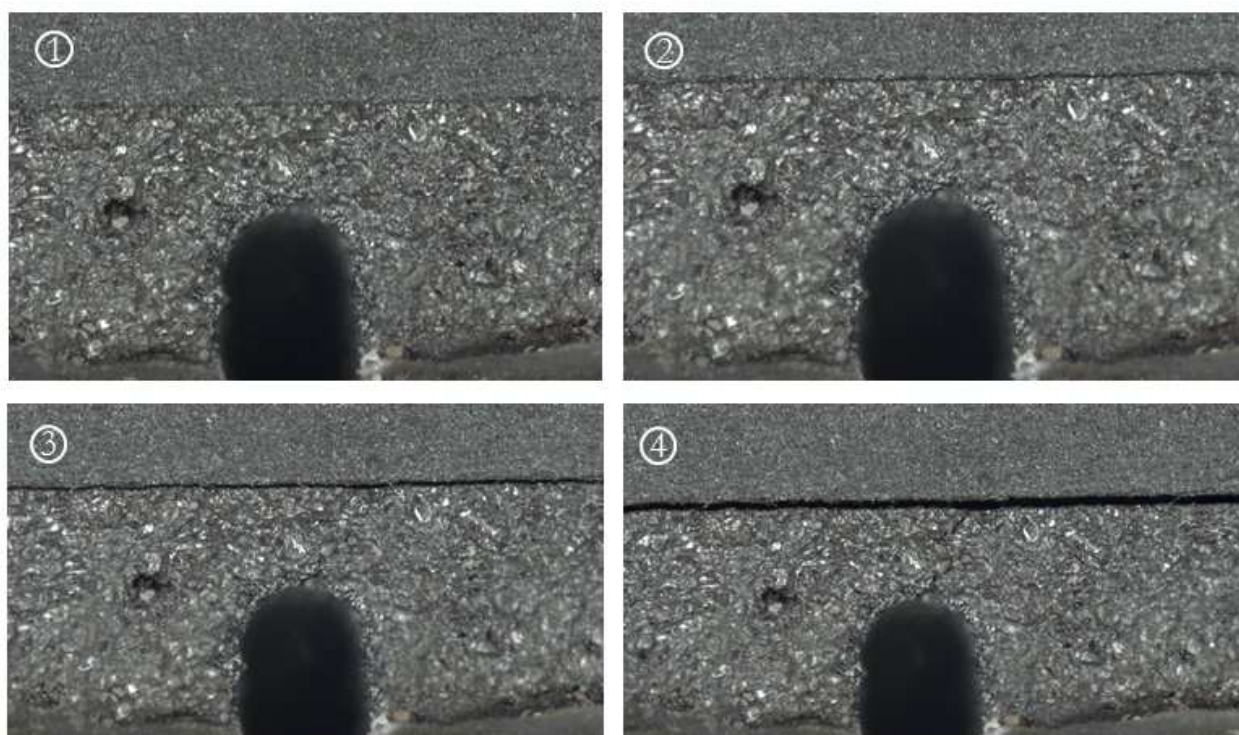


Figure IV- 4 : Scénario de fissuration au cours d'un essai de flexion 4 points, cas de propagation symétrique

Le calcul de l'énergie d'adhérence, par la formule proposée par Hofinger, n'est possible que lorsque la propagation interfaciale est purement symétrique. Dans le cas contraire, le moment entre les appuis internes n'est plus constant et une dissymétrie du chargement doit être prise en compte.

Par conséquent, l'énergie d'adhérence sera déterminée à partir des éprouvettes pour lesquelles une propagation symétrique est constatée. Sous ces conditions, l'énergie d'adhérence associée est estimée à  $G_{I/II,C} = 3,7 \pm 1,9$  J/m<sup>2</sup>, sur trois éprouvettes testées avec succès (Tableau IV- 1). La dispersion est assez conséquente pour cet essai.

	Palier de propagation $F_p$ (N)	Energie d'adhérence $G_{I/II,C}$ (J/m <sup>2</sup> )
Epr 1	46	1,9
Epr 2	62	3,4
Epr 3	81	5,7
<b>Moyenne</b>	<b>63 ± 17</b>	<b>3,7 ± 1,9</b>

Tableau IV- 1 : Paliers de propagation et énergie d'adhérence associée dans un cas symétrique

Par ailleurs, la mixité modale associée cet essai est, d'après la littérature, proche de 45° [CHA89]. Elle est susceptible de varier en fonction de la dissymétrie engendrée par la géométrie de l'éprouvette et de l'hétérogénéité de propriétés élastiques entre les deux couches revêtement/substrat propre à l'empilement étudié. Néanmoins, compte tenu de l'allure des courbes  $G(V^*)$  généralement proposées (CHAPITRE I), l'énergie d'adhérence varie relativement peu pour une mixité modale proche du mode I pur. Sous une mixité modale comprise entre 0° et 45°, nous pouvons supposer l'énergie d'adhérence de l'interface quasi-constante.

La modélisation de cet essai, dans le paragraphe IV, nous permettra de vérifier la valeur précise de l'angle de mixité modale associé et de valider à posteriori cette hypothèse.

### I.3 Estimation de l'ouverture critique

La loi cohésive choisie étant une loi bilinéaire, l'ouverture critique est liée à la contrainte critique et le taux de restitution de l'énergie, en mode I et II, par les relations suivantes :

$$\delta_{n,max} = \frac{2 \times G_{I,c}}{T_{n,max}} \quad \text{et} \quad \delta_{t,max} = \frac{2 \times G_{II,c}}{T_{t,max}}. \quad \text{Equation IV- 1}$$

En raison d'un nombre d'essais exploitables insuffisants pour cet empilement N°1, nous supposons l'ouverture critique à rupture égale en mode I et en mode II, soit  $\delta_{n,max} = \delta_{t,max} = \delta_m$ . La connaissance de la contrainte critique et du taux de restitution de l'énergie sous un seul des modes de sollicitation est donc suffisant pour l'estimation de l'ouverture critique  $\delta_m$ . L'essai de traction fournissant une résistance d'adhérence sous un mode I, égale à  $T_{n,max} = 6$  MPa en moyenne, et l'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée aboutissant à la mesure d'une énergie d'adhérence sous un mode proche du mode I, qui sera prise égale à environ 3 J/m<sup>2</sup>, seront exploités pour le calcul.

Grâce aux résultats expérimentaux, l'ouverture critique à rupture est donc pris égale à  $\delta_m = 1$  µm en première approximation. La cohérence de cette valeur sera vérifiée sur la base des résultats numériques de l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée, une fois les contraintes critiques en mode I et en mode II identifiées.

Les paramètres initiaux du modèle cohésif en mode I, déterminés sur la base des résultats expérimentaux précédents, sont indiqués dans le Tableau IV- 2 :

Raideur initiale	Contrainte critique de traction	Ouverture critique
$K_n$	$T_{n,max}$	$\delta_m$
10 <sup>9</sup> N/mm <sup>3</sup>	6,0 MPa	1 µm

Tableau IV- 2 : Paramètres d'entrée de la loi cohésive en mode I issus des résultats expérimentaux

---

## II. Identification de la contrainte critique en mode I

---

Dans cette partie, l'ouverture critique à rupture est supposée fixe à  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$ , valeur estimée dans la précédente partie. L'objectif est d'ajuster la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  de sorte à ce que la force à rupture numérique de l'essai de traction soit cohérente avec la force à rupture mesurée expérimentalement.

Les résultats numériques, tels que le scénario de rupture ou bien encore la courbe de chargement, sont détaillés et expliqués en regard des observations expérimentales.

---

### II.1 Résultats expérimentaux

Les résultats expérimentaux ont été détaillés dans le paragraphe I.1. La force à rupture de l'interface mesurée par essai de traction s'élève à  $F_R = 4263 \pm 284 \text{ N}$  en moyenne.

### II.2 Résultats numériques

#### II.2.1 Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage

Pour la modélisation de l'essai de traction, un modèle axisymétrique est adopté. Les deux haltères en aluminium ainsi qu'une pastille de diamètre 70 mm, composé de l'empilement N°1, sont modélisées. La taille de maille proche de l'interface d'étude est de  $50 \mu\text{m}$ , et augmente progressivement en s'éloignant jusqu'à une taille d'environ 1 mm, comme représentée sur la Figure IV- 5. La répartition de la composante de contrainte  $S_{22}$  (équivalente à la contrainte normale dans nos modèles) dans l'éprouvette, pour un niveau de chargement donné, est reportée sur la Figure IV- 5.

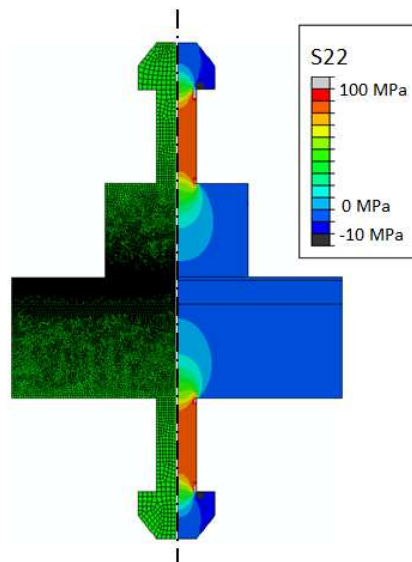


Figure IV- 5 : Maillage et champ de contraintes normales dans l'éprouvette de traction  $\Phi 30 \text{ mm}/\Phi 70 \text{ mm}$

## II.2.2 Courbes de chargement

Les courbes représentant la force numérique calculée en fonction du déplacement appliqué au niveau de la tête d'haltère supérieure sont comparées aux courbes de chargement expérimentales sur la Figure IV- 6.

Les forces à rupture numériques sont en bon accord avec les mesures expérimentales pour une contrainte critique de traction du modèle cohésif comprise entre  $T_{n,max} = 5,8 \text{ MPa}$  et  $6,9 \text{ MPa}$ . Un encadrement de la contrainte critique de traction est proposé car il tient compte de la dispersion expérimentale existante. L'allure des courbes de chargement est également cohérente : augmentation linéaire de la force, puis chute brutale de celle-ci lors de la rupture adhésive.

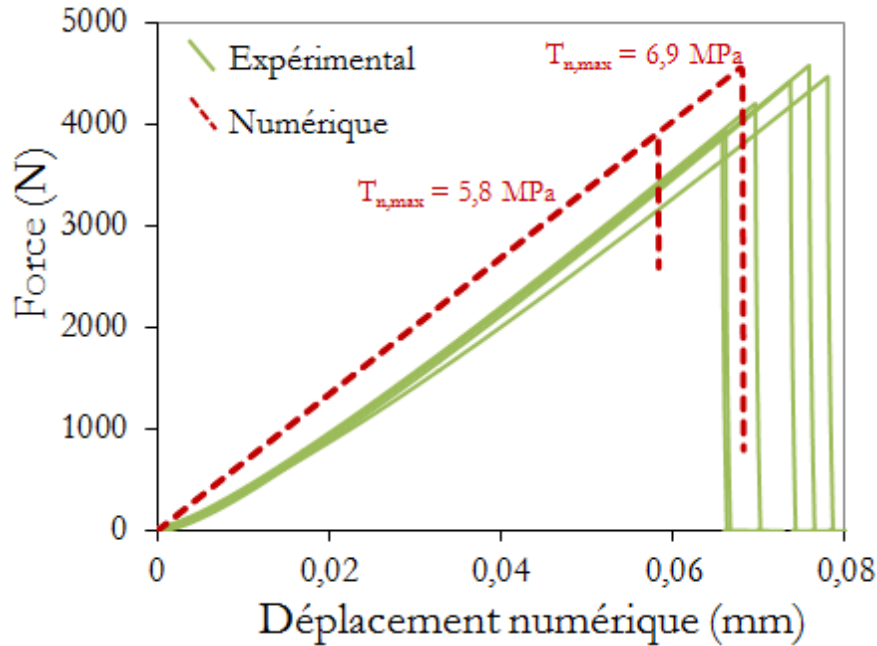


Figure IV- 6 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction  $\Phi 30 \text{ mm}/\Phi 70 \text{ mm}$

*Remarque : Les courbes de chargement expérimentales enregistrées (Figure IV- 1) font intervenir le déplacement de la traverse. Or, lors d'un essai de traction, des déplacements parasites sont introduits par les divers organes situés entre l'éprouvette et la traverse de la machine : cellule de charge, mors de fixations... Par conséquent, les déplacements de la traverse mesurés expérimentalement sont bien supérieurs aux déplacements numériques extraits en tête d'haltère. Les déplacements expérimentaux sont donc corrigés sur les courbes de chargement présentées par la suite. Quel que soit l'essai réalisé, cette correction sera systématiquement effectuée lorsque les résultats expérimentaux et numériques seront comparés sur un même graphique.*

## II.2.3 Profil de contraintes à l'interface

Les contraintes normales à l'interface revêtement/substrat sont tracées le long d'un rayon de la pastille sur la Figure IV- 7, depuis le centre jusqu'au bord, avant l'amorçage de l'endommagement à l'interface. L'observation du profil des contraintes permet de prévoir les zones de concentrations de contraintes qui présentent un risque accru de départ de rupture. Les contraintes normales sont maximales au centre de l'éprouvette et un pic est observable sur les bords de l'haltère de 30 mm de diamètre. Ce pic trouve son origine dans des effets de bord.

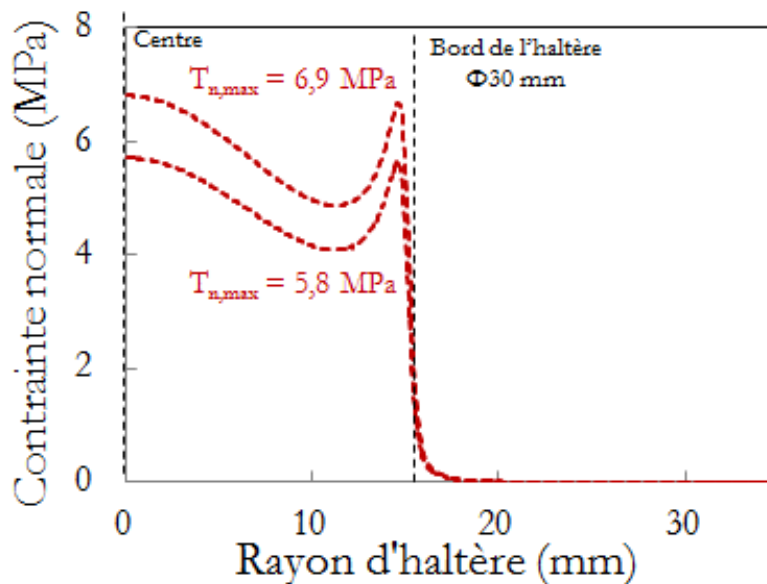


Figure IV- 7 : Profil de contrainte normale à l'interface pour l'essai de traction  $\Phi$  30 mm/ $\Phi$  70 mm

#### II.2.4 Scénario de rupture

La modélisation permet de prédire l'amorçage et la propagation de fissure à l'interface où se localise la zone cohésive. La variable d'endommagement *SDEG*, permettant de visualiser le scénario de rupture de l'interface au cours de l'essai de traction, est visualisable sur la Figure IV- 8. La signification de l'évolution des couleurs de la variable *SDEG* est explicitée dans le CHAPITRE III.

#### ***Rupture adhésive interfaciale***

Aux alentours d'une force exercée de 4000 N, de l'endommagement apparaît simultanément au centre de l'éprouvette et à la verticale du bord de l'haltère (Image N°2). L'endommagement s'étend à l'interface, préférentiellement sous l'haltère (Image N°3 et N°4). Puis, survient la rupture de l'interface localisée dans la partie centrale de l'éprouvette (Image N°5). La totalité de l'interface située sous l'haltère se rompt ensuite brutalement (Image N°6), provoquant une chute importante de la charge.

#### ***Compétition entre la rupture adhésive interfaciale et la rupture cohésive du revêtement***

En l'absence de critère de rupture des matériaux de l'empilement dans la modélisation, et notamment du revêtement céramique projeté plasma, la propagation de la fissure à l'interface se poursuit. Cependant, la question suivante se pose : la rupture adhésive de l'interface se poursuit-elle indéfiniment ou bien une rupture cohésive du revêtement peut-elle survenir, comme il est observé expérimentalement ?

L'analyse des champs de contraintes longitudinales et de cisaillement au sein du revêtement (Figure IV- 9) nous renseigne sur le scénario de rupture qui en résulte. En effet, les contraintes dans le revêtement, en bordure d'haltère, augmentent de manière significative à l'instant de la rupture sous l'haltère (entre l'étape N°5 et N°6). Elles dépassent la contrainte à rupture du revêtement en flexion, estimée à  $\sigma_R = 24$  MPa en moyenne, sur une zone traversant l'épaisseur du revêtement. La rupture du revêtement dans cette zone est donc fortement probable. La rupture cohésive du revêtement semble l'emporter face à la rupture adhésive de l'interface. Cette conclusion est, de plus, parfaitement cohérente avec le scénario de rupture expérimental et les faciès de rupture observés.

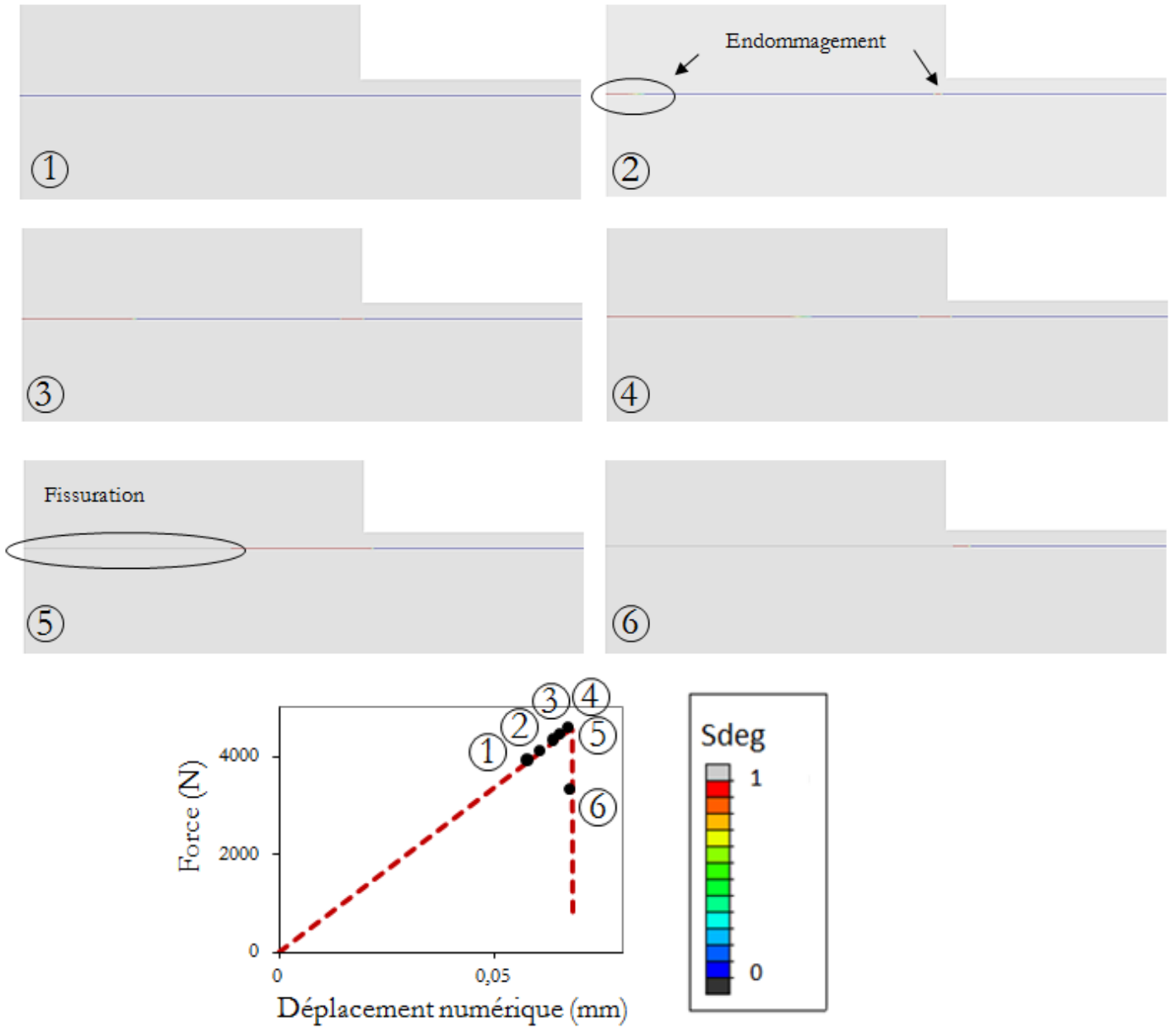


Figure IV- 8 : Scénario de rupture au cours d'un essai de traction  $\Phi$  30 mm/ $\Phi$  70 mm

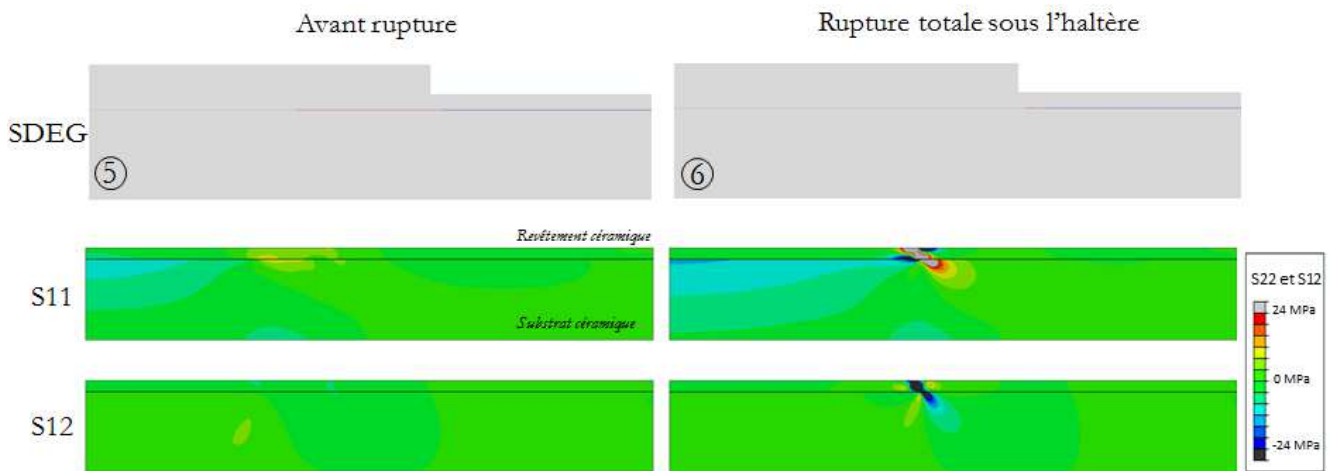


Figure IV- 9: Contrainte longitudinale (S11) et de cisaillement (S12) dans le revêtement pendant la rupture

## II.2.5 Vérification du critère d'amorçage et de rupture

La réponse contrainte-ouverture, au cours de l'essai, d'un élément situé au centre de la zone cohésive est tracée sur la Figure IV- 10. La contrainte normale maximale atteinte est de 6,6 MPa avant le début de l'endommagement de l'élément, soit égale à la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  fixée. L'ouverture en mode I obtenue à la rupture est de  $\delta_n = 1,16 \mu\text{m}$  et l'ouverture en mode II est négligeable, ce qui conduit à une ouverture critique  $\delta_m = 1,16 \mu\text{m}$ .

L'ouverture maximum prédite est légèrement supérieure à celle imposée en entrée :  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$ . Cet effet provient de l'emploi d'une régularisation visqueuse mais nous retenons ce résultat comme recevable.

Le critère d'amorçage de l'endommagement et le critère de rupture sont donc bien vérifiés au cours du calcul.

Au cours de cet essai de traction, la sollicitation en mode II est négligeable (en vert) et la fissure se propage donc presque exclusivement sous un mode I (en rouge).

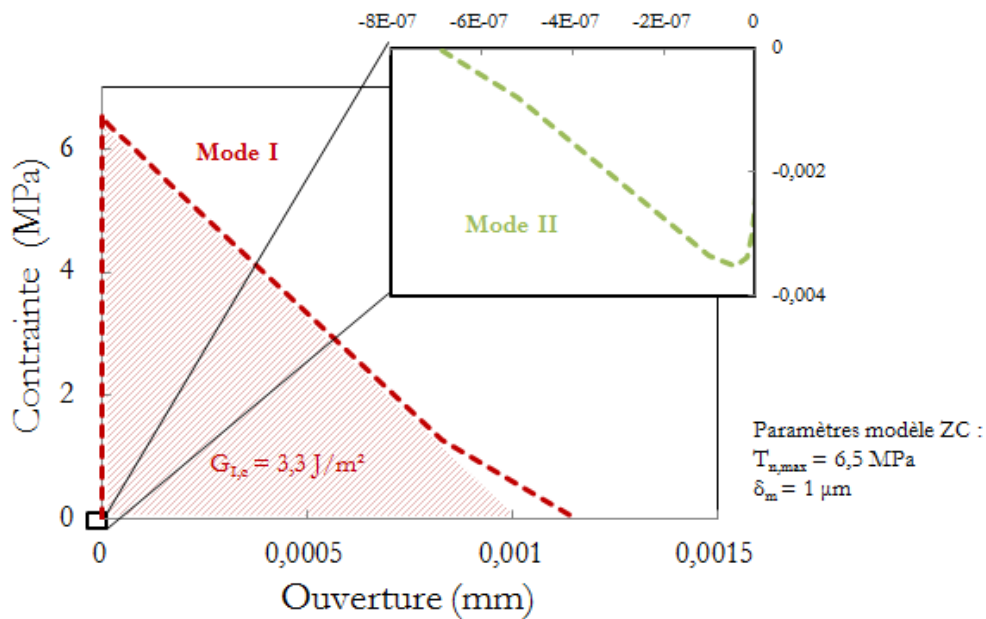


Figure IV- 10 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC



### III. Identification de la contrainte critique en mode II

Grâce à l'essai de traction et la modélisation associée, la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  a pu être identifiée. Elle sera fixée à une moyenne de  $T_{n,max} = 6,5$  MPa dans cette partie.

La même démarche est adoptée afin d'identifier, cette fois, la contrainte critique de cisaillement  $T_{t,max}$  de la loi cohésive. Cela nécessite le recours à un essai sollicitant l'interface sous un mode II, comme l'essai de cisaillement bi-entaillé. Dans un premier temps, les résultats expérimentaux sont exposés, puis ils seront comparés aux résultats issus de la modélisation afin d'ajuster le paramètre  $T_{t,max}$ . Puis, une fois la loi cohésive identifiée, le recours à la modélisation permettra d'expliquer certaines anomalies constatées expérimentalement sur les courbes de chargement ou les faciès de rupture.

#### III.1 Résultats expérimentaux en mode II : Essai de cisaillement bi-entaillé

##### III.1.1 Essais valides

Sur les 22 éprouvettes testées en cisaillement, 16 présentent une rupture purement adhésive à l'interface revêtement/substrat entre les deux entailles, comme le faciès illustré sur la Figure IV- 11. Quelques courbes de chargement enregistrées au cours de l'essai sont également reportées sur la Figure IV- 11.

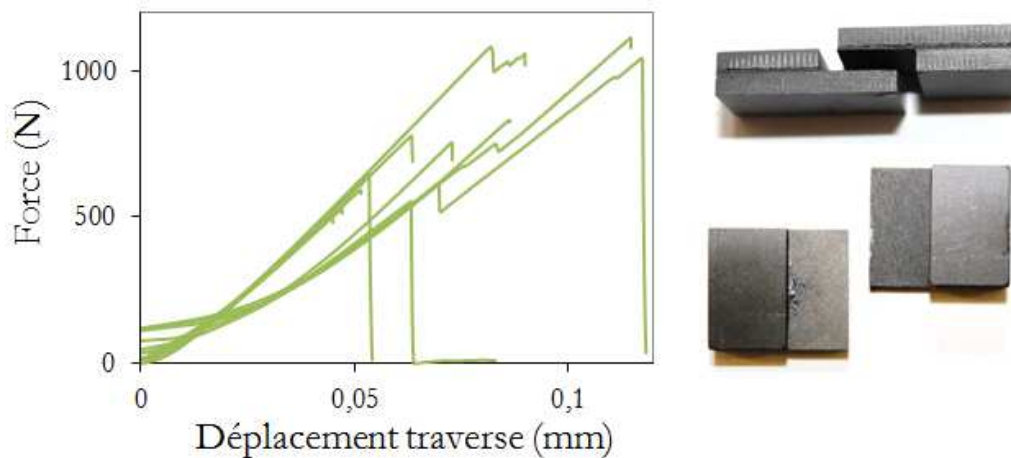


Figure IV- 11 : Courbes de chargement des essais de cisaillement et faciès de rupture obtenu

Un pied de courbe durant lequel la force augmente lentement apparaît sur les courbes de chargement expérimentales. Il correspond à la mise en charge de l'éprouvette et à la suppression des jeux initialement présents dans le montage. Une fois cette phase achevée, la force de compression croît linéairement avec le déplacement de la traverse, jusqu'à la rupture brutale de l'interface localisée entre les deux entailles. La force chute alors drastiquement. Pendant le chargement, quelques variations de force sont parfois constatées ; elles correspondent à des ébrèchements du substrat sur les bords de l'éprouvette (Figure IV- 12).

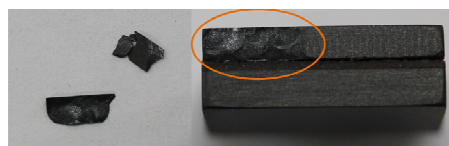


Figure IV- 12 : Ebrèchements sur les bords d'une éprouvette de cisaillement



---

Le principal pic de charge mesuré, correspondant à la rupture adhésive, est compris entre 400 N et 1150 N, soit en moyenne estimée à  $F_R = 740 \pm 240$  MPa sur 16 éprouvettes. Compte tenu du faciès de rupture obtenu, la résistance d'adhérence au cisaillement peut être calculée. Elle est estimée en moyenne à  $\tau = 6,0 \pm 1,8$  MPa. Pour l'empilement N°1 étudié dans ce chapitre, la résistance d'adhérence à la traction et la résistance d'adhérence au cisaillement apparaissent du même ordre de grandeur.

Cependant, une forte dispersion expérimentale est constatée pour les essais de cisaillement. Il s'avère que les mesures de force à rupture sont très sensibles à la préparation des éprouvettes, et plus spécifiquement à la qualité des entailles réalisées à la scie à fil. De plus, les matériaux céramiques constituant l'empilement, et particulièrement le substrat, sont de nature fragile, ce qui complexifie la mise en œuvre de l'essai et engendre parfois des anomalies de rupture.

### III.1.2 Essais invalides

Des scénarios de rupture différents sont observés selon la qualité de préparation des éprouvettes. En effet, des entailles de dimensions trop longues ou trop courtes peuvent conduire à une rupture autre que la rupture adhésive recherchée à l'interface revêtement/substrat, entre les deux entailles. Les courbes de chargement pour différents scénarios de rupture sont représentées sur la Figure IV- 13 :

- En vert est représenté le cas de rupture idéale pour lequel une rupture adhésive revêtement/substrat à l'interface entre les deux entailles se produit.
- En orange est illustré le cas pour lequel l'entaille réalisée au travers du substrat est trop courte et n'atteint pas exactement l'interface. Il est alors plus difficile d'amorcer une fissure à l'interface depuis le fond de cette entaille. Une continuité du substrat est établie par la présence d'un ligament de substrat restant entre l'interface et le fond d'entaille. Une rupture adhésive de l'interface située entre les deux entailles et de l'interface située dans une partie externe se produit (scénario de rupture N°2). Les forces à rupture mesurées sont bien supérieures au cas idéal et atteignent 1600 N à 2400 N.
- En violet est représenté le cas d'une éprouvette avec une entaille traversant les épaisseurs de contre-plaque, de colle et de revêtement, trop longue et dépassant dans le substrat. Le faciès de rupture témoigne d'une rupture adhésive entre les deux entailles et d'une rupture cohésive de la couche de substrat (scénario de rupture N°3). Lors de la mise en compression de l'éprouvette, une fissure s'est amorcée en fond d'entaille dans le substrat fragilisé. La force à rupture est alors d'environ 2300 N.
- L'éprouvette du cas en bleu présente une entaille au travers du substrat trop longue, dont le fond d'entaille s'arrête dans la couche de revêtement. Lors de l'essai, une fissure, initiée à partir de cette entaille, se propage à l'interface colle/revêtement. Comme en atteste le faciès de rupture, une rupture mixte à l'interface colle/revêtement et revêtement/substrat est obtenue. La force à rupture mesurée est de l'ordre de 1600 N.

Bien évidemment, ces derniers cas de rupture sont écartés des résultats. Il est toutefois intéressant d'étudier l'influence de défauts de préparations sur les résultats afin de mieux appréhender les différents cas d'étude envisageables. Dans le paragraphe III.3, ce type de défauts sera pris en compte dans la modélisation pour tenter d'expliquer ces résultats expérimentaux.

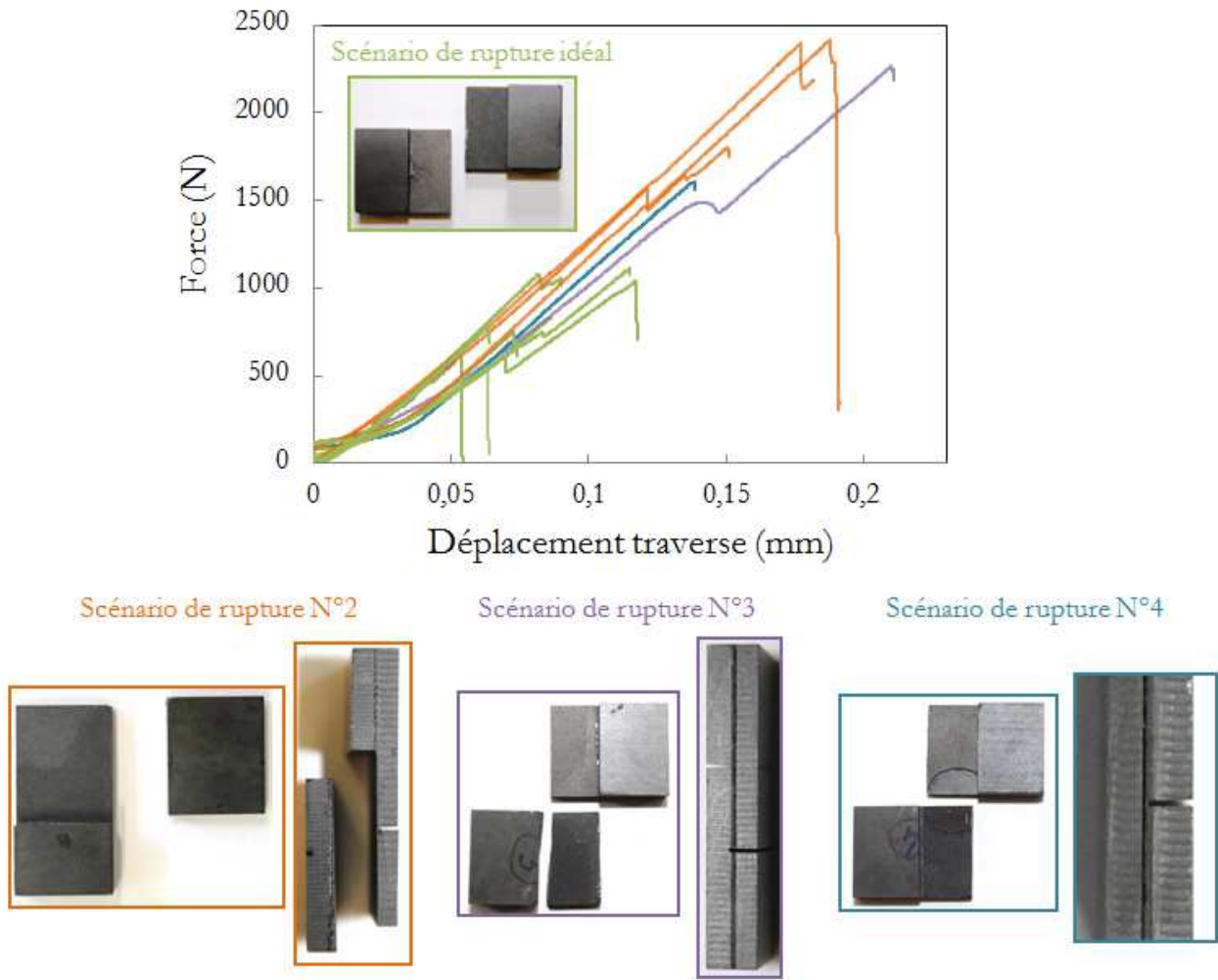


Figure IV- 13 : Courbes de chargement des essais de cisaillement, avec faciès de rupture correspondants, pour les différents scénarios de rupture observés

### III.1.3 Bilan des essais

Pour résumer, dans le cas idéal de rupture adhésive entre les deux entailles, les paramètres initiaux de la loi cohésive en mode II,  $T_{t,max}$  et  $\delta_m$ , sont récapitulés dans le Tableau IV- 3.

Raideur initiale	Contrainte critique de cisaillement	Ouverture critique
$K_n$	$T_{t,max}$	$\delta_m$
$10^9 \text{ N/mm}^3$	6,0 MPa	1 $\mu\text{m}$

Tableau IV- 3 : Paramètres d'entrée de la loi cohésive en mode II issus des résultats expérimentaux

### III.2 Résultats numériques : cas idéal de rupture adhésive

L'ouverture critique ainsi que la contrainte critique de traction identifiée précédemment sont supposées fixes à  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$  et une valeur moyenne  $T_{n,max} = 6,5 \text{ MPa}$ . La contrainte critique de cisaillement  $T_{t,max}$  sera ajustée de sorte à faire coïncider les forces à rupture numériques aux mesures expérimentales. Dans ce paragraphe, seuls les cas idéaux de rupture adhésive entre les deux entailles sont utilisés afin d'identifier la contrainte critique de cisaillement.

### III.2.1 Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage

Un modèle en 2D sous l'hypothèse de déformations planes est adapté à la modélisation de l'essai de cisaillement. Les déplacements horizontaux de certains bords de l'éprouvette sont bloqués afin de satisfaire les conditions de maintien par le biais de l'outil de guidage. Un déplacement vertical est appliqué sur la surface supérieure.

Un maillage progressif est réalisé de  $10\ \mu\text{m}$  à l'interface à  $0,3\ \text{mm}$  sur les bords (Figure IV- 14). Des contraintes de cisaillement élevées entre les deux entailles sont visualisables sur la Figure IV- 14. Elles confirment bien la présence d'une sollicitation de cisaillement à l'interface.

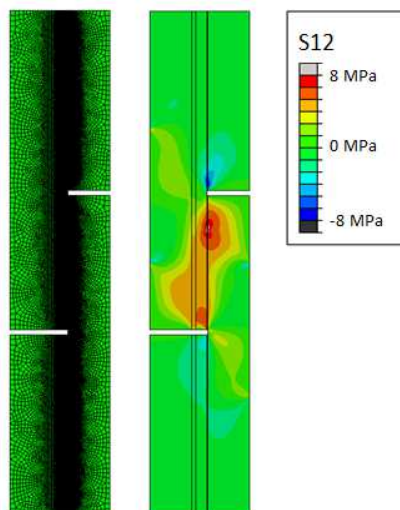


Figure IV- 14 : Maillage et champ de contraintes de cisaillement dans l'éprouvette de cisaillement

### III.2.2 Courbes de chargement

Les courbes numériques représentant la force appliquée en fonction du déplacement imposé sur la face supérieure sont reportées sur la Figure IV- 15, en comparaison des courbes expérimentales.

Les forces à rupture numériques sont en accord avec les forces à rupture déterminées expérimentalement pour une contrainte critique de cisaillement de la loi cohésive  $T_{t,max}$  variant entre **4,9 MPa et 21 MPa**. Les forces à rupture numériques varient alors entre 500 N et 1025 N.

Alors que la diminution de force mesurée est instantanée, l'évolution de la force numérique, juste avant et au-delà du pic de charge, varie en fonction de la valeur de  $T_{t,max}$ . L'allure des courbes numériques est variable selon la valeur de la contrainte critique de cisaillement. Une non linéarité, en amont du pic de charge maximal, apparaît. La décroissance de la charge, lors de la propagation de la fissure, est d'autant plus douce que l'énergie d'adhérence en mode II,  $G_{II,c}$ , de la loi cohésive est importante, c'est-à-dire lorsque la contrainte critique de cisaillement  $T_{t,max}$  augmente, pour une ouverture critique  $\delta_m$  fixée.

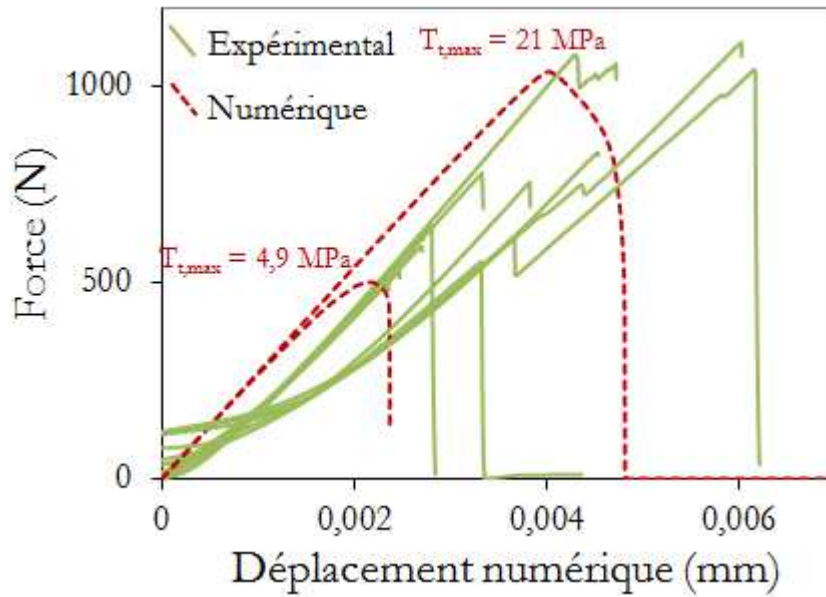


Figure IV- 15 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de cisaillement

### III.2.3 Profil de contraintes à l'interface

L'analyse des contraintes de cisaillement de long de l'interface, entre les deux entailles, nous informe sur les zones de concentrations de contraintes pouvant être à l'origine d'un amorçage de fissure (Figure IV- 16). Avant apparition de l'endommagement à l'interface, la contrainte de cisaillement est maximale au niveau de l'entaille supérieure (traversant l'épaisseur de substrat) et atteint 10,7 MPa. Nous pouvons logiquement supposer que l'interface commencera à s'endommager au niveau de cette entaille.

Lorsque l'endommagement s'initie à l'interface, les éléments endommagés perdent en raideur et la contrainte de cisaillement diminue fortement à cet endroit. En pointe de la zone endommagée, un pic de contrainte atteignant environ 12 MPa est observable.

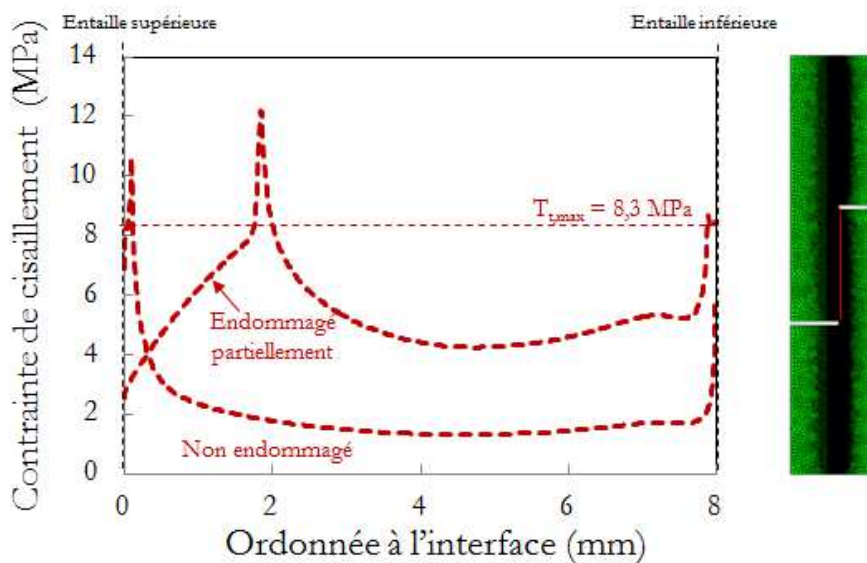


Figure IV- 16 : Profil de contrainte de cisaillement à l'interface pour l'essai de cisaillement

### III.2.4 Scénario de rupture

Le scénario de rupture est directement visualisable en suivant l'évolution de la variable d'endommagement  $SDEG$ , le long de la zone cohésive (Figure IV- 17). On s'aperçoit, dans un premier temps, que l'endommagement s'initie au niveau de l'entaille supérieur dans le substrat, ce qui est cohérent avec le profil de contrainte observé (Image N°2). Cet endommagement s'étend le long de l'interface entre les deux entailles, et dans la partie supérieure de l'éprouvette en moindre mesure (Image N°3). De l'endommagement apparaît également à l'interface, au niveau de l'entaille inférieure. L'endommagement devenant étendu, la non linéarité sur la courbe de chargement s'accroît. Le critère de rupture en déplacement est atteint au niveau de l'entaille supérieur d'où s'amorce une fissure (Image N°4). La charge se met alors à décroître. La fissure se propage jusqu'à l'entaille inférieure (Image N°5) provoquant une diminution encore plus importante de la charge jusqu'à la rupture totale.

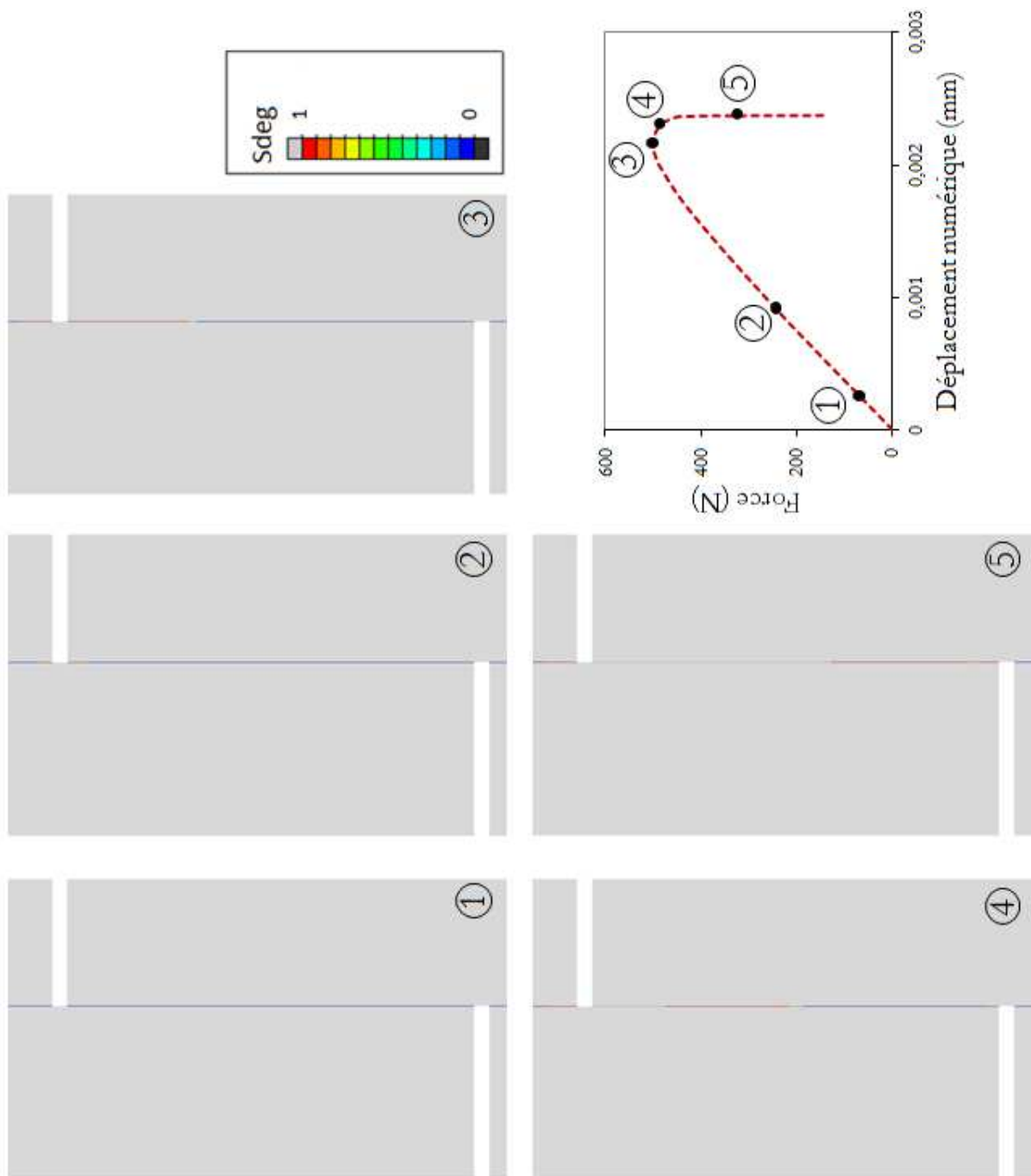


Figure IV- 17 : Scénario de rupture au cours d'un essai de cisaillement

### III.2.5 Vérification du critère d'amorçage et de rupture

La réponse contrainte-ouverture d'un élément de la zone cohésive proche de l'entaille supérieure d'où s'amorce la rupture est tracée sur la Figure IV- 18. La proportion de sollicitation en mode II (en vert) au cours de l'essai de cisaillement est majoritaire devant le mode I (en rouge). La contrainte maximale de cisaillement  $T_n$  atteinte, à l'amorçage, est de 9,1 MPa. Elle dépasse légèrement la contrainte critique de cisaillement d'entrée, à savoir  $T_{t,max} = 8,3$  MPa. Ce léger pic s'explique probablement par l'introduction d'une régularisation visqueuse dans le modèle qui engendre une augmentation fictive de l'énergie du système pouvant provoquer ce genre de pic de contrainte. Néanmoins, ce pic est très localisé et suffisamment faible pour pouvoir négliger l'apport d'énergie visqueuse (cf étude paramétrique du CHAPITRE III). Cela n'a aucune influence sur la mesure du taux de restitution de l'énergie.

Aucun saut de solution ne se produit : les ouvertures à rupture en mode I et mode II valent respectivement  $\delta_n = 0,12 \mu\text{m}$  et  $\delta_t = - 1,0 \mu\text{m}$ , ce qui induit une ouverture à rupture critique de  $\delta_m = 1,0 \mu\text{m}$ , soit égale à l'ouverture critique théorique. Le profil d'entrée de la loi cohésive  $T - \delta$  est correctement suivi.

L'aire sous la courbe contrainte-ouverture en mode II, qui correspond au taux de restitution de l'énergie en mode II, est équivalente à environ  $G_{II,c} = 4,1 \text{ J/m}^2$ .

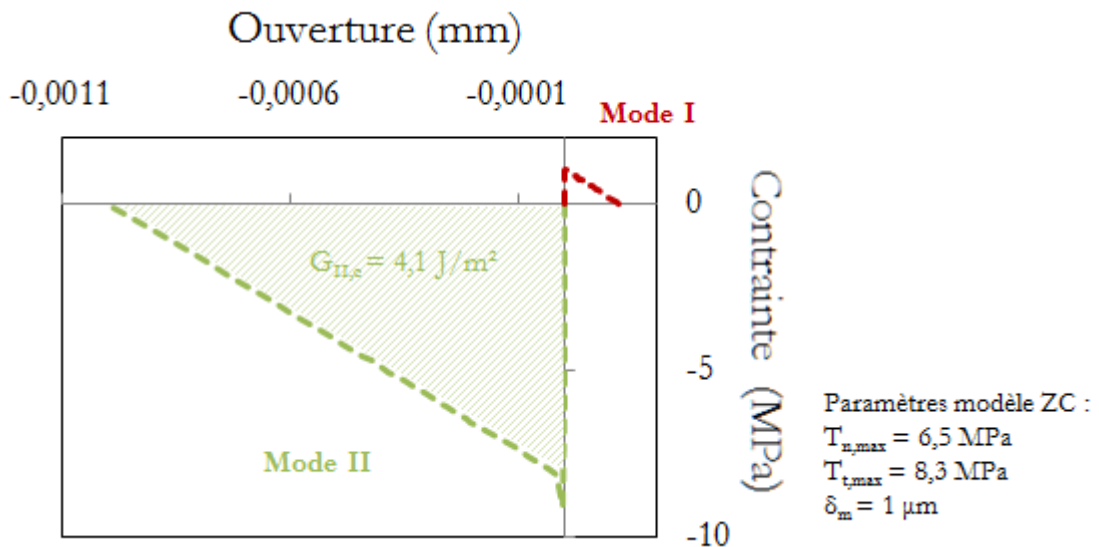


Figure IV- 18 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC

### III.3 Résultats numériques : prise en compte des défauts de préparation

L'objectif de cette partie est de mieux appréhender certaines anomalies présentes sur les courbes de chargement expérimentales et sur certains faciès de rupture. Le modèle cohésif identifié préalablement sera employé pour expliquer ces résultats expérimentaux.

Les paramètres de la loi cohésive retenus pour les modélisations suivantes sont les moyennes des paramètres identifiées précédemment par le biais des essais de traction et de cisaillement, à savoir  $T_{n,max} = 6,5$  MPa,  $T_{t,max} = 8,3$  MPa et  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$ .

### III.3.1 Champ de contraintes dans les éprouvettes défectueuses

Nous avons vu précédemment que la qualité de préparation des éprouvettes pouvait fortement influencer le scénario de rupture, et ainsi la force à rupture mesurée qui joue un rôle essentiel dans l'identification du paramètre  $T_c$  de la loi cohésive. Il est donc primordial de pouvoir mieux appréhender l'impact de tels défauts sur les critères retenus pour l'identification que sont le scénario de rupture et la force à rupture. Pour cela, des modélisations tenant compte de divers défauts de préparation sont réalisées et leur réponse macroscopique analysée. Plus particulièrement, deux types de défauts sont étudiés (Figure IV- 19) :

- o Une entaille réalisée au travers de la couche de substrat trop courte, laissant place à un ligament de substrat, entre le fond d'entaille et l'interface, d'une épaisseur de 200  $\mu\text{m}$ .
- o Une entaille trop longue dans le substrat, qui dépasse l'interface et s'arrête dans la couche de revêtement métallique projetée plasma à une profondeur de 200  $\mu\text{m}$ .

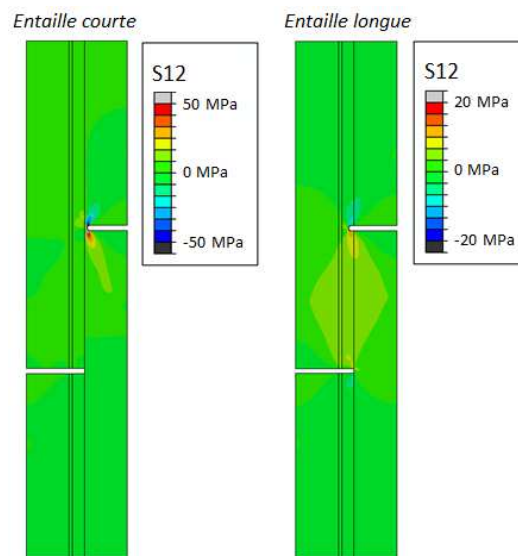


Figure IV- 19 : Modélisation d'éprouvettes avec défauts de préparation : entaille courte (à gauche) et entaille longue (à droite)

### III.3.2 Courbes de chargement

Les courbes force-déplacement numériques et expérimentales, obtenues dans ces différents cas, sont reportées sur la Figure IV- 20. Pour une même loi cohésive, les courbes de chargement numériques varient fortement selon les défauts considérés. Les forces à rupture moyennes dans le cas idéal, traité jusqu'à présent, et dans les deux cas présentant des défauts sont résumées dans le Tableau IV- 4. Avec la prise en compte d'un des défauts, la force à rupture numérique augmente à l'instar des forces à rupture expérimentales. Elle augmente de 30 % dans le cas de l'entaille longue dans le substrat et de plus de 100 % dans le cas de l'entaille courte considérée. Néanmoins, les forces à rupture numériques restent inférieures aux forces à rupture mesurées expérimentalement avec défauts. De telles valeurs expérimentales pourraient s'expliquer par le cumul de défauts sur une même éprouvette, ou bien par des défauts plus marqués telle qu'une entaille de plus petite longueur laissant un ligament de substrat d'une épaisseur supérieure à 200  $\mu\text{m}$ .



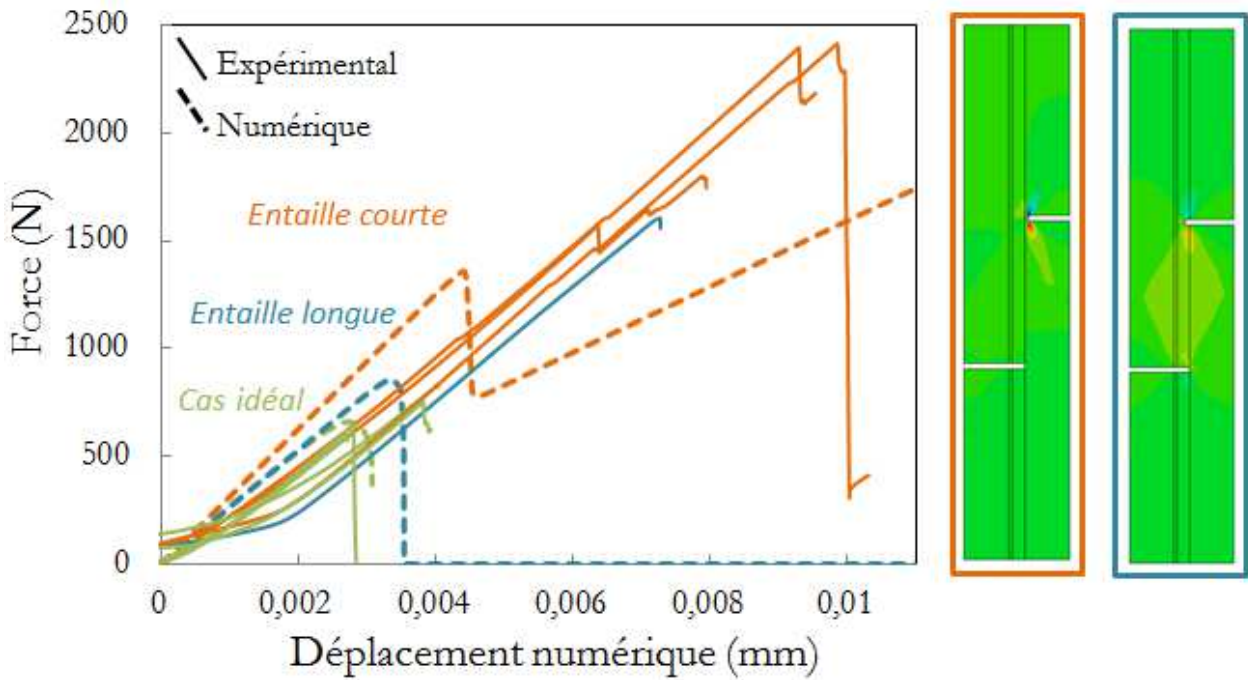


Figure IV- 20 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d’un essai de cisaillement avec et sans défaut de préparation

	Force à rupture expérimentale (N)	Force à rupture numérique (N)
Cas idéal	400 à 1150	656
Entaille courte	1600 à 2400	1360
Entaille longue	2300	856

Tableau IV- 4 : Force à rupture expérimentale et numérique dans différents cas de préparation

### III.3.3 Scénario de rupture

En plus des différences observées sur les forces à rupture, les scénarios de rupture diffèrent selon les géométries d’éprouvettes. L’évolution de la variable d’endommagement *SDEG* dans le cas d’un défaut entaille courte et d’un défaut entaille longue sont respectivement représentés sur la Figure IV- 22 et Figure IV- 23.

#### **Cas d’une entaille courte**

Dans le cas d’une entaille courte, l’endommagement s’initie au niveau de l’entaille inférieure (Image N°2 sur la Figure IV- 22) dont la singularité est plus proche de l’interface. Alors que cet endommagement s’étend le long de l’interface, de l’endommagement apparaît également au niveau de l’entaille supérieure courte qui induit tout de même des concentrations de contraintes dans cette zone (Image N°3). Contrairement au cas de rupture idéale, la fissure s’amorce au niveau de l’entaille inférieure (Image N°4), puis se propage jusqu’à l’entaille supérieure (Images N°5 et N°6). La propagation de fissure entre les deux entailles est à l’origine d’une chute brutale de la force. Cependant, la force ne s’annule pas puisque le ligament de substrat restant assure encore la continuité de l’éprouvette. La propagation de fissure se poursuit alors le long de l’interface, dans la partie supérieure de l’éprouvette (Image N°7), pour une force qui augmente de nouveau linéairement.



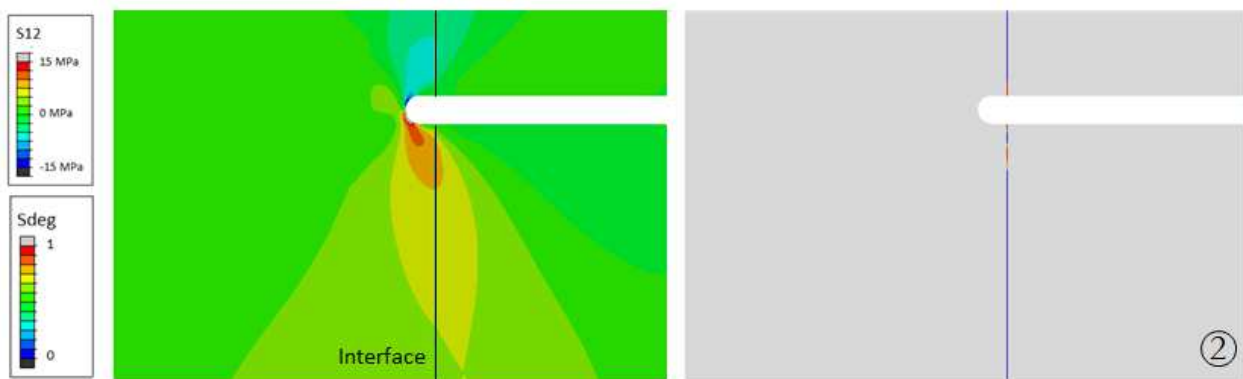
Ce scénario de rupture peut expliquer les chutes de charges, aux alentours de 1500 N, se produisant lors de certains essais dont les éprouvettes présentent ce type de défaut (courbes en orange sur la Figure IV- 20). En effet, ces chutes peuvent témoigner d'une rupture partielle de l'interface, localisée entre les deux entailles. Le délaminage obtenu à l'issue de cette modélisation est conforme au faciès de rupture du scénario N°2 relatif à la Figure IV- 13 (avec un défaut entaille courte).

### ***Cas d'une entaille longue***

Dans le cas d'une entaille longue, le scénario de rupture est très peu modifié par rapport au cas idéal. L'endommagement (Image N°2 sur la Figure IV- 23) ainsi que la rupture (Image N°4) s'amorcent à partir de la même entaille, à savoir l'entaille supérieure présentant le défaut. La différence principale est l'instant d'apparition du premier endommagement à l'interface. En effet, il n'apparaît que très tardivement lors d'un défaut avec entaille longue, c'est à dire pour une force de plus de 600 N, contre 350 N dans le cas idéal. Cela s'explique par une différence de longueur d'entaille impliquant deux singularités différentes et donc des champs de contrainte à proximité du fond d'entaille supérieurs différents.

Dans un cas idéal où l'entaille s'interrompt à l'interface, la singularité de contrainte est localisée au niveau de l'interface précipitant l'apparition de l'endommagement. En revanche, pour une entaille longue dont le fond d'entaille est situé dans le revêtement, une singularité de contrainte, en forme d'« aile de papillon », typique d'un état de déformation plane, apparaît comme illustrée sur la Figure IV- 21. Le maximum des contraintes est alors localisé dans la couche de revêtement et non à l'interface, d'où un départ tardif de fissure nécessitant un apport en force. Par ailleurs, le maximum de contrainte à l'interface n'est pas localisé au voisinage direct de l'entaille, comme c'est le cas en l'absence de défauts, mais à environ 300  $\mu\text{m}$  de l'entaille, d'où s'initie l'endommagement (cf Figure IV- 21).

Une autre différence plus minime est la propagation de l'endommagement plus étendue à l'interface à partir de l'entaille inférieure (Images N°4 et N°5).



**Figure IV- 21 : Champ de contrainte de cisaillement (S12) et variable d'endommagement (SDEG) à proximité d'une entaille longue**

Le délaminage final obtenu par modélisation est identique au faciès de rupture dans le cas idéal, et non au faciès du scénario de rupture N°4 relatif à la Figure IV- 13 (avec un défaut entaille longue). La modélisation réalisée ici ne tient pas compte de la possibilité de rupture adhésive à une autre interface que celle étudiée (substrat céramique/revêtement céramique). La rupture à l'interface revêtement/colle, observée expérimentalement sur le faciès, n'est donc pas modélisée. Une solution serait d'introduire une seconde zone cohésive à l'interface revêtement/colle et/ou un critère de rupture cohésive de la couche de colle. Une compétition entre deux mécanismes de rupture adhésive entre en jeu : rupture adhésive de l'interface revêtement/colle et rupture adhésive de l'interface substrat/revêtement. Mais ce travail ne fait pas l'objet de cette étude.

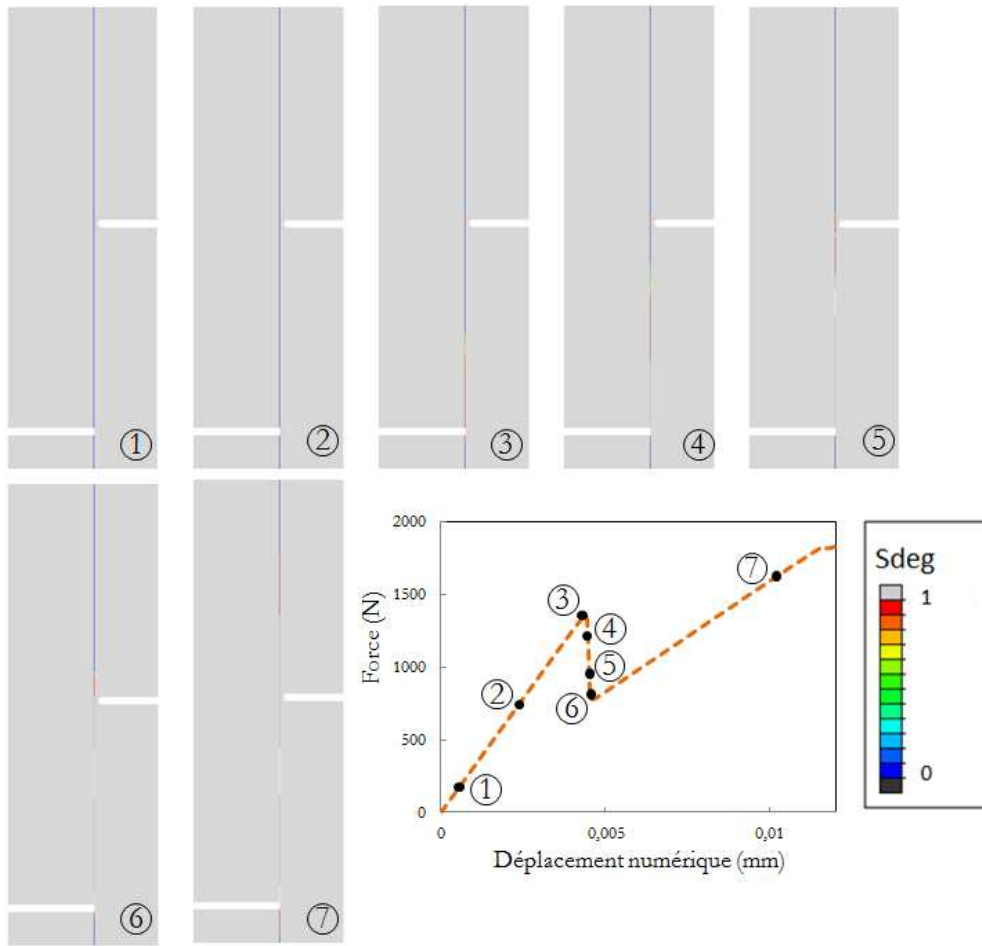


Figure IV- 22 : Scénario de rupture au cours d'un essai de cisaillement avec défaut (entaille courte)

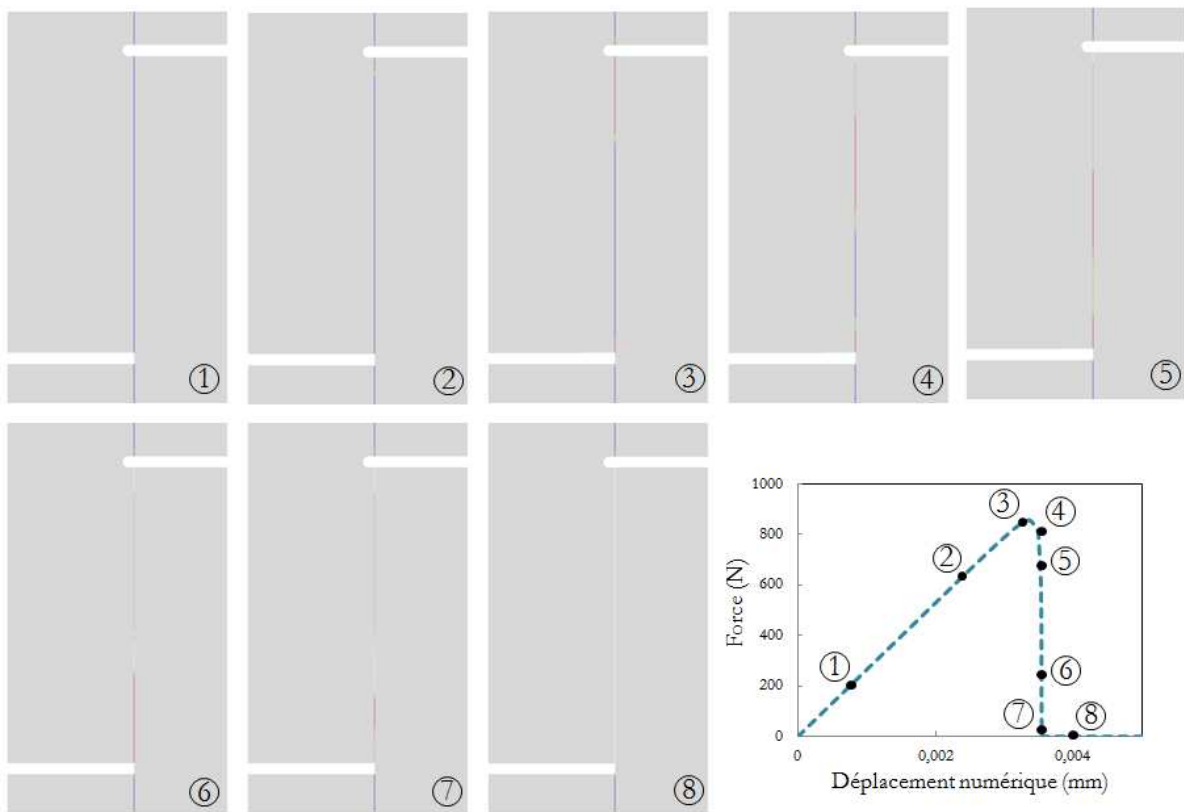


Figure IV- 23 : Scénario de rupture au cours d'un essai de cisaillement avec défaut (entaille longue)

---

### Compétition entre rupture adhésive et rupture cohésive

Enfin, le dernier défaut observé expérimentalement, donnant lieu au scénario de rupture N°3 sur la Figure IV-13, ne sera pas modélisé. Une entaille trop longue dans les couches de contre-plaque, de colle et de revêtement provoque une rupture cohésive transverse dans le substrat. Par conséquent, pour obtenir un scénario de rupture et des résultats numériques tangibles, un critère de rupture cohésive dans le substrat en céramique pourrait être implémenté. Ce travail constitue une des voies d'amélioration du modèle afin de restituer entièrement le scénario de rupture, qu'il s'agisse de rupture adhésive aux interfaces ou de rupture cohésive au sein des différents matériaux constituant le multicouche, mais ne sera pas réalisé dans cette étude.

#### III.4 Bilan des simulations

Après comparaison des résultats expérimentaux et numériques des essais de traction et de cisaillement bi-entaillé, les contraintes critique en mode I et en mode II ont pu être identifiées. Elles tiennent compte de la dispersion expérimentale et sont donc proposées sous la forme d'un encadrement et de valeurs moyennes.

	Contrainte critique de traction	Contrainte critique de cisaillement	Ouverture critique
	$T_{n,max}$	$T_{t,max}$	$\delta_m$
Initial	6,0 MPa	6,0 MPa	1 $\mu\text{m}$
Optimisé	[5,8 ; 6,9] MPa	[4,9 ; 21] MPa	-
Optimisé moyen	6,5 MPa	8,3 MPa	-

Tableau IV- 5 : Paramètres initiaux et optimisés de la loi cohésive de l'empilement N°1

Dorénavant, les paramètres de la loi cohésive sont supposés fixes entre un jeu de paramètres minimal ( $T_{n,max} = 5,8$  MPa et  $T_{t,max} = 4,9$  MPa), le plus critique d'un point de vu de la rupture adhésive, et un jeu de paramètres maximal ( $T_{n,max} = 6,9$  MPa et  $T_{t,max} = 21$  MPa).

Enfin, les modélisations peuvent prendre en compte certains défauts de préparation des éprouvettes de cisaillement. Elles mettent en évidence des scénarios de rupture conformes aux faciès de rupture et certaines cohérences entre courbes de chargement numériques et expérimentales. Elles permettent également d'expliquer les hauts niveaux de force à rupture qui peuvent être atteints sur certaines éprouvettes.

## IV. Vérification de l'ouverture à rupture à partir de l'essai de flexion 4 points

Les résultats expérimentaux de l'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée sur l'empilement N°1 ont été exposés dans le paragraphe I.2. Ils ont servi à l'estimation de l'ouverture critique  $\delta_m$ .

Les paramètres  $T_{n,max}$  et  $T_{t,max}$  sont connus et ont été déterminés précédemment via deux essais distincts : un essai de traction et un essai de cisaillement. Dans cette partie, nous cherchons à vérifier si l'estimation de l'ouverture critique  $\delta_m$  faite initialement à  $1 \mu\text{m}$  est cohérente avec les résultats numériques de l'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée. Les résultats issus de la modélisation, avec la loi cohésive identifiée, sont donc confrontés aux résultats expérimentaux.

### IV.1 Résultats numériques : cas d'une propagation symétrique

#### IV.1.1 Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage

Compte tenu de la symétrie du problème, seule une moitié de l'éprouvette de flexion 4 points est modélisée. Là encore, l'éprouvette est maillée finement par des éléments de taille de  $10 \mu\text{m}$  à l'interface, puis la taille augmente progressivement en s'éloignant. Un modèle sous l'hypothèse de déformation plane est réalisé.

Le champ de contrainte longitudinale est représenté sur la Figure IV- 24. Les contraintes longitudinales maximales dans la couche de substrat en flexion atteignent 60 MPa, au centre, lorsque la pointe de la fissure interfaciale se situe sous l'appui interne. La contrainte de rupture du substrat étant estimée à  $\sigma_R = 106 \text{ MPa}$ , l'éprouvette présente peu de risque de se rompre lors de l'essai.

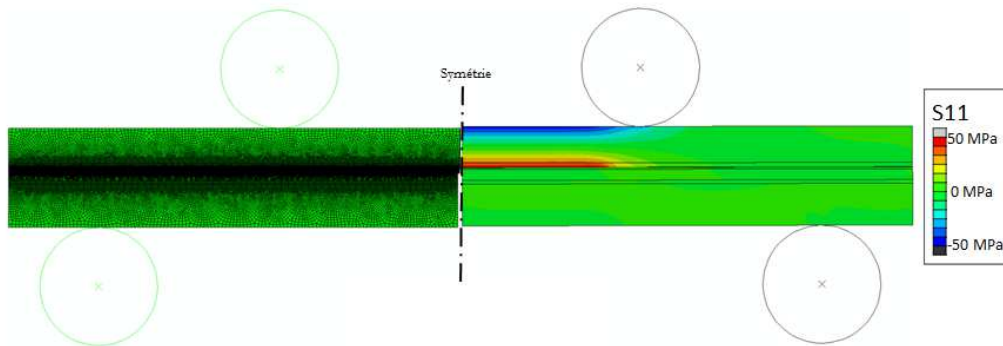


Figure IV- 24 : Maillage et champ de contraintes longitudinales dans l'éprouvette de flexion avec entaille centrée

#### IV.1.2 Courbes de chargement

La force de réaction extraite au niveau des appuis internes est tracée, en fonction du déplacement imposé aux appuis internes, sur la Figure IV- 25. Comme expliqué au paragraphe II.2.2, les déplacements expérimentaux sont corrigés par rapport aux déplacements numériques afin de supprimer la souplesse induite par les différents organes de la machine. L'idéal est de mesurer les déplacements sous les appuis pour effectuer les corrections. Cependant en l'absence d'une telle mesure une autre méthode est appliquée. Dans le cas de l'essai de flexion, les déplacements expérimentaux sont recalés dans la partie post plateau de la courbe, c'est-à-dire dans la phase où seul le substrat est sollicité en flexion. Le facteur correctif est choisi de manière à faire coïncider la pente de la courbe de chargement expérimentale à la pente numérique. Le recalage des déplacements expérimentaux aurait également pu s'effectuer sur la pente initiale.

Par la suite, nous nous concentrons essentiellement sur les valeurs des forces mesurées, et notamment des plateaux de force, et non sur les déplacements corrigés.

L'allure des courbes de chargement numériques est en accord avec les courbes de chargement expérimentales avec présence d'une phase de chargement, d'un plateau de propagation stable, puis d'une phase de recharge au-delà d'un déplacement d'environ 0,025 mm imposé aux appuis. Les plateaux de propagation numériques, pour les deux jeux de paramètres maximal et minimal de la loi cohésive identifiés, sont compris entre 53 N et 64 N. En comparaison, les plateaux de chargement déterminés expérimentalement sont compris entre 46 N et 81 N. Néanmoins des différences entre les courbes numériques et expérimentales persistent. Dans la plupart des cas, une brève chute de charge est observée expérimentalement. Elle correspond à la rupture du ligament de revêtement céramique entre le fond d'entaille et l'interface. Cette étape de la rupture n'est malheureusement pas retransmise numériquement puisqu'aucun critère de rupture cohésive dans la couche de revêtement plasma n'est implémenté. Seule la rupture adhésive à l'interface est modélisée dans ces travaux.

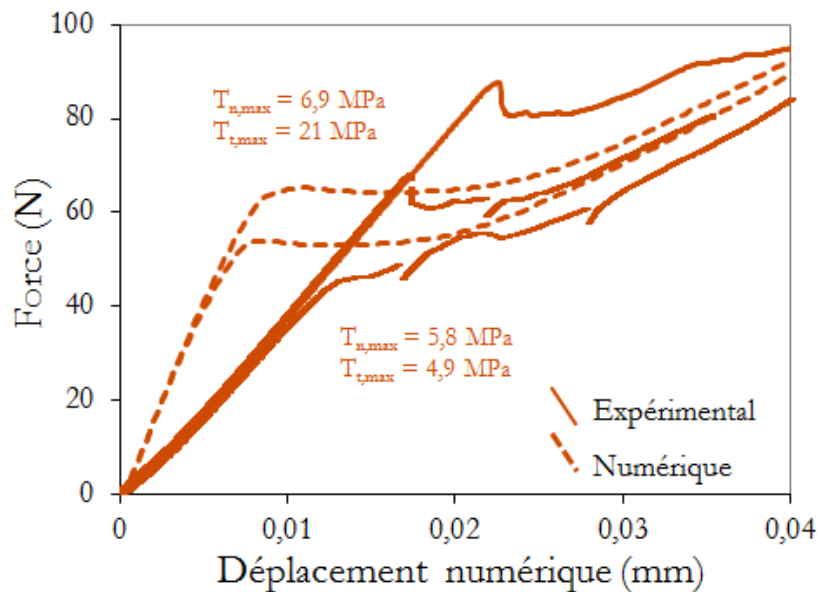


Figure IV- 25 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée et propagation symétrique

#### IV.1.3 Scénario de rupture

Le scénario de rupture à l'interface peut être visualisé sur la Figure IV- 26, sur une éprouvette déjà pré-entallée jusqu'à l'interface d'étude. L'endommagement de l'interface apparaît relativement tôt, aux alentours de 30 N, au centre de l'éprouvette, en fond d'entaille (Image N°2). Puis l'endommagement se propage sur environ 1,5 mm à l'interface (Image N°3). La rupture interfaciale intervient au début du plateau de chargement, en fond d'entaille (Image N°4). La fissure se propage à chargement constant jusque sous les appuis internes (Images N°5 et N°6), avec une longueur de process zone ( $0 < SDEG < 1$ ) constante de l'ordre de 1,4 mm (pour le jeu de paramètres maximal) à 2 mm (pour le jeu de paramètres minimal). Une fois la pointe de fissure à proximité de l'appui interne, les phénomènes de cisaillement s'accroissent rendant la propagation plus difficile. La force augmente donc de nouveau afin que la propagation puisse se poursuivre (Image N°7).

L'estimation de la longueur de la process zone de l'ordre de 1,2 mm, faite par la formule proposée dans le CHAPITRE III, pour l'empilement N°1, est cohérente avec la mesure numérique.

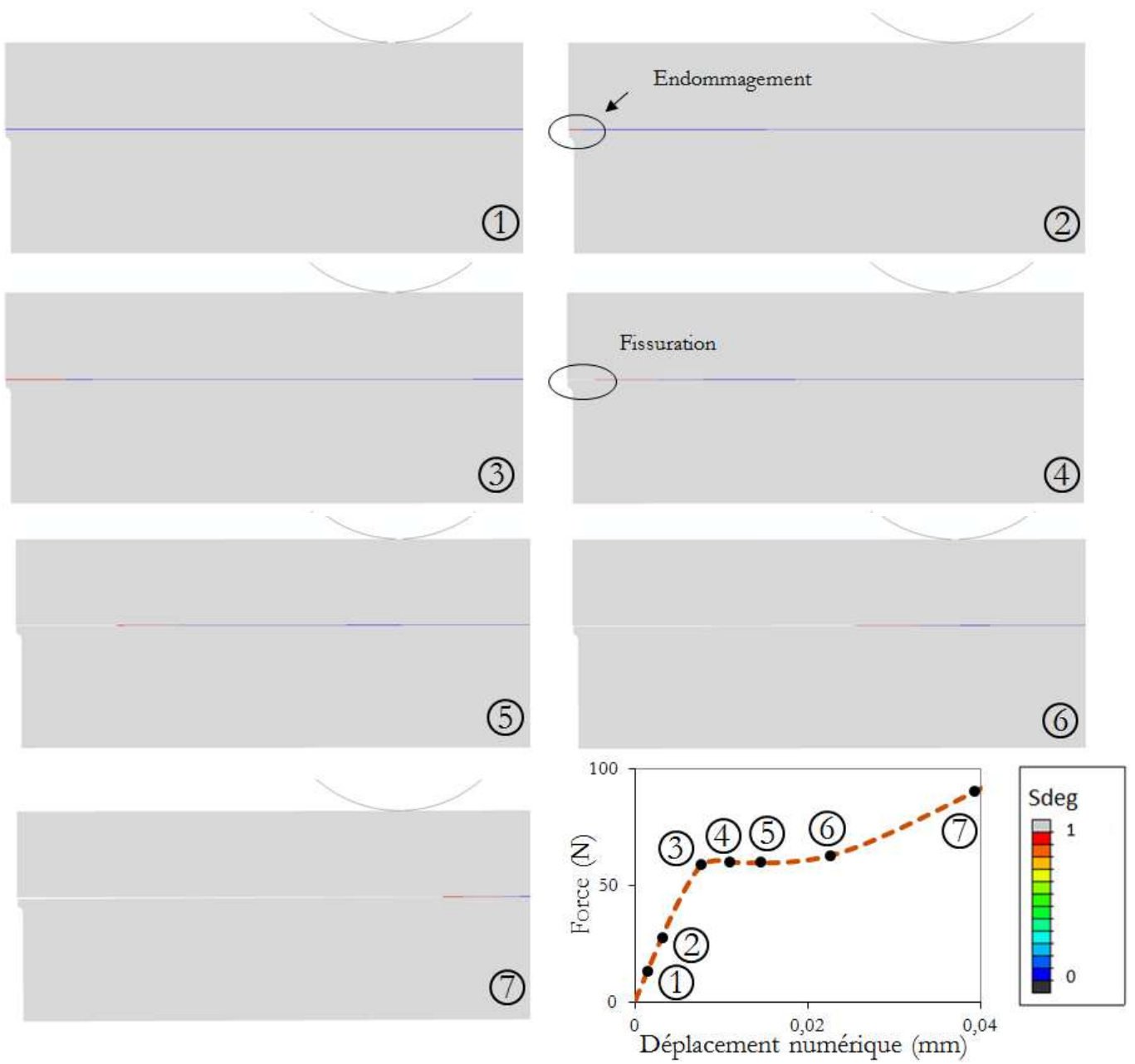


Figure IV- 26 : Scénario de rupture au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée

#### IV.1.4 Vérification du critère d'amorçage et de rupture

La réponse contrainte-ouverture dans un élément situé dans la zone cohésive, en aplomb de la pré-entaille, est représentée sur la Figure IV- 27. La proportion de mode I est relativement supérieure au mode II au cours de l'essai.

Les ouvertures à rupture en mode I et II sont égales à  $\delta_n = 0,95 \mu\text{m}$  et  $\delta_t = - 0,33 \mu\text{m}$ , menant à une ouverture critique de  $\delta_m = 1,00 \mu\text{m}$  exactement. Aucun saut de solution ne se produit donc au cours du calcul numérique de cet essai.

Les contraintes maximales atteintes,  $T_n = 5,7 \text{ MPa}$  et  $T_t = 3,4 \text{ MPa}$ , sont bien inférieures aux contraintes critiques en traction  $T_{n,max}$  et en cisaillement  $T_{t,max}$  imposées par la loi cohésive. Un pic de contrainte de cisaillement est observé très localement sur la courbe en verte. Ce pic trouve son origine dans l'emploi d'une régularisation visqueuse comme expliqué dans le paragraphe III.2.5.

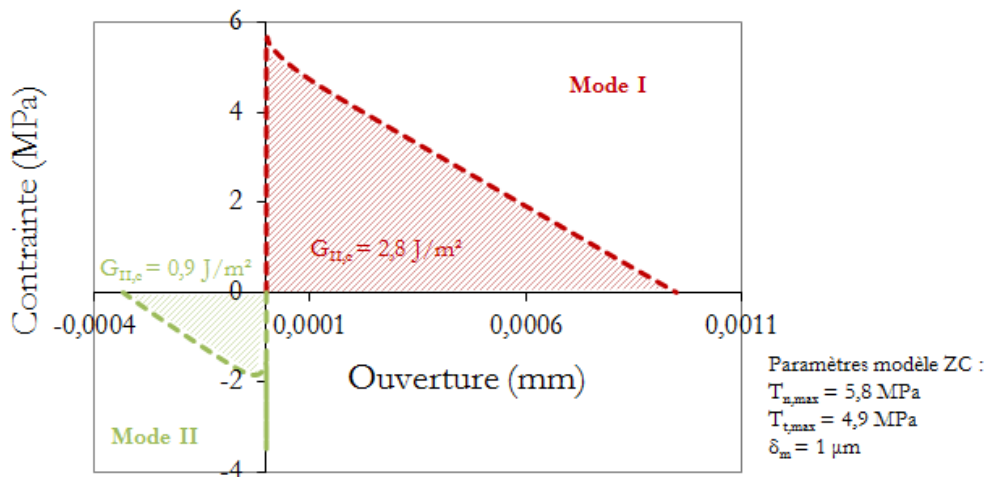


Figure IV- 27 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC

#### IV.1.5 Mixité modale

L'angle de phase déterminé numériquement par la méthode des déplacements, décrite dans le CHAPITRE III, est estimé en moyenne à  $\Phi = - 26,7^\circ$  lors de la propagation stable de la fissure, c'est-à-dire entre 2 mm et 6 mm de longueur de fissure interfaciale. Compte tenu de la différence de propriétés élastiques entre les deux matériaux adjacents à la fissure (revêtement céramique et substrat céramique), un angle supplémentaire d'environ  $- 8,6^\circ$  est à considérer. Par conséquent, la mixité modale normalisée au cours de la propagation stable de fissure à l'interface est estimée à  $\Psi^* = - 35,5^\circ$  en moyenne. Son évolution en fonction de la longueur de fissure est tracée sur la Figure IV- 28. La valeur absolue de la mixité modale augmente à proximité de l'appui interne ce qui témoigne d'une augmentation du mode II, et donc des effets de cisaillement aux abords des appuis internes. En moyenne, la proportion de mode I est plus importante que la proportion de mode II au cours de l'essai car la valeur absolue de la mixité modale est inférieure à  $45^\circ$ .

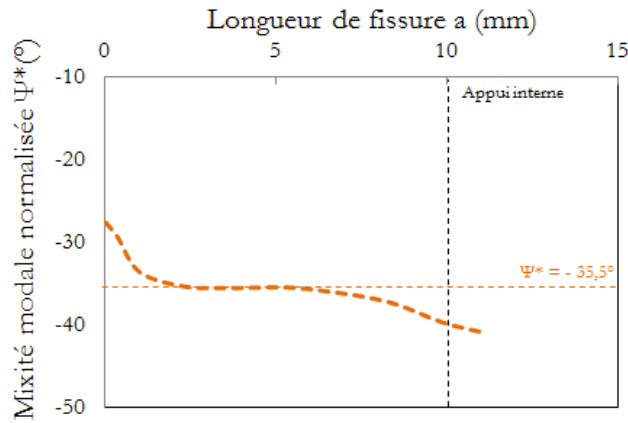


Figure IV- 28 : Evolution de la mixité modale  $\Psi^*$  en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée

#### IV.1.6 Bilan des simulations

La modélisation de l'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée avec un modèle de zones cohésives, dont l'ouverture critique est estimée à  $1 \mu\text{m}$ , fournit des résultats numériques satisfaisants et en bon accord avec les observations expérimentales. Cela vient corroborer l'estimation faite initialement du paramètre  $\delta_m$ . L'estimation de l'ouverture à rupture de la loi cohésive est donc validée et sera fixée par la suite à  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$ .

### IV.2 Résultats numériques : cas d'une propagation asymétrique

Il a été mis en évidence dans le paragraphe I.2, présentant les résultats expérimentaux de l'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée, l'existence de différents scénarios de rupture au cours des essais effectués. Un certain nombre d'éprouvettes testées ont montré une propagation de fissure interfaciale asymétrique, rendant leur exploitation impossible pour la détermination de l'énergie d'adhérence. Les courbes de chargement sont ainsi légèrement modifiées par rapport au cas de propagation symétrique recherché (Figure IV- 2).

#### IV.2.1 Hypothèses de calculs

Afin de mieux comprendre l'origine de ces phénomènes et dans l'espoir d'améliorer l'expérimentation de l'essai de flexion 4 points, une étude numérique est réalisée. Plusieurs hypothèses sont formulées sur l'origine de l'asymétrie observée et sont tentées d'être vérifiées par la modélisation. Trois hypothèses principales se distinguent :

- Une hétérogénéité de l'adhérence à l'interface pourrait expliquer la propagation de la fissure dans une direction préférentielle
- Ou bien un décentrage de l'éprouvette lors de l'essai pourrait également induire une dissymétrie de propagation
- Une dissymétrie du chargement causée par un défaut de planéité de l'éprouvette pourrait favoriser une propagation asymétrique

Pour vérifier cela trois modèles sont réalisés (Figure IV- 29). Dans le premier, deux zones cohésives de paramètres distincts sont insérées à l'interface de part et d'autre de l'entaille centrée. L'une des zones cohésives possède les paramètres moyens identifiés précédemment ( $T_{n,max} = 6,5 \text{ MPa}$  ;  $T_{t,max} = 8,3 \text{ MPa}$  et  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$ ), et



l'autre possède des contraintes critiques 2 à 3 fois plus élevées ( $T_{n,max} = 20 \text{ MPa}$  ;  $T_{t,max} = 20 \text{ MPa}$  et  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$ ) permettant de simuler une zone de l'interface de plus forte adhérence.

Dans le deuxième modèle, l'entaille est décentrée de 1 mm par rapport à l'axe de symétrie des appuis pour simuler un défaut de positionnement de l'éprouvette.

Dans le dernier modèle, un chargement dissymétrique est modélisé, favorisant le contact d'un des appuis internes avec l'éprouvette. Expérimentalement, il est parfois observé un contact entre un seul appui interne et l'éprouvette, lors de la mise en charge. Un chargement de flexion 3 points décentré est donc modélisé.

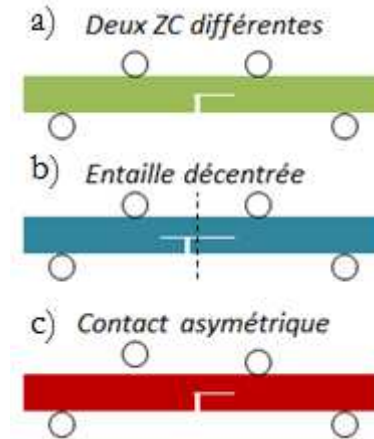


Figure IV- 29 : Configurations hypothétiques

#### IV.2.2 Courbes de chargement

Les courbes de chargement numériques obtenues dans les différentes configurations précédemment décrites sont représentées sur la Figure IV- 30.

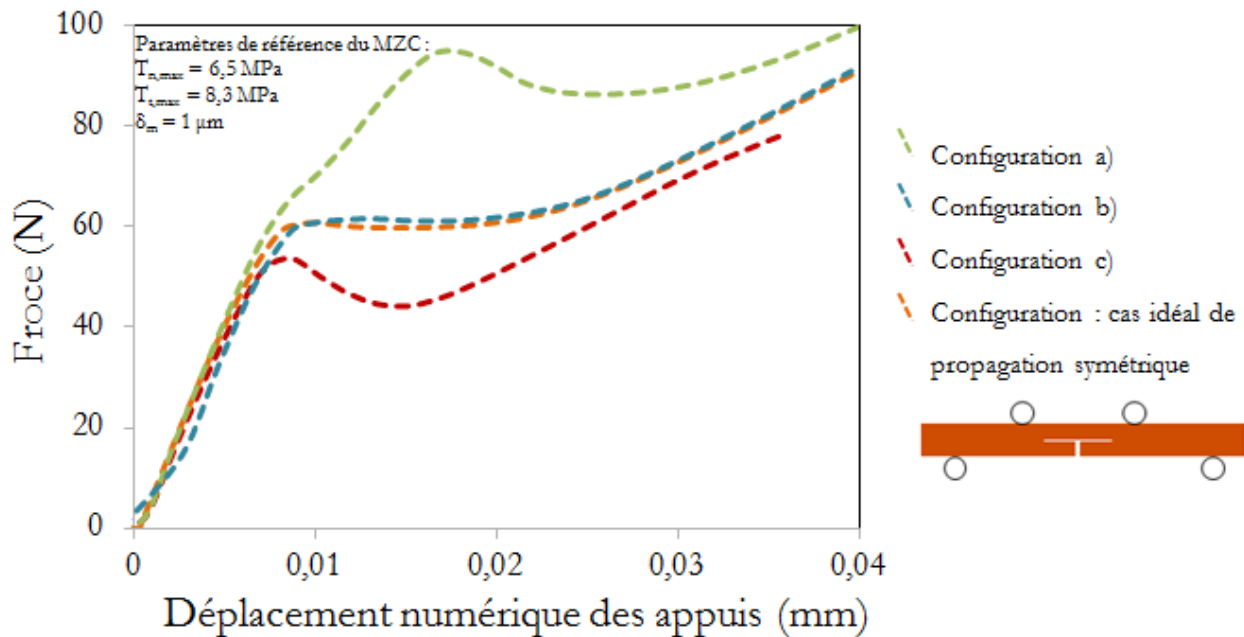


Figure IV- 30 : Courbes de chargement numériques d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée, pour une propagation symétrique (cas idéal) et différentes configurations

- a) Dans le cas du modèle où deux zones cohésives, de paramètres différents, sont insérées de part et d'autre de l'entaille centrée, la courbe de chargement (en vert) présente une allure fortement différente. La première inflexion située aux alentours de 70 N correspond à la propagation interfaciale d'une fissure d'un seul côté de l'éprouvette, c'est-à-dire la propagation asymétrique. L'interface modélisée par la zone cohésive possédant les paramètres identifiés dans ce chapitre ( $T_{n,max} = 6,5 \text{ MPa}$  ;  $T_{t,max} = 8,3 \text{ MPa}$  et  $\delta_m = 1 \mu\text{m}$ ) est la première à se rompre. L'augmentation de la force se poursuit, puis la seconde interface, d'adhérence bien supérieure, se fissure à son tour à partir de 95 N. Le palier de propagation, constaté sur la courbe à  $F_p = 86 \text{ N}$  environ, correspond à la propagation interfaciale de cette seconde partie de l'éprouvette. Ce scénario de rupture n'est pas en accord avec les observations expérimentales, puisque lors de la propagation asymétrique, aucun plateau de propagation marqué n'est observable sur la courbe numérique. Seule une légère inflexion est visible aux alentours de 70 N.
- b) Dans le cas d'une entaille décentrée, la courbe de chargement (en bleu) ainsi que la valeur de la force de propagation, ne présentent pas de différences significatives. Cela s'explique par un moment de flexion constant entre les deux appuis qui conduit à une propagation symétrique. Un tel défaut n'explique donc pas les différences de courbes de chargement et de faciès de rupture observés.
- c) Enfin, une dissymétrie de chargement simulée par un contact d'un seul des appuis internes durant l'essai implique une courbe de chargement modifiée (en rouge). La propagation de fissure interfaciale s'établit du côté du contact préférentiel avec le montage de flexion, alors que l'autre partie de l'interface demeure intacte. La propagation symétrique, dans le cas idéal (en orange), a lieu sous un chargement constant de  $F_p = 59,7 \text{ N}$ , pour les paramètres moyens de la loi cohésive utilisés. En revanche, la propagation asymétrique ne s'effectue pas sous un chargement constant. La force décroît dans un premier temps, atteint un minimum au cours de la propagation, puis augmente de nouveau. Le pseudo plateau de propagation déterminé dans ce cas équivaut à  $F_p = 44,2 \text{ N}$ , soit une diminution de l'ordre de 26 % par rapport au cas symétrique. L'allure de cette courbe de chargement, présentant une décroissance de la charge juste après l'amorçage de la fissure interfaciale, et un plateau de propagation peu marqué, se rapproche davantage de l'allure des courbes de chargement expérimentales obtenues lors d'une propagation asymétrique (cf Figure IV- 2). Par ailleurs, le faciès de rupture qui en résulte est identique.

Par conséquent, l'obtention de propagation asymétrique au cours d'un essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée résulte sûrement d'un défaut de chargement, et plus spécifiquement d'une dissymétrie du chargement. L'origine peut être un défaut de planéité de l'éprouvette. La charge sous laquelle la fissure interfaciale se propage est alors diminuée de l'ordre de 26 %. Ce défaut peut donc conduire à une sous-estimation de l'énergie d'adhérence de l'interface, par la formule de Hofinger [HOF98]. Les paramètres de la loi cohésive peuvent être sous-estimés s'ils sont identifiés sur la base des courbes de chargement dans un cas de propagation asymétrique. Il est donc primordial de distinguer les cas de propagation asymétrique des cas de propagation purement symétrique. En cas de défauts de symétrie, une correction doit être effectuée et une prudence toute particulière doit être apportée.

---

## V. Validation de la loi d'interface en mode mixte

---

Les paramètres  $T_{n,max}$ ,  $T_{t,max}$ , et  $\delta_m$  du modèle cohésif ont été déterminés via les précédents essais d'adhérence. Ils sont donc fixés dans les modélisations des essais suivants. L'objectif est de valider la loi cohésive identifiée par le biais de deux essais de validation : un essai de flexion 4 points avec entaille décalée et un essai de traction-pelage. Pour ce faire, les courbes de chargement expérimentales et numériques obtenues, ainsi que les scénarios de rupture, seront comparées.

---

### V.1 Essai de flexion 4 points avec entaille décalée

#### V.1.1 Résultats expérimentaux

La réalisation d'un essai de flexion 4 points modifié présente divers avantages. Devant les difficultés d'obtention d'une propagation symétrique par un essai avec entaille centrée, l'essai avec entaille décalée est une bonne alternative pour contrôler la propagation interfaciale et obtenir une plus longue propagation.

Une allure différente de la courbe force-déplacement est attendue pour la validation de la loi cohésive.

Les courbes de chargement dans le cas d'un essai de flexion 4 points avec entaille décalée sont reportées sur la Figure IV- 31 (courbes en violet), et comparées avec les courbes de chargement dans le cas d'une propagation symétrique d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée (courbes en orange).

Le scénario de rupture obtenu est très semblable. Dans un premier temps, l'éprouvette est chargée linéairement en fonction du déplacement imposé par les appuis. La raideur initiale de l'éprouvette est légèrement plus élevée avec l'entaille sous un appui interne. Une force plus importante, de l'ordre de 95 N à 116 N, est nécessaire à la rupture du ligament de revêtement (Figure IV- 32). Une chute importante de la charge est constatée. En effet, le système ayant emmagasiné une plus grande quantité d'énergie lors de sa mise en charge, la propagation de la fissure se fait de manière instable. La propagation de la fissure interfaciale entre les appuis internes a lieu durant la phase de décroissance de la charge. Aucun palier de propagation marqué n'est obtenu, à la manière d'une propagation asymétrique, ce qui constitue la principale différence entre les deux configurations de flexion.

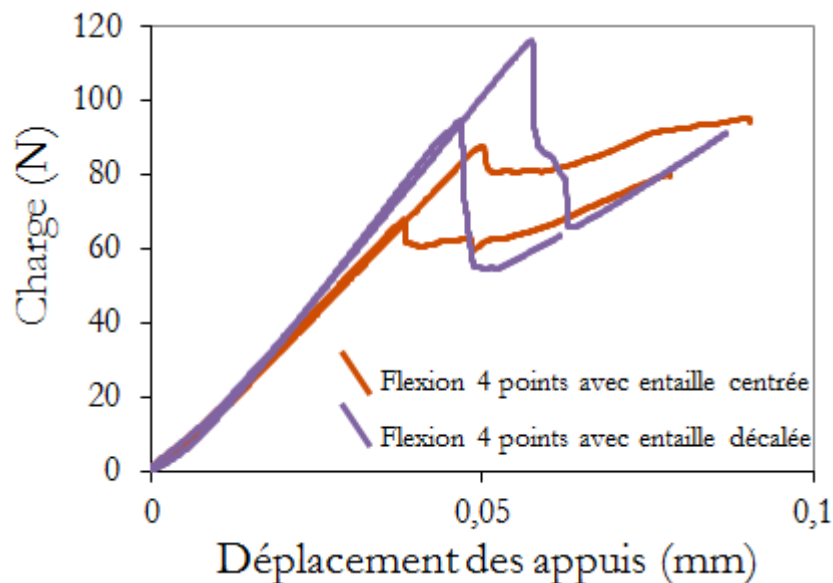


Figure IV- 31 : Courbes de chargement des essais de flexion 4 points avec entaille décalée

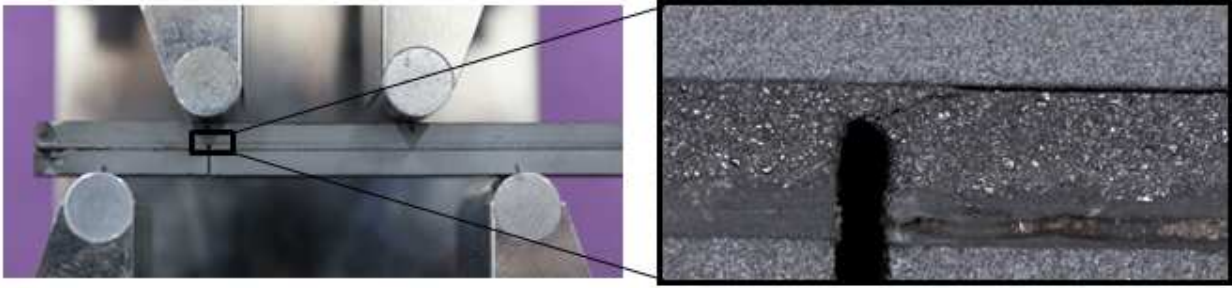


Figure IV- 32 : Fissuration lors d'un essai de flexion 4 points avec entaille décalée

### V.1.2 Résultats numériques

#### *Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage*

L'essai de flexion 4 points avec entaille décalée est modélisé sur la base de l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée (cf paragraphe IV.1). Le maillage de l'éprouvette ainsi que le champ de contraintes longitudinales associé sont représentés sur la Figure IV- 33.

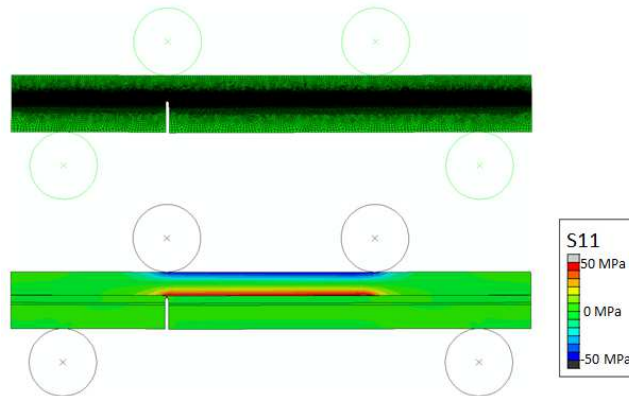


Figure IV- 33 : Maillage et champ de contraintes longitudinales dans l'éprouvette de flexion avec entaille décalée

#### *Courbes de chargement et scénario de rupture*

Après avoir appliqué la même correction sur les déplacements que pour l'essai de flexion avec entaille centrée, les courbes de chargement numériques sont comparées aux courbes de chargement expérimentales sur la Figure IV- 34. La différence d'allure de la courbe de chargement expérimentale observée, pour l'essai de flexion 4 points avec entaille décalée, est également reproduite numériquement. La charge à rupture est plus élevée et atteint numériquement une valeur de l'ordre de 96 N, avec un jeu de paramètres moyen pour la loi cohésive. Lorsque la force appliquée est maximale, la rupture interfaciale s'amorce et sa propagation se poursuit durant la phase de décroissance de la force, comme observé expérimentalement. La charge augmente de nouveau lorsque la pointe de la fissure est à proximité de l'appui interne. La force minimale numérique obtenue au cours de la propagation est de 46 N alors qu'elle est comprise entre 55 N et 66 N expérimentalement.

L'éprouvette de flexion avec entaille décalée présente une raideur initiale plus importante expérimentalement que l'éprouvette avec entaille centrée, ce qui est parfaitement retranscrit par la modélisation.

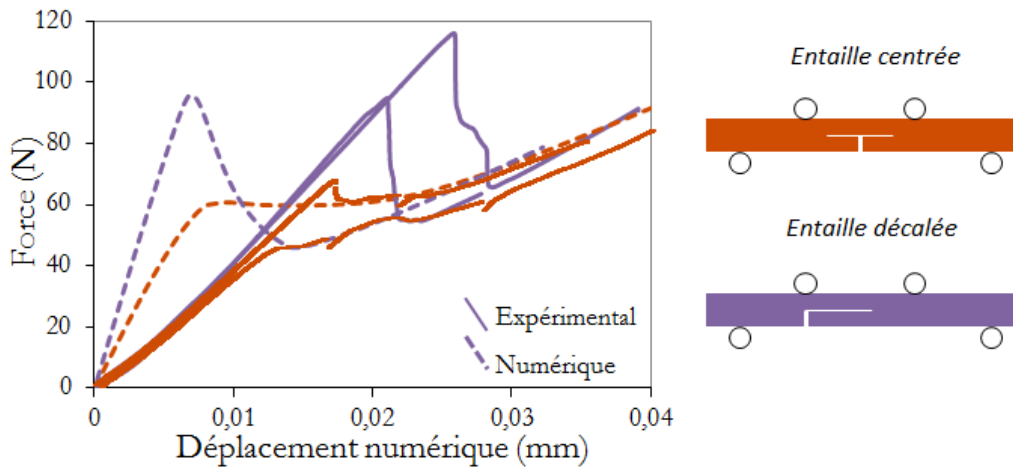


Figure IV- 34 : Courbes de chargement expérimentales et numériques des essais de flexion 4 points avec entaille centrée et entaille décalée

Aussi bien l'allure des courbes de chargement que les niveaux de force atteints (plateau de propagation, force minimale ou maximale) sont comparables avec les résultats expérimentaux, et ce pour les deux configurations d'essais de flexion étudiées. La modélisation de cet essai, par le biais de la loi cohésive identifiée préalablement, permet de restituer la courbe de chargement et le scénario de rupture attendu. Cela nous permet une première validation de la loi cohésive utilisée.

### Mixité modale

La mixité modale est déterminée de la même façon que dans le cas de l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée. L'évolution des mixités modales pour les deux configurations sont tracés en parallèle sur la Figure IV-35. La mixité modale normalisée de l'essai de flexion avec entaille décalée varie peu au cours de la propagation entre les deux appuis internes, c'est-à-dire entre une abscisse de - 10 mm à 10 mm, à l'instar de l'essai de flexion avec entaille centrée. Elle est égale en moyenne à  $\Psi^* = - 34,3^\circ$ , soit quelque peu inférieure à la mixité modale dans le cas d'une entaille centrée. Globalement, la mixité modale est identique pour les deux configurations de flexion étudiées.

Par ailleurs, l'évolution de la mixité modale est similaire dans les deux configurations. Initialement, la mixité modale est de l'ordre de  $- 27^\circ$ , puis augmente durant la phase d'amorçage de la fissure (longueur  $a < 2$  mm) jusqu'à atteindre une valeur constante. La valeur absolue de la mixité modale augmente également à proximité de l'appui interne, lorsque la pointe de la fissure interfaciale se situe à moins de 4 mm de l'appui interne.

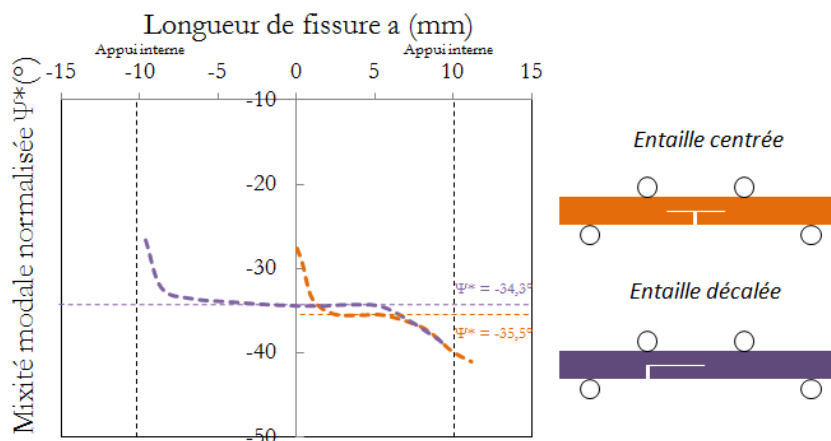


Figure IV- 35 : Evolution de la mixité modale  $\Psi^*$  en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée et entaille décalée

## V.2 Essai de traction-pelage

### V.2.1 Résultats expérimentaux

Les courbes de chargement expérimentales obtenues sur deux essais de traction avec haltère de diamètre réduit à  $\Phi = 10$  mm sont reportées sur la Figure IV- 36. Deux évènements se distinguent clairement : la rupture adhésive de l'interface survient brutalement au point N°1, marquée par une diminution importante de la force sans décharge complète, puis la rupture cohésive du revêtement plasma sur le pourtour de l'haltère supérieure au point N°2. Entre ces deux abscisses, une cloque est créée à l'interface revêtement/substrat et s'étend sous un chargement quasi-constant variant de 50 N à 20 N.

L'essai sur l'éprouvette b) est arrêté après la chute de charge, pour un déplacement de la traverse de 0,12 mm, avant d'être repris, pour des raisons de suivi du délaminage.

Le faciès de rupture de l'éprouvette b) atteste d'une rupture partielle du revêtement plasma sur une section inférieure à la section d'haltère collée suite à un défaut de collage. La force à rupture enregistrée pour cet essai est donc anormalement inférieure à la force à rupture attendue. Cette donnée sera donc écartée des mesures de force à rupture.

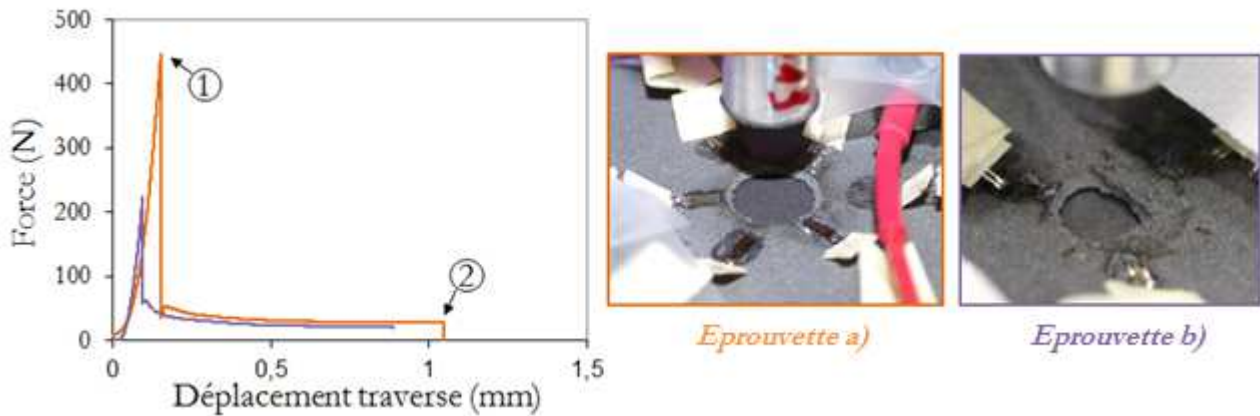


Figure IV- 36 : Courbes de chargement de l'essai de traction-pelage et faciès de rupture associés

L'unique mesure de la force à rupture résulte de l'essai sur l'éprouvette a) et est estimée à  $F_R = 448$  N.

L'observation des faciès de rupture permet de confirmer ce scénario. Le délaminage interfacial apparaît bien aux abords de la zone de revêtement rompue mais son étendue n'est pas perceptible. L'avancée de la fissure au cours des essais de traction-pelage a été suivie à l'aide de jauges de déformations collées en surface du revêtement. L'étude des déformations expérimentales et numériques est reportée en Annexe 4.

### V.2.2 Résultats numériques

#### *Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage*

L'essai de traction avec une haltère de diamètre réduit est modélisé de la même manière que l'essai de traction avec une haltère supérieure de diamètre  $\Phi = 30$  mm, décrit au paragraphe I.3.1. Cependant, la modélisation de l'ensemble de l'éprouvette a montré l'apparition d'un saut de déplacement sur la réponse macroscopique de la loi contrainte-ouverture. Ce phénomène est expliqué par GAO [GAO04] et résulte d'une raideur de l'ensemble de l'éprouvette trop faible impliquant une perte d'unicité de la solution et donc un saut de solution, pour un chargement monotone. Ce phénomène est analysé en Annexe 5, en regard des résultats sur deux configurations de traction avec une haltère de diamètre  $\Phi = 10$  mm.

Pour éviter ce problème, il est convenu de modéliser l'éprouvette avec des haltères tronquées. L'haltère supérieure modélisée possède une base de hauteur fixée à 5 mm, et uniquement la base de hauteur 20 mm de l'haltère inférieure est modélisée. Les conditions aux limites appliquées respectant les conditions de l'essai sont représentées sur la Figure IV- 37. Le profil de contrainte normale à l'interface a été comparé dans les deux configurations (haltères entièrement modélisés et haltères tronqués) afin de s'assurer qu'aucune différence de chargement n'était engendrée par cette modification de configuration (cf Annexe 5).

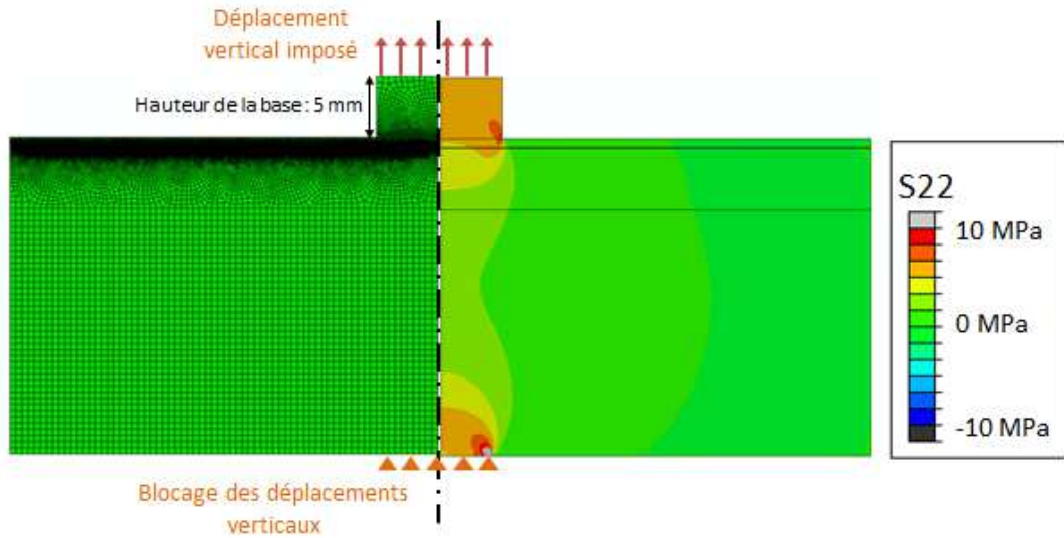


Figure IV- 37 : Maillage et champ de contraintes normales dans l'éprouvette de traction-pelage

### *Courbes de chargement*

Les courbes de chargements numériques obtenues avec les jeux de paramètres minimal et maximal identifiés sont représentées sur la Figure IV- 38, en regard de la courbe expérimentale de l'éprouvette a). Les deux phases de l'essai sont parfaitement reproduites numériquement : la phase de rupture interfaciale à l'origine de la chute brutale de la charge et la phase de délaminage interfacial sous un chargement quasi-constant. La force à rupture déterminée numériquement est comprise entre 556 N et 670 N, alors qu'elle est de 448 N pour l'essai sur éprouvette a). La force durant la propagation interfaciale décroît de 80 – 100 N à 40 – 60 N. La force à rupture numérique surestime d'environ 24 % à 50 % la force mesurée expérimentalement sur l'éprouvette a). Il est à noter que seul un essai expérimental valide a été réalisé dans cette configuration, ce qui pourrait expliquer la différence de force à rupture expérimental et numérique. Compte tenu de la dispersion expérimentale observée sur ce type de matériaux, davantage d'essais seraient nécessaires pour une meilleure comparaison.

La rupture cohésive du revêtement survenant pour un déplacement de la traverse de l'ordre de 0,12 mm, ne peut être reproduite par la modélisation. En effet, aucun critère de rupture du revêtement n'est pris en compte pour le moment. Seule la rupture adhésive est ici modélisée. C'est pourquoi, la phase de délaminage se poursuit numériquement jusqu'à décollement de la totalité du revêtement sur son substrat. L'analyse des contraintes dans l'épaisseur de revêtement peut, en revanche, fournir des indications précieuses sur le risque de rupture encouru.



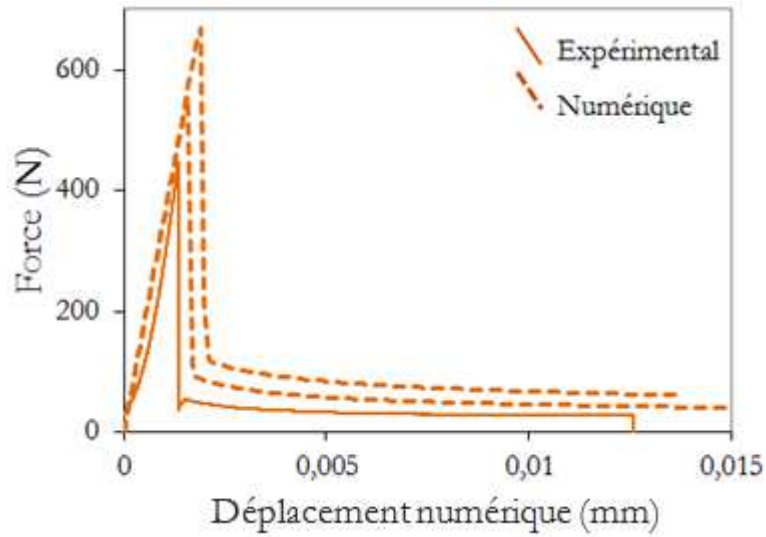


Figure IV- 38 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction-pelage

**Profil de contraintes à l'interface**

Le profil de contrainte normale généré à l'interface revêtement/substrat est comparé pour les deux configurations de traction classique ( $\Phi = 30$  mm) et de traction avec haltère de diamètre réduit ( $\Phi = 10$  mm) sur la Figure IV- 39. Dans les deux configurations, un pic de contrainte sur le bord de l'haltère est constaté. Dans la configuration avec l'haltère de 30 mm de diamètre, la contrainte normale augmente au cœur et est maximale au centre de l'éprouvette. Au contraire, dans la configuration avec haltère de diamètre réduit, elle décroît au centre et présente un minimum local. Cette différence permet de présager d'un départ de rupture à la verticale du bord de l'haltère dans la configuration avec haltère de diamètre réduit, à contrario de la configuration de traction classique.

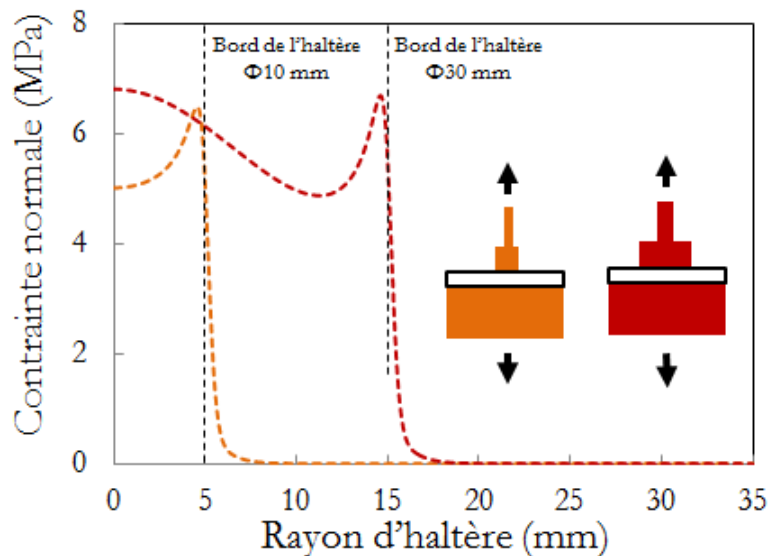


Figure IV- 39 : Profil de contrainte normale à l'interface pour l'essai de traction  $\Phi 30$  mm/ $\Phi 70$  mm et de traction-pelage



### Scénario de rupture

Afin de s'assurer que le scénario de rupture est conforme aux prédictions formulées via le profil de contrainte à l'interface, l'évolution de la variable d'endommagement *SDEG* au cours de l'essai est illustrée sur la Figure IV-41. Comme attendu, l'endommagement apparaît au niveau du bord de l'haltère (Image N°2) correspondant au pic de contrainte. Puis, il s'étend à l'interface dans une seule direction : vers le centre de l'éprouvette (images N°3 et N°4). La rupture s'amorce soudainement sur toute la surface de l'haltère supérieure (Image N°5), coïncidant avec la chute brutale de la force sur la courbe de chargement. Finalement, la fissure interfaciale ainsi créée se propage vers le bord de l'éprouvette sous un chargement quasi-constant (Image N°6).

Comme évoqué précédemment, la rupture cohésive du revêtement ne peut être modélisée. Il n'est donc pas possible de visualiser l'étendue du délaminage interfacial à l'instant de la rupture du revêtement.

Lors de la phase de pelage, une compétition entre la rupture adhésive interfaciale et la rupture cohésive du revêtement intervient. Les champs de contrainte longitudinale et de cisaillement dans le revêtement (Figure IV-40), à divers instants de l'essai, nous renseignent sur l'existence d'un risque de rupture cohésive au sein même du revêtement.

A la suite de la rupture adhésive totale sous l'haltère, les contraintes de cisaillement apparaissent négligeables et les contraintes longitudinales sont localisées en surface du revêtement, comme en témoigne la Figure IV-40. Ces dernières dépassent la contrainte à rupture du revêtement en flexion ( $\sigma_R = 24$  MPa) sur une zone peu étendue en surface, ce qui restreint considérablement le risque de rupture. Le scénario prévoyant un délaminage à la suite de la rupture sous l'haltère est donc parfaitement cohérent. A cet instant, le mécanisme de rupture adhésive interfaciale semble l'emporter.

Lors du pelage, les contraintes longitudinales s'étendent à la surface et deviennent importantes à proximité du bord de l'haltère collée (Figure IV-40, étape de pelage). Elles dépassent la contrainte à rupture en flexion sur une profondeur équivalente à un tiers de l'épaisseur de la couche de revêtement, et sur une longueur de l'ordre de 2,5 mm. Dans ces conditions, on peut supposer que les contraintes dans la couche de revêtement deviennent suffisamment élevées pour engendrer la rupture cohésive. Bien que l'instant exact de la rupture ne puisse être déterminé numériquement, la localisation de la rupture l'est : les contraintes étant maximales en périphérie de l'haltère supérieure, la rupture surviendra dans cette zone, comme observé expérimentalement.

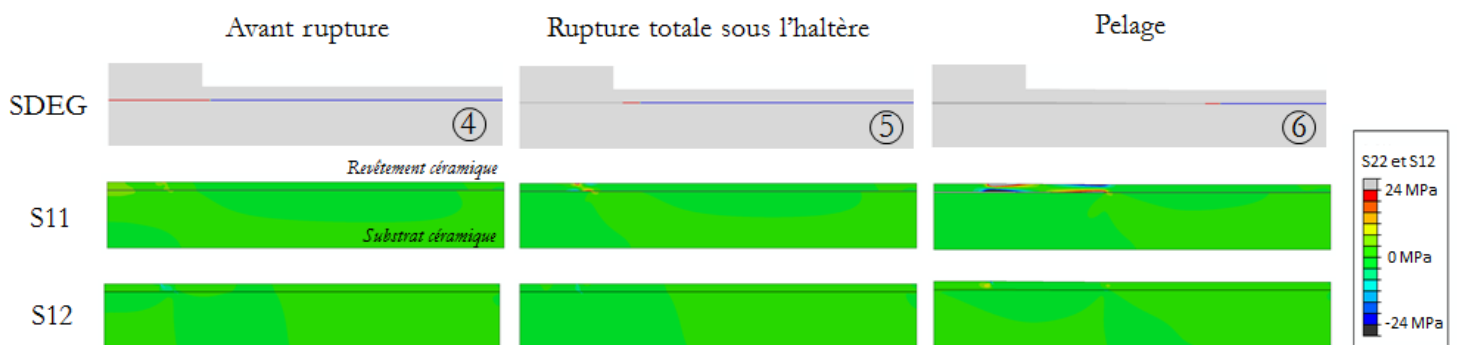


Figure IV-40 : Contrainte longitudinale (S11) et de cisaillement (S12) dans le revêtement pendant la rupture

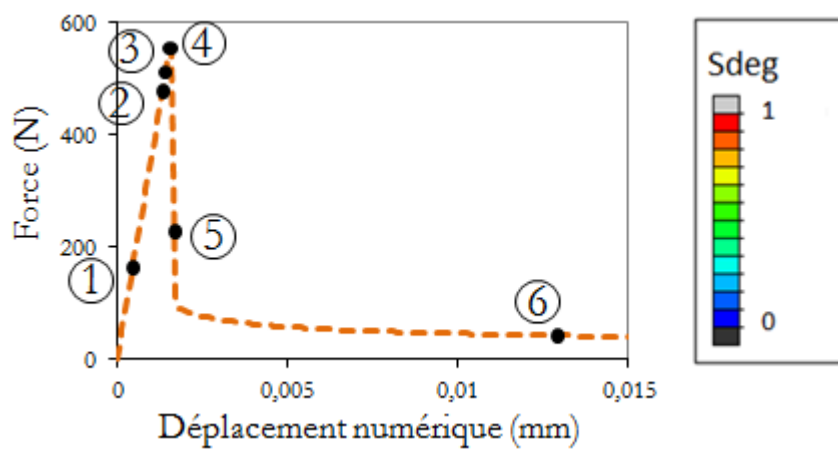


Figure IV- 41 : Scénario de rupture au cours d'un essai de traction-pelage

En amont de la fissure, une zone de compression se forme en surface du revêtement, comme illustrée sur la Figure IV- 42, ce qui explique l'enregistrement de déformations négatives, dans un premier temps (Annexe 4). Une fois la fissure d'avantage propagée, cette même zone est alors sollicitée en traction. Il est intéressant de souligner que le maximum de déformation longitudinale en compression coïncide exactement avec la pointe de fissure. L'enregistrement des déformations en surface peut donc nous renseigner sur la position de la pointe de fissure au cours de l'essai (Annexe 4).

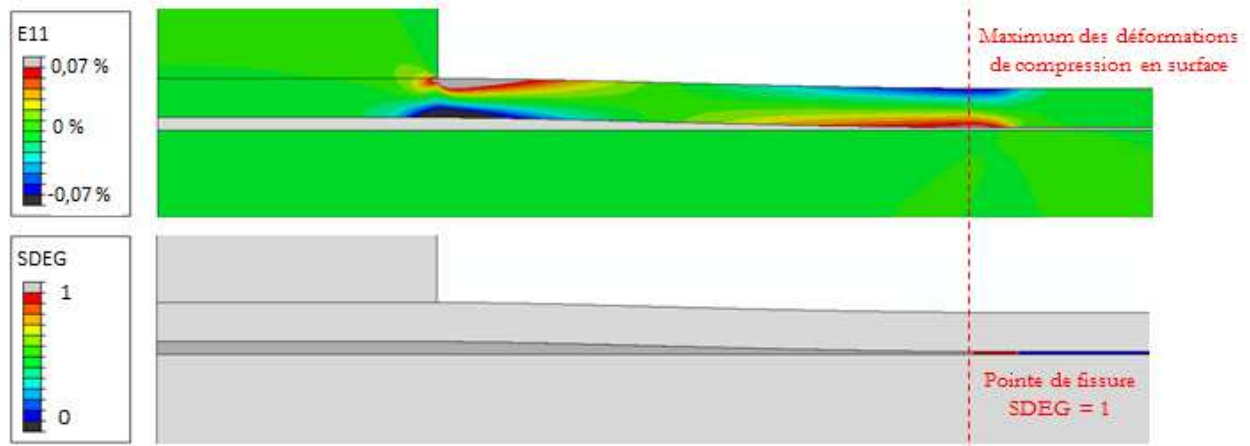


Figure IV- 42 : Déformations longitudinales (E11) dans le revêtement et variable SDEG à l'interface associée, au cours de la phase de pelage

### Mixité modale

Durant la phase de pelage, la mixité modale sous laquelle la fissure interfaciale se propage peut être déterminée (Figure IV- 43). A l'instant de la rupture sous l'haltère, c'est-à-dire lorsque le rayon de fissure est de l'ordre de 5 mm, le mode I prédomine largement ; la mixité modale normalisée vaut  $\Psi^* = - 12^\circ$  environ. Lors de la propagation stable, la proportion de mode II augmente pour se stabiliser aux alentours d'une mixité modale moyenne de  $\Psi^* = - 23,3^\circ$  au cours du délaminage. Au-delà d'un rayon de 14 mm environ, les effets de cisaillement s'accroissent et la mixité modale, en valeur absolue, augmente de nouveau.

La rupture adhésive survenant sous l'haltère s'effectue sous un mode proche du mode I pur, alors que le délaminage se poursuit sous un mode mixte pour lequel le cisaillement n'est pas négligeable.

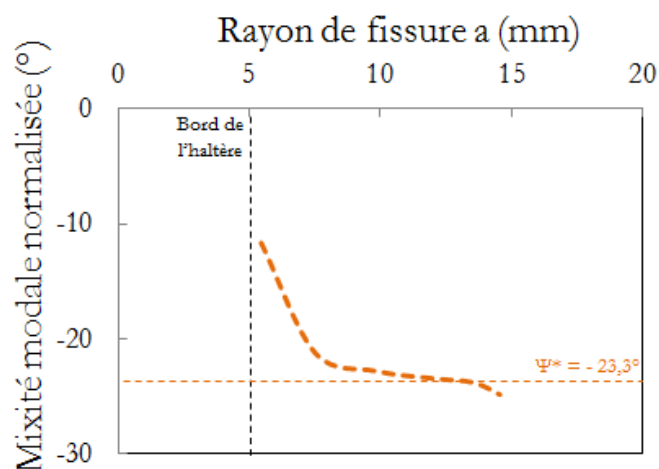


Figure IV- 43 : Evolution de la mixité modale  $\Psi^*$  en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de traction-pelage

## VI. Prise en compte des contraintes résiduelles dans le revêtement projeté plasma

Comme évoqué dans le CHAPITRE II, des contraintes résiduelles inhérentes au procédé de projection plasma sont présentes dans la couche de revêtement céramique. Elles sont estimées de l'ordre de 5 MPa au maximum. Dès la fabrication des éprouvettes revêtues, sous forme de pastilles ou de plaques, ces contraintes induisent des déformations et génèrent des disparités au sein du multicouche. Elles peuvent d'ores et déjà fragiliser l'interface et détériorer sa tenue mécanique. Nous pouvons alors nous demander légitimement dans quelle proportion influent-elles sur les résultats numériques, et notamment sur l'estimation de la force à rupture ?

### VI.1 Simulation des effets de trempe dans le revêtement

La procédure d'identification inverse décrite dans le CHAPITRE III est appliquée sur une plaque d'empilement N°1 de dimensions  $2 \times 15 \times 110$  mm<sup>3</sup>. La flèche expérimentale mesurée par profilométrie vaut environ  $f = 15$   $\mu$ m, sur une portée de 80 mm.

Un quart de l'éprouvette est modélisé en 3D sous ABAQUS. Le champ de température moyen à appliquer pour atteindre une flèche équivalente est déterminé :  $\Delta T = -34,2$  °C.

Dans un premier temps, un chargement thermique est effectué afin d'introduire les contraintes internes correspondantes dans le revêtement, suivi du chargement mécanique souhaité.

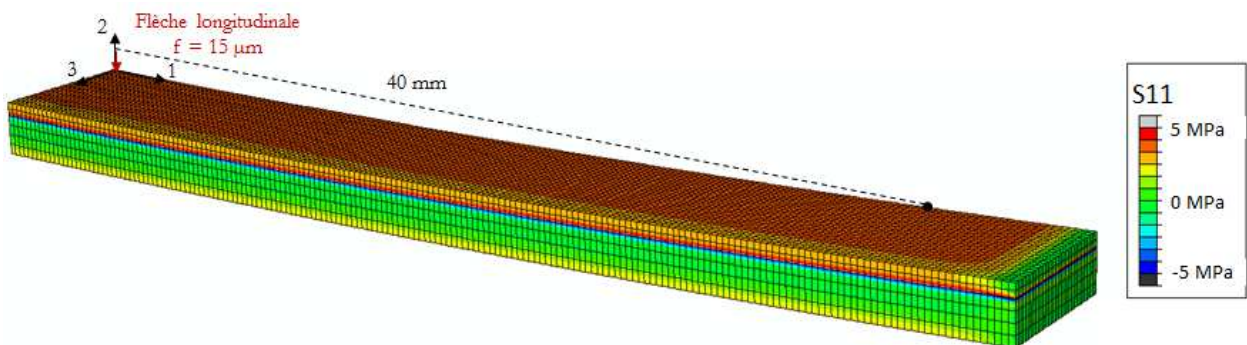


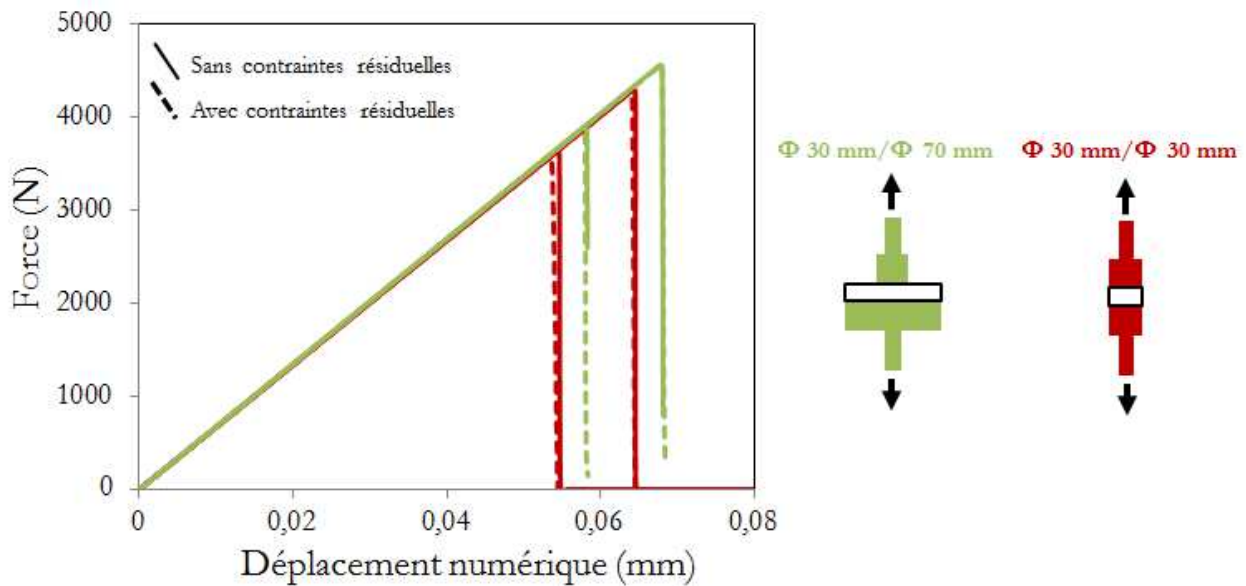
Figure IV- 44 : Champ de contrainte longitudinale dans une plaque revêtue de l'empilement N°1

### VI.2 Influence des contraintes résiduelles sur un chargement mécanique de traction

L'influence des contraintes résiduelles est étudiée sur deux configurations de l'essai de traction double haltère :

- La première configuration se compose d'une pastille revêtue de même dimensions que les deux haltères collées de part et d'autre, à savoir un diamètre de  $\Phi = 30$  mm. Les inconvénients liés à cette configuration ont été évoqués dans le CHAPITRE III, tel que la forte influence des défauts de projection existants sur les pourtours de l'éprouvette.
- La seconde configuration est constituée d'une pastille de plus grande dimension, de diamètre  $\Phi = 70$  mm, et d'une haltère collée sur le revêtement plasma de dimension plus petite égale à  $\Phi = 30$  mm. C'est cette configuration qui a été retenue pour l'identification de la contrainte critique de traction, du modèle cohésif, dans le paragraphe II.

Les calculs numériques pour les deux jeux de paramètres minimal et maximal ont été réalisés dans chaque configuration. La Figure IV- 45 représente les courbes de chargement numériques obtenues sans la prise en compte des contraintes résiduelles, en trait continu, et avec la prise en compte des contraintes résiduelles, en pointillés, et ce pour les deux configurations.



**Figure IV- 45 : Courbes de chargement numériques, avec et sans contraintes résiduelles initiales, pour les essais de traction avec haltères de diamètre  $\Phi = 30$  mm et  $\Phi = 70$  mm**

L'allure des courbes de chargement reste inchangée. La force à rupture de l'interface diminue modérément avec la prise en compte initiale des contraintes résiduelles dans le revêtement. Dans la configuration  $\Phi 30$  mm/  $\Phi 30$  mm, la force à rupture diminue de l'ordre de 0,7 à 1,5 %, alors qu'elle diminue de 0 à 0,9 % dans la configuration  $\Phi 30$  mm/  $\Phi 70$  mm.

À la suite du chargement thermique simulant l'apparition de contraintes résiduelles dans le revêtement, la pastille se déforme en flexion et l'interface commence à s'endommager sur le pourtour, sur une distance de 0,05 à 0,2 mm, dans les deux configurations. Les contraintes longitudinales (S11) atteignent 5,6 MPa au centre du revêtement.

Lors de l'application du chargement mécanique de traction, l'endommagement initié par la présence des contraintes résiduelles se propage à l'interface depuis le bord, dans la configuration  $\Phi 30$  mm/  $\Phi 30$  mm. En l'absence de contraintes résiduelles, l'endommagement et la rupture de l'interface apparaissent exclusivement au centre. Le scénario de rupture est donc légèrement modifié dans cette configuration.

Malgré la présence d'une zone pré-endommagée sur le pourtour de l'éprouvette avant le chargement mécanique, le scénario de rupture, dans la configuration  $\Phi 30$  mm/  $\Phi 70$  mm, n'est pas altéré et suit exactement le scénario décrit sur la Figure IV- 8. En effet, le principal avantage de cette configuration est que seul le cœur de l'éprouvette est sollicité en traction. Ainsi, un défaut d'interface apparaissant sur le pourtour n'a pas d'influence significative sur le chargement. Cela explique également pourquoi la diminution de la force à rupture est moins sensible dans cette configuration.

De manière générale, les contraintes résiduelles étant très faibles dans le revêtement céramique étudié dans ce chapitre (de l'ordre de 5 MPa au maximum) leur prise en compte n'a que très peu d'influence sur les résultats numériques.

*Remarque : La force à rupture dans la configuration  $\Phi 30$  mm/  $\Phi 30$  mm est environ 6 à 7 % plus faible que dans la configuration  $\Phi 30$  mm/  $\Phi 70$  mm, en l'absence de contraintes résiduelles. Cela s'explique par des concentrations de contrainte sur les bords de l'éprouvette dues à l'existence d'une singularité dans la configuration  $\Phi 30$  mm/  $\Phi 30$  mm.*

## VII. Conclusion partielle

Dans ce chapitre, les paramètres de la loi cohésive en mode I et II ont été identifiés avec succès grâce à la mise en œuvre d'essais d'adhérence sollicitant l'interface sous différente mixité modale. La modélisation de l'essai de traction plots collés a permis l'ajustement de la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  et la modélisation de l'essai de cisaillement bi-entaillé celui de la contrainte critique de cisaillement  $T_{i,max}$ . D'autres essais (essai de flexion 4 points avec entaille décalée et essai de traction-pelage) ont permis la validation à posteriori de la loi cohésive.

Les résultats expérimentaux ont souligné la difficulté de réalisation de certains essais d'adhérence (essais de cisaillement et de flexion 4 points avec entaille centrée notamment) lorsque les matériaux de l'empilement qui entrent en jeu sont fragiles et très peu déformables, comme c'est le cas pour l'empilement N°1. Néanmoins, malgré les contraintes matérielles imposées par l'empilement, l'adaptation de la géométrie des éprouvettes, généralement par l'ajout d'une contre-plaque, a permis d'obtenir les ruptures adhésives interfaciales attendues, autorisant ainsi l'exploitation des essais. Les modélisations via les modèles de zones cohésives ont permis d'interpréter certaines anomalies observées expérimentalement, telles qu'une propagation asymétrique lors d'essais de flexion 4 points sur éprouvette entaillée ou des modifications sur les courbes de chargement et les faciès de rupture lors d'essais de cisaillement.

Un critère de rupture en déplacement de la loi cohésive (paramètre  $\delta_m$ ) a été choisi pour l'étude de cet empilement en raison d'un nombre restreint d'essais d'adhérence réalisables. En revanche, pour l'étude de l'empilement N°2, dans le suivant, un critère de rupture en énergie est choisi puisque davantage d'essais d'adhérence sont applicables.

Par ailleurs, la prise en compte des contraintes résiduelles dans le revêtement projeté plasma en céramique n'a pas montré d'influence significative sur les résultats numériques d'essais de traction. L'identification des paramètres de la loi cohésive n'est donc pas bouleversée. Mais ce constat pourrait être remis en cause lorsque les contraintes résiduelles sont de plus grandes ampleur, comme c'est le cas dans le revêtement métallique relatif à l'empilement N°2 étudié dans le CHAPITRE V.



---

## CHAPITRE V

### EMPILEMENT « REVETEMENT METALLIQUE / SOUS-COUCHE POLYMERE / SUBSTRAT CERAMIQUE »

---

Ce chapitre expose les résultats expérimentaux et numériques obtenus pour les différents essais d'adhérence mis en œuvre. La démarche expérimentale/numérique couplée, présentée dans le CHAPITRE III, est appliquée pour l'identification des paramètres de la loi cohésive en mode I et en mode II sur l'empilement N°2.

Les essais expérimentaux étant suffisamment nombreux, une loi phénoménologique  $G(\Psi^*)$ , identifiée sur la base des résultats expérimentaux, sera proposée pour cette interface revêtement métallique/substrat céramique. Par ailleurs, cet empilement présente des caractéristiques supplémentaires à l'empilement N°1 étudié dans le CHAPITRE IV, notamment une sous-couche polymère pouvant se plastifier lors des essais et des contraintes résiduelles dans le revêtement, dont l'amplitude est plus élevée que pour le précédent empilement. La question de la prise en compte de tels phénomènes sera abordée.

#### SOMMAIRE

<b>I.</b>	<b>IDENTIFICATION DE LA LOI D'INTERFACE EN MODE I</b> .....	<b>172</b>
I.1	RESULTATS EXPERIMENTAUX DES ESSAIS EN MODE I.....	172
I.2	IDENTIFICATION DE L'ENERGIE D'ADHERENCE EN MODE I.....	175
I.3	IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE DE TRACTION.....	179
I.4	BILAN.....	183
<b>II.</b>	<b>IDENTIFICATION DE LA LOI D'INTERFACE EN MODE II</b> .....	<b>184</b>
II.1	RESULTATS EXPERIMENTAUX DES ESSAIS EN MODE II.....	184
II.2	IDENTIFICATION DE L'ENERGIE D'ADHERENCE EN MODE II.....	188
II.3	IDENTIFICATION DE LA CONTRAINTE CRITIQUE DE CISAILLEMENT.....	193
II.4	BILAN.....	197
<b>III.</b>	<b>VALIDATION DE LA LOI D'INTERFACE EN MODE MIXTE</b> .....	<b>198</b>
III.1	RESULTATS DE L'ESSAI DE FLEXION 4 POINTS.....	198
III.2	RESULTATS DE L'ESSAI PLOT COLLE SUR SUBSTRAT INCURVE.....	208
III.3	BILAN.....	216
<b>IV.</b>	<b>IDENTIFICATION D'UNE LOI <math>G(\Psi^*)</math></b> .....	<b>217</b>
<b>V.</b>	<b>PRISE EN COMPTE DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE REVETEMENT PROJETE PLASMA.</b>	<b>218</b>
V.1	EFFET DE L'AMPLITUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES.....	218
V.2	SIMULATION DES EFFETS DE TREMPER DANS LE REVETEMENT.....	220
V.3	EFFETS DES CONTRAINTES RESIDUELLES SUR UN CHARGEMENT MECANIQUE DE TRACTION....	222
<b>VI.</b>	<b>CONCLUSION PARTIELLE</b> .....	<b>225</b>

---



---

## I. Identification de la loi d'interface en mode I

---

Dans cette partie, les paramètres de la loi cohésive en mode I, à savoir le taux de restitution de l'énergie  $G_{I,c}$  et la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$ , sont identifiés par ajustement des résultats numériques sur les résultats expérimentaux. Pour ce faire, les résultats expérimentaux obtenus sur les essais en mode I sont d'abord exposés.

---

### I.1 Résultats expérimentaux des essais en mode I

#### I.1.1 Essai de clivage en coin

Au total une série de 8 essais de clivage en coin est réalisée. Six d'entre eux ont été effectués au CEA Le Ripault avec suivi de la propagation de la fissure interfaciale par microscopie numérique et deux ont été réalisés au laboratoire du SIMaP avec suivi par corrélation d'images sur une des faces latérales de l'éprouvette afin de s'assurer de la validité des mesures.

Les courbes force-déplacement du coin au cours de l'essai (Figure V- 1) sont similaires quel que soit le moyen d'essai utilisé (CEA ou SIMaP). Une première phase correspond à l'insertion de la lame d'épaisseur 1 mm dans la pré-entaille (photo n°1 de la Figure V- 2). Compte tenu de l'angle du coin, des efforts de compression apparaissent et du frottement apparaît sur les couches voisines à l'entaille, d'où des forces enregistrées plus élevées dans cette phase, pouvant atteindre 60 N. Les efforts sont moins importants pour les essais réalisés au SIMaP du fait du biseautage de la lame utilisée, induisant moins de frottements : les forces maximales atteignent environ 30 N. Durant la deuxième phase, la force appliquée est quasi-constante. Elle correspond à la propagation stable de la fissure le long de l'interface. Au cours de cette phase, la fissure se propage à la même vitesse que l'avancée du coin (photo n°2 de la Figure V- 2). Des fluctuations de la charge peuvent néanmoins être constatées. Elles sont révélatrices de difficultés ou de facilités de propagation de la fissure interfaciale, provoquant même parfois son arrêt. Cela nécessite un apport supplémentaire d'énergie afin de réamorcer la propagation et donc une augmentation de la force. Les particules métalliques et les porosités présentes dans la couche de polymère peuvent être à l'origine d'hétérogénéités et de zones d'adhérence variable à l'interface. Enfin, dans une dernière phase, le coin arrive en butée de la pré-entaille (photo n°3 de la Figure V- 2) conduisant à une augmentation de la force.

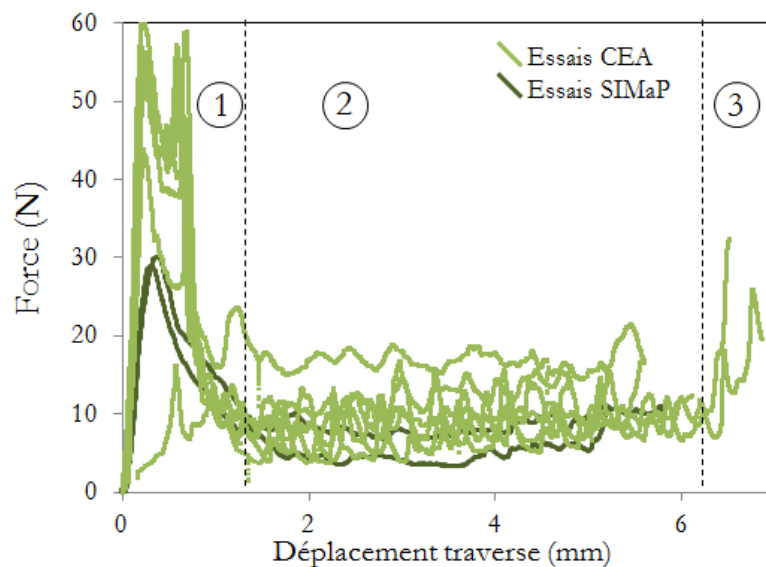


Figure V- 1 : Courbes de chargement des essais de clivage en coin

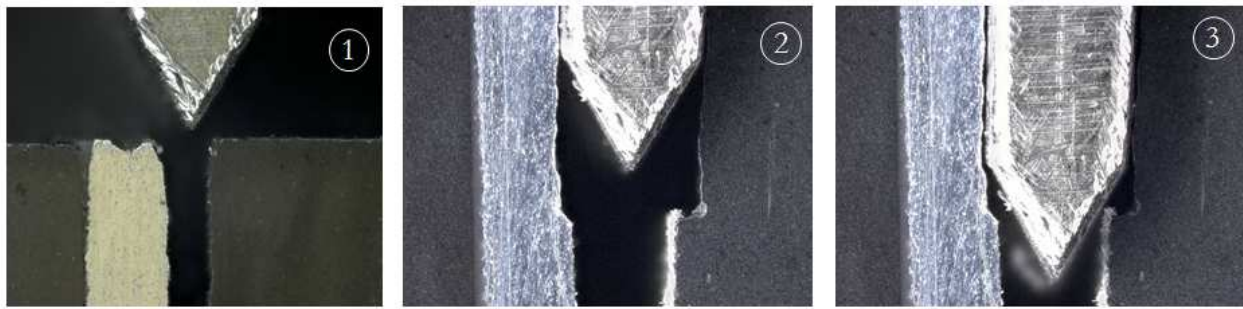


Figure V- 2 : Photos au microscope de l’avancée du coin dans la pré-entaille

Afin de calculer l’énergie d’adhérence en mode I de notre système, la longueur de la fissure interfaciale doit être mesurée lors de la propagation stable. Sachant que l’énergie d’adhérence dépend fortement de la longueur de fissure (à la puissance 4), il est primordial de choisir la technique de mesure la plus précise.

Les mesures de longueur de fissure sont réalisées par le biais d’un microscope numérique 3D pouvant atteindre un grossissement de  $\times 4000$ . Afin de s’assurer de la conformité de ces mesures, un suivi par corrélation d’images est effectué sur deux éprouvettes testées au laboratoire du SIMaP (Eprouvettes N°3 et N°4 du Tableau V- 1). La démarche suivie pour la détermination de la longueur de fissure est détaillée dans le CHAPITRE III, paragraphe II.2.3.

Le champ de déplacement de la couche de substrat seule obtenu par corrélation d’images est visualisable sur le graphique de la Figure V- 3. Il est interpolé par un polynôme de degrés 3, ce qui nous permet d’en déduire directement la longueur de fissure.

La position de la pointe de fissure est aussi estimée par l’erreur de corrélation commise. En effet, une discontinuité apparaît à l’interface lors de la création de la fissure ce qui induit une erreur lors du déroulement de la corrélation d’images (Figure V- 3).

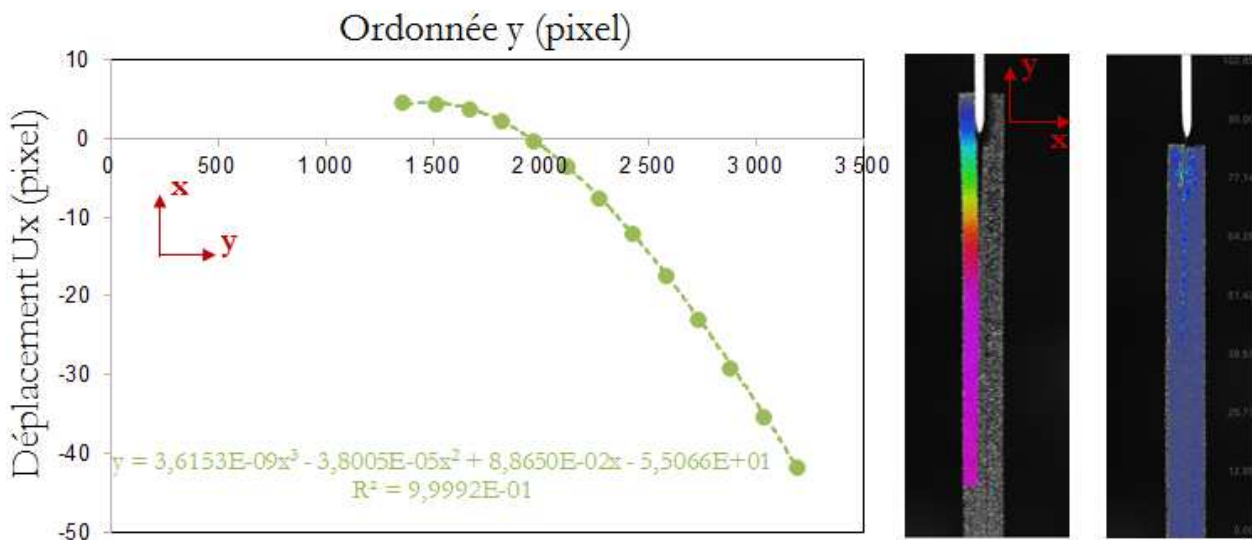


Figure V- 3 : Champ de déplacement du substrat (à gauche) et erreur de corrélation commise (à droite)

La technique basée sur l’erreur commise par corrélation d’images est choisie pour l’estimation de la longueur de fissure interfaciale des deux éprouvettes testées au SIMaP. La longueur de fissure interfaciale et l’énergie d’adhérence en mode I associée sont estimées en moyenne à  $L_f = 20,8 \pm 1,7$  mm et  $G_{I,c} = 61,8 \pm 23,3$  J/m<sup>2</sup> (Tableau V- 1).

	$L_r$ moyen	$G_{I,c}$ (J/m <sup>2</sup> )	Moyen de mesure
Epr 1	21,9	45,3	microscope 3D num
Epr 2	20,8	54,7	microscope 3D num
Epr 3	21,7	46,3	Erreur de corrélation
Epr 4	17,6	114,2	Erreur de corrélation
Epr 5	22,3	42,1	microscope 3D num
Epr 6	20,6	56,2	microscope 3D num
Epr 7	19,6	69,8	microscope 3D num
Epr 8	20,0	66,2	microscope 3D num
Moyenne	20,8	61,8	
Ecart type	1,7	23,3	

Tableau V- 1 : Résultats de l'essai de clivage en coin

### I.1.2 Essai de traction

Des essais de traction plots collés tels que décrits dans le CHAPITRE III, paragraphe II.1.1, sont réalisés sur une dizaine d'éprouvettes. Les courbes force-déplacement enregistrées lors de ces essais sont représentées sur la Figure V- 4.

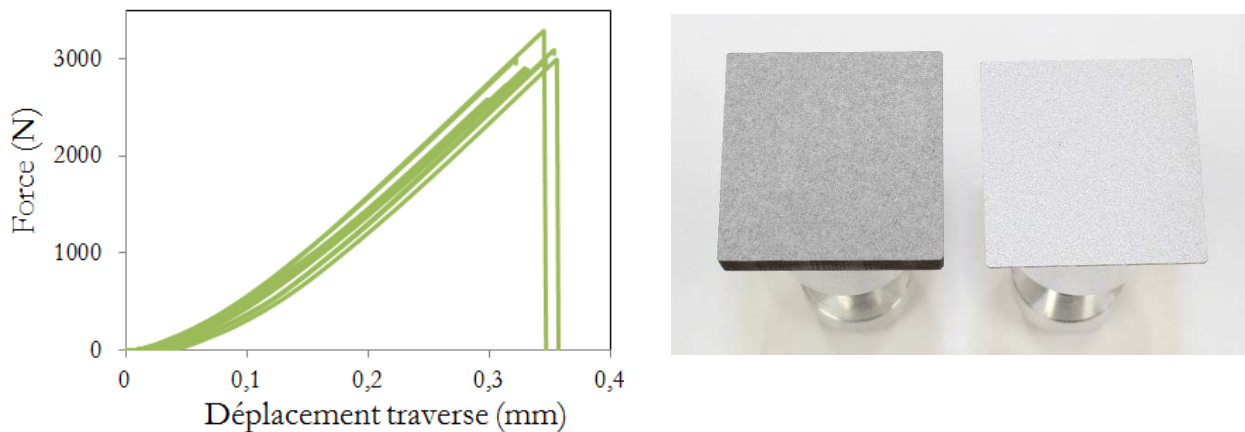


Figure V- 4 : Courbes de chargement des essais de traction et faciès de rupture obtenus

Le pied de courbe non linéaire correspond à l'étape de mise en charge et d'alignement de l'éprouvette avec les mors de traction. Puis, la charge croît linéairement au cours de l'essai jusqu'à la rupture brutale de l'éprouvette pour une force de  $F_R = 2914 \pm 206$  N en moyenne. Les essais sont parfaitement reproductibles et très peu dispersés.

L'analyse du faciès de rupture permet de conclure à une rupture purement adhésive entre le revêtement métallique projeté plasma (en gris claire, à droite de la Figure V- 4) et la sous-couche polymère (en gris foncé, à gauche de la Figure V- 4). Les conditions idéales pour la mesure de la résistance d'adhérence à la traction de cette interface sont donc réunies ; elle est égale à  $\sigma_R = 9,3 \pm 0,7$  MPa en moyenne.

### I.1.3 Bilan des résultats expérimentaux

Les valeurs d'énergie d'adhérence en mode I, mesurée par essai de clivage en coin, et de résistance d'adhérence à la traction, mesurée par essai de traction, serviront de données d'entrées pour les paramètres  $G_{I,c}$  et  $T_{n,max}$  de la loi cohésive utilisée pour la modélisation du délaminage en mode I. Les paramètres du modèle cohésif seront ajustés de sorte que les résultats numériques rendent compte des résultats expérimentaux relatés dans cette partie. Voici un résumé du jeu de paramètres, en mode I, utilisé comme donnée d'entrée des calculs numériques sur l'empilement N°2 :

Raideur initiale	Contrainte critique de traction	Taux de restitution de l'énergie en mode I
$K_n$	$T_{n,max}$	$G_{I,c}$
$8 \times 10^8 \text{ N/mm}^3$	9,3 MPa	61,8 J/m <sup>2</sup>

Tableau V- 2 : Paramètres d'entrée de la loi cohésive en mode I issus des résultats expérimentaux

## I.2 Identification de l'énergie d'adhérence en mode I

Sous une sollicitation de traction pure, tel que pour l'essai de clivage en coin, seuls les paramètres de la loi cohésive en mode I ont une influence significative sur les résultats numériques, c'est-à-dire le taux de restitution de l'énergie en mode I,  $G_{I,c}$ , et la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$ . La contrainte critique de traction est fixe et considérée égale à la valeur déterminée expérimentalement, alors que l'énergie d'adhérence en mode I est ajustée de sorte à rendre cohérents les résultats numériques avec les résultats expérimentaux. Pour l'essai de clivage, le paramètre servant d'ajustement entre les résultats expérimentaux et numériques est la longueur de fissure interfaciale.

### I.2.1 Résultats numériques

#### *Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage*

Les matériaux de l'empilement sont supposés élastiques linéaires. L'essai de clivage est modélisé sous l'hypothèse de déformations planes. Le champ de contraintes normales dans l'éprouvette, obtenu au cours de la propagation stable de la fissure, est représenté sur la Figure V- 5.

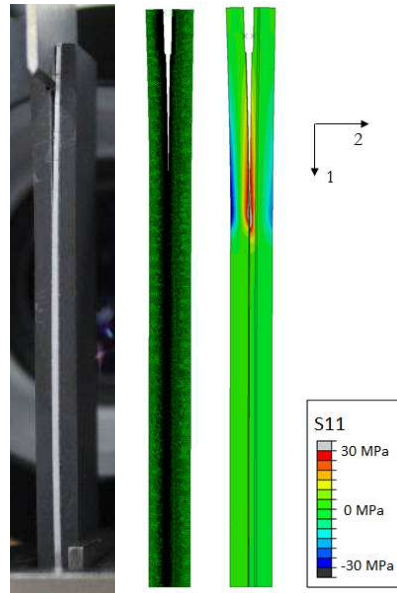


Figure V- 5 : Eprouvette expérimentale, maillage et champ de contraintes normales dans l'éprouvette de clivage

Le substrat céramique subit des contraintes longitudinales n'excédant pas 33 MPa en traction. Sachant que la contrainte à rupture du substrat est de l'ordre de 80 MPa (cf CHAPITRE II), ce dernier ne présente pas de risque de rupture cohésive au cours de l'essai de clivage.

La contrainte longitudinale maximale atteinte dans la couche de revêtement métallique est de 44 MPa, soit inférieure à la limite élastique (60 MPa) du matériau. Le revêtement métallique ne présente aucun signe d'endommagement.

La déformation longitudinale et la contrainte longitudinale dans la sous-couche de polymère atteignent respectivement 0,3 % et 5,5 MPa au maximum. A ces niveaux de déformations et de contraintes, la sous-couche se comporte de manière purement élastique et elle ne présente donc aucun risque de plastification.

### *Longueur de fissure interfaciale*

Au cours de la propagation stable atteinte durant l'essai de clivage, la longueur de la fissure interfaciale est déterminée numériquement, puis reportée sur Figure V- 6, en fonction du taux de restitution de l'énergie en mode I de la loi cohésive.

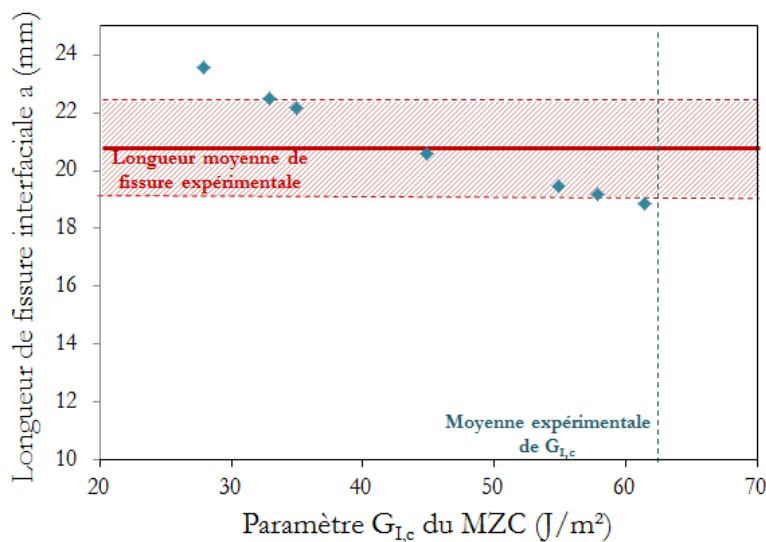


Figure V- 6 : Effet de l'énergie d'adhérence  $G_{I,c}$  sur la longueur de fissure interfaciale  $a$

L'énergie d'adhérence en mode I est ajustée afin d'obtenir la longueur de fissure interfaciale la plus proche de la valeur moyenne déterminée expérimentalement. La Figure V- 6 montre l'effet du paramètre  $G_{I,c}$  sur la longueur de fissure numérique. La comparaison des résultats expérimentaux et numériques fournit l'énergie d'adhérence en mode I, de l'empilement N°2, qui est estimée à  $G_{I,c} = 45 \text{ J/m}^2$  en moyenne. En tenant compte de la dispersion expérimentale sur la mesure de la fissure interfaciale, elle peut être évaluée entre  $33 \text{ J/m}^2$  au minimum et  $58 \text{ J/m}^2$  au maximum. L'énergie d'adhérence numérique est inférieure à l'énergie d'adhérence calculée analytiquement de  $61,8 \text{ J/m}^2$ .

### Scénario de rupture

Le scénario de rupture déterminé numériquement est schématisé sur la Figure V- 7. L'endommagement apparaît à l'interface avant le pic de charge (en rouge sur l'Image N°2). Puis une fissure s'amorce depuis le fond de la pré-entaille (Image N°3) provoquant une chute de charge. Durant la phase d'insertion du coin dans l'entaille, la fissure se propage sur près d'une quinzaine de millimètres (Images N°4 et N°5). Le coin est entièrement introduit dans l'entaille et avance de quelques millimètres : la fissure se propage d'autant (Image N°6). Un régime de propagation stable est atteint.

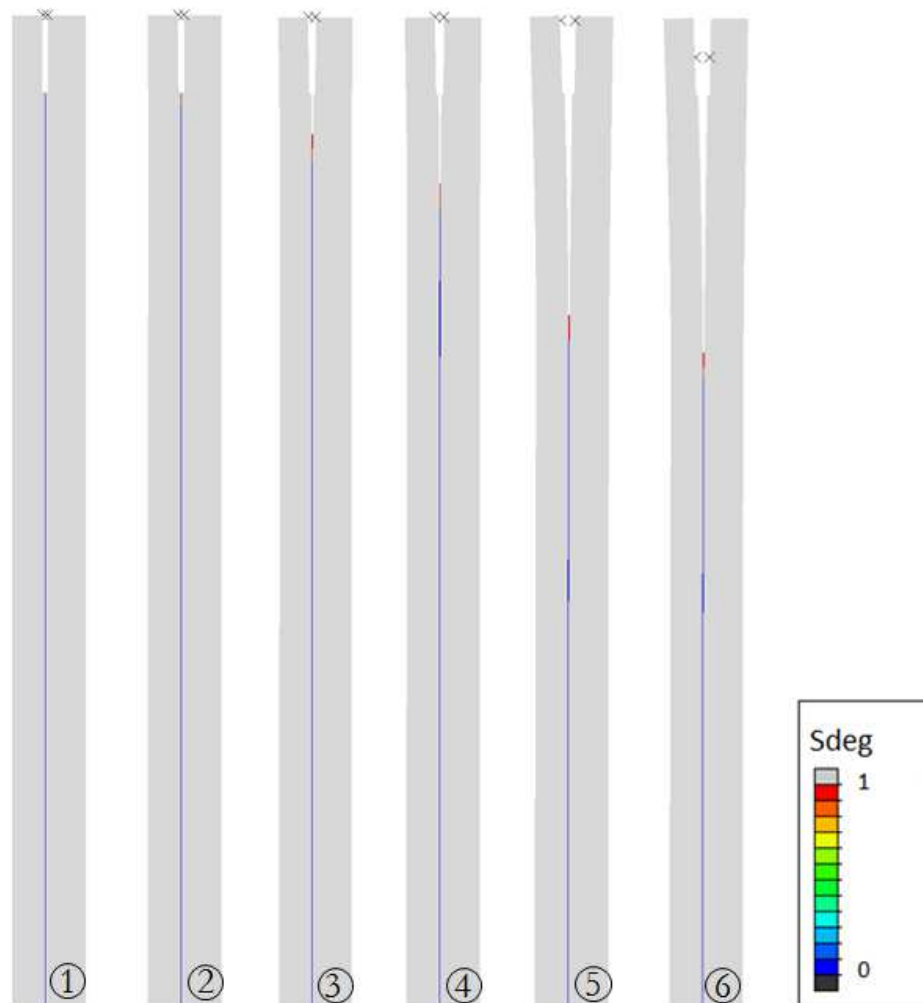


Figure V- 7 : Scénario de rupture au cours d'un essai de clivage en coin

## Vérification du critère d'amorçage et de rupture

Afin de s'assurer que la loi cohésive est parfaitement suivie et qu'aucun saut de solution n'a lieu durant le calcul numérique, la réponse contrainte-ouverture de la zone cohésive, dans un élément, est tracée à posteriori (Figure V- 8).

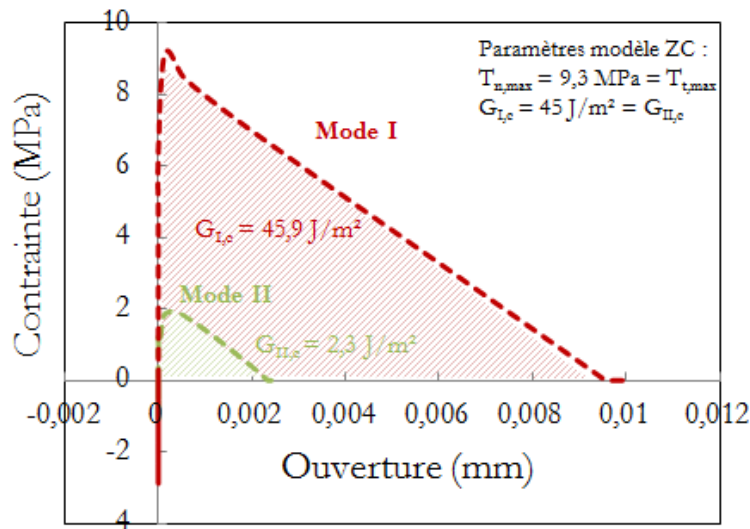


Figure V- 8 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC

La loi d'entrée Traction-Séparation de la modélisation est parfaitement suivie au cours de l'essai. Par ailleurs, aucun saut de solution n'est observé. Les critères d'amorçage de l'endommagement (critère en contrainte quadratique) et de propagation de l'endommagement (Power Law) sont bien respectés. L'aire sous la courbe en mode I est bien équivalente à l'énergie d'adhérence en mode I, à savoir environ  $45 \text{ J/m}^2$ . La contrainte maximale  $T_n$  atteinte en mode I est de  $9,1 \text{ MPa}$  ; elle est légèrement inférieure à la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$ . Une dominance du mode I par rapport au mode II est observée, ce qui est parfaitement cohérent avec le type de sollicitation engendrée à l'interface par l'essai de clivage en coin.

### I.2.2 Mixité modale

Les éprouvettes de clivage présentent une asymétrie due aux différences d'épaisseurs des diverses couches de l'empilement. Par conséquent, des efforts de cisaillement sont introduits à l'interface ce qui implique un angle de phase nécessairement non nul. Grâce à la méthode des déplacements (cf CHAPITRE III), l'angle de phase est déterminé numériquement à  $\Phi = 15,9^\circ$  en moyenne, au cours de la propagation stable de l'essai de clivage en coin.

Par ailleurs, compte tenu de la disparité des propriétés élastiques des deux couches de matériaux adjacentes à la fissure, à savoir le revêtement métallique et la sous-couche polymère, la fissure ne se propage pas sous un mode de sollicitation I pure. En effet, un angle dépendant uniquement des propriétés matériaux des couches voisines s'ajoute à l'angle de phase. Pour l'empilement N°2, il a été montré que cet angle vaut  $-12,8^\circ$  en clivage en coin.

En conclusion, l'angle de mixité modale normalisé est de  $\Psi^* = 3,1^\circ$  en moyenne pour l'essai de clivage en coin, sur l'empilement N°2. La sollicitation est proche du mode I pur malgré tout. Son évolution au cours d'une propagation interfaciale de fissure est représentée sur la Figure V- 9. La mixité modale est quasiment constante pour une longueur de fissure entre  $4 \text{ mm}$  et  $12 \text{ mm}$ .

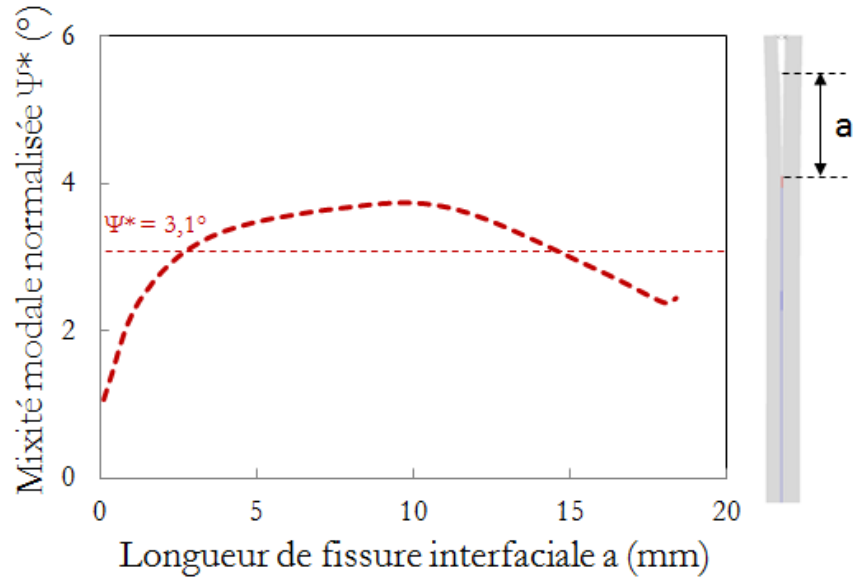


Figure V- 9 : Evolution de la mixité modale  $\Psi^*$  en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de clivage en coin

### I.3 Identification de la contrainte critique de traction

Désormais, l'énergie d'adhérence en mode I est identifiée à  $G_{I,c} = 45 \text{ J/m}^2$  en moyenne et sera considérée comme fixée. Les résultats numériques de l'essai de traction, en regard des courbes de chargement expérimentales, permettront d'ajuster la contrainte critique de traction : paramètre  $T_{n,max}$  du modèle cohésif.

#### I.3.1 Résultats numériques

##### *Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage*

Dans un premier temps, les différents matériaux de l'empilement sont supposés élastiques linéaires. Par ailleurs, une approximation sur la configuration de l'essai est faite : un modèle 2D axisymétrique est réalisé. L'échantillon testé est donc supposé cylindrique de diamètre  $\Phi = 25 \text{ mm}$ , au lieu d'un échantillon parallélépipédique de surface carrée  $25 \times 25 \text{ mm}^2$ . La zone testée étant située au cœur de l'échantillon, la différence de géométrie sur les bords n'a que très peu d'influence sur le résultat de la modélisation.

Le champ de contraintes normales dans l'éprouvette de traction est représenté sur la Figure V- 10. Les haltères sont dimensionnés de sorte à générer une contrainte normale quasi-homogène à l'interface. La condition à respecter est que la hauteur de la base soit au moins aussi grande que le diamètre de l'altère. Pour cet essai, la hauteur de la base de l'altère est identique au diamètre, à savoir 20 mm.



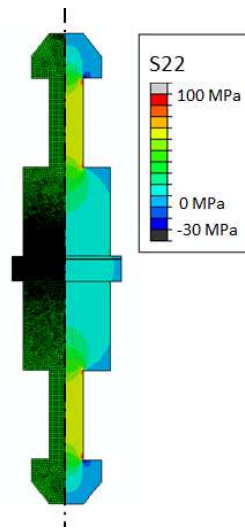


Figure V- 10 : Maillage et champ de contraintes normales dans l'éprouvette de traction

Remarque : Les contraintes dans l'empilement n'excèdent pas la contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  fixée par la loi cohésive. En effet, à partir de cette valeur de contrainte, l'interface s'endommage provoquant une diminution générale des contraintes dans l'éprouvette. Par conséquent, la limite d'élasticité de la sous-couche en polymère de 15 MPa n'est jamais atteinte au cours d'un essai de traction. Dans le domaine de contraintes exercées durant l'essai, la sous-couche ne plastifie donc pas.

### Courbe de chargement

La force de réaction est déterminée selon la méthode explicitée dans le CHAPITRE III, paragraphe IV.3.1. La force est représentée en fonction du déplacement numérique imposé à la partie supérieure de l'altère sur la Figure V- 11. La courbe de chargement numérique et la force à rupture sont en bon accord avec les courbes de chargement expérimentales (en vert) pour une contrainte critique de traction  $T_{n,max}$  comprise entre **7,7 MPa** et **9,9 MPa**. Cela permet de prendre en compte la dispersion expérimentale inhérente à l'empilement.

Le pied de courbes non linéaire sur les courbes expérimentales, correspondant à la mise en charge de l'éprouvette, n'est pas reproduit par la modélisation.

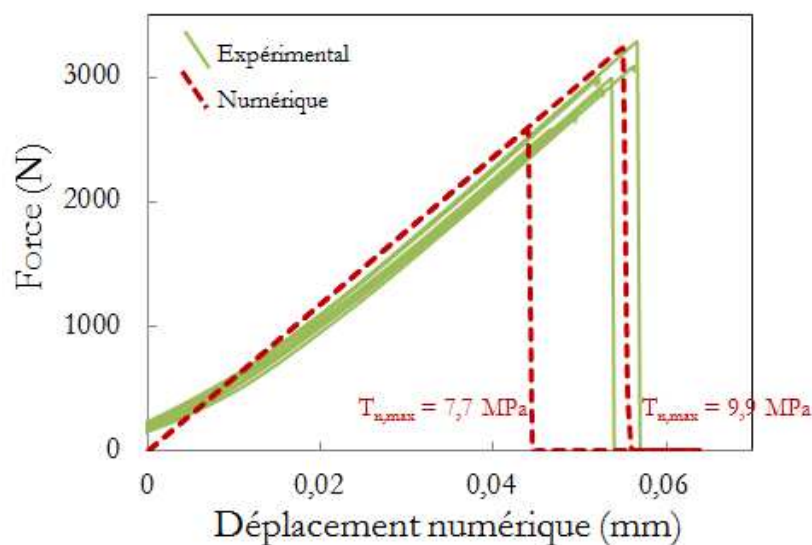


Figure V- 11 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction

### Profil de contrainte à l'interface

La visualisation du profil de contrainte normale à l'interface permet de confirmer l'homogénéité de la contrainte sur la section située sous l'haltère. Le maximum de contrainte est atteint au centre de l'éprouvette (abscisse de 0 mm). Le profil de contrainte, juste après le début de l'endommagement interfacial, est visualisable sur la Figure V- 12.

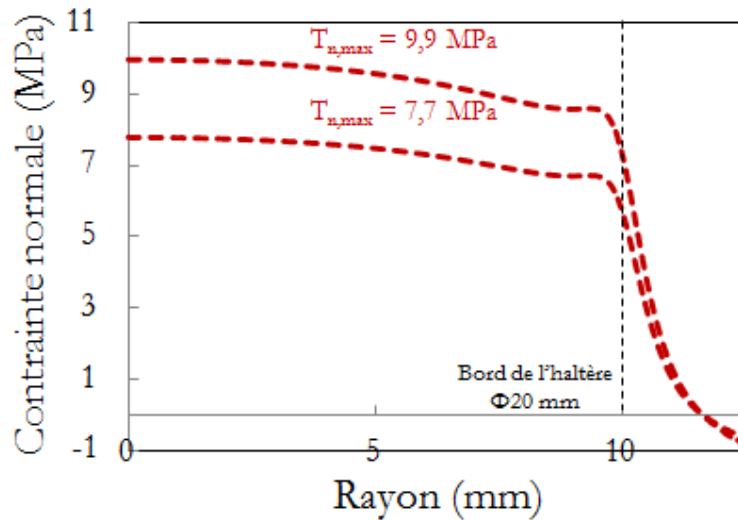


Figure V- 12 : Profil de contrainte normale à l'interface pour l'essai de traction

### Scénario de rupture

D'après l'étude du profil de contrainte obtenu, l'endommagement semblerait s'initier au centre de l'éprouvette où les contraintes normales sont maximales. Le scénario de rupture est visualisable en traçant la variable d'endommagement dans la zone cohésive, nommée *SDEG*, à différents instants de l'essai (cf Figure V- 13).

Au cours de l'essai de traction, l'interface commence à s'endommager au centre de l'éprouvette, comme le suggérait le profil des contraintes (Image N°2). Il apparaît peu avant le pic de charge, au début de la non linéarité. L'endommagement se propage à l'interface en direction des bords de l'éprouvette, et s'intensifie au centre (Images N°3 et N°4). Survient ensuite la rupture brutale de l'interface située sous l'haltère (Image N°5) à l'origine de la chute de charge sur la courbe de chargement, suivie très rapidement de la rupture brutale de l'interface sur toute la section de l'éprouvette (Image N°6).

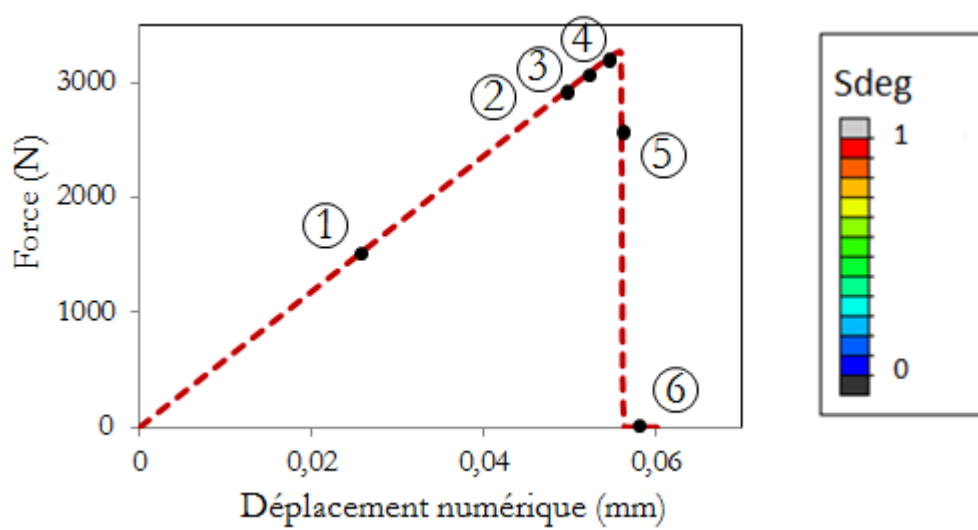
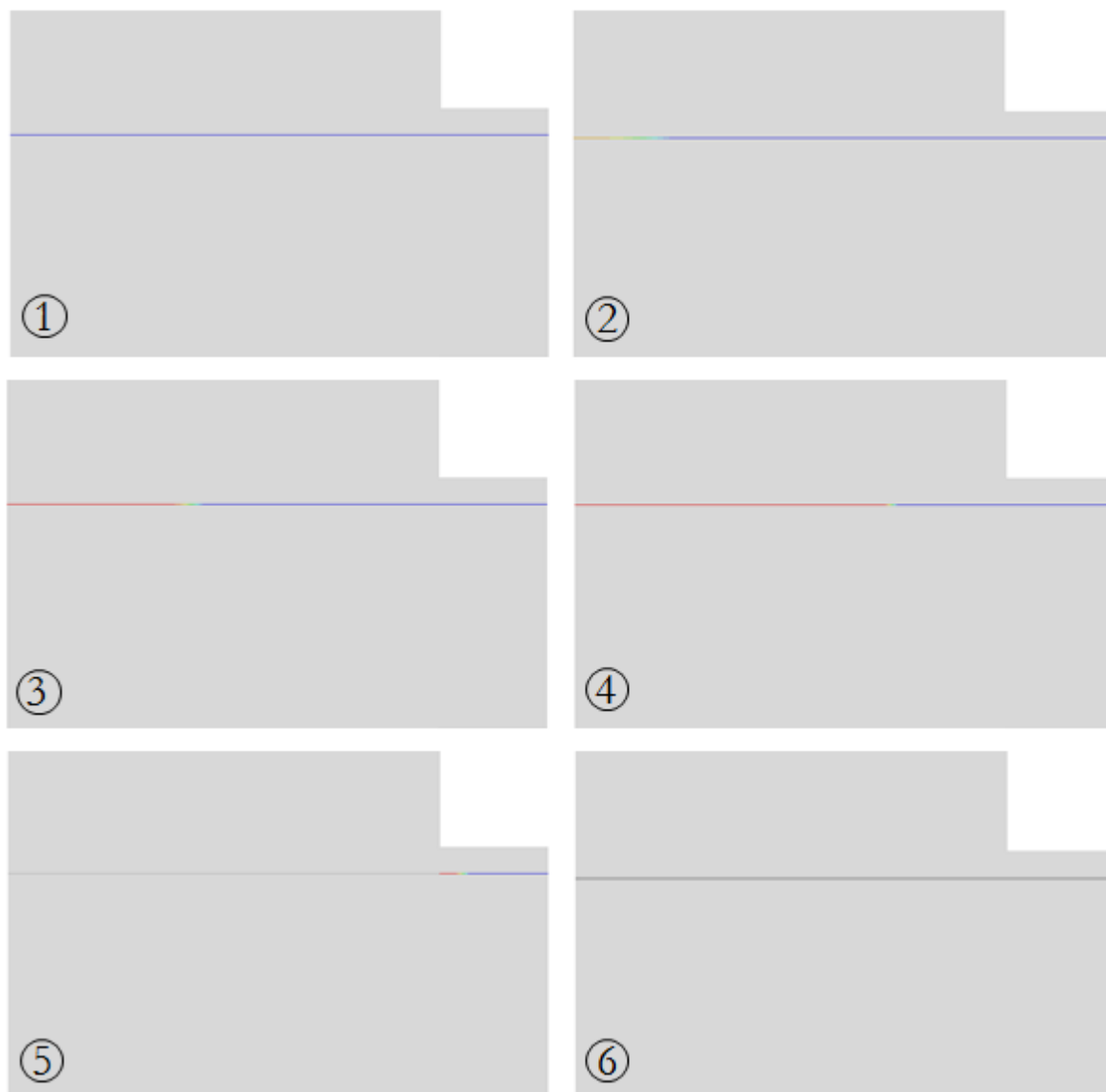


Figure V- 13 : Scénario de rupture au cours d'un essai de traction

**Vérification du critère d’amorçage et de rupture**

Les courbes contrainte-ouverture, en mode I et II, dans un élément de la zone cohésive situé au centre de l’éprouvette sont tracées sur la Figure V- 14. Les critères d’amorçage et de propagation de l’endommagement sont respectés, et aucun saut de solution n’est observable.

Comme attendu, une prédominance du mode I pour cet essai est notable, alors que le mode II est négligeable. L’aire sous la courbe en mode I est donc similaire à l’énergie d’adhérence théorique imposée en mode I, à savoir 45 J/m<sup>2</sup>.

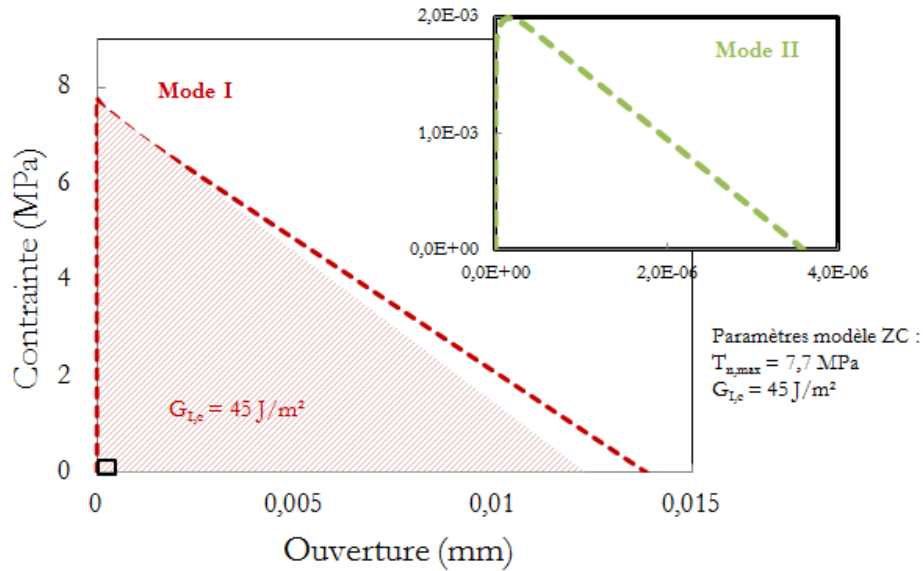


Figure V- 14 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC

I.4 Bilan

Les paramètres  $G_{I,c}$  et  $T_{n,max}$  de la loi cohésive en mode I ont été identifiés sur deux essais d’adhérence, essai de clivage en coin et de traction, afin de restituer au mieux les résultats expérimentaux. Après analyse des résultats numériques, un jeu de paramètres optimisé est identifié dans le Tableau V- 3.

Les valeurs de la contrainte critique de traction et du taux de restitution de l’énergie en mode I tiennent compte de la dispersion expérimentale des essais.

	Contrainte critique de traction	Taux de restitution de l'énergie en mode I
	$T_{n,max}$	$G_{I,c}$
Initial	9,3 MPa	61,8 J/m <sup>2</sup>
<b>Optimisé</b>	<b>[7,7 ; 9,9] MPa</b>	<b>[33 ; 58] J/m<sup>2</sup></b>
<b>Optimisé moyen</b>	<b>9,3 MPa</b>	<b>45 J/m<sup>2</sup></b>

Tableau V- 3 : Paramètres optimisés de la loi cohésive en mode I de l’empilement N°2

## II. Identification de la loi d'interface en mode II

La même démarche employée dans la partie I est suivie afin d'identifier, cette fois, les paramètres en mode II de la loi cohésive. Dans un premier temps, les résultats expérimentaux sont précisés. Puis, les deux paramètres en mode II, que sont le taux de restitution de l'énergie  $G_{II,c}$  et la contrainte critique de cisaillement  $T_{I,max}$ , sont identifiés de telle sorte que les résultats issus de la modélisation, respectivement des essais 4-ENF et de cisaillement bi-entaillé, concordent avec les résultats expérimentaux.

### II.1 Résultats expérimentaux des essais en mode II

#### II.1.1 Essai 4-ENF

Deux essais 4-ENF, dont les courbes de chargement sont représentées sur la Figure V- 15, ont été réalisés avec des cycles charge-décharge. L'éprouvette est mise en charge jusqu'à propagation de la fissure interfaciale de quelques millimètres, puis elle est déchargée. Cette méthode permet de déterminer l'évolution de la complaisance de l'éprouvette au cours de la propagation de la fissure, qui n'est autre que la pente ascendante de la courbe de chargement dans la partie linéaire. Un des deux essais cyclés a été instrumenté avec un capteur LVDT placé à proximité d'un des appuis mobiles afin de mesurer des déplacements plus précis. Les énergies d'adhérence calculées à partir de la complaisance déterminée par les déplacements de la traverse et les déplacements du capteur LVDT seront comparées.

Un essai sous chargement monotone est aussi réalisé. La courbe de chargement monotone enveloppe parfaitement la courbe de chargement de l'essai cyclé. Durant la première phase de l'essai, l'éprouvette est mise en flexion sous un chargement qui croît linéairement. Au début de la non linéarité, la fissure interfaciale s'amorce puis atteint un régime stable de propagation sous une force quasi-constante que l'on déterminera expérimentalement. Enfin, la fissure finit par atteindre le second appui interne. La propagation devient alors plus difficile, provoquant une augmentation de la force jusqu'à la rupture cohésive du substrat.

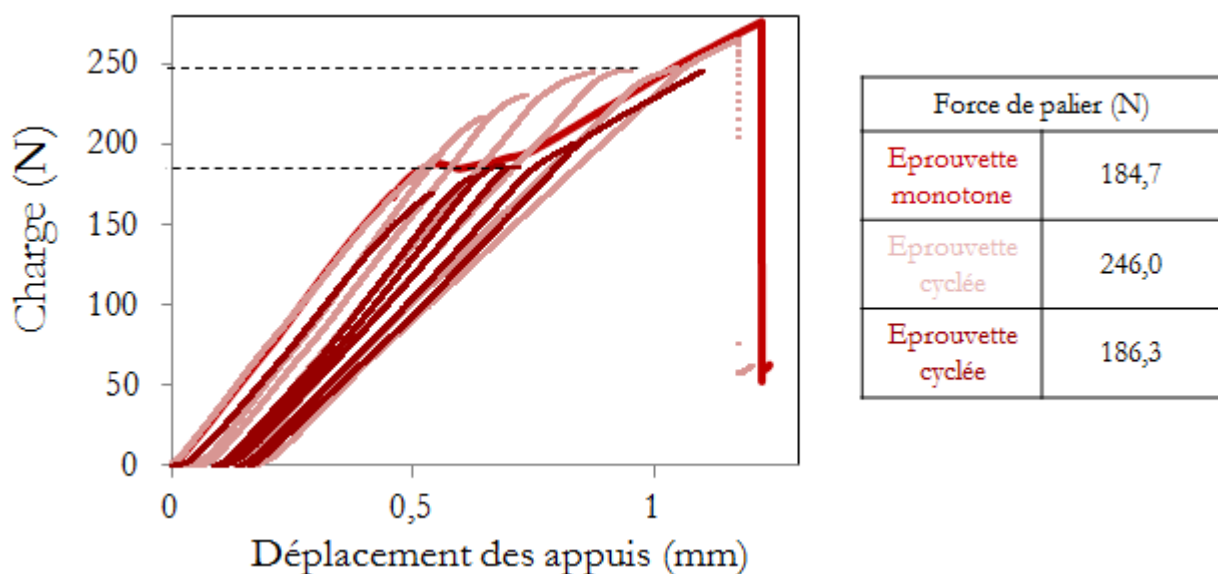


Figure V- 15 : Courbes de chargement monotone et cyclées des essais 4-ENF

Après chaque incrément de fissure de quelques millimètres, l'éprouvette est déchargée puis observée sous un microscope afin de déterminer la longueur du délaminage. Une position de la pointe de fissure est estimée avec une précision de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  à 200  $\mu\text{m}$ , sous un fort grossissement pouvant atteindre  $\times 600$ . Sur la Figure V- 16, nous pouvons visualiser les zones de présence d'une fissure interfaciale et la zone pour laquelle l'interface est considérée comme saine. Entre les deux, une zone d'incertitude, dans laquelle se localise la pointe de fissure, persiste. La présence de particules métalliques dans la sous-couche polymère et à l'interface d'étude rend cet exercice d'autant plus compliqué.

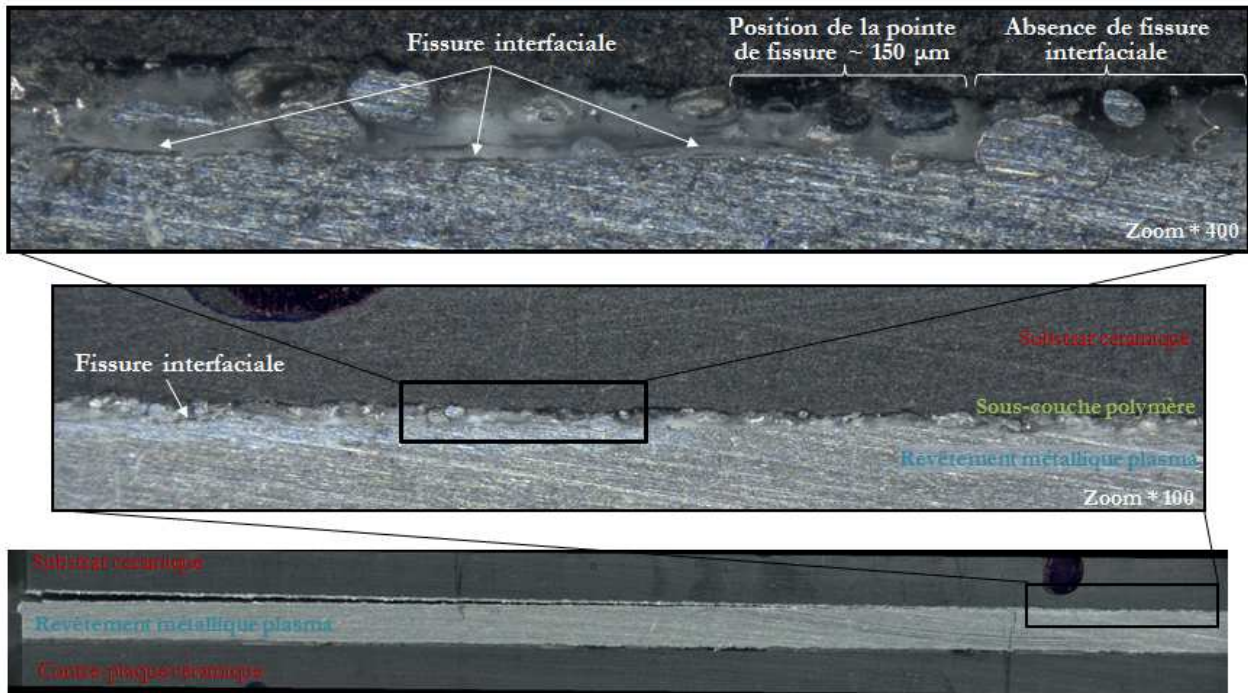


Figure V- 16 : Localisation de la fissure interfaciale par microscopie numérique

La complaisance de l'éprouvette au cours de l'essai est tracée en fonction de la longueur du délaminage mesurée par microscopie. La courbe est interpolée par une droite dont la pente, variant de 8 à  $10 \times 10^{-5} \text{ N}^{-1}$  servira au calcul de l'énergie d'adhérence.

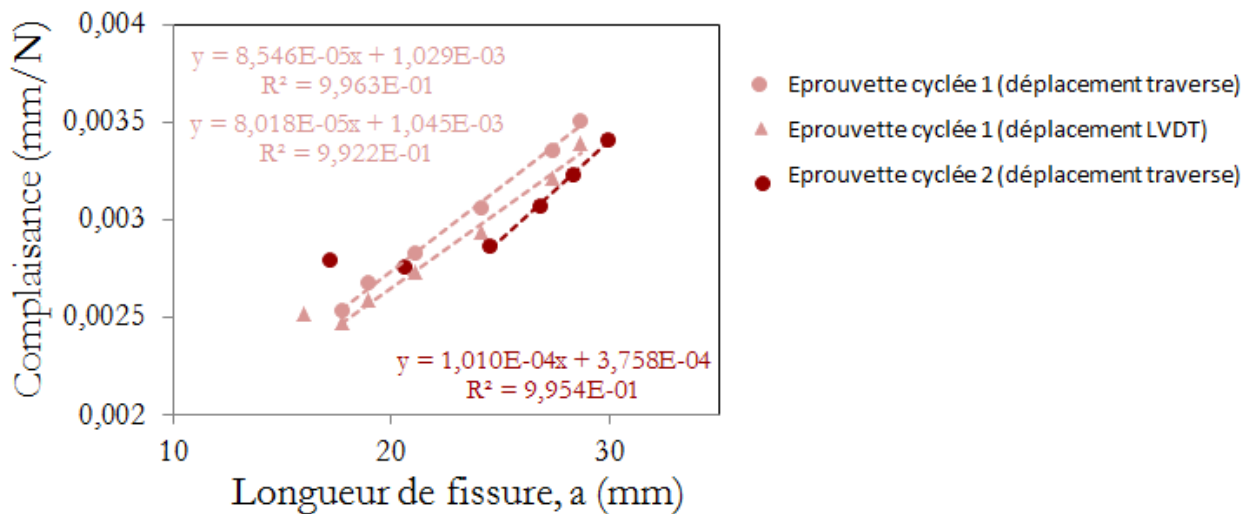


Figure V- 17 : Evolution de la complaisance de l'éprouvette 4-ENF en fonction de la longueur de fissure interfaciale

L'énergie d'adhérence en mode II de chaque éprouvette est calculée par la méthode de calibration de la complaisance, et par la formule issue de la théorie des poutres présentées dans le CHAPITRE III :

	Palier de propagation	$G_{II,C}$ analytique (J/m <sup>2</sup> )	
	$F_p$ (N)	$G_c$ Complaisance Method	
		Traverse	LVDT
Eprouvette monotone	185	-	-
Eprouvette cyclée instrumentée	246	358	336
Eprouvette cyclée	186	244	-

Tableau V- 4 : Résultats expérimentaux des essais 4-ENF

L'énergie d'adhérence calculée par la méthode de la complaisance ne présente pas de différence significative que le déplacement soit mesuré par un capteur LVDT ou bien par la traverse. L'erreur induite est de seulement 6,5 %.

Ces résultats sont en accord avec la bibliographie dans laquelle on trouve des énergies d'adhérence de 3 % à 7 % plus élevées lorsqu'elles sont calculées à partir des déplacements mesurés par la traverse plutôt que par capteur LVDT [SCH00]. L'erreur commise par le calcul du déplacement étant négligeable par rapport à la dispersion expérimentale, nous nous contenterons donc des déplacements déterminés à partir de la traverse.

L'énergie d'adhérence en mode II de l'interface est estimée entre 240 et 360 J/m<sup>2</sup> par la méthode de calibration de la complaisance.

### Comparaison montage articulé/montage guidé

Classiquement un montage articulé est utilisé pour la réalisation des essais 4-ENF pour toutes les raisons citées dans le CHAPITRE III. Cependant, un montage de flexion guidé est utilisé pour la réalisation des essais de flexion 4 points avec entaille centrée et décalée (cf paragraphe III.1). Il serait avantageux d'utiliser un unique montage pour l'ensemble de ces essais, c'est pourquoi il est intéressant d'étudier l'influence du montage sur les courbes de chargement de l'essai 4-ENF.

Les deux essais monotones réalisés avec le montage de flexion guidé sont comparés avec l'essai monotone réalisé avec le montage articulé sur la Figure V- 18.

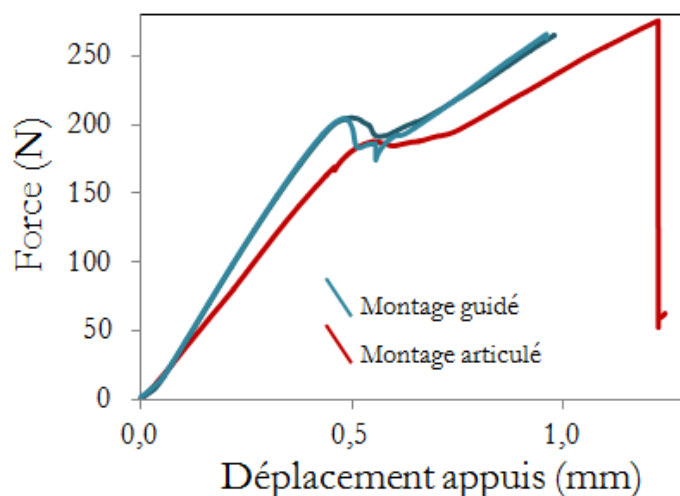


Figure V- 18 : Courbes de chargement monotone des essais 4-ENF avec montage guidé et montage articulé



Une différence significative sur les courbes de chargement expérimentales est observable selon le type de montage utilisé. La raideur initiale de l'éprouvette est plus élevée avec le montage guidé, probablement due à une raideur plus importante du montage lui-même. La propagation interfaciale se produit lors de la décroissance de la charge. Le palier de propagation stable de la fissure semble beaucoup moins marqué avec le montage guidé, certainement dû aux conditions de chargement non symétriques. En effet, lors de l'emploi du montage guidé nous pouvons constater qu'un seul des appuis internes est réellement en contact avec l'éprouvette, ce qui ne favorise pas une propagation stable. Le montage articulé est donc le montage à préconiser pour la réalisation de ce type d'essai, puisqu'il permet d'appliquer une force identique au niveau de chacun des deux appuis internes, et conduit à une propagation stable menant à un palier de chargement plus marqué.

### II.1.2 Essai de cisaillement bi-entaillé

Au cours de l'essai de cisaillement, la force de compression augmente linéairement jusqu'à la rupture de l'éprouvette (cf Figure V- 19). Néanmoins, on constate au début du chargement un pied de courbe durant lequel la force stagne aux alentours de 100 N. Cela correspond à la mise en charge de l'éprouvette entre les deux plateaux de compression et à la suppression des jeux existants au sein même de l'outil de guidage.

La première chute de charge correspond à la rupture adhésive de l'interface entre les deux entailles. Les deux parties de l'éprouvette rompue peuvent entrer en contact et être comprimées l'une contre l'autre ce qui donne lieu à l'apparition d'une force résiduelle, observée sur les courbes de chargement. La force peut augmenter à nouveau.

Après rupture, le faciès de l'éprouvette est analysé : la rupture s'avère purement adhésive entre le revêtement métallique (en blanc sur la Figure V- 19) et la sous-couche polymère (en gris clair sur la Figure V- 19). La formule pour le calcul de la résistance d'adhérence peut donc être appliquée. Sur 16 éprouvettes, la résistance d'adhérence au cisaillement de l'interface est estimée en moyenne à  $\tau = 7,0 \pm 2,5$  MPa.

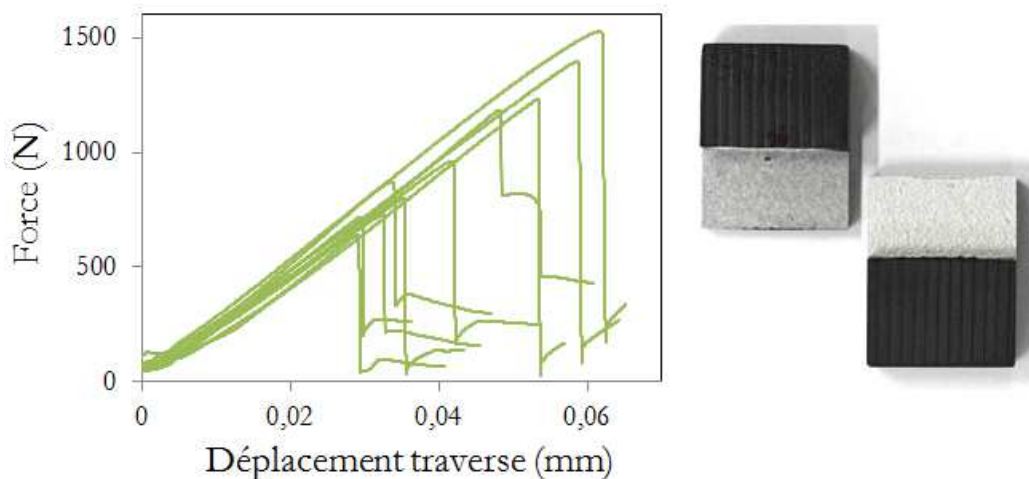


Figure V- 19 : Courbes de chargement des essais de cisaillement et faciès de rupture obtenu

*Remarque : Les éprouvettes ont été préparées par lot de quatre. Le premier lot (Epr 1 à Epr 4) n'a pas subi de polissage sur les tranches alors que les autres ont subi un polissage. Les résultats exposés par lots, dans le Tableau V- 5, semblent témoigner d'une diminution de la résistance d'adhérence au cisaillement pour les lots préalablement polis. Sans polissage, la résistance d'adhérence au cisaillement atteint environ 11 MPa.*

*La dispersion est relativement peu importante au sein d'un même lot, mais les résultats sont très dispersés entre lots. Les aléas de la préparation des éprouvettes, et plus spécifiquement l'étape de polissage, semble expliquer la grande dispersion expérimentale observée. Afin de réduire la dispersion et d'éviter les dépendances à la préparation des échantillons, l'étape de polissage sera supprimée.*



	Force à rupture $F_R$ (N)	$\sigma_R$ (MPa)	Moyenne / série	
			$F_R$ (N)	$\sigma_R$ (MPa)
Epr 1	1395	11,0	1334,16	10,59
Epr 2	1232	9,7		
Epr 3	1526	12,1		
Epr 4	1184	9,5		
Epr 5	801	6,4	839,56	6,72
Epr 6	728	5,8		
Epr 7	870	6,8		
Epr 8	959	7,7		
Epr 9	539	4,3	531,03	4,44
Epr 10	591	5,2		
Epr 11	357	3,0		
Epr 12	637	5,2		
Epr 13	717	5,8	760,30	6,16
Epr 14	647	5,2		
Epr 15	925	7,6		
Epr 16	752	5,9		
<b>Moyenne</b>	<b>866</b>	<b>7,0</b>		
<b>Ecart type</b>	<b>323</b>	<b>2,5</b>		

**Tableau V- 5 : Résultats expérimentaux des essais de cisaillement par lots testés**

### II.1.3 Bilan des résultats expérimentaux

La modélisation des essais de cisaillement bi-entaillé et 4-ENF nécessite l'intervention des paramètres de la loi cohésive en mode II pure uniquement, à savoir les paramètres  $G_{II,c}$  et  $T_{l,max}$ . L'énergie d'adhérence en mode II, déterminée expérimentalement par essais 4-ENF, et la contrainte critique de cisaillement estimée par essais de cisaillement bi-entaillé, seront utilisées comme donnée d'entrée de la loi cohésive en mode II.

Puis, ces deux paramètres seront ajustés de sorte à restituer au mieux les résultats expérimentaux.

Le Tableau V- 6 résume le jeu de paramètres initial de la loi cohésive en mode II :

Raideur initiale	Contrainte critique de cisaillement	Taux de restitution de l'énergie en mode II
$K_n$	$T_{l,max}$	$G_{II,c}$
$8.10^8$ N/mm <sup>3</sup>	7,0 MPa	240 - 360 J/m <sup>2</sup>

**Tableau V- 6 : Paramètres d'entrée de la loi cohésive en mode II issus des résultats expérimentaux**

## II.2 Identification de l'énergie d'adhérence en mode II

La contrainte critique de cisaillement  $T_{l,max}$  est supposée fixe, alors que le taux de restitution de l'énergie en mode II est ajusté de telle sorte que les niveaux des plateaux de propagation expérimentaux et numériques issus des essais 4-ENF coïncident.

## II.2.1 Résultats numériques

### *Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage*

La modélisation de l'essai 4-ENF est réalisée dans l'hypothèse de déformations planes. Le montage articulé est entièrement modélisé par un solide rigide, dont le contact avec l'éprouvette est géré par une interaction de type « hard contact ».

Le champ de contraintes longitudinales au sein de l'éprouvette est visualisable sur la Figure V- 20. La couche de revêtement métallique est essentiellement en compression au cours de l'essai 4-ENF, ce qui limite les risques de rupture. Les couches de substrat et la contre-plaque, en revanche, sont en tension avec une contrainte maximale respectivement de 90 MPa et 125 MPa, lorsque l'interface est fissurée entre les deux appuis internes. La contrainte à rupture du matériau constituant ces couches étant de 78 MPa environ, il y a des risques élevés de rupture transverse de l'éprouvette au cours de l'essai 4-ENF, avant même que la fissure interfaciale ce soit propagée entre les appuis internes. Cela confirme la difficulté de mise en œuvre rencontrée pour ce type d'essai rendu délicat par la fragilité des substrats.

La contrainte maximale au sein de la couche de polymère est d'environ 9 MPa. Pour cet essai aussi, la limite d'élasticité de la sous-couche n'est donc pas atteinte.

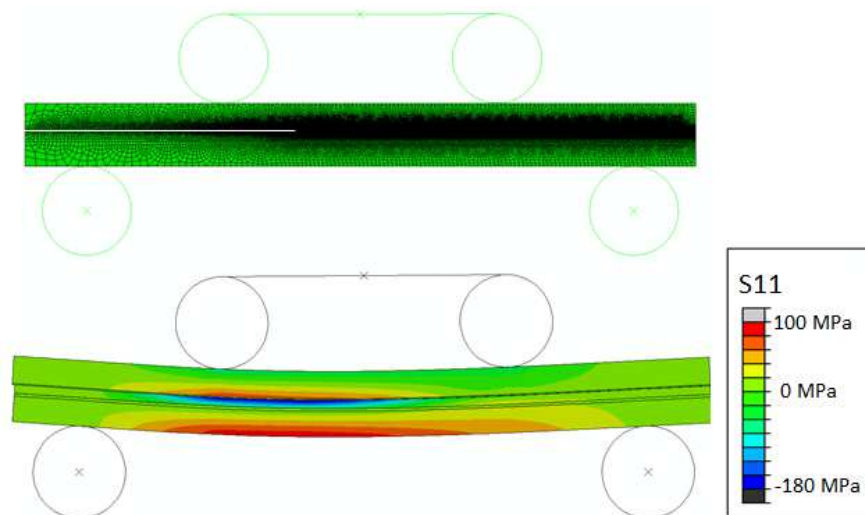


Figure V- 20 : Maillage et champ de contraintes longitudinales dans l'éprouvette 4-ENF

### *Courbes de chargement*

Les courbes de chargement obtenues numériquement sont représentées sur la Figure V- 21, avec les courbes expérimentales. Le plateau de propagation interfacial (force comprise de 195 N à 230 N) correspond aux résultats expérimentaux pour une énergie d'adhérence en mode II,  $G_{II,C}$ , comprise entre **150 et 200 J/m<sup>2</sup>**.

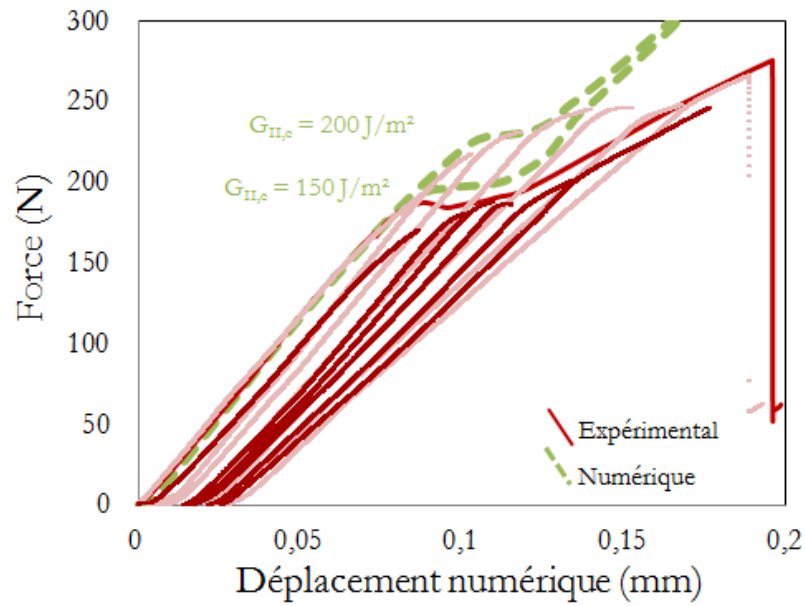


Figure V- 21 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai 4-ENF

### *Scénario de rupture*

Le scénario de rupture au cours d'un essai 4-ENF est schématisé sur la Figure V- 22. L'endommagement de l'interface apparaît en pointe d'entaille au début de la non linéarité de la courbe de chargement (Image N°2) et se propage le long de l'interface (Image N°3). Le début du palier de chargement coïncide avec l'amorçage de la fissure interfaciale (Image N°4), puis sa propagation jusque sous l'appui interne (Images N°5 à N°7). Lorsque la pointe de fissure est à proximité de la verticale de l'appui interne, la partie non fissurée de l'éprouvette est remise en flexion de manière linéaire (Image N°7).

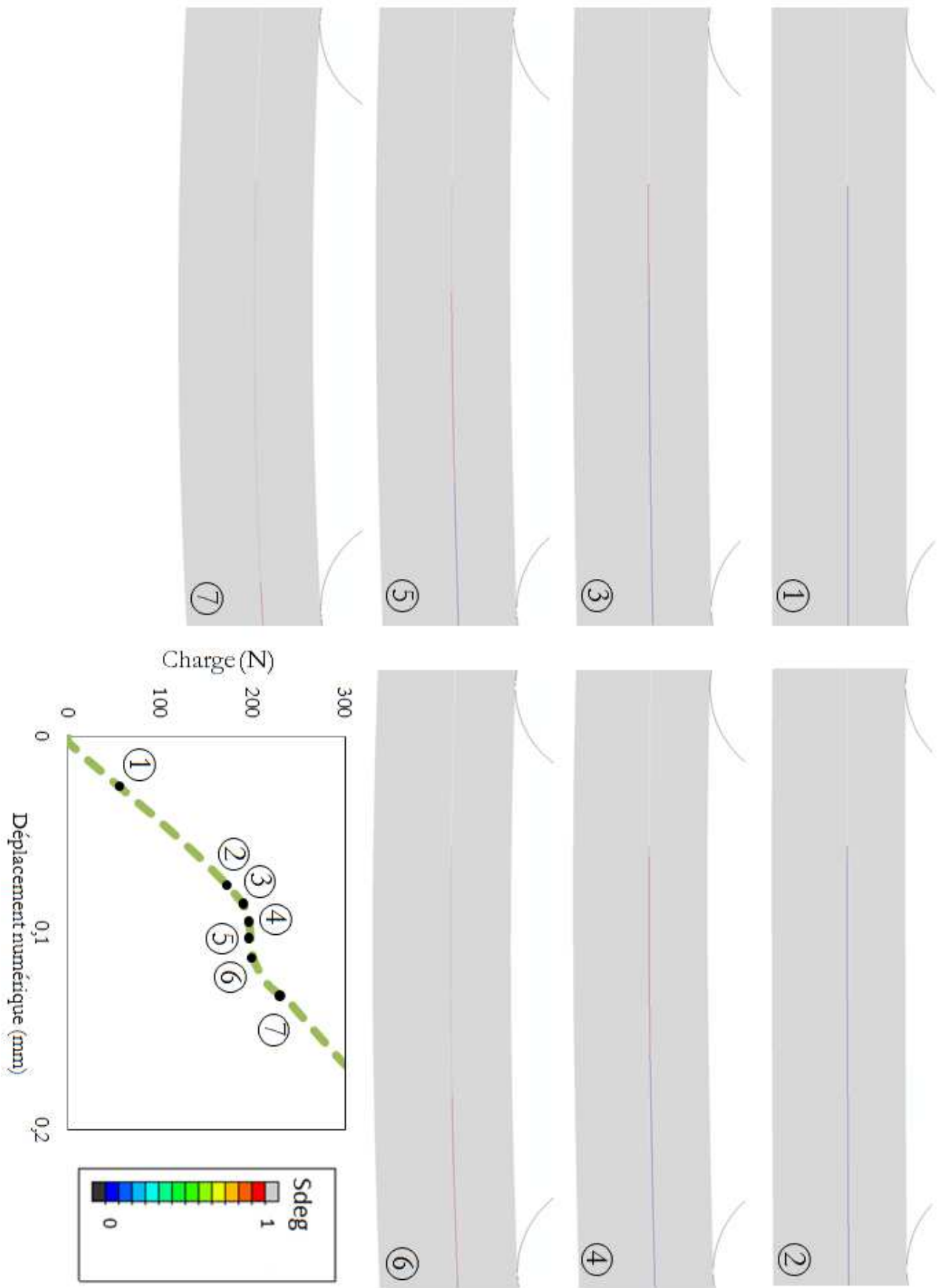


Figure V- 22 : Scénario de rupture au cours d'un essai 4-ENF

## Vérification du critère d'amorçage et de rupture

La réponse cohésive du premier élément situé en pointe de pré-entaille est tracée sur la Figure V- 23. Au cours de l'essai 4-ENF, les deux lèvres de la fissure sont en contact, mais ne s'interpénètrent pas. Aucun mode d'ouverture n'est possible et seul des effets de compression sont observables : des contraintes de compression de l'ordre de – 60 MPa peuvent être atteintes (courbe en rouge).

Exclusivement du cisaillement est présent à l'interface (courbe en vert). La loi Traction-Séparation théorique est parfaitement restituée : la contrainte maximale en mode II est de – 7,3 MPa et l'aire sous la courbe est proche de l'énergie d'adhérence imposée en mode II, à savoir 150 J/m<sup>2</sup>.

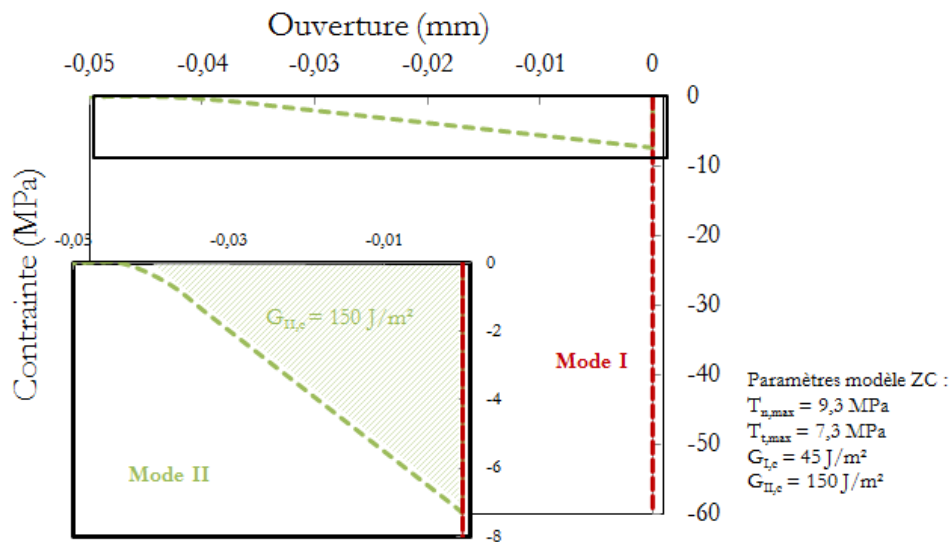


Figure V- 23 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC

### II.2.2 Mixité modale

Lors de l'essai 4-ENF, l'éprouvette est mise en compression et les lèvres de la fissure interfaciale sont maintenues en contact. L'ouverture relative de la fissure est donc nulle :  $\delta_y = 0$ . Par conséquent, l'angle de phase  $\Phi$ , déterminé numériquement, est égal à  $-90^\circ$  tout au long de l'essai.

A cela s'ajoute le terme dû à la disparité de propriétés élastiques des matériaux de part et d'autre de l'interface (angle de  $12,8^\circ$ ). La mixité modale normalisée est déterminée égale à  $\Psi^* = -77,2^\circ$ .

### II.2.3 Influence du type de montage : comparaison montage articulé/montage guidé

Dans la partie II.1.1, l'influence du montage sur les courbes de chargement expérimentales a été mise en évidence. Une modélisation de l'essai 4-ENF avec les deux types de montages (cf Figure V- 24) est réalisée afin de vérifier si la différence observée expérimentalement peut être restituée numériquement. Les paramètres de la loi cohésive sont choisis identiques dans les deux cas. Ainsi seule l'influence du montage et des conditions aux limites sont considérées.

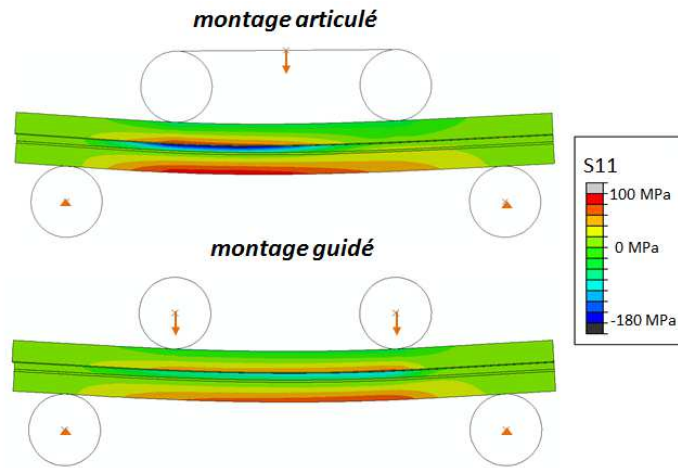


Figure V- 24 : Modélisation de l'essai 4-ENF avec les deux types de montage

Les courbes de chargement numériques (en pointillés sur la Figure V- 25) sont en accord avec les courbes expérimentales (en traits continus). Le palier de propagation de la fissure interfaciale est accentué avec un montage articulé, tel qu'observé expérimentalement. En revanche, avec le montage guidé, la force diminue après l'amorçage de fissure pour atteindre un minimum au cours de la propagation, puis augmente à nouveau. Pour les mêmes paramètres du modèle cohésif, le palier de propagation numérique est plus faible dans le cas de l'utilisation d'un montage guidé (en bleu). L'énergie d'adhérence déterminée à partir de courbes de chargement obtenues avec ce type de montage sera donc sous-estimée. Il convient donc d'utiliser un montage articulé pour déterminer fiablement l'énergie d'adhérence d'une interface.

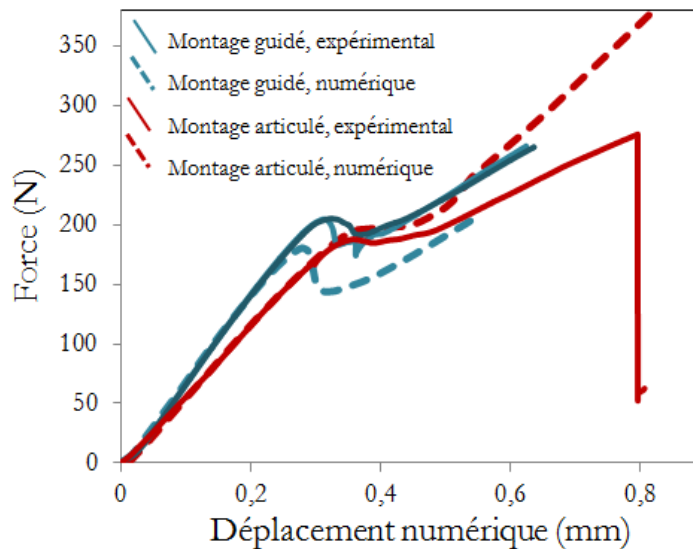


Figure V- 25 : Influence du montage 4-ENF sur la courbe de chargement

### II.3 Identification de la contrainte critique de cisaillement

Dans cette partie, le taux de restitution de l'énergie en mode II identifié précédemment est supposé fixé à 150 J/m<sup>2</sup> ou 200 J/m<sup>2</sup> dans les cas extrêmes. La contrainte critique de cisaillement est ajustée sur la valeur de la force à rupture de l'interface.

**Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage**

L'essai de cisaillement bi-entaillé est modélisé sous ABAQUS par un modèle 2D sous l'hypothèse de déformations planes. Les contraintes de cisaillement au sein de l'éprouvette au cours d'un essai sont représentées sur la Figure V- 26. Des contraintes de cisaillement importantes sont bien observables le long de l'interface d'étude revêtement métallique/sous-couche polymère, entre les deux entailles transverses. Dans cette zone centrale, l'interface est donc sollicitée majoritairement en cisaillement.

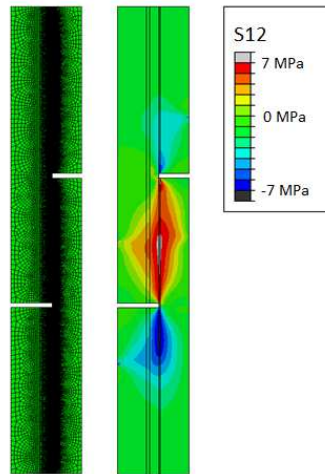


Figure V- 26 : Maillage et champ de contraintes de cisaillement dans l'éprouvette de cisaillement

**Courbes de chargement**

La force de réaction numérique est déterminée par le calcul explicite dans le CHAPITRE III, et est tracée sur la Figure V- 27 avec les courbes de chargement obtenues expérimentalement. Les forces à rupture déterminées numériquement sont en accord avec celles déterminées expérimentalement pour une contrainte critique de cisaillement  $T_{t,max}$  comprise entre 7 MPa et 13 MPa.

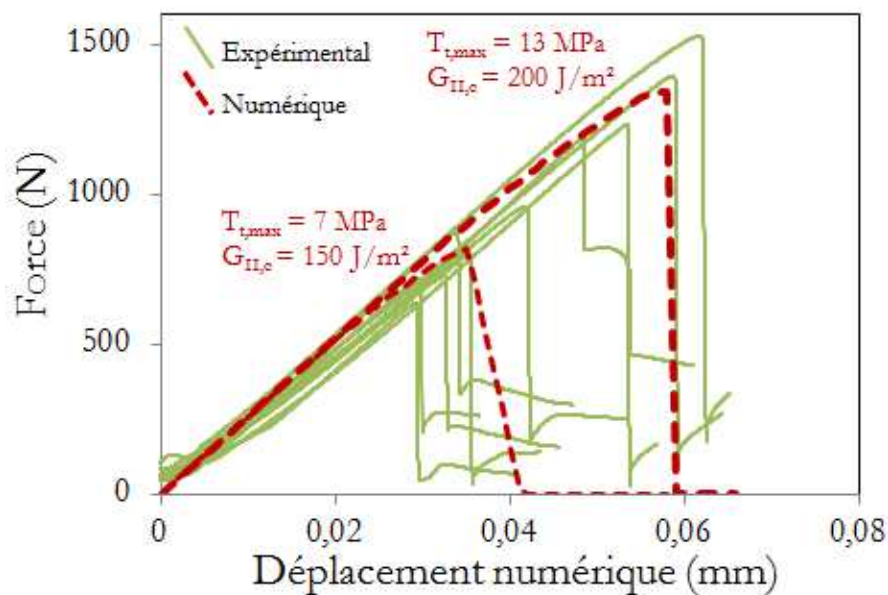


Figure V- 27 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de cisaillement

### Profil de contraintes à l'interface

Le profil de contraintes de cisaillement le long de l'interface située entre les deux entailles est visible sur la Figure V- 28, à deux instants de l'essai : avant le début de l'endommagement interfaciale et au cours de cet endommagement.

La contrainte est maximale au niveau de l'entaille inférieure de l'éprouvette, ce qui présage d'une apparition de l'endommagement dans cette zone. Elle atteint alors une valeur d'environ 10 MPa au niveau de la singularité engendrée par la présence de l'entaille.

Au cours de l'essai, l'endommagement apparaît au niveau de l'entaille inférieure, limitant les contraintes de cisaillement à la valeur de la contrainte critique de cisaillement  $T_{t,max}$  imposée, les éléments endommagés perdent en raideur jusqu'à être totalement rompus.

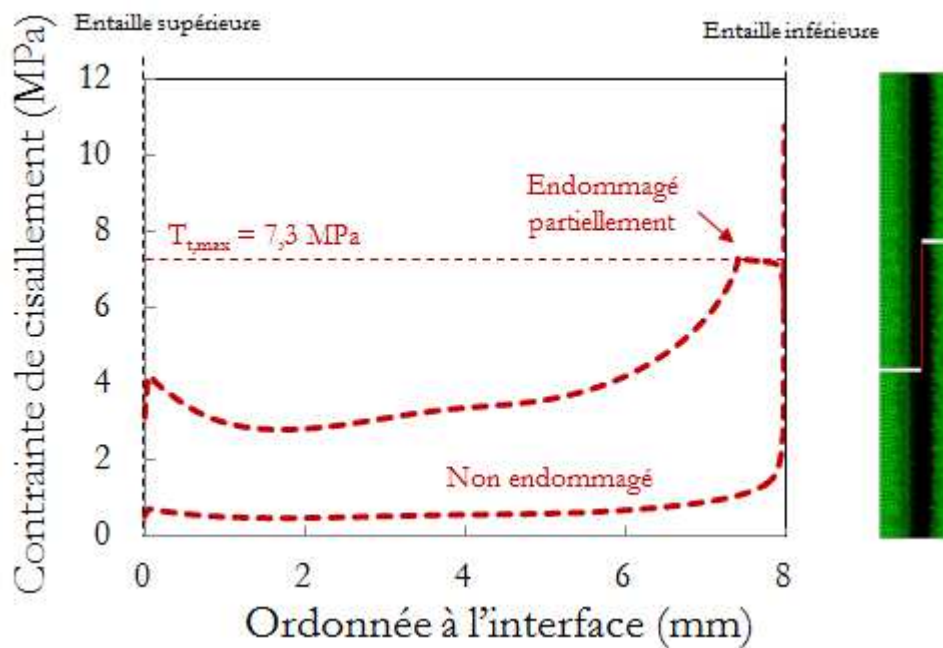


Figure V- 28 : Profil de contrainte de cisaillement à l'interface pour l'essai de cisaillement

### Scénario de rupture

La visualisation de la variable d'endommagement de la zone cohésive (*SDEG*) au cours de l'essai permet de confirmer l'analyse faite grâce au profil des contraintes de cisaillement. En effet, l'endommagement apparaît au préalable au niveau de l'entaille inférieure (Image N°2 sur la Figure V- 29) et se propage le long de l'interface vers l'entaille supérieure (Images N°3 et N°4). Dans un second temps, de l'endommagement apparaît également au niveau de l'entaille supérieure et se propage le long de l'interface (Images N°4 à N°6). Lorsque les efforts de cisaillement sont suffisamment importants, une fissure s'amorce au niveau de l'entaille inférieure (Images N°5 et N°6). Une non linéarité sur la courbe de chargement est observable à partir de cet instant. La fissure se propage de manière brutale le long de l'interface jusqu'à la rupture totale entre les deux entailles (Image N°7).

Nous pouvons noter qu'un endommagement apparaît à l'interface dans la partie inférieure de l'éprouvette dès le début de l'endommagement (Image N°2), mais pas dans la partie supérieure de l'éprouvette.



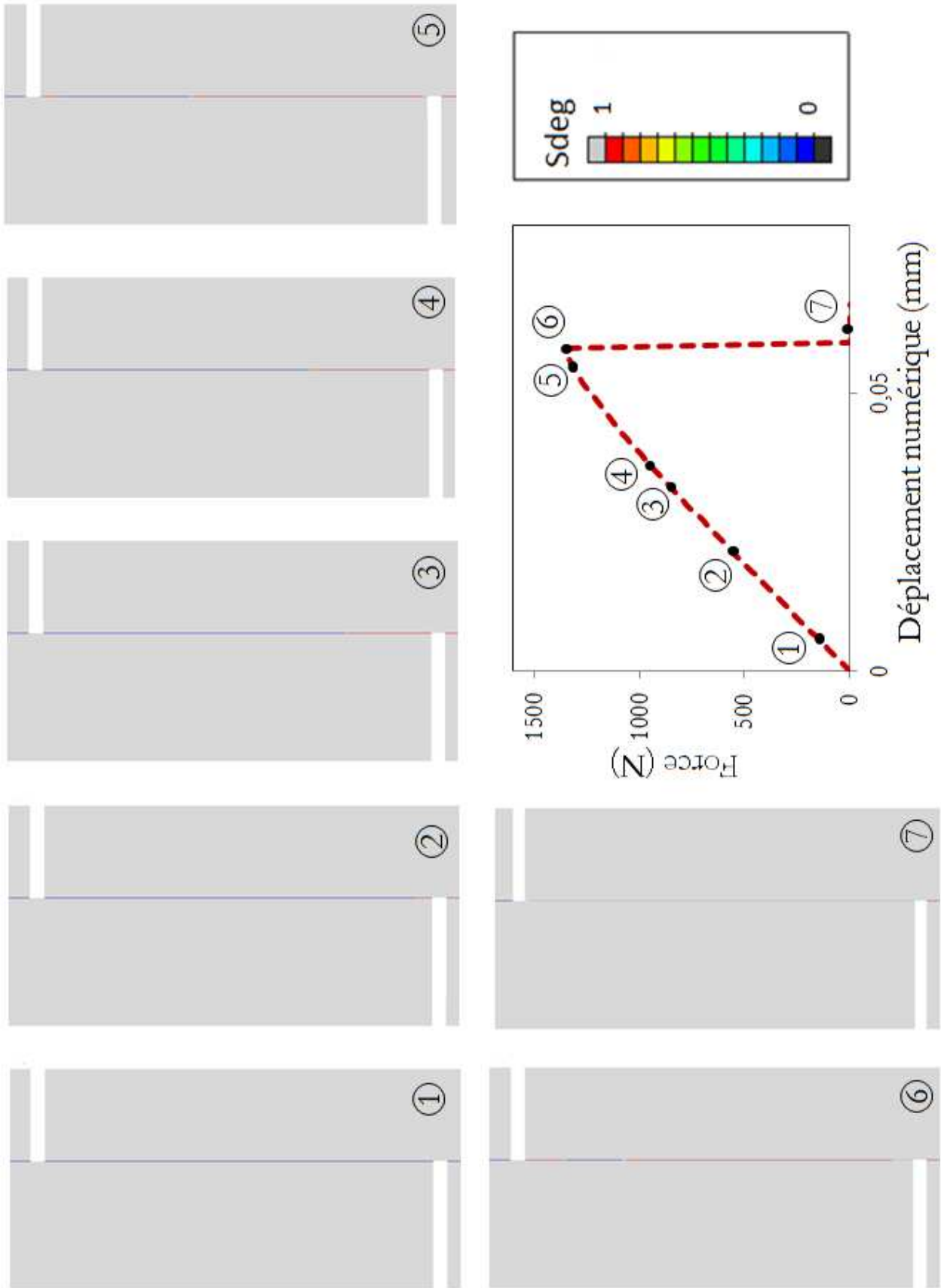


Figure V- 29 : Scénario de rupture au cours d'un essai de cisaillement

**Vérification du critère d'amorçage et de rupture**

Les courbes contrainte-ouverture en mode I et mode II sont tracées dans l'élément de la zone cohésive adjacent à l'entaille inférieure (Figure V- 30). Seul un mode d'ouverture en mode II est observable au cours de l'essai dans cet élément (courbe en verte). Des phénomènes de compression dans la direction du mode I sont notables (courbe en rouge). Dans ce cas encore, la loi Traction-Séparation théorique est parfaitement suivie : la contrainte critique en cisaillement atteint -7,3 MPa et l'aire sous la courbe est exactement égale à l'énergie d'adhérence en mode II.

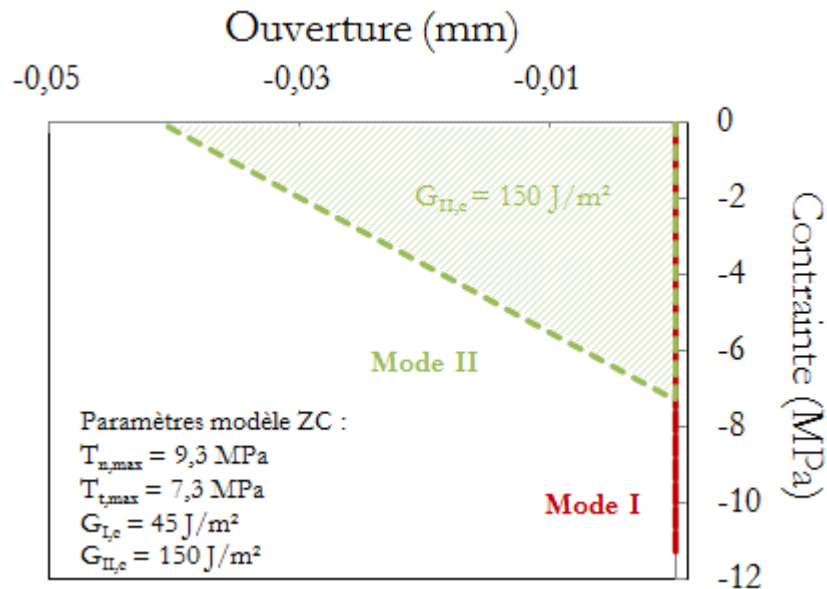


Figure V- 30 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC

II.4 Bilan

Grâce aux analyses expérimentales et numériques des essais de cisaillement bi-entailé et 4-ENF, les paramètres  $G_{II,c}$  et  $T_{t,max}$  de la loi cohésive en mode II ont été optimisées. Un encadrement de ces deux paramètres, tenant compte de la dispersion expérimentale, est présenté dans le Tableau V- 7.

	Contrainte critique de cisaillement	Taux de restitution de l'énergie en mode II
	$T_{t,max}$	$G_{II,c}$
Initial	7,0 MPa	240 - 360 J/m <sup>2</sup>
<b>Optimisé</b>	<b>[7 ; 13] MPa</b>	<b>[150 ; 200] J/m<sup>2</sup></b>

Tableau V- 7 : Paramètres optimisés de la loi cohésive en mode II de l'empilement N°2

---

### III. Validation de la loi d'interface en mode mixte

---

Désormais, les paramètres de la loi cohésive en mode I et en mode II sont identifiés et seront fixés entre les valeurs minimales et maximales. D'autres essais, sollicitant l'interface sous un mode mixte et donc faisant intervenir l'ensemble des paramètres, sont effectués afin de s'assurer de la validité de la loi : un essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée, étudié dans deux configurations différentes, et un essai de traction sur substrat incurvé.

---

#### III.1 Résultats de l'essai de flexion 4 points

##### III.1.1 Estimation de l'énergie d'adhérence en mode mixte

Sept essais de flexion 4 points avec une pré-entaille centrée dans l'éprouvette ont été réalisés avec succès. Les courbes de chargement expérimentales sont présentées sur la Figure V- 31. On y discerne assez aisément un plateau de chargement correspondant la propagation stable de la fissure à l'interface. Certains essais sont arrêtés puis redémarrés afin de pouvoir suivre l'évolution de la fissure à l'interface par suivi optique à différents instants de l'essai (cf Figure V- 32).

Dans un premier temps, l'éprouvette est chargée linéairement. En amont du pic de chargement (point N°2), une fissure s'amorce à l'interface entre le revêtement métallique et la sous-couche de polymère. Une légère non linéarité sur la courbe de chargement apparaît. La contrainte en pointe de l'entaille devenant trop importante, le revêtement plasma se fissure brutalement entraînant une chute de charge (point N°3). La fissure se propage alors à l'interface (point N°4) et atteint un régime de propagation stable durant lequel elle se propage symétriquement, sous un chargement quasi-constant (point N°5). Enfin, les fissures finissent par atteindre les appuis internes. Sous des efforts de cisaillement plus important, la fissure éprouve davantage de difficultés à se propager le long de l'interface. La partie non fissurée de l'éprouvette est alors remise en charge de manière linéaire (point N°6).

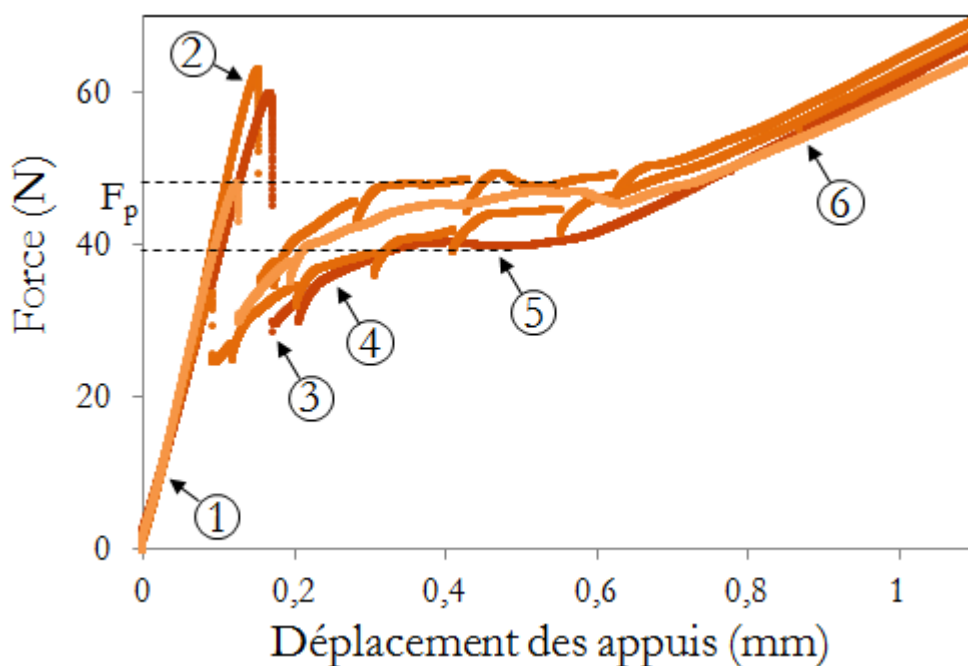


Figure V- 31 : Courbes de chargement des essais de flexion 4 points avec entaille centrée

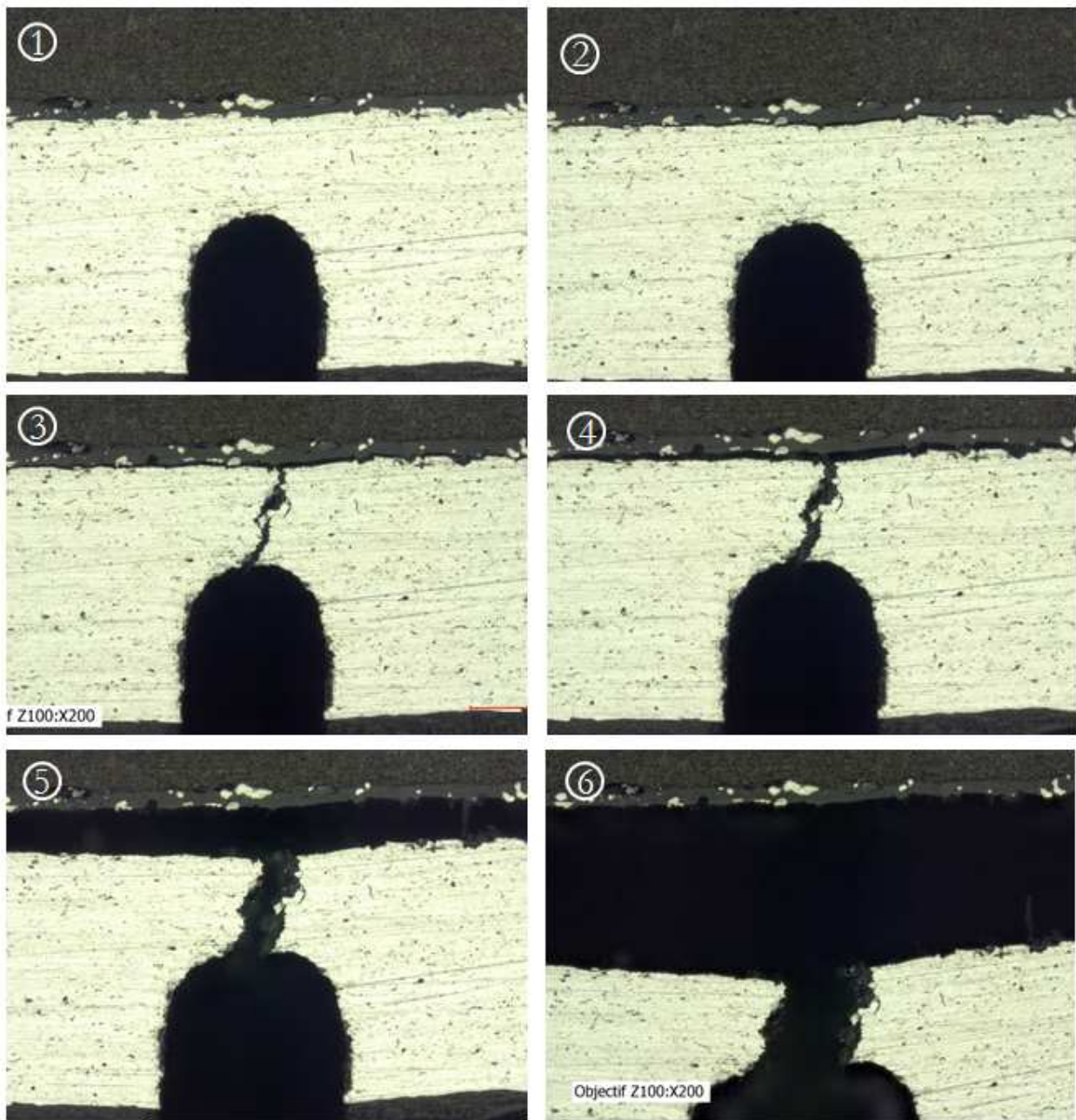


Figure V- 32 : Scénario de propagation de la fissure au cours d'un essai de flexion 4 points

La force sous laquelle la fissure interfaciale se propage est déterminée expérimentalement à partir des courbes de chargement (Figure V- 31). La formule analytique pour le calcul de l'énergie d'adhérence proposée par Hofinger [HOF98], et adaptée à l'étude d'un tricouche, est appliquée. Les paliers de propagation mesurés ainsi que les énergies d'adhérence associées sont exposés dans la Tableau V- 8. L'énergie d'adhérence de l'interface, sous un mode de sollicitation mixte, est estimée à  $G_{I/II,c} = 47 \pm 8 \text{ J/m}^2$  en moyenne.

	Palier de propagation $F_p$ (N)	Energie d'adhérence $G_{I/II,c}$ (J/m <sup>2</sup> )
Epr1	45,7	50,7
Epr2	47,9	52,5
Epr3	45,6	50,4
Epr4	40,0	37,5
Epr5	44,3	46,2
Epr6	47,0	56,9
Epr7	37,0	35,5
Moyenne	43,9	47,1
Ecart-type	4,0	7,9

**Tableau V- 8 : Résultats expérimentaux des essais de flexion 4 points avec entaille centrée**

L'énergie d'adhérence de l'interface, sous un mode proche du mode I pur, est estimée à  $G_{I,c} = 62 \pm 23$  J/m<sup>2</sup>, d'après les résultats des essais de clivage en coin, et l'énergie d'adhérence sous un mode de sollicitation mixte à  $G_{I/II,c} = 47 \pm 8$  J/m<sup>2</sup>, par le biais des essais de flexion 4 points. Les ordres de grandeur sont parfaitement comparables. Néanmoins, pour comparer avec plus d'exactitude ces deux grandeurs, le mode de sollicitation des essais doit être déterminé de manière plus précise. Grâce à la modélisation de ces essais dans les parties suivantes, la mixité modale sera déterminée avec exactitude.

Une propagation symétrique est obtenue dans la majorité des essais effectués. Cependant, il arrive qu'une propagation asymétrique de fissure soit observée en raison d'un défaut de planéité de l'éprouvette induisant une dissymétrie du chargement avec un montage guidé, ou bien d'un défaut à l'interface. Une des éprouvettes testées présente une propagation asymétrique à cause de la présence d'un défaut à l'interface d'un côté de l'éprouvette, bloquant ainsi l'avancée de la fissure. L'étude de ce cas particulier est analysée en Annexe 6.

### III.1.2 Résultats expérimentaux et numériques : cas de l'entaille centrée

Grâce aux comparaisons des résultats numériques et expérimentaux des divers essais précédents, les paramètres de la loi cohésive sont désormais optimisés en mode I et II. Les résultats des essais de validation (essai de flexion 4 points et essai de traction modifié), présentés dans cette partie, devront permettre de valider la pertinence de ces paramètres, rappelés dans le Tableau V- 9.

Contrainte critique de traction	Contrainte critique de cisaillement	Taux de restitution de l'énergie en mode I	Taux de restitution de l'énergie en mode II
$T_{n,max}$	$T_{t,max}$	$G_{I,c}$	$G_{II,c}$
[7,7 ; 9,9] MPa	[7 ; 13] MPa	[33 ; 58] J/m <sup>2</sup>	[150 ; 200] J/m <sup>2</sup>

**Tableau V- 9 : Paramètres optimisés de la loi cohésive de l'empilement N°2**

### *Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage*

L'essai de flexion 4 points avec entaille centrée dans l'éprouvette est modélisé sous ABAQUS sous l'hypothèse de déformations planes. Compte tenu de la symétrie du problème, seulement une demi éprouvette est modélisée. Le maillage de l'éprouvette de flexion ainsi que le champ de contraintes longitudinales obtenu au cours d'un essai sont représentés sur la Figure V- 33.

Les contraintes longitudinales dans la couche de substrat en flexion atteignent environ 70 MPa en traction, au centre de l'éprouvette, lorsque l'interface entre les appuis internes est entièrement fissurée. Au-delà, la contrainte augmente jusqu'à 100 MPa, faisant courir au substrat en graphite, dont la contrainte à rupture est de l'ordre de 78 MPa, un risque de rupture cohésive. L'analyse numérique de l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée permet d'affirmer la faisabilité de cet essai puisque les contraintes dans la couche de substrat en flexion n'excèdent pas la contrainte à rupture du matériau tant que la fissure interfaciale n'a pas atteint les appuis internes.

Par ailleurs, les contraintes longitudinales dans la couche de polymère sont de l'ordre de 7 MPa à 11 MPa au maximum. La limite d'élasticité du matériau (15 MPa) ne semble donc pas atteinte au cours de l'essai, empêchant ainsi une plastification.

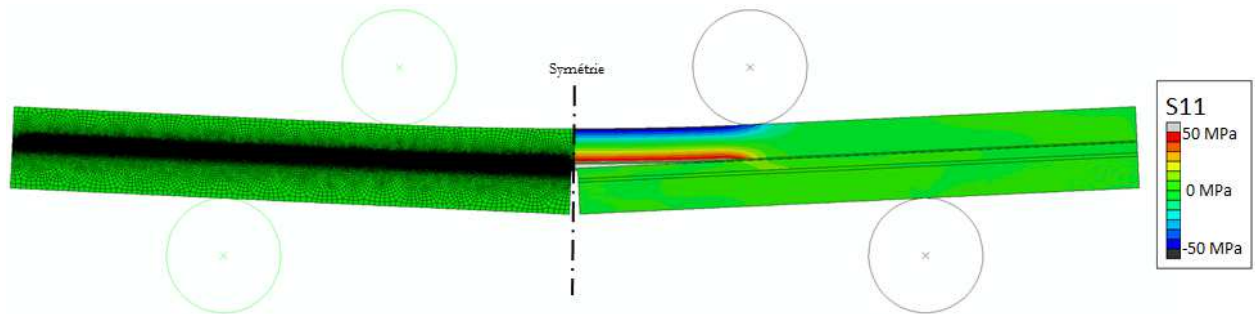


Figure V- 33 : Maillage et champ de contraintes de longitudinales dans l'éprouvette de flexion 4 points

### *Courbes de chargement*

La force de réaction numérique est extraite de la modélisation et reportée en fonction du déplacement numérique imposé au niveau des appuis sur la Figure V- 34. L'allure des courbes numériques coïncident avec les courbes expérimentales : une première phase correspond au chargement de l'éprouvette, puis un palier est atteint durant la propagation interfaciale, suivie d'une phase d'augmentation de la charge.

Les niveaux des plateaux de chargement numériques sont compris entre 42 N et 56 N, pour des paramètres de la loi cohésive variant entre le minimum et le maximum identifié (cf Tableau V- 9). Ils sont parfaitement comparables avec les mesures expérimentales comprises entre 37 N et 48 N. Par conséquent, cet essai permet de valider la loi cohésive préalablement identifiée.

Une différence significative est néanmoins notable : aucun pic de charge n'apparaît sur les courbes numériques avant le palier de propagation, alors qu'une soudaine chute de charge est observable expérimentalement. Elle correspond en réalité à la rupture du ligament de revêtement métallique restant entre la pointe de l'entaille et l'interface d'étude (Image N°3 de la Figure V- 32). Or, dans le modèle numérique, la pré-entaille traverse la totalité de l'épaisseur du revêtement et atteint l'interface dès l'état initial du calcul. Par conséquent, l'étape de rupture cohésive du revêtement n'est pas modélisée. Ce point constitue une des voies d'amélioration de la modélisation afin de restituer entièrement chaque étape de l'essai.



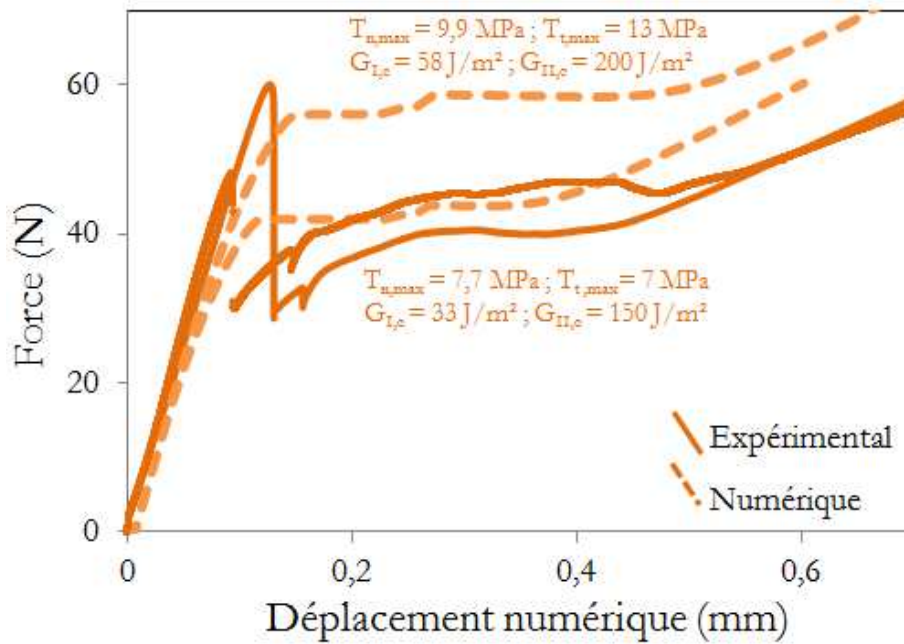


Figure V- 34 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée

### Scénario de rupture

Le scénario de rupture est fidèlement restitué par la modélisation (Figure V- 35). L'endommagement de l'interface au niveau de la pointe de l'entaille apparaît relativement tôt sur la courbe de chargement (Image N°2). La toute première rupture de l'interface survient au début de la non linéarité, avant le palier de force (Image N°3). La fissure se propage le long de l'interface, en direction des appuis internes, au cours du palier de charge enregistré (Images N°4 à N°6). Enfin, lorsque la pointe de la fissure s'approche de l'appui interne, l'éprouvette est remise en charge (Image N°7). La force augmente à nouveau afin de poursuivre la propagation interfaciale devenue plus difficile à cause des effets de cisaillement grandissants entre les appuis internes et externes.

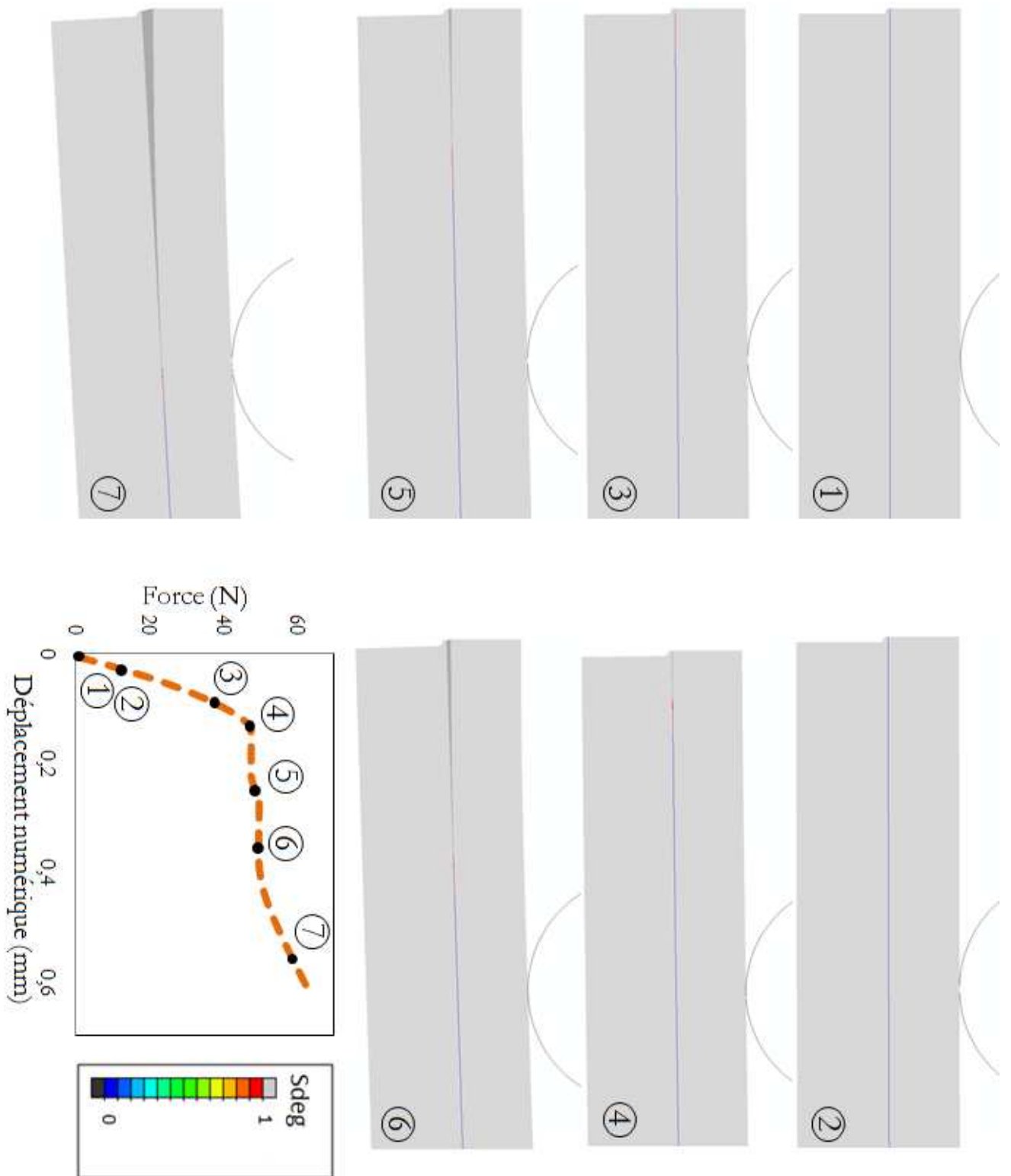


Figure V- 35 : Scénario de rupture au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée



## Vérification du critère d'amorçage et de rupture

La réponse contrainte-ouverture dans l'élément cohésif situé au centre de l'éprouvette, en aplomb de la pré-entaille, est reportée sur la Figure V- 36. Au cours de l'essai de flexion, du mode I et du mode II apparaissent simultanément en proportion quasi-équivalente. Le critère quadratique (QUADS) de début de l'endommagement est bien respecté au cours de l'essai.

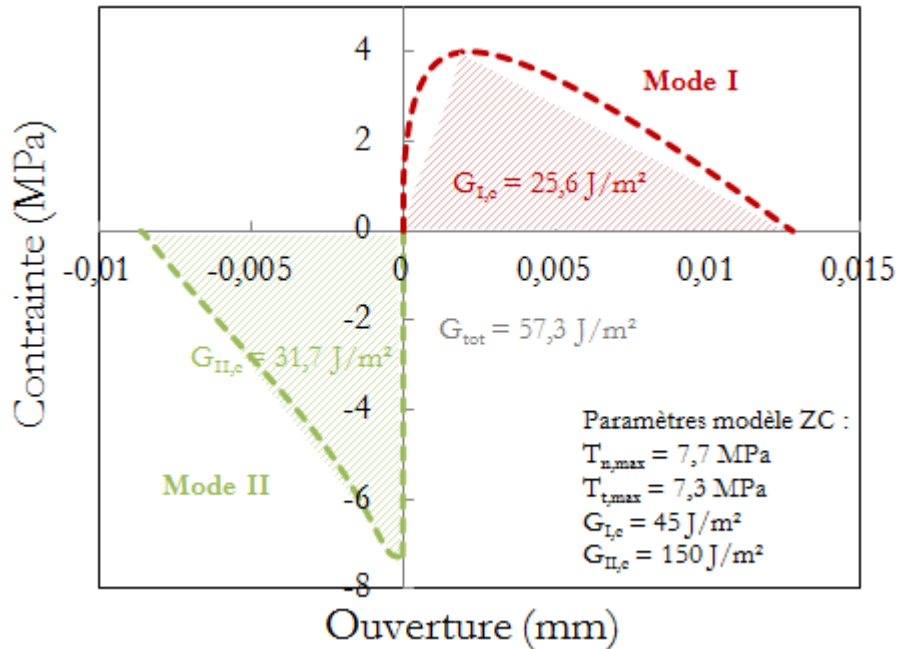


Figure V- 36 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC

### III.1.3 Résultats expérimentaux et numériques : cas de l'entaille décalée

#### Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage

L'essai de flexion 4 points avec entaille décalée sous un appui interne est modélisé de la même manière que l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée. Le champ de contraintes longitudinales est représenté sur la Figure V- 37.

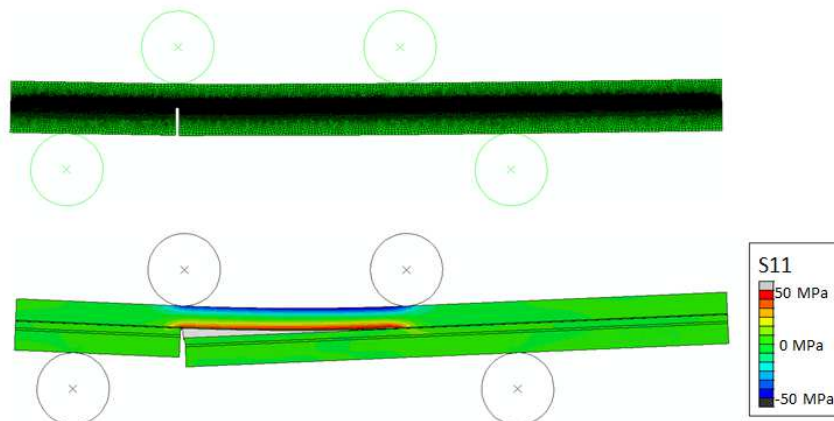


Figure V- 37 : Maillage et champ de contraintes de longitudinales dans l'éprouvette de flexion 4 points avec entaille décalée

### Courbes de chargement

Les courbes de chargement expérimentales issues des essais de flexion 4 points avec entaille décalée sont présentées en traits continus sur la Figure V- 38. L'allure de ces courbes diffère du cas de flexion 4 points avec entaille centrée. En effet, contrairement au cas symétrique, aucun palier de chargement n'est obtenu durant la propagation interfaciale. Une première chute brutale de la charge correspond à la rupture du ligament de revêtement plasma restant entre la pointe d'entaille et l'interface. Une fissure s'amorce simultanément à l'interface. Puis, une chute progressive et fluctuante de la force est observée tout au long de la propagation de la fissure interfaciale, depuis l'entaille jusque sous le second appui interne. Un minimum de charge est atteint, puis la force augmente à nouveau lors de la remise en charge de l'éprouvette.

Les courbes de chargement numériques sont extraites de la modélisation et reportées en pointillés sur la même figure. L'allure des courbes numériques obtenue est parfaitement cohérente avec les courbes expérimentales. Les forces minimales de propagation obtenues numériquement sont comprises entre 30,8 N et 41,5 N, contre 31,4 N et 35,4 N expérimentalement.

Cependant, une différence entre les courbes expérimentales et numériques est discernable : la première chute de charge observée expérimentalement n'est pas reproduite par la modélisation. De même que pour l'essai de flexion centré, la rupture cohésive du ligament de revêtement métallique restant en bout de la pré-entaille n'est pas modélisée. Pour modéliser cette étape, un critère de rupture de la couche de revêtement devrait être introduit.

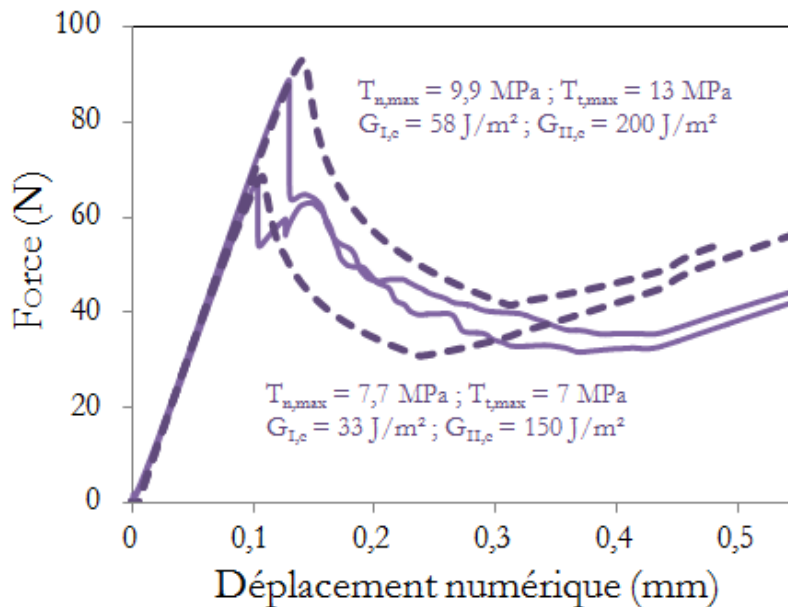


Figure V- 38 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de flexion 4 points avec entaille décalée

### Scénario de rupture

Le scénario de rupture observé expérimentalement est parfaitement restitué par modélisation grâce au modèle de zones cohésives proposé (Figure V- 39). L'interface commence à s'endommager à la verticale de la pré-entaille, sous l'appui interne (Image N°2), pour une force appliquée d'environ 15 N. L'endommagement s'étend à l'interface engendrant une très légère non linéarité sur la courbe de chargement (Image N°3). Ensuite, l'interface se fissure provoquant une chute de charge (Image N°4). La fissure se propage le long de l'interface jusque sous le second appui interne (Images N°5 à N°7) alors que la force appliquée décroît progressivement jusqu'à atteindre un minimum. Enfin, la pointe de fissure atteint l'appui interne (Image N°8). Sa propagation est alors rendue plus difficile à cause de l'intervention d'effets de cisaillement entre les appuis internes et externes, au même titre que pour l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée.

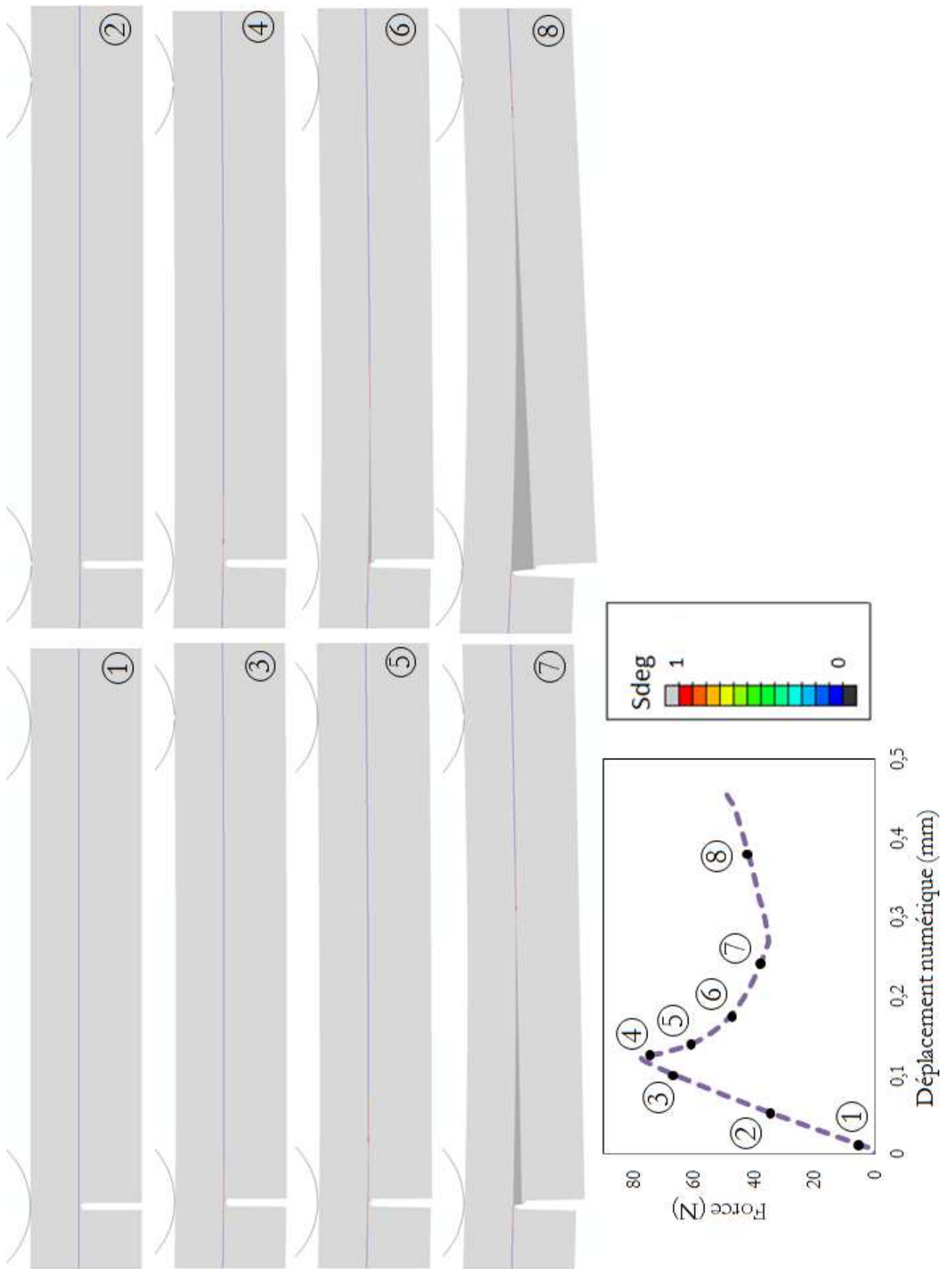


Figure V- 39 : Scénario de rupture au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille décalée

### Vérification du critère d'amorçage et de rupture

La courbe contrainte-ouverture dans l'élément situé au centre de l'éprouvette présente exactement la même forme que dans le cas de l'essai de flexion avec entaille centrée (Figure V- 36). Autant de mode I que de mode II sont présents durant la propagation interfaciale. Cette constatation sera validée dans la partie suivante, par la mesure précise de la mixité modale à l'interface au cours de l'essai.

#### III.1.4 Mixité modale

La mixité modale est déterminée par la méthode des déplacements en pointe de la fissure, décrite dans le CHAPITRE III. L'angle de phase calculé numériquement vaut en moyenne  $\Phi_c = -43^\circ$  et  $\Phi_d = -41^\circ$ , respectivement au cours de l'essai de flexion 4 points avec entaille centrée et avec entaille décalée. La mixité modale normalisée est déduite de l'angle de phase numérique et de l'angle induit par la disparité des propriétés des matériaux adjacents à l'interface. Son évolution en fonction de la longueur de délaminage est représentée sur la Figure V- 40, pour les deux essais de flexion 4 points avec entaille centrée et entaille décalée.

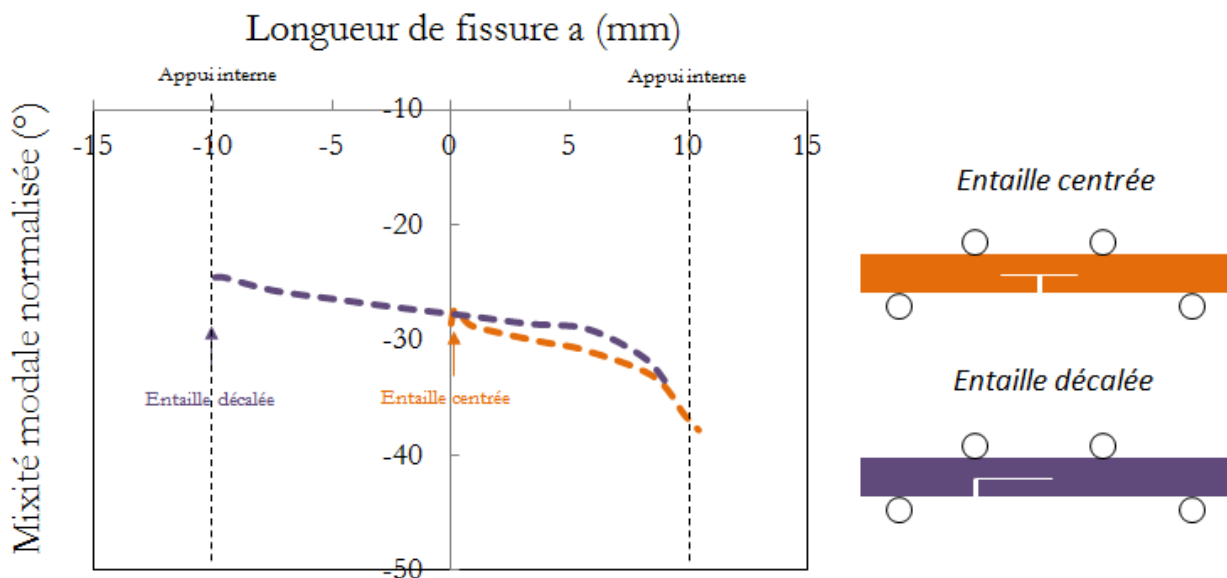


Figure V- 40 : Evolution de la mixité modale  $\Psi^*$  en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée et décalée

Pour les deux configurations, la mixité modale normalisée est quasi-constante au cours de la propagation interfaciale. Elle vaut en moyenne  $\Psi^*_c = -30^\circ$  pour l'essai avec entaille centrée, et  $\Psi^*_d = -28^\circ$  pour l'essai avec entaille décalée. Elle augmente progressivement lorsque la pointe de fissure arrive à proximité de l'appui interne, à savoir à une abscisse de 10 mm. Cette augmentation est due à l'affluence croissante de cisaillement dans cette zone (entre les appuis internes et externes), induisant de plus en plus de mode II au cours de la propagation. La différence de mixité modale induite par ces deux configurations n'est pas significative.

## III.2 Résultats de l'essai plot collé sur substrat incurvé

### III.2.1 Résultats expérimentaux

Le principe de cet essai est similaire à l'essai de traction avec deux haltères collées, à la différence que l'interface est incurvée. L'haltère collée sur le revêtement plasma est donc profilée en conséquence.

La première phase, observable sur les courbes de chargement (Figure V- 41), correspond à la mise en charge et l'alignement du montage. Le pied de courbe observé aux alentours de 150 N correspond probablement à la mise en butée de la tuile sur son système de fixation. L'éprouvette est ensuite chargée linéairement durant la deuxième phase, jusqu'à la rupture brutale de l'interface sous l'haltère coïncidant avec la chute de charge. Cependant, le revêtement métallique plasma n'est pas totalement rompu et une charge non nulle est maintenue. Durant la troisième phase, le pelage du revêtement métallique sous une charge résiduelle, diminuant de 90 N à quelques newtons, a lieu. Finalement, le revêtement finit par se rompre au niveau du pourtour de l'haltère.

L'observation des faciès de rupture, sur la Figure V- 41, témoignent de ce scénario : le délaminage entre le revêtement projeté plasma et le substrat est visible. Le revêtement plasma est arraché sur un diamètre proche de celui de l'haltère.

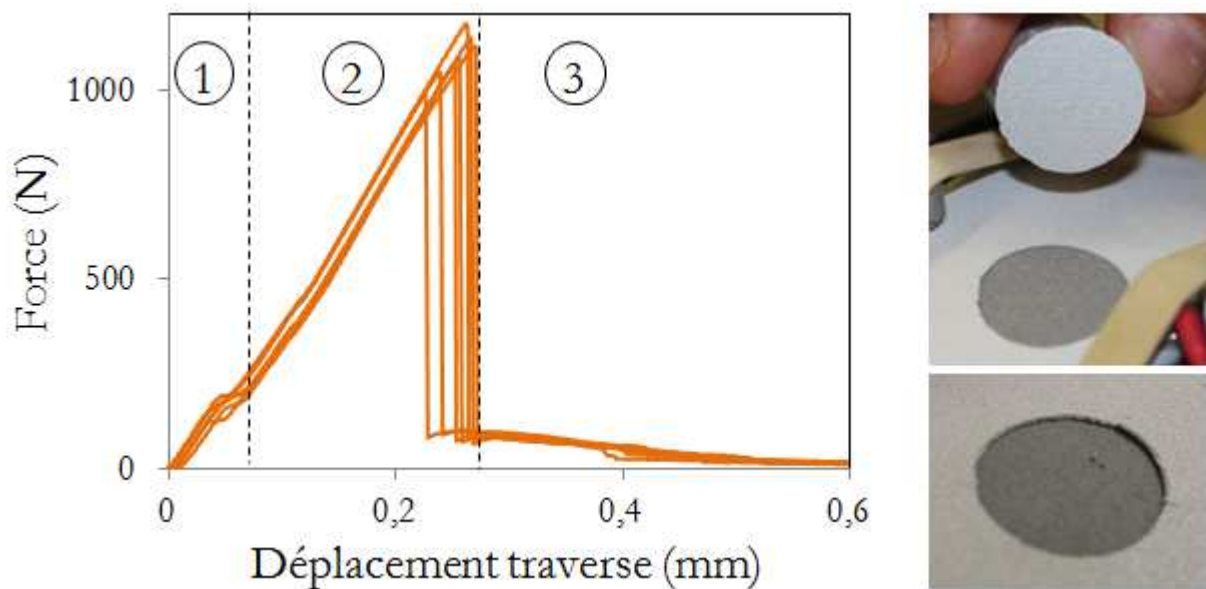


Figure V- 41 : Courbes de chargement des essais de traction sur pièce incurvée et faciès de rupture obtenu

La force sous laquelle la rupture adhésive de l'interface a lieu est évaluée en moyenne à  $F = 1099 \pm 72$  N.

Pour tenter d'expliquer le scénario de rupture observé, une modélisation de cet essai est réalisée au moyen du modèle cohésif identifié précédemment (paragraphes I et II).

Nous pouvons remarquer que la force à rupture est environ 60 % plus faible que celle mesurée par l'intermédiaire de l'essai de traction plots collés dans le paragraphe I.1.2. Nous tenterons d'expliquer cette différence grâce à la modélisation dans la partie suivante.

III.2.2 Résultats numériques du modèle axisymétrique plan

*Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage*

Dans un premier temps, l'essai de traction plot collé est modélisé de manière simplifiée à l'aide d'un modèle 2D axisymétrique, sur un substrat de géométrie plane. Il s'agit, dans cette partie, de prendre en considération les différences de conditions aux limites engendrées par cette configuration d'essai par rapport à une configuration classique avec double haltère, en conservant une même géométrie plane. En effet, lors de l'essai, la pièce revêtue est maintenue fixe au bâti par une zone éloignée de la zone de test. Par conséquent, le blocage de l'éprouvette se fera par le pourtour, comme représenté en orange sur la Figure V- 42. Et la partie inférieure de l'éprouvette est laissée libre de charge.

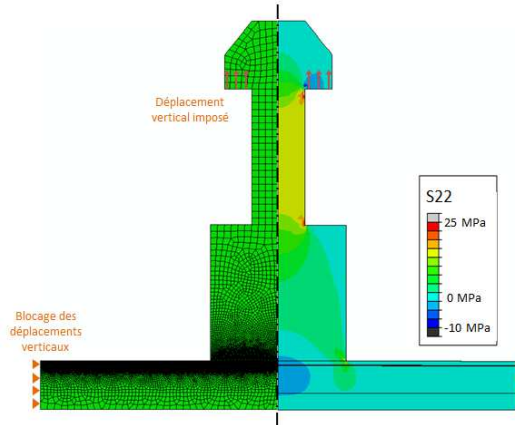


Figure V- 42 : Maillage et champ de contraintes de normales dans l'éprouvette de traction plot collé

*Courbes de chargement*

Les courbes de chargement numériques sont présentées en pointillés sur la Figure V- 43, pour les jeux de paramètres minimal et maximal de la zone cohésive identifiés. Dans ces conditions, la force à rupture déterminée numériquement est comprise entre 1395 N et 1875 N. Les courbes numériques ont une allure parfaitement cohérente avec les courbes expérimentales : une non-linéarité apparaît en amont de la rupture, une chute brutale de la charge survient lors de la rupture, suivit d'un palier de propagation de l'ordre de 200 N à 300 N numériquement, pour une centaine de newtons seulement expérimentalement.

Une surestimation de la force à rupture de l'ordre de 27 % (paramètres minimales de la ZC) à 71 % (paramètres maximales de la ZC) est constatée. Cette différence peut être imputable à la différence de géométrie de l'échantillon et des conditions aux limites par rapport au dispositif expérimental.

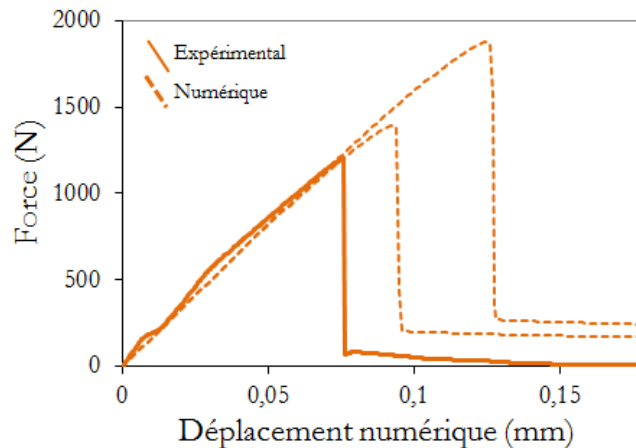


Figure V- 43 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction plot collé

## Profil de contraintes à l'interface

Les deux configurations de traction testées présentent des géométries et des conditions aux limites différentes : traction classique avec deux haltères collés de part et d'autre de l'empilement, et traction plot collé avec une haltère collée sur le revêtement et l'empilement maintenue fixe par ses bords. Cela induit des différences notables sur le profil de contraintes normales observé à l'interface, avant endommagement, pour ces deux configurations (Figure V- 44).

La contrainte maximale est atteinte au centre pour la configuration de traction classique. En revanche, elle est maximale au niveau du bord de l'arrêt, à un rayon de 10 mm, pour la configuration plot collé. Par ailleurs, des contraintes de compression d'environ - 2 MPa sont observables au centre de l'éprouvette. Les contraintes n'étant pas homogène le long de la section pour l'essai de traction plot collé (en rouge), le calcul de la résistance d'adhérence à la traction n'est pas applicable.

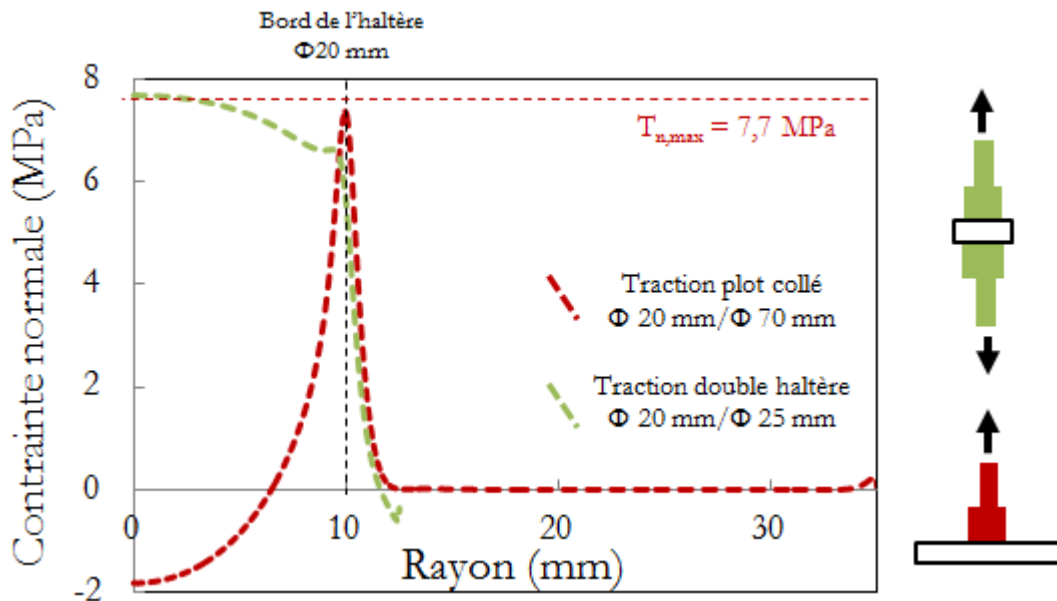


Figure V- 44 : Comparaison des profils de contrainte normale à l'interface pour l'essai de traction double haltère et l'essai de traction plot collé

## Scénario de rupture

La différence de profil des contraintes explique la différence de scénario de rupture obtenu dans ces deux configurations (Figure V- 13 et Figure V- 45). En effet, pour cette configuration plot collé, l'endommagement de l'interface s'initie à la verticale du bord de l'arrêt, c'est-à-dire à une distance de 10 mm du centre de l'éprouvette (Image N°2). Une non linéarité apparaît sur la courbe de chargement numérique à partir de cet instant. Puis, l'endommagement, visualisable en rouge, se propage simultanément vers le centre et le bord de l'éprouvette (Image N°3 et N°4). Enfin, survient la rupture brutale de l'interface sous l'arrêt, d'un diamètre légèrement supérieur à celui de l'arrêt  $\Phi = 20 \text{ mm}$  (Image N°5).

Deux scénarios sont alors envisageables : soit les contraintes dans le revêtement métallique sont suffisantes pour provoquer sa rupture cohésive, soit la tenue mécanique du revêtement ne permet pas sa rupture. Dans ce dernier cas, la fissure initiée sous l'arrêt se propage à l'interface et un délaminage du revêtement se poursuit sous un chargement quasi-constant (Image N°6). Or dans la modélisation, aucun critère de rupture du revêtement n'est implémenté ce qui ne nous permet pas immédiatement de savoir si la rupture a lieu. Pour vérifier quel scénario de rupture est donc privilégié, les contraintes au sein du revêtement sont analysées.

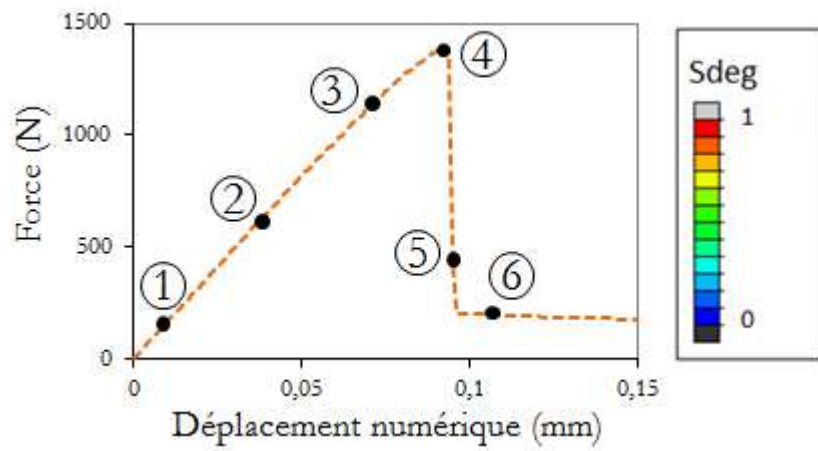
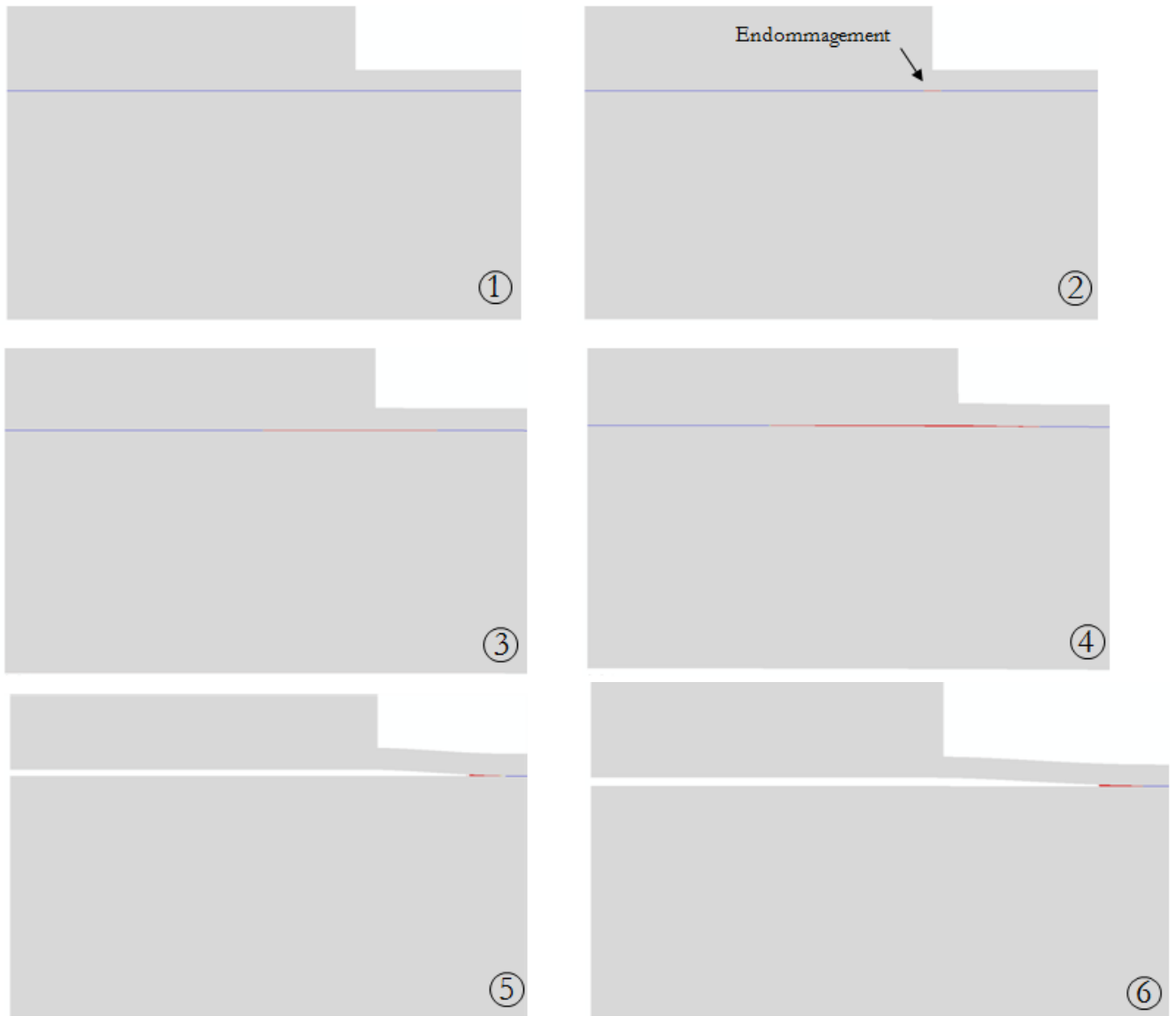


Figure V- 45 : Scénario de rupture au cours d'un essai de traction plot collé



Les contraintes normale et de cisaillement au sein du revêtement métallique, avant et après la rupture de l'interface sous l'haltère, sont visualisables sur la Figure V- 46. Les contraintes longitudinales  $S_{11}$  dépassent localement la contrainte à rupture du revêtement évaluée à  $\sigma_R = 102$  MPa dans le CHAPITRE II. Cette zone est néanmoins restreinte en surface du revêtement. De plus, les contraintes de cisaillements  $S_{12}$  restent bien inférieures à la contrainte à rupture. Le revêtement ne sera donc probablement pas rompu au cours de cette étape.

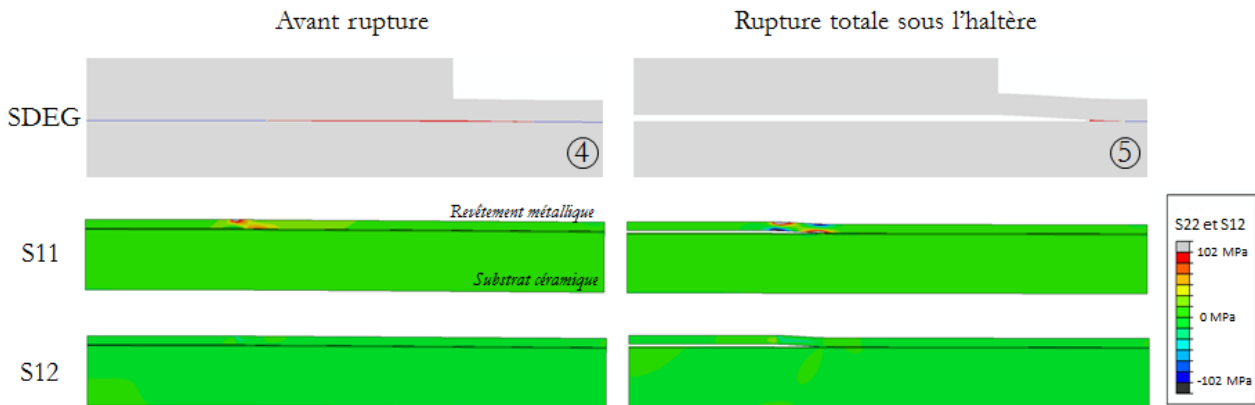


Figure V- 46 : Contrainte normale ( $S_{22}$ ) et de cisaillement ( $S_{12}$ ) dans le revêtement pendant la rupture

Par conséquent, on peut affirmer qu'après la rupture sous l'haltère, le délaminage de l'interface se poursuit jusqu'à ce que les contraintes dans le revêtement dépassent la contrainte à rupture sur une zone plus étendue. Le scénario de rupture obtenu par le biais de la modélisation avec une zone cohésive est donc concordant avec les observations expérimentales.

#### Vérification du critère d'amorçage et de rupture

La réponse contrainte-ouverture dans le premier élément de la zone cohésive à s'endommager, situé à la verticale du bord de l'haltère, est tracée sur la Figure V- 47. Le mode I est prédominant, mais le mode II ne peut être pour autant négligé, à l'inverse de la configuration de traction double haltère (Figure V- 14). Contrairement à la configuration de traction classique où l'empilement est maintenu fixe par l'haltère inférieure, la flexion de l'ensemble du multicouche est autorisée dans la configuration plot collé. Cela induit des efforts de cisaillement à l'interface qui se manifestent par l'apparition de mode II.

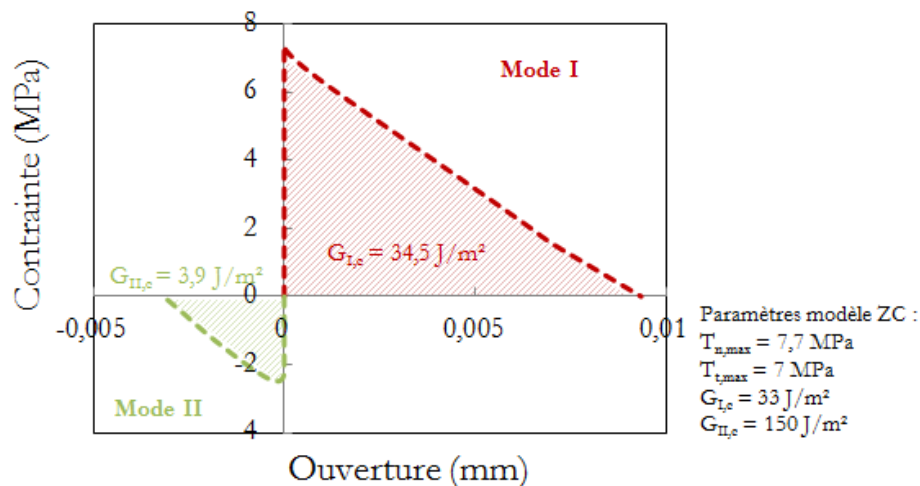


Figure V- 47 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC

### Comparaison avec l'essai de traction pion collé normé

L'essai de traction sur substrat plan, qui fait l'objet de cette partie, est très semblable à l'essai de traction pion collé de la norme ISO 4624 décrit dans le CHAPITRE I. En effet, l'éprouvette revêtue est maintenue fixe par un dispositif bloquant les déplacements verticaux en surface du revêtement, sur une zone périphérique éloignée de la zone de test. Les conditions aux limites de l'essai pion collée et de cet essai sur substrat plan sont très similaires.

Le champ de contrainte normale à l'interface est donc semblable à celui obtenu pour cet essai, représenté en rouge sur la Figure V- 44. L'influence sur la force à rupture de l'interface est donc parfaitement comparable.

Cette étude numérique explique pourquoi les forces à rupture, et donc les résistances d'adhérence à la traction, mesurées par le biais de l'essai pion collé sont inférieures, d'un facteur 2 à 3, aux valeurs mesurées par l'essai de traction double haltères. Cela se justifie par des conditions de maintien et des conditions aux limites différentes.

### Influence des conditions aux limites

Les conditions aux limites, et plus particulièrement les conditions de maintien, semblent être un paramètre clé. Une étude sur l'influence de la distance de maintien de l'éprouvette, par rapport au bord de l'haltère, est donc réalisée. Trois configurations sont étudiées pour lesquelles la distance du centre de l'éprouvette à la condition de fixation vaut  $d = 12,5$  mm,  $d = 35$  mm et  $d = 70$  mm.

Les courbes de chargement numériques sont représentées sur la Figure V- 48. Plus la condition de maintien sur le pourtour de l'éprouvette est éloignée de la zone de test, plus l'éprouvette est souple et plus la force à rupture diminue.

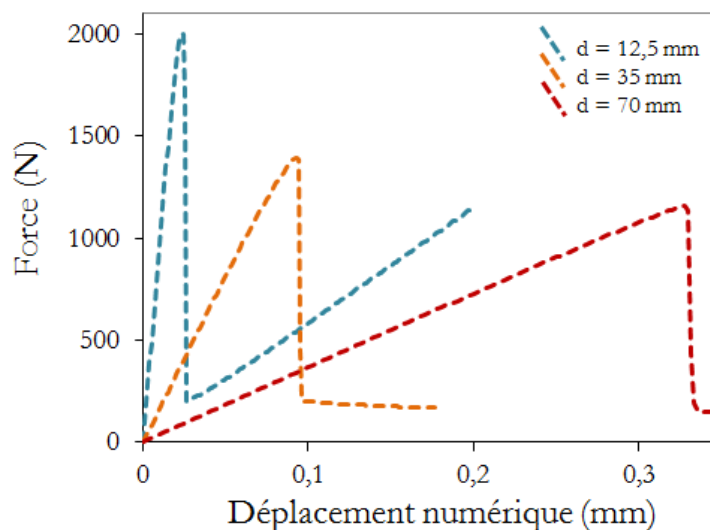


Figure V- 48 : Courbes de chargement en fonction de la distance de maintien d

Pour plus de clarté, l'évolution de la force à rupture en fonction de la distance de maintien est tracée sur la Figure V- 49, en regard de la force à rupture mesurée expérimentalement. Pour un maintien à une distance d'environ 70 mm par rapport au centre de l'haltère collée, la force à rupture numérique est très proche ( $F_{R(d=70\text{ mm})} = 1159$  N) de la force à rupture mesurée ( $F_R = 1099 \pm 72$  N). Ces conditions de maintien seraient donc celles satisfaisant au mieux les conditions de fixation du dispositif expérimental.

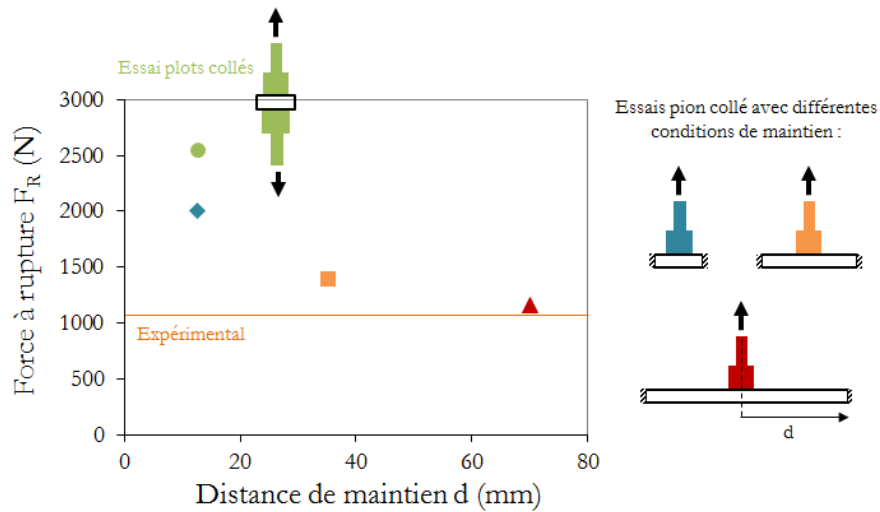


Figure V- 49 : Influence de la distance de maintien  $d$  sur la force à rupture

Pour une même dimension d'échantillon, nous constatons clairement l'influence des conditions aux limites sur la force à rupture de l'interface entre une condition de maintien en pourtour de l'éprouvette (en bleu) et un maintien par la face inférieure à l'aide d'une seconde haltère collée (cas de l'essai plots collés en vert).

Cette étude paramétrique prouve l'importance des conditions aux limites de l'essai. Bien que les conditions aux limites soient un facteur important, la géométrie de l'éprouvette peut l'être tout autant. C'est pourquoi nous avons modélisé cet essai en tenant compte d'une géométrie non plane, plus représentative de la réalité de l'essai. Cette amélioration du modèle est évoquée dans la partie suivante.

### III.2.3 Résultats numériques du modèle axisymétrique incurvé

#### *Maillage et champ de contraintes dans l'assemblage*

La même étude que précédemment est réalisée avec un substrat de géométrie incurvée cette fois. En plus de la différence de conditions aux limites dues à la différence de fixation au bâti, l'éprouvette présente une géométrie non plane : une portion de sphère est modélisée en 2D axisymétrique (Figure V- 50).

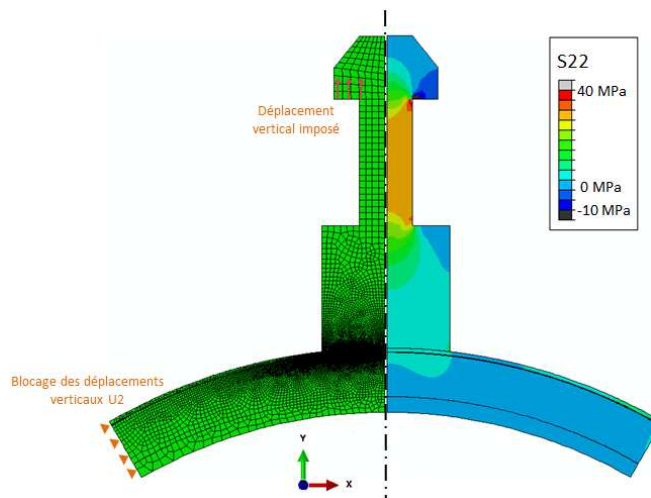


Figure V- 50 : Maillage et champ de contraintes de normales dans l'éprouvette de traction plot collé sur substrat incurvé

### Courbes de chargement

Les forces à rupture numériques, dans cette configuration, sont comprises entre 1967 N et 2666 N. Elles surestiment les forces à rupture mesurées expérimentalement de l'ordre de  $F_R = 1099 \pm 72$  N.

Les courbes de chargement numériques (en violet sur la Figure V- 51) ont une allure analogue aux courbes de chargement obtenues sur une géométrie plane (en orange sur la Figure V- 51). Une différence est néanmoins observable : la force augmente linéairement dans la phase de pelage alors qu'elle diminue expérimentalement.

Ce phénomène peut s'expliquer par une proportion croissante de sollicitation en mode II au cours du pelage, lié à la géométrie sphérique de l'interface. Cela implique une énergie croissante à fournir pour poursuivre le délaminage puisque le taux de restitution d'énergie critique est plus important en mode II qu'en mode I.

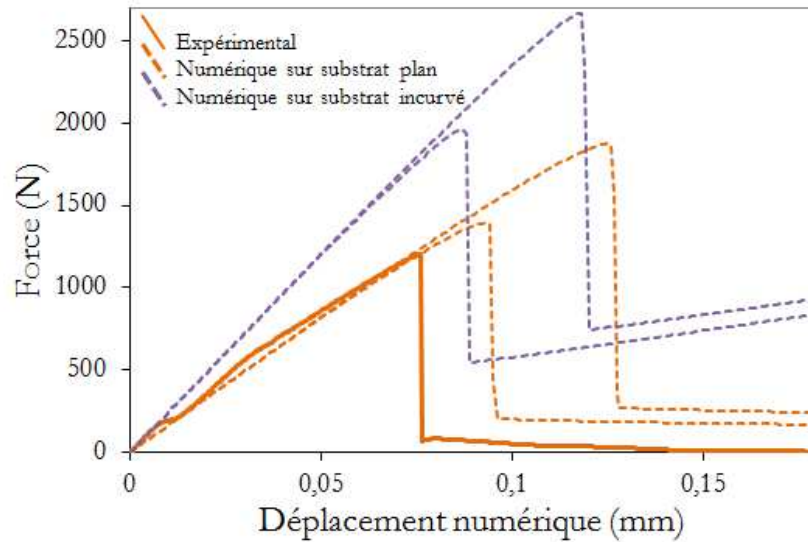


Figure V- 51 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction plot collé sur substrat plan et incurvé

### Scénario de rupture

Le scénario de rupture est similaire au scénario de rupture obtenu sur un substrat plan, c'est-à-dire avec amorçage de l'endommagement à l'aplomb du bord de l'haltère collée, rupture brutale de l'interface sous l'haltère puis délaminage progressif.

### Vérification du critère d'amorçage et de rupture

Pour vérifier l'évolution de la proportion de mode I et de mode II au cours du délaminage, la réponse contrainte-ouverture est tracée dans deux éléments de la zone cohésive (éléments n°1145 et n°1161 sur la Figure V- 52).

Dans le premier élément à se rompre (élément n°1145 en rouge), la proportion en mode I et en mode II est quasi-équivalente : les aires sous les courbes des lois traction-séparation sont semblables. Lorsque le pelage se poursuit, l'élément n°1161 s'endommage puis se rompt à son tour (en bleu). Au niveau de cet élément, la proportion de mode II est nettement supérieure à la proportion de mode I et a augmenté par rapport à l'élément précédent. L'analyse des réponses contrainte-ouverture en deux endroits la zone cohésive vient corroborer le fait que la proportion de mode II augmente au cours du délaminage. Les effets de cisaillement étant plus importants, la propagation de la fissure interfaciale nécessitera un apport énergétique plus important car le taux de restitution de l'énergie critique  $G_{II,c}$  est supérieur à  $G_{I,c}$ .

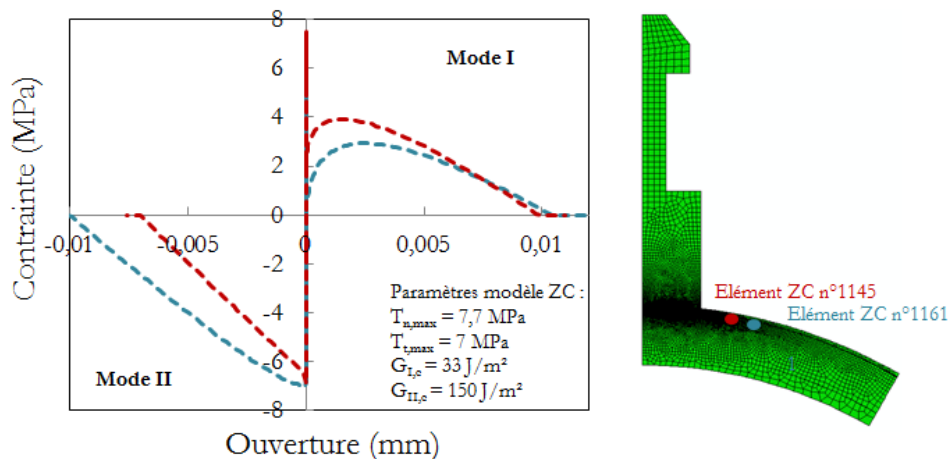


Figure V- 52 : Courbes contrainte-ouverture dans deux éléments de la ZC

### Comparaison des modèles

La prise en compte d'une géométrie incurvée du substrat n'explique pas la différence de force à rupture observée sur une géométrie plane. En revanche, les conditions aux limites semblent être un paramètre grandement influent et pourrait expliquer ces différences.

Une modélisation en 3D (Figure V- 53) semble indispensable pour pouvoir rendre compte de tous les phénomènes se produisant au cours d'un essai de traction sur une géométrie « tuile ». Pour une telle géométrie, la proportion de mode I et de mode II varie selon la direction considérée. Par ailleurs, les conditions aux limites appliquées seraient différentes des configurations considérées jusqu'alors. Le maintien de l'éprouvette s'effectue non plus de manière axisymétrique sur la totalité du pourtour, mais de manière axiale selon une seule direction.

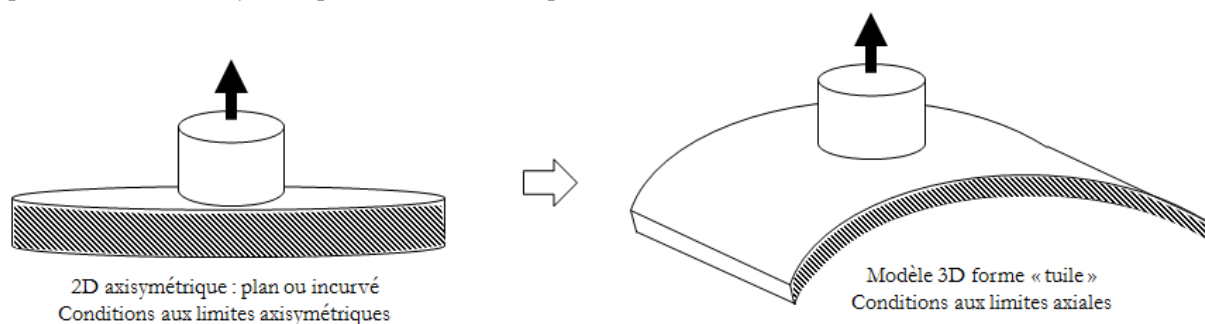


Figure V- 53 : Comparaison de la géométrie du modèle 2D axisymétrique et du modèle 3D

### III.3 Bilan

Pour les trois essais de validation (flexion avec entaille centrée, flexion avec entaille décalée et traction modifiée), l'allure des courbes de chargement, ainsi que les valeurs des paliers de propagation et des forces à rupture sont restituées par la modélisation avec les jeux de paramètres de la loi cohésive identifiés dans les parties I et II.

Par ailleurs, la modélisation par le biais des zones cohésives permet de bien décrire les scénarios de rupture des différents essais en accord avec les observations expérimentales. Notamment, elle permet de distinguer les différences engendrées sur le scénario de rupture selon les variations de géométries ou de conditions aux limites des essais.

Un autre apport essentiel de la modélisation est le calcul de la mixité modale associée à l'essai, qui ne peut être déterminée expérimentalement. Elle nous permet de confirmer l'existence simultanée de mode I et II au cours de ces essais.

#### IV. Identification d'une loi $G(\Psi^*)$

Grâce aux divers essais réalisés, qui sollicitent l'interface sous différents modes de chargement, il est possible d'identifier une loi  $G(\Psi^*)$  décrivant l'énergie d'adhérence de l'interface en fonction de la mixité modale. La connaissance d'une telle loi a un intérêt certain pour l'étude du comportement d'une interface dans une structure soumise à des sollicitations plus complexes. En effet, la tenue mécanique de l'interface serait alors intégralement connue quel que soit le mode de sollicitation subi par la pièce en fonction.

Les énergies d'adhérence mesurées expérimentalement via les dispositifs expérimentaux précédents, sont reportées en fonction de la mixité modale de l'essai sur la Figure V- 54. Plusieurs auteurs ont proposé des lois phénoménologiques [HUT92] pouvant être adaptées au comportement de l'interface étudiée en ajustant les paramètres de la loi (CHAPITRE I) :

$$G_C = G_{IC} \left[ 1 + \tan^2((1 - \lambda_1)\Psi^*) \right], \quad \text{Equation V- 1}$$

$$G_C = G_{IC} \left[ 1 + (1 - \lambda_2) \tan^2(\Psi^*) \right]. \quad \text{Equation V- 2}$$

Pour que les lois proposées soient en accord avec les résultats expérimentaux de l'interface de l'empilement N°2, le paramètre  $\lambda_1$  doit être compris entre 0,1 et 0,2 et le paramètre  $\lambda_2$  de l'ordre de 0,7 à 0,8.

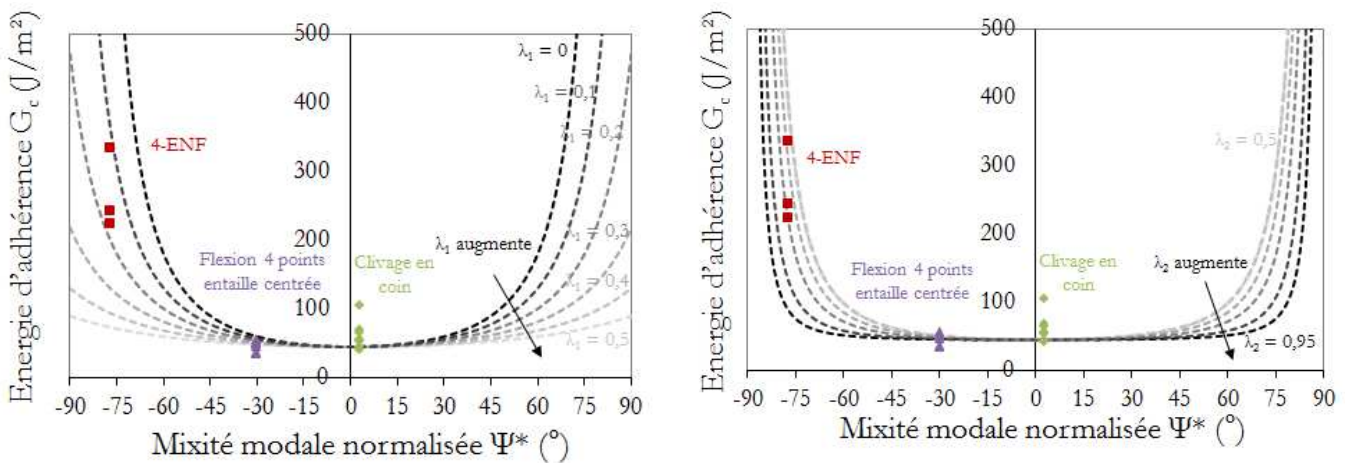


Figure V- 54 : Energies d'adhérence expérimentales et lois phénoménologiques – en haut : loi phénoménologique de l'Equation V- 1 – en bas : loi phénoménologique de l'Equation V- 2

Une loi  $G(\Psi^*)$  a été identifiée pour décrire intégralement le comportement de l'interface de l'empilement N°2 quel que soit le mode de sollicitation exercé. Cette loi peut notamment être utilisée comme critère d'évolution de l'endommagement dans les modèles numériques, en remplacement d'un critère Power Law par exemple. Etant directement issu des résultats expérimentaux, ce critère semble le plus pertinent pour décrire le comportement de l'interface. Cela constitue une des voies d'amélioration de la modélisation.



---

## V. Prise en compte des contraintes résiduelles dans le revêtement projeté plasma

---

L'empilement N°2 étudié dans ce chapitre présente des caractéristiques particulières négligées jusqu'alors. Notamment, des contraintes résiduelles, plus importantes encore que dans l'empilement N°1, existent au sein du revêtement projeté plasma. Dans cette partie, leur impact sur les résultats numériques est analysé.

---

### V.1 Effet de l'amplitude des contraintes résiduelles

Des contraintes résiduelles sont préexistantes dans le revêtement métallique projeté plasma étudié, inhérentes au procédé d'élaboration. Leurs origines sont détaillées dans le CHAPITRE I, et leur ordre de grandeur précisé dans le CHAPITRE II. Au sein du revêtement métallique projeté plasma, les contraintes résiduelles (contraintes de trempe et thermique) ont une intensité moyenne de 30 MPa.

Dans ce paragraphe nous étudierons uniquement l'effet de contraintes résiduelles dans le revêtement sur une pastille revêtue de diamètre  $\Phi = 25$  mm. Un champ de température  $\Delta T$  croissant est appliqué au revêtement métallique, induisant une déformation progressive de l'échantillon et des contraintes internes dans les différentes couches de l'empilement. L'interface entre le revêtement projeté plasma et la sous-couche est modélisée par une zone cohésive, dont les paramètres ont été identifiés préalablement. Le cas le plus défavorable, c'est à dire avec le jeu de paramètres minimums identifiés, sera étudié.

Le champ de contraintes internes se développant dans l'empilement au cours de l'application du champ de température dans le revêtement est représenté sur la Figure V- 55.

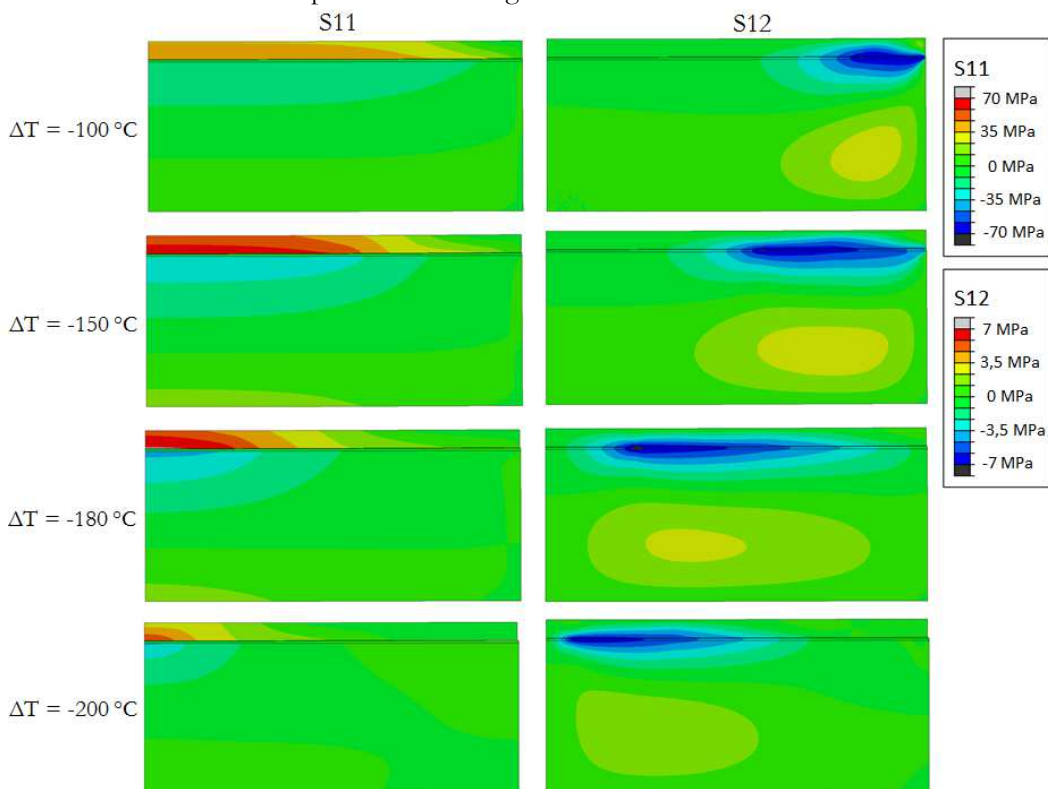


Figure V- 55 : Champs de contrainte longitudinale (S11) et de cisaillement (S12) dans une pastille de diamètre  $\Phi$  25 mm soumise à un champ de température  $\Delta T$  dans son revêtement

Les contraintes longitudinales moyennes dans le revêtement, et en un point au cœur du revêtement, augmentent linéairement avec l'augmentation du champ de température appliqué au revêtement plasma (Figure V- 56). Lorsque le champ de température atteint  $\Delta T = - 63^{\circ}\text{C}$ , c'est-à-dire pour des contraintes moyennes dans le dépôt équivalentes à 21 MPa environ, l'interface commence à s'endommager sur le pourtour de la pastille (Image N°1 sur la Figure V- 57). Puis, l'endommagement s'étend à l'interface jusqu'à un champ de température de  $\Delta T = - 139^{\circ}\text{C}$  (Points N°2 et 3 sur la Figure V- 56). A cette température, correspondant à une contrainte moyenne dans le dépôt de 39 MPa et à une contrainte de 56 MPa au centre, l'interface se fissure à partir du bord. Le revêtement se délamine alors de son substrat et les contraintes diminuent drastiquement (Point N°4 à 6).

Par conséquent, même en l'absence de sollicitations mécaniques extérieures, l'interface de la pastille revêtue apparaît significativement endommagée sur les pourtours, mais non rompue, pour des niveaux de contraintes résiduelles dans le dépôt de l'ordre de 30 MPa en moyenne.

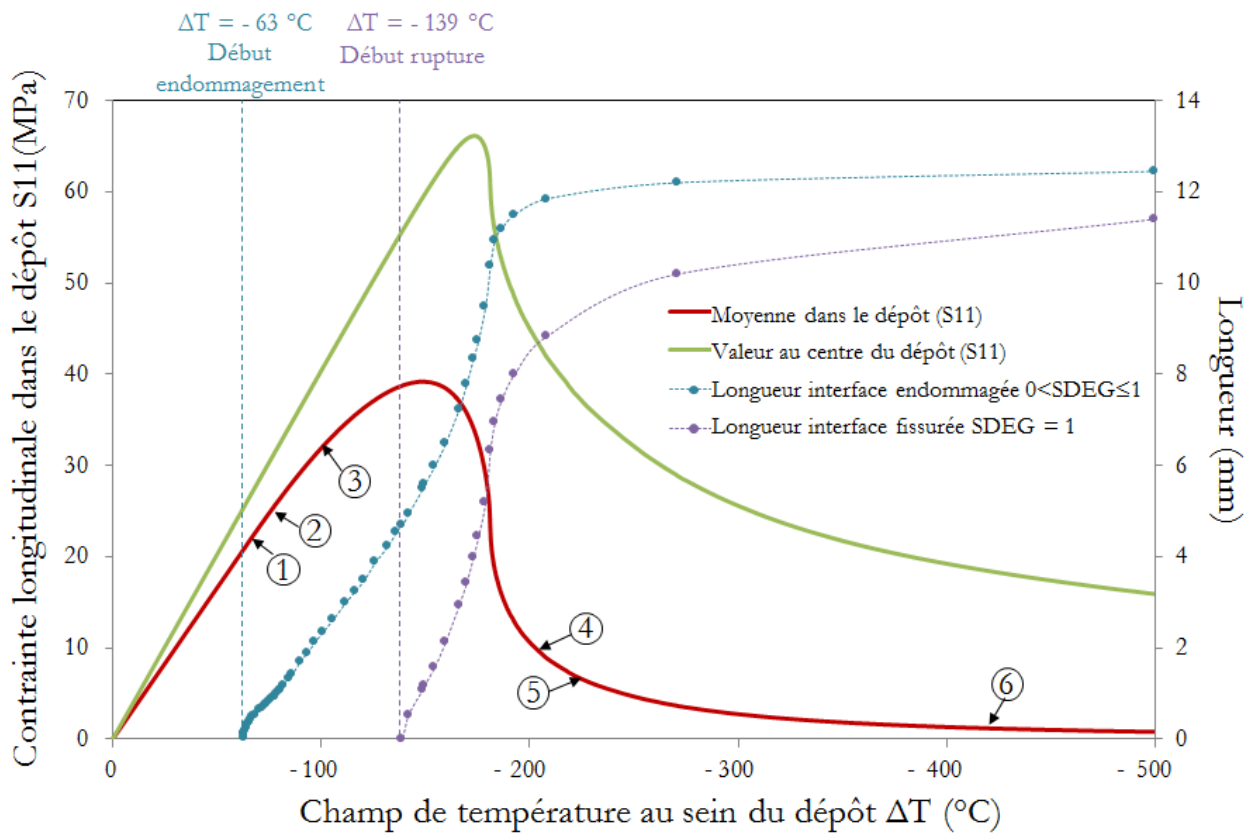


Figure V- 56 : Evolution des contraintes longitudinales et de la longueur d'interface endommagée dans une pastille de diamètre  $\Phi$  25 mm soumise à un champ de température  $\Delta T$  dans son revêtement



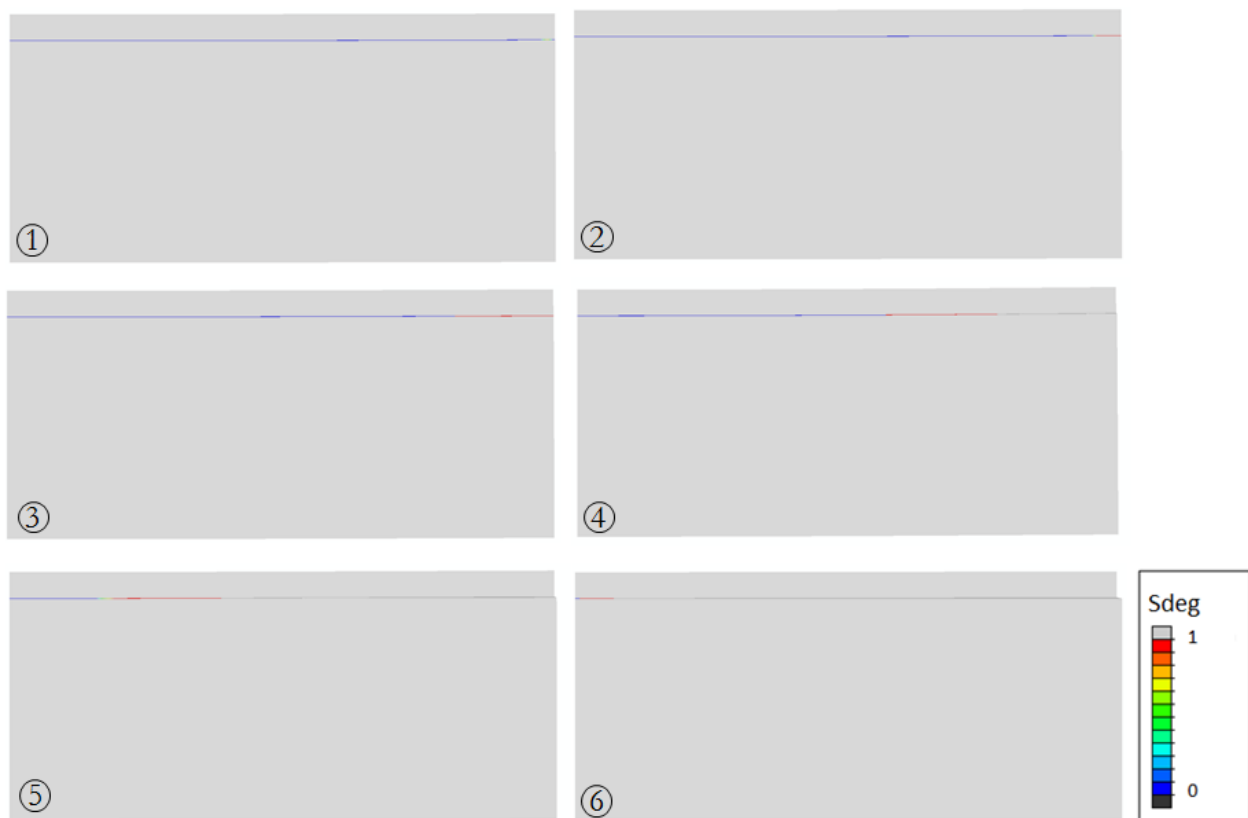


Figure V- 57 : Evolution de la variable d'endommagement Sdeg à l'interface d'une pastille de diamètre  $\Phi$  25 mm soumise à un champ de température  $\Delta T$  dans son revêtement

### ***Bilan partiel***

En deçà d'une sollicitation thermique de  $\Delta T = - 63^\circ\text{C}$ , l'interface reste intacte. Cela nous informe sur la variation de température maximale à respecter, durant la projection plasma, pour éviter toute détérioration de l'interface. Après projection, il est fréquent d'observer des décollements de revêtements sur les pourtours de pastilles revêtues, comme le prévoient les résultats numériques ci-dessus. Par cette étude numérique, nous pouvons donc spécifier la valeur maximale de contraintes résiduelles à ne pas dépasser, dans une configuration de type pastille. Précéder les réalisations de projection d'une étude numérique pourrait permettre d'assister le choix des paramètres de projection et/ou du matériau à projeter pour générer des contraintes résiduelles n'impliquant pas d'endommagement interfacial majeur.

Cette étude pourrait être généralisée et menée sur d'autres configurations, telles que des plaques revêtues ou des éprouvettes incurvées, correspondant aux différents cas d'études rencontrés au CEA Le Ripault.

## V.2 Simulation des effets de trempe dans le revêtement

### V.2.1 Calibration du champ de température appliqué

La procédure décrite dans le CHAPITRE III est suivie afin de déterminer la valeur du champ de température  $\Delta T$  à appliquer pour engendrer une courbure de l'éprouvette, de dimensions connues  $140 \times 64 \times 4 \text{ mm}^3$ , équivalente à la courbure expérimentale mesurée après projection.

Une éprouvette de mêmes dimensions, avec des épaisseurs de revêtements identiques, est donc modélisée afin de comparer les courbures numériques longitudinales et transversales aux mesures profilométriques. Compte tenu

des symétries du problème, une modélisation en 3D d'un quart de l'éprouvette suffit, comme présentée sur la Figure V- 58.

Pour obtenir une flèche dans la direction longitudinale et transversale (respectivement  $f_l = 0,5314$  mm sur une distance de 130 mm et  $f_t = 0,1338$  mm sur une distance de 60 mm) identique aux mesures profilométriques, une variation de température respectivement de  $\Delta T = - 47,6$  °C et  $\Delta T = - 56,6$  °C doit être appliquée numériquement. Une valeur moyenne du champ de température à appliquer de  $\Delta T = - 52,1$  °C sera donc choisie.

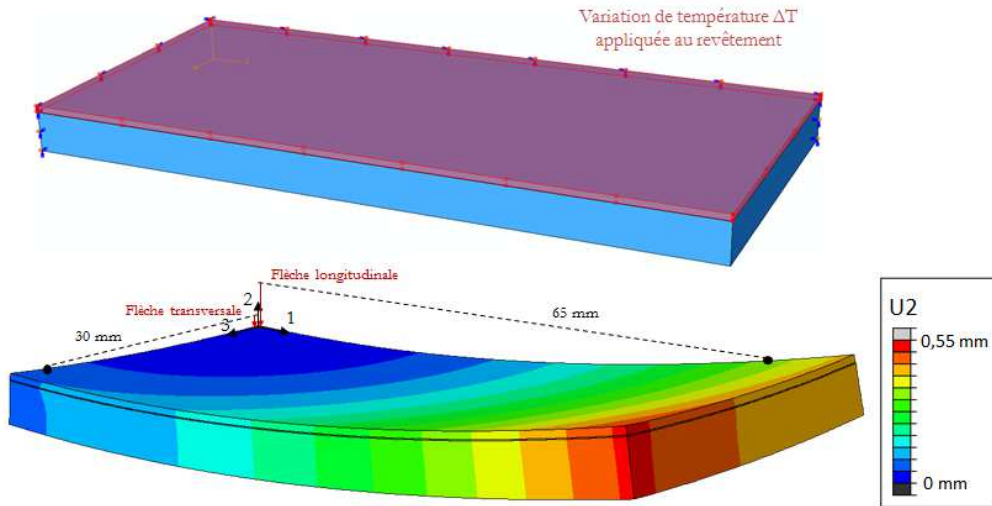


Figure V- 58 : Conditions aux limites (en haut) et champ de déplacement vertical (en bas) dans une plaque revêtue de l'empilement N°2

En conclusion, un champ de température de  $\Delta T = - 52,1$  °C est appliqué au revêtement plasma afin d'introduire les contraintes résiduelles correspondants à celles obtenues expérimentalement. Ensuite, un chargement mécanique est appliqué à l'éprouvette se trouvant dans un état précontraint, déformé et potentiellement endommagé à l'interface.

### V.2.2 Profil de contrainte dans l'épaisseur d'une plaque

Pour le champ de température appliqué ( $\Delta T = - 52,1$  °C), le profil de contrainte longitudinale dans l'épaisseur de la plaque, sont tracées sur la Figure V- 59.

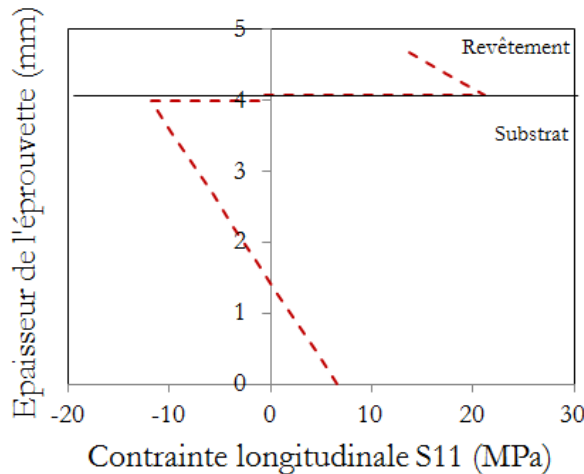


Figure V- 59 : Profil initial de contrainte longitudinale dans l'épaisseur d'une plaque revêtue de l'empilement N°2

---

Un saut de contrainte  $S_{11}$  est visible au niveau des interfaces du tricouche. Les contraintes longitudinales dans le revêtement varient de 21 MPa à l'interface à 14 MPa en surface. Les contraintes résiduelles générées par la simulation sont donc inférieures à celles mesurées par la méthode de la flèche dans le CHAPITRE II, qui sont de l'ordre de 30 MPa à 40 MPa selon la nature du substrat. Cela peut s'expliquer par la prise en compte de la sous-couche polymère dans la modélisation alors qu'elle est supposée négligeable dans le calcul des contraintes résiduelles par la formule de Brenner. En effet, la sous-couche peut être à l'origine de relaxation de contraintes dans l'éprouvette.

Le substrat est en grande partie soumis à des efforts de compression. Sa partie inférieure se trouve en traction avec des contraintes de 6,6 MPa en surface.

### V.3 Effets des contraintes résiduelles sur un chargement mécanique de traction

Comme mis en évidence dans la partie précédente, la présence de contraintes résiduelles dans le revêtement, consécutives au procédé de projection plasma, peut d'ores et déjà induire une dégradation de l'interface. Cela peut impliquer une diminution des propriétés d'adhérence de l'interface mesurées expérimentalement. Pour vérifier cela, cette partie traite de l'application d'un chargement mécanique sur un échantillon d'empilement soumis à des contraintes résiduelles.

Un chargement mécanique de traction est appliqué à la suite de la sollicitation thermique sur l'empilement. Les haltères de traction et les conditions aux limites correspondantes sont rajoutées grâce à l'utilisation de l'outil « model change » sous ABAQUS.

Trois configurations d'essai différentes seront modélisées, avec et sans la prise en compte des contraintes résiduelles :

- o La première configuration  $\Phi$  20 mm/ $\Phi$  20 mm est composée d'haltères de même diamètre que la pastille à tester, à savoir de 20 mm. Cette configuration est la plus représentative de la norme [NF EN 582] sur la mesure de la résistance d'adhérence de revêtement projeté plasma, à la différence qu'un diamètre de 25,4 mm est préconisé.
- o La seconde configuration  $\Phi$  20 mm/ $\Phi$  25 mm présente une pastille revêtue de plus grande dimension (diamètre 25 mm) que les haltères collées de part et d'autre (de diamètre 20 mm). C'est cette configuration qui a été retenue pour l'identification du paramètre  $T_{n,max}$  de la loi cohésive (cf paragraphe I.3).
- o La dernière configuration  $\Phi$  20 mm/ $\Phi$  70 mm présente une pastille aux dimensions encore plus grandes (diamètre de 70 mm) devant le diamètre des haltères à coller (diamètre de 20 mm). Seul le cœur de l'éprouvette est sollicité en traction.

Les courbes de chargement numériques obtenues avec et sans la prise en compte des contraintes résiduelles sont tracées dans sur la Figure V- 60, dans les trois configurations étudiées. L'étude est réalisée avec le jeu de paramètres minimal de la loi cohésive identifié constituant le cas le plus critique.

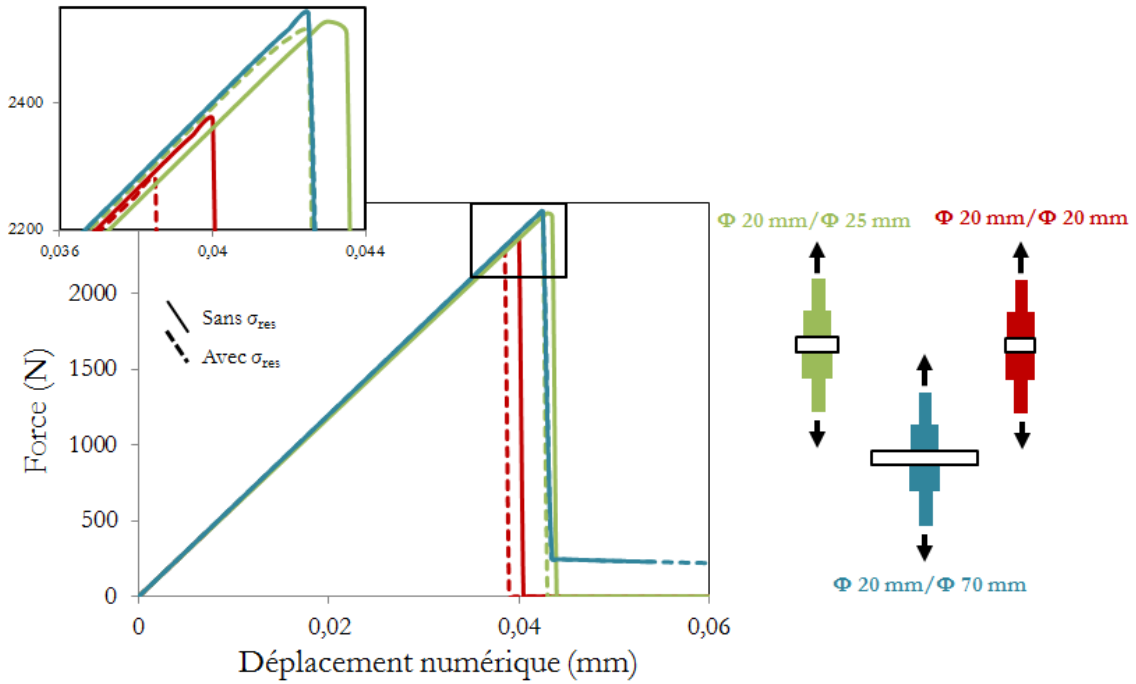


Figure V- 60 : Courbes de chargement numériques, avec et sans contraintes résiduelles initiales, pour l’essai de traction dans les différentes configurations

**Configuration Φ 20 mm/Φ 20 mm**

La présence de contraintes résiduelles dans l’empilement ne modifie pas l’allure de la courbe de chargement. En revanche, la force à rupture est abaissée de l’ordre de 4 %. Après l’application du chargement thermique de  $\Delta T = - 52,1^{\circ}\text{C}$ , l’interface n’est pas endommagée, comme le prévoit l’analyse réalisée au paragraphe V.1. Dans ces conditions de projection, les contraintes résiduelles induites ne sont pas suffisantes pour endommager l’interface, néanmoins des sollicitations de tension dans le revêtement sont produites et fragilisent la tenue de l’interface.

Les contraintes résiduelles influent sur la valeur de la force à rupture, mais ont-elles pour autant un impact sur le scénario de rupture de l’éprouvette au cours de l’essai ? L’évolution de la variable d’endommagement *SDEG* à l’interface lorsque les contraintes résiduelles sont prises en compte est donc comparée au cas sans contraintes résiduelles (Figure V- 61). Le scénario de rupture est quelque peu modifié par l’ajout des contraintes résiduelles.

En effet, en l’absence de contraintes résiduelles, l’amorçage de l’endommagement et de la rupture s’effectue au centre de l’éprouvette. Alors qu’avec des contraintes résiduelles, L’endommagement s’initie sur le pourtour de l’éprouvette (Image N°2), à une distance d’environ 0,2 mm du bord, puis apparaît au centre pour un chargement plus conséquent (Image N°3). L’endommagement se propage alors rapidement à l’interface depuis le centre, menant à la rupture brutale de la totalité de l’interface (Image N°4).

Les contraintes résiduelles dans le revêtement génèrent des sollicitations de tension importantes au bord de l’éprouvette propice à une apparition précoce de l’endommagement dans cette zone.

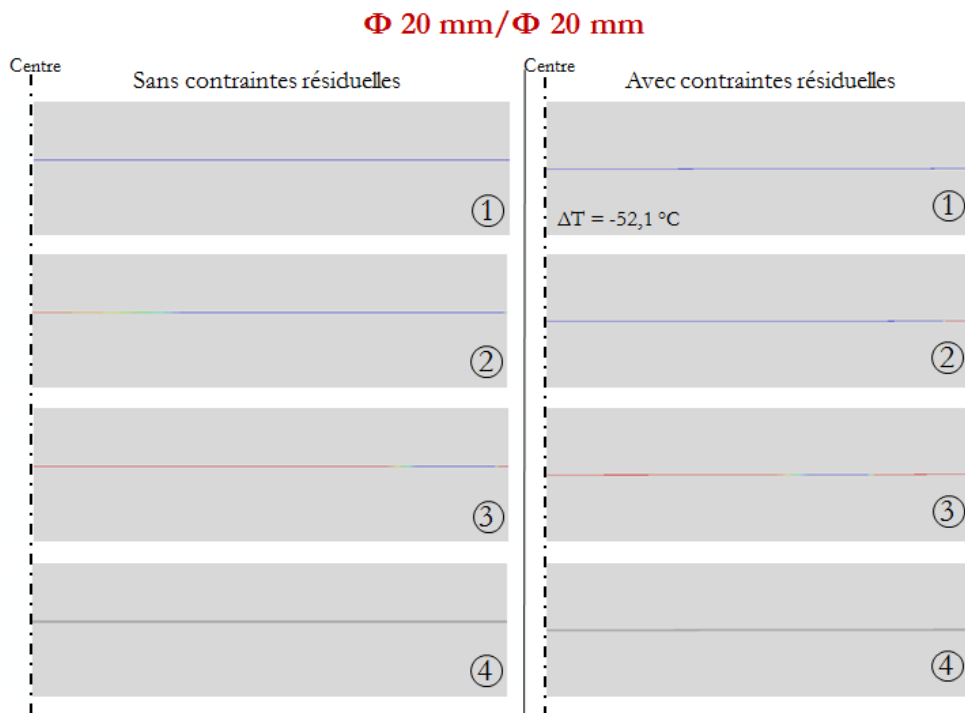


Figure V- 61 : Comparaison du scénario de rupture au cours d'un essai de traction Φ 20 mm/Φ 20 mm sans (à gauche) et avec contraintes résiduelles (à droite)

#### **Configuration Φ 20 mm/Φ 25 mm**

Dans cette configuration, la force à rupture est réduite de moins de 1 % par la prise en compte des contraintes résiduelles. De plus, le scénario de rupture n'est en rien bouleversé : l'endommagement s'initie au centre de l'éprouvette, puis s'étend en direction du bord, jusqu'à la rupture de l'interface, à l'image du scénario présenté sur la Figure V- 13.

#### **Configuration Φ 20 mm/Φ 70 mm**

Aucune différence notable sur la force à rupture ou le scénario de rupture n'est observée dans cette configuration. Le scénario de rupture est similaire à la configuration Φ 20 mm/Φ 25 mm.

L'effet est beaucoup moins important, voire inexistant, dans ces deux dernières configurations puisque seul le cœur de l'éprouvette est sollicité. Une dégradation de l'interface ou une sollicitation accrue sur les bords n'a donc que très peu d'influence sur la rupture.

#### **Bilan partiel**

Dans certaines configurations seulement (configuration Φ 20 mm/Φ 20 mm par exemple), il est important de prendre en compte les contraintes résiduelles inhérentes au procédé de projection plasma puisqu'elles peuvent influencer sur la mesure de la force à rupture et le scénario de rupture. Une des conséquences est la sous-estimation des paramètres de la loi cohésive, identifiés à partir d'une géométrie d'essai dépendante des contraintes résiduelles dans le revêtement. Un nouveau jeu de paramètres devrait idéalement être optimisé en tenant compte des contraintes résiduelles réelles.

Toutefois, cette étude nous apporte des éléments supplémentaires pour réaliser le choix le plus judicieux quant à la configuration d'essai. En effet, certaines configurations s'avèrent indépendantes des contraintes résiduelles dans le revêtement (configuration Φ 20 mm/Φ 25 mm par exemple) et seront alors à privilégier.

## VI. Conclusion partielle

Les matériaux de l'empilement N°2 sont également fragiles, mais sont légèrement plus déformables que les matériaux constitutifs de l'empilement N°1. Un plus grand nombre d'essais d'adhérence est donc réalisable pour l'étude de cet empilement. Cela nous a permis de privilégier le choix d'un critère de rupture en énergie.

La confrontation des résultats expérimentaux et numériques de deux essais en mode I, à savoir l'essai de traction et l'essai de clivage en coin, a permis d'identifier les deux paramètres de la loi cohésive en mode I que sont  $T_{n,max}$  et  $G_{I,c}$ . Et, de la même façon, la modélisation des deux essais en mode II, à savoir l'essai de cisaillement bi-entaillé et l'essai 4-ENF, ont permis l'identification des paramètres de la loi cohésive en mode II :  $T_{I,max}$  et  $G_{II,c}$ .

Après identification de l'ensemble des paramètres de la loi cohésive, une validation sous un mode mixte I/II a été effectuée à l'aide d'essais de flexion 4 points sur éprouvette entaillée et d'essais de traction sur substrat incurvé. Finalement, les courbes de chargement et les scénarios de rupture numériques sont conformes aux résultats expérimentaux et nous permettent de garantir la validité de la loi cohésive.

Une loi phénoménologique  $G(\Psi^*)$  a pu être identifiée pour l'interface de l'empilement N°2. Elle résulte de la détermination expérimentale de l'énergie d'adhérence sous au moins trois modes de sollicitation différents. Elle pourra notamment être employée pour définir un critère de rupture énergétique ajusté à notre interface.

Les contraintes résiduelles sont conséquentes au sein du revêtement métallique de cet empilement. Selon la configuration de l'essai de traction, elles peuvent influencer la force à rupture de l'interface de 0 à 4 %. L'étude numérique réalisée montre que certaines configurations de traction sont plus ou moins sensibles à la présence des contraintes résiduelles, ce qui orientera notre choix vers une configuration indépendante des contraintes résiduelles pour l'identification d'une loi cohésive.



## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce travail visait, dans un premier temps, à quantifier l'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrat fragiles. Afin de prévenir la rupture cohésive fréquente des substrats, les essais de caractérisation requièrent un effort d'adaptation supplémentaire, tenant compte des contraintes dimensionnelles et matérielles imposées par l'assemblage. D'autre part, les modèles de zones cohésives sont utilisés dans le but de prédire l'amorçage et la propagation de fissures interfaciale. Une démarche de calibration des paramètres de la loi cohésive, couplant expérimental et modélisation, est alors proposée à partir d'essais d'identification, puis validée sur d'autres essais d'adhérence.

### *Bilan expérimental*

Les caractérisations mécaniques réalisées sur des revêtements autoportés (essais de flexion 4 points monotones et essais de traction monotone ou incrémentale), dans le CHAPITRE II, ont mis en évidence un comportement non linéaire et endommageable pour les deux revêtements projetés plasma de l'étude. Un comportement dissymétrique en traction/compression a pu également être observé.

Par ailleurs, les résultats de la caractérisation des deux substrats en céramique mettent en avant leur fragilité et leur faible déformabilité : le premier substrat se déforme à hauteur de 0,07 % à la rupture et le second substrat en graphite n'excède pas les 1 % de déformation à rupture. C'est principalement pour cette raison que la réalisation d'essais d'adhérence est rendue laborieuse.

La réalisation d'essais d'adhérence constitue donc un véritable enjeu en raison de la nature des matériaux constitutifs des multicouches. Le choix en essais d'adhérence est particulièrement restreint et une adaptation géométrique des éprouvettes est généralement requise. Les adaptations mises au point et décrites dans le CHAPITRE III ont permis la réalisation d'un bon nombre d'essais valides et exploitables sur nos empilements.

La réalisation d'un panel d'essais, balayant différents modes de sollicitation, a permis le calcul de plusieurs critères d'adhérence pour les deux interfaces revêtements plasma/substrat étudiées. Des résistances d'adhérence à la traction et au cisaillement ont pu être mesurées, via un essai de traction plots collés et un essai de cisaillement par compression bi-entaillé. Les résistances d'adhérence mesurées sont d'un ordre de grandeur parfaitement comparable pour les deux interfaces :  $\sigma_R = 6,0 \pm 0,4$  MPa et  $\tau = 6,0 \pm 1,8$  MPa pour l'empilement N°1 et  $\sigma_R = 9,3 \pm 0,7$  MPa et  $\tau = 7,0 \pm 2,5$  MPa pour l'empilement N°2.

Egalement, un taux de restitution de l'énergie critique sous une sollicitation mixte (de mixité modale comprise entre - 30° et - 35° selon l'empilement considéré) a pu être identifié à l'aide d'un essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée. Pour la première liaison revêtement céramique/substrat céramique, présentant une faible rugosité du substrat et une interface d'apparence lisse, le taux de restitution de l'énergie critique est estimé à  $G_{I/II,C} = 3,7 \pm 1,9$  J/m<sup>2</sup> contre  $G_{I/II,c} = 47 \pm 8$  J/m<sup>2</sup> pour la seconde liaison revêtement métallique/sous-couche polymère sur substrat graphite présentant une rugosité de surface plus élevée.

Davantage d'essais ont pu être exécutés sur le second empilement, dont le substrat est légèrement plus déformable. Cela a permis, en plus, la détermination d'un taux de restitution de l'énergie critique en mode I pur, comparable au taux de restitution de l'énergie en mode mixte mesuré par essai de flexion, et en mode II pur, respectivement grâce à un essai de clivage en coin et un essai 4-ENF (CHAPITRE V).



---

Bien que l'adaptation des éprouvettes ait démontré son efficacité, des difficultés de réalisation persistent. En effet, dans le cas de l'essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée sur l'empilement N°1 (CHAPITRE IV), dont le substrat est le plus rigide, une propagation symétrique de fissures est difficilement atteinte. Une propagation asymétrique dans une seule direction est la plupart du temps générée, ce qui rend l'essai difficilement exploitable. Le recours à la modélisation avec les modèles de zones cohésives, préalablement identifiés, a permis d'identifier la cause possible de cette asymétrie. Elle trouverait son origine dans un défaut de chargement provoquant une asymétrie de contact avec l'éprouvette. Des anomalies de rupture ont également été observées lors de la réalisation d'essai de cisaillement bi-entaillé sur l'empilement N°1 engendrant des modifications sur les courbes de chargement et une élévation des niveaux de force à rupture enregistrée. Là encore, la modélisation a permis d'apporter une meilleure compréhension des mécanismes de rupture entrant en jeu, et de justifier les niveaux de force à rupture et les faciès obtenus par la présence de défauts d'entaille. Il s'avère que le scénario de rupture et la force à rupture mesurée sont dépendants de la qualité de réalisation des entailles transversales. L'emploi des MZC permet d'expliquer certaines anomalies observées expérimentalement et ainsi d'améliorer les conditions d'essai. Cette démarche s'inscrit dans une optique de réduction des dispersions expérimentales pour une identification plus efficace des paramètres des lois cohésives.

### ***Bilan numérique***

Les difficultés liées aux instabilités numériques observées dans le CHAPITRE I ont été surmontées grâce à un choix adapté des paramètres du modèle, identifiés à l'aide d'une étude paramétrique relatée dans le CHAPITRE III. Finalement, une bonne restitution de la réponse cohésive est relevée pour chaque essai : la loi traction-séparation théorique est suivie sans saut de solution apparent.

Les paramètres des lois cohésives, relatives à l'empilement N°1 (CHAPITRE IV) et N°2 (CHAPITRE V), ont été identifiés avec succès grâce à la démarche expérimentale et numérique couplée exposée au CHAPITRE III. Les paramètres ont été ajustés numériquement afin de restituer la réponse macroscopique obtenue à partir des essais d'identification, et plus particulièrement sur la valeur de force à rupture ou du palier de chargement. L'étape d'identification en mode I et mode II purs s'est opérée sur des essais « standardisés » impliquant des éprouvettes de géométrie plane et relativement simple. Les valeurs des paramètres optimisés après identification, pour les deux interfaces de l'étude, sont résumés dans le Tableau C- 1.

Une étape de validation des lois cohésives, identifiées préalablement, est ensuite effectuée sur des essais faisant intervenir une sollicitation plus complexe en mode mixte. Des géométries d'assemblage incurvées peuvent parfois être impliquées, comme c'est le cas pour l'essai de traction sur une éprouvette en forme de « tuile ». Les courbes de chargement et les scénarios de rupture issus des essais de validation sont conformes aux résultats expérimentaux. La démarche adoptée pour l'identification et la validation assure la robustesse des lois cohésives. Finalement, les lois d'interface identifiées sous les modes purs I et II, puis éprouvées en mode mixte, pourront être intégrées au sein de structures revêtues de géométrie plus complexe, soumises à un chargement thermique ou mécanique quelconque, afin de prédire l'apparition d'endommagement aux interfaces revêtement/substrat et leur localisation.

		Contrainte critique de traction	Contrainte critique de cisaillement	Ouverture critique	Taux de restitution de l'énergie en mode I	Taux de restitution de l'énergie en mode II
		$T_{n,max}$	$T_{l,max}$	$\delta_m$	$G_{I,c}$	$G_{II,c}$
Empilement N°1	Expérimental	$6,0 \pm 0,4$ MPa	$6,0 \pm 1,8$ MPa	1 $\mu$ m	-	-
	Optimisé numériquement	[5,8 ; 6,9] MPa	[4,9 ; 21] MPa	-	-	-
Empilement N°2	Expérimental	$9,3 \pm 0,7$ MPa	$7,0 \pm 2,5$ MPa	-	$62 \pm 23$ J/m <sup>2</sup>	240 - 360 J/m <sup>2</sup>
	Optimisé numériquement	[7,7 ; 9,9] MPa	[7 ; 13] MPa	-	[33 ; 58] J/m <sup>2</sup>	[150 ; 200] J/m <sup>2</sup>

Tableau C- 1 : Paramètres expérimentaux et identifiés numériquement relatifs aux deux interfaces étudiées

L'intégralité des modélisations est réalisée avec l'hypothèse de matériaux élastiques linéaires constituant l'assemblage. Or, nous avons vu que la sous-couche d'accroche composant le second empilement présente un comportement élasto-plastique. Nous nous sommes alors demandés dans quelle mesure la plasticité de cette sous-couche pouvait influencer les résultats numériques et l'identification des paramètres de la loi cohésive. Cependant, les configurations des essais d'adhérence sélectionnées ne permettent pas une sollicitation de cette couche au-delà de sa limite d'élasticité. La plasticité ne semble donc pas avoir d'influence majeure.

Une autre particularité liée aux empilements de cette étude est la présence de contraintes résiduelles dans les revêtements réalisés par projection plasma. Elles sont plus conséquentes dans le cas du revêtement métallique relatif à l'empilement N°2. Ces contraintes résiduelles ont été insérées dans les modélisations afin d'analyser leur impact sur la force à rupture d'une interface soumise à un chargement de traction (CHAPITRE V). Cette étude a montré une influence limitée de la prise en compte des contraintes résiduelles : la force à rupture diminue au maximum de 4 % selon la configuration. Néanmoins, cette étude a permis de révéler une dépendance aux contraintes résiduelles plus ou moins importante selon la configuration de l'essai de traction considérée. Certaines configurations, différentes de la configuration préconisée par la norme principale, seront donc à privilégier si l'on souhaite s'affranchir des effets des contraintes résiduelles.

### Conclusions

La mesure de plusieurs critères d'adhérence a été possible sur les deux empilements fragiles étudiés grâce à l'adaptation des essais d'adhérence issus, pour la plupart, des domaines des assemblages collés ou des composites stratifiés. Généralement, l'ajout d'une contre-plaque symétriquement au substrat permet de limiter le risque de rupture cohésive de ce dernier.

La modélisation à l'aide des MZC a permis l'identification des paramètres des lois cohésives, pour les deux empilements. L'apport de la modélisation s'est avéré efficace y compris dans le cas d'un nombre restreint d'essais applicables, comme c'est le cas pour l'empilement N°1 dont les constituants présentent une déformabilité très limitée. Par ailleurs, une analyse numérique des essais apporte une meilleure compréhension des résultats expérimentaux et peut permettre d'expliquer l'origine de certains phénomènes ou anomalies observés.

L'approche expérimentale et numérique proposée sur des multicouches composées de matériaux fragiles trouve des applications intéressantes le CEA dans les domaines de la microélectronique et des Nouvelles Technologies pour l'Energie (NTE), à l'image des piles à combustible de type « SOFC ». Le travail d'identification de la loi cohésive effectué sur l'empilement N°2, plus riche en essais d'adhérence, a été exposé lors d'une conférence

---

internationale à San Diego (USNCCM13) et une publication est en cours de préparation pour le périodique Engineering Fracture Mechanics.

### ***Améliorations des modèles et perspectives***

Jusqu'à présent les modélisations ont supposé un comportement élastique linéaire des matériaux constitutifs. Or, les caractérisations mécaniques menées sur les revêtements autoportés ont mis en évidence un comportement endommageable des revêtements élaborés par projection plasma. Afin de tenir compte de ce comportement non linéaire, un modèle d'endommagement pourrait être développé et implémenté dans les calculs numériques. Un modèle ODM-CMC (ONERA Damage Model), développé par l'ONERA pour restituer le comportement mécanique de Composites à Matrice Céramique (CMC), pourrait être envisagé à cette fin. Il a récemment été codé sous la forme d'une User Material (UMAT). Son intérêt réside principalement dans le fait qu'il tient compte de l'endommagement anisotrope du matériau et des déformations résiduelles d'origine autre que la plasticité.

Numériquement, certains écarts aux scénarios de rupture obtenus expérimentalement sont constatés. Notamment, lors des essais de traction-pelage où une rupture cohésive du revêtement survient à la suite du délaminage ; événement non restitué par le biais de la modélisation. En effet, l'apport du travail effectué permet de modéliser l'endommagement et la rupture interfaciale uniquement. Cela constitue une des voies d'amélioration des modèles. Face aux sollicitations complexes qui peuvent s'exercer au sein des structures revêtues, des déviations de fissures interfaciales dans les matériaux adjacents sont observées. Cette constatation est d'autant plus fréquente que les matériaux constitutifs de l'assemblage sont fragiles et peu déformables. Afin de restituer intégralement les mécanismes de rupture qui entrent en jeu, aussi bien adhésifs que cohésifs, des critères de rupture des matériaux de l'empilement doivent être pris en considération et intégrés aux modélisations. Si la localisation et la direction de la fissure cohésive sont connues, une zone cohésive peut être insérée sur le trajet de la fissure, faisant intervenir une loi cohésive adaptée au matériau.

Outre le comportement endommageable des revêtements, une autre spécificité liée au procédé d'élaboration, est la présence de contraintes résiduelles dans le revêtement. Leur impact a été étudié sur des configurations de traction, mais pourrait être généralisée pour d'autres chargements. Il serait intéressant d'évaluer l'influence des contraintes résiduelles sur la force à rupture de l'interface soumise à une sollicitation de cisaillement ou sur le palier de propagation au cours d'un essai de flexion entaillé ou 4-ENF.

Le critère d'amorçage de l'endommagement (QUADS) et le critère de rupture (en déplacement ou Power law linéaire) ont été choisis de manière arbitraire. L'influence de ces critères sur les résultats numériques pourrait être évaluée. Par ailleurs, l'identification d'un critère de rupture plus approprié à nos interfaces pourrait être envisagée à partir de la loi d'évolution de l'énergie d'adhérence en fonction de la mixité modale  $G(\Psi^*)$ , identifiée sur la base des résultats expérimentaux pour l'empilement N°2 dans le CHAPITRE V.

Un lien entre les paramètres du modèle cohésif et les paramètres matériaux pourrait-il exister ? Et plus particulièrement, peut-il exister un lien entre l'ouverture critique et la rugosité de surface de l'interface ? Cette corrélation semble difficile à établir pour le moment. Des paramètres caractéristiques de l'état de surface du substrat, autre que le paramètre de moyenne arithmétique  $R_a$ , peuvent être introduits afin de tenter d'établir une corrélation satisfaisante avec l'ouverture critique, paramètre au-delà duquel plus aucune interaction n'existe entre les deux lèvres de la fissure. Une étude de l'influence de la rugosité du substrat sur l'adhérence du revêtement pourrait être conduite afin de tenter de percevoir un lien. Il s'avère que l'ouverture critique identifiée dans le MZC de l'empilement N°1 est du même ordre de grandeur que le paramètre de rugosité  $R_a$ . Un tel lien pourrait notamment permettre de réduire le nombre d'essais nécessaire à l'identification d'un modèle cohésif grâce à l'estimation rapide, au préalable, d'un des paramètres, en l'occurrence l'ouverture critique, sans avoir recours à un essai.

---

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

---



- [ALF06] ALFANO G., On the influence of the shape of the interface law on the application of cohesive-zone models, *Composites Science and Technology*, 2006, Vol.66, p. 723-730
- [ARN15] ARNAUD B., Caractérisation expérimentale et numérique d'un revêtement aluminium projeté plasma : comportement mécanique et contraintes résiduelles d'usinage, *Rapport de stage INSA Centre Val de Loire*, 2015
- [BAR59] BARENBLATT G.I., The formation of equilibrium cracks during brittle fracture. General ideas and hypotheses. Axially-symmetric cracks, *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 1959, Vol.23(3), p. 622-636
- [BAR04] BARRADAS S., Etude, à l'aide de choc laser, des mécanismes d'adhérence aux interfaces cuivre/aluminium et cuivre/cuivre obtenues par projection thermique, *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*, 2004
- [BAR15] BARRE C., Étude de la relation microstructure-propriétés de revêtements ultra-réfractaires mis en forme par projection plasma - Application à la protection de composites, *Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Sorbonne Universités*, 2015
- [BER14] BERNARD B., Développement de barrières thermiques nanostructurées par projection plasma de suspension, *Présentation KN-05-362, Matériaux 2014, 24 au 28/11/2014, Montpellier, France*
- [BIA95] BIANCHI L., GRIMAUD A., BLEIN F., LUCCHESI P., FAUCHAIS P., Comparaison of plasma-sprayed alumina coatings by RF and DC plasma spraying, *Journal of Thermal Spray Technology*, 1995, Vol.4(1), p. 59-66
- [BIA97] BIANCHI L., LEGER A.C., VARDELLE M., VARDELLE A., FAUCHAIS P., Splat formation and cooling of plasma-sprayed zirconia, *Thin Solid Films*, 1997, Vol.305, p. 35-47
- [BOE99] BOEMAN R.G., ERDMAN D., KLETT L., LOMAX R., A practical test method for mode I fracture toughness of adhesive joints with dissimilar substrates, *SAMPE-ACCE-DOE Advanced Composites Conference, Detroit, MI, 27-28 Septembre 1999*
- [BOL04] BOLIS C., Étude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multi-couches. Application au test d'adhérence par chocs laser, *Thèse de doctorat, Université de Poitiers*, 2004
- [BOU96] BOUCHER E., FOLKERS J.P., HERVET H., LEGER L., CRETON C., Effects of the formation of copolymer on the interfacial adhesion between semicrystalline polymers, *Macromolecules*, 1996, Vol.29, p. 774-782
- [BRA12] BRACCINI M., DUPEUX M., *Mécanique des interfaces solides, Lavoisier*, 2012
- [BRE49] BRENNER A., SENDEROFF S., Calculation of stress in electrodeposits from the curvature of a plated strip, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 1949, Vol.92, p.105-123
- [BUD09] BUDZIK M., JUMEL J., IMIELINSKA K., SHANAHAN M.E.R., Accurate and continuous adhesive fracture energy determination using an instrumented wedge test, *International Journal of Adhesion & Adhesives*, 2009, Vol.29, p. 694-701

- 
- [CAM96] CAMACHO G.T., ORTIZ M., Computational modeling of impact damage in brittle materials, *International Journal of Solids and Structures*, 1996, Vol. 33, p. 2899-2938
- [CAM02] CAMANHO P.P., DAVILA C.G., Mixed-mode decohesion finite elements for the simulation of delamination in composite materials, National Aeronautics and Space Administration, 2002, NASA/TM-2002-211737
- [CAO89] CAO H. C., EVANS A. G., An experimental study of the fracture resistance of biomaterial interfaces, *Mechanics of Materials*, 1989, Vol.7, p. 295-304
- [CEA12] Plaquette de présentation du Laboratoire de Projection Thermique, Document CEA, 2012
- [CED06] CEDELLE J., VARDELLE M., FAUCHAIS P., Influence of stainless steel substrate preheating on surface topography and on millimeter- and micrometer-sized splat formation, *Surface & Coatings Technology*, 2006, Vol. 201, p. 1373-1382
- [CHA01] CHABOCHE J.L., FEYEL F., MONERIE Y., Interface debonding models: a viscous regularization with a limited rate dependency, *International Journal of Solids and Structures*, 2001, Vol.38, p. 3127-3160
- [CHA02] CHANDRA N., LI H., SHET C., GHONEM H., Some issues in the application of cohesive zone models for metal-ceramic interfaces, *International Journal of Solids and Structures*, 2002, Vol.39, p. 2827-2855
- [CHA92] CHARALAMBIDES M., KINLOCH A.J., WANG Y., WILLIAMS J.G., On the analysis of mixed-mode failure, *International Journal of Fracture*, 1992, Vol.54, p.269-291
- [CHA89] CHARALAMBIDES P.G., LUND J., EVANS A.G., McMEEKING R.M., A test for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces, *Journal of Applied Mechanics*, 1989, Vol.56, p. 56-77
- [CHE11] CHEN J., BULL S.J., Approaches to investigate delamination and interfacial toughness in coated systems: an overview, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2011, Vol.44(3), 034001
- [CHI96] CHICOT D., DEMARECAUX P., LESAGE J., Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation test, *Thin Solid Films*, 1996, Vol.283, p. 151-157
- [CLY96] CLYNE T.W., GILL S.C., Residual stresses in thermal spray coatings and their effect on interfacial adhesion: a review of recent work, *Journal of Thermal Spray Technology*, 1996, Vol.5(4), p.401-418
- [COL88] COLIN C., BOUSSUGE M., VALENTIN D., Mechanical testing of plasma-sprayed coatings of ceramics, *Journal of Materials Science*, 1988, Vol.23, p. 2121-2128
- [CRE92] CRETON C., KRAMER E.J., HUI C.Y., BROWN H.R., Failure mechanisms of polymer interfaces reinforced with block copolymers, *Macromolecules*, 1992, Vol.25, p. 3075-3088
- [CUM12] CUMINATTO C., Adhérence d'une interface structurée polymère/silicium pour l'encapsulation par transfert de film : caractérisation expérimentale et modélisation, Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2012
- [DAM05] DAMAYANTI M., WIDODO J., SRITHARAN T., MHAISALKAR S.G., LU W., GAN Z.H., ZENG K.Y., HSIA L.C., Adhesion study of low-k/Si system using 4-point bending and nanoscratch test, *Materials Science & Engineering B*, 2005, Vol.121, p. 193-198

- [DAR03] DARQUE-CERETTI E., FELDER E., Adhésion et adhérence. CNRS Editions, 2003
- [DAU98] DAUSKARDT R.H., LANE M., MA Q., KRISHNA N., Adhesion and debonding of multi-layer thin film structures, *Engineering Fracture Mechanics*, 1998, Vol.61, p. 141-162
- [DAV05] DAVIES P., CASARI P., CARLSSON L.A., Influence of fibre volume fraction on mode II interlaminar fracture toughness of glass/epoxy using the 4ENF specimen, *Composites Science and Technology*, 2005, Vol.65, p.295-300
- [DAV01] DAVILA C. G., CAMANHO P. P., DE MOURA M. F., Mixed-mode decohesion elements for analyses of progressive delamination, 42<sup>nd</sup> AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics and Materials Conference, Seattle, Washington, du 16/04/2001 au 19/04/2001
- [DEL07] DELETTE G., HUCHET G., LAURENCIN J., Etude des sollicitations mécaniques aux interfaces d'un empilement de couches minces. Application à la mesure d'adhérence par la technique de flexion 4 points, Communication au 18<sup>ème</sup> Congrès Français de Mécanique, 2007
- [DEL08] DELETTE G., LAURENCIN J., DUPEUX M., DOYER J.B, Measurement of the fracture energy at the interface between porous cathode layer and electrolyte in planar solid oxide fuel cells, *Scripta Materialia*, 2008, Vol.59, p. 31-34
- [DUG60] DUGDALE D.S., Yielding of steel sheets containing slits, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1960, Vol.8(2), p. 100-104
- [DUN69] DUNDURS J., Discussion on: Edge-bonded dissimilar orthogonal elastic wedges under normal and shear loading, D.B BOGY (ed.), *Journal of Applied Mechanics*, 1969, Vol.36, p. 650-652
- [DUP04] DUPEUX M., Mesure des énergies de rupture interfaciale : problématique et exemples de résultats d'essais de gonflement-décollement, *Mécanique & Industries*, 2004, Vol.5, p. 441-450
- [ELI02] ELICES M., GUINEA G.V., GOMEZ J., PLANAS J., The cohesive zone model: advantages, limitations and challenges, *Engineering Fracture Mechanics*, 2002, Vol.69, p. 137-163
- [EVA01] A. G. EVANS, Interface adhesion: Measurement and analysis, *Adhesion Measurement of Films and Coatings*, 2001, Vol.2, p. 1-18
- [FAB13] FABRE G., Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermiques EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013
- [FAO12] FAOU J-Y., PARRY G., GRACHEV S., BARTHEL E., How does adhesion induce the formation of telephone cord buckles?, *Physical Review Letters*, 2012, 108, Ref. 116102
- [GAD12] GADELRAH K.R., CHIESA M., HECKER M., ENGELMANN H-J., Modeling crack propagation for advanced 4-point bending testing of metal–dielectric thin film stacks, *Engineering Fracture Mechanics*, 2012, Vol.96, p. 490-499
- [GAN05] GAN Z., MHAISALKAR S.G., CHEN Z., ZHANG S., CHEN Z., PRASAD K., Study of interfacial adhesion energy of multilayered ULSI thin film structures using four-point bending test, *Surface & Coatings Technology*, 2005, Vol.198, p. 85-89



- 
- [GAO04] GAO Y.F., BOWER A.F., A simple technique for avoiding convergence problems in finite element simulations of crack nucleation and growth on cohesive interfaces, *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 2004, Vol.12, p. 453-463
- [GDO05] GDOUTOS E.E., *Fracture Mechanics, An Introduction*, Second edition, Springer, 2000
- [HAS06] HASSOUNE-RHABBOUR B., BAZIARD Y., NASSIET V., PETIT J.A., Durabilité des assemblages collés- Approche prédictive, *Techniques de l'Ingénieur*, 2006, Réf.BM7667
- [GEU98] GEUBELLE P.H., BAYLOR J.S., Impact-induced delamination of composites: a 2D simulation, *Composites Part B*, 1998, Vol.29B, p. 589-602
- [GRI20] GRIFFITH A.A., The phenomenon of rupture and flow in solids, *Philosophical Transaction of the Royal Society of London*, 1920, Vol.A221, p. 163-198
- [GUI10] GUIPONT V., JEANDIN M., BANSARD S., KHOR K. A., NIVARD M., BERTHE L., CUQ-LELANDAIS J-P., BOUSTIE M., Bond strength determination of hydroxyapatite coatings on Ti-6Al-4V substrates using the Laser Shock Adhesion Test (LASAT), *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 2010, Vol.95A, Issue 4, p. 1096-1104
- [GUI02] GUIU A., Assemblage multicouches de polymères semi-cristallins : adhésion et vieillissement, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2002
- [HAM09] HAMITOUCHE L., TARFAOUI M., VAUTRIN A., Modélisation du délaminage par la méthode de la zone cohésive et problèmes d'instabilité, *Comptes Rendus des JNC 16 – Toulouse 2009*
- [HER88] HERMAN H., Les revêtements par projection plasma, *Pour la science*, 1988, Vol.133, pp 48-55
- [HIL76] HILLERBORG A., MODEER M., PETERSSON P.E., Analysis of crack formation and crack growth in concrete by means of fracture mechanics and finite elements, *Cement and Concrete Research*, 1976, Vol.6(7), p. 773-782
- [HIR06] HIRAKATA H., KITAZAWA M., KITAMURA T., Fatigue crack growth along interface between metal and ceramics submicron-thick films in inert environment, *Acta Materialia*, 2006, Vol.54, p. 89-97
- [HOB87] HOBBS M. K., REITER H., Residual stresses in  $ZrO_2-8\%Y_2O_3$ , plasma sprayed thermal barrier coatings, *Surface and coatings Technology*, 1988, Vol.34, p. 33-42
- [HOF98] HOFINGER I., OECHSNER M., BAHR H.A., VSWAIN M., Modified four-point bending specimen for determining the interface fracture energy for thin, brittle layers, *International Journal of Fracture*, 1998, Vol.92, p. 213-220
- [HUA05] HUANG Z., SUO Z., XU G., HE J., PREVOST J.H., SUKUMAR S., Initiation and arrest of an interfacial crack in a four-point bend test, *Engineering Fracture Mechanics*, 2005, Vol.72, p. 2584-2601
- [HUC11] HUCHET G., Etude expérimentale et simulation du comportement thermomécanique des matériaux et de leurs liaisons, Poster, Journée des jeunes scientifiques, 20/10/2011, Tours, France
- [HUC14] HUCHET G., Loi de traction et tenue en fatigue d'un revêtement aluminium projeté plasma, Présentation CM-07-698, Matériaux 2014, 24 au 28/11/2014, Montpellier, France

- [HUG04] HUGHEY M. P., MORRIS D.J., COOK R.F., BOZEMAN S. P., KELLY B. L., CHAKRAVARTY S.L.N., HARKENS D.P., STEARNS L.C., Four-point bend adhesion measurements of copper and permalloy systems, *Engineering Fracture Mechanics*, 2004, Vol.71, p. 245-261
- [HUI03] HUI C.-Y., JAGOTA A., BENNISON S. J., LONDONO J. D., Crack blunting and the strength of soft elastic solids, *Proceeding of Royal Society of London A*, 2003, Vol.459, p. 1489-1516
- [HUN12] HUN M., Influence de l'eau sur le décollement d'une interface par flexion d'un bicouche de chaussée urbaine, Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes, 2012
- [HUT87] HUTCHINSON J.W., MEAR M.E, RICE J.R., Crack paralleling an interface between dissimilar materials, *Journal of Applied Mechanics*, 1987, Vol.54(4) , p. 828-832
- [HUT92] HUTCHINSON J.W., SUO Z., Mixed mode cracking in layered materials, *Advances in Applied Mechanics*, 1992, Vol.29, p.63-191
- [ILY09] ILYAS M., LACHAUD F., ESPINOSA C., MICHEL L., SALAÜN M., Modélisation en dynamique rapide du délaminage des composites à l'aide d'éléments finis cohésifs, *Comptes Rendus des JNC 16 – Toulouse 2009*
- [JEN93] JENSEN H.M., THOULESS M.D., Effects of residual stresses in the blister test, *International Journal of Solids and Structures*, 1993, Vol.30(6), p. 779-795
- [KAF02] KAFKALIDIS M.S., THOULESS M.D., The effects of geometry and material properties on the fracture of single lap-shear joints, *International Journal of Solids and Structures*, 2002, Vol.39, p. 4367-4383
- [KAN85] KANNINEN M.F., POPELAR C.H., *Advanced fracture mechanics*, Oxford, Oxford University Press, 1985
- [KOL11] KOLLURI M., HOEFNAGELS J. P. M., VAN DOMMELEN J. A. W., GEERS M. G. D., An improved miniature mixed-mode delamination setup for in situ microscopic interface failure analyses, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2011, Vol.44(3), 034005
- [KUC00] KUCUK A., BERNDT C.C., SENTURK U., LIMA R.S., LIMA C.R.C., Influence of plasma spray parameters on mechanical properties of yttria stabilized zirconia coatings. I: Four point bend test, *Materials Science & Engineering A*, 2000, Vol.284, p. 29-40
- [KUR90] KURODA S., FUKUSHIMA T., KITAHARA S., Generation mechanism of residual-stresses in plasma-sprayed coatings, *Vacuum*, 1990, Vol.41, p. 1297-1299
- [KUR91] KURODA S., CLYNE T.W., The quenching stress in thermally sprayed coatings, *Thin Solid Films*, 1991, Vol.200(1), p. 49-66
- [KUR92] KURODA S., FUKUSHIMA T., KITAHARA S., Significance of quenching stress in the cohesion and adhesion of thermally sprayed coatings, *Journal of Thermal Spray Technology*, 1992, Vol.1(4), p.325-332
- [KUR95] KURODA S., DENDO T., KITAHARA S., Quenching stress in plasma sprayed coatings and its correlation with the deposit microstructure, *Journal of Thermal Spray Technology*, 1995, Vol.4(1), p. 75-84

- 
- [LAP11] LAPORTE D., Analyse de la réponse d'assemblages collés sous des sollicitations en dynamique rapide. Essais et modélisations, Thèse de doctorat, ENSMA (Poitiers), 2011
- [LAU08] LAURENCIN J., Fonctionnement sous méthane d'une pile à combustible « SOFC » : optimisation des performances et de la durabilité, Thèse de doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble, 2008
- [LEE09] LEE C-C., HUANG J., CHANG S-T., WANG W-C., Adhesion investigation of low-k films system using 4-point bending test, *Thin Solid Films*, 2009, Vol.517, p.4875-4878
- [LEE10] LEE M.J., CHO T.M., KIM W.S., LEE B.C., LEE J.J., Determination of cohesive parameters for a mixed-mode cohesive zone model, *Adhesion & Adhesives*, 2010, Vol.30, p. 322-328
- [LES93] LESAGE J., DEMARECAUX P., BARRIER O., MESMACQUE G., Détermination de l'adhérence de revêtements par le test d'indentation interfaciale, *Revue de Métallurgie, Science et Génie des Matériaux CIT*, 1993, Vol.12, p. 1655-1663
- [LI\*06] LI S., THOULESS M.D., WAAS A.M., SCHROEDER J.A., ZAVATTIERI P.D., Mixed-mode cohesive-zone models for fracture of an adhesively bonded polymer-matrix composite, *Engineering Fracture Mechanics*, 2006, Vol.73, p. 64-78
- [LIA95] LIANG Y-M., LIECHTI K. M., Toughening mechanisms in mixed-mode interfacial fracture, *International Journal of Solids and Structures*, 1995, Vol.32, p. 957-978
- [LIE92] LIECHTI K.M., CHAI Y.S., Asymmetric shielding in interfacial fracture under in-plane shear, *Journal of Applied Mechanics*, 1992, Vol.59, p. 295-304
- [LIU05] LIU G., Modélisation de l'essai d'indentation interfaciale en vue de caractériser l'adhérence de revêtements projetés thermiquement, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2005
- [MAR07] MAROT G., Modélisation de l'essai d'indentation interfaciale et confrontation aux essais normalisés pour la détermination de l'adhérence de revêtements obtenus par projection thermique, Thèse de doctorat, Université de Lille 1, 2007
- [MAR84] MARSHALL D. B., EVANS A. G., Measurement of adherence of residually stressed thin by indentation. I. Mechanics of interface delamination, *Journal of Applied Physics*, 1984, Vol.56(10), p. 2632-2638
- [MAR99] MARTIN R.H., DAVIDSON B.D., Mode II fracture toughness evaluation using four point bend, end notched flexure test, *Plastics, Rubber and Composites*, 1999, Vol.28(8), p. 401-406
- [MAS00] MASSOUBRE D., Mesure de contraintes résiduelles d'élaboration au sein de revêtements métalliques projetés plasma, Rapport de stage IUT, 2000
- [MAT89] MATOS P.P.L., McMEEKING R.M., CHARALAMBIDES P.G., DRORY M.D., A method for calculating stress intensities in biomaterial fracture, *International Journal of Fracture*, 1989, Vol.40, p. 235-254
- [MEL94] MELLALI M., Influence de la rugosité et de la température du substrat sur l'adhérence et les contraintes résiduelles au sein de dépôts d'alumine projetés par plasma, Thèse de doctorat, Université de Limoges, 1994, 292 p.

- [MEL97] MELLALI M., GRIMAUD A., LEGER A.C., FAUCHAIS P., LU J., Alumina grit blasting parameters for surface preparation in the plasma spraying operation, *Journal of Thermal Spray Technology*, 1997, Vol.6(1), p. 217-227
- [MON00] MONERIE Y., Fissuration des matériaux composites : rôle de l'interface fibre/matrice, Thèse de doctorat, Université Aix-Marseille II, 2000
- [MOR13] MORADI A., Proposition d'une démarche de modélisation pour la prévision de l'amorçage d'une fissure dans un assemblage collé sous des sollicitations statiques, Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2013
- [MOR95] MOREAU C., GOUGEON P., LAMONTAGNE M., Influence of substrate preparation on the flattening and cooling of plasma-sprayed particles, *Journal of Thermal Spray Technology*, 1995, Vol.4(1), p. 25-33
- [NEE87] NEEDLEMAN A., Continuum model for void nucleation by inclusion debonding. *Journal of Applied Mechanics*, 1987, Vol.54(3), p. 525-531
- [NEE90] NEEDLEMAN A., An analysis of tensile decohesion along an interface, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1990, Vol.38(3), p. 289-324
- [ODO92] O'DOWD N. P., STOUT M. G., SHIH C. F., Fracture toughness of alumina-niobium interfaces: Experiments and analyses, 1992, Vol.66(6), p. 1037-1064
- [ONE14] ONERA, Prestation d'expertise sur la tenue thermomécanique de matériaux composites, Rapport interne CEA, 2014
- [PAT05] PATRU J., Modélisation du développement des contraintes résiduelles au sein de dépôts plasma de zircon et d'acier, Manuscrit de thèse, 2005
- [PEN13] PENG Lingling, Modélisation numérique d'assemblages collés : Application à la réparation de structures en composites, Thèse de doctorat, Université de Bourgogne, 2013
- [PRO07] PROMBUT P., Caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels, Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2007
- [RAK14] RAKOTOMALALA N., Modélisation numérique de l'écaillage des barrières thermiques avec couplage thermo-mécanique, Thèse de doctorat, Ecole des Mines ParisTech, 2014
- [RIC90] RICE J.R., SUO Z., WANG J.S., Mechanics and thermodynamics of brittle interfacial failure in bimaterial systems, *Acta-Scripta Metallurgica Proceedings Series*, 1990, Vol.4, p. 269-294
- [ROY08] ROY S., Mesure de l'adhérence et des propriétés mécaniques de couches minces par des essais dérivés de la nanoindentation. Application à la microélectronique et au biomédical, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2008
- [SCH06] SCHEIDER I., BROCKS W., Cohesive elements for thin-walled structures, *Computational Materials Science*, 2006, Vol.37, p. 101-109

- 
- [SCH00] SCHUECKER C., DAVIDSON B.D., Evaluation of the accuracy of the four-point bend end-notched flexure test for mode II delamination toughness determination, *Composites Science and Technology*, 2000, Vol.60, p.2137-2146
- [SHA05] SHAVIV R., ROHAM S., WOYTOWITZ P., Optimizing the precision of the four-point bend test for the measurement of thin film adhesion, *Microelectronic Engineering*, 2005, Vol.82, p. 99-112
- [SHI91] SHIH C.F., Cracks on biomaterial interfaces: elasticity and plasticity aspects, *Materials Science and Engineering A*, 1991, Vol.A143, p. 77-90
- [SIL13] SILLS R.B., THOULESS M.D., The effect of cohesive-law parameters on mixed-mode fracture, *Engineering Fracture Mechanics*, 2013, Vol.109, p. 353-368
- [STO09] STONEY G.G., The tension of metallic films deposited by electrolysis, *Proceeding of the Royal Society of London*, 1909, Vol.A82, p. 172-175
- [SUN05] SUN X., DAVIDSON B.D., A direct energy balance approach for determination energy release rates in three and four point bend end notched flexure tests, *International Journal of Fracture*, 2005, Vol.135, p. 51-72
- [SUN98] SUNDARARAMAN V., DAVIDSON B.D., An unsymmetric end-notched flexure test for interfacial fracture toughness determination, *Engineering Fracture Mechanics*, 1998, Vol.60(6), p. 361-377
- [SWA02] SWADENER J. G., LIECHTI K. M., LIANG Y-M., Shear induced toughening in bonded joints: experiments and analysis, *International Journal of Fracture*, 2002, Vol.114, p. 113-132
- [THE07] THERY P.-Y., Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison  $\beta$ -(Ni,Pt)Al ou  $\beta$ -NiAl(Zr), Thèse de doctorat, Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2007
- [TRA11] TRAN P., KANDULA S. S., GEUBELLE P. H., SOTTOS N. R., Comparison of dynamic and quasi-static measurements of thin film adhesion, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2011, Vol.44(3), 034006
- [TUR07] TURON A., DAVILA C.G., CAMANHO P.P., COSTA J., An engineering solution for mesh size effects in the simulation of delamination using cohesive zone models, *Engineering Fracture Mechanics*, 2007, Vol.74, p. 1665-1682
- [TVE92] TVERGAARD V., HUTCHINSON J.W., The relation between crack growth resistance and fracture process parameters in elastic-plastic solids, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1992, Vol.40(6), p. 1377-1397
- [TVE93] TVERGAARD V., HUTCHINSON J.W., The influence of plasticity on the mixed mode interface toughness, *Journal of Mechanics Physics Solids*, 1993, Vol.41(6), p. 1119-1135
- [VAN11] VANDELLOS T., Développement d'une stratégie de modélisation du délaminage dans les structures composites stratifiées, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, 2011
- [VAR94] VARDELLE M., VARDELLE A., LEGER A.C., FAUCHAIS P., GODIN D., Influence of particule parameters at impact on splat formation and solidification in plasma spraying processes, *Journal of Thermal Spray Technology*, 1994, Vol.4(1), p. 50-58

- [VAU13] VAUNOIS J.R., Modélisation de la durée de vie des barrières thermiques, par le développement et l'exploitation d'essais d'adhérence, Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2013
- [VER11] VERT R., Elaboration par projection plasma d'un revêtement céramique sur un substrat métallique mince et de faible rugosité : Usage d'une sous-couche d'adhérence nanostructurée, Thèse de doctorat, Université de Limoges, 2011
- [VIJ96] VIJAYA BABU M., KRISHNA KUMAR R., PRABHAKAR O., GOWRI SHANKAR N., Fracture mechanics approaches to coating strength evaluation, *Engineering Fracture Mechanics*, 1996, Vol.55(2), p. 235-248
- [VOL02] VOLINSKY A. A., MOODY N. R., GERBERICH W. W., Interfacial toughness measurements for thin films on substrates, *Acta Materialia*, 2002, Vol.50, p. 441-466
- [WAN08] WANG B., SIEGMUND T., A modified 4-point bend delamination test, *Microelectronic Engineering*, 2008, Vol.85, p. 477-485
- [WAN90] WANG J-S., SUO Z., Experimental determination of interfacial toughness curves using brazil-nut-sandwiches, *Acta Metallurgica Materialia*, 1990, Vol.38, p. 1279-1290
- [WU\*11] WU D.J., MAO W.G., ZHOU Y.C., LU C., Digital image correlation approach to cracking and decohesion in a brittle coating/ductile substrate system, *Applied Surface Science*, 2011, Vol.257, p. 6040-6043
- [XU\*93] XU X. P., NEEDLEMAN A., Void nucleation by inclusion debonding in a crystal matrix, *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 1993, Vol.1, p. 111-132
- [YAM06] YAMAZAKI Y., SCHMIDT A., SCHOLZ A., The determination of the delamination resistance in thermal barrier coating system by four-point bending tests, *Surface & Coatings Technology*, 2006, Vol.201, p. 744-754
- [YAN05] YANG Q., COX B., Cohesive models for damage evolution in laminated composites, *International Journal of Fracture*, 2005, Vol.133(2), p. 107-137
- [YOS04] YOSHIHARA H., Mode II R-curve of wood measured by 4-ENF test, *Engineering Fracture Mechanics*, 2004, Vol.71, p. 2065-2077
- [YUA03] YUAN H., CHEN J., Computational analysis of thin coating layer failure using a cohesive model and gradient plasticity, *Engineering Fracture Mechanics*, 2003, Vol.70, p. 1929-1942
- [ZHA04] ZHAN H., CHEN Q., LI D.Y., Development of a novel lateral force-sensing microindentation technique for determination of interfacial bond strength, *Acta Materialia*, 2004, Vol.52(7), p. 2037-2046
- [ZHA10] ZHAO P.F., SUN C.A., ZHU X.Y., SHANG F.L., LI C.J., Fracture toughness measurements of plasma-sprayed thermal barrier coatings using a modified four-point bending method, *Surface & Coatings Technology*, 2010, Vol.204, p. 4066-4074
- [ZHA12] ZHAO Y., SHINMI A., ZHAO X., WITHERS P. J., VAN BOXEL S., MARKOSCAN N., NYLEN P., XIAO P., Investigation of interfacial properties of atmospheric plasma sprayed thermal barrier coatings with four-point bending and computed tomography technique, *Surface & Coatings Technology*, 2012, Vol.206, p. 4922-4929

---

[ZHO02] ZHOU Y.C., TONOMORI T., YOSHIDA A., LIU L., BIGNALL G., HASHIDA T., Fracture characteristics of thermal barrier coatings after tensile and bending tests, *Surface & Coatings Technology*, 2002, Vol.157, p. 118-127

[ZHU15] ZHU W., YANG L., GUO J. W., ZHOU Y. C., LU C., Determination of interfacial adhesion energies of thermal barrier coatings by compression test combined with a cohesive zone finite element model, *International Journal of Plasticity*, 2015, Vol.64, p. 76-87

[ZIL05] ZILE E., TAMUZS V., Mode II delamination of a unidirectional carbon fiber/epoxy composite in four-point bend end-notched flexure tests, *Mechanics of Composite Materials*, 2005, Vol.41(5), p. 383-390

### ***Normes***

[NF EN 582] AFNOR, Projection thermique – Mesure de l'adhérence par essais de traction, NF EN 582, 1993

[NF EN 658-4] AFNOR, Céramiques techniques avancées – Propriétés techniques des céramiques composites à température ambiante – Partie 4 : Détermination de la résistance d'adhérence au cisaillement interlaminaire par compression d'éprouvettes entaillées, NF EN 658-4, 2003

[NF EN 15340] AFNOR, Projection thermique – Détermination de la résistance au cisaillement des revêtements obtenus par projection thermique, NF EN 15340, 2007

[NF EN ISO 527-3] AFNOR, Plastiques – Détermination des propriétés en traction – Partie 3 : Conditions d'essai pour films et feuilles, NF EN ISO 527-3, 1995

[NF EN ISO 4624] AFNOR, Peintures et vernis – Essai de traction, NF EN ISO 4624, 2003

[ASTM C 633] ASTM International, Standard test method for adhesion or cohesion strength of thermal spray coatings, C 633-01, 2008





---

## ANNEXES

---

---

ANNEXE 1 : CALCULS DES CONTRAINTES ET DEFORMATIONS AU COURS D'UN ESSAI DE FLEXION 4 POINTS.	246
ANNEXE 2 : CARACTERISATION MECANIQUE DE LA SOUS-COUCHE POLYMERE.....	247
ANNEXE 3 : CALCUL DU MODULE ELASTIQUE EFFECTIF $E_{EFF}$ DE LA POUTRE COMPOSITE .....	252
ANNEXE 4 : SUIVI DE L'AVANCEE DE FISSURE A L'AIDE DE JAUGES DE DEFORMATION .....	253
ANNEXE 5 : ANALYSE DU SAUT DE SOLUTION SELON LA CONFIGURATION DE TRACTION .....	256
ANNEXE 6 : ESSAI DE FLEXION 4 POINTS AVEC ENTAILLE CENTREE : CAS DE PROPAGATION ASYMETRIQUE	258

---



**Annexe 1 : Calculs des contraintes et déformations au cours d'un essai de flexion 4 points**

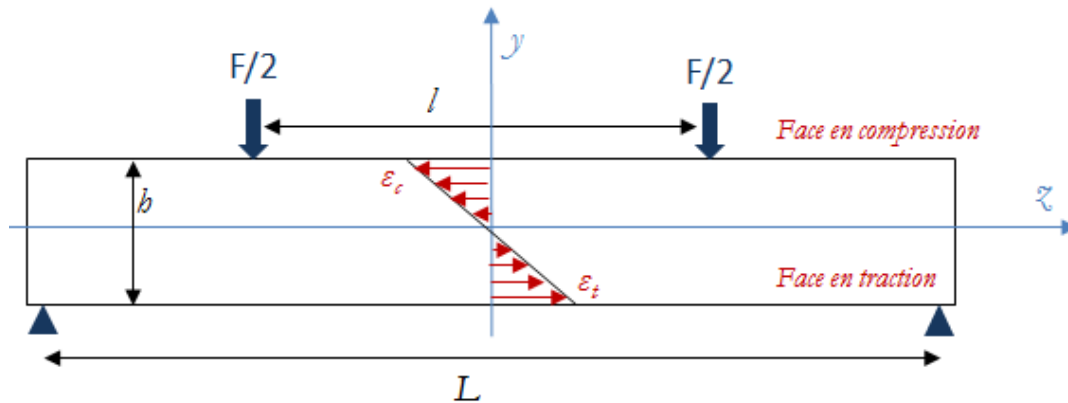


Figure A1- 1 : Schématisation d'un essai de flexion 4 points

La théorie des poutres fournit les relations de la contrainte le long de l'axe z et de la déformée :

$$\sigma_z = \frac{M_f(z)}{I_z} y \quad \text{Equation A1- 1}$$

$$\frac{\partial^2 u}{\partial^2 z} = -\frac{M_f(z)}{EI_z} \quad \text{Equation A1- 2}$$

**Calcul des contraintes maximales**

Le moment de flexion est constant entre les deux appuis internes ; il vaut alors :

$$M_{f \max} = \frac{F}{4} (L-l) \quad \text{Equation A1- 3}$$

La contrainte dans une poutre homogène soumise à une sollicitation de flexion 4 points est maximale en  $y = h/2$ , et s'exprime ainsi :

$$\sigma_{\max} = \frac{3}{2} \frac{F(L-l)}{bh^2} \quad \text{Equation A1- 4}$$

**Calcul des déformations maximales**

En intégrant l'équation de la déformée, nous déduisons la déformation maximale, au centre de la face en traction, d'une poutre homogène sollicitée en flexion 4 points :

$$\epsilon_{\max} = \frac{6dh}{(L-l)(L+2l)} \quad \text{Equation A1- 5}$$

Ces formules sont valables dans l'hypothèse d'un matériau élastique linéaire isotrope, et induisent donc une approximation élastique sur le calcul de la contrainte et de la déformation ; elles sont donc à employer avec précaution.

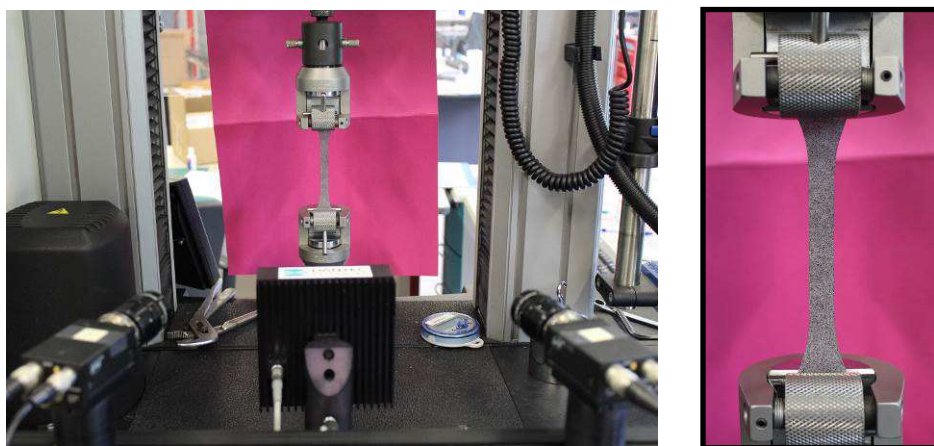
## **Annexe 2 : Caractérisation mécanique de la sous-couche polymère**

La sous couche de polysulfone chargée en particules d'aluminium joue un rôle important dans l'accroche du revêtement projeté plasma. Afin d'approfondir la connaissance du comportement mécanique de ce matériau, une méthode de caractérisation est mise au point. Les résultats recueillis serviront à implémenter les modèles numériques qui seront réalisés pour l'étude de l'adhérence, et qui nécessitent l'apport du module d'élasticité du matériau, du coefficient de Poisson et de la loi de comportement notamment.

Des éprouvettes autoportées de revêtement en polysulfone chargé sont réalisées par projection pneumatique ; elles se présentent sous forme de rubans de dimensions environ  $60 \times 180 \text{ mm}^2$ . Des éprouvettes de traction de forme haltère sont découpées par l'intermédiaire d'un emporte-pièce et d'une presse manuelle selon la géométrie définie par la norme [NF EN ISO 527-3], concernant la détermination des propriétés en traction de feuilles plastiques d'épaisseur de moins de 1 mm.

L'influence de l'épaisseur sur le comportement mécanique du revêtement est étudiée : des éprouvettes d'une épaisseur de  $80 \mu\text{m}$  et de  $200 \mu\text{m}$  sont réalisées.

Les essais de traction pure sont menés sur la machine électromécanique INSTRON 5866, équipée d'une cellule de charge de 500 N, en imposant une vitesse de déplacement de 2 mm/min jusqu'à la rupture. La faible épaisseur et la faible rigidité des éprouvettes de polymère ne permettant pas une instrumentation par le biais d'un extensomètre de contact ou de jauges extensométriques, les déformations sont suivies par méthode de corrélation d'images. Un système de stéréocorrélation DANTEC (Figure A2- 1), dispositif appartenant au Laboratoire Microstructure et Comportement du CEA Le Ripault, est utilisé pour déterminer le champ de déplacement de manière précise. Un mouchetis est créé au moyen d'une peinture noire en spray, pulvérisée par l'opérateur. L'analyse des champs de déformations, à partir des images enregistrées, est réalisée par le logiciel Istra 4D.



**Figure A2- 1 : Dispositif expérimental de traction avec système DANTEC (à gauche) et éprouvette avec mouchetis (à droite)**

Il s'avère que la courbure initiale des films d'épaisseur de  $80 \mu\text{m}$  induit des difficultés supplémentaires à la détermination des déformations transversales. En effet, lors de sa mise en charge, l'éprouvette se met en tension et la courbure initiale diminue pour laisser place à une éprouvette plane. Cela provoque un artéfact donnant lieu à une augmentation des déformations transversales. Par ailleurs, ce mouvement de l'éprouvette est particulièrement gênant puisqu'il induit des changements de luminosité sur la face de l'éprouvette et donc une perturbation dans le suivi du mouchetis lors de la corrélation. Ce dispositif ne nous a pas permis de déterminer avec précision un coefficient de Poisson, c'est pourquoi d'autres essais de traction ont également été réalisés au laboratoire du SIMaP pour conforter les résultats obtenus. Ces essais de traction pure ont été menés sur le dispositif Tinius Olsen MIOKS du laboratoire du SIMaP de Grenoble (Figure A2- 2), équipé d'une cellule de charge de 100 N, en imposant la même vitesse de déplacement. Une caméra de focale 105 mm et d'une résolution d'environ  $12 \mu\text{m}$

par pixel est utilisée pour prendre des photos lors de l'essai à une fréquence d'acquisition de 1 Hz. Le mouchetis est cette fois réalisé au moyen d'un aérographe pulvérisant de l'encre noire et permettant d'obtenir des gouttelettes de l'ordre de la dizaine de micromètres. L'analyse des champs de déformations est réalisée par le logiciel MIC, développé par l'INSA de Lyon.

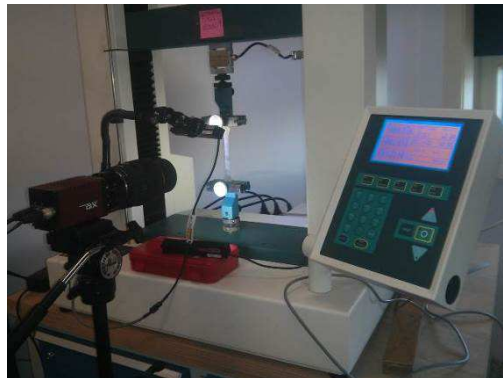


Figure A2- 2 : Dispositif expérimental de traction Tinius Olsen MIOKS du laboratoire du SIMaP

L'un des avantages de la corrélation d'images est que les déformations en tous points de l'éprouvette (Figure A2- 3, à droite) peuvent être déterminées, alors que d'autres méthodes de mesure telles que l'utilisation de jauges ou bien d'un extensomètre permettent uniquement la mesure des déformations en locales ou moyennées sur le domaine situé entre les tiges. Cette méthode permet à la fois l'obtention de déformations longitudinales locales (en un point ou dans une zone restreinte à définir) et de déformations moyennées sur la section de notre choix.

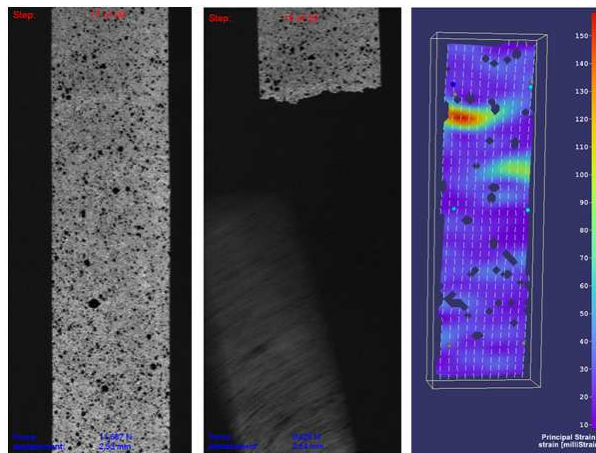


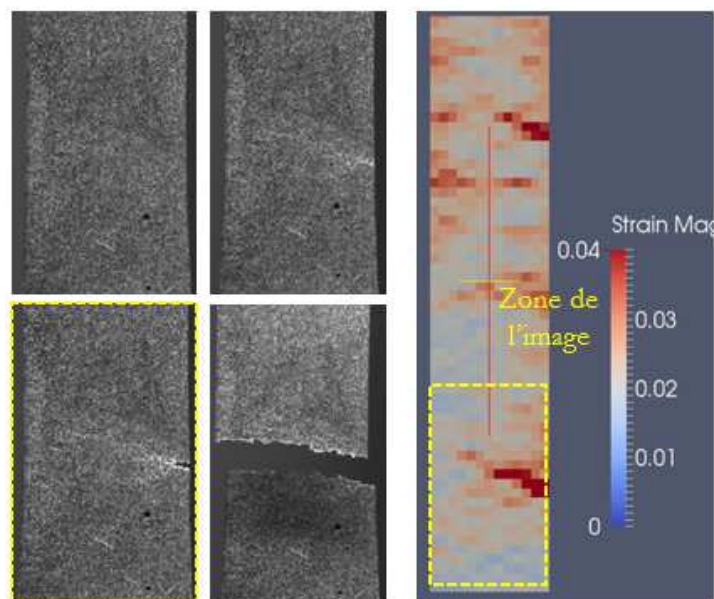
Figure A2- 3 : Photo de la rupture (à gauche) et champ de déformation longitudinale associé (à droite) obtenu par corrélation d'images avec système DANTEC

La Figure A2- 3 montre une des éprouvettes de polysulfone avec mouchetis juste avant et après la rupture (à gauche), et le champ de déformation longitudinale associé (à droite). Les déformations s'avèrent localisées dans une zone restreinte où se produit la rupture. Un blanchissement de l'éprouvette apparaît dans la zone de la rupture (Figure A2- 4). Les déformations longitudinales atteignent 5 % à 15 % localement, dans la zone proche de la rupture, alors qu'elles sont de l'ordre de  $3,6 \pm 1,0$  % en moyenne sur la zone utile.



Figure A2- 4 : Photos décrivant le scénario de rupture d'une éprouvette au cours d'un essai de traction

Le dispositif de corrélation d'images du laboratoire du SIMaP permet même de capturer la propagation de la fissure avant la rupture du polymère (Figure A2- 5). La genèse de la fissure (zone de forte déformation en rouge) est bien visible sur la représentation du champ de déformation longitudinale obtenu par corrélation d'images.



**Figure A2- 5 : Photo du scénario de rupture (à gauche) et champ de déformation longitudinale associé (à droite) obtenu par le système de corrélation d'images du SIMaP**

Les contraintes mesurées sont corrigées en tenant compte de la diminution de section de l'éprouvette par effet poisson au cours de l'essai de traction. En effet, pour ce matériau les effets de la striction ne sont pas négligeables. La déformation selon l'épaisseur de l'éprouvette,  $\epsilon_0$ , est supposée égale à la déformation transversale  $\epsilon_t$  mesurée selon la largeur de l'éprouvette,  $b_0$ , (hypothèse d'isotropie dans la largeur et l'épaisseur), ce qui donne pour calcul des contraintes la formule suivante :

$$\sigma = \frac{F}{b_0 e_0 (1 - \epsilon_t)^2} \quad \text{Equation A2- 1}$$

Les contraintes vraies mesurées sont tracées en fonction des déformations longitudinales moyennées sur une section d'environ  $10 * 40 \text{ mm}^2$ , déterminées par corrélation d'images, sur la Figure A2- 6.

Les essais réalisés au laboratoire du SIMaP viennent bien conforter les résultats déjà obtenus. Les courbes de comportement ont une allure similaire et les propriétés mécaniques mesurées sont en bonne concordance.

Le polysulfone chargé présente un comportement linéaire élastique dans un premier temps, puis atteint un seuil de plasticité variable selon l'épaisseur considérée. Le seuil de plasticité est d'environ de  $15 \pm 2 \text{ MPa}$  pour l'épaisseur de  $80 \mu\text{m}$ , et de l'ordre de  $23 \pm 1 \text{ MPa}$  pour l'épaisseur de  $200 \mu\text{m}$ . Le module d'élasticité est légèrement plus faible pour l'épaisseur de  $80 \mu\text{m}$  : il est estimé à  $1,2 \pm 0,1 \text{ GPa}$  contre  $1,6 \pm 0,4 \text{ GPa}$  pour l'épaisseur de  $200 \mu\text{m}$ , par régression linéaire sur le domaine de contraintes respectivement de  $[0 \text{ MPa} ; 7 \text{ MPa}]$  et de  $[0 \text{ MPa} ; 15 \text{ MPa}]$ . Les déformations mesurées sont assez dispersées et ne présentent pas de différences significatives pour les deux épaisseurs étudiées. Quelle que soit l'épaisseur du matériau, son comportement pourra être modélisé par une loi élasto-plastique parfaite.

A noter que le module d'élasticité du polysulfone chargé est bien moindre que celui du polysulfone pur ( $2,48 \text{ GPa}$ ). Le mode d'élaboration, induisant de la porosité, combiné à la présence de particules métalliques abaissent le module d'élasticité du matériau.

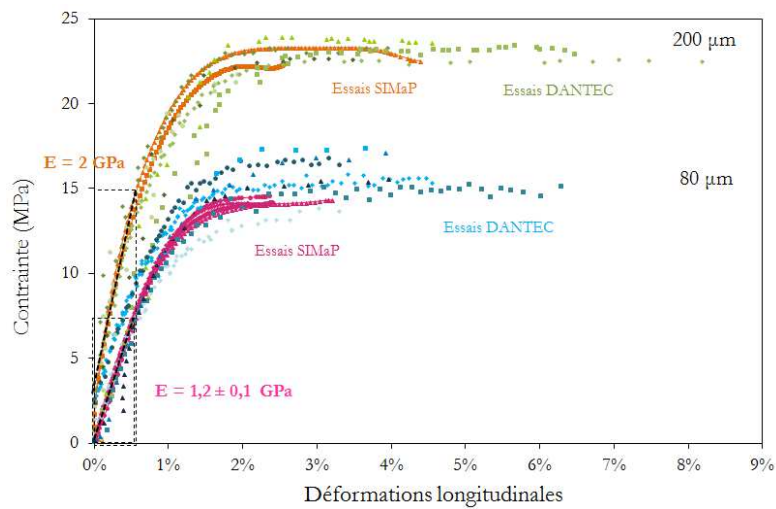


Figure A2- 6: Comportement mécanique en traction du polysulfone chargé, pour deux épaisseurs étudiées

Il semble que l'épaisseur du matériau ait une influence sur son comportement mécanique et plus spécifiquement sur le module d'élasticité et le seuil de plasticité. Des micrographies MEB du faciès de rupture ont été réalisées afin de tenter de comprendre cette dissemblance. Elles mettent en évidence la présence de particules métalliques de taille équivalente à l'épaisseur des éprouvettes de 80 µm. La présence de ce type de particules implique une forte hétérogénéité, qui est d'autant plus forte que l'épaisseur du matériau est faible, ce qui peut grandement influencer son comportement mécanique.

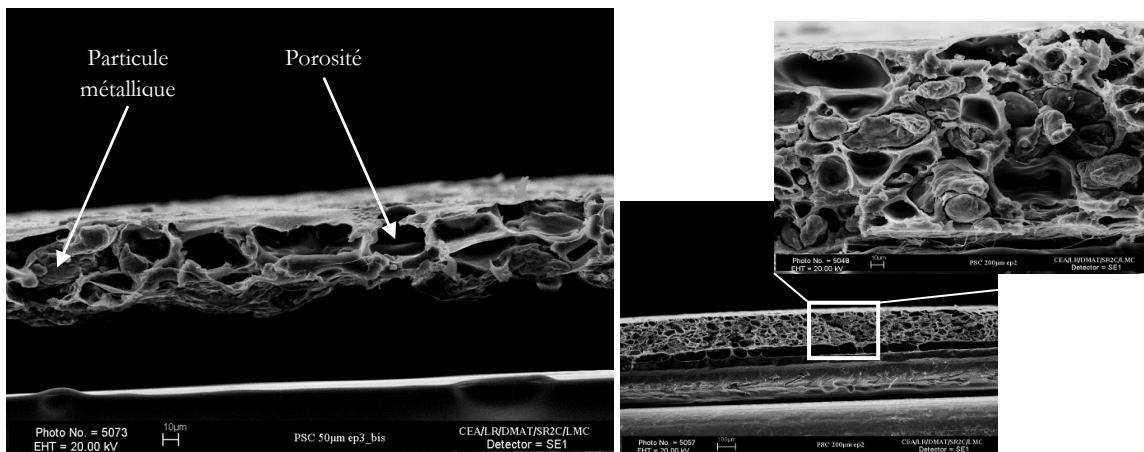


Figure A2- 7 : Micrographies MEB des faciès de rupture des éprouvettes de polysulfone chargé de 80 µm d'épaisseur ( à gauche) et de 200 µm d'épaisseur ( à droite).

Afin d'étudier d'éventuels effets de la vitesse, des essais ont été effectués sous différentes vitesses de déformation variant de  $4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  à  $7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Aucun effet de la vitesse n'est observable sur le comportement mécanique du revêtement.

Les déformations transversales, déterminées à l'aide du dispositif du SIMaP, tracées en fonction des déformations longitudinales sont représentées sur la Figure A2- 8. Une augmentation des déformations transversales est constatée dans les premiers instants de la traction. Ceci est un artefact dû à la mise en tension des films minces, initialement incurvés, comme évoqué précédemment. Le coefficient de Poisson, correspondant à la pente de cette courbe, est donc calculé sur la partie linéaire, à partir de la diminution des déformations transversales, jusqu'à la pseudo limite d'élasticité du matériau (15 MPa pour l'épaisseur de 200 µm et 7 MPa pour l'épaisseur de 80 µm). Il est estimé à environ 0,21 pour la plus faible épaisseur.



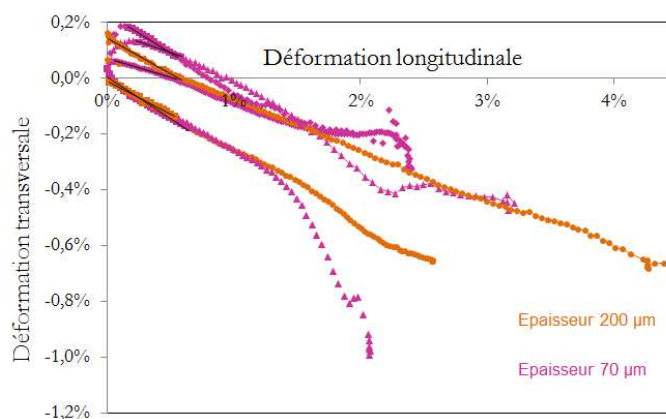


Figure A2- 8 : Déformations transversales en fonction des déformations longitudinales du polysulfone chargé, pour deux épaisseurs étudiées

Le tableau suivant résume les propriétés mécaniques déterminées pour les différents essais réalisés, sur les deux dispositifs.

			Module E (GPa)	Coeff de Poisson	$\epsilon$ longitudinale	$\epsilon$ locale maximale	$\epsilon$ transversale	$\sigma$ seuil (MPa)
200 $\mu\text{m}$	Essais réalisés au CEA	Epr 1	1,93		4,0%			23,2
		Epr 2	1,57		6,5%			23,1
		Epr 3	1,34		3,2%			22,7
		Epr 4	1,15		4,5%			23,7
		Epr 5	1,47		1,9%			21,7
		Epr 6	1,53		8,2%	10,8%		22,5
		<b>Moyenne</b>	<b>1,50</b>		<b>4,7%</b>	<b>10,8%</b>		<b>22,8</b>
	Essais réalisés au SIMaP	Epr 1	1,97	0,30	2,30%	2,70%	- 0,65%	21,7
		Epr 2	2,16	0,26	4,30%	4,40%	-0,66%	22,7
		<b>Moyenne</b>	<b>2,07</b>	<b>0,28</b>	<b>3,30%</b>	<b>3,55%</b>	<b>0,66%</b>	<b>22,2</b>
<b>Moyenne</b>	<b>1,64</b>	<b>0,28</b>	<b>4,36%</b>	<b>5,97%</b>	<b>-0,66%</b>	<b>22,7</b>		
<b>Ecart type</b>	<b>0,35</b>	<b>0,03</b>	<b>2,11%</b>	<b>4,27%</b>	<b>-0,01%</b>	<b>0,7</b>		
80 $\mu\text{m}$	Essais réalisés au CEA	Epr 1	1,01		/	3,3%		13,8
		Epr 2	1,12		4,6%	7,4%		15,4
		Epr 3	1,14		3,3%	5,1%		16,5
		Epr 4	1,15		6,3%	11,1%		14,9
		Epr 5	/		3,6%	7,5%		17,3
		Epr 6	1,33		3,9%	15,2%		16,8
		Epr 7	1,38		4,0%	11,8%		15,3
		<b>Moyenne</b>	<b>1,19</b>		<b>4,3%</b>	<b>8,8%</b>		<b>15,7</b>
	Essais réalisés au SIMaP	Epr 1	1,27	0,14	2,40%	3,60%	-0,33%	13,0
		Epr 2	1,18	0,16	3,20%	3,90%	-0,45%	12,7
		Epr 3	1,24	0,28	2,40%	3,60%	-0,21%	13,3
		Epr 4	1,24	0,24	2,10%	2,10%	-0,99%	12,5
		<b>Moyenne</b>	<b>1,23</b>	<b>0,21</b>	<b>2,53%</b>	<b>3,30%</b>	<b>-0,50%</b>	<b>12,9</b>
	<b>Moyenne</b>	<b>1,21</b>	<b>0,21</b>	<b>3,58%</b>	<b>6,78%</b>	<b>-0,50%</b>	<b>14,7</b>	
<b>Ecart type</b>	<b>0,11</b>	<b>0,07</b>	<b>1,24%</b>	<b>4,25%</b>	<b>-0,34%</b>	<b>1,7</b>		

Tableau A2- 1 : Bilan des résultats des essais de traction sur polysulfone chargé



### Annexe 3 : Calcul du module élastique effectif $E_{eff}$ de la poutre composite

Lors de l'essai de clivage en coin, l'interface est fissurée et les deux poutres de part et d'autre du coin sont mises en flexion. La première est composée de la couche de substrat seule (poutre N°1) et la seconde est constituée des couches de contre-plaque, de colle et de revêtement plasma (poutre N°2 sur la Figure III-11). Nous cherchons donc à déterminer le module élastique effectif équivalent de cette poutre composite. La contribution de la couche de colle sera négligée compte tenu de sa faible épaisseur par rapport aux autres composants.

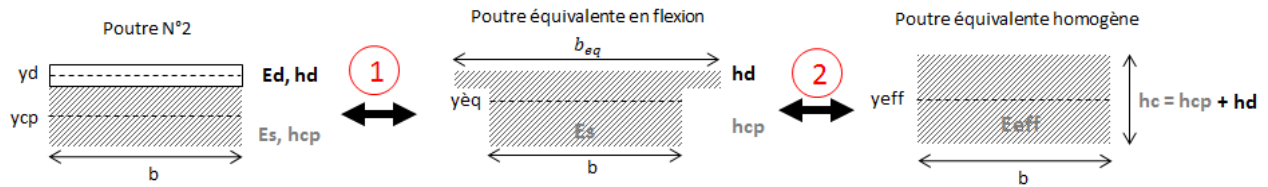


Figure A3- 1 : Schéma des poutres équivalentes

Formules satisfaisants la condition ① :

La largeur équivalente de la couche supérieure vaut :

$$b_{eq} = b \left( \frac{E_d}{E_S} \right)$$

La position de la ligne neutre de la poutre équivalente s'exprime ainsi :

$$y_{eq} = \frac{\sum y_i A_i}{\sum A_i}$$

$$y_{eq} = \frac{b_{eq} \left( \frac{h_d}{2} + h_{cp} \right) h_d + b \left( \frac{h_{cp}}{2} \right) h_{cp}}{b_{eq} h_d + b h_{cp}}$$

Enfin le moment quadratique équivalent de la poutre équivalente vaut :

$$I_{eq} = \sum I_i + S_i^2 A_i$$

$$I_{eq} = I_{cp} + I_d + b_{eq} h_d \left[ y_{eq} - \left( \frac{h_d}{2} + h_{cp} \right) \right]^2 + b h_{cp} \left[ y_{eq} - \left( \frac{h_{cp}}{2} \right) \right]^2$$

Formules satisfaisants la condition ② :

Afin d'obtenir une déformation identique entre les deux poutres, la rigidité en flexion (EXI) doit être conservée. Ce qui nous donne naturellement la condition sur le module élastique effectif de la poutre à respecter :

$$E_{eff} = \frac{E_S \times I_{eq}}{I_{eff}}$$

Avec :

$$I_{eff} = \frac{b(h_d + h_{cp})^3}{12}$$

## Annexe 4 : Suivi de l'avancée de fissure à l'aide de jauges de déformation

Le suivi du délaminage au cours du pelage de l'essai de traction avec diamètre d'haltère réduit est réalisé par l'intermédiaire de jauges de déformations collées en surface du revêtement. Puisqu'aucune visualisation directe de la fissure n'est possible, ce procédé est mis en place pour tenter d'évaluer la position de la pointe de fissure. Les déformations en surface déterminées numériquement seront également analysées afin de comparer l'étendue de la fissure interfaciale numérique et expérimentale.

### Résultats expérimentaux

Des jauges extensométriques ont été collées au préalable sur la surface du revêtement en plusieurs endroits. Sur le premier essai réalisé (Eprouvette a) en orange sur la Figure IV- 36), six jauges sont collées sur la circonférence de l'haltère supérieure afin d'analyser l'isotropie de la propagation. Trois jauges sont collées à une distance de 2 mm et trois autres à une distance de 4,5 mm.

Sur le second essai (Eprouvette b) en violet sur la Figure IV- 36), trois jauges sont disposées alignées selon le rayon de l'éprouvette à une distance de 3 mm, 9 mm et 15 mm afin de tenter de suivre la longueur de la fissure interfaciale au cours du temps. La réponse des différentes jauges au cours des deux essais sont tracées sur la Figure A4- 1.

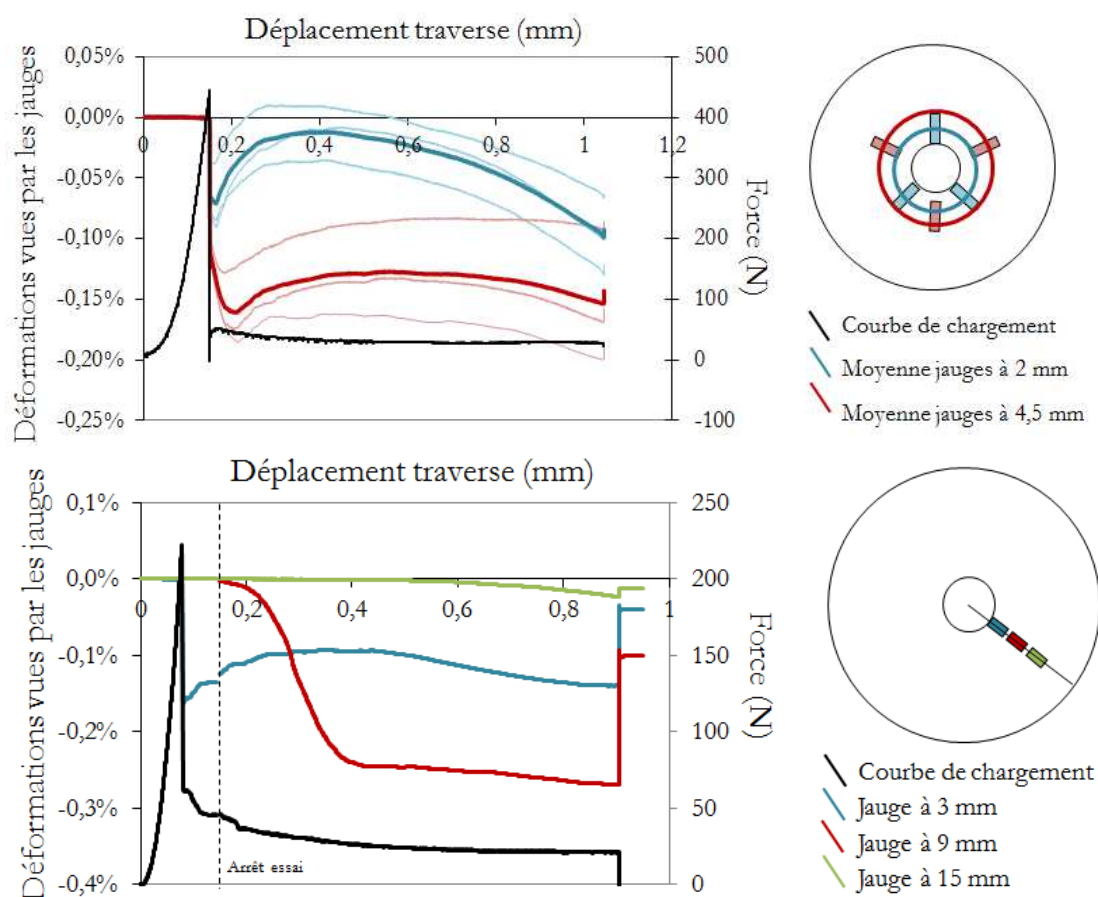


Figure A4- 1 : Déformations expérimentales vues par les jauges sur le revêtement, au cours de l'essai de traction-pelage de l'Éprouvette a) (en haut) et de l'Éprouvette b) (en bas)

---

Les trois jauges placées à une même distance du bord de l'haltère présentent une réponse semblable, ce qui témoigne d'une propagation isotrope dans le plan de l'interface. Le minimum de déformation mesuré par les jauges à une distance de 4,5 mm ( $\epsilon = -0,16\%$ ) est atteint plus tardivement, à savoir pour un déplacement de la traverse de 0,21 mm, alors qu'il est atteint pour un déplacement de 0,16 mm seulement pour les jauges situées à 2 mm du bord de l'haltère ( $\epsilon = -0,07\%$ ).

L'analyse de la réponse des jauges du second essai nous renseigne sur la position du front de fissure au cours de l'essai. A l'instant de la rupture interfaciale, la jauge placée au plus près de l'haltère (jauge en bleue à 3 mm du bord) est la seule à enregistrer une déformation immédiate d'environ  $\epsilon = -0,16\%$ . A ce stade la fissure est donc peu étendue ; sa circonférence est comprise entre un rayon de 3 mm et 9 mm. Lorsque l'essai redémarre, le délaminage reprend. La jauge placée à une distance de 9 mm (en rouge) enregistre une déformation décroissante (au minimum de  $\epsilon = -0,27\%$ ) pour un déplacement de la traverse de 0,2 mm à 0,4 mm. Enfin, il faudra attendre un déplacement de la traverse de l'ordre de 0,6 mm pour que la jauge située à 15 mm (en verte) fournisse un signal faible. Par conséquent, avant la rupture cohésive du revêtement, la fissure s'est propagée avec certitude au-delà de 9 mm de circonférence à l'interface. La pointe de la fissure semble se situer au voisinage de la jauge à 15 mm.

### ***Résultats numériques***

Afin d'étudier la propagation de la fissure au cours de l'essai, les déformations longitudinales en surface du revêtement sont extraites de la modélisation, aux positions correspondants à la présence d'une jauge. L'évolution de la déformation expérimentale et numérique, en fonction du déplacement de la traverse, est tracée sur la Figure A4- 2, pour les deux éprouvettes testées.

L'allure des courbes de déformations numériques est globalement cohérente avec les courbes expérimentales. La jauge la plus proche du bord de l'haltère (en pointillés bleu) réagit immédiatement suite à la première rupture adhésive sous l'haltère. Elle présente un pic de déformation en compression de l'ordre de  $\epsilon = -0,08\%$ , puis la déformation augmente jusqu'à atteindre des déformations en traction à la surface du revêtement. Cela signifie que la pointe de la fissure se localisait sous la jauge à l'instant du pic de déformation (cf Figure IV- 42), puis que la fissure s'est par la suite propagée. Les mesures expérimentales montrent une évolution similaire, à la différence que les déformations augmentent sans pour autant devenir positives, c'est-à-dire en traction.

Les déformations numériques à une distance intermédiaire (4,5 mm ou 9 mm respectivement pour l'éprouvette a) et b), en pointillés rouge) présentent un maximum en compression entre  $\epsilon = -0,06\%$  et  $\epsilon = -0,07\%$ , puis les déformations longitudinales diminuent en intensité et restent stables. Les déformations vues par les jauges ont une même évolution. Néanmoins, le maximum de déformation en compression est plus tardif numériquement, ce qui indique une propagation interfaciale plus lente par la modélisation qu'expérimentalement.

Cette théorie est d'ailleurs étayée par le fait que la déformation numérique en surface, à une distance de 15 mm (en pointillés vert), reste nulle alors qu'une déformation expérimentale, même minime, est enregistrée, attestant de la proximité de la pointe de fissure, pour un même déplacement donné de la traverse.

Outre le fait que les pics de déformations numériques soient plus tardifs, les niveaux de déformations numériques sont généralement 2 à 3,5 fois moins élevées que les mesures expérimentales. Cela pourrait s'expliquer par une surestimation du module d'élasticité du revêtement par exemple.

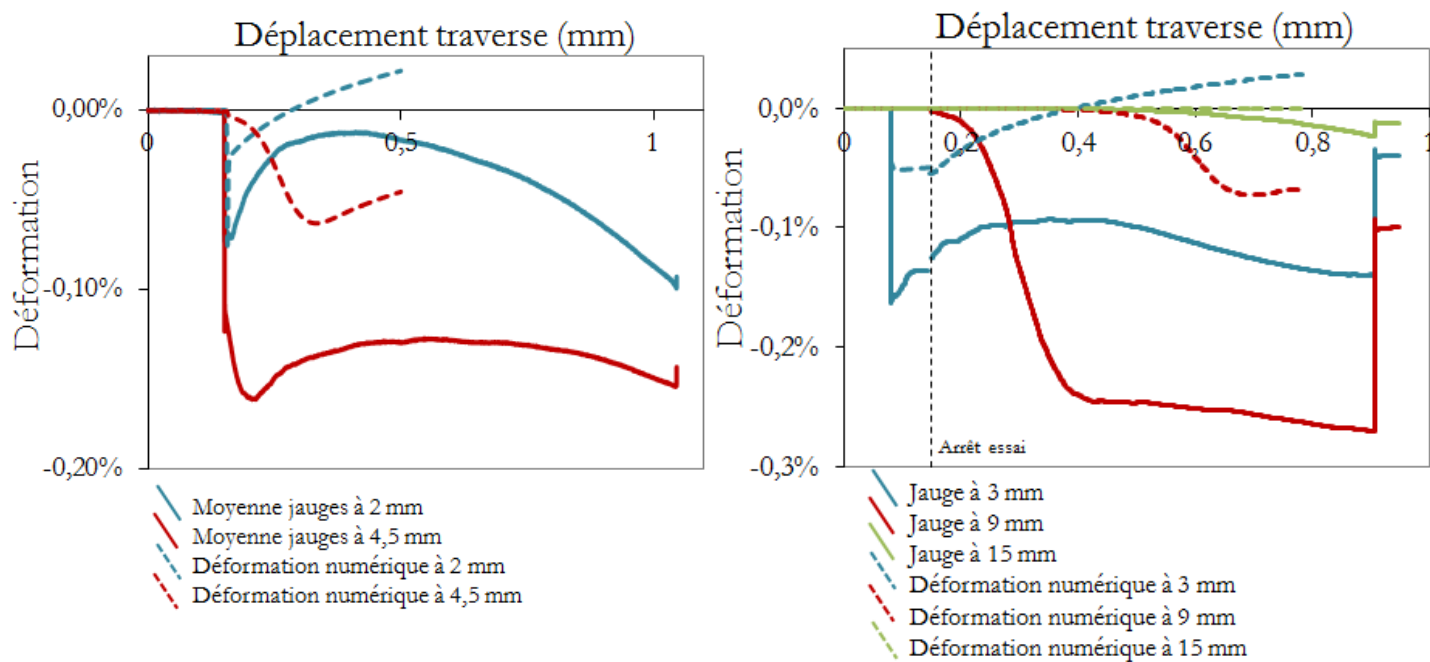


Figure A4- 2 : Déformations expérimentales et numériques en surface du revêtement, au cours de l'essai de traction-pelage sur l'éprouvette 1 (à gauche) et sur l'éprouvette 2 (à droite)

La concordance des déformations numériques et expérimentales en surface constitue un critère supplémentaire permettant d'étayer la validité la loi cohésive identifiée pour l'empilement N°1.

## Annexe 5 : Analyse du saut de solution selon la configuration de traction

Deux configurations sont considérées : une configuration où l'ensemble de l'éprouvette est modélisée et une configuration pour laquelle les haltères sont tronquées selon leur hauteur, comme illustré sur la Figure A5- 1. Les conditions aux limites appliquées selon les deux configurations correspondant aux conditions de l'essai.

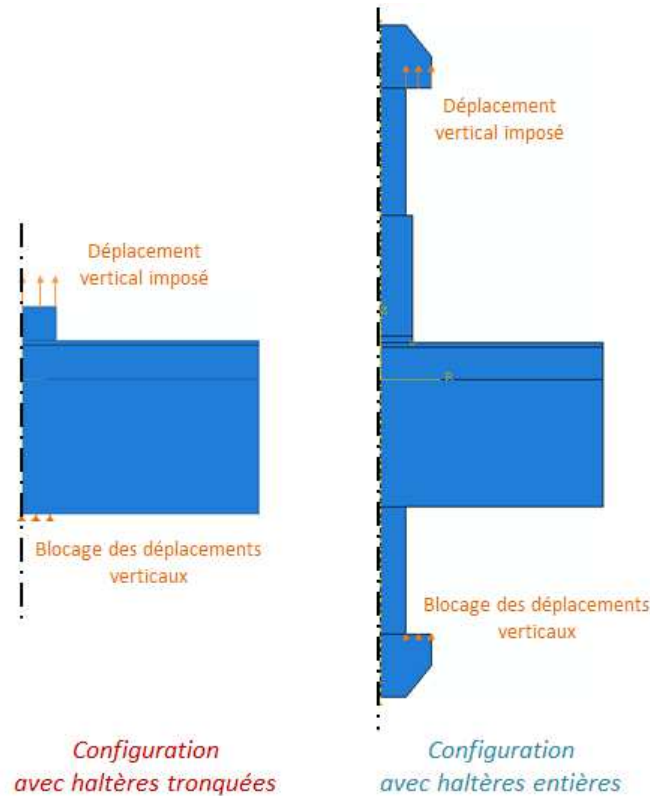


Figure A5- 1 : Conditions aux limites numériques des deux configurations

L'étude de la réponse contrainte-ouverture, dans le premier élément de la zone cohésive à s'endommager, situé à l'aplomb du bord de l'altère supérieure, révèle un saut de déplacement dans le cas de la configuration avec haltères entièrement modélisées (Figure A5- 2). Dans cet élément, le déplacement à rupture en mode I en vaut  $\delta_n = 1,89 \mu\text{m}$ , et en mode II vaut  $\delta_t = - 0,20 \mu\text{m}$ , ce qui équivaut à un déplacement à rupture de  $\delta_m = 1,90 \mu\text{m}$ , alors qu'il est fixé en théorie à  $\delta_m = 1,00 \mu\text{m}$ . Soit une erreur de 90 % commise sur le déplacement. Au contraire, dans la configuration avec haltères tronquées, le déplacement à rupture en mode I est de  $\delta_n = 1,19 \mu\text{m}$ , et en mode II de  $\delta_t = - 0,13 \mu\text{m}$ , ce qui donne un déplacement à rupture de  $\delta_m = 1,19 \mu\text{m}$ . L'erreur commise n'est alors que de 19 %, ce qui est parfaitement acceptable.

Réaliser une modélisation de l'essai avec des haltères tronquées est donc une des solutions envisageable afin d'éliminer le problème de saut de déplacement occasionné. En revanche, il faut s'assurer que cette modification de géométrie de l'éprouvette n'occasionnera pas de modification des résultats.

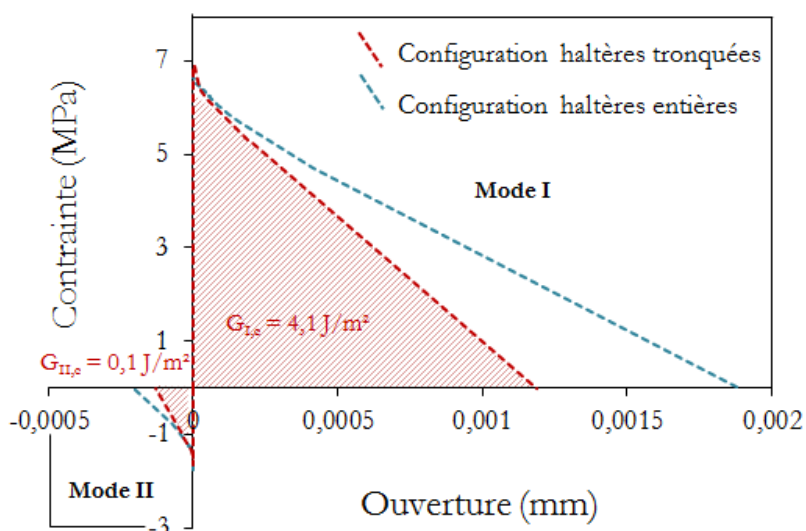


Figure A5- 2 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC, pour les deux configurations

Afin de vérifier que le changement de géométrie et donc de conditions aux limites n'implique pas de modifications profondes, le champ de contrainte normal dans l'éprouvette est analysé. Les profils de contraintes normales le long de l'interface, dans les deux configurations, sont tracés sur la Figure A5- 3. Aucune différence significative sur le profil n'est observée. Les contraintes normales maximales avant endommagement, ainsi que leur localisation, sont identiques, ce qui laisse supposer d'une force à rupture et d'un scénario de rupture analogues dans ces deux configurations.

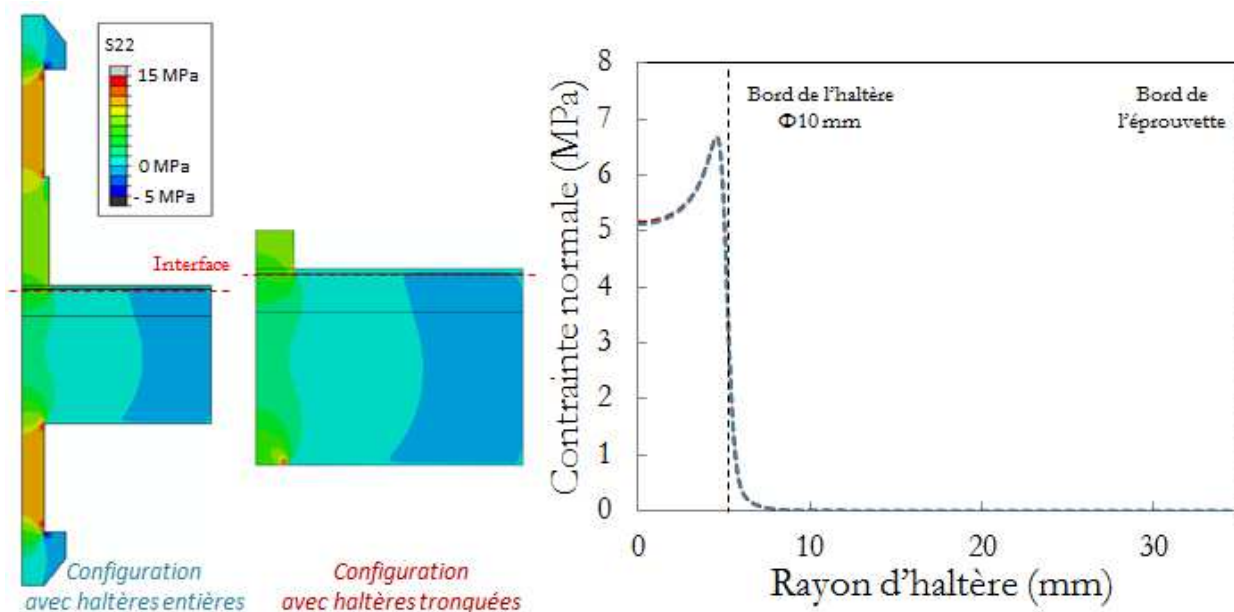


Figure A5- 3 : : Comparaison des champs de contraintes normales (S22) et des profils à l'interface

## Annexe 6 : Essai de flexion 4 points avec entaille centrée : cas de propagation asymétrique

Un cas de propagation asymétrique est observé parmi les essais de flexion 4 points réalisés. Ce cas présente un palier de propagation plus faible que les autres essais, il est donc exclu des mesures servant à la détermination de l'énergie d'adhérence. Cependant, parvenir à une propagation symétrique lors d'un essai de flexion 4 points n'est pas aisé en pratique, d'autant plus lorsque le montage utilisé n'est pas articulé et que les matériaux sont très rigides. Ce cas d'étude présente donc un intérêt certain.

La courbe de chargement de cet essai est reportée sur la Figure A6- 1 avec les autres courbes de chargement obtenues pour une propagation symétrique. Le scénario de rupture est identique au début de l'essai, à savoir la rupture du ligament de revêtement plasma à l'origine de la chute de charge (point N°2) puis la propagation symétrique de fissures à l'interface (point N°3) sous un chargement constant. Un saut de charge est observé aux alentours de 0,38 mm de déplacement d'appuis. Il semble coïncider avec l'apparition d'une dissymétrie dans la propagation de fissures. En effet, la photo N°4 de la Figure A6- 2 témoigne d'une ouverture de fissure plus importante d'un côté de l'entaille, présageant d'une fissure interfaciale plus étendue. En pratique, la fissure a atteint l'appui interne de ce côté. Un défaut présent à l'interface, de l'autre côté de l'éprouvette, bloque la propagation. L'effort exercé sur l'éprouvette augmente pour compenser cet obstacle à la propagation (point N°4). Puis, la propagation de la seconde fissure se poursuit (point N°5), atténuant l'effet d'asymétrie. De la même façon, une fois les deux fissures ayant atteint les appuis internes, la partie non fissurée de l'éprouvette est remise en charge : la force augmente de nouveau linéairement avec le déplacement (point N°6).

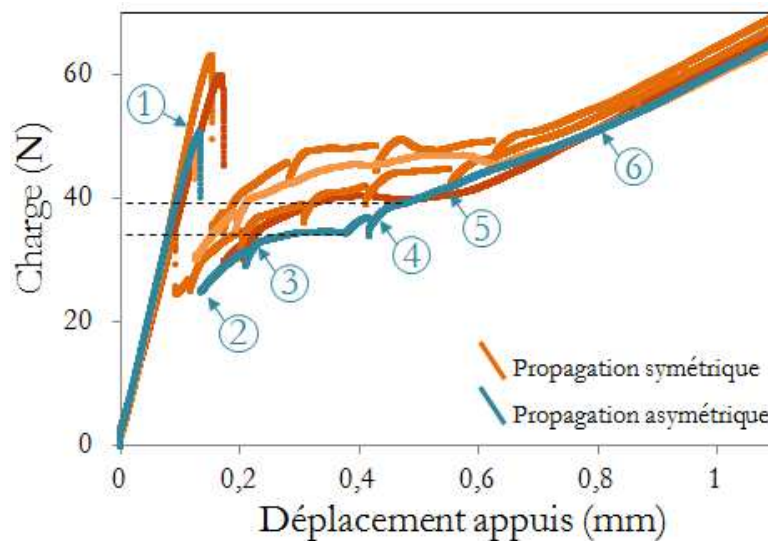


Figure A6- 1 : Comparaison des courbes de chargement des essais de flexion 4 points pour le cas d'une propagation symétrique et asymétrique



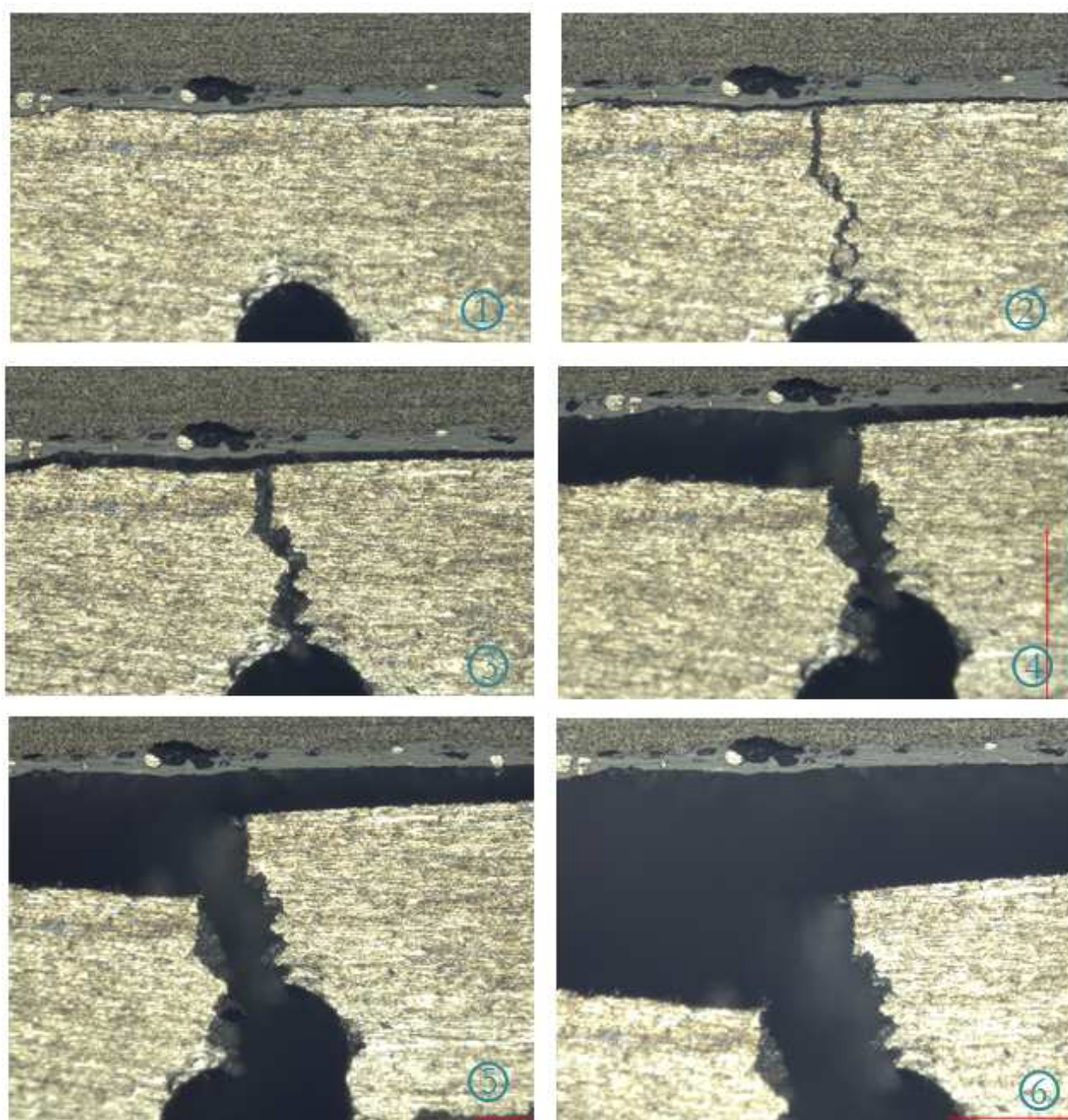


Figure A6- 2 : Scénario de propagation de la fissure au cours d'un essai de flexion 4 points





## LISTE DES FIGURES

Figure 0- 1 : Ecaillage de barrières thermiques sur une aube de turbine [THE07] .....	11
Figure 0- 2 : Schéma des empilements étudiés .....	11
Figure I- 1 : Principe de fonctionnement d'une troche plasma [BAR04].....	16
Figure I- 2 : Microstructure et défauts au sein de dépôts plasma [HER88] .....	17
Figure I- 3 : Ancrage mécanique d'une particule fondue.....	19
Figure I- 4 : Schématisation des paramètres de rugosité.....	21
Figure I- 5 : Différents modes de relaxation au sein d'une lamelle [KUR91].....	23
Figure I- 6 : Schématisation de l'apparition des contraintes thermiques en tension dans un bicouche.....	23
Figure I- 7 : Dispositif expérimental pour la mesure in-situ des contraintes par la méthode de la flèche.....	25
Figure I- 8 : Les modes de rupture.....	28
Figure I- 9 : Fissure à l'interface d'un bi-matériau .....	30
Figure I- 10 : Evolution de l'énergie d'adhérence en fonction de la mixité modale.....	32
Figure I- 11 : Essais de traction a) Traction par pion collé b) Traction par plots collés c) Essai « Pull-off».....	34
Figure I- 12 : Schéma du dispositif portable de traction par pion collé .....	35
Figure I- 13 : Essais par choc laser.....	36
Figure I- 14 : Essais de cisaillement a) à simple recouvrement b) à double recouvrement.....	37
Figure I- 15 : Essais de cisaillement a) standard b) corrigé .....	37
Figure I- 16 : Essai de compression bi-entaillé a) adapté à un système bi-matériau b) adapté à un système revêtement/substrat.....	38
Figure I- 17 : Essai de cisaillement par outil de coupe [NF EN 15340].....	39
Figure I- 18 : a) Essai Arcan b) Essai brésilien.....	40
Figure I- 19 : Essai de pelage a) à 90° b) à 180° .....	41
Figure I- 20 : Configurations adaptées de l'essai de pelage a) Pelage au rouleau b) Pelage avec renfort .....	41
Figure I- 21 : Essai de clivage a) Clivage en coin b) DCB .....	42
Figure I- 22 : Essai de clivage asymétrique.....	42
Figure I- 23 : Essai End Notched Flexure a) 3 points (ENF) b) 4 points (4-ENF).....	43
Figure I- 24 : Essai ELS .....	44
Figure I- 25 : Essai de cisaillement par traction .....	44
Figure I- 26 : Essai de gonflement-décollement .....	45
Figure I- 27 : Essai de flexion 4 points sur éprouvette entaillée a) adapté à un système bi-matériau b) adapté à un système revêtement/substrat.....	46
Figure I- 28 : Essai de flexion 4 points asymétrique.....	46
Figure I- 29 : Indentation a) normale b) interfaciale .....	47
Figure I- 30 : Essai MMB.....	48
Figure I- 31 : Récapitulatif des caractéristiques des essais d'amorçage (* peu référencé) .....	49
Figure I- 32 : Récapitulatif des caractéristiques des essais de propagation en mode I et II (* peu référencé) .....	50
Figure I- 33 : Récapitulatif des caractéristiques des essais de propagation en mode mixte I/II (* peu référencé) .....	50
Figure I- 34 : Description du modèle cohésif de Dugdale et loi cohésive associée .....	53
Figure I- 35 : Description de la composante normale et tangentielle de la loi de Xu et Needleman [XU*93].....	53
Figure I- 36 : Description du modèle cohésif bilinéaire.....	55
Figure I- 37 : Illustration du problème de saut de solution dans un modèle élastique cohésif [CHA01] .....	59
Figure II- 1 : Exemples de pièces réalisées au CEA Le Ripault [CEA12].....	64
Figure II- 2 : Micrographies d'empilements étudiés dans le cadre de thèses ou de post-doctorats.....	65
Figure II- 3 : Matériaux de l'empilement N°1 (céramique/céramique).....	66
Figure II- 4 : Matériaux de l'empilement N°2 (métal/polymère/céramique).....	67

Figure II- 5 : Machine d'essai INSTRON 5866 équipé d'un montage de flexion 4 points Discaptelec® (à gauche) et centrale d'acquisition Vishay 5000 pour mesure de déformation (à droite).....	68
Figure II- 6 : Comportement mécanique du substrat des empilements N°1 et N°2, sollicités en flexion 4 points.....	69
Figure II- 7 : Micrographie optique d'un dépôt autoporté en polymère chargé d'épaisseur 500 µm.....	71
Figure II- 8 : Comportement mécanique en traction du polysulfone chargé de 80 µm d'épaisseur et dispositif CEA.....	72
Figure II- 9 : Cabine de projection thermique (à gauche) et torche plasma (à droite) du CEA Le Ripault [CEA12].....	73
Figure II-10 : Micrographies optiques des deux revêtements bruts de projection.....	74
Figure II-11 : Plaques autoportées d'épaisseur 2,5 mm en aluminium plasma et éprouvette de traction « haltère ».....	74
Figure II-12 : Micrographie optique du dépôt céramique projeté plasma.....	75
Figure II-13 : Micrographie MO et fractographie MEB d'un dépôt d'aluminium projeté plasma [HUC14].....	75
Figure II-14 : Eprouvette de l'empilement n°2 déformée sous l'effet des contraintes résiduelles d'élaboration... ..	76
Figure II-15 : Exemple de profil mesuré après projection plasma du dépôt métallique.....	77
Figure II-16 : Essai de flexion 4 points sur dépôt céramique autoporté (à gauche) et sur bicouche (à droite).....	78
Figure II-17 : Comportement mécanique du dépôt céramique autoporté, sollicité en flexion 4 points.....	78
Figure II-18 : Comparaison des amplitudes de déformation vues par les faces tendue et comprimée.....	79
Figure II-19 : Courbes force-déformation relevées sur les faces tendue et comprimée des bicouches (à gauche) et faciès de rupture (à droite).....	80
Figure II-20 : Essais de flexion (à gauche) et de traction/compression (à droite) sur dépôt métallique autoporté.....	80
Figure II-21 : Comparaison du comportement mécanique du dépôt métallique en traction et en flexion.....	81
Figure II-22 : Comparaison des déformations vues par les faces tendue et comprimée sur éprouvette de flexion.....	82
Figure II-23 : Courbes contrainte-déformation relevées au cours d'un essai de traction incrémentale.....	82
Figure II-24 : Evolution de la déformation résiduelle (à gauche) et du module d'élasticité à la décharge (à droite) au cours des cycles subis par l'éprouvette de traction.....	83
Figure II-25 : Courbes force-déformation relevées sur les faces tendue et comprimée des tricouches (à gauche) et faciès de rupture associés (à droite).....	83
Figure II-26 : Comportement mécanique des constituants de l'empilement N°1 (à gauche) et de l'empilement N°2 (à droite).....	84
Figure III- 1 : Démarche d'optimisation des paramètres du modèle cohésif.....	88
Figure III- 2 : Essais employés et stratégie pour l'identification des paramètres de la loi cohésive de l'empilement N°2.....	89
Figure III- 3 : Essais et stratégie pour l'identification des paramètres de la loi cohésive de l'empilement N°1.....	90
Figure III- 4 : Dispositif d'essai de traction normalisé (à gauche) et courbe de chargement associée (à droite).....	92
Figure III- 5 : Photos des différentes configurations testées en traction.....	93
Figure III- 6 : Profil de contrainte normale à l'interface pour différentes configurations.....	93
Figure III- 7 : Configuration d'essai de traction sur l'empilement N°2.....	94
Figure III- 8 : Protocole de collage des éprouvettes.....	95
Figure III- 9 : Protocole de préparation des éprouvettes pour l'essai de cisaillement bi-entaillé.....	96
Figure III-10 : Dispositif d'essai de cisaillement bi-entaillé.....	96
Figure III-11 : Schéma d'une éprouvette multicouche pour l'essai de clivage en coin.....	98
Figure III-12 : Dispositif d'essai de clivage en coin (à gauche), microscope 3D numérique (au centre) et allure de la courbe de chargement associée (à droite).....	98
Figure III-13 : Mouchetis (à gauche), visualisation du champ de déplacement (au centre) et de l'erreur de corrélation (à droite) issus de la corrélation d'images sur une éprouvette de clivage.....	100
Figure III-14 : Dispositif de flexion 4 points sur éprouvette entaillée, sur empilement N°2 (à gauche) et allure idéale de la courbe de chargement associée (à droite).....	101
Figure III-15 : Différents scénarios de propagation de fissure.....	103

Figure III-16 : Dispositif 4-ENF (à gauche) et allure de la courbe de chargement associée (à droite) .....	104
Figure III-17 : Protocole de préparation d'une éprouvette pour essai 4-ENF.....	105
Figure III-18 : Dispositif de flexion 4 points avec entaille décalée.....	108
Figure III-19 : Dispositif de traction modifiée (à gauche) et allure de la courbe de chargement associée (à droite) .....	109
Figure III-20 : Dispositif d'essai plot collé sur substrat incurvé.....	110
Figure III-21 : Loi traction-séparation bilinéaire.....	111
Figure III-22 : Schématisation de l'insertion d'une zone cohésive dans un modèle.....	112
Figure III-23 : Conditions aux limites imposées a) Traction b) Cisaillement c) Clivage en coin d) Flexion 4 points e) 4-ENF avec montage articulé f) 4-ENF avec montage guidé g) Traction « plot collé » .....	114
Figure III-24 : Demi-rouleaux rigides modélisant l'insertion du coin lors d'un essai de clivage.....	115
Figure III-25 : Entailles du modèle de flexion 4 points (à gauche) et du modèle de cisaillement (à droite) .....	115
Figure III-26 : Procédure d'identification de la variation de température $\Delta T$ .....	116
Figure III-27 : Forces de réaction du modèle 4-ENF .....	117
Figure III-28 : Répartition de la contrainte normale le long de l'épaisseur du modèle de traction .....	117
Figure III-29 : Répartition de la contrainte normale le long de l'épaisseur du modèle de cisaillement .....	118
Figure III-30 : Représentation de la « process zone ».....	118
Figure III-31 : Visualisation de la « process zone » au cours d'un essai 4-ENF .....	119
Figure III-32 : Déplacements relatifs entre les lèvres de la fissure.....	121
Figure III-33 : Influence du paramètre de viscosité sur la courbe force-déplacement du modèle de cisaillement .....	123
Figure III-34 : Influence du paramètre de viscosité sur la courbe contrainte-ouverture de la zone cohésive du modèle de cisaillement.....	123
Figure III-35 : Influence du paramètre de viscosité sur l'apport d'énergie visqueuse. Traits pointillés (paramètre ALLWK), traits continu (paramètre ALLCD).....	124
Figure III-36 : Profil de contrainte normale le long d'un rayon selon la taille de maille .....	125
Figure III-37 : Courbe contrainte-ouverture dans la zone cohésive selon la taille de maille .....	125
Figure III-38 : Influence de la taille de maille sur la force à rupture .....	126
Figure IV- 1 : Courbes de chargement de l'essai de traction et faciès de rupture.....	130
Figure IV- 2 : Courbes de chargement des essais de flexion 4 points avec entaille centrée .....	131
Figure IV- 3 : Fissuration asymétrique au cours d'un essai de flexion 4 points .....	131
Figure IV- 4 : Scénario de fissuration au cours d'un essai de flexion 4 points, cas de propagation symétrique ...	132
Figure IV- 5 : Maillage et champ de contraintes normales dans l'éprouvette de traction $\Phi$ 30 mm/ $\Phi$ 70 mm ..	134
Figure IV- 6 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction $\Phi$ 30 mm/ $\Phi$ 70 mm .....	135
Figure IV- 7 : Profil de contrainte normale à l'interface pour l'essai de traction $\Phi$ 30 mm/ $\Phi$ 70 mm.....	136
Figure IV- 8 : Scénario de rupture au cours d'un essai de traction $\Phi$ 30 mm/ $\Phi$ 70 mm .....	137
Figure IV- 9: Contrainte longitudinale (S11) et de cisaillement (S12) dans le revêtement pendant la rupture.....	137
Figure IV- 10 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC.....	138
Figure IV- 11 : Courbes de chargement des essais de cisaillement et faciès de rupture obtenu.....	139
Figure IV- 12 : Ebrèchements sur les bords d'une éprouvette de cisaillement .....	139
Figure IV- 13 : Courbes de chargement des essais de cisaillement, avec faciès de rupture correspondants, pour les différents scénarios de rupture observés.....	141
Figure IV- 14 : Maillage et champ de contraintes de cisaillement dans l'éprouvette de cisaillement.....	142
Figure IV- 15 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de cisaillement.....	143
Figure IV- 16 : Profil de contrainte de cisaillement à l'interface pour l'essai de cisaillement.....	143
Figure IV- 17 : Scénario de rupture au cours d'un essai de cisaillement .....	144
Figure IV- 18 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC.....	145
Figure IV- 19 : Modélisation d'éprouvettes avec défauts de préparation : entaille courte (à gauche) et entaille longue (à droite).....	146

Figure IV- 20 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de cisaillement avec et sans défaut de préparation.....	147
Figure IV- 21 : Champ de contrainte de cisaillement (S12) et variable d'endommagement (SDEG) à proximité d'une entaille longue .....	148
Figure IV- 22 : Scénario de rupture au cours d'un essai de cisaillement avec défaut (entaille courte).....	149
Figure IV- 23 : Scénario de rupture au cours d'un essai de cisaillement avec défaut (entaille longue).....	149
Figure IV- 24 : Maillage et champ de contraintes longitudinales dans l'éprouvette de flexion avec entaille centrée .....	151
Figure IV- 25 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée et propagation symétrique.....	152
Figure IV- 26 : Scénario de rupture au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée.....	153
Figure IV- 27 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC.....	154
Figure IV- 28 : Evolution de la mixité modale $\Psi^*$ en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée.....	155
Figure IV- 29 : Configurations hypothétiques .....	156
Figure IV- 30 : Courbes de chargement numériques d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée, pour une propagation symétrique (cas idéal) et différentes configurations .....	156
Figure IV- 31 : Courbes de chargement des essais de flexion 4 points avec entaille décalée.....	158
Figure IV- 32 : Fissuration lors d'un essai de flexion 4 points avec entaille décalée .....	159
Figure IV- 33 : Maillage et champ de contraintes longitudinales dans l'éprouvette de flexion avec entaille décalée .....	159
Figure IV- 34 : Courbes de chargement expérimentales et numériques des essais de flexion 4 points avec entaille centrée et entaille décalée .....	160
Figure IV- 35 : Evolution de la mixité modale $\Psi^*$ en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée et entaille décalée.....	160
Figure IV- 36 : Courbes de chargement de l'essai de traction-pelage et faciès de rupture associés.....	161
Figure IV- 37 : Maillage et champ de contraintes normales dans l'éprouvette de traction-pelage.....	162
Figure IV- 38 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction-pelage.....	163
Figure IV- 39 : Profil de contrainte normale à l'interface pour l'essai de traction $\Phi$ 30 mm/ $\Phi$ 70 mm et de traction-pelage.....	163
Figure IV- 40 : Contrainte longitudinale (S11) et de cisaillement (S12) dans le revêtement pendant la rupture ..	164
Figure IV- 41 : Scénario de rupture au cours d'un essai de traction-pelage.....	165
Figure IV- 42 : Déformations longitudinales (E11) dans le revêtement et variable SDEG à l'interface associée, au cours de la phase de pelage.....	166
Figure IV- 43 : Evolution de la mixité modale $\Psi^*$ en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de traction-pelage.....	166
Figure IV- 44 : Champ de contrainte longitudinal dans une plaque revêtue de l'empilement N°1 .....	167
Figure IV-45 : Courbes de chargement numériques, avec et sans contraintes résiduelles initiales, pour les essais de traction avec haltères de diamètre $\Phi = 30$ mm et $\Phi = 70$ mm.....	168
Figure V- 1 : Courbes de chargement des essais de clivage en coin.....	172
Figure V- 2 : Photos au microscope de l'avancée du coin dans la pré-entaille.....	173
Figure V- 3 : Champ de déplacement du substrat (à gauche) et erreur de corrélation commise (à droite) .....	173
Figure V- 4 : Courbes de chargement des essais de traction et faciès de rupture obtenu.....	174
Figure V- 5 : Eprouvette expérimentale, maillage et champ de contraintes normales dans l'éprouvette de clivage .....	176
Figure V- 6 : Effet de l'énergie d'adhérence $G_{I,c}$ sur la longueur de fissure interfaciale $a$ .....	176
Figure V- 7 : Scénario de rupture au cours d'un essai de clivage en coin.....	177
Figure V- 8 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC .....	178
Figure V- 9 : Evolution de la mixité modale $\Psi^*$ en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de clivage en coin.....	179

Figure V- 10 : Maillage et champ de contraintes normales dans l'éprouvette de traction .....	180
Figure V- 11 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction .....	180
Figure V- 12 : Profil de contrainte normale à l'interface pour l'essai de traction.....	181
Figure V- 13 : Scénario de rupture au cours d'un essai de traction.....	182
Figure V- 14 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC .....	183
Figure V- 15 : Courbes de chargement monotone et cyclées des essais 4-ENF.....	184
Figure V- 16 : Localisation de la fissure interfaciale par microscopie numérique.....	185
Figure V- 17 : Evolution de la complaisance de l'éprouvette 4-ENF en fonction de la longueur de fissure interfaciale.....	185
Figure V- 18 : Courbes de chargement monotone des essais 4-ENF avec montage guidé et montage articulé..	186
Figure V- 19 : Courbes de chargement des essais de cisaillement et faciès de rupture obtenu .....	187
Figure V- 20 : Maillage et champ de contraintes longitudinales dans l'éprouvette 4-ENF .....	189
Figure V- 21 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai 4-ENF .....	190
Figure V- 22 : Scénario de rupture au cours d'un essai 4-ENF .....	191
Figure V- 23 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC .....	192
Figure V- 24 : Modélisation de l'essai 4-ENF avec les deux types de montage .....	193
Figure V- 25 : Influence du montage 4-ENF sur la courbe de chargement .....	193
Figure V- 26 : Maillage et champ de contraintes de cisaillement dans l'éprouvette de cisaillement.....	194
Figure V- 27 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de cisaillement .....	194
Figure V- 28 : Profil de contrainte de cisaillement à l'interface pour l'essai de cisaillement .....	195
Figure V- 29 : Scénario de rupture au cours d'un essai de cisaillement.....	196
Figure V- 30 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC .....	197
Figure V- 31 : Courbes de chargement des essais de flexion 4 points avec entaille centrée.....	198
Figure V- 32 : Scénario de propagation de la fissure au cours d'un essai de flexion 4 points.....	199
Figure V- 33 : Maillage et champ de contraintes de longitudinales dans l'éprouvette de flexion 4 points .....	201
Figure V- 34 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée .....	202
Figure V- 35 : Scénario de rupture au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée .....	203
Figure V- 36 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC .....	204
Figure V- 37 : Maillage et champ de contraintes de longitudinales dans l'éprouvette de flexion 4 points avec entaille décalée .....	204
Figure V- 38 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de flexion 4 points avec entaille décalée .....	205
Figure V- 39 : Scénario de rupture au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille décalée .....	206
Figure V- 40 : Evolution de la mixité modale $\Psi^*$ en fonction de la longueur de fissure au cours d'un essai de flexion 4 points avec entaille centrée et décalée .....	207
Figure V- 41 : Courbes de chargement des essais de traction sur pièce incurvée et faciès de rupture obtenu .....	208
Figure V- 42 : Maillage et champ de contraintes de normales dans l'éprouvette de traction plot collé.....	209
Figure V- 43 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction plot collé.....	209
Figure V- 44 : Comparaison des profils de contrainte normale à l'interface pour l'essai de traction double haltère et l'essai de traction plot collé.....	210
Figure V- 45 : Scénario de rupture au cours d'un essai de traction plot collé .....	211
Figure V- 46 : Contrainte normale (S22) et de cisaillement (S12) dans le revêtement pendant la rupture .....	212
Figure V- 47 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC .....	212
Figure V- 48 : Courbes de chargement en fonction de la distance de maintien $d$ .....	213
Figure V- 49 : Influence de la distance de maintien $d$ sur la force à rupture .....	214
Figure V- 50 : Maillage et champ de contraintes de normales dans l'éprouvette de traction plot collé sur substrat incurvé.....	214
Figure V- 51 : Courbes de chargement expérimentales et numériques d'un essai de traction plot collé sur substrat plan et incurvé .....	215

Figure V- 52 : Courbes contrainte-ouverture dans deux éléments de la ZC.....	216
Figure V- 53 : Comparaison de la géométrie du modèle 2D axisymétrique et du modèle 3D .....	216
Figure V- 54 : Energies d'adhérence expérimentales et lois phénoménologiques – en haut : loi phénoménologique de l'Equation V- 1 – en bas : loi phénoménologique de l'Equation V- 2.....	217
Figure V- 55 : Champs de contrainte longitudinale (S11) et de cisaillement (S12) dans une pastille de diamètre $\Phi$ 25 mm soumise à un champ de température $\Delta T$ dans son revêtement .....	218
Figure V- 56 : Evolution des contraintes longitudinales et de la longueur d'interface endommagée dans une pastille de diamètre $\Phi$ 25 mm soumise à un champ de température $\Delta T$ dans son revêtement .....	219
Figure V- 57 : Evolution de la variable d'endommagement SDEG à l'interface d'une pastille de diamètre $\Phi$ 25 mm soumise à un champ de température $\Delta T$ dans son revêtement.....	220
Figure V- 58 : Conditions aux limites (en haut) et champ de déplacement vertical (en bas) dans une plaque revêtue de l'empilement N°2.....	221
Figure V- 59 : Profil initial de contrainte longitudinale dans l'épaisseur d'une plaque revêtue de l'empilement N°2 .....	221
Figure V- 60 : Courbes de chargement numériques, avec et sans contraintes résiduelles initiales, pour l'essai de traction dans les différentes configurations .....	223
Figure V- 61 : Comparaison du scénario de rupture au cours d'un essai de traction $\Phi$ 20 mm/ $\Phi$ 20 mm sans (à gauche) et avec contraintes résiduelles (à droite).....	224
Figure A1- 1 : Schématisation d'un essai de flexion 4 points.....	246
Figure A2- 1 : Dispositif expérimental de traction avec système DANTEC (à gauche) et éprouvette avec mouchetis (à droite) .....	247
Figure A2- 2 : Dispositif expérimental de traction Tinius Olsen MIOKS du laboratoire du SIMaP .....	248
Figure A2- 3 : Photo de la rupture (à gauche) et champ de déformation longitudinale associé (à droite) obtenu par corrélation d'images avec système DANTEC .....	248
Figure A2- 4 : Photos décrivant le scénario de rupture d'une éprouvette au cours d'un essai de traction.....	248
Figure A2- 5 : Photo du scénario de rupture (à gauche) et champ de déformation longitudinale associé (à droite) obtenu par le système de corrélation d'images du SIMaP .....	249
Figure A2- 6 : Comportement mécanique en traction du polysulfone chargé, pour deux épaisseurs étudiées.....	250
Figure A2- 7 : Micrographies MEB des faciès de rupture des éprouvettes de polysulfone chargé de 80 $\mu\text{m}$ d'épaisseur (à gauche) et de 200 $\mu\text{m}$ d'épaisseur (à droite).....	250
Figure A2- 8 : Déformations transversales en fonction des déformations longitudinales du polysulfone chargé, pour deux épaisseurs étudiées .....	251
Figure A3- 1 : Schéma des poutres équivalentes .....	252
Figure A4- 1 : Déformations expérimentales vues par les jauges sur le revêtement, au cours de l'essai de traction-pelage de l'Éprouvette a) (en haut) et de l'Éprouvette b) (en bas).....	253
Figure A4- 2 : Déformations expérimentales et numériques en surface du revêtement, au cours de l'essai de traction-pelage sur l'éprouvette 1 (à gauche) et sur l'éprouvette 2 (à droite).....	255
Figure A5- 1 : Conditions aux limites numériques des deux configurations .....	256
Figure A5- 2 : Courbes contrainte-ouverture dans un élément de la ZC, pour les deux configurations .....	257
Figure A5- 3 : : Comparaison des champs de contraintes normales (S22) et des profils à l'interface.....	257
Figure A6- 1 : Comparaison des courbes de chargement des essais de flexion 4 points pour le cas d'une propagation symétrique et asymétrique .....	258
Figure A6- 2 : Scénario de propagation de la fissure au cours d'un essai de flexion 4 points .....	259

---

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau II- 1 : Paramètres de rugosité du substrat céramique de l'empilement N°1.....	70
Tableau II- 2 : Paramètres de rugosité du substrat graphite de l'empilement N°2.....	70
Tableau II- 3 : Bilan des contraintes résiduelles dans les deux revêtements projetés plasma .....	77
Tableau II- 4 : Bilan des propriétés des différentes couches des deux empilements (* approximations élastiques) .....	85
Tableau III- 1 : Type d'éléments utilisés selon la configuration d'essai.....	113
Tableau III- 2 : Longueur de « process zone » pour les deux empilements.....	119
Tableau III- 3 : Valeur de l'angle $\arctan(2e)$ selon l'empilement étudié.....	121
Tableau III- 4 : Valeur des raideurs initiales selon l'empilement étudié .....	122
Tableau III- 5 : Taille de maille de la zone cohésive selon l'essai modélisé .....	126
Tableau III- 6 : Temps de calcul selon la taille de maille pour l'essai de traction .....	126
Tableau IV- 1 : Paliers de propagation et énergie d'adhérence associée dans un cas symétrique.....	132
Tableau IV- 2 : Paramètres d'entrée de la loi cohésive en mode I issus des résultats expérimentaux .....	133
Tableau IV- 3 : Paramètres d'entrée de la loi cohésive en mode II issus des résultats expérimentaux.....	141
Tableau IV- 4 : Force à rupture expérimentale et numérique dans différents cas de préparation.....	147
Tableau IV- 5 : Paramètres initiaux et optimisés de la loi cohésive de l'empilement N°1 .....	150
Tableau V- 1 : Résultats de l'essai de clivage en coin.....	174
Tableau V- 2 : Paramètres d'entrée de la loi cohésive en mode I issus des résultats expérimentaux.....	175
Tableau V- 3 : Paramètres optimisés de la loi cohésive en mode I de l'empilement N°2.....	183
Tableau V- 4 : Résultats expérimentaux des essais 4-ENF .....	186
Tableau V- 5 : Résultats expérimentaux des essais de cisaillement par lots testés .....	188
Tableau V- 6 : Paramètres d'entrée de la loi cohésive en mode II issus des résultats expérimentaux .....	188
Tableau V- 7 : Paramètres optimisés de la loi cohésive en mode II de l'empilement N°2 .....	197
Tableau V- 8 : Résultats expérimentaux des essais de flexion 4 points avec entaille centrée .....	200
Tableau V- 9 : Paramètres optimisés de la loi cohésive de l'empilement N°2 .....	200
Tableau A2- 1 : Bilan des résultats des essais de traction sur polysulfone chargé .....	251
Tableau C- 1 : Paramètres expérimentaux et identifiés numériquement relatifs aux deux interfaces étudiées.....	229



## RESUME

---

La rupture adhésive est un mécanisme de défaillance fréquemment observé sur les structures multicouches et les pièces revêtues dans les technologies actuelles telles que la microélectronique, le biomédical ou l'aérospatial. Selon l'application visée et les sollicitations en service rencontrées, des propriétés d'adhérence minimales sont attendues.

Le CEA Le Ripault étudie la tenue mécanique de systèmes revêtement/substrat. Deux assemblages constitués d'un revêtement projeté plasma, l'un céramique et l'autre métallique, sur un substrat fragile en céramique sont étudiés. Ces revêtements disposent d'une microstructure et de propriétés mécaniques bien spécifiques liées au procédé d'élaboration.

L'un des objectifs de cette thèse est de caractériser et quantifier l'adhérence des revêtements projetés plasma aux moyens d'essais mécaniques. Classiquement, les essais d'adhérence sont largement développés pour l'étude de l'adhérence de revêtements céramiques sur substrats ductiles, pour des applications de type barrières thermiques. Or la grande fragilité des substrats et des revêtements représente des difficultés supplémentaires à la mise en œuvre des essais d'adhérence. Afin de prévenir la rupture cohésive du substrat, les essais nécessitent un effort d'adaptation tenant compte des contraintes dimensionnelles et matérielles imposées par l'assemblage. Par ailleurs, afin de caractériser intégralement l'adhérence, différents modes de sollicitation sont balayés à travers différents essais d'adhérence : traction, cisaillement bi-entaillé, clivage en coin, flexion 4 points sur éprouvette entaillée, four-point bend End Notched Flexure test (4-ENF),...

Le second objectif est de prédire l'amorçage et la propagation de fissures à l'interface afin de garantir la tenue mécanique des assemblages. Pour cela, une stratégie d'identification d'une loi d'interface, décrivant son comportement à la rupture, est proposée. Les Modèles de Zones Cohésives (MZC) sont adoptés pour modéliser le délaminage, sous le code éléments finis ABAQUS, à l'aide d'une loi traction-séparation bilinéaire. La comparaison entre les réponses macroscopiques numérique et expérimentale de chacun des essais d'adhérence effectué permet de calibrer chaque paramètre de la loi cohésive. Ainsi, la démarche expérimentale et numérique couplée permet d'obtenir des scénarios de rupture conformes aux observations expérimentales et d'évaluer l'intégrité de la structure soumise à une sollicitation thermique ou mécanique donnée.

Mots-clés : adhérence, revêtement projeté plasma, modèle de zones cohésives, identification, essais d'adhérence

## ABSTRACT

---

Interfacial cracking is a recurrent failure mechanism observed in multilayer structures and coating systems using in various fields as microelectronics, biomedical engineering or aerospace. According to the aimed application and operating loadings, a minimum adhesion of the interface is expected.

CEA Le Ripault studies the mechanical strength of coating/substrate systems. Two multilayer structures made of plasma sprayed coating layer, one ceramic and the other metallic, on a brittle ceramic substrate are studied. These plasma sprayed coatings have specific microstructure and mechanical properties linked to manufacturing process.

One of the purposes of this work is to characterize and quantify plasma sprayed coatings adhesion through mechanical tests. Adhesion tests are widely developed for study the adhesion of ceramic coatings on ductile substrates for thermal barrier coatings applications. However the high brittleness of substrates and coatings constitutes an additional difficulty to implement adhesion tests. In order to prevent cohesive failure in substrate, adhesion tests require an adaptation taking materials and dimensionals constraints into account. Furthermore, in order to fully characterize the adhesion, different loadings modes are scanned through various adhesion tests: tensile test, shear test, wedge test, four-point bending test, 4-ENF...

The second purpose is to predict crack initiation and propagation along the interface in order to guarantee multilayer mechanical strength. In that purpose, an interfacial law identification strategy is proposed to describe failure behavior. A Cohesive Zone Model (CZM) is adopted to model the delamination, using the finite element code ABAQUS, with a bilinear traction-separation law. The numerical and experimental macroscopic response comparison of each performed adhesion test allows to identify one cohesive law parameter. Thus, the coupled approach allows to model failure scenario in good agreement with experimental observations and assess the integrity of the assembled structure under a thermal or a mechanical loading.

Keywords: adhesion, plasma sprayed coating, cohesive zone model, identification, adhesion tests