



**HAL**  
open science

# Etude des effets des préparations de surface avant projection thermique : application barrière thermique

Robin Kromer

► **To cite this version:**

Robin Kromer. Etude des effets des préparations de surface avant projection thermique : application barrière thermique. Matériaux. Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2016. Français. NNT : 2016BELF0297 . tel-01872628

**HAL Id: tel-01872628**

**<https://theses.hal.science/tel-01872628>**

Submitted on 12 Sep 2018

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

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

# SPIM

## Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

# Étude des effets des préparations de surface avant projection thermique - Application barrière thermique

Effects on adhesion mechanisms of prior-surface treatments  
before thermal spraying: Thermal barrier coating

 ROBIN KROMER



# SPIM

## Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques  
UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

N° 2 | 9 | 7

THÈSE présentée par

**ROBIN KROMER**

pour obtenir le

Grade de Docteur de

l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Spécialité : **Matériaux et Simulations numériques**

### Étude des effets des préparations de surface avant projection thermique - Application barrière thermique

Effects on adhesion mechanisms of prior-surface treatments before thermal  
spraying: Thermal barrier coating

Unité de Recherche :  
IRTES-LERMPS

Soutenue publiquement le 5 Décembre 2016 devant le Jury composé de :

MR. DANIEL MONCEAU	Président	Directeur de Recherche CNRS, ENSIACET Toulouse
MR. ALAIN DENOIRJEAN	Rapporteur	Directeur de Recherche CNRS, Université de Limoges
MR. FERNANDO PEDRAZA-DIAZ	Rapporteur	Professeur des Universités, Université de la Rochelle
MR. LUC BIANCHI	Examineur	Docteur-Ingénieur, groupe Safran
MR. LAURENT BERTHE	Examineur	Directeur de Recherche CNRS, Arts et Métiers ParisTech
PROF. SOPHIE COSTIL	Directeur de thèse	Université de Technologie de Belfort-Montbéliard
DR. JOHNATHAN CORMIER	Co-directeur de thèse	École nationale supérieure de mécanique et d'aéronautique





# Table des matières

<b>Remerciement</b>	<b>vii</b>
<b>Liste des figures</b>	<b>xi</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>xvii</b>
<b>Liste des abréviations</b>	<b>xix</b>
<b>Liste des symboles</b>	<b>xxi</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I État de l'art - préparations de surface, adhésion et durée de vie des systèmes barrière thermique projetée</b>	<b>11</b>
I.1 Introduction . . . . .	11
I.2 Les barrières thermiques élaborées par projection thermique . . . . .	13
I.2.1 Les gaz plasmagènes . . . . .	13
I.2.2 Injection du matériau et traitement en vol des particules . . . . .	14
I.2.3 Les principes de croissance d'un dépôt par impacts de particules . . . . .	17
I.2.4 Les mécanismes d'impact et d'étalement des particules . . . . .	17
I.2.5 La solidification des lamelles . . . . .	19
I.2.6 Les influences de la chimie de surface . . . . .	23
I.2.6.1 Désorption des absorbats . . . . .	23
I.2.6.2 Oxydation . . . . .	23
I.2.7 Les influences de la température du substrat sur l'étalement . . . . .	24
I.2.8 La formation et la structure du dépôt . . . . .	25
I.3 L'adhésion des revêtements . . . . .	29
I.3.1 Les mécanismes d'adhésion . . . . .	29
I.3.1.1 Adhésion chimique . . . . .	29

I.3.1.2	Adhésion physique . . . . .	30
I.3.1.3	Adhésion mécanique . . . . .	30
I.3.2	Les traitements de surface avant projection thermique . . . . .	31
I.3.2.1	Les méthodes conventionnelles de préparation de surface . . . . .	32
I.3.2.2	Les technologies laser . . . . .	32
I.3.3	Les mécanismes d'endommagements interfaciaux . . . . .	37
I.3.4	L'évaluation de l'adhérence . . . . .	38
I.3.4.1	Les méthodes purement mécaniques . . . . .	40
I.3.4.2	Les méthodes non-mécaniques . . . . .	40
I.3.4.3	Les méthodes dynamiques . . . . .	41
I.4	Les mécanismes intrinsèques d'endommagements . . . . .	43
I.4.1	La couche céramique . . . . .	44
I.4.2	La sous-couche . . . . .	46
I.4.3	La couche d'oxydes interfaciale . . . . .	47
I.4.4	Le substrat . . . . .	48
I.4.5	Les mécanismes d'endommagements des systèmes barrière thermiques . . . . .	49
I.4.5.1	Les endommagements associés à la nature de l'environnement . . . . .	49
I.4.5.2	Les endommagements intrinsèques de la couche externe . . . . .	50
I.4.5.3	Les endommagements de la couche d'oxydes . . . . .	51
I.4.5.4	Les endommagements de la sous-couche . . . . .	55
I.4.5.5	Les endommagements du substrat . . . . .	58
I.5	Conclusion et positionnement . . . . .	62
<b>Chapitre II Moyens expérimentaux</b>		<b>65</b>
II.1	Introduction . . . . .	65
II.2	Les matériaux considérés . . . . .	65
II.2.1	Les substrats . . . . .	65
II.2.2	Les revêtements . . . . .	69
II.3	Les traitements de surface avant élaboration des revêtements . . . . .	70
II.3.1	Les Méthodes conventionnelles . . . . .	71
II.3.2	La texturation laser . . . . .	71
II.4	Elaboration de revêtements par projection plasma atmosphérique . . . . .	72
II.5	Les méthodes de caractérisation des échantillons . . . . .	74
II.5.1	Les analyses par microscopie . . . . .	74
II.5.2	Les analyses de profilométrie . . . . .	75

---

II.5.3	Les analyses d'images . . . . .	75
II.5.3.1	Mesure des surfaces de contact . . . . .	77
II.5.3.2	L'analyse de l'épaisseur de la couche d'oxydes . . . . .	79
II.6	L'évaluation de l'adhérence des revêtements . . . . .	80
II.7	Les essais thermiques et thermomécaniques . . . . .	83
II.7.1	L'oxydation isotherme et anisotherme . . . . .	83
II.7.2	Les conditions de fluage . . . . .	84
II.7.3	Les conditions de fatigue thermomécanique . . . . .	85
II.7.4	Les analyses chimiques . . . . .	86
II.8	Les propriétés mécaniques . . . . .	88
II.8.1	Les propriétés élastiques des revêtements . . . . .	88
II.8.2	Les propriétés élastiques et de duretés des substrats . . . . .	89
II.9	Conclusion . . . . .	90

**Chapitre III Optimisation des morphologies de surface et stratégies de constructions des revêtements** **91**

III.1	Introduction . . . . .	91
III.2	Analyses morphologiques, chimiques et microstructurales lors de traitements laser de courte durée d'impulsions . . . . .	92
III.2.1	Évaluation de la morphologie et critère de contact . . . . .	93
III.2.2	Évaluation des changements microstructuraux après traitements de surface . . . . .	101
III.3	Modélisation des mécanismes thermo-hydrauliques lors de l'interaction laser-matière pulsée . . . . .	107
III.3.1	Hypothèses . . . . .	107
III.3.2	Simulations de l'interaction laser-matière pulsée dans le cas d'une texturation laser des matériaux étudiés . . . . .	109
III.4	Liens entre la granulométrie de la poudre et la topographie de surface sur l'adhérence des revêtements . . . . .	116
III.4.1	Comportements des particules projetées à l'étalement . . . . .	116
III.4.2	Mécanismes d'étalement des particules projetées sur une surface rugueuse . . . . .	117
III.4.3	Mécanismes d'étalement des particules projetées sur une surface texturée . . . . .	121
III.5	Conclusion . . . . .	128

<b>Chapitre IV Evaluation de la tenue du revêtement</b>	<b>129</b>
IV.1 Introduction . . . . .	129
IV.2 Les modes de ruptures adhésives et cohésives . . . . .	129
IV.3 Etude des mécanismes d'adhésion . . . . .	136
IV.3.1 Mécanismes d'adhésion des revêtements sur des surfaces rugueuses .	136
IV.3.2 Mécanismes d'adhésion des revêtements pour des surfaces texturées	138
IV.3.2.1 Répartition spatiale des motifs . . . . .	138
IV.3.2.2 Adhérence du revêtement en fonction du remplissage des motifs . . . . .	141
IV.3.3 Mécanismes de rupture de l'interface sous contraintes de cisaillement	143
IV.3.4 Mécanismes d'adhésion des revêtements sous sollicitation dynamique laser . . . . .	144
IV.4 Durée de vie des revêtements barrière thermique en oxydation . . . . .	151
IV.4.1 Oxydation isotherme et anisotherme du système barrière thermique sans sous-couche . . . . .	155
IV.4.1.1 Modélisation des contraintes en refroidissement . . . . .	155
IV.4.1.2 Estimation de la durée de vie . . . . .	156
IV.4.1.3 Évaluation des cinétiques d'oxydation . . . . .	159
IV.4.1.4 Caractérisation des oxydes formés et de leurs endommagements . . . . .	160
IV.5 Endommagement des systèmes barrières thermiques en conditions viscoplastiques . . . . .	169
IV.5.1 Evaluation de la tenue des revêtements des systèmes barrières thermiques en fluage à haute température . . . . .	169
IV.5.1.1 Estimation de la durée de vie . . . . .	169
IV.5.1.2 Evaluation des modes d'endommagements . . . . .	171
IV.5.2 Evaluation de la tenue des revêtements des systèmes barrières thermiques en fatigue thermomécanique . . . . .	172
IV.5.2.1 Estimation de la durée de vie . . . . .	172
IV.5.2.2 Evaluation des modes d'endommagements . . . . .	175
IV.6 Conclusion . . . . .	178
<b>Chapitre V Conclusion générale et perspectives</b>	<b>181</b>
<b>Références</b>	<b>185</b>

---

<b>Annexes</b>	<b>205</b>
1 Annexe 1 : Méthode vibratoire . . . . .	206
2 Annexe 2 : Modélisation thermo-hydraulique de l'interaction laser-matière	207
2.1 Répartition de l'énergie . . . . .	207
2.2 Modélisation 2D axisymétrique . . . . .	209
3 Annexe 3 : Modélisation de l'impact de particule dans une cavité . . . . .	212
4 Annexe 4 : Modélisation thermomécanique d'un cyclage thermique . . . . .	212
5 Annexe 5 : Propriétés matériaux . . . . .	213
<b>Liste des publications</b>	<b>217</b>
1 Journaux à comité de lecture (6) . . . . .	217
2 Conférences internationales à comité de lecture (12) . . . . .	217
3 Poster (2) . . . . .	219



---

# Remerciement

Ces travaux ont fait l'objet d'une collaboration entre deux laboratoires : le laboratoire IRTES-LERMPS de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM) et l'institut Pprime de l'École Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique (ENSMA).

Tout d'abord, je voudrais remercier Mr. Alain DENOIRJEAN de la faculté des sciences de Limoges et Mr. Fernando PEDRAZA DIAZ de l'université de la Rochelle, qui ont accepté de rapporter mes travaux de recherche. Je voudrais également remercier Mr. Luc BIANCHI du groupe Safran, Mr. Daniel MONCEAU de l'école nationale supérieure des ingénieurs en arts chimiques et technologiques de Toulouse, Mr. Laurent BERTHE des Arts et Métiers ParisTech qui m'ont fait l'honneur d'évaluer ma thèse.

J'exprime ma sincère gratitude à ma directrice de thèse Mme. Sophie COSTIL de l'UTBM. J'ai pu m'épanouir durant cette thèse grâce à ses nombreux conseils et orientations scientifiques. Elle m'a permis de découvrir d'autres personnes, d'autres domaines et d'autres pays à l'occasion de nombreuses collaborations de recherche. Elle m'a pris sous son aile pour toujours aller plus loin et nos nombreuses discussions scientifiques ont permis de trouver de nouvelles solutions et d'innover dans le domaine de la projection thermique. Je souhaite conserver notre dynamique sans faille dans le futur autour des lasers.

Je voudrais tout particulièrement exprimer ma gratitude à mon encadrant Dr. Jonathan CORMIER de l'ENSMA pour ses précieux conseils scientifiques tout au long de ma thèse, sa patience et nos nombreuses discussions. Il a toujours été là et m'a aiguillé tout en me laissant également beaucoup d'autonomie dans mes choix comme dans mes actions. Son aide m'a été très précieuse et nous avons créé des liens scientifiques et amicaux que j'espère conserver encore longtemps.

Je tiens à remercier l'Agence Nationale de la Recherche pour son soutien financier pour l'accomplissement de ces trois années de doctorat dans le projet ARCOLE (ANR-12-BS09-0009). Dans ce projet de collaboration avec le laboratoire des Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux (PIMM) de l'école nationale supérieure des arts et métiers ParisTech, je voudrais remercier Mr. Patrice Peyre et Mr. Laurent Berthe pour m'avoir accueilli pour les essais d'adhérence par chocs laser dans la plateforme Héphaïstos et de m'avoir transmis leurs connaissances sur le sujet. Je remercie Mr. Michel Boustie pour

son cours particulier sur les chocs laser que je n'oublierai jamais. Je voudrais remercier particulièrement Mr. Damien Courapied pour son soutien, ses conseils et son aide précieuse lors des nombreux moments ensemble à la plateforme. On a formé une belle équipe.

Je remercie Safran Aircraft-Engines de Genevilliers pour la matière fournie pour ces travaux.

Mes plus chaleureux remerciements s'adressent aussi aux personnels des deux laboratoires plus précisément à Mme Florence HAMON pour son expertise en microscopie, Mr. Florent MAUGET pour l'aide lors des essais sur le banc MAATRE, Dr. Pascal GADAUD pour ses essais vibratoires de haute performance et Mr. Christian ADAM pour avoir été présent et pour m'avoir apporté des solutions grâce à son savoir-faire en projection thermique.

Je voudrais également remercier l'ensemble des personnes présentes dans mes laboratoire d'accueil pendant ces trois années pour leurs aides tant d'un point de vue technique que scientifique. Et particulièrement à Sébastien, Rémi, Jean Baptiste, Emilie, Caminde, Béatrice, Yoann, Pierre, Louis, Layla, Benjamin, Elodie (et j'en passe) pour nos discussions et entraides dans nos différents projets de thèses et de recherches qui ont pu mener à des collaborations riches et intéressantes. Vous m'avez toujours donné de la motivation et des objectifs (parfois impossibles) qui m'ont permis d'aller de l'avant. Nous avons eu un esprit d'équipe pour pouvoir soulever des montagnes.

Mes remerciements s'adressent à la fin à ma famille qui m'a toujours épaulé dans ce projet. Je remercie ma conjointe, Elise, pour son soutien à chaque instant, pour son indulgence lorsqu'il m'était difficile de tout concilier, et aussi pour son aide constante et sans faille. Cette équipe de rêve m'a permis de toucher les nuages.

*"Il faut donner du temps au temps"*  
de Miguel de Cervantès

---

# Liste des figures

1	Illustration d'une aube de turbine haute-pression . . . . .	3
2	Illustration du plan de thèse . . . . .	9
I.3	Constitution et principe du système barrière thermique . . . . .	12
I.4	Représentation des différentes zones de développement de l'arc électrique .	13
I.5	Principe de la projection plasma et parcours de la poudre . . . . .	15
I.6	Effets du débit de poudre sur les contraintes internes . . . . .	16
I.7	Paramètres influant sur la formation d'une lamelle . . . . .	16
I.8	Modes d'impact . . . . .	19
I.9	Représentation schématique de l'évolution de la solidification d'une particule	21
I.10	Développement de la microstructure d'une lamelle seule . . . . .	22
I.11	Temps de solidification d'une particule de nickel sur un substrat acier in- oxydable à 567K . . . . .	22
I.12	Formation d'une lamelle avec et sans formation de coussins gazeux . . . . .	24
I.13	Comportement de particules de Ni-Cr sur un substrat en acier avec deux épaisseurs d'oxydes différentes . . . . .	24
I.14	Température de transition . . . . .	25
I.15	Structure de dépôts . . . . .	26
I.16	Schéma contraintes thermiques . . . . .	27
I.17	Schéma de relaxation des contraintes . . . . .	28
I.18	Liaison chimique . . . . .	29
I.19	Liaison physique . . . . .	30
I.20	Liaison mécanique . . . . .	30
I.21	Accrochage mécanique . . . . .	31
I.22	Surface sablée . . . . .	32
I.23	Types d'interactions laser-matière . . . . .	33
I.24	Interaction laser-matière . . . . .	34
I.25	Schéma du modèle hydrodynamique de perçage par laser percussif . . . . .	36
I.26	Piégeage des rayons laser dans une géométrie conique . . . . .	36
I.27	Fissure interfaciale entre deux matériaux différents . . . . .	38
I.28	Variation du taux de restitution d'énergie critique G . . . . .	39
I.29	Contraintes à l'interface pour un effort normal . . . . .	39
I.30	Schéma d'explication pour l'identification de l'intensité seuil . . . . .	42
I.31	Système barrière thermique . . . . .	44
I.32	Structure APS et EBPVD . . . . .	46



I.33	Structure SPS et PS-PVD . . . . .	46
I.34	Transformation des phases d'alumine en fonction de la température . . . . .	48
I.35	Structure $\gamma$ - $\gamma'$ . . . . .	49
I.36	Différents mécanismes de détérioration des systèmes barrières thermiques . . . . .	50
I.37	Observation de dégradation extrinsèque (CMAS) de la céramique sur une aube de retour de vol . . . . .	51
I.38	Evolutions des contraintes durant la croissance de l'oxyde . . . . .	52
I.39	Accommodations possibles des contraintes de compression dans la couche d'oxyde . . . . .	53
I.40	Contraintes appliqués aux niveaux des interfaces lors de cyclages thermiques . . . . .	54
I.41	Schéma des différents scénarios de rupture . . . . .	54
I.42	Représentation des modes de dégradation céramique/couche d'oxyde . . . . .	55
I.43	Schéma de rupture d'un dépôt YSZ sur une sous-couche rugueuse et polie . . . . .	56
I.44	Zone d'interdiffusion entre un superalliage monogranulaire et le revêtement alumino-formeur et les fissures initiés aux joints de grains et interfaces de la zone de diffusion lors d'essai de fluage . . . . .	57
I.45	Illustration des mécanismes d'endommagement durant des sollicitations de fluage du système barrière thermique et une vue d'une rupture à l'interface sous-couche . . . . .	57
I.46	Fissures à travers la sous-couche . . . . .	58
I.47	Microstructure de l'AM1 . . . . .	59
I.48	Mise en radeaux en fluage de l'AM1 . . . . .	60
I.49	Principales dégradations des systèmes barrières thermiques . . . . .	63
II.50	Microstructure de l'AM1 . . . . .	69
II.51	Caractéristiques dimensionnelles des éprouvettes de fluages et fatigues thermomécaniques . . . . .	70
II.52	Poudres Ni5Al - YSZ . . . . .	71
II.53	Distribution spatiale gaussienne et évolution temporelle d'irradiance laser . . . . .	72
II.54	Laser utilisé et exemples de motifs . . . . .	73
II.55	Montage du procédé APS . . . . .	74
II.56	Rugosité pour différentes valeurs de Skewness et de Kurtosis . . . . .	76
II.57	Exemples traitement d'image pour la mesure de porosité et densité de fissure d'un dépôt APS . . . . .	76
II.58	Méthode d'analyse d'image pour le calcul de surface déployée . . . . .	77
II.59	Surface de contact dans le cas sablé a/ et dans le cas texturé b/ . . . . .	78
II.60	Variance des mesures du calcul de ratio . . . . .	78
II.61	Mesures couche d'oxyde . . . . .	79
II.62	Schéma du montage de traction . . . . .	81
II.63	Schéma du principe de l'essai de traction dans le plan . . . . .	81
II.64	Schéma du principe de l'indentation interfaciale . . . . .	82
II.65	Installation HEPHAISTOS . . . . .	83
II.66	Système ATG . . . . .	84
II.67	Banc de fluage avec four à lampes . . . . .	85
II.68	Banc MAATRE . . . . .	87

---

II.69 Spectroscopie Raman . . . . .	88
II.70 Principe de la nanoindentation . . . . .	90
III.71 Faciès d'un trou vu en coupe créé par texturation laser . . . . .	92
III.72 Définition du motif . . . . .	93
III.73 Diamètres et profondeurs des motifs pour l'Al2017 . . . . .	94
III.74 Diamètres et profondeurs des motifs pour l'AM1 . . . . .	94
III.75 Énergie par impulsion d'une distribution gaussienne . . . . .	95
III.76 Zone fondue AM1 . . . . .	96
III.77 Les épaisseurs des zones fondues mesurées de l'alliage d' . . . . .	96
III.78 Les épaisseurs des zones fondues mesurées de l'AM1 . . . . .	97
III.79 Schéma du modèle hydrodynamique de perçage par laser percussif et exemple de l'éjection de matière . . . . .	98
III.80 Évolution de la température de surface, vitesse de perçage, vitesse d'éjection, pression de recul et Reynolds associé pour différents flux d'irradiation laser	101
III.81 . . . . .	102
III.82 Rugosité de surface pour différentes intensités laser . . . . .	103
III.83 Filiation par micro-indentation de la dureté en dessous des motifs . . . . .	103
III.84 Profil de dureté . . . . .	104
III.85 Microstructure de l'AM1 après sablage . . . . .	104
III.86 Microstructure de l'AM1 après traitement laser . . . . .	105
III.87 Nanoindentation de l'AM1 . . . . .	106
III.88 Distribution de la température sur l'axe de la cible en fonction du temps .	110
III.89 Température en fonction du temps au centre de l'impact . . . . .	111
III.90 Épaisseurs des zones affectées thermiquement pour Al2017 et AM1 . . . . .	111
III.91 Vue en coupe de la zone traitée par laser . . . . .	112
III.92 Mise en évidence de la ZAT dans la zone liquide au début du refroidissement	113
III.93 Vitesses d'éjection matière fondue pour l'aluminium et l'AM1 à la fin d'une impulsion laser . . . . .	113
III.94 Vue de dessus Al2017 et AM1 . . . . .	114
III.95 particules de NiAl projetées sur substrats d'Al2017 . . . . .	117
III.96 Étalements particules YSZ . . . . .	118
III.97 Étalements particule . . . . .	118
III.98 Représentation schématique de la surface de contact globale . . . . .	119
III.99 Remplissage de surfaces rugueuses adaptées et non adaptées . . . . .	120
III.100 Analyses des défauts pour une surface . . . . .	121
III.101 Étalement particule fonction de la longueur d'onde . . . . .	122
III.102 Vue de particules en coupe après projection sur substrat texturés . . . . .	123
III.103 Modélisation de l'étalement de particule sur substrat texturé . . . . .	124
III.104 Étalement d'une particule dans une concavité . . . . .	125
III.105 Porosité du revêtement au sein des trous . . . . .	126
III.106 Porosité fonction du ratio de forme . . . . .	126
III.107 Porosité fonction de l'angle et du rapport de volume . . . . .	127
IV.108 Fissure à l'interface d'un bi-matériau . . . . .	131

IV.109	Energie d'adhérence en fonction de la mixité modale . . . . .	132
IV.110	Schémas de propagation de fissure . . . . .	133
IV.111	Energie de fissuration en fonction de l'angle du motif . . . . .	135
IV.112	Faciès de rupture pour des motifs avec des angles de 60 et 75° . . . . .	135
IV.113	Adhérence dépôt-substrat suivant la surface développé . . . . .	136
IV.114	Mesures d'adhérence du couple NiAl/Al2017 . . . . .	139
IV.115	Mesure d'adhérence du couple YSZ/304L . . . . .	140
IV.116	Adhérence du couple NiAl/Al2017 en fonction de R . . . . .	140
IV.117	Adhérence du couple YSZ/AM1 en fonction de R . . . . .	141
IV.118	Vue en coupe des faciès de rupture pour des motifs S60 et S80 . . . . .	141
IV.119	Adhérence des revêtements en fonction du ratio de zone de rupture cohésive (CZR) . . . . .	142
IV.120	Mesure d'adhérence suivant la granulométrie pour trois motifs . . . . .	142
IV.121	Mesure des longueurs de fissures de l'interface après traction dans le plan . . . . .	143
IV.122	Schéma d'explication pour l'identification de l'intensité seuil . . . . .	145
IV.123	Fissure interface LASAT . . . . .	146
IV.124	Contraintes de décohésion dynamique . . . . .	146
IV.125	Contraintes de décohésion dynamique . . . . .	147
IV.126	Fissure essai LASAT . . . . .	147
IV.127	Cartographe de la pression proche de l'interface correspondant à quatre temps de propagation différents à l'allée et au retour de l'onde pour un couple YSZ/304L . . . . .	149
IV.128	Analyse Taguchi . . . . .	150
IV.129	Oxydes développés en surface et dissolution des précipités $\gamma'$ . . . . .	152
IV.130	Schéma de croissance de l'oxyde . . . . .	152
IV.131	Vue en coupe sablée et texturée . . . . .	153
IV.132	Analyse EDS S80 et S60 . . . . .	154
IV.133	Analyse Raman . . . . .	155
IV.134	Contraintes en oxydation . . . . .	157
IV.135	Contrainte et délamination TBC . . . . .	158
IV.136	Durées de vie de systèmes barrières thermiques . . . . .	159
IV.137	Cinétique d'oxydation . . . . .	160
IV.138	Evolution de la couche d'oxydes au cours du temps pour les trois préparations de surface . . . . .	161
IV.139	Analyses EDS vue en coupe et en surface d'une surface polie . . . . .	162
IV.140	Analyses EDS d'une vue en coupe d'une surface sablée oxydée . . . . .	163
IV.141	Oxyde sur surface texturée . . . . .	164
IV.142	Oxyde sur surface texturée . . . . .	165
IV.143	Oxyde sur surface texturée au niveau du bourrelet . . . . .	166
IV.144	Oxydes sablé et texturé . . . . .	166
IV.145	Résumé oxydation . . . . .	168
IV.146	Résultats Fluage 120MPa . . . . .	170
IV.147	Résultats Fluage 140MPa . . . . .	170
IV.148	Effets de la recristallisation . . . . .	171
IV.149	Evolution de l'épaisseur de la couche d'oxydes en condition isotherme . . . . .	172

---

IV.150	Vue en coupe essais Fluage 120 MPa . . . . .	173
IV.151	Vue en coupe essais Fluage 140MPa . . . . .	174
IV.152	Evaluation de la déformation plastique au cours des cycles de fatigues thermomécaniques hors phases . . . . .	175
IV.153	Evolution de l'épaisseur de la couche d'oxydes en condition d'oxydation cyclée et sous sollicitation de fatigue thermomécanique . . . . .	176
IV.154	Endommagements TMF . . . . .	176
IV.155	Résumé oxydation . . . . .	178
IV.156	Contraintes et propagation de fissures . . . . .	180
1	Représentation du problème traité . . . . .	208
2	Schéma d'une cible cylindrique avec au centre l'impact laser . . . . .	210
3	Configuration de la simulation de l'impact de particules de NiAl . . . . .	212
4	Cycle thermique simulé . . . . .	213
5	Géométrie modèle . . . . .	214

---

# Liste des tableaux

I.1	Calcul analytique des grandeurs caractéristiques de l'interaction . . . . .	35
II.2	Composition chimique des alliages d'aluminium 2017 . . . . .	66
II.3	Propriétés physiques de l'alliage Al2017 . . . . .	66
II.4	Composition du superalliage AM1 . . . . .	67
II.5	Rôles des éléments d'addition de l'AM1 - Bornes inférieurs et supérieurs en composition pour assurer les propriétés données . . . . .	68
II.6	Paramètres de projection par plasma atmosphérique pour les dépôts NiAl et YSZ . . . . .	73
III.7	Flux d'énergie correspondant à des paramètres lasers spécifiques calculés par la relation chapitre II . . . . .	93
III.8	Paramètres de rugosité (précision $\pm 5\%$ ) . . . . .	119
III.9	Motifs réalisés pour l'étude de remplissage - équivalence de volume . . . . .	125
IV.10	Tableau Taguchi T9 employé pour les mesures d'adhérence via l'essai LASAT148	
IV.11	Composition chimique du superalliage en extrême surface (base nickel) - cas d'une surface polie, sablée et texturée . . . . .	153
IV.12	Composition chimique du superalliage sur les pointés Pt1, Pt2, Pt3 et Pt4 présentés en Figure IV.142 . . . . .	163
IV.13	Résultats des essais de Fluage à à 1100°C/120 MPa et 1100°C/140 MPa dans les cas sablés et texturés (S60 et S80) . . . . .	169
IV.14	Résultats des essais de fatigues thermomécaniques à 1100°C/120 MPa 1h et 500°C/700 MPa 30sec dans le cas sablé et texturé (S80) avec et sans prévieillissement . . . . .	174
1	Module de Young . . . . .	206
2	Propriété . . . . .	214
3	Propriétés des différentes éléments du système retenu . . . . .	215



---

# Liste des abréviations

ANR	Agence Nationale de la Recherche
APS	Projection plasma atmosphérique
ARCOLE	Etude de l'Adhérence des Revêtements par ChOcs-Laser de durées modulablEs
ATG	Analyse thermogravimétrique
CFC	Cubique Face Centrée
CMAS	Oxides de Calcium, Magnesium, Aluminium et Silicium
EB-PVD	Dépôt physique en phase vapeur par faisceau d'électrons
EDS	Spectroscopie à dispersion d'énergie
F	Poudres Fines ( $D_{50} = 55 \mu\text{m}$ )
G	Poudres Grosses ( $D_{50} = 82 \mu\text{m}$ )
LASAT	Test d'adhésion par chocs-laser
LST	Texturation laser
MAATRE	Mécanique et Aérothermique des Aubes de Turbines Refroidies
MEB	Microscopie électronique à balayage
MO	Microscopie optique
PS-PVD	Dépôt physique en phase vapeur par plasma
REACH	Règlement de l'union européenne adopté pour lieux protéger la santé humaine et l'environnement
SPS	Projection thermique par suspension
TGO	Couche d'oxydes
VISAR	Vélocimétrie à effet Doppler
XF	Poudres Extra-Fines ( $D_{50} = 28 \mu\text{m}$ )
YSZ	Zircone stabilisée à l'yttrine
ZAT	Zone affectée thermiquement



# Liste des symboles

$\alpha, \beta$	Coefficients de Dundurs
$\alpha_{th}$	coefficient de dilatation thermique
$Bi$	Nombre de Biot
$C_p$	Capacité thermique ( $J.g^{-1}.K^{-1}$ )
$\delta$	Déplacements en pointe de fissures ( $\mu m$ )
$\delta_a, \delta_{th}$	Profondeur d'absorption et affectée thermiquement
$D_{th}$	Diffusivité thermique ( $mm^2.s^{-1}$ )
$E$	Module de Young (GPa)
$\epsilon$	Coefficient de la dissymétrie élastique
$G_i, G_c$	Energie thermodynamique dissipée pour la fissuration interfaciale et cohésive
$\gamma$	Matrice AM1
$\gamma'$	Précipité AM1
$I_0$	Intensité laser ( $GW.cm^{-2}$ )
$k$	indice de réfraction
$k_b$	Constante de Boltzmann ( $1.38 \cdot 10^{23} m^2.kg.s^{-2}.K^{-1}$ )
$\kappa$	Conductivité thermique ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )
$k_p$	Constante critique parabolique de la croissance d'oxydes
$Ku$	Kurtosis
$K_i$	Facteur d'intensité de contraintes
$L_f$	Chaleur latente de fusion
$L_v$	Chaleur latente de vaporisation
$\lambda$	longueur d'onde
$Na$	Nombre d'Avogadro ( $6.02 \cdot 10^{23}$ )
$\mu$	Module de cisaillement
$\nu$	Coefficient de poisson

$PBR$	Pilling et Bedworth ratio
$\psi$	Angle de mixité modale
$R_c$	Résistance de contact
$Re$	nombre de Reynolds
$R$	Rayon du spot laser ( $\mu\text{m}$ )
$R_{sm}$	Ondulation de la rugosité ( $\mu\text{m}$ )
$R_a$	Hauteur arithmétique de la rugosité ( $\mu\text{m}$ )
$R_z$	Hauteur maximale moyenne des pics ( $\mu\text{m}$ )
$\rho$	Masse volumique ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ )
$Sk$	Facteur de rugosité Skewness
$\sigma_{ii}$	Contraintes en pointes de fissures
$T_k, P_k, \rho_k$	Variables de Knudsen
$\tau$	durée d'impulsion laser
$\Delta U$	Différence de vitesse en face arrière (LASAT)
$V_d, V_m, V_v$	Vitesse du front, du front de fusion et de vaporisation
$We$	nombre de Webber

# Introduction générale

Le progrès implique une évolution des composants mécaniques pour des performances et des durées de vie de plus en plus importantes. Pour répondre à de telles contraintes, le progrès passe par l'élaboration de nouveaux matériaux, de nouveaux traitements de surface performants et de designs optimaux aidés par la simulation numérique et de nouvelles méthodes de fabrication. Les sollicitations de surfaces d'une pièce sont stratégiques d'un point de vue économique. Depuis les frères Wright en 1903, les ingénieurs n'ont eu de cesse d'améliorer les moteurs en aviation. Aujourd'hui les notions d'environnement et de compétitivité poussent les motoristes à réduire la consommation, à diminuer les émissions de polluants ( $\text{NO}_x$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ) et à augmenter la durabilité des composants. Dans le domaine aéronautique, la température des gaz d'entrée de la turbine est un facteur déterminant dans cette course à la modernisation ( $50^\circ\text{C}$  d'augmentation améliore d'environ 10% la poussée spécifique). Mais élever la température des gaz de combustion dans cette optique entraîne une augmentation de la température des composants de la turbine, et plus particulièrement des aubes des étages de turbine haute pression, situées directement en sortie de chambre de combustion. Pour que la température de ces éléments métalliques reste à des niveaux acceptables, des efforts ont été faits pour les refroidir, d'une part avec des circuits internes, et d'autres part avec l'application de systèmes barrière thermique sur les surfaces en contact avec les gaz de combustion.

Ces systèmes barrière thermique consistent en une couche de céramique réfractaire et une couche intermédiaire liante. Une des techniques possible pour la formation du revêtement est le procédé de projection thermique. Par ce biais, il est possible de revêtir la surface de la pièce avec de multiples matériaux et d'allonger ainsi la durée de vie de l'ensemble tout en améliorant ses performances. Si les propriétés alors développées peuvent être variées, il n'en reste pas moins que la principale reste et restera toujours l'adhérence entre la pièce et le revêtement.

Afin d'optimiser les mécanismes d'accroche mis en jeu, plusieurs procédés de préparation de surface peuvent être réalisés en amont de l'étape de projection thermique. Conventionnellement, deux étapes successives sont mises en œuvre : un dégraissage puis un sablage. Le dégraissage, destiné à éliminer l'ensemble des polluants superficiels (graisses, huiles, etc.), nécessite généralement l'utilisation de solvants chimiques. L'étape de sablage, quant à elle, vise à créer une rugosité à la surface du substrat, par la projection d'un jet de particules abrasives, pour favoriser l'ancrage mécanique du dépôt. Bien que très largement utilisées, ces opérations présentent malgré tout un certain nombre d'inconvénients. Des



outils laser ont alors été développés et utilisés pour leurs performances et leurs stabilités. En fonction du temps d'interaction et de l'intensité, différents effets (thermique, chimique et mécanique) peuvent être envisagés sur la surface lors d'un traitement laser. La chimie et la topographie de la surface peuvent donc être optimisées par rapport aux contraintes intrinsèques appliquées aux interfaces.

Dans le cas des systèmes barrières thermiques, la couche liante est la zone principale d'endommagement. Plusieurs mécanismes d'endommagement peuvent opérer en service de par les chargements mécaniques appliqués et le vieillissement de ces couches. Par exemple, après propagation d'une fissure interfaciale due à des défauts créés par délamination, la perte de la protection thermique sur de larges surfaces est inévitable. L'objectif est donc d'enlever la couche liante et de la remplacer par un traitement de surface permettant d'avoir une topographie du substrat adaptée au dépôt et aux contraintes thermomécaniques vues en fonctionnement. Les modifications microstructurales induites par l'interaction laser-matière, le mécanisme de construction du dépôt sur une topographie contenant des cavités et des modes d'endommagement et de rupture sous sollicitations thermomécaniques pour un système barrière thermique sans sous-couche doivent donc être étudiés.

## **Enjeux industriels**

Les turbines à gaz sont largement utilisées pour la production d'électricité ou la propulsion d'avions et d'hélicoptères. La température des gaz à la sortie de la chambre de combustion peut atteindre 1600°C dans les turbines aéronautiques pour des applications militaires. Les pièces situées dans les parties chaudes des turbines sont donc soumises à d'importantes sollicitations mécaniques et environnementales telles que l'érosion, le fluage, la fatigue ou encore la corrosion et l'oxydation. Ce sont des superalliages à base de nickel qui sont majoritairement utilisés pour la fabrication des pièces les plus sollicitées en température d'une turbine. L'évolution de ces matériaux en terme de composition et de structure (polycristallin, puis alliages à solidification dirigée et enfin monocristallin) a permis l'augmentation de leur température d'utilisation. Un peu plus tard, l'apparition de systèmes de refroidissement a ouvert la possibilité de travailler à encore plus haute température.

Après cette étape, il est devenu difficile de produire des matériaux pouvant être utilisés à des températures encore supérieures. Le dépôt d'une barrière thermique à la surface de l'aube a alors été réalisé. Il permet, en association avec le système de refroidissement, de réduire la température de la pièce métallique. Un système barrière thermique est un système "multi-couches" composé d'un substrat métallique (l'aube), d'une sous-couche d'adhérence, d'une couche d'oxyde appelée TGO (Thermally Grown Oxide) et d'un dépôt barrière thermique (Figure 1). Les superalliages à base de nickel monogranulaire offrent de très bonnes propriétés mécaniques à haute température mais ces propriétés deviennent limitées avec l'augmentation continue des températures des gaz de combustion. De par sa très faible conductivité thermique mais aussi son coefficient de dilatation thermique

adapté et sa grande stabilité à très haute température, la zircone partiellement stabilisée à l'yttrine est le matériau composant les barrières thermiques actuellement en service. Sa présence au sommet du système permet une réduction de la température de l'aube de l'ordre de 100 à 150°C. Mais cette céramique est également un excellent conducteur ionique. L'oxygène diffuse donc rapidement à travers ce dépôt jusqu'à atteindre le matériau constitutif de l'aube qui pourrait alors s'oxyder. Ainsi, afin de stopper la diffusion des espèces endommageantes, une couche d'oxyde dense, adhérente, à croissance lente et protectrice doit donc être formée entre le dépôt barrière thermique et le superalliage. L'alumine ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) est l'oxyde qui remplit le mieux ces différents critères mais la composition des superalliages à base de nickel n'est pas optimisée pour permettre sa formation exclusive ainsi que sa bonne adhérence. Un revêtement métallique riche en aluminium doit alors être déposé à la surface du superalliage, avant l'élaboration de la barrière thermique. Il s'agit de la sous-couche d'adhérence. A haute température, sa réaction avec l'oxygène conduit à la croissance de la couche d'oxyde protectrice : la TGO. En formant cet oxyde, le revêtement alumino-formeur protège donc le système contre l'oxydation.

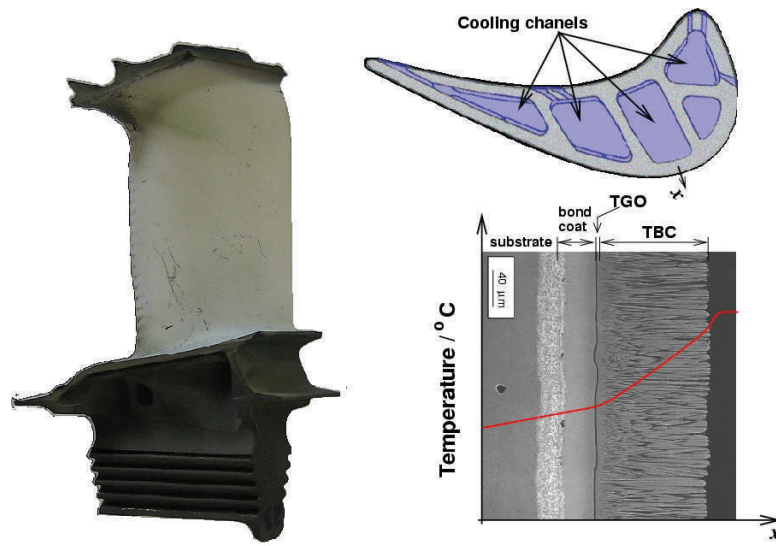


Figure 1: Illustration d'une aube de turbine haute-pression - réseaux internes de refroidissement et schéma du profil de température dans le système barrière thermique [1]

En service, un système barrière thermique est soumis à des sollicitations mécaniques et environnementales. Que ce soit par l'impact de particules étrangères, le dépôt de CMAS (Oxides de Calcium, Magnesium, Aluminium et Siliçium) ou l'endommagement thermomécanique du système, les sollicitations environnementales engendrent un dommage voire une perte de la barrière thermique, ce qui est néfaste pour la durée de vie du système. Un point clé de l'endommagement thermomécanique est la formation et la croissance de la couche d'oxyde entre la sous-couche et la barrière thermique. Des imperfections au niveau de la composition, la planéité ou l'épaisseur de la TGO favorisent en effet la création de fissures et par conséquent la dégradation de la barrière thermique. La sous-couche d'accroche est donc le lieu où se concentrent les endommagements (déformation de l'interface, transition fragile-ductile) dans la plupart des systèmes barrières

thermiques et l'objectif est de la supprimer et de trouver une technique permettant de garantir une accroche intéressante sur un substrat (bon en oxydation) sans couche de liaison. Dans cette étude, le procédé de texturation laser a été appliqué comme prétraitement de surface dans ce contexte industriel pour remplacer la sous-couche et accroître l'ancrage mécanique. Une interface, une couche et un procédé de fabrication en moins pourraient être gagnés si un tel système s'avérait performant.

## Contexte scientifique

L'adhérence des revêtements est primordiale et doit être maximale pour une durée de vie longue. Les outils laser ont vu le jour dans le domaine de la projection thermique et sont devenus un axe de recherche stratégique du laboratoire LERMPS pour développer des nouveaux revêtements encore plus performants. Par exemple, le procédé d'ablation laser vise à réduire les films de contamination présents en surface et à améliorer l'interaction chimique du dépôt. La texturation laser a été retenue dans le cadre de ce travail de thèse en vue d'une nouvelle méthode de préparation de surface prometteuse avant projection thermique. La réalisation de motifs micro- ou macro-géométriques, plus ou moins réguliers avec une répartition ordonnée permet d'adapter en effet la surface cible aux particules projetées et aux sollicitations futures vues par le revêtement au niveau de l'interface. C'est pourquoi la texturation laser est utilisée pour améliorer l'adhérence entre les matériaux par l'adaptation de la surface aux particules projetées et aux forces appliquées. L'interaction laser-matière par le laser modifie localement la microstructure dans une zone affectée thermiquement. Durant l'interaction, une partie du bain fondu est éjectée et une partie reste en superficie du trou et se resolidifie. Des modélisations numériques de ces interactions ont donc été développées dans ce travail pour permettre de comprendre les effets du laser sur la matière à une échelle de temps réduite et des niveaux d'énergie importants sur une zone microscopique. L'utilisation du laser permet une infinité de textures en fonction du temps d'interaction, de l'angle et de la stratégie adoptée.

Au cours de l'état de dépôt de la barrière thermique, les particules fondues projetées à grande vitesse vont s'étaler sur la surface cible impactée. L'écoulement des particules et le remplissage maximal de cette surface sont donc à optimiser. Pour un couple donné, l'adhérence des revêtements est liée à l'ancrage mécanique et à la zone de contact totale (liaisons physico-chimiques). En fonction des sollicitations, il est donc possible d'adapter l'interface pour optimiser la durée de vie en service. La propagation de fissures à l'interface étant liée au facteur d'intensité de contraintes en pointe de fissures et au mode de sollicitations, il est possible par calcul numérique d'optimiser la topographie de surface. La texturation laser permet donc de créer des surfaces à volonté et donc des interfaces réfléchies et adaptées. Mais pour ce faire, il est primordial de comprendre les phénomènes qui s'opèrent au niveau de l'interface barrière thermique dans le cas de chargements thermomécaniques. Par exemple après traitement, la microstructure locale évolue après l'interaction laser-matière et les oxydes formés seront fonction de la chimie et de la structure locale. Des études en oxydation isotherme et cyclée, des essais de fluage et de fatigue thermomécanique pour des systèmes sans sous-couche ont donc été menés dans

---

ce travail pour des interfaces traitées conventionnellement ou par laser. Les mécanismes d'endommagement et de rupture ont ensuite été évalués.

## **Le projet ARCOLE - Etude de l'Adhérence des Revêtements par ChOcs-Laser de durées modulablEs**

Ces travaux de thèse ont été menés dans le cadre d'une ANR (Agence Nationale de la Recherche) Blanche regroupant trois laboratoires : le PIMM (UMR CNRS 8006), l'Institut PPrime (UPR CNRS 3346) et le laboratoire IRTES-LERMPS (EA7274). Le projet ARCOLE a pour vocation d'étudier l'endommagement de différents types d'interfaces composites par localisation d'une contrainte de traction à cœur des matériaux, en optimisant la durée d'impulsion laser vis-à-vis de la zone à solliciter. Deux types de systèmes serviront de "fil conducteur" à ces travaux : (1) un revêtement "école" de type NiAl sur un substrat en alliage d'aluminium Al2017, déjà caractérisé dans le passé de façon conventionnelle, qui permet de valider la localisation des profils de chargement sur des épaisseurs variables, et (2) un système plus complexe et plus industriel : une barrière thermique  $ZrO_2-Y_2O_3$  (YSZ) sur le superalliage base nickel monogranulaire AM1. Dans les deux cas, les revêtements seront élaborés sur des épaisseurs variables, en projection plasma (utilisée industriellement pour réaliser les barrières thermiques céramiques) au LERMPS, avec différents types de fonctionnalisation des substrats avant projection (décontamination par laser, texturation par laser ou encore dégraissage-sablage).

En termes d'applications, l'enjeu est important puisqu'il porte à terme sur l'augmentation de la durabilité du système barrière thermique sans sous-couche. Par ailleurs, le projet permettra d'apporter des contributions nouvelles et innovantes dans les deux domaines connexes concernés : (1) l'optimisation des dépôts projetés thermiquement, et (2) le développement des domaines d'applications des ondes de choc induites par laser. Sur ce dernier point, une thèse au PIMM a été menée en parallèle de cette étude afin d'étudier les phénomènes d'interaction laser-matière en régime confiné à deux impulsions successives et ainsi de contrôler les pressions induites pour endommager l'interface de manière précise et récupérer des données quantitatives.

Plusieurs résultats importants sont attendus d'un tel projet :

- étendre les conditions d'application des chocs induits par laser en régime de plasma confiné à des gammes de durées d'impulsions plus longues ; ce qui revient à disposer d'un outil expérimental permettant de générer des impulsions de pression comprises entre 8-10 ns et 100 ns, et à vérifier expérimentalement les sollicitations en pression  $P=f(t)$  obtenues. Ce volet, jamais étudié par le passé, permettra d'étendre la compréhension du régime de plasma laser confiné, utilisable entre autres, pour les tests d'endommagement, et le renforcement des matériaux ;
- étudier numériquement et expérimentalement la propagation complexe des ondes de choc dans des matériaux revêtus ;

- appliquer ces pressions  $P=f(t)$  au test de décohésion des dépôts projetés d'épaisseur variable pour lesquelles la durée de l'impulsion de pression conditionne la localisation du chargement mécanique ;
- tester le caractère discriminant du test d'endommagement par choc en considérant différentes méthodes de fonctionnalisation des substrats (texturation et décontamination laser, dégraissage-sablage) conduisant à des niveaux d'adhérence variables, évaluer localement les propriétés interfaciales des matériaux en particulier dans le cas de matériaux multi-couches (cas des barrières thermiques) puis comparer les résultats à des méthodes de caractérisation des interfaces déjà existantes ;
- caractériser l'évolution de l'adhérence des barrières thermiques au cours de leur cycle de vie, et en particulier sous l'effet de cycles thermomécaniques proches des conditions de service des aubes de turbine refroidies (utilisation du banc MAA-TRE (Mécanique et Aérothermique des Aubes de Turbines Refroidies) récemment développé à l'ENSMA et unique en Europe) ([2]), mais aussi pour des conditions de vieillissement plus simples (oxydation isotherme ou cyclique) Un découplage des effets intrinsèques de l'oxydation et des effets de la plasticité à haute température pourra être évalué par l'utilisation de vieillissement sous charge (essais de fluage).

Tous ces aspects n'ont jamais été étudiés dans une telle gamme de conditions expérimentales, et auront des implications directes sur toutes les applications potentielles des ondes de choc laser. Au final, un nouvel outil de génération de chocs sera créé, dont les performances (amplitude et durée des chocs) auront été validées au cours du projet, et dont l'intérêt vis à vis des tests d'endommagement des interfaces de dépôts projetés aura été largement vérifié.

Le projet ARCOLE met en œuvre différentes méthodes/techniques pour répondre aux objectifs du projet. Pour la partie expérimentale :

- génération de chocs par laser impulsif (10 ns – 14 J maximum) avec double impulsions (installation Hephaïstos) ;
- mesure de vitesses de surface libre – pressions de choc par vélocimétrie Doppler pour déterminer les chargements en pression et les seuils de décohésion ;
- analyse par ombroscopie et photodiode des plasmas confinés pour comprendre les mécanismes d'absorption en double-impulsion ;
- mise en œuvre - optimisation de texturations par laser nanoseconde des substrats avant projection thermique ;
- réalisation de dépôts par projection thermique ;
- caractérisations microstructurales ;
- essais mécaniques ;
- réalisation de cyclages thermiques ou thermo-mécaniques.

---

Pour la partie numérique :

- simulation de l'interaction laser-matière en régime confiné ;
- simulation de la propagation des chocs-laser ;
- simulation de la texturation laser des substrats ;
- simulation des contraintes durant les cycles thermiques et de la propagation de fissures proche interface sous différents types de chargement.

## Problématique générale et objectifs

Basée sur les besoins précédemment cités dans les contextes industriels et scientifiques, cette problématique peut se définir comme suit :

Développement de la texturation laser comme prétraitement de surface avant projection d'une barrière thermique afin d'adapter la surface aux dépôts et créer un ancrage mécanique suffisant pour une adhérence importante. L'objectif est ainsi de maximiser la durée de vie sous sollicitations thermomécaniques du système barrière thermique sans sous-couche.

Afin de répondre à cette problématique, ce rapport de thèse est divisé en quatre parties principales. La méthodologie et l'ensemble des résultats obtenus dans ce contexte sont présentés selon l'organisation suivante. La première partie de ce mémoire sera consacrée au positionnement de cette étude par rapport aux travaux décrits dans la bibliographie au travers de différents thèmes. La projection thermique et la construction des dépôts seront expliquées. Un rappel sur la rupture interfaciale sera fait et différents essais mécaniques d'adhérence applicables à notre système seront envisagés. Les matériaux constitutifs du système barrière thermique étudié seront décrits ainsi que les différents mécanismes d'endommagements rencontrés sous sollicitations thermomécaniques. La problématique exacte et la démarche que nous proposons dans cette étude seront détaillées ensuite.

Dans la deuxième partie, l'approche expérimentale sera alors présentée. Tout d'abord, les matériaux et paramètres de projection utilisés seront décrits. Puis les différents outils de traitements de surface et les essais mis en œuvre pour caractériser l'adhérence et la durabilité des revêtements seront présentés. Les différents outils d'analyse et de traitements d'images seront détaillés.

La troisième partie correspond à l'analyse morphologique, chimique et microstructurale de la matière en extrême surface après texturation laser. Différentes analyses sont présentées et corrélées avec un modèle numérique de l'interaction laser matière. Cette étude permet de comprendre les phénomènes thermohydrauliques mis en jeu durant le prétraitement et de maîtriser les motifs possibles pour adapter la surface aux particules projetées. Ces



surfaces sont adaptées aux poudres utilisées et aux conditions de projections afin de maximiser le remplissage de la surface. Un cas "école", NiAl sur un alliage d'aluminium, a permis d'identifier les premiers critères importants avant de construire une topographie sur superalliage monogranulaire adaptée aux barrières thermiques. L'étalement de la particule fondue et sa solidification sont liés à la topographie de la zone cible, des énergies de surface et des propriétés thermiques des deux éléments. Une modélisation numérique est proposée pour comprendre les phénomènes observés pour différents rapports de volume entre les motifs et les particules.

La quatrième partie est une évaluation de l'adhésion de revêtements pour différentes topographies de surface. Des essais de traction conventionnels pour différents motifs et espacements sont corrélés à la surface de contact. Des essais d'adhérence en dynamique sont présentés pour différentes interfaces afin d'identifier le niveau d'énergie à l'interface dans un mode de rupture en traction pure. Les modes de rupture sont étudiés pour différentes morphologies (adhésives et cohésives). Un modèle analytique a été développé pour identifier la topographie optimale dans le but de maximiser l'adhérence en fonction des sollicitations rencontrées. Ensuite, des essais d'oxydation et de sollicitations thermomécaniques permettant d'évaluer la durée de vie en service des systèmes barrières thermiques sans sous-couche ont été utilisés. La croissance d'oxyde est un facteur principal sur l'endommagement de l'interface des systèmes barrières thermiques. Une évaluation dans des conditions isothermes et cyclées sera présentée. Des essais en fluage et en fatigue thermomécanique ont aussi été réalisés pour analyser l'effet d'un chargement mécanique en plus de la sollicitation thermique sur les modes d'endommagement des barrières thermiques. Les limites de ce nouveau système barrière thermique sans sous couche grâce à la texturation laser ont donc été évaluées.

Dans le cadre du projet ARCOLE, les objectifs attendus peuvent être représentés par la Figure 2. La projection de barrière thermique sur des substrats préparés par méthodes conventionnelles et par laser sera étudiée et les résultats seront interprétés selon l'adhérence et la prédiction de la durée de vie du système. Dans un premier temps, la construction du dépôt sera étudiée afin de maximiser la surface de contact entre le revêtement et son substrat. Les faciès de rupture et les mécanismes d'endommagement seront étudiés ensuite pour optimiser l'accroche d'un système barrière thermique sans sous-couche. Finalement la durabilité sera évaluée par des essais thermomécaniques. Une collaboration entre les différents partenaires du projet ARCOLE a permis une cohérence sur le développement d'un nouveau système barrière thermique sans sous-couche avec des durées de vie compétitives comparativement à des systèmes industriels employés. Plusieurs boucles ont été menées pour arriver aux résultats finaux en fonction des différentes contraintes et environnements durant le développement.

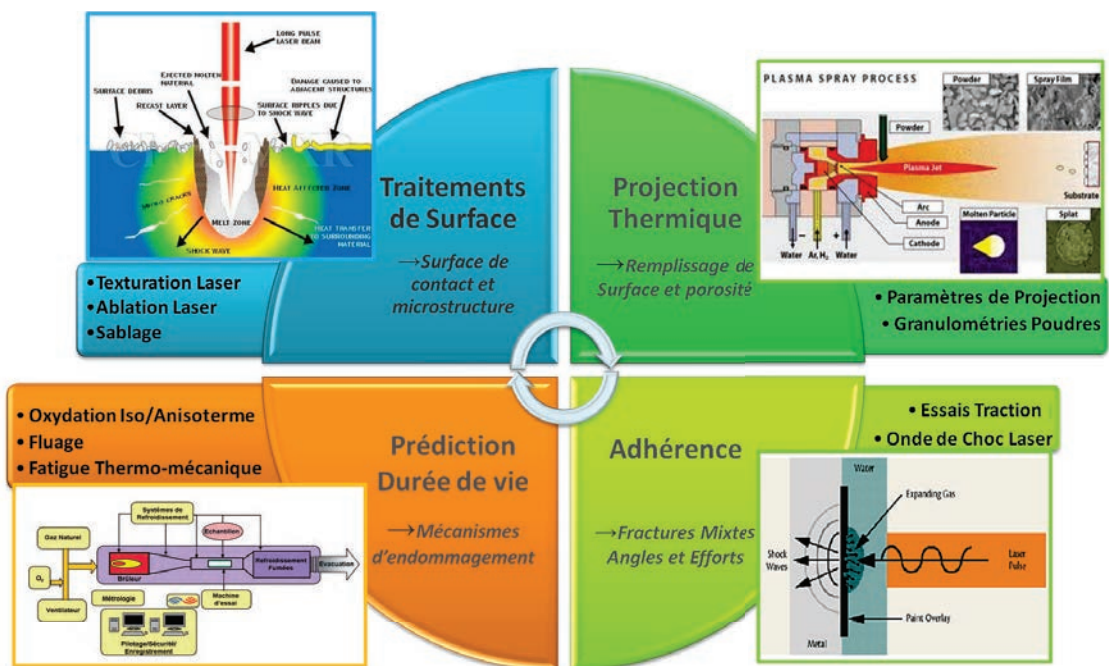


Figure 2: Illustration du plan de thèse



---

# Chapitre I

## État de l'art - préparations de surface, adhésion et durée de vie des systèmes barrière thermique projetée

### I.1 Introduction

Rendement et sécurité sont les mots clés en aéronautique qui justifient des investissements importants, en particulier dans le domaine de la propulsion. Par rapport au cycle parfait de Brayton, la température est un facteur primordial dans l'amélioration du rendement des turbines à gaz. Des températures de plus en plus élevées sont visées, ce qui implique de nouveaux développements en particulier d'un point de vue matériaux et concepts pour essayer d'augmenter la durée de vie tout en ayant des consommations minimales.

Des alliages de plus en plus performants à hautes températures sont alors étudiés pour conférer aux structures des propriétés mécaniques élevées à ces niveaux de températures [3]. La température la plus élevée se trouve en sortie de la chambre de combustion au niveau du premier étage de turbines hautes pressions où les gaz chauds peuvent atteindre 1400°C (Figure I.3-A). Les aubes de turbines, situées dans la partie la plus chaude du moteur, fonctionnent donc sous une atmosphère oxydante et corrosive. Elles subissent des contraintes mécaniques fortes (forces centrifuges et sollicitations vibratoires) (Figure I.3-B). Dans cet environnement sévère, des superalliages à base nickel sont utilisés (Figure I.3). Ils possèdent en effet de bonnes propriétés mécaniques à haute température par optimisation de leur composition et leur microstructure. Ils présentent notamment une excellente résistance au fluage à chaud. Néanmoins, leur utilisation reste limitée à des températures des gaz chauds de 1400°C environ, les aubes sont alors refroidies.

L'effet de couches limites permet une circulation des flux de refroidissement autour des parties chaudes. Mais ce système de refroidissement est très complexe, limité et coûteux. Ainsi, pour maintenir la température en deçà d'une limite d'environ 1100°C (i.e. température de fonctionnement admissible sous faible charge pour de longues durées), des revêtements barrières thermiques ont été développés pour diminuer la température

du substrat grâce aux propriétés d'isolation thermique (Figure I.3-C) [4]. Ces systèmes sont déposés par projection thermique ou par évaporation sous faisceau d'électrons. Ils présentent une structure lamellaire ou colonnaire conférant des conductivités thermiques différentes et des modes de dégradation spécifiques (Figure I.3-D) [5]. Une faible conductivité thermique, un haut point de fusion et une bonne résistance au vieillissement par frittage sont les principales caractéristiques recherchées pour ces revêtements. L'accroche entre le superalliage et cette céramique, déposée sous forme de couche plus ou moins mince, est assurée par la présence d'une couche métallique intermédiaire ainsi appelée sous-couche d'accroche. [6]. Cet état de l'art se focalisera principalement sur ce type de système barrière thermique avec en premier lieu une description du procédé de projection thermique. L'adhésion substrat/revêtement étant le point primordial à toute application, des traitements de surface sont alors recommandés pour faciliter l'accroche du revêtement et maximiser ainsi le contact intime entre les matériaux. De plus, compte tenu des trajets de chargement rencontrés en service pour ce type de revêtement, les modes de dégradations de ces systèmes seront enfin exposés. Un positionnement en fonction de la communauté scientifique et des attentes du projet sera alors proposé.

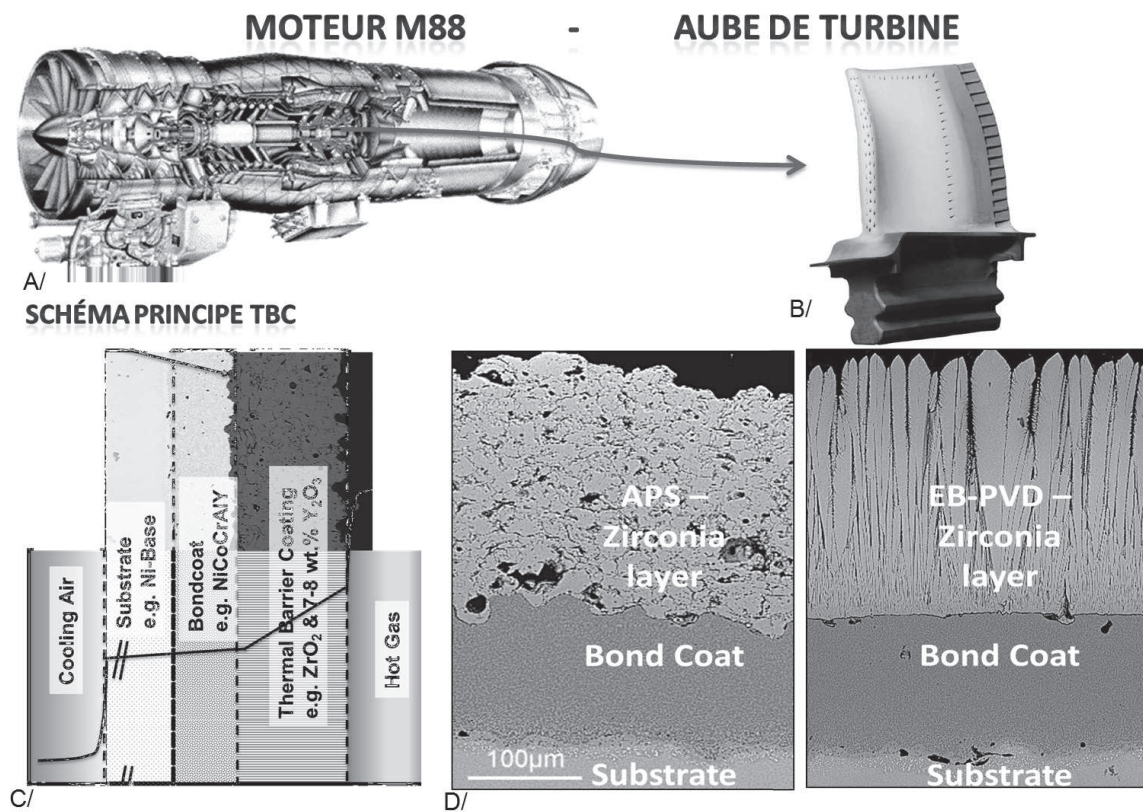


Figure I.3: Composition du moteur M88 (A) où les aubes de turbines hautes-pressions sont utilisées (B) - Schématisation des températures rencontrées pour le système barrière thermique (C) - Système barrière thermique lamellaire (APS) et colonnaire (EB-PVD) utilisé généralement [4]

## I.2 Les barrières thermiques élaborées par projection thermique

La projection thermique est aujourd'hui largement utilisée dans le monde industriel afin d'améliorer et d'adapter les propriétés de surface de systèmes grâce à l'ajout d'un dépôt épais sur des surfaces cibles [7]. Différentes technologies de projection peuvent être mises en place en fonction des matériaux, des propriétés voulues et des coûts. La technologie plasma a été choisie comme technologie adéquate pour la projection de matériaux céramiques du fait que le matériau projeté possède un haut point de fusion [8].

Une torche plasma (Figure I.4) est constituée de deux électrodes refroidies par un circuit d'eau, appelées anode et cathode, qui sont portées respectivement aux potentiels positif et négatif et entre lesquelles est injecté un gaz. Un arc électrique est alors créé par une décharge haute fréquence entre les deux électrodes permettant d'ioniser le gaz (généralement un mélange argon-hydrogène) en créant un plasma alors entretenu par un courant continu [9]. Le matériau projeté (généralement sous forme de poudre) est ensuite introduit via un gaz porteur (argon en général) dans le jet de plasma ainsi constitué où il est fondu et accéléré avant d'impacter le substrat. Le jet de plasma est caractérisé par des températures très élevées (jusqu'à 20000 K au cœur du jet) et des coefficients de transfert thermique élevés pour permettre la fusion des particules (selon la nature du matériau) [10]. La projection plasma a l'avantage d'être un procédé versatile capable de fondre des matériaux à haut point de fusion comme des métaux réfractaires (tels que le tungstène) ou des céramiques (telles que la zircone yttrée) utilisée pour la fabrication des revêtements de types barrières thermiques [11].

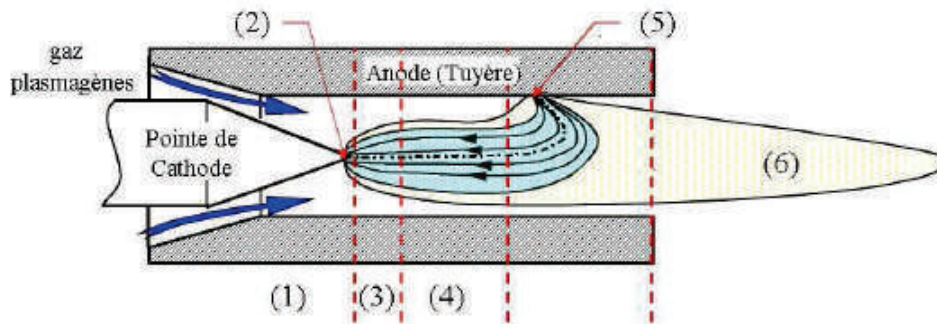


Figure I.4: Représentation des différentes zones de développement de l'arc électrique [12]

### I.2.1 Les gaz plasmagènes

Les gaz plasmagènes utilisés sont généralement choisis pour leur absence relative de réactivité avec les objets environnants mais surtout pour leur qualité de transfert mécanique et thermique (viscosité, conductivité thermique)[13]. Ces gaz peuvent être de l'argon, de l'azote, de l'hélium et de l'hydrogène. L'argon a une masse atomique importante, il confère donc la quantité de mouvement nécessaire au jet énergétique. L'azote permet quant

à lui un bon transfert de quantité de mouvement. C'est également un gaz diatomique se dissociant à 7000 K à la pression atmosphérique. Il confère donc un bon transfert d'énergie cinétique et thermique. L'hélium et l'hydrogène permettent quant à eux d'améliorer les transferts thermiques du jet vers la matière. L'hydrogène est aussi un gaz diatomique et à 3500 K il connaît une dissociation augmentant fortement sa conductivité thermique. Dans le cas de l'hélium, la viscosité augmente fortement au-delà de 10000 K vu que le gaz reste à l'état atomique jusqu'à 17000 K [14]. Aujourd'hui, des gaz ternaires de type Ar/He/H<sub>2</sub> sont utilisés industriellement afin d'obtenir le meilleur compromis viscosité/conductivité thermique et d'augmenter ainsi sensiblement les rendements de projection de 20 à 30% par rapport à l'utilisation de l'argon seul [15]. On remarque une augmentation pratiquement constante de la conductivité thermique avec la température pour les différents mélanges. En revanche, on remarque que la viscosité est maximale vers 11000 K. C'est précisément dans ces conditions que la diffusion de l'énergie cinétique aux particules est maximale.

## **I.2.2 Injection du matériau et traitement en vol des particules**

A la sortie de la colonne d'arc électrique, le plasma formé est en extinction. Il en résulte un jet de gaz à haute température au maximum de l'ordre de 12000 à 14000K et à grande vitesse de 600 à 2200 m.s<sup>-1</sup> à la pression atmosphérique (vitesses qui restent subsoniques à ces températures). Ces caractéristiques dépendent bien sûr des paramètres géométriques de construction de la torche (diamètre interne de la tuyère et forme de celle-ci, mode d'injection des gaz plasmagènes autour de la cathode, etc.) ainsi que des paramètres opératoires (débit massique et composition des gaz plasmagènes, intensité du courant d'arc, etc.) [16].

Le jet de plasma est caractérisé également par des gradients radiaux de vitesses et de températures relativement grands pour le jet en expansion en sortie de torche (2500 m.s<sup>-1</sup> pour la vitesse et 2500 K.mm<sup>-1</sup> pour la température). Le plasma formé, il ne reste plus qu'à introduire la poudre. La Figure I.5 montre le trajet de la poudre en sortie de l'injecteur. Elle est entraînée dans les gaz chauds, acquérant ainsi des énergies thermiques et cinétiques nécessaires à la réalisation du dépôt [17]. De tels instants se doivent donc d'être étudiés avec attention car ces paramètres influencent énormément la qualité du dépôt [18].

En projection thermique, des poudres de granulométrie généralement comprises entre 5 et 100 µm sont entraînées vers la source chaude. Ces particules sont injectées à travers un injecteur de diamètre interne compris entre 1,2 et 2 mm, afin de réduire la dispersion de la poudre dans le jet. Le débit de gaz porteur conditionne donc l'énergie cinétique des particules au moment de leur interaction avec le plasma et donc leur pénétration dans l'écoulement [19]. La position de l'injecteur par rapport à la sortie de la tuyère et à l'axe de la torche permet quant à elle de sélectionner les zones du plasma dans lesquelles les particules sont injectées et a une conséquence directe sur leur traitement. Pour des particules céramiques, le traitement est optimal pour un angle de déviation de 3-4°[7]. Il convient donc d'ajuster les paramètres d'injection (débit de gaz porteur, diamètre de l'injecteur et position) pour obtenir la trajectoire [16], l'accélération et le temps de séjour optimaux.



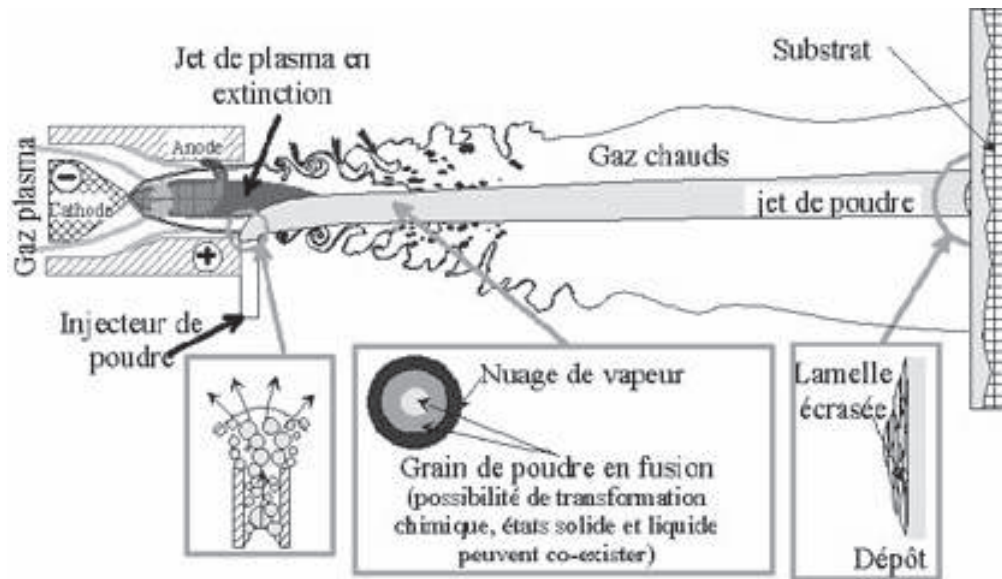


Figure I.5: Principe de la projection plasma et parcours de la poudre au sein du jet [18]

Néanmoins, le gaz porteur froid peut engendrer des perturbations envers l'écoulement plasma et une perte de rendement de projection si son débit massique dépasse environ 10% du débit massique de l'écoulement plasma. Même si les particules suivent une trajectoire moyenne optimale au sein de l'écoulement plasma, elles subissent néanmoins des dispersions susceptibles de modifier leurs conditions d'impact (vitesse, état de fusion, température). La distribution radiale du flux de particules dans le jet présente en effet approximativement une forme gaussienne et est très sensible à la masse des particules, c'est-à-dire à leur taille et à leur masse volumique [20]. Il est donc préférable d'utiliser une poudre avec une distribution granulométrique suffisamment resserrée afin d'optimiser les conditions d'interaction. L'effet du débit de poudres projetées sur l'évolution des contraintes résiduelles est aussi un paramètre important en particulier dans le cas de dépôts céramiques [21]. En effet, les contraintes internes dans le dépôt sont proportionnelles aux taux de poudres injectées ou inversement proportionnelles à la vitesse du robot (encore plus vrai pour des distances de projection courtes) [22]. Le taux de particules par unité de surface sera donc un paramètre important [23]. La Figure I.6 représente un exemple d'évolution des contraintes internes d'un dépôt de zircone yttrée selon le taux de poudres injectées ou encore de la distance de projection.

Quoi qu'il en soit, de nombreux paramètres influent sur la qualité du dépôt (Figure I.7). Un très grand nombre de paramètres détermine en effet les processus d'impacts et d'étalements des particules sur le substrat. Outre les paramètres de projection qui confèrent au jet une énergie globale susceptible d'être transférée aux particules en termes de vitesse et de température, le substrat influence aussi sensiblement la structure du dépôt à des degrés divers au travers de sa température et sa topographie [11]. Les paramètres plasma étant essentiels pour créer un dépôt avec les propriétés souhaitées (porosité, phases, etc.), il est primordial aussi d'adapter les propriétés de surface du substrat pour optimiser

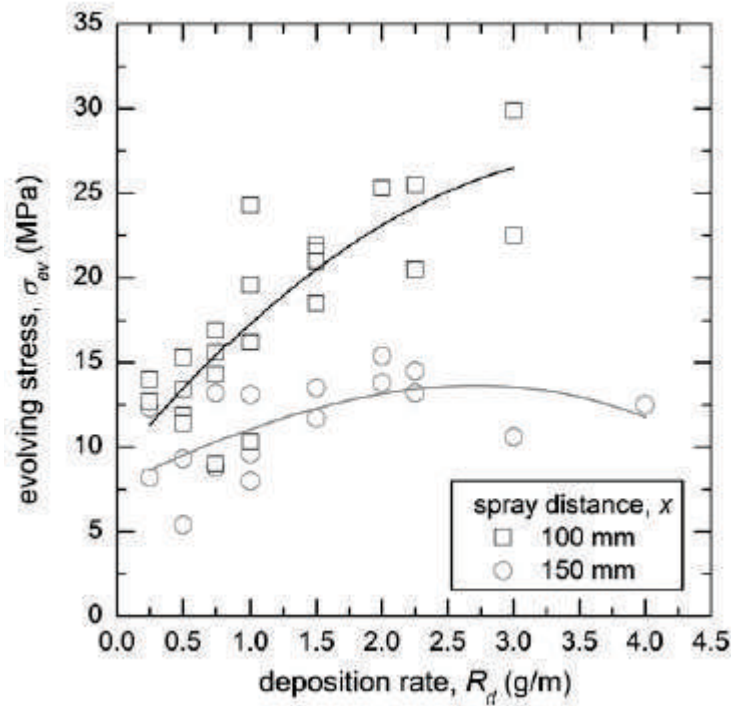


Figure I.6: [Effets du débit de poudre sur les contraintes internes [21]

les propriétés d'adhésion. L'étude de l'écrasement d'une particule individuelle fondue sur un substrat semble donc être un point clef pour pouvoir avoir une meilleure compréhension du processus d'ancrage.

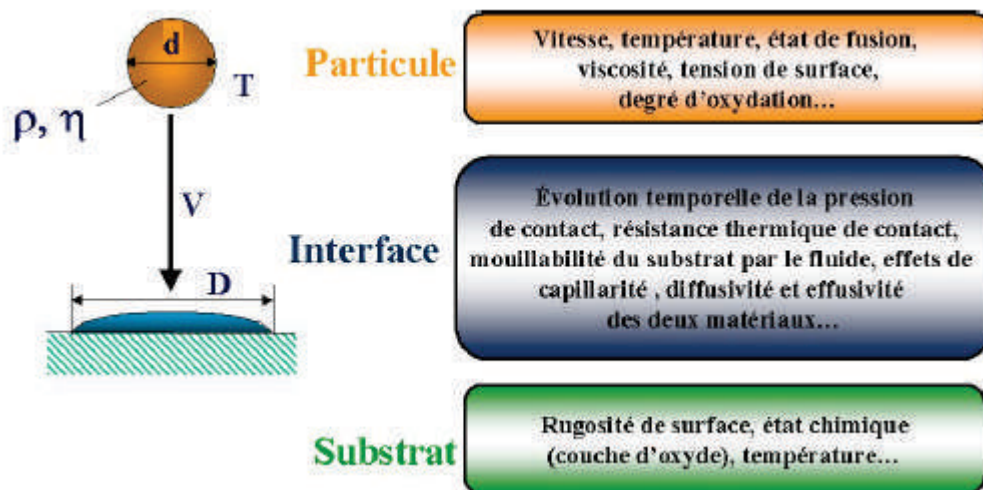


Figure I.7: Paramètres influant sur la formation d'une lamelle [24]

### I.2.3 Les principes de croissance d'un dépôt par impacts de particules

Un dépôt est élaboré avec l'accumulation de particules fondues ou semi-fondues impactantes sur une surface cible. La construction du revêtement apparait alors séquentielle (construction couche par couche) formant un revêtement de structure lamellaire. L'impact, l'étalement et la solidification des particules contrôlent la microstructure du dépôt. La compréhension des mécanismes ne présente donc pas seulement un intérêt scientifique mais elle peut apporter également des améliorations sur le point de vue technique. En effet, il est communément admis que l'obtention de lamelles de morphologie irrégulière est préjudiciable à la qualité du dépôt qu'il s'agisse de sa structure et autres propriétés ou encore d'un point de vue de son rendement et de sa durée de vie [7]. Par exemple, il a été montré que la présence de lamelles de zircone fragmentées génèrait des fissures et de la porosité à l'interface lamelle-substrat [25]. Une fragilité d'un point de vue du contact entre les deux matériaux apparait alors de façon plus ou moins significative. L'adhérence du revêtement nécessite de fait une évaluation précise de ces mécanismes d'impacts de particules sur la surface cible.

Les particules, chauffées et accélérées dans l'écoulement plasma, s'écrasent sur le substrat où leur énergie (cinétique et thermique) est transformée en travail de déformation visqueux puis en énergie de surface. Les particules forment ainsi des lamelles aussi appelées "splats". Trois phases prennent place alors en quelques microsecondes [24] et peuvent être distinguées dans la formation d'une lamelle :

- impact de la particule sur le substrat ;
- étalement de la matière ( $\sim 1\mu\text{s}$ ) ;
- refroidissement et sa solidification ( $\sim 2\text{-}5\mu\text{s}$ , taux de refroidissement  $\sim 10^6\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ ).

*Remarque : les deux dernières étapes items ne sont pas forcément séquentielles dès lors que la solidification peut intervenir avant la fin de l'étalement.*

La lamelle est la brique élémentaire constituant le revêtement. Sa morphologie et ses caractéristiques conditionnent la microstructure du dépôt ainsi que ses propriétés. Des analyses précises peuvent donc permettre de lier les paramètres de projection à la microstructure du revêtement [26]. Dans un premier temps, de par les temps caractéristiques très courts, les tailles de particules et la difficulté de mettre au point les outils de mesure adaptés, des modèles phénoménologiques ont été proposés.

### I.2.4 Les mécanismes d'impact et d'étalement des particules

Lors de son impact sur la surface cible, la particule peut rebondir ou s'étaler avec ou sans éjection de matière en surface du substrat. Dans un premier temps, l'énergie cinétique de la goutte est supérieure aux effets de tension de surface ce qui permet l'étalement du liquide sur la surface du substrat. L'énergie cinétique décroît alors par dissipation visqueuse.



De plus, les tensions interfaciales sont constantes puisqu'elles dépendent des propriétés géométriques de l'interface et non des caractéristiques des matériaux ou des phénomènes thermiques ou cinétiques. Les forces de tension s'opposent au mouvement d'étalement de la goutte qui tend à augmenter la courbure de l'interface. L'angle de contact joue donc un rôle sur l'inclinaison de la surface à l'extrémité de la lamelle. Lorsque l'énergie cinétique devient nulle, le liquide se rétracte généralement lors de la solidification. D'autre part, au contact avec le substrat, la particule se retrouve brusquement décélérée et l'augmentation de pression à l'interface entraîne alors la propagation d'une onde de pression à l'intérieur du matériau liquide [24]. Les effets de compressibilité sont présents aux tous premiers instants de l'impact. De telles tensions peuvent alors se relâcher sur les bords de la lamelle par des vagues d'expansion se propageant dans le liquide. Ces instabilités peuvent causer une rupture du fluide en périphérie [27]. De plus la solidification rapide de la gouttelette aux périphéries rajoute des phénomènes bi-phasiques avec des contraintes associées. Un critère  $K$ , dit critère de Sommerfeld, relie justement le comportement de la particule à l'impact aux nombres de Reynolds ( $Re$ ) et de Weber ( $We$ ) [28]. Ce critère se définit par l'équation suivante :

$$K = We^{1/2} . Re^{3/2} \quad (I.1)$$

$$Re = \frac{\rho V L}{\mu} \quad (I.2)$$

$$We = \frac{\rho V^2 L}{\gamma} \quad (I.3)$$

avec  $\rho$  la masse volumique de la particule fondue ( $\text{kg.m}^3$ ),  $V$  la vitesse caractéristique ( $\text{m.s}^{-1}$ ),  $L$  une longueur caractéristique (m) et  $\gamma$  la tension superficielle ( $\text{N.m}^{-1}$ ).

Plusieurs comportements peuvent alors être observés. Si  $K$  est inférieur à 3 il y a rebond de la particule, si  $K$  est compris entre 3 et 57.7 il y a étalement sans éjection de matière et pour  $K$  supérieur à 57.7 il y a éclaboussures ("splashing") (Figure I.8). Les éclaboussures, présentes dans le troisième mode, apparaissent quelques dizaines de nanosecondes après l'impact et sont dues à la propagation de l'onde de pression.

Différents modes d'éclaboussure ont pu être examinés et identifiés [29]. La particule interagit avec la cible en s'écoulant via la surface libre (substrat ou lamelles précédentes). Il existe différentes morphologies de lamelles en projection plasma selon les conditions de projection. Des modèles phénoménologiques basés sur un bilan d'énergie, expriment la transformation de l'énergie cinétique de la particule à l'impact en énergie d'écoulement visqueux et en énergie de surface. La déformation de la lamelle étalée est complète lorsque l'énergie cinétique est complètement transformée. Le degré d'étalement  $\xi$  définit le rapport entre le diamètre de la particule étalée  $D$  et le diamètre  $d$  de la particule avant l'impact. En négligeant les phénomènes de tension de surface (en projection thermique  $We = 1000-10000$  - comparaison des effets capillaires aux effets inertiels), ce rapport peut être relié aux propriétés de la particule liquide à l'impact par l'intermédiaire du nombre de Reynolds suivant :

$$\xi = D/d = A.Re^B \quad (I.4)$$

où A et B sont des constantes variant respectivement de 0.8 à 1.2941, et de 0.125 à 0.2 selon les auteurs pour des particules céramiques.

L'interaction entre la particule et le substrat est sensible aux propriétés chimiques des surfaces. Des liaisons physico-chimiques peuvent en effet se créer lors de l'étalement et la solidification de la matière. Mais l'éclaboussure des particules est principalement dépendante de la morphologie de la zone d'impacts (concavité ou convexité) et en particulier de sa rugosité de surface [30]. L'influence de la rugosité de surface sur la mouillabilité et l'étalement de la matière liquide est en effet significative dans ce domaine et conditionne de fait les propriétés finales du couple de matériaux. Les différentes variables liées aux particules impactantes (vitesse, température, structure, état de fusion, etc.) et aux substrats (rugosité, température et état chimique) vont donc conditionner les différents modes d'étalement.

De façon générale, il est admis que l'angle de contact de l'équation de Young sur un substrat rugueux est inférieur à celui obtenu sur un substrat lisse dans de bonnes conditions de mouillage [31]. Les surfaces sont généralement rugueuses et les anfractuosités correspondent aux zones d'écoulement [32]. En revanche les pics sont des zones où les gradients de vitesses créent des jets de matière provoquant des zones sans contact après solidification. L'aspect chaotique de l'impact des particules rend alors impossible des représentations quantitatives fiables.

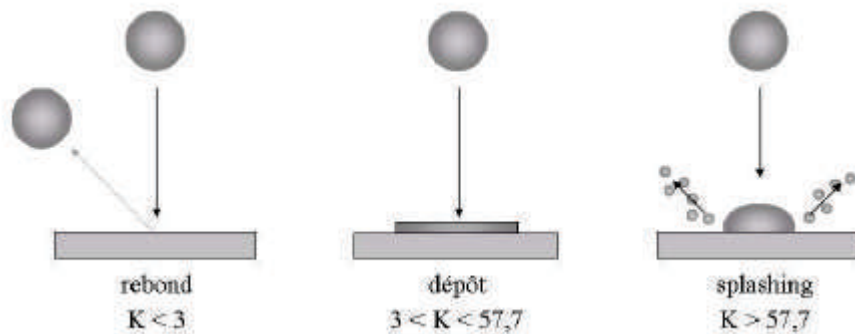


Figure I.8: Rebond/dépôt/éclaboussure d'une particule en fonction de K [33]

### I.2.5 La solidification des lamelles

Le refroidissement d'une lamelle s'effectue principalement par conduction thermique vers le substrat ou les couches préalablement déposées. Il est en grande partie conditionné par la qualité du contact susceptible de s'établir entre la lamelle et la couche sous-jacente.

Loulou et al [34] ont justement décrit l'évolution de la résistance thermique d'une interface au cours du temps en quatre phases décrites ci-dessous (Figure I.9):

- phase A : chute brutale de  $R_c$  (résistance de contact thermique). Cela peut être expliqué par le phénomène d'étalement de la goutte. La surface de contact croît, la goutte est encore liquide. Le métal liquide tend alors à maintenir sa température de contact avec le substrat ce qui explique la faible valeur de la résistance thermique de contact. Dans cette étape,  $R_c$  dépend de la rugosité, des tensions de surface, de la mouillabilité, de la nature des gaz pris au piège et de la pression du liquide. À la fin de cette étape, les flux thermiques et la surface mouillée sont maximaux.  $R_c$  est donc minimale (Figure I.9a).
- phase B : quasi-stabilité de  $R_c$  à son minimum. La solidification de la matière commence alors et forme autour des pics de la surface rugueuse des anneaux de phase solide (Figure I.9b) pour recouvrir la topographie du substrat (Figure I.9c). La solidification entraîne bien évidemment un changement de volume ce qui provoque une contraction du métal et donc des contraintes de cisaillement. Ainsi, une diminution de la surface de contact liée à l'apparition de fissures apparaît (Figure I.9d), et une fine couche de métal solide se forme avec le phénomène de rétraction qui devient très important (Figure I.9e).
- phase C : augmentation régulière de  $R_c$ . L'épaisseur de la croûte de métal solide augmente progressivement et se contracte. Le front de solidification qui se propage depuis l'interface provoque une rétraction de la lamelle solide (à l'interface) ce qui conduit à une déformation de celle-ci et donc à une augmentation du volume de la cavité interfaciale, pour provoquer du flambage. Ce volume se stabilise lorsque l'épaisseur de la croûte est suffisamment grande.
- phase D : fin du changement d'état transitoire de  $R_c$ . Le contact entre la lamelle et le substrat est stable.

Un coefficient global d'échange thermique  $h$  à l'interface peut être défini. Ces paramètres peuvent être rassemblés dans le nombre de Biot  $Bi$  qui se définit comme suit :

$$Bi = \frac{h.e}{\kappa} \quad (I.5)$$

où  $h$  est le coefficient d'échange thermique à l'interface,  $e$  l'épaisseur de la lamelle (m) et  $\kappa$  la conductivité thermique du substrat ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ ) ou de la couche déjà formée. Selon la valeur du nombre de Biot, différents modes de refroidissement de la lamelle peuvent être considérés [35] :

- $Bi > 30$ , le contact thermique peut être considéré comme parfait ; la résistance thermique de contact est très faible ( $< 10^{-8} m^2.K.W^2$ ), le refroidissement est alors qualifié d'idéal ;

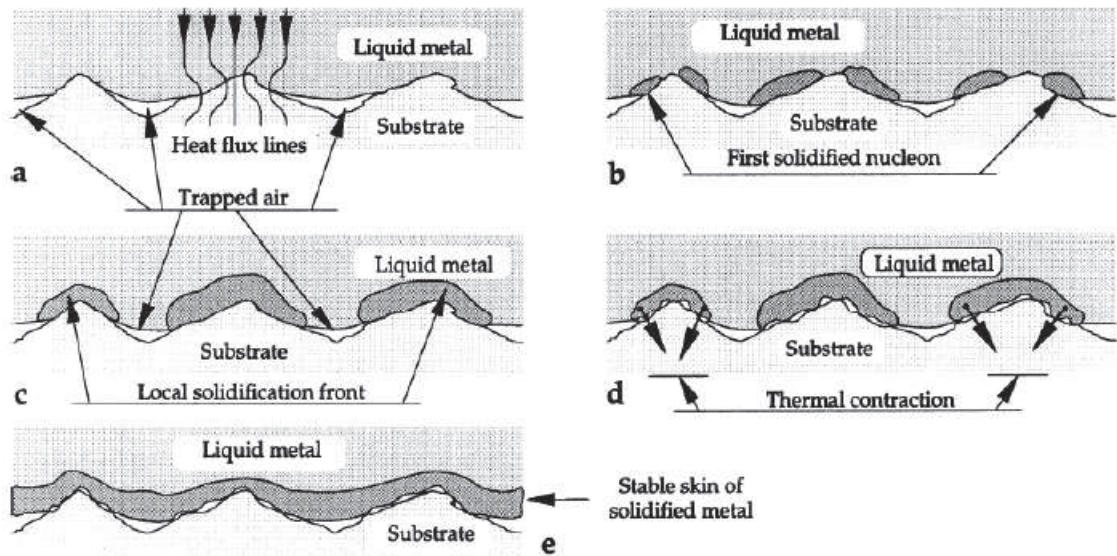


Figure I.9: Représentation schématique de l'évolution de la solidification d'une particule [34]

- $Bi < 0,01$ , le transfert thermique à l'interface est limitant ; la résistance thermique de contact est élevée (généralement supérieure à  $10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{K} \cdot \text{W}^2$ ) et le refroidissement de la lamelle est pratiquement isotherme ;
- $0,01 < Bi < 30$ , le refroidissement peut être qualifié d'intermédiaire.

Le mode de refroidissement et la vitesse conditionnent évidemment la croissance cristalline au sein même de la lamelle. Dans le cas d'un bon contact thermique interfacial, le refroidissement rapide susceptible de s'effectuer grâce à l'évacuation du flux thermique vers le substrat favorise une croissance colonnaire dans la lamelle perpendiculairement au substrat. Inversement, si la résistance thermique de contact est élevée, le flux thermique n'est plus unidirectionnel et des microstructures granulaires apparaissent. La Figure I.10 montre justement la microstructure d'une lamelle isolée de Zircone yttrée impactée sur un substrat poli en acier inoxydable [36]. Des micro-fissurations de la lamelle sont observées. Un zoom sur les micro-fissures montre que la lamelle possède une microstructure en grains colonnaires, dont le diamètre moyen est de l'ordre de 50 nm, qui croissent perpendiculairement à la surface du substrat.

La solidification rapide de la particule engendre un processus progressif qui s'initie à partir de la surface extérieure et qui est susceptible de créer des contraintes de trempage au sein de la lamelle (Figure I.11) [37]. Selon la vitesse de refroidissement, une rupture à la périphérie de la lamelle peut donc avoir lieu compte tenu des ondes de chocs et de l'étalement rapide. Les expériences menées par Fukumoto et al. [38] montrent d'ailleurs que pour une surface comprenant des pics ( $Sk$  positif), l'étalement de la particule conduit à une forme éclatée alors que pour un  $Sk$  négatif cela conduit à une forme de disque. Ce changement de comportement est aussi observé lorsque la température du substrat varie autour d'une température dite de transition. Outre les paramètres de projection, les propriétés de surfaces traitées sont donc bien évidemment à maîtriser, car elles conditionnent

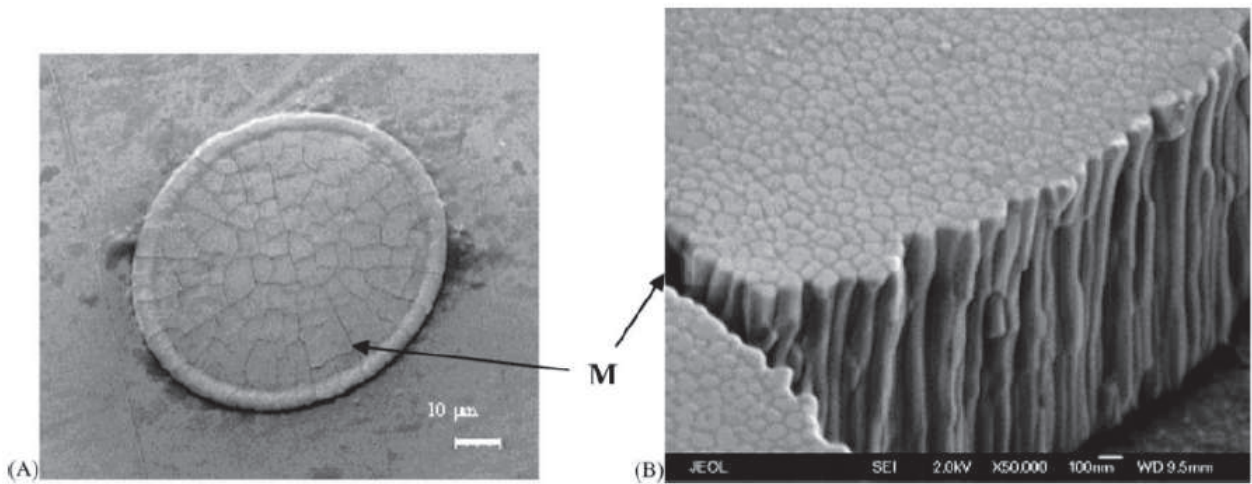


Figure I.10: Développement de la microstructure d'une lamelle seule : (A) morphologie d'une lamelle collectée sur un substrat poli et (B) zoom sur la structure colonnaire avec microfissures [36]

l'étalement et la solidification des matériaux projetés pour influencer in-fine les propriétés des matériaux.

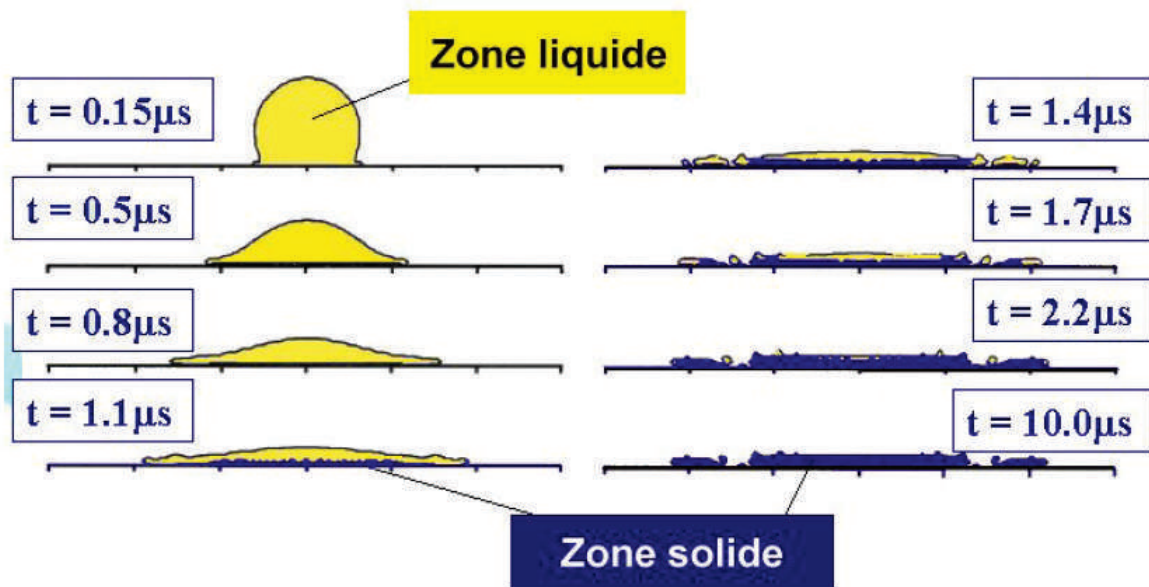


Figure I.11: Temps de solidification d'une particule de Nickel sur un substrat acier inoxydable à 567K [24]



## I.2.6 Les influences de la chimie de surface

La nature de la surface de contact est importante dans les mécanismes d'étalement. Les surfaces sont contaminées naturellement par des adsorbats dont il faudra s'affranchir.

### I.2.6.1 Désorption des adsorbats

Les surfaces ont tendance à attirer des molécules de l'environnement extérieur ce qui résulte en l'absorption et la condensation de ces éléments jusqu'à une certaine saturation. Le lien entre le taux de substances absorbées en surface et la morphologie de la lamelle repose sur l'hypothèse de la formation d'un coussin gazeux pris au piège à l'interface substrat/particule en raison d'une intense vaporisation de la phase condensée (Figure I.12). Ces phénomènes ne sont pas clairement expliqués (bouillonnement, explosion de poche gazeuse) [39], mais les cinétiques d'adsorption et de désorption sont principalement gérées par la fréquence de sauts des molécules environnantes, l'énergie d'activation des espèces, les caractéristiques de surface, le volume d'adsorption, la température et la pression. La vitesse d'étalement extrêmement rapide d'une gouttelette empêche le gaz en expansion de s'échapper.

Par exemple, pour une goutte de zircon de 30  $\mu\text{m}$  de diamètre avec une vitesse de 200  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  à l'impact, on estime le temps d'étalement approximativement à 0,3 $\mu\text{s}$ . Ce temps d'étalement peut être estimé sur une surface lisse par la relation :

$$t \sim d * Re^{0.2}/v \quad (\text{I.6})$$

avec  $d$  le diamètre de la goutte,  $v$  la vitesse d'étalement et  $Re$  le nombre de Reynolds du matériau considéré.

En supposant que la vitesse maximale des gaz en expansion est égale à la vitesse du son (800  $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$  à une température de 2000 K), le temps nécessaire aux gaz pour se déplacer de 100  $\mu\text{m}$  (diamètre moyen d'une lamelle) est comparable au temps d'étalement (si on néglige le temps utile aux adsorbats et aux espèces condensées pour se réchauffer et pour se vaporiser). Ainsi, les poches de gaz présentes sous une lamelle peuvent avoir pour effet de diminuer la conduction de la chaleur provenant de la lamelle et ainsi créer des instabilités voire une fragmentation de la lamelle. Dans le cas inverse, sur substrat préchauffé (200-400°C), la surface du substrat présente très peu de substances contaminantes et les effets de poches de gaz sont alors très fortement réduits. La surface de contact lamelle/substrat en devient ainsi fortement augmentée et l'adhésion améliorée.

### I.2.6.2 Oxydation

Tout substrat métallique peut présenter aussi une couche d'oxyde en surface (native ou créée lors du préchauffage) susceptible de modifier l'interaction entre les matériaux. Deux effets peuvent être induits par la formation de cette couche d'oxyde : le premier correspond à une modification chimique de la surface du matériau, le second à un changement de rugosité. La modification chimique modifie la mouillabilité mais influence peu en dynamique.

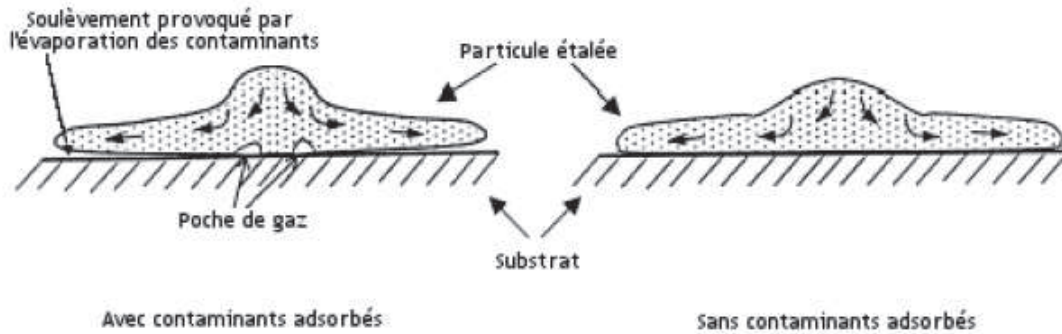


Figure I.12: Formation d'une lamelle avec et sans formation de coussins gazeux suivant la qualité du contact [24]

Les modifications physiques quant à elles semblent avoir un impact plus important sur l'étalement comme en témoignent les travaux de Fukumoto et al. [40]. Différents étalements peuvent être observés (continu ou discontinu) selon les paramètres de rugosité, en particulier tels que le Skewness (représentant l'asymétrie de la topographie)(Figure I.13).

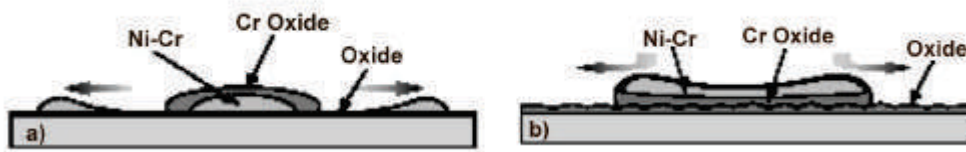


Figure I.13: Comportement de particules de Ni-Cr sur un substrat en acier avec deux épaisseurs d'oxydes différentes [24]

### I.2.7 Les influences de la température du substrat sur l'étalement

Des modifications physico-chimiques de la surface peuvent être engendrées avec la température. Les expérimentations récentes montrent qu'en dessous d'une température du substrat appelée température de transition, la structure obtenue est plutôt du type "fragmentée" (Figure I.14) tandis qu'au dessus de cette température, la morphologie de la lamelle apparaît plutôt circulaire. Ce phénomène est attribué à un temps de germination plus important quand l'interface particule/substrat est maintenue à une certaine température [41]. L'état liquide est ainsi conservé pendant toute la durée de l'impact. Beaucoup de suppositions concernant l'origine de ce phénomène ont été faites [42] : solidification rapide améliorée par le préchauffage mais aussi désorption des adsorbats et des condensats, influence de la chimie de surface (couche d'oxyde) et de la température de mouillage de la particule.

Bien évidemment, cette température est caractéristique du couple substrat-dépôt. Elle a été estimée à 150- 200°C pour de la zircone projetée sur un substrat en acier inoxydable [43]. Dans le cas de la projection plasma atmosphérique ; la température de surface en

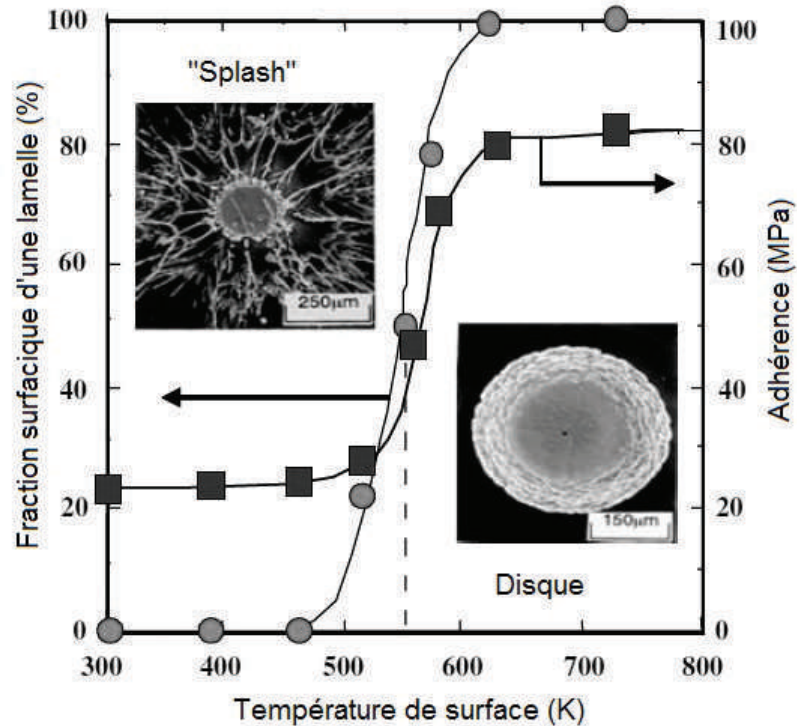


Figure I.14: Fraction surfacique de contact d'une lamelle de zircone en fonction de la température du substrat et correspondance avec l'adhérence [42]

extrême surface peut augmenter rapidement compte tenu des niveaux énergétiques mis en jeu. Ainsi la vitesse de balayage et le taux de recouvrement peuvent permettre une température de surface au moment de l'impact des particules au-delà de la température de transition.

### I.2.8 La formation et la structure du dépôt

Les dépôts formés par projection thermique sont obtenus par empilements successifs de gouttelettes de matériau fondu ou pâteux (Figure I.15), ce qui confère une structure de type lamellaire. Comme la distribution des particules au sein de l'écoulement est gaussienne, le cordon de projection présente donc également un profil gaussien. Ses caractéristiques géométriques dépendent du mouvement relatif torche/substrat (paramètres cinématiques) et du débit de poudre injectée. Ce mouvement inclut généralement un décalage de la torche, entre chaque passage de la pièce devant la torche. Il définit le "pas de projection" qui conditionne le recouvrement des cordons. Il est nécessaire de contrôler ce recouvrement afin de contrôler le flux thermique apporté à la couche sous-jacente.

Le revêtement présente une structure lamellaire anisotrope et hétérogène résultant de la disparité de l'état thermocinétique des particules à l'impact, de leurs modes d'étalement et de solidification [28]. Cette structure présente des pores qui jouent un rôle prépondérant sur les propriétés mécaniques et thermiques de la couche. Ces pores peuvent être classifiés



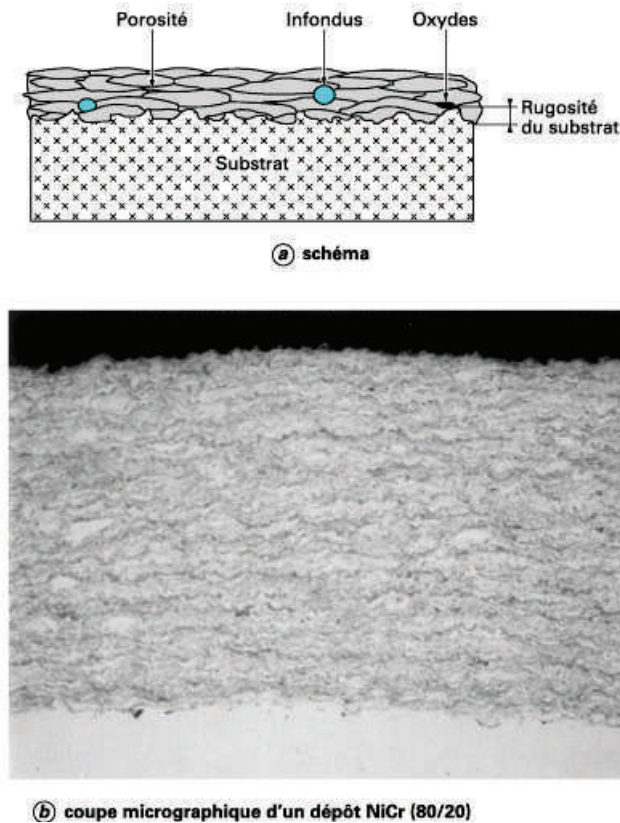


Figure I.15: Structure d'un dépôt projeté par projection plasma sous air [44]

en trois catégories :

- les pores globulaires, dus principalement à des défauts de remplissage ou la présence de particules infondues ;
- les pores ou fissures inter-lamellaires, dus principalement à une mauvaise qualité de contacts entre les lamelles ;
- les fissures intra-lamellaires, dues principalement aux contraintes dans la couche.

La création de contraintes est un phénomène indissociable des mécanismes d'écrasement des particules et d'élaboration des couches de revêtement [45]. Ces contraintes sont de deux natures : microscopiques et macroscopiques. Il est donc primordial de les quantifier et de les contrôler de façon à optimiser au mieux les propriétés du revêtement. Les expressions suivantes sont basés sur une approche simplificatrice de dépôt mince sur substrat épais. Les contraintes principales sont :

- de nature mécanique, généralement en compression, qui peuvent en particulier apparaître en surface du substrat pendant la phase de préparation par projection de particules abrasives pour augmenter la rugosité de ce dernier ;

- de trempe et en général en tension. Elles apparaissent lors du refroidissement rapide des lamelles. Elles dépendent des caractéristiques thermocinétiques des particules à l'impact et de la température de la surface sur laquelle elles impactent. Elles contribuent à l'ancrage des particules sur les surfaces rugueuses par les contractions thermiques. Elles génèrent en général un réseau bien développé de micro-fissures pour des éléments céramiques. Elles peuvent être exprimées par la formule suivante :

$$\sigma = E.\Delta T.\alpha^d \quad (\text{I.7})$$

avec E le module d'Young du dépôt,  $\Delta T$  différence de température et  $\alpha$  coefficient de dilatation thermique du dépôt.

- de nature thermique dues à la différence des coefficients de dilatation entre le substrat et le dépôt. Elles peuvent être favorables à l'adhérence mais aussi provoquer des fissures dans la structure voire une perte d'adhérence du revêtement (Figure I.16). Elles peuvent être exprimées par la formule suivante :

$$\sigma = E.\Delta T.(\alpha^d - \alpha^s) \quad (\text{I.8})$$

avec E le module d'Young du dépôt,  $\Delta T$  différence de température et  $\alpha$  coefficient de dilatation thermique du dépôt et du substrat.

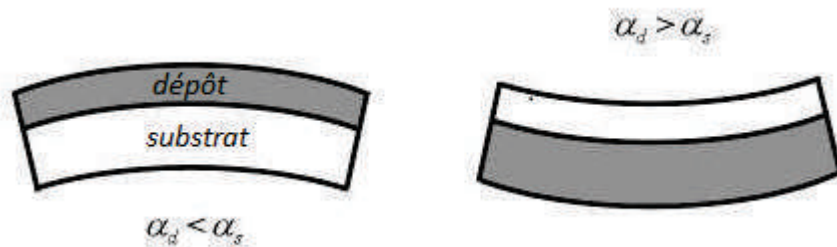


Figure I.16: Schéma des contraintes dites "thermiques" (gris = compression et blanc = tension)

- structurelles dues aux changements de phases induits par les différentes variations de températures imposées aux matériaux. Elles peuvent être catastrophiques, car les changements de phases des matériaux sont généralement accompagnés par une variation de volume. C'est pourquoi, il est nécessaire de réaliser des passes de faible épaisseur pour limiter les gradients de température au sein du dépôt (modification de l'équilibrage mécanique local).

Les propriétés mécaniques du revêtement permettent en général de relaxer, selon différents modes, les contraintes générées au sein des matériaux (Figure I.17). Ces modes de relaxation peuvent être de l'ordre de la micro-fissuration dans le cas de céramiques

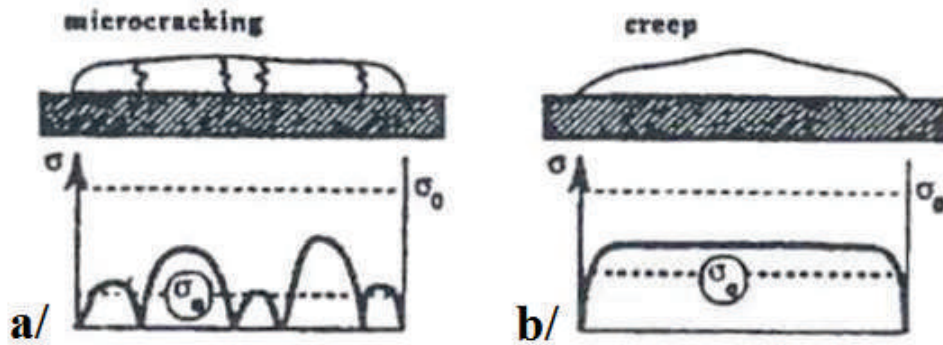


Figure I.17: Schéma présentant les différents mécanismes de relaxation des contraintes - cas pour une céramique (a) et pour un métal (b) [45]

(comportement fragile), de la déformation plastique dans le cas de métaux (comportement ductile) ou encore dus aux glissements des lamelles lors d'une mauvaise cohésion du dépôt.

#### Bilan et Positionnement 1

Les paramètres de projection conditionnent l'état initial des particules. Des études préliminaires sur substrat plan ont montré les effets de la température, de la chimie et de la rugosité du substrat sur l'étalement des particules. Cette rugosité de surface a un impact majeur à deux échelles : nanométrique et micrométrique. En effet, la température joue plusieurs rôles à la fois chimiques (oxydation) et thermiques. Une nanorugosité peut donc apparaître et évoluer par la croissance d'oxydes. De plus, des traitements de surface peuvent modifier la microrugosité et peuvent aussi conditionner la morphologie des particules après impacts. Pour maximiser la surface de contact, l'objectif de ce travail sera donc d'étudier l'influence de la rugosité du substrat (surface non-plane contrôlée représentative d'une surface réelle) afin d'expliquer les mécanismes d'étalements des particules et de construction des revêtements.

## I.3 L'adhésion des revêtements

### I.3.1 Les mécanismes d'adhésion

Dans la plupart des phénomènes menant à la création d'une interface entre deux matériaux, un des matériaux est ou a été présent à l'état liquide favorisant le contact à l'échelle atomique par mouillage. Dans la plupart des cas, différents effets microscopiques coexistent et permettent d'avoir un potentiel d'interface par des effets de répulsion. Dans le cas de la projection thermique, des aspects microscopiques et macroscopiques sont analysés. Ces derniers sont souvent fortement liés au procédé de fabrication de l'interface et donc à la technique de dépôt utilisée. En effet, l'adhésion représente l'ensemble des phénomènes physicochimiques et mécaniques contrôlant la liaison de la surface de deux matériaux en contact. On distingue les forces électrostatiques (liaison de van-der-Waals), les forces chimiques (liaisons covalentes, ioniques, métalliques), les forces par diffusion (interaction métallurgique), les forces d'accrochage mécanique (ancrage).

#### I.3.1.1 Adhésion chimique

Lors du contact entre les lamelles et le substrat, les conditions de contact peuvent entraîner des réactions chimiques qui donnent naissance à des composés différents de ceux des matériaux de base proche de l'interface. Une liaison chimique est conditionnée par la faisabilité thermodynamique d'une réaction à l'interface susceptible alors de pouvoir lier deux matériaux ensemble (Figure I.18). Cependant, pour qu'une telle réaction se produise il est nécessaire que la variation d'enthalpie libre associée à la réaction soit négative. Pour les matériaux généralement utilisés pour les barrières thermiques, ces conditions sont rarement remplies, car les temps de solidification sont trop rapides et l'affinité chimique est limitée [46].

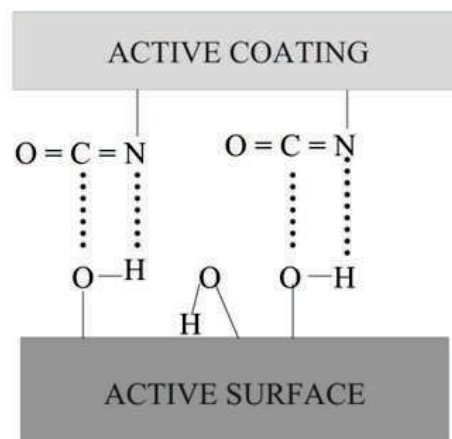


Figure I.18: Liaison chimique

### I.3.1.2 Adhésion physique

La diffusion interfaciale peut être observée dans d'autres cas d'affinité avec une transition de composition. Ce type de liaison entre en jeu lorsque plusieurs atomes se lient sans réaction chimique [47]. Une liaison physique peut résulter alors de forces de van der Waal avec des phénomènes d'adsorption physique (Figure I.19). Certains procédés peuvent mettre en fusion l'interface. Il est alors possible de voir apparaître des intermétalliques à l'interface. Par exemple dans le cas des barrières thermiques, les sous-couches utilisées sont constituées d'éléments communs au substrat qui permettent la diffusion d'éléments après un traitement thermique spécifique. La pollution de l'interface diminue la zone de contact intime (oxyde, corindon, graisse, etc.). Ces oxydes peuvent jouer un rôle important comme être une barrière de diffusion ou au contraire créer des forces d'adhésion supplémentaires.

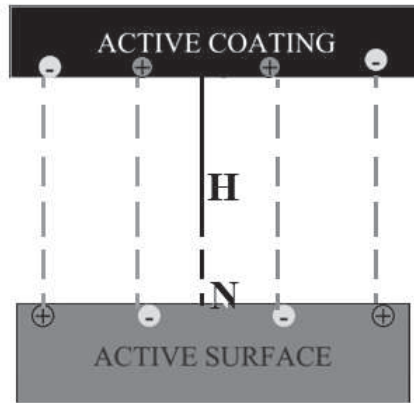


Figure I.19: Liaison physique

### I.3.1.3 Adhésion mécanique

Lors de l'étalement et la solidification des particules, des contraintes sont générées au niveau de l'interface ce qui entraîne des liaisons dites mécaniques qui assurent par les irrégularités de surface un ancrage du dépôt (Figure I.20).

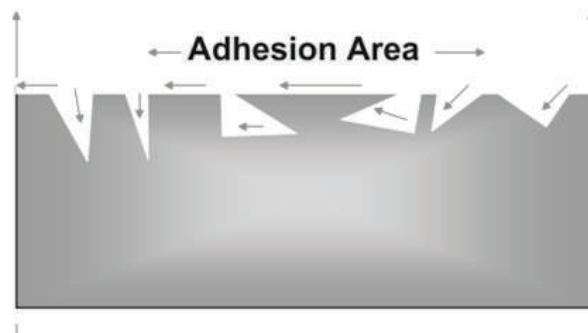


Figure I.20: Liaison mécanique

C'est précisément l'adhérence mécanique généralement qui est admise comme le mécanisme le plus important pour assurer un bon contact entre un revêtement élaboré par projection thermique et un substrat. En effet, une fois la lamelle étalée, les contraintes résiduelles causent ainsi de la friction sur les anfractuosités. En fonction des macrocontraintes, l'interface peut être soumise à des efforts de compression ou de traction menant à des mécanismes de cisaillement à l'interface [48]. La Figure I.21 représente ainsi les forces d'ancrage liées à des mécanismes de friction pour différentes morphologies de surface. Cette adhérence dépend donc fortement des paramètres topographiques de la surface mais aussi des affinités physico-chimiques entre les deux matériaux dans une moindre mesure [49]. C'est pourquoi, des traitements de surface peuvent être réalisés afin d'améliorer le contact intime entre les deux matériaux et la zone de contact globale.

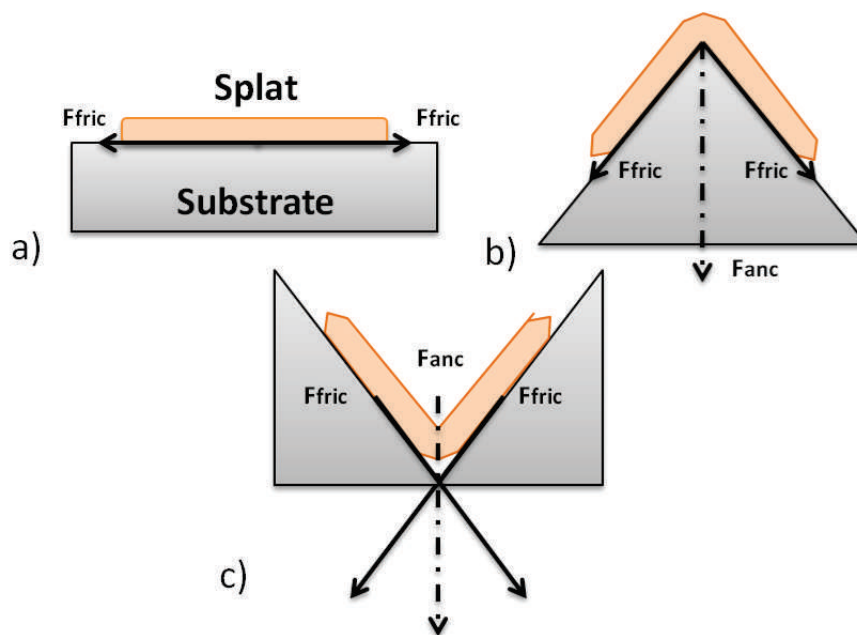


Figure I.21: Accrochage mécanique des particules sur les aspérités de surface par génération de forces de friction sur surface plane (a), convexe (b) et concave (c)

### I.3.2 Les traitements de surface avant projection thermique

Pour garantir une durée élevée de vie aux systèmes élaborés par projection thermique, la préparation de surface des substrats est un point clé pour la bonne tenue des revêtements. Les caractéristiques des particules étant définies pas les paramètres de projection, l'état de surface du matériau cible conditionne de fait aussi les mécanismes d'étalement, de construction du dépôt ainsi que les propriétés d'adhérence du revêtement. Diverses caractéristiques du point de vue de la température, de la rugosité et des contaminations, ont un effet sur les forces d'adhésion interfaciales susceptibles de s'établir à l'interface. Différentes techniques ont été développées pour modifier les états de la surface avant ou pendant l'étape de projection thermique et ainsi améliorer l'adhérence des dépôts [14].

Outre les méthodes dites "conventionnelles", d'autres méthodes alternatives tentent à se développer aujourd'hui.

### I.3.2.1 Les méthodes conventionnelles de préparation de surface

Couramment employées en industrie, les méthodes conventionnelles de préparation de surface comportent deux étapes séquentielles de dégraissage et de sablage. Pour éliminer les contaminants de fabrication, le dégraissage chimique est une étape rapide de mise en œuvre mais présente toujours quelques inconvénients comme une limitation à l'utilisation sur différents substrats, et il requiert l'emploi de solvants inflammables et toxiques qui tendent de plus en plus à être réglementés aujourd'hui pour des raisons environnementales (réglementation de l'union Européenne REACH) [50]. S'en suit l'opération de sablage par projection de particules abrasives ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC,  $\text{SiO}_2$ ) qui consiste à modifier la topographie de surface par des phénomènes d'érosion. La rugosité de la surface peut être contrôlée en fonction de l'énergie cinétique et de l'orientation du traitement. Les particules soumettent ainsi le substrat à des contraintes de compression par martèlement qui peuvent aller jusqu'à plusieurs centaines de microns de profondeur (modifications du réseau cristallin par maclage par exemple) [51]. De plus, selon la nature du matériau, des fissures peuvent apparaître en extrême surface tout comme des inclusions de particules, susceptibles de réduire la durée de vie des systèmes [52]. C'est pourquoi, des techniques innovantes ont vu le jour comme le décapage par jet d'eau [53], le décapage par gaz carbonique [54], le préchauffage [55], le décapage laser [56], ou encore la texturation laser [57].

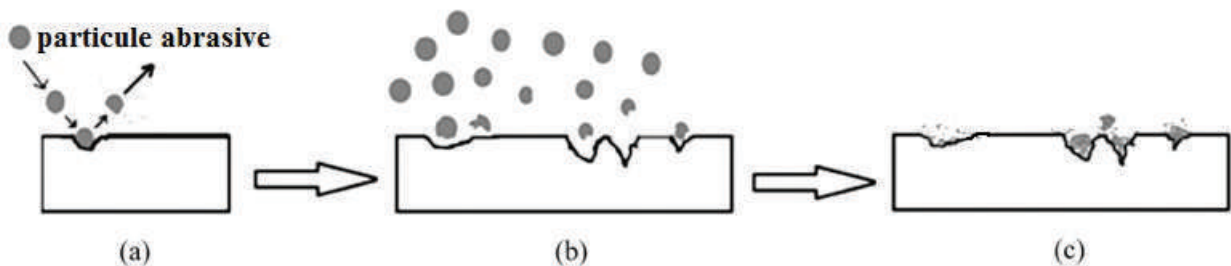


Figure I.22: Surface sablée (a) impacts des particules, (b) érosion de la surface et (c) fragments de particules enchâssées sur l'extrême surface

### I.3.2.2 Les technologies laser

La technologie laser est aujourd'hui utilisée dans de nombreux domaines pour ses qualités de précision et d'automatisation [58]. En fonction de la densité d'énergie et du temps d'interaction, cette technologie peut provoquer des effets photochimiques, mécaniques ou thermiques (Figure I.23) [59]. Ainsi, diverses applications peuvent émerger selon les paramètres énergétiques du faisceau photonique [60]. Par exemple, avec des temps d'impulsions extrêmement courts, il est possible d'interagir sur l'extrême surface car les effets thermiques sont limités [61]. De plus, la rapidité de traitements et le coût d'investissement sont très intéressants d'un point de vue industriel [59].



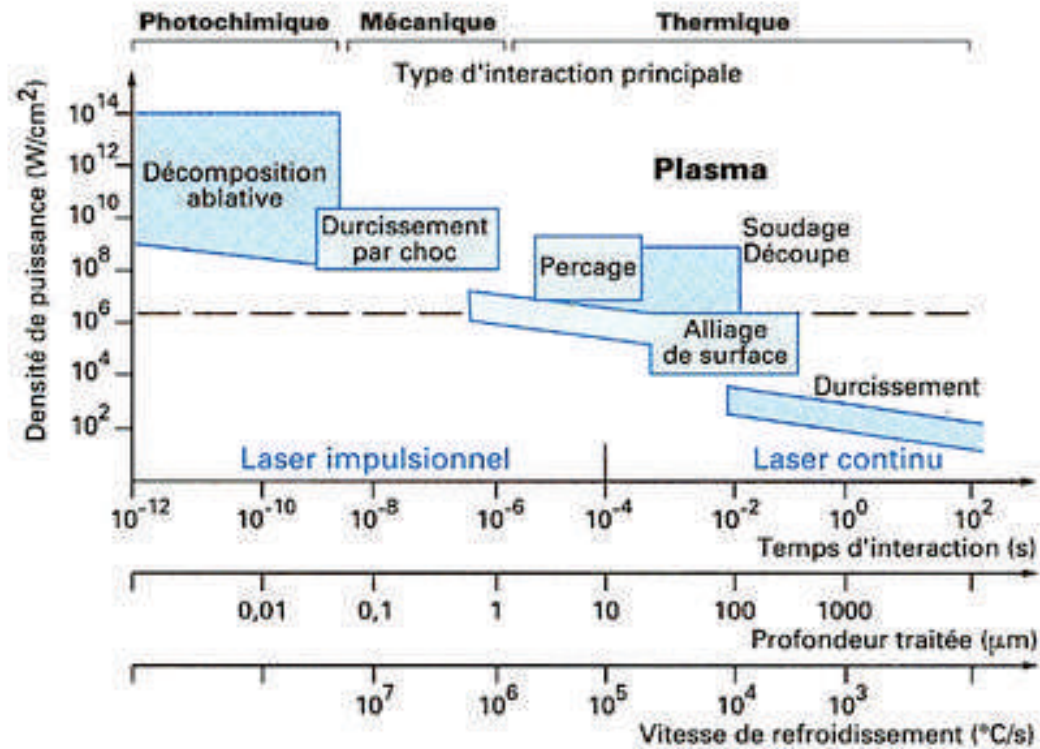


Figure I.23: Types d'interactions laser-matière en fonction de la densité de puissance et le temps d'interaction du faisceau laser [59]

Lors d'une irradiation laser (pour des régimes sub-picosecondes), seule une partie du faisceau se trouve absorbée par le matériau. Cette énergie transmise à la surface du matériau génère alors une interaction avec les électrons libres du matériau. L'amplitude de cette onde dépend donc du coefficient de transmission de la matière [62]. Si on considère que la variation d'intensité lumineuse est proportionnelle à la variation d'épaisseur traversée par le faisceau laser dans le matériau cible [63], alors la profondeur d'absorption du faisceau laser dans la cible ( $\delta_a$ ) peut être estimée par la relation :

$$\delta_a = \frac{\lambda}{4 \times \pi \times k} \quad (\text{I.9})$$

Elle dépend de la source, de la longueur d'onde  $\lambda$ , et de la partie complexe de l'indice de réfraction  $k$ .

Dans le cas des matériaux utilisés dans cette étude, les profondeurs d'absorption calculées dans le cas d'une cible en aluminium et pour le superalliage base nickel sont respectivement de 7 nm et 14 nm. L'énergie absorbée va alors créer une source de chaleur par interaction photon/réseau qui par la suite conduit à la formation d'un gradient thermique sur une profondeur donnée. Celle-ci dépend essentiellement de la durée d'impulsion mais aussi de certains paramètres physiques du matériau, tel que la conductivité thermique,



la masse volumique et la chaleur spécifique. Ainsi, une élévation de température jusqu'à fusion peut apparaître en extrême surface [64]. Si le flux d'énergie est suffisant, la vaporisation de la matière peut alors se produire et entraîner la formation d'un plasma par des mécanismes d'ionisation associés (Figure I.24) [65].

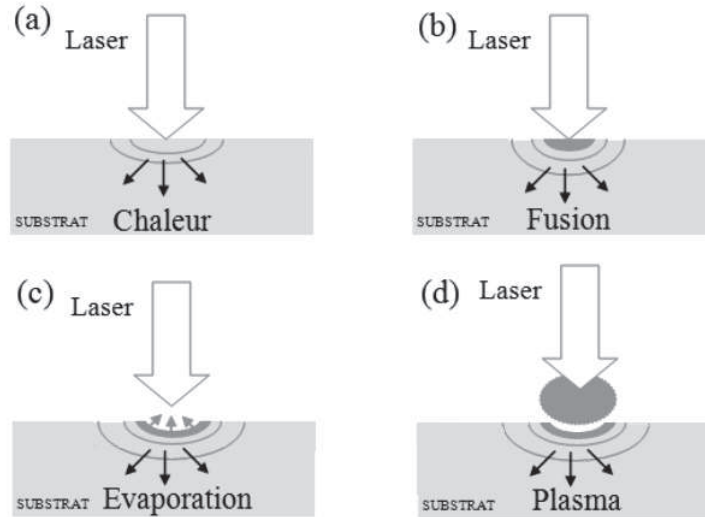


Figure I.24: Interaction laser-matière induisant des effets thermiques différents : a/ diffusion de la chaleur, b/ fusion, c/ évaporation et d/ formation d'un plasma

Dans tous les cas, seules les extrêmes surfaces sont affectées par le rayonnement. L'énergie déposée sur la surface engendre un flux de chaleur qui se propage vers l'intérieur. La profondeur affectée thermiquement ( $\delta_{th}$ ) est définie par le processus de transfert de chaleur. Elle est calculée par la durée de la source et la diffusivité thermique du matériau ( $\delta_{th}$ ) :

$$\delta_{th} = 2 \times \sqrt{D_{th} \times t} \quad (I.10)$$

avec les valeurs de diffusivité thermique de l'aluminium ( $100 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ) et de l'AM1 ( $2.4 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ) [66], il est possible d'évaluer la zone affectée thermiquement. Ces valeurs sont estimées pour un modèle 1D sans convection et en supposant un flux d'énergie constant équivalent. Cette approche surestime donc les zones affectées. En effet, l'interaction laser-matière a une distribution spatiale et des cinétiques globales d'échauffement et de refroidissement importantes qui peuvent chauffer d'une manière inhomogène l'extrême surface, créer des contraintes thermiques ou modifier les propriétés locales. En utilisant une résolution analytique prenant en compte un chauffage surfacique et une densité d'énergie constante sur la surface [67], la température au centre de la tache peut être calculée par :

$$\Delta T = \frac{2AI_0}{\kappa} \times \sqrt{\frac{D_{th}\tau}{\pi}} \quad (I.11)$$

où  $\Delta T$  est l'élévation de température,  $I_0$  l'intensité incidente,  $A$  le coefficient d'absorption,  $\kappa$  la conductivité thermique.

Table I.1: Calcul analytique des grandeurs caractéristiques de l'interaction laser-matière pour une densité de puissance de  $0.1 \text{ GW/cm}^2$  et considérant les deux matériaux considérés

	unité	Al2017	AM1
Profondeur d'absorption	nm	7	14
Zone affectée thermiquement	nm	1043	375
Isotherme de fusion	$\mu\text{m}$	12	2

Les profondeurs de fusion et de l'isotherme peuvent être ainsi estimées (Tableau I.1).

Le dépôt d'énergie correspond à un flux surfacique de distribution spatiale et temporelle constante. Ces approximations montrent que les températures estimées précédemment au premier ordre sont bien supérieures à la température de vaporisation du matériau. Il y a donc une partie gazeuse et une zone liquide générées durant le processus laser. La vapeur formée contient ainsi des ions métalliques ainsi que des électrons libres issus du métal irradié. Cette vapeur interagit avec le laser et une valeur seuil de saturation d'énergie a été identifiée ( $15.3 \text{ J.cm}^{-2}$  pour l'aluminium et  $12.8 \text{ J.cm}^{-2}$  pour le nickel) [68]. En dessous de cette valeur seuil, la vapeur formée reste transparente au rayonnement laser. A l'inverse, au-dessus, l'énergie du faisceau est absorbée par le milieu ce qui engendre une avalanche d'ionisation jusqu'à la formation d'un plasma (cas de longueurs d'ondes infrarouges avec l'absorption du rayonnement laser par le panache de vapeur réalisée par les électrons présents à travers le processus de "bremsstrahlung inverse") [69]. Un processus d'avalanche s'opère alors produisant un plasma de plus en plus dense et de plus en plus opaque au rayonnement laser par absorption cumulative ("shielding laser"). Ainsi le plasma joue un rôle important dans l'insertion d'éléments légers car le plasma formé ionise l'environnement ambiant [70]. Il est possible d'obtenir des oxinitures par irradiation dans l'air durant l'extinction du plasma.

De plus lors du panache de vapeur ionisé, une pression de recul (pression exercée sur la surface cible par le plasma) déforme la surface du bain formé sur la cible pour engendrer des effets hydrodynamiques très importants [71]. En passant de la phase liquide à la phase vapeur, le métal subit un changement de volume très significatif. A la surface du bain liquide, une pression nommée pression de recul pousse le liquide. C'est cette pression qui permet l'éjection du métal liquide et ainsi la perforation. La couche de liquide est amincie par la perte de matière vaporisée et l'éjection. Semak et al. [72] propose une analyse hydrodynamique du phénomène afin de quantifier les écoulements et débits de matière. Cette méthode a été appliquée aux flux et au régime impulsif de cette étude pour évaluer simplement les zones affectées et les gradients thermiques [72].

Par ces phénomènes hydrodynamiques, il est possible d'être dans un régime percussif permettant de créer des cavités. Tout d'abord, l'éjection de la matière liquide, due à la pression exercée par le métal sous phase vapeur, voit sa direction varier lors des premières centaines de nanosecondes [73]. En effet, un redressement de la direction d'éjection du métal liquide est observé [74]. Ce redressement s'explique par l'évolution de

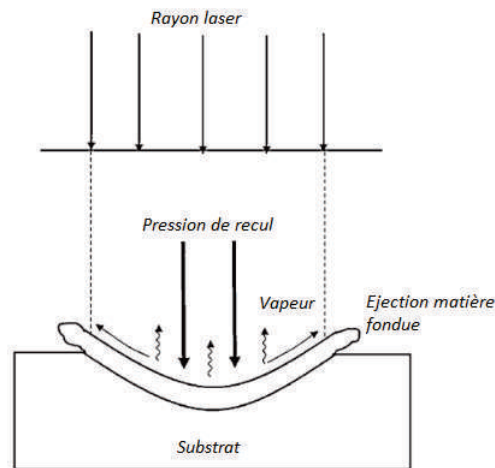


Figure I.25: Schéma du modèle hydrodynamique de perçage par laser percussionnel [71]

la géométrie du trou. Ensuite, plus la profondeur du trou augmente et plus le métal liquide tend à être éjecté vers le haut, donc perpendiculairement à la surface de l'échantillon.

L'évolution de la forme du trou s'explique par l'érosion du flux de matière liquide lors de son écoulement perpendiculairement à la surface. La cavité tend alors à se creuser jusqu'à une certaine limite au-delà de laquelle un piégeage du faisceau incident cause sa concentration en un seul point [75] (Figure I.26). La cavité change donc de diamètre en fonction de la profondeur.

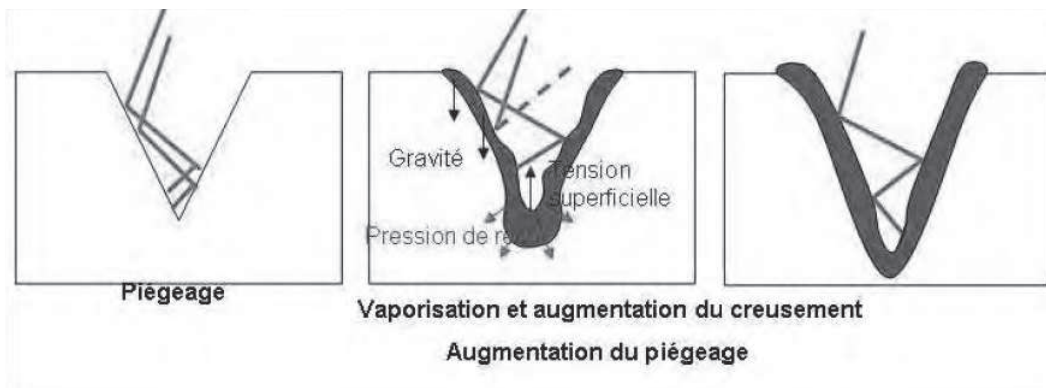


Figure I.26: Piégeage des rayons laser dans une géométrie conique [76]

Ainsi, grâce aux outils laser, la topographie de surface des matériaux peut être modifiée afin de créer des zones d'ancrage primordiales en projection thermique. L'objectif est d'adapter la surface aux particules projetées afin de maximiser la zone de contact possible entre le revêtement et son substrat et donc l'adhérence par la création de motifs spécifiques (sous contrôle des différents paramètres laser en fonction des propriétés mécanique, thermique et optique du substrat). Une stratégie de modification de la topographie de surface peut être optimisée pour des applications spécifiques [77]. Des trous,

des lignes ou autres motifs peuvent alors être envisagés suivant une répartition spatiale en vue d'améliorer l'adhérence de dépôts élaborés par projection thermique [78]. La force nécessaire pour séparer les deux matériaux augmente donc par une augmentation des énergies de propagation de fissures aux interfaces.

### I.3.3 Les mécanismes d'endommagements interfaciaux

L'accroche et la durée de vie des revêtements sont fortement dépendantes des interactions et des contacts entre les matériaux (particules-substrat). La ténacité interfaciale détermine donc l'énergie d'adhésion correspondant aux forces induites [79]. Lors d'une sollicitation interfaciale, divers processus peuvent intervenir susceptibles de générer des déformations locales, de la friction, un échauffement, etc [80].

L'amorçage d'une fissure est souvent provoqué par des défauts originels ou des défauts créés durant la durée de vie de la pièce. Dans le cas de revêtement, la structure lamellaire peut créer des zones vides proches de l'interface considérées comme des zones d'amorçage de fissures [81]. Les contraintes alors présentes au sein du revêtement vont soit aider à l'ouverture ou à la fermeture de ces défauts [82]. Trois modes différents peuvent être proposés pour expliquer les propagations de fissures possible :

- le mode I : les lèvres de la fissure s'ouvrent sous l'action d'une sollicitation normale au plan de fissuration ;
- le mode II : les lèvres glissent sous les contraintes de cisaillement dans le plan de fissuration perpendiculaire au front de fissure ;
- le mode III : les lèvres se cisailent dans le plan de fissuration de manière colinéaire au front de fissure.

Dans un bicouche formé de deux matériaux différents (ténacités intrinsèques différentes et différentes de la ténacité de l'interface), lors d'un chargement macroscopique, une fissure peut se propager à l'interface dès lors que un niveau de contraintes maximales est atteint (Figure I.27) [83].

Si l'interface représente un chemin de fissuration préférentiel induit par une ténacité faible, il est nécessaire de s'intéresser à la propagation continue de cette fissure en mode mixte (puisque la fissure n'est alors pas libre de bifurquer et d'évoluer sous un pur mode I). La dissymétrie des coefficients de dilatation et de chargement introduisent en effet une composante en mode II. Dans le cas de deux matériaux isotropes, élastiques et homogènes, les différences de caractéristiques élastiques entre les deux matériaux engendrent une singularité complexe à la pointe de fissure, dont les champs sont oscillants [84]. Le champ de contraintes proche de l'extrémité d'une fissure interfaciale, dans l'hypothèse de la mé-

canique linéaire élastique isotrope de la rupture, est de la forme :

$$\sigma_{yy} + i\sigma_{xy} = (K_1 + iK_2)(2\pi r)^{0.5} r^{ie} \quad (\text{I.12})$$

$$\epsilon = \frac{1}{2\pi} \ln\left(\frac{1-\beta}{1+\beta}\right) \quad (\text{I.13})$$

$$\beta = \frac{1}{2} \frac{\mu_1(1-2\nu_2) - \mu_2(1-2\nu_1)}{\mu_1(1-\nu_2) - \mu_2(1-\nu_1)} \quad (\text{I.14})$$

avec  $\mu$  et  $\nu$  le module de cisaillement et le coefficient de poisson du matériau  $i$ .

La singularité oscillante apparait alors dès que le paramètre  $\epsilon$  est différent de zéro, en raison des différences de propriétés élastiques des matériaux constitutifs des différentes couches.

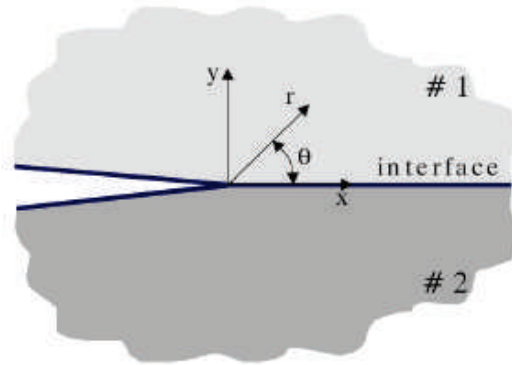


Figure I.27: Fissure interfaciale entre deux matériaux différents

Le taux de restitution d'énergie critique est facilement identifiable expérimentalement et est fonction de l'angle à l'interface (Figure I.28) [85]. L'angle de mixité modale (correspondant à la proportion relative des modes I et II) peut être calculé pour la propagation de fissures sous un chargement donné. Il se doit de choisir une distance d'ouverture  $r$  caractéristique. Elle peut être égale à un dixième de l'épaisseur de la couche la plus fine, à la taille de la particule ou à une distance justifiée énergétiquement définie par la plasticité formée en pointe de fissures [86]. L'objectif est de pouvoir identifier l'énergie critique de rupture de l'interface en fonction de l'angle de mixité modale qui est corrélé à la topographie de la surface, qui peut être contrôlée grâce à la texturation laser. La ténacité interfaciale peut ainsi être évaluée pour différentes préparations de surface par différents essais d'adhérence (direction de chargement différente).

### I.3.4 L'évaluation de l'adhérence

Les ténacités des interfaces doivent être étudiées afin de déterminer la durée de vie possible sous un chargement connu [87]. Différentes méthodes existent afin de déterminer l'adhérence d'une interface. Selon le type d'essai (traction, cisaillement, etc.), les valeurs d'adhérence peuvent être mesurées mais ne peuvent pas être transposées à d'autres essais.

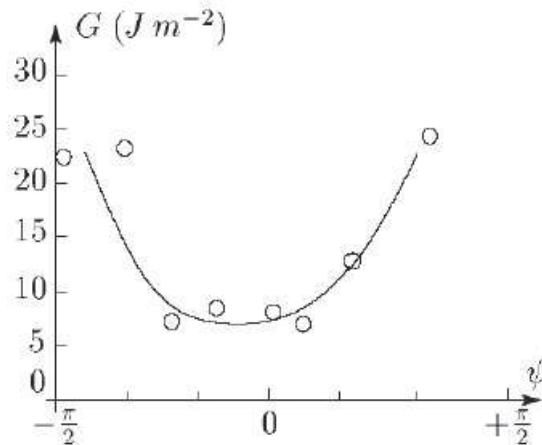


Figure I.28: Variation du taux de restitution d'énergie critique  $G$  en fonction de l'angle de mixité modale pour une interface cuivre/aluminium [85]

Le champs de contraintes est complexe et dépend fortement du mode de chargement et de l'échelle de la mesure (Figure I.29) [88]. La plupart des méthodes sont destructives car elles consistent à mesurer la force nécessaire à l'arrachement de la couche complète ou d'une partie. Des essais de propagation de fissures peuvent aussi permettre d'évaluer les modes de propagation pour un angle de mixité modale donné [89]. Différents essais ont donc été étudiés par leurs complémentarités (mécanique, ultra-sonore, dynamique, etc.) [87].

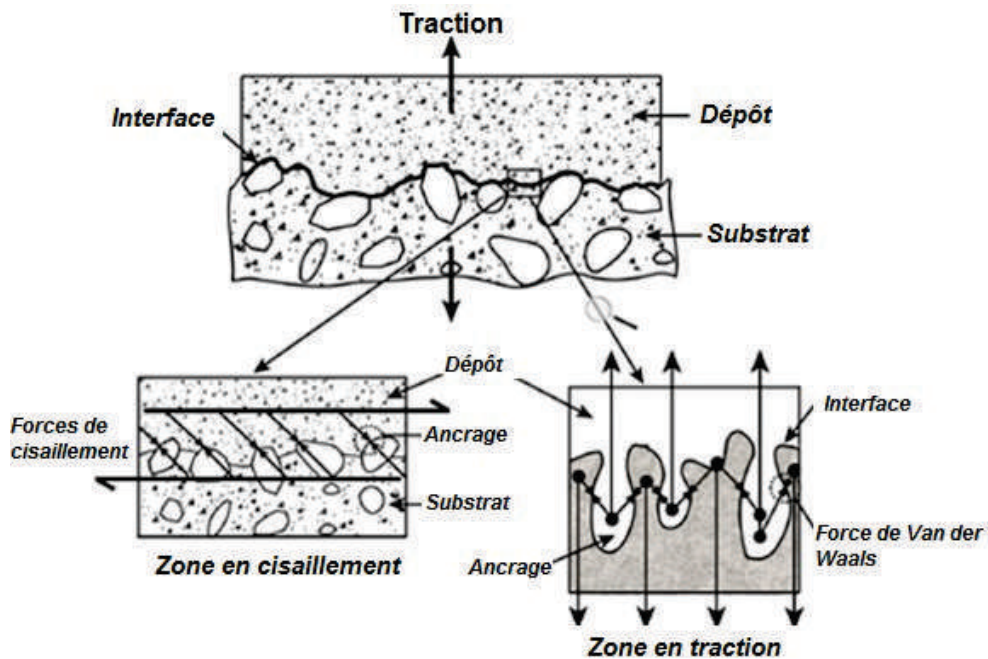


Figure I.29: Contraintes à l'interface pour un effort normal

### **I.3.4.1 Les méthodes purement mécaniques**

Pour quantifier l'adhérence interfaciale, les essais utilisés doivent mesurer une énergie critique de propagation d'une fissure interfaciale, indépendamment des conditions de son amorçage, c'est à dire de sa propagation stable. Des méthodes mécaniques sont utilisées pour la caractérisation absolue de l'adhérence interfaciale d'un système. Il n'existe pas un test d'adhérence standard pour toutes les applications. Trois approches se distinguent généralement.

Les méthodes de traction sollicitent les matériaux selon le mode I principalement tel que la méthode du plot collé (ASTM C-633) et celle du ruban [90]. La valeur d'adhérence correspond ici à la force nécessaire pour l'arrachement d'une surface donnée. Ces essais donnent des valeurs moyennes due à la distribution des contraintes à l'interface fortement hétérogènes localement. Il en résulte la nécessité de faire plusieurs tests pour avoir une mesure reproductible d'autant plus fiable que même l'épaisseur du dépôt joue un rôle dans les mesures (par les contraintes résiduelles) [91].

Les méthodes par cisaillement permettent d'avoir des valeurs d'adhérence en mode II (l'interface est parallèle à l'axe de sollicitation) [92]. Le nombre de fissures transverses (normales à l'interface) peut permettre d'évaluer les contraintes maximales de cisaillement [93].

L'indentation interfaciale permet enfin d'agir directement sur l'interface avec un indenteur Vickers [94]. En mesurant à la fois la charge appliquée et la longueur de la fissure induite, un calcul analytique permet d'obtenir le seuil d'amorçage de la fissure en mode I. L'avantage de cette méthode est de pouvoir localiser l'endommagement sur une zone spécifique [95]. En complément, des essais de flexion quatre points peuvent permettre d'évaluer l'énergie de propagation des fissures à l'interface [96]. Cette méthode nécessite une géométrie d'échantillon spécifique et une entaille pour amorcer la fissure.

Ces méthodes ont une complémentarité sur l'évaluation de l'adhérence d'un système revêtu selon différents modes de rupture. Dans tous les cas, ces essais sont destructifs et limités à des géométries spécifiques.

### **I.3.4.2 Les méthodes non-mécaniques**

En complément des essais précédents, les méthodes ultrasonores sont non destructives. L'émission acoustique est créée par deux lasers de quelques mJ où les énergies lumineuses sont converties en énergies thermique et mécanique. Deux ondes acoustiques vont donc se propager aux travers des matériaux. Il est possible de suivre l'état de l'interface grâce à une sonde interférométrique. La propagation d'onde sera caractéristique de l'état de l'interface, car l'onde ne se propagera pas sur une surface libre. Cette technique est utilisable sur des géométries complexes et permet de remonter rapidement à des défauts de cohésion de l'interface. Une comparaison de zone sans et avec défauts peut donc être réalisée [97].



### I.3.4.3 Les méthodes dynamiques

Afin de pallier aux problèmes de géométries des échantillons, l'adhérence peut être évaluée par la création de contraintes de traction localisée grâce à la propagation d'ondes de choc. Le test d'adhérence par choc laser (LASAT) utilise les effets de propagation d'une onde de choc créée à l'aide d'un laser impulsif de haute énergie et de courte durée (cette onde peut être créée par d'autres moyens comme un impact de balle) [98]. Lorsque l'onde de choc arrive à l'interface, elle est réfléchiée en onde de choc ou en onde de détente en fonction des impédances des milieux de part et d'autre de l'interface et sur une surface libre, l'onde de compression est intégralement convertie en onde de traction. Si l'onde de traction est suffisante, un endommagement du matériau peut alors générer une écaille [99].

L'idée de ce type de test est d'utiliser cette onde de traction pour rompre non plus le matériau mais un point faible ciblé (i.e. l'interface des deux couches). L'onde va se propager dans le substrat puis dans la couche. Lors de la réflexion de l'onde sur la surface libre, une onde de traction va alors être générée et rompre ou non l'interface en fonction de l'énergie et l'adhérence du système. La vitesse de la surface libre est analysée grâce à un interféromètre Doppler (VISAR) et cela peut permettre de déduire l'état de l'interface après le test [100]. Connaissant les conditions de génération de l'onde de choc (durée de l'impulsion laser, énergie) et des paramètres de la cible (nature des matériaux, épaisseurs), l'analyse des signaux de vitesses de la surface libre de la couche permet alors de suivre à chaque tir l'état de l'interface (Figure I.30). Cette dernière détermination couplée à l'analyse post-mortem des échantillons permet d'obtenir une première valeur du seuil d'adhérence en flux laser. Des couplages avec des simulations numériques peuvent permettre d'avoir le niveau de traction à l'interface et donc d'en déduire un niveau quantitatif [101]. De plus, les effets de la rugosité, des inter-métalliques et des fissures peuvent être mis en évidence via ce test [102]. Par contre, les différences d'impédance provoquent sur des surfaces rugueuses des zones en traction amplifiées. Ou alors les zones de traction maximales peuvent se trouver dans le dépôt en fonction de la géométrie et des impédances des deux matériaux [103]. Une optimisation est nécessaire en fonction du système étudié afin de choisir l'outil laser adéquat.



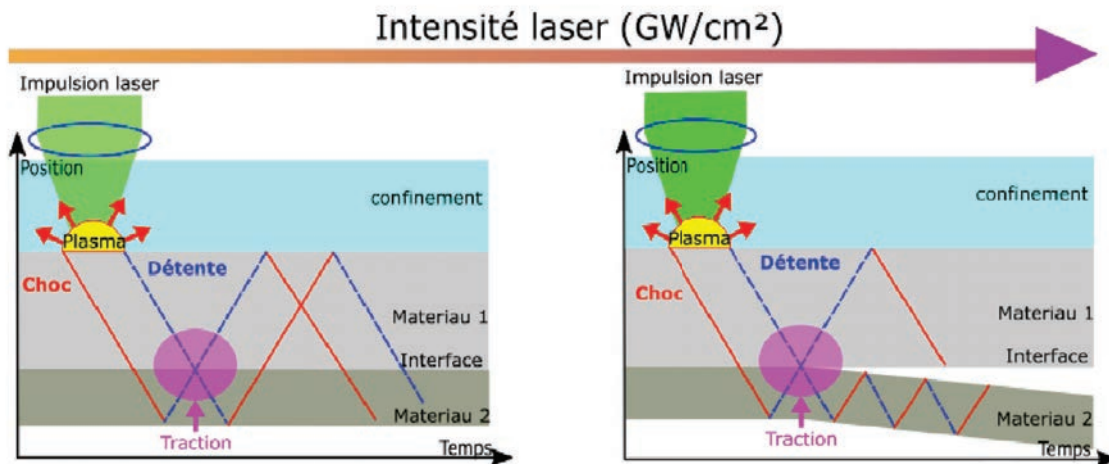


Figure I.30: Schéma d'explication pour l'identification de l'intensité seuil - en dessous de la valeur seuil l'interface sollicitée en traction permet une propagation continue de l'onde, par contre au-delà, une rupture de continuité peut être observée sur les signaux VISAR

### Bilan et Positionnement 2

L'adhésion des revêtements est primordiale pour pouvoir profiter des propriétés initialement attendues sur une longue période de service. Des forces physico-chimiques et mécaniques assurent l'adhérence au niveau de l'interface. En projection thermique, l'adhésion mécanique est majoritaire (particulièrement sur des couples céramiques-métalliques). Afin d'augmenter l'adhérence, des traitements de surface conventionnels sont utilisés pour nettoyer et créer une rugosité en surface du substrat. Néanmoins, des particules peuvent rester bloquées lors du traitement. C'est pourquoi, des outils lasers sont développés dans ce domaine pour bénéficier des effets physicochimiques, thermiques et mécaniques possibles sur la surface.

L'interaction laser-matière étant complexe, il est important d'étudier les phénomènes d'échauffement et d'éjection de matière en extrême surface durant le procédé. La texturation laser a donc été utilisée pour adapter la surface aux particules projetées et pour maximiser l'adhérence des revêtements projetés en créant une topographie contrôlée. Pour ce faire, différents essais (quasi-statiques et dynamiques) peuvent être réalisés afin d'évaluer la tenue de l'interface selon différents modes de chargement et la géométrie du système. Finalement, une analyse des modes de rupture en fonction de la topographie peut permettre d'optimiser l'adhésion par une évaluation des énergies de fissuration interfaciale. L'évolution de la tenue de l'interface selon différents facteurs mécanique et thermique sera analysée pour l'application aéronautique visée.

## I.4 Les mécanismes intrinsèques d'endommagements

Une barrière thermique est un dépôt thermiquement isolant que l'on dépose sur des surfaces métalliques à protéger des conditions extérieures (parties chaudes des turbines à gaz aéronautiques et industrielles) [104]. Il permet par ce biais d'augmenter la durée de vie des composants en les soumettant à une température plus basse (durée de vie d'autant plus importante que les pics de températures locaux ou transitoires sont écrêtés), et/ou d'accroître le rendement moteur et de diminuer le flux de refroidissement. Elles sont généralement présentes sur des pièces métalliques situées dans les parties chaudes des moteurs (aubes de turbine, distributeurs, chambres de combustion, etc.). On parle de "systèmes barrières thermiques", car ils sont composés de plusieurs couches.

Outre la fonction d'isolation thermique, ils ont également une autre fonction annexe : ils doivent protéger la pièce contre l'oxydation et la corrosion à chaud. C'est pourquoi la recherche de ces vingt cinq dernières années a conduit à l'adoption d'un système multicouches pour remplir ces objectifs [105]. Cependant, il n'existe pas de composition universelle de dépôts permettant de satisfaire toutes les conditions rencontrées, et il existe donc un grand nombre de compositions et de morphologies différentes [106]. Une première couche en céramique (aussi appelée couche supérieure d'épaisseur d'environ 300  $\mu\text{m}$ ) permet d'optimiser la tolérance thermique du système avec une faible conductivité thermique ( $< 2 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ). Elle doit avoir un coefficient de dilatation thermique le plus proche possible de celui du substrat de façon à limiter les contraintes thermiques. Une deuxième couche, résistante à l'oxydation et à la corrosion à chaud est intercalée entre la couche céramique et le substrat pour le protéger des dégradations qui pourraient être induites par l'agressivité du milieu environnant. Elle doit rester peu contrainte et stable dans le temps, et surtout, doit permettre l'adhésion pour la couche céramique [107].

Entre la sous-couche et la céramique, une fine couche ductile et continue d'oxyde (généralement de l'alumine de quelques centaines de nanomètres après élaboration) se développe lors des expositions à des températures élevées en présence d'air [108]. Elle permet de minimiser les effets de l'oxydation. Afin de favoriser la croissance de cette couche, une étape de pré-oxydation de la sous-couche peut être réalisée avant le dépôt de la céramique. La sous-couche doit donc être riche en éléments aluminifères pour former une couche dense protectrice d'alumine. La Figure I.31 illustre les caractéristiques nécessaires pour une barrière thermique.

Les systèmes barrières thermiques sont utilisés dans différents environnements, correspondant à des applications particulières. Dans les moteurs diesel, les cycles sont très brefs, de l'ordre de  $10^{-2}$  seconde, avec des températures maximales d'environ  $500^\circ\text{C}$ . En revanche, les turbines terrestres utilisées pour la production d'énergie, doivent supporter des températures de  $900$  à  $1100^\circ\text{C}$ , sur des cycles de plusieurs semaines, voire plusieurs mois. Enfin, les réacteurs aéronautiques doivent endurer des températures encore plus élevées (environ  $900$ - $1100^\circ\text{C}$  pour les moteurs civils, et des pics à  $1100$ - $1400^\circ\text{C}$  pour les militaires), pendant des cycles de quelques dizaines de minutes à plusieurs heures. Dans les moteurs aéronautiques, on distingue deux cas différents :

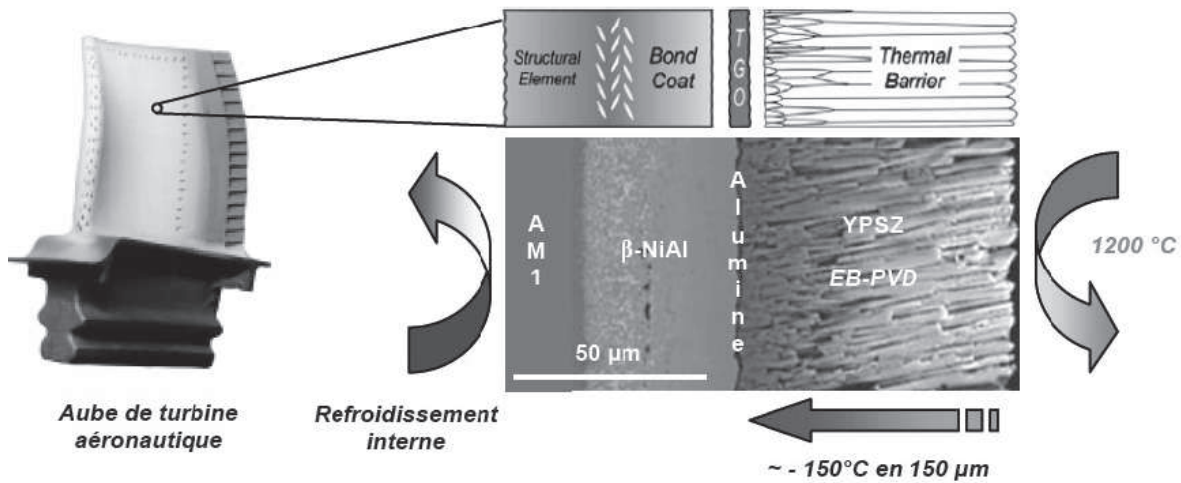


Figure I.31: Système barrière thermique typique pour application barrière thermique [109]

- les parties tournantes, et tout particulièrement les aubes de turbine, au niveau desquelles la masse apportée par la barrière thermique doit être la plus réduite possible afin de limiter les charges dues à la force centrifuge. De tels dépôts sont réalisés par Electron Beam - Phase Vapor Deposition (EB-PVD), et ont généralement une épaisseur de l'ordre de 200  $\mu\text{m}$  (composée de zircone yttrée). La protection thermique permet de réduire d'environ 100 à 150°C la température vue par la pièce ;
- les parties fixes, tels les distributeurs, les segments et les chambres de combustion, n'ont en revanche pas de limite d'épaisseur. Cependant, les barrières thermiques appliquées excèdent rarement les 500  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Elles sont appliquées par projection thermique atmosphérique (APS), et permettent ainsi une diminution de la température de la pièce d'environ 200°C (jusqu'à 300°C pour des barrières thermiques épaisses de plus d'un millimètre).

#### I.4.1 La couche céramique

La zircone est souvent utilisée pour des applications de barrières thermiques ainsi que de protection contre l'usure [110]. Elle présente un haut point de fusion (2680°C), un coefficient de dilatation thermique important pour une céramique ( $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour la phase monoclinique,  $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour la tétragonale pour le matériau massif) et une faible conductivité thermique (1,7 et 2,1  $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ , respectivement à 1100 et 1300°C pour la phase tétragonale). Elle est caractérisée par trois phases allotropiques : monoclinique jusqu'à environ 1100°C, tétragonale (ou quadratique) de 1100°C à 2370°C et enfin cubique jusqu'à la température de fusion. Au refroidissement, la transformation de phase tétragonale - monoclinique vers 900°C est de type martensitique, et s'accompagne d'un changement de volume conséquent de l'ordre de 4 à 6%, ce qui peut être très dommageable pour les dépôts.

Afin de palier à ce problème, une façon de limiter cette transformation peut consister à stabiliser totalement ou partiellement la phase tétragonale par ajout d'yttrine  $Y_2O_3$  de façon à former une solution solide de substitution avec la zircon (YSZ). La présence d'un élément stabilisant permet la formation de la phase  $t'$ , phase tétragonale mais non transformable [111]. Ainsi, la microstructure de la zircon n'évolue pas à hautes températures et ne crée ainsi pas de contraintes liés aux changements de phases. Cependant, en raison du coût très élevé de l'yttrine (environ dix fois plus cher que la zircon) cette solution n'est réservée qu'à quelques utilisations très particulières. De façon conventionnelle, la couche supérieure des systèmes barrières thermiques des turbines terrestres et aéronautiques est majoritairement constituée de zircon partiellement stabilisée à l'yttrine (7-8% en masse).

Cette phase est dite non transformable car elle peut être cyclée thermiquement sans que la transformation tétragonale en monoclinique survienne. Cependant, lors de long maintiens au-dessus de  $1100^\circ C$ , cette phase se transforme progressivement, par diffusion, en un mélange de phase quadratique (pauvre en Y) et cubique (riche en Y) en accord avec le diagramme de phases [112]. On considère en général que la présence de phase tétragonale est néfaste car elle peut se transformer au refroidissement en phase monoclinique et la transformation s'accompagne d'une variation de volume importante qui peut entraîner la ruine du revêtement [5].

Actuellement, deux techniques principales sont utilisées industriellement pour déposer la barrière thermique. Il s'agit de la projection APS et de dépôt EB-PVD. Les microstructures des revêtements obtenus sont spécifiques à chacun des procédés, ce qui engendre des différences en termes de propriétés thermomécaniques [113]. Par projection plasma, une morphologie lamellaire apparaît compte tenu des modes de construction (formation de lamelles) du revêtement complétées de nombreux défauts (pores, microfissures). Ce type de revêtement a donc l'avantage, de par sa structure et sa porosité, de posséder une faible conductivité thermique (environ  $0.8 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) [114]. En revanche, il présente une durée de vie limitée [115]. C'est pourquoi, la projection plasma est surtout utilisée pour les éléments composant la chambre de combustion : cette dernière est soumise à de hautes températures, mais ne subit pas de contraintes mécaniques trop importantes.

Inversement, le dépôt en phase vapeur utilise un faisceau d'électrons pour vaporiser le matériau à déposer qui vient se condenser sur le substrat après réaction avec un gaz environnant. De fait, le revêtement obtenu par EB-PVD présente une morphologie colonnaire avec les colonnes agencées parallèlement les unes aux autres et perpendiculaires au substrat [116]. Ce revêtement présente une bonne durée de vie, d'une part grâce à sa microstructure, qui accommode les dilatations thermiques du substrat, et d'autre part grâce à sa résistance à l'érosion, qui est plus élevée que celle des dépôts obtenus par projection plasma. Cependant, la conductivité thermique des revêtements EBPVD est plus élevée ( $1.1 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) [117] compte tenu de la porosité colonnaire qui les caractérise (Figure I.32). De plus, le temps d'élaboration est beaucoup plus long que par projection thermique.

Pour bénéficier des principales caractéristiques des dépôts élaborés, conductivité thermique faible et bonne accommodation thermomécanique, de nouvelles techniques de pro-

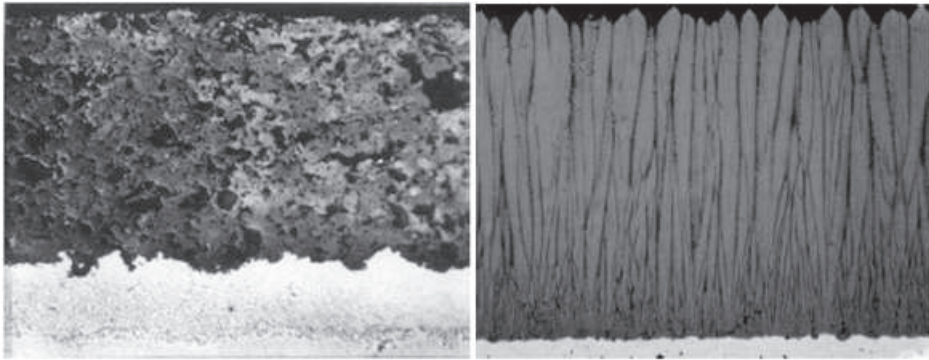


Figure I.32: Structure de revêtement YSZ APS et EB-PVD [118]

jection ont vu le jour telle que la projection de suspension (SPS) ou encore des dépôts en phase vapeur assistés par projection thermique plasma (PS-PVD, LPPS). Les techniques SPS ont pu montrer des lors de bons résultats de durée de vie [119]. Une structure quasi-colonnaire et des nano-pores peuvent ainsi être contrôlés en fonction des paramètres du procédé (jusqu'à 30% de porosité) [120]. En complément, les revêtements PS-PVD permettent aussi d'obtenir des dépôts colonnaires proches des dépôts EB-PVD mais avec des temps de traitement plus rapides [121]. Des conductivités thermiques de  $0.7 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  peuvent être atteintes par ce procédé. Ces nouvelles structures sont des solutions alternatives pour pallier aux désavantages des deux traitements conventionnels.

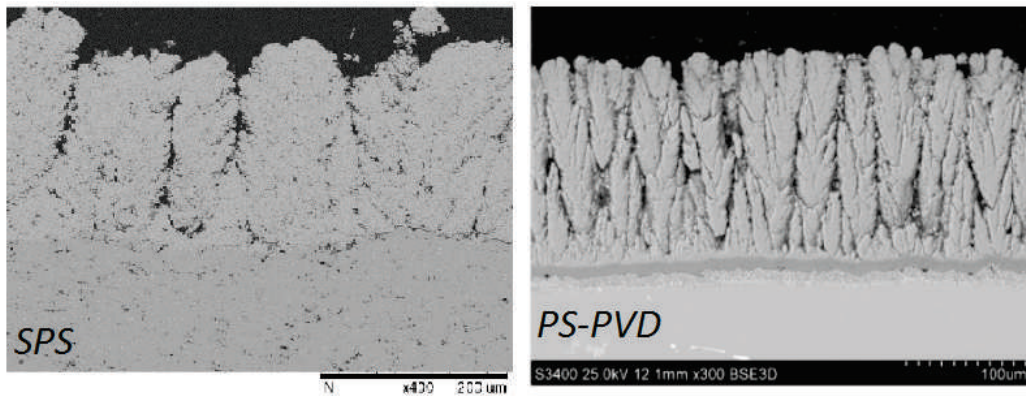


Figure I.33: Structure de revêtement YSZ par SPS et PS-PVD [119][121]

#### I.4.2 La sous-couche

Placée à l'interface entre le substrat et la céramique, cette sous-couche sert principalement d'intermédiaire entre les deux matériaux compte tenu de la différence de coefficients de dilatation thermique [122]. De plus, elle sert de réservoir d'éléments de nickel, de chrome et d'aluminium pour assurer une bonne protection environnementale. Elle protège donc le substrat de l'oxydation. L'aluminium présent dans la sous-couche est consommé par l'oxygène diffusant dans la couche de zircono pour former de l'alumine [108].



Afin de favoriser la formation d'une couche d'oxyde dense et protectrice, la sous-couche doit être la plus uniforme possible. Deux compositions principales sont utilisées industriellement. On distingue :

- un alliage MCrAlY, où  $M = \text{Ni}$  et/ou  $\text{Co}$ , généralement obtenu par projection thermique, ou, si le cahier des charges l'impose, par projection sous pression partielle et/ou sous atmosphère contrôlée [123] ou bien encore par co-déposition électrolytique [124]. La composition exacte de l'alliage est un compromis entre la meilleure résistance à l'oxydation, à la diffusion et stabilité structurale, garantissant ainsi la plus grande durée de vie à la pièce ;
- un dépôt d'aluminiure ou d'aluminiure de nickel ou modifié platine, est obtenu par immersion dans un mélange de poudres (le pack), le tout se trouvant au sein d'une enceinte sous atmosphère protectrice pour éviter l'oxydation. La source en aluminium, un halogénure jouant le rôle d'activateur et une poudre inerte (généralement de l'alumine) constituent le mélange de poudres. A haute température, l'activateur se volatilise et réagit avec la source pour produire des halogénures d'aluminium gazeux qui diffusent à travers le pack en direction des substrats. Ces derniers se décomposent à la surface des pièces et libèrent l'aluminium qui réagit avec le substrat pour former l'aluminiure de nickel. La poudre inerte assure le support des pièces tout en fournissant un chemin de diffusion poreux aux halogénures gazeux [125].

Dans les deux cas, le dépôt est suivi d'une étape d'oxydation superficielle afin de former la couche d'alumine d'une épaisseur contrôlée. De plus, une zone d'interdiffusion est créée entre la sous-couche et le substrat. Dans le cas NiAl-Pt, à l'état de réception, une zone d'interdiffusion (constitué d'une matrice  $\beta$  et de précipités riches en éléments réfractaires) et une zone externe (constitué de  $\beta$ -NiAl modifié platine) sont identifiées. La durée de vie de la barrière thermique est plus généralement étendue avec une sous-couche Al-Pt qu'avec une sous-couche MCrAlY [126]. En fonction du type de microstructure de la sous-couche [127] et même de la nature du substrat [128], les oxydes formés et la durée de vie seront bien différents. Les mécanismes de croissance d'oxyde et de diffusion sont en effet très sensibles à la microstructure, à la composition chimique et aux températures vues en service. Une étude spécifique se doit donc d'être menée sur cette dernière.

### I.4.3 La couche d'oxydes interfaciale

Cette couche, entre la céramique et la sous-couche, est composée principalement d'alumine  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  formée à partir de  $900^\circ\text{C}$  par l'oxydation de l'aluminium présent dans la sous-couche qui a diffusé jusqu'à l'interface sous-couche/céramique [129]. Des couches de composition non régulière peuvent aussi être observées comme des couches de chromines  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , des spinelles  $\text{Ni}(\text{Cr},\text{Al})_2\text{O}_4$ , des oxydes de titane  $\text{TiO}$  [108]. Le type d'oxyde formé est donc fonction de la microstructure de la sous-couche, de la composition chimique et de la température (et du temps) [130].

La couche d'oxyde sert de barrière à la diffusion de l'oxygène. Afin de réduire au maximum l'oxydation, l'alumine doit être de préférence sous forme  $\alpha$  compte tenu de son faible coefficient de diffusion de l'oxygène [131]. Si durant les premières heures d'oxydation les alumines de transition se forment en priorité, lorsque l'épaisseur de l'oxyde atteint environ quelques centaines de nanomètre, l'alumine se transforme alors en phase  $\alpha$  pour retourner vers son état thermodynamiquement le plus stable (Figure I.34) [132]. La croissance de cette couche joue un rôle principal dans la durée de vie des systèmes barrières thermiques.

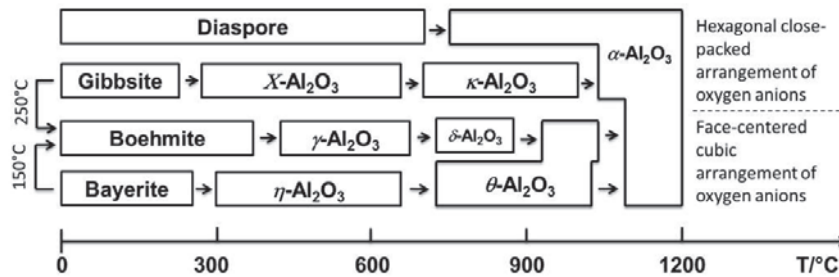


Figure I.34: Transformation des phases d'alumine en fonction de la température [133]

#### I.4.4 Le substrat

Finalement, la nature du substrat dépend des applications envisagées. On retrouve des aciers inoxydables et des alliages base nickel pour les parties chaudes des turbines terrestres, et des superalliages base nickel pour les turbines aéronautiques. Plus les températures de travail sont élevées, et plus le substrat devra avoir une résistance au fluage élevée. C'est pourquoi, dans les moteurs d'avion, on retrouve des superalliages base nickel monogranulaires. L'AM1 est un superalliage à base de nickel monogranulaire dont la microstructure et la composition chimique assurent d'excellentes propriétés mécaniques comme la résistance au fluage à haute température [134]. Les pièces sont élaborées par solidification dirigée selon la méthode de Bridgman. La structure biphasée de l'AM1 composée d'une matrice austénitique  $\gamma$  et d'une phase cuboïdale précipitée  $\gamma'$  est alors obtenue par traitements thermique successifs [135]. La forme des précipités ainsi que leur taille (0.4 à 0.5  $\mu\text{m}$ ) et leur répartition ont été optimisées afin d'obtenir une tenue importante au fluage en traction et en fatigue selon la direction  $\langle 001 \rangle$  (Figure I.35) [136].

Malgré que les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  cristallisent dans le même réseau cubique face centrée, leur paramètre de maille est sensiblement différent. Ainsi lorsque le superalliage est déformé, la mobilité des dislocations présentes est diminuée par ces contraintes de cohérence qui forment des obstacles à leurs déplacements car celles-ci doivent soit les cisailer soit les contourner selon le mécanisme d'Orowan [137]. La différence de paramètres de mailles  $\gamma/\gamma'$  est associée à l'origine de fortes contraintes internes thermoélastiques qui gouvernent les évolutions de la microstructure de précipitation à chaud, notamment lors du fluage [138].

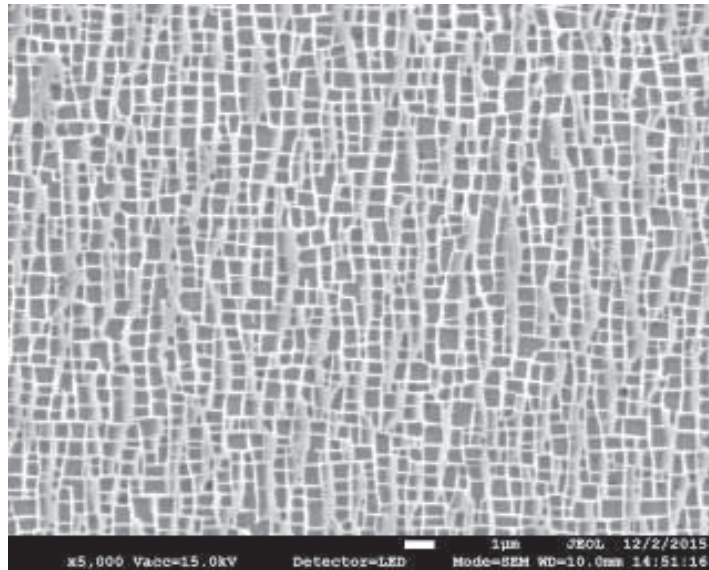


Figure I.35: Structure biphasée  $\gamma$ - $\gamma'$  du superalliage base nickel AM1 -  $\gamma$  en gris foncé

#### I.4.5 Les mécanismes d'endommagements des systèmes barrière thermiques

Suivant les conditions d'utilisation moteur, les systèmes barrières thermiques sont soumis à des cycles thermo-mécaniques complexes [139]. Ainsi des essais spécifiques sous certaines conditions permettent d'isoler des mécanismes d'endommagements et d'identifier les paramètres gouvernant l'endommagement. On peut isoler ainsi les mécanismes principaux d'endommagements : extrinsèques et intrinsèques (Figure I.36). La catégorie extrinsèque se caractérise par des endommagements par l'impact d'éléments extérieurs solides ou fondus. La catégorie intrinsèque correspond aux différences de propriétés thermomécaniques des différentes couches entraînant trois mécanismes principaux : la fissuration transverse du dépôt céramique, la déformation de l'interface durant les cycles thermiques et la fissuration de la sous-couche en fatigue thermomécanique. Beaucoup d'études ont été menées pour comprendre les phénomènes de dégradation que ce soit au niveau des matériaux utilisés, de la topographie de l'interface et des procédés de projection utilisés [140]. Les différents modes de délamination de chaque couche et interface sont donc analysés.

##### I.4.5.1 Les endommagements associés à la nature de l'environnement

L'environnement extérieur peut contenir des éléments néfastes pour les réacteurs d'avions. Par exemple, des particules peuvent être ingérées par le moteur. Elles peuvent conduire à l'érosion du revêtement céramique. Une augmentation de la température dans les couches internes peut alors apparaître et accélérer les mécanismes d'endommagements. Ou alors, lors des impacts, elles créent des déformations de la céramique et de la sous-couche pouvant créer des fissures transverses jusqu'à l'interface [142].

De plus, d'autres éléments extérieurs, constitués de CaO, MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et SiO<sub>2</sub> (CMAS),



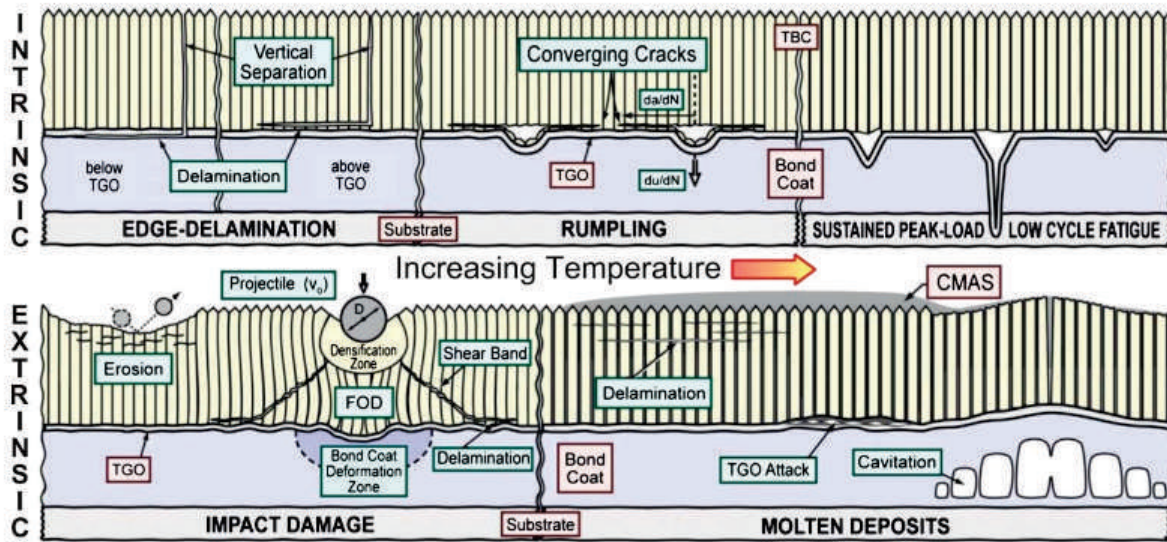


Figure I.36: Différents mécanismes de détérioration des systèmes barrières thermiques - des modes intrinsèques sont gouvernés par les différences de propriétés entre les différentes couches et des modes extrinsèques sont liés à des facteurs externes [141]

peuvent aussi être présents dans le flux d'air chaud et s'infiltrer dans la céramique (cendres volcaniques par exemple). De telles particules fondues peuvent s'infiltrer facilement au sein des porosités (fissures, espaces inter colonnaires, ...) de la barrière thermique (Figure I.37), puis se solidifier lors du refroidissement du moteur [141]. En plus de l'attaque chimique que ces dépôts engendrent [143], une densification et une rigidification de l'ensemble peut alors se créer (évolution du module d'Young d'une trentaine de GPa) [141]. Les systèmes barrières thermiques utilisés se doivent donc d'être analysés dans ces conditions spécifiques de vol.

#### I.4.5.2 Les endommagements intrinsèques de la couche externe

Les mécanismes intrinsèques d'endommagements sont rarement isolés. Pour une facilité de compréhension, ils peuvent être divisés par couche et par interface.

La dégradation principale de la couche externe est le frittage de la céramique à haute température qui entraîne une augmentation de son module de Young et une augmentation de la conductivité thermique [144]. L'énergie élastique emmagasinée lors des cyclages thermiques se révèle néfaste pour l'intégrité du système [145]. Dans le cas de dépôts APS, les variations de températures peuvent générer des fissures aux abords de l'interface via les fissures et porosités de fabrication [146]. Elles se propagent donc et coalescent pouvant engendrer la détérioration du système [147]. La structure lamellaire ne permet pas ici d'accommoder les déformations en comparaison à la structure colonnaire des dépôts EB-PVD.

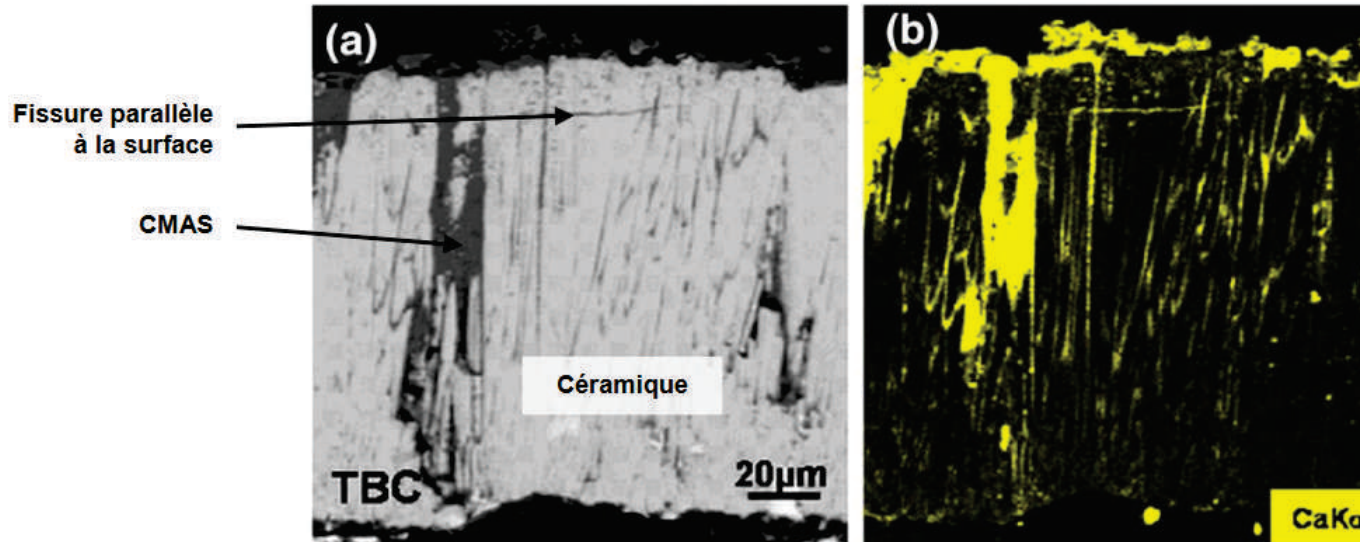


Figure I.37: Observation de dégradation extrinsèque (CMAS) de la céramique sur une aube de retour de vol [143]

### I.4.5.3 Les endommagements de la couche d'oxydes

Il a été montré que les systèmes barrières thermiques périclitent par écaillage de la couche céramique dès qu'une épaisseur critique d'oxyde interfaciale est atteinte [148]. Il est généralement considéré qu'au-delà de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur de TGO, un écaillage est systématiquement obtenu pour un système EB-PVD [149]. Le critère à remplir est donc la croissance lente d'une couche stable et dense d'oxyde afin de limiter la diffusion et augmenter la résistance à ce mode d'endommagement. La croissance d'une couche d'oxyde interfaciale céramique/sous-couche peut être déterminée avec la fonction suivante :

$$\Delta^n = k_p t \quad (\text{I.15})$$

où  $\Delta$  est la prise de masse par unité de surface ( $\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$ ),  $t$  est le temps d'exposition (s),  $k_p$  la cinétique de croissance et  $n$  l'exposant de vitesse.

Si la couche est protectrice, stable et adhérente, la valeur de  $n$  est proche de 2 (une prise de masse parabolique). L'évaluation de la cinétique d'oxydation est donc importante par des techniques précises de prise de masse à haute température. De plus, la croissance de l'oxyde crée des contraintes en son sein. Dans le cas de l'alumine  $\alpha$ , qui croît par diffusion anionique et cationique avec des court-circuits aux joints de grains, c'est la croissance latérale de l'oxyde qui joue un rôle prépondérant [150][151][152]. Une approche (Pilling and Bedworth) peut être utilisée afin de définir un ratio :

$$PBR_{\text{metal}} = \frac{\text{Volume de l'oxyde}}{\text{Volume du metal}} \quad (\text{I.16})$$

Pour garantir une couche continue, la valeur doit être supérieure à 1. Cette valeur peut permettre d'évaluer les contraintes de compression latérales dans la couche d'oxydes.

Par exemple, dans le cas de métaux purs, le PBR vaut 1.65 pour du nickel, 1.28 pour de l'aluminium et 2.07 pour du chrome alors que pour des alliages il vaut 1.75 pour  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , 1.65 pour  $\text{NiAl}$  et 1.55 pour  $\text{NiAl}_3$  et les oxydes vont être de type  $\text{NiO}$ ,  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$  respectivement. Le niveau de contraintes induit au sein des oxydes est donc fortement conditionné par le choix du matériau.

L'oxydation de la couche de liaison engendre donc des contraintes de croissance (de compression) dans la couche d'alumine interfaciale [150]. De plus, la distribution des contraintes proche de la TGO est fonction de l'ondulation de l'interface (pics et vallées). Des contraintes aux interfaces vont donc évoluer avec le type d'oxydes et l'épaisseur de la couche d'oxydes (Figure I.38) [153].

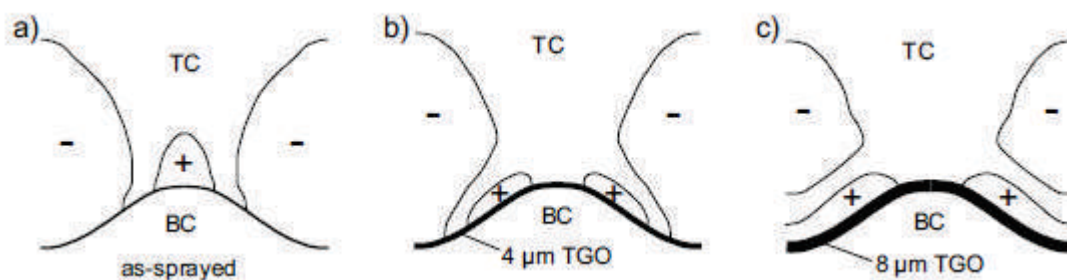


Figure I.38: Evolution des contraintes hors plan (verticales) durant la croissance de l'oxyde [153]

Mais d'autres mécanismes peuvent aussi provoquer la génération de contraintes dans la couche d'oxydes [154][155]. Par exemple, lors de sollicitations à hautes températures, des transformations de phases peuvent créer des contraintes internes associées à des changements de volumes [156]. De même, la croissance d'oxydes peut être irrégulière (entraînée par des éléments réactifs) et créer ainsi des variations de contraintes localement.

Ils existent trois accommodations possibles des contraintes de compression dans la couche d'oxyde : cloquage, fissuration de la couche d'oxyde et déformation plastique de la sous-couche (Figure I.39) [157]. Ainsi lors des cyclages thermiques avec de forts gradients thermiques, les contraintes créées peuvent engendrer la fissuration partielle de la couche d'oxydes et de la céramique [158]. Généralement, les contraintes dans la couche d'oxyde se dissipent dans les couches environnantes [159].

Même si les larges gradients de température dominent les effets d'endommagements aux interfaces et le temps de maintien à hautes températures conditionne la fragilisation de l'oxyde et de la couche céramique [146], les cycles thermiques peuvent généralement entraîner l'évolution de l'interface et de la microstructure de la sous-couche. Elle tend à devenir très ductile au-delà de  $600^\circ\text{C}$  (température de transition ductile-fragile) [160].

Un système de ressort proportionnel aux modules d'élasticité des différents matériaux (voir Figure I.40) peut schématiser le comportement du système barrières thermiques en cyclage thermique [161]. Les ressorts sont couplés aux parties hautes et basses des

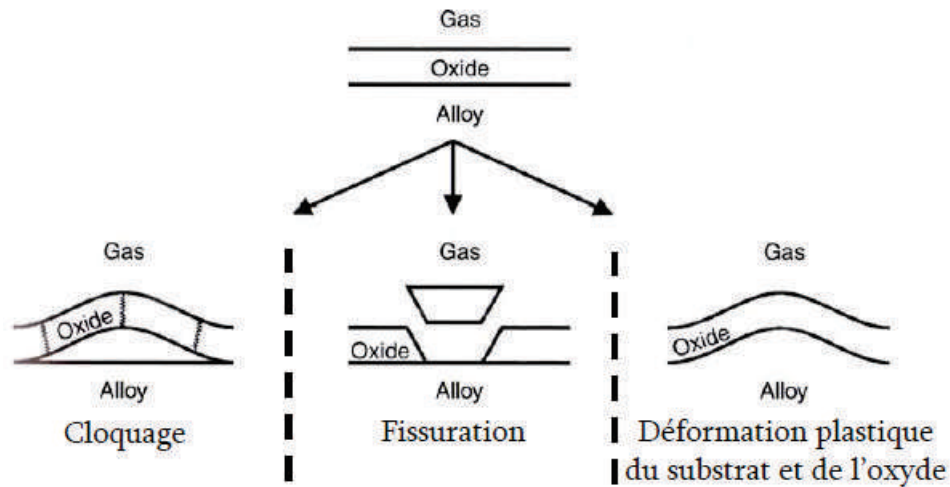


Figure I.39: Accommodations possibles des contraintes de compression dans la couche d'oxyde [157]

différentes interfaces et accommodent alors les différentes réponses des matériaux :

- a) lors du chauffage, les contraintes peuvent complètement se relaxer avec des déformations de la sous-couche qui se durcit lors du refroidissement. Comme la sous-couche a un module d'élasticité plus faible que la céramique, elle va se déformer. Il en résulte que la céramique est en compression dans les parties convexes et en traction dans les parties concaves ;
- b) en présence d'une couche d'oxydes non-déformable, les contraintes ne sont pas nulles (traction) à la fin du chauffage et augmentent fortement lors du refroidissement.
- c) dans le cas d'une couche d'oxydes accommodante, les effets de la dilatation thermique sont annulés et le système reste sans contraintes durant le chauffage. Lors du refroidissement, comme la couche d'oxydes a la plus faible constante élastique, elle écrante la zircone complètement des déplacements ayant lieu dans la sous-couche. Les contraintes générées proviennent donc des déformations de la couche d'oxydes par cisaillement.
- d) avec une épaisseur plus importante de la couche d'oxydes, le système est de nouveau libre de contraintes après le chauffage. La couche d'oxyde épaisse écrante donc à nouveau la sous-couche et la céramique l'une de l'autre lors du refroidissement. La couche d'oxydes présente donc un niveau de contraintes qui lui est propre.

Ainsi la rugosité de l'interface évolue par les contraintes de croissance d'oxyde par déformation plastique lors des cycles thermiques [162]. Les zones concaves et convexes s'agrandissent au fur et à mesure jusqu'à des contraintes critiques où des fissures s'initient. Les fissures émergent à partir des phénomènes de glissement (de déformation plastique) et de croissance de la couche d'oxyde durant les cycles thermiques (Figure I.41).



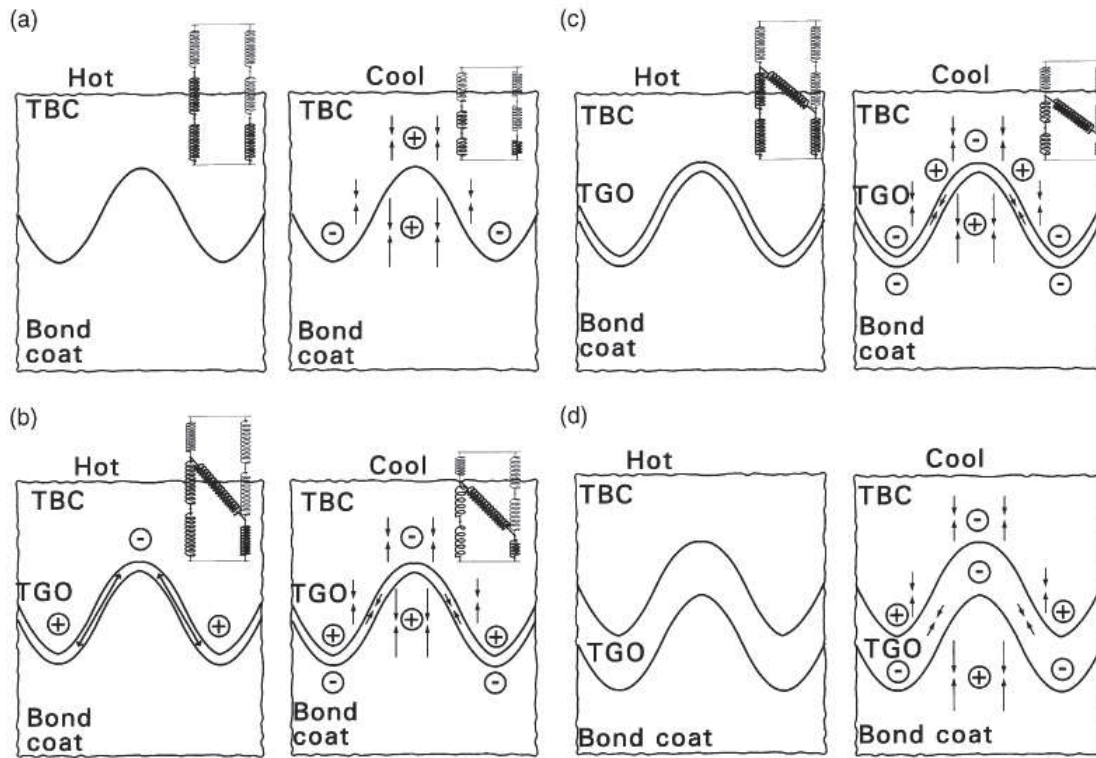


Figure I.40: Contraintes locales lors de cyclages thermiques dans un système barrière thermique APS suivant le comportement et l'épaisseur de la couche d'oxydes [161]

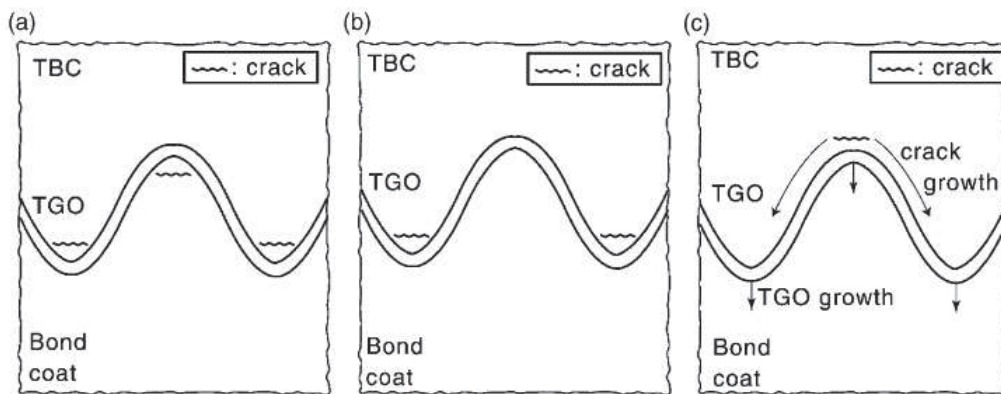


Figure I.41: Schéma des différents scénarios de rupture il y a déformation de la couche d'oxyde est important : a) pour un refroidissement rapide b) pour un refroidissement lent ; et si non c) la rupture est causée par les contraintes thermiques [161]

Dans le cas des dépôts de barrière thermique par APS, la structure lamellaire du dépôt induit une porosité à l'interface zircone/TGO non négligeable [163] qui prédispose des modes de fissuration spécifiques en cyclage thermique [155]. La Figure I.42 schématise les quatre modes de fissuration [164]. Des fissures peuvent s'initier aux interface (mode I : interface TGO/sous-couche ou mode II : interface TGO/YSZ), dans le dépôt céramique

(mode III) ou encore dans la couche d'oxydes. Elles peuvent se propager différentes interfaces [122].

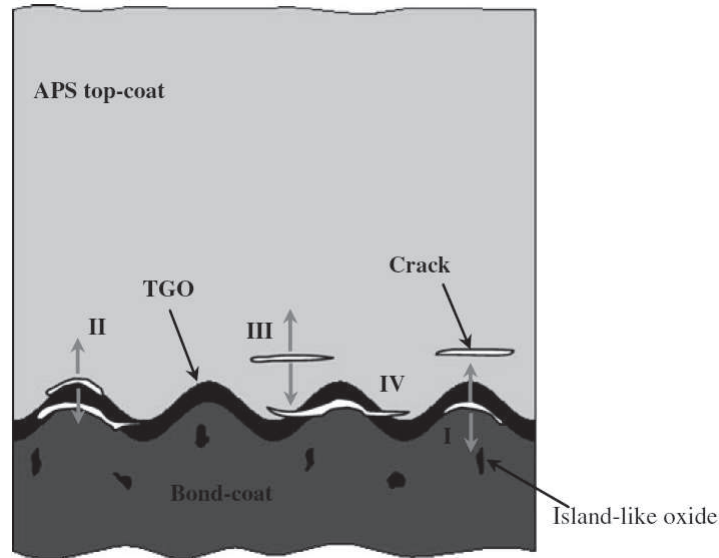


Figure I.42: Représentation des modes de dégradation céramique/couche d'oxyde [164]

Pour les dépôt EB-PVD, d'autres endommagements (rumpling et ratcheting) lors de cyclages thermiques sont observés [165]. Bien que souvent confondus dans la littérature, ces deux termes désignent des comportements différents. Le rumpling et le ratcheting peuvent être observés respectivement pour des interfaces rugueuses et polies. Les défauts de rugosité entraînent l'amorçage de fissures au-dessus de la zone de dépression (rumpling). Ces fissures croissent et se rejoignent pour créer un réseau de fissures dans la céramique. Inversement, dans le cas de surfaces polies, les imperfections d'éléments vont créer des zones de vide où le réseau de fissures va se propager en dessous de la couche (ratcheting) [165]. L'apparition du rumpling et du ratcheting est donc majoritairement due aux contraintes induites par les diverses transformations de phases dans la sous-couche [166], mais aussi par les différences de coefficients de dilatation thermique entre les couches [167] et par la croissance latérale de la couche d'oxydes [168].

Finalement, l'initiation des fissures est fortement liée au niveau de contraintes présentes au sein du système. Connaissant les mécanismes d'endommagement principaux pour un système donné, ces modes peuvent donc s'accumuler au cours des cycles thermiques jusqu'à une limite de rupture [169].

#### I.4.5.4 Les endommagements de la sous-couche

De tels cycles thermiques peuvent engendrer des évolutions de la composition et les propriétés thermomécaniques de la sous-couche tout comme son interface avec la couche d'oxydes. Les différentes activités chimiques des éléments conduisent à l'activation de mécanismes de diffusion pour la croissance de l'oxyde mais aussi entre la sous-couche et le substrat. Le nickel provenant du substrat diffuse dans la sous-couche, tandis que le

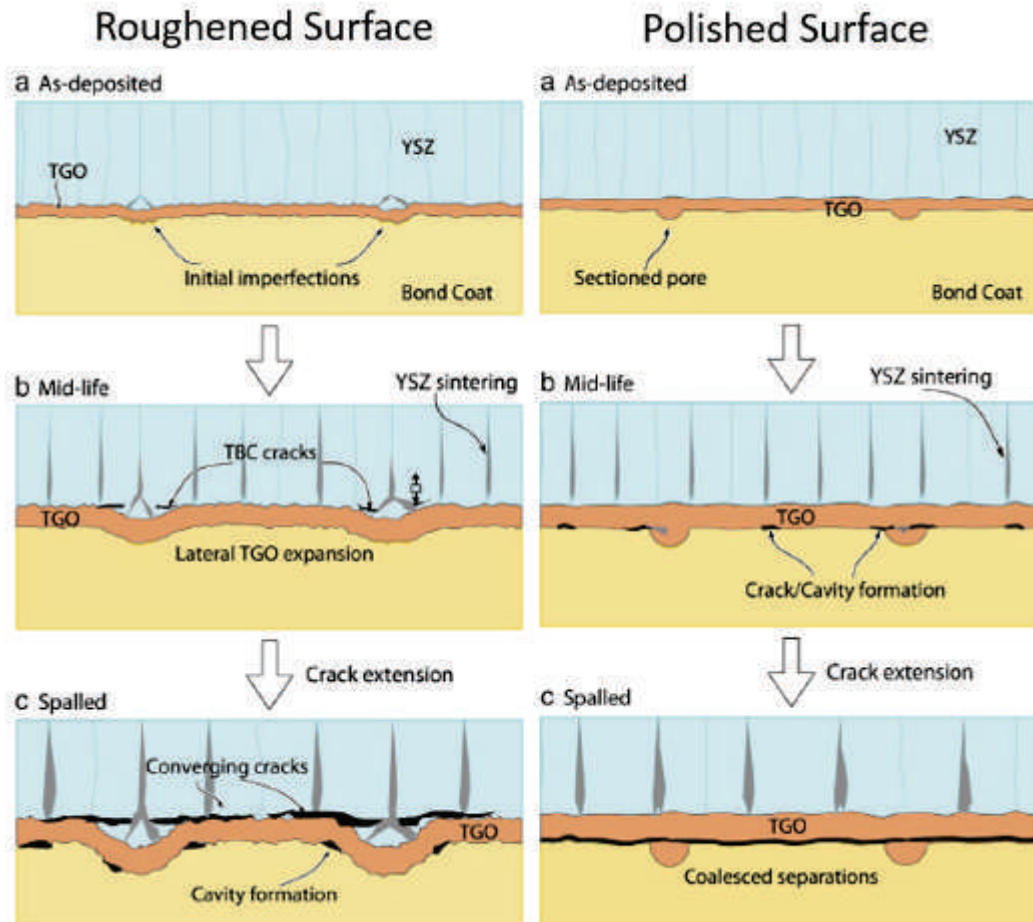


Figure I.43: Schéma de rupture d'un dépôt YSZ sur une sous-couche rugueuse et polie [165]

chrome et l'aluminium de la sous-couche diffusent dans le substrat [170]. Deux zones peuvent alors être identifiées :

- une zone interne correspondant aux phénomènes de diffusion où des phases  $\beta$  se créent avec différentes stœchiométries en fonction du taux d'aluminium présent et pour certains couples,
- une zone de réaction secondaire, contenant des grains recristallisés de par des mécanismes de diffusion et de recristallisation néfastes à la tenue au fluage (selon les superalliages et sous-couches utilisés) (Figure I.44).

De plus, ces phénomènes d'interdiffusion avec le superalliage peuvent induire la transformation de la phase  $\beta$  en phase  $\gamma'$  ou également favoriser une transformation martensitique au cours de refroidissements rapides, ceci provoquant des changements de volumes importants (jusqu'à 2%) [171]. Cependant, Evans [172] affirme que ces transformations jouent un rôle sur l'augmentation de la rugosité de l'interface mais qu'elles ne sont cependant pas critiques, en particulier grâce à de fortes accommodations de la sous-couche à

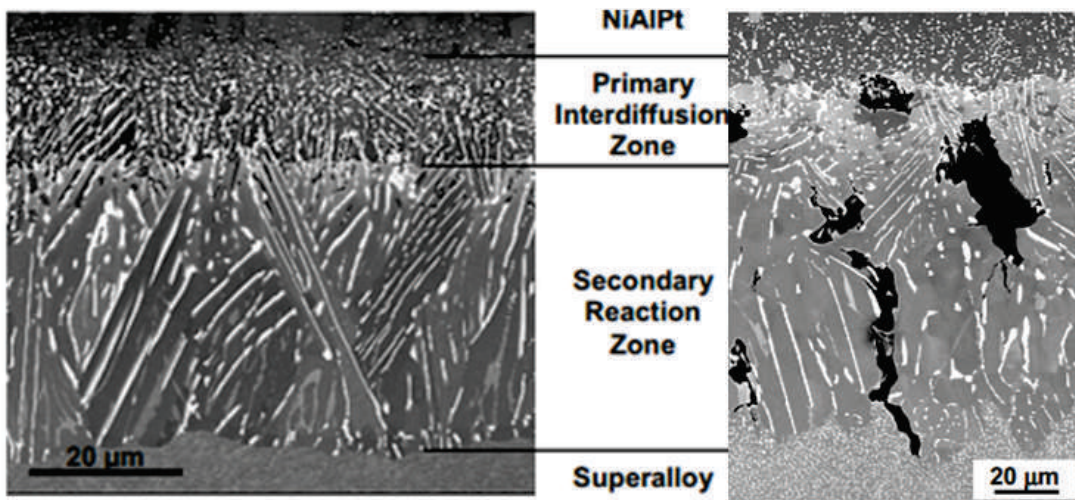


Figure I.44: Zone d'interdiffusion entre un superalliage monogranulaire (MC544) et le revêtement aluminoferré (Aluminiure de Nickel - Platine) et les fissures amorcées aux joints de grains et interfaces de la zone de diffusion lors d'essai de fluage [171]

haute température.

Cependant récemment, Riallant et al. [173] ont montré, lors d'essais de fluage et de fatigue à vitesses de déformation élevées à 950°C, un amorçage de fissures localisé principalement dans la sous-couche à partir des défauts d'élaboration situés à l'interface sous-couche/zone d'inter-diffusion (Figure I.45).

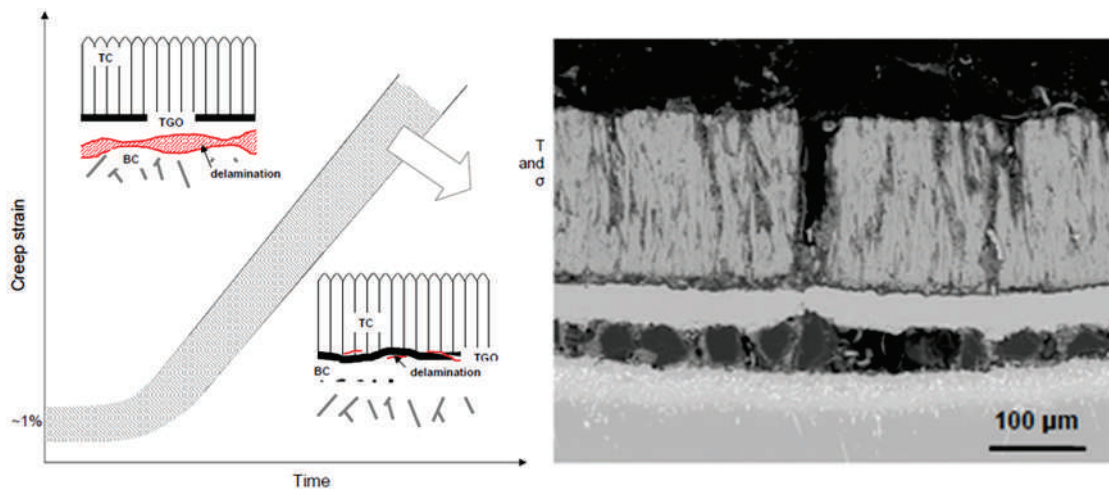


Figure I.45: Illustration des mécanismes d'endommagement durant des sollicitations viscoplastiques du système barrière thermique et une vue d'une rupture à l'interface sous-couche/superalloy [173]

De plus, lors de chargements complexes (fatigue thermomécanique), des mécanismes d'endommagements par des fissures transverses de la sous-couche ont pu être observés



[174]. Le comportement ductile/fragile a ainsi pu être mis en évidence et l'effet d'oxydation n'est donc plus le mode d'endommagement principal sous ce type de sollicitations et la sous-couche devient un élément critique (Figure I.46) [175].

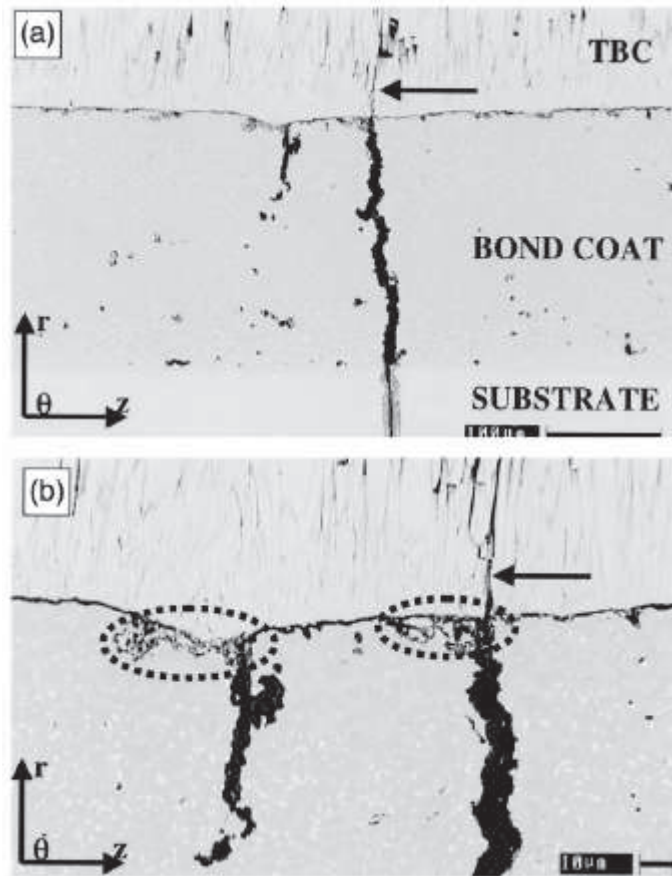


Figure I.46: a) Fissures à travers la sous-couche dans une éprouvette testée pour une forte amplitude de déformation (0,7%) entre 120 et 950°C et b) zoom de la première micrographie [175]

Finalement, de la cavitation a aussi été observée lors de la solidification de CMAS avec les contraintes créées lors du gonflement de la couche externe [141]. Les contraintes générées provoquent donc un endommagement de l'interface sous-couche/superalliage dans le cas de sollicitations thermomécaniques extrêmes.

#### I.4.5.5 Les endommagements du substrat

Sous ces sollicitations, les superalliages utilisés sont monocristallins afin d'assurer de meilleures caractéristiques mécaniques en fluage à haute température comparativement aux superalliages conventionnels équiaxes ou à solidification dirigée. La forme des précipités ainsi que leur taille et leur répartition ont été optimisées pour une tenue en fluage importante dans la direction  $\langle 001 \rangle$  (Figure I.47-A).

Sous l'effet de la température et en particulier au-delà de 850°C, l'AM1 voit sa microstructure se transformer. Initialement, il y a une répartition uniforme des précipités  $\gamma'$  dans une matrice  $\gamma$  (Figure I.47-B). A haute température, lorsque le superalliage est soumis à de fortes sollicitations mécaniques, les précipités  $\gamma'$  coalescent pour former des plaquettes orientées (Figure I.47-C). Ce phénomène est appelé la "mise en radeaux" et perturbe très fortement le déplacement des dislocations. La "mise en radeaux" est un phénomène de coalescence dirigée contrôlée par plusieurs mécanismes dont les contraintes de cohérence. De nombreuses études ont été réalisées sur la répartition des contraintes dans les couloirs de la phase  $\gamma$  ainsi que dans la phase  $\gamma'$  [176]. Ces paramètres sont principalement la fraction volumique de la phase  $\gamma'$ , la taille des précipités mais surtout la taille des couloirs de phase  $\gamma$ . Ces caractéristiques de la microstructure initiale ont donc une grande influence sur l'état des contraintes locales lorsque le matériau est soumis à une contrainte extérieure importante.

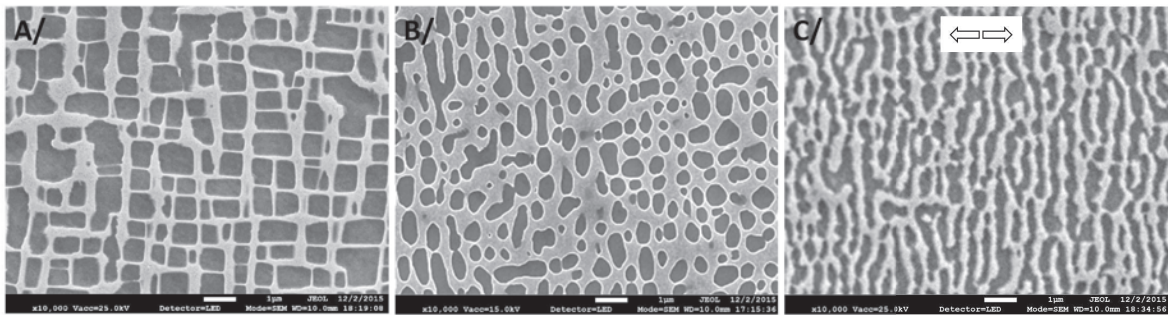


Figure I.47: Microstructure  $\gamma/\gamma'$  de l'AM1 à l'état mise en solution (A), vieilli après 100h à 1100°C (B), et après sollicitation en fluage en traction à 140MPa-1100°C durant 100h (C)

Pour les superalliages base nickel, dans le cas général, deux plages de températures faisant intervenir des mécanismes de plasticité différents peuvent être distinguées : les basses températures (20-650°C), et les hautes températures (au-delà de 950°C environ) [137]. Le comportement mécanique à basse température est peu sensible à la vitesse de déformation. Macroscopiquement, il y a la présence de macro-bandes de glissement. A l'échelle de la microstructure, on constate majoritairement le cisaillement des précipités sur de longues distances. A haute température, on observe une très grande sensibilité à la vitesse de chargement. A l'échelle microscopique, la déformation est localisée dans les couloirs de matrice dans ces conditions [134]. Dans l'application barrières thermiques, le système est soumis à la fois à de hautes températures en vol mais aussi aux basses températures lors des phases d'allumages et d'extinctions des moteurs.

Dans le cas de mécanismes de déformation en fluage et en fatigue à hautes températures, plusieurs études ont été menées pour mettre en évidence l'influence de la morphologie et la taille des précipités sur la durabilité du matériau [135] (Figure I.48). Par exemple, le vieillissement métallurgique du substrat contrôle directement la durée de vie [177]. Il induit un abaissement progressif des propriétés mécaniques du à la création d'un réseau de dislocations aux interfaces  $\gamma/\gamma'$  pour relaxer les contraintes internes de cohérence [178][136].

L'élaboration des superalliages monocristallins se fait par solidification dirigée. Lors du refroidissement, il se produit au cours de la solidification un phénomène de ségrégation, qui donne naissance à deux régions microstructurales : les dendrites et les espaces interdendritiques. Les régions dendritiques et interdendritiques varient en fonction du gradient thermique au niveau du front de solidification et de la vitesse de tirage de l'alliage en fusion. Des pores se forment dans les interdendrites lorsque celles-ci se contractent au moment de leur solidification. De grandes distances interdendritiques conduisent donc à augmenter la porosité, ce qui est néfaste pour la tenue mécanique de l'alliage, les pores constituant des sites préférentiels d'amorçage de l'endommagement.

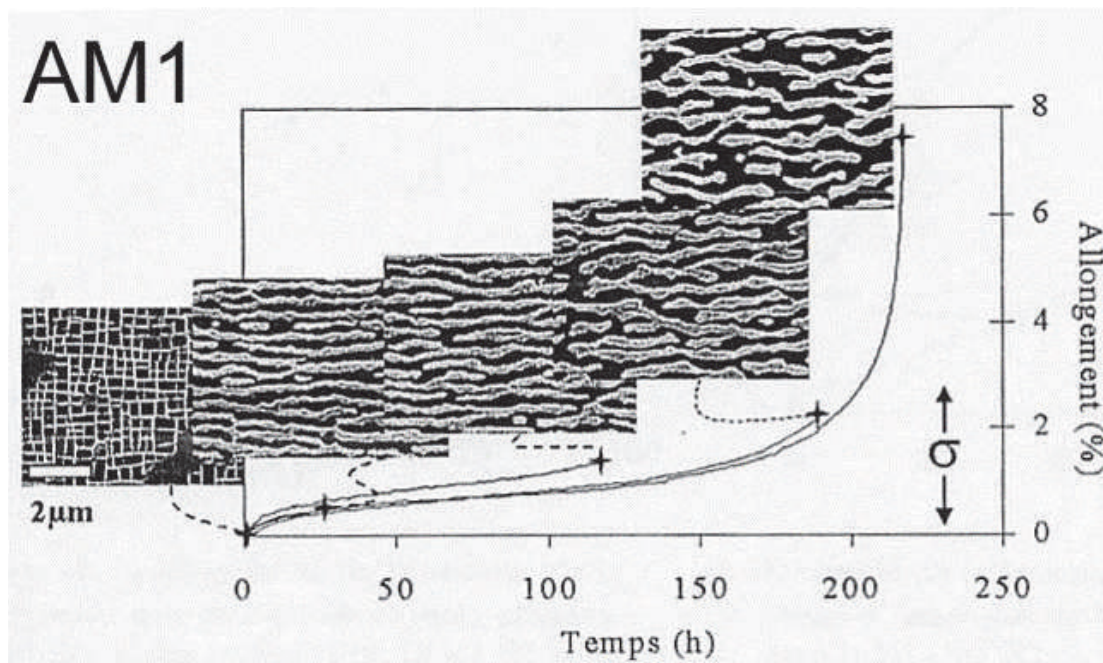


Figure I.48: Mise en radeau en fluage de l'AM1 [179]

Dans sa thèse [180], Fleury s'est intéressé à l'endommagement de l'AM1 standard en fatigue isotherme et anisotherme. Il a notamment montré des comportements particuliers sous sollicitations thermiques cyclées avec un endommagement du matériau rapide aux points de fissures lors de l'exposition à hautes températures.

De plus, certains traitements de surfaces peuvent influencer sur la durée de vie des matériaux par des modifications locales de la microstructure. Par exemple, le sablage d'une surface peut engendrer des dislocations et des zones de recristallisation qui peuvent être préjudiciables lors de sollicitations thermomécaniques [181].

**Bilan et Positionnement 3**

Le système barrière thermique permet de protéger contre l'oxydation et abaisser la température vue par le substrat. Néanmoins, les divers mécanismes d'endommagements peuvent être observés selon le système étudié ainsi que l'environnement de sollicitation. Beaucoup d'études ont été menées pour comprendre les phénomènes menant à la dégradation des couples existant mais de telles approches restent toujours d'actualité compte tenu des fortes évolutions dans le domaine des matériaux et des procédés. La nature et la croissance de la couche d'oxyde joue un rôle principal sur la durée de vie du revêtement céramique. L'endommagement est accentué par l'évolution de l'interface TGO/sous-couche lors de cycle thermique. De plus, les sollicitations thermomécaniques dégradent d'autant plus l'ensemble du système que la sous-couche semble centraliser les mécanismes d'endommagement intrinsèques. L'objectif de cette étude consiste donc à supprimer cette couche et à créer une nouvelle source d'ancrage de la barrière thermique sur le substrat. C'est pourquoi des traitements de surface innovants (texturation laser) sont étudiés pour permettre d'adapter l'interface aux sollicitations interfaciales compte tenu de l'absence de "zone tampon". Une couche d'oxyde continue, dense et protectrice se doit d'être aussi présente.

## **I.5 Conclusion et positionnement**

La projection thermique permet d'améliorer les propriétés de surface d'une pièce face à son environnement grâce à l'élaboration de revêtements spécifiques. Un point limitant subsiste néanmoins : l'adhérence. Le revêtement doit pouvoir résister en effet à des modes d'endommagement intrinsèques et/ou extrinsèques, ce qui nécessite une bonne adhésion sous des trajets de chargement complexes. Pour ce faire, une préparation de surface adaptée s'impose. D'une façon conventionnelle, des procédés de dégraissage et de sablage sont mis en place pour créer un contact intime et une adhésion mécanique entre les deux matériaux mais ils restent limités à certains couples de matériaux et applications. Ces procédés présentent de plus certains désavantages (endommagements, pollution, etc.). C'est pourquoi de nouvelles technologies ont vues le jour, tel que le laser. Elles permettent de favoriser l'adhésion interfaciale grâce à des surfaces adaptées aux contraintes et propres de contaminants. C'est la texturation laser qui a été retenue dans ce travail de thèse afin de bien maîtriser les différents critères morphologiques susceptibles de favoriser l'accroche entre les matériaux. Par une structuration adaptée, l'objectif de ce travail vise à maximiser la surface de contact entre le revêtement et le substrat, à favoriser les mécanismes d'ancrage sans détériorer les propriétés du substrat et à adapter la surface aux sollicitations proches de l'interface durant le cycle de vie du système.

Plus spécifiquement, dans l'application des barrières thermiques, il existe de très nombreux modes d'endommagement, souvent liés à une épaisseur critique d'oxyde. Les endommagements liés aux sollicitations intrinsèques et extrinsèques sont détaillés sur la Figure I.49. Plusieurs études préalables ont été menés afin de comprendre les mécanismes liés à la dégradation de la céramique par des particules externes, les mécanismes d'endommagements intrinsèques en fonction des cycles thermiques et des charges thermomécaniques pour différents systèmes (éléments, microstructure). Lors du refroidissement, l'interface évolue et des contraintes sont créées pouvant mener à une rupture prématurée au niveau de l'oxyde et des interfaces. De plus, sous sollicitations thermomécaniques, elle est parfois responsable de la dégradation du système. C'est pourquoi, il a été envisagé de s'affranchir de la sous-couche pour la remplacer par un traitement de surface par laser. La topographie doit permettre un ancrage mécanique suffisant pour maximiser la durée de vie du revêtement protecteur. Les modes de dégradation lors d'essais d'oxydation isothermes et cycliques ainsi que des essais mécaniques plus ou moins complexes (fluage, fatigue thermomécanique) ont donc été étudiés afin de dégager les possibilités industrielles d'un système barrière thermique sans sous-couche. L'objectif a été d'isoler différents mécanismes d'endommagements pour cette configuration pour discuter d'une stratégie globale et maximiser la durée de vie.



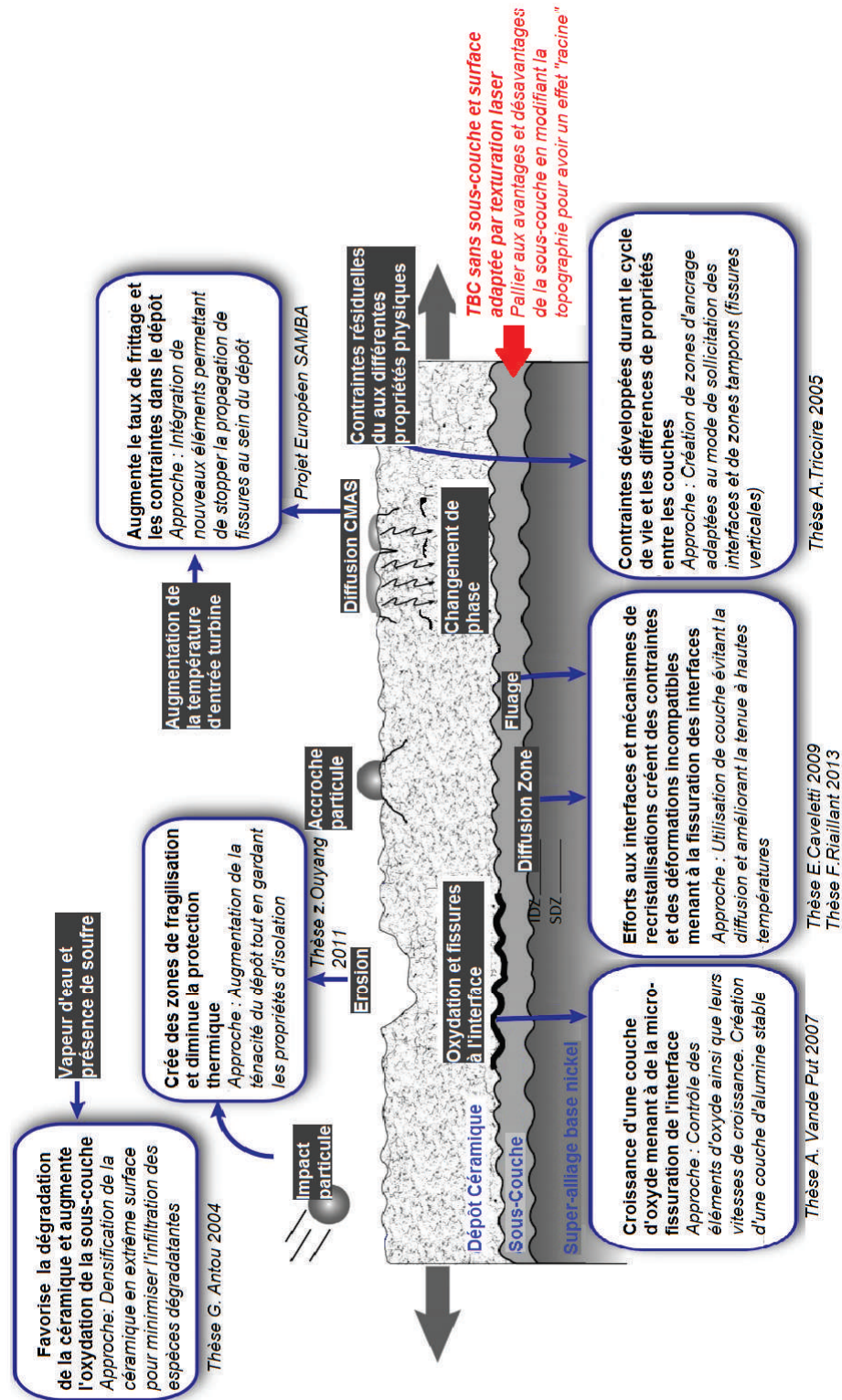


Figure I.49: Dégradations principales des systèmes barrières thermiques et positionnement de la communauté scientifique



# Chapitre II

## Moyens expérimentaux

### II.1 Introduction

Ce chapitre a pour but d'introduire les matériaux et tous les protocoles expérimentaux utilisés au cours de cette étude tant du point de vue des procédés de préparation de surface que de l'élaboration des revêtements et des essais de caractérisation et d'analyse des couples substrats/dépôts. L'objectif est de mettre en place une démarche robuste pour que tous les échantillons préparés selon différentes méthodes et sollicités sous divers chargements puissent être évalués et comparés.

### II.2 Les matériaux considérés

Les barrières thermiques ont été développées au cours de ces 25 dernières années pour répondre à des besoins dans les industries aéronautiques et de génération d'énergie. Selon le secteur d'activité et les niveaux de contraintes imposés, divers matériaux peuvent donc être envisagés. Dans le cas de turbo-réacteurs militaires, la sévérité de l'environnement impose d'élaborer un revêtement de céramique sur des alliages à base nickel de structure monocristalline. L'emploi de ces systèmes barrières thermiques permet ainsi d'augmenter la température d'entrée de la turbine d'une centaine de degrés sans mettre en danger l'intégrité de l'aube. Un revêtement en céramique (majoritairement composé de zircone) est donc déposé sur un superalliage base nickel.

Afin d'estimer le potentiel des nouvelles préparations de surface en particulier par laser pour ce type d'applications, une première étude a été menée avec un couple de matériaux dit "école".

#### II.2.1 Les substrats

Deux catégories de matériaux ont été retenues lors de ce travail en guise de substrats. Tout d'abord un alliage d'aluminium de la famille 2000 (élément d'addition cuivre) a été utilisé pour le cas "école". Les alliages d'aluminium sont largement employés dans l'industrie



et l'alliage Al2017 a été retenu dans cette étude pour ses nombreuses applications. La composition chimique de l'alliage Al2017 est présentée Tableau 1.

Table II.2: Composition chimique des alliages d'aluminium 2017

Elément	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Zn	Ti	Cr	Zr
%mass	3.7	0.7	0.5	0.7	0.6	0.2	0.04	0.03	0.0004

Il est reconnu pour ses bonnes caractéristiques mécaniques notamment à l'état trempé revenu ou vieilli pour augmenter le durcissement structural. Un traitement T4 (trempe et une maturation) est généralement mené sur cet alliage. Il consiste en une mise en solution à température élevée (450-500°C), puis une trempe suivie d'un vieillissement à température ambiante ou élevée (revenu). Les différents niveaux de durcissement obtenus sont directement liés à la séquence de précipitation dans le métal. La capacité de durcissement est obtenue grâce à la formation de précipités nanométriques qui s'opposent au mouvement des dislocations au cours de la déformation plastique (barrière de Cottrell). La décomposition de la solution solide saturée  $\alpha$  débute par la formation de zones de Guinier Prest (GP zones) ou sphériques, ou sous forme d'aiguilles, cohérentes avec la matrice. Ces zones introduisent donc des distorsions élastiques dans le réseau de la matrice permettant le durcissement par ces précipités. Les propriétés mécaniques typiques de cet alliage sont identifiées dans le Tableau II.3.

Table II.3: Propriétés physiques de l'alliage Al2017

Paramètres	Symbole	Valeurs
Masse volumique ( $\text{kg.m}^{-3}$ )	$\rho$	2790
Module de Young (GPa)	E	74.0
Coefficient de poisson	$\nu$	0.33
Température de fusion (K)	$T_f$	860
Conductivité thermique ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	$\lambda$	193
Capacité thermique ( $\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	$C_p$	0.88

Pour l'application barrière thermique, le substrat retenu pour cette étude est un superalliage monogranulaire à base nickel de type AM1 dit bas soufre. Il a été choisi pour ses bonnes caractéristiques mécaniques dans une large gamme de températures, et notamment pour sa résistance au fluage à hautes températures. Le choix d'un monograin est essentiellement dû au fait que les joints de grains sont des sites privilégiés d'amorçage de fissures en fluage et en fatigue. Par ailleurs, la solidification des aubes mobiles hautes pressions et des distributeurs hautes pressions est effectuée de manière à obtenir une direction cristalline [001] proche de l'axe de sollicitation mécanique principal.

Cette direction cristalline étant celle possédant le plus faible module de Young, les durées

de vies sous sollicitations thermomécaniques cycliques s'en retrouvent ainsi améliorées. Pour ce faire une solidification dirigée est imposée au matériau. Le métal en fusion est disposé dans un moule en céramique chauffé par induction. La sole est refroidie afin de faire germer la structure colonnaire. Pour conduire à la microstructure monogranulaire, un sélecteur en tire-bouchon ou marche est alors utilisé afin de ne sélectionner qu'une seule orientation  $\langle 001 \rangle$ . Les dendrites primaires croissent donc que dans cette direction alors que les dendrites secondaires vont se développer selon les orientations  $\langle 010 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ . La pièce produite est alors orientée cristallographiquement selon les lignes de flux thermiques. La composition du superalliage AM1 utilisée est donnée dans le tableau II.4.

Elément	Ni	Co	Cr	W	Mo	Al	Ti	Ta	C	Fe	S
%mass min	base	6	7	5	1.8	5.1	1	7.5	-	-	3ppm
%mass max	base	7	8	6	2.2	5.5	1.4	8.5	0.01	0.2	-

Table II.4: Composition du superalliage AM1

Il se compose d'une phase austénitique  $\gamma$  qui est une solution à base de Nickel désordonnée dans laquelle s'est formée une précipitation de phase intermétallique  $\gamma'$  de structure ordonnée L12 de type  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . Les éléments Cr, Co et Mo se répartissent préférentiellement dans la phase austénitique de la matrice  $\gamma$  et agissent en tant qu'éléments durcissant par solution solide. Le chrome a en outre un rôle essentiel pour la résistance à la corrosion à haute température. Le titane et le tantale renforcent les précipités  $\gamma'$  en se substituant à l'aluminium dans  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . L'aluminium améliore la résistance à l'oxydation. Ainsi, ce superalliage de première génération présente une très bonne résistance au fluage et à la fatigue thermique à haute température. Le Tableau II.5 explicite le rôle de chaque élément contenu dans le superalliage.

En forte proportion volumique (environ 70%), ces précipités  $\gamma'$  ont pour effet d'augmenter les caractéristiques mécaniques à hautes température. Leur taille est d'environ de 0.4 à 0.5  $\mu\text{m}$ . D'un point de vue microstructural, les deux phases cristallisent de manière cohérente, toutes les deux dans des systèmes cubiques à faces centrées avec des paramètres de mailles proches. Néanmoins, la faible différence entre ces paramètres de maille crée des contraintes internes de type thermoélastiques dans le substrat qui ont pour effet d'augmenter son durcissement et de réduire la mobilité des dislocations. Différents traitements thermiques sont effectués pour homogénéiser l'ensemble de la structure et optimiser ainsi la forme des précipités ainsi que leur taille et leur répartition pour une tenue en fluage importante dans la direction  $\langle 001 \rangle$  (Figure II.50-A).

Le premier est une remise en solution de la phase  $\gamma'$  et des eutectiques  $\gamma$ - $\gamma'$  avec un maintien à 1300°C sous vide pendant 3 h suivi d'une trempe à l'air soufflé afin d'obtenir une microstructure fine (R1). Pour la fabrication des éprouvettes, un premier revenu est effectué pour représenter l'histoire thermique subi par le matériau lors de sa chromaluminisation ou pour déposer une sous-couche d'accroche de type  $\text{NiAl}(-\text{Pt})$ . Ce revenu s'effectue à 1100°C pendant 5 h et permet d'obtenir un alignement des précipités cuboïdaux selon les directions du cube (les phases  $\gamma$  et  $\gamma'$  cristallisant dans le système cubique

Element	Bornes inférieurs	Bornes supérieurs
Co	Solubilité des éléments durcissant W, Mo et Ta (tenue au fluage)	Fluage primaire stabilité à haute température de $\alpha$ W, $\alpha$ Cr ou $\beta$ Cr
Cr	Tenu à la corrosion, résistance au fluage, allongement entre 850°C et 1100°C	Stabilité structurale de $\alpha$ Cr
Mo	Durcissement $\gamma$ à haute température	Stabilité structurale de $\mu$ Mo et $\gamma$ Mo
W	Durcissement $\gamma$ et $\gamma'$ à haute température	-
Al-Ti-Ta	Durcissement structural : fraction de phase $\gamma'$	Fenêtre de remise en solution
Al-Ti	Fluage entre 750°C et 1050°C, Densité	-
Ta	Fluage des $\gamma'$ à haute température	Densité
B-C-Zr-Hf	-	Température de solidus

Table II.5: Rôles des éléments d'addition de l'AM1 - Bornes inférieurs et supérieurs en composition pour assurer les propriétés données

à face centré (CFC), dans un dernier revenu de vieillissement à 870°C pendant 16 h, la fraction volumique de phase  $\gamma'$  est optimisée (R2). La forme des précipités ainsi que leur taille et leur répartition ont été optimisées pour une tenue en fluage importante dans la direction  $\langle 001 \rangle$  (Figure I.47-A).

De tels matériaux étant fortement techniques (et donc coûteux), un acier inoxydable (304L) a également été sélectionné pour réaliser des ajustements des paramètres de traitements laser pour le dépôt de revêtement. La conductivité thermique et le module élastique de l'acier étant proches de l'AM1 orienté  $\langle 001 \rangle$ , l'étalement et la solidification des particules projetées sont donc semblables à température ambiante. Les topographies optimales de surface ont ensuite bien évidemment été reproduits afin de valider les résultats sur le système YSZ/AM1.

Pour l'évaluation de adhérences revêtement-sustrat, des pions de 25 mm de diamètre et de 10 mm de d'épaisseur sont utilisés pour l'essai de traction et des plaques de 1 mm d'épaisseur ont été utilisées pour les essais LASAT. Des pastilles circulaires de 9 mm de diamètre et de 1 mm d'épaisseur ont été utilisées pour les essais d'oxydation. En complément, deux types d'éprouvettes ont été utilisés pour réaliser des essais de fluages et de

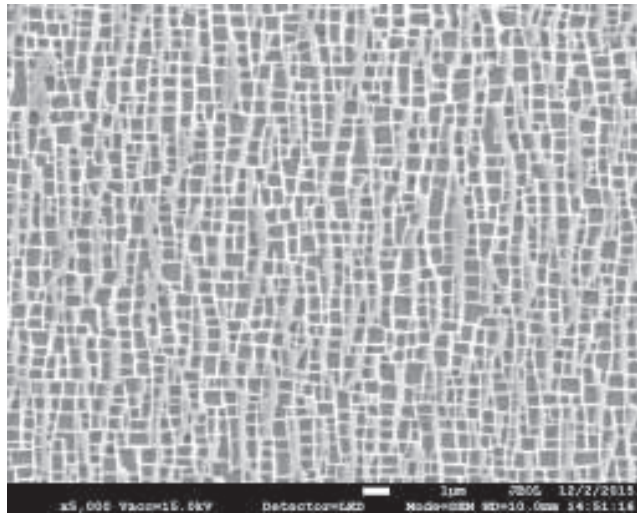


Figure II.50: Microstructure  $\gamma/\gamma'$  de l'AM1 à l'état mise en solution et traité R1+R2 observé en microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires

fatigues thermomécaniques. Comme l'indique la Figure III.73, une éprouvette de diamètre 3 mm et de longueur utile de 14 mm a permis de suivre l'évolution de la déformation par extensométrie laser lors de tests de fluage. Pour les essais de fatigue thermomécanique, une autre géométrie d'éprouvettes (Figure III.73) a été retenue. Toutes ces éprouvettes ont été utilisées à l'état revêtu avec différentes préparations de surface. Il convient de noter que tous ces échantillons ont été usinés dans des barreaux monogranulaires d'AM1 bas soufre fournis par Safran Aircraft-Engines, Genevilliers à l'état mis en solution. Ces éprouvettes ont été usinées par électro-érosion, tournage et enfin polissage mécanique (désécrouissage avant traitements de surface). Les barreaux sont orientés suivant la direction proche  $\langle 001 \rangle$  (désorientation primaire  $< 5^\circ$ ).

## II.2.2 Les revêtements

Dans le domaine aéronautique, plusieurs associations de matériaux peuvent être envisagées selon le rôle protecteur voulu. Pour conférer une protection contre la corrosion, des dépôts de NiAl sont fréquemment sélectionnés en couverture d'alliages d'aluminium. Pour des applications barrières thermiques, les matériaux céramiques se distinguent tout naturellement pour leurs propriétés d'isolation thermique (environ quelques  $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ). A ce titre, la zircone-yttrié est majoritairement employée pour son coefficient de dilatation thermique relativement élevé ( $10\cdot 10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$ ), et surtout voisin de celui du superalliage employé ( $14\cdot 10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$ ).

Ainsi, les couples NiAl/Al et YSZ/AM1 ont donc été considérés dans le cadre de cette étude. Pour ce faire, des poudres commerciales ont été sélectionnées. Une poudre agglomérée à base de nickel et alliée à de l'aluminium de type Ni-5%Al (en pourcentages massiques) a été choisie (AMDRY 956 ; Sulzer-Metco) (Figure II.52-a). Sa granulométrie varie de 45 à 90  $\mu\text{m}$  et présente un diamètre moyen ( $D_{50}$ ) de 67  $\mu\text{m}$ . En complément, une

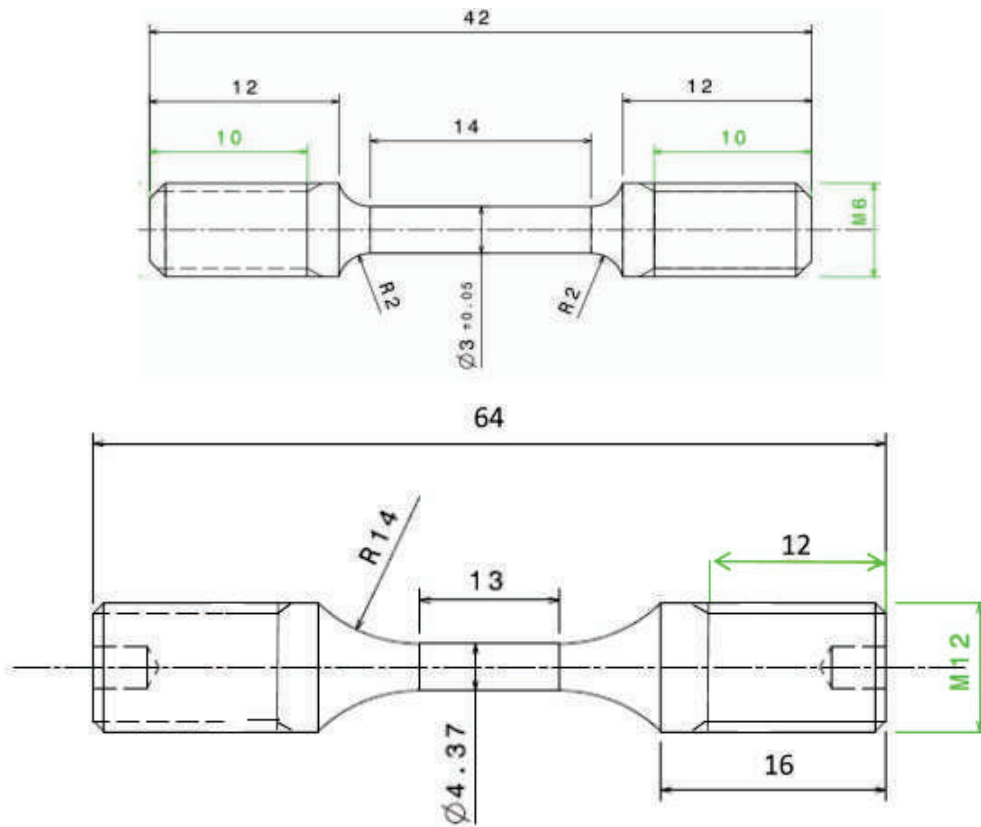


Figure II.51: Caractéristiques dimensionnelles des éprouvettes de fluages et fatigues thermomécaniques

poudre plus fine (Diamalloy 4008NS ; Sulzer-Metco) avec un  $D_{50}$  de  $10 \mu\text{m}$  a aussi été utilisée.

Pour la barrière thermique, une poudre sphérique de composition  $ZrO_2-7Y_2O_3-1.7HfO_2$  (ZRO 236-1 ; Praxair) a été projetée (Figure II.52-b). La granulométrie de la poudre varie entre 16 et  $100 \mu\text{m}$  avec une taille moyenne de  $63 \mu\text{m}$ .

### II.3 Les traitements de surface avant élaboration des revêtements

La préparation de la surface avant projection thermique est primordiale pour favoriser l'adhésion des particules et la formation du revêtement. Pour ce faire, différentes gammes de traitements peuvent être envisagées.

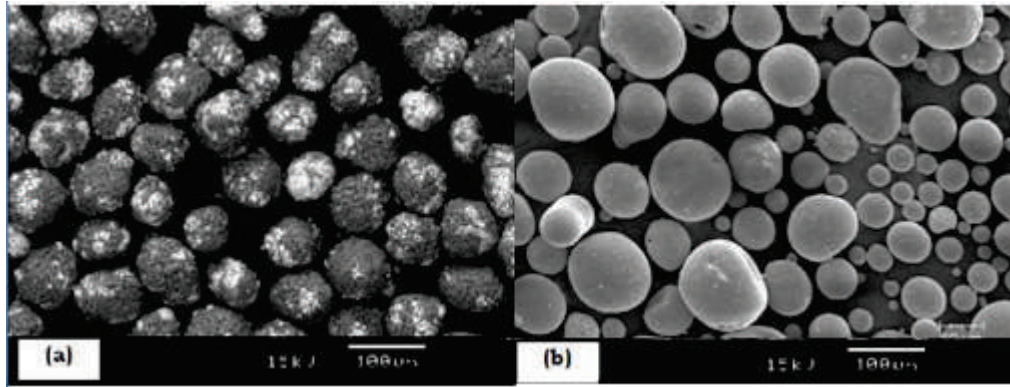


Figure II.52: (a) Poudres Ni5Al (AMDRY 956, Surlze-Metco) et (b) YSZ (ZRO 236-1, Praxair) utilisées

### II.3.1 Les Méthodes conventionnelles

Conventionnellement dans le domaine de la projection thermique, plusieurs étapes de préparations de surfaces sont réalisées avant l'élaboration du revêtement. Pour s'affranchir de tout contaminant de surface, un dégraissage est systématiquement opéré par voie chimique. Puis, afin de promouvoir l'ancrage mécanique des particules projetées en surface, un sablage par projection de particules de corindon est effectué de façon à générer une rugosité de surface moyenne suffisante (entre 3 et 5  $\mu\text{m}$ ). Les particules abrasives sont projetées à une distance de 10 cm à 3 bars pour une durée de 10 secondes. Le jet de particules a une direction la plus tangente possible au substrat.

### II.3.2 La texturation laser

Pour permettre un meilleur contrôle de la topographie de surface et créer ainsi des zones d'ancrage spécifique, un outil laser a été utilisé afin de structurer la topographie de surface de référence Laseo Ylia M20 (Quantel) (Figure III.105). Il s'agit d'un laser à fibre émettant un rayonnement à la longueur d'onde de 1064 nm avec une durée d'impulsion de 100 ns et une répartition gaussienne de l'énergie. Le laser délivre une puissance moyenne maximale de 20 W et utilise une fréquence d'impulsion variable de 20 à 80 kHz. Dans les conditions focales, le faisceau présente une tâche de diamètre 60  $\mu\text{m}$ . Ainsi l'irradiance du faisceau laser est caractérisée par une répartition spatiale d'irradiance laser gaussienne et un profil temporel décrit par une fonction appelée "pulse" caractérisée par une largeur à mi-hauteur de 100 ns (Figure II.53). Le produit de ces deux équations représente la fonction d'irradiance du faisceau laser utilisé :

$$I(r, t) = 2I_0 \exp\left(-\frac{2r^2}{R_{las}^2}\right) \cdot 4 \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right] \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) E = I_0 R_{las}^2 \pi 2\tau \quad (\text{II.1})$$

Un scanner (vitesse de déplacement 10 à 10000  $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ) est combiné au laser pour permettre la création de matrices 2D en surface (Figure III.105). Divers motifs de texturation peuvent alors être réalisés sous la forme de lignes ou de points. Différentes topographies



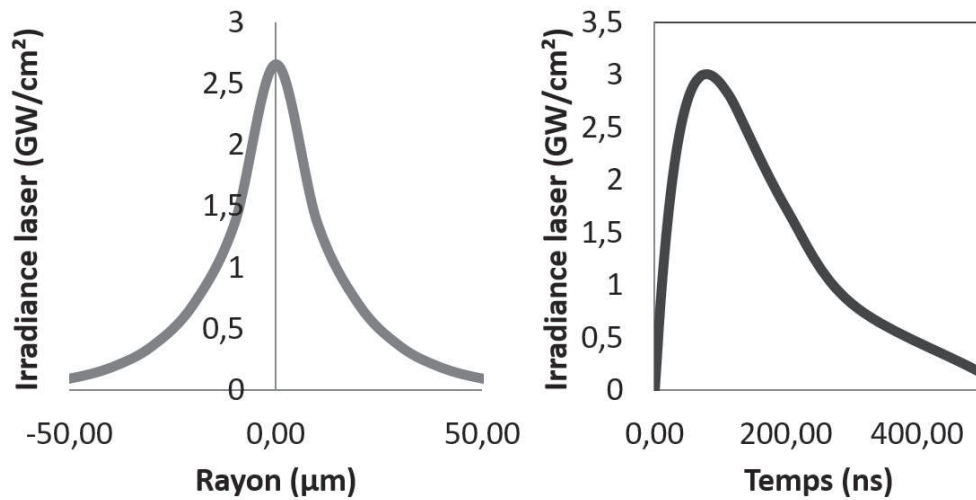


Figure II.53: Distribution spatiale gaussienne et évolution temporelle d'irradiance laser

de surface peuvent alors être envisagées suivant les caractéristiques des motifs. La nomenclature S(Diamètre-Profondeur) a été définie et utilisée pour pouvoir identifier clairement les motifs choisis et ainsi les comparer pour les différents essais menés. Par exemple, les dimensions des trous et l'espacement ont été définis comme des variables. Avec des valeurs de diamètres compris entre 80 à 40  $\mu\text{m}$  et de profondeur variant de 20 à 100  $\mu\text{m}$ , les extrêmes peuvent donc être identifiés comme S40-20 et S80-100. Les surfaces sont traitées à l'état poli (papier SiC gamme P4000) pour les différents substrats. Afin de garantir une reproductibilité des motifs formés. Le temps de traitements moyen d'une surface est d'environ 3 secondes/cm<sup>2</sup> pour 10000 trous S50-50. Les éprouvettes de fluage et de fatigue thermo-mécanique, de fait de leur forme cylindrique, ont été traitées grâce à un robot permettant une rotation d'angle de 1°. A chaque rotation, une ligne de motifs a été réalisée jusqu'à un recouvrement complet.

## II.4 Elaboration de revêtements par projection plasma atmosphérique

Les revêtements NiAl et YSZ ont été réalisés par APS à l'aide d'une torche Sulzer-Metco F4 sous atmosphère ambiante. Placée au poignet d'un robot, le mouvement de la torche permet l'élaboration du revêtement et la reproductibilité de la trajectoire ainsi que celle de la vitesse de projection. Pour ce faire, les échantillons sont installés sur un mandrin de 200 mm de diamètre et mis en rotation (Figure III.72). Un système de refroidissement sous air a été mis en place afin d'éviter un échauffement trop important des échantillons. Le mandrin tourne et le robot balaie de bas en haut permettant une vitesse de projection linéaire et avec un pas constant (6mm). Les paramètres de projection sélectionnés pour les deux dépôts sont répertoriés dans le tableau II.4. Quelles que soient les campagnes d'essai, toutes les conditions de traitement sont restées fixes, exceptés les mouvements



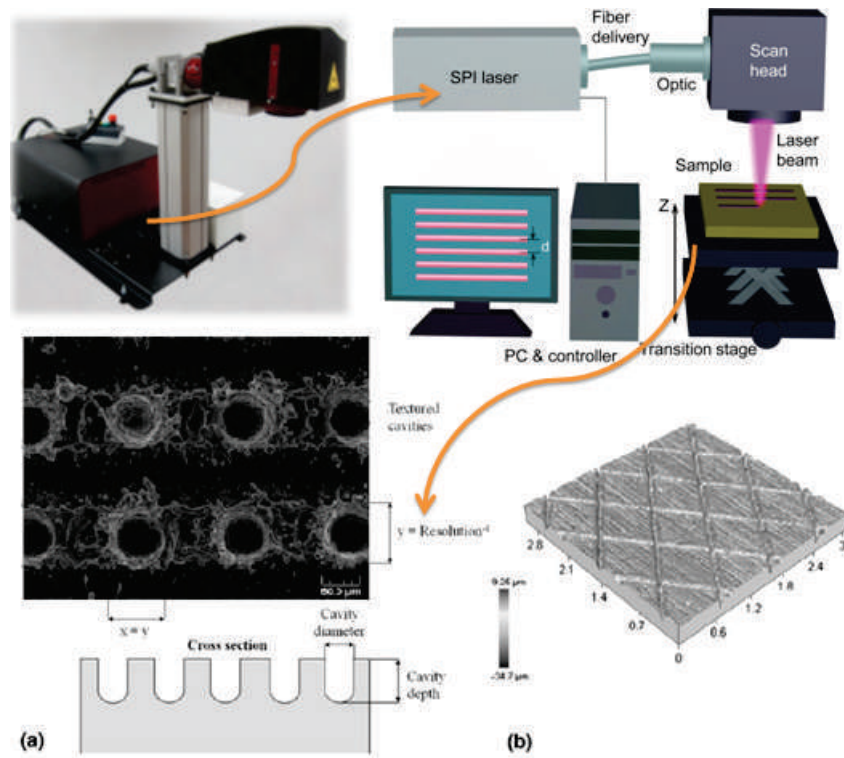


Figure II.54: Laser et schéma du système utilisé pour la texturation laser - exemples de motifs trous et lignes possible

du robot et les systèmes de refroidissement associés dus à des géométries d'échantillons différentes (notamment les éprouvettes cylindriques de fluage et de fatigue). En considérant les applications visées, les épaisseurs de dépôts visées sont de l'ordre de 300 µm .

Table II.6: Paramètres de projection par plasma atmosphérique (APS) retenus pour les dépôts NiAl et YSZ

Revêtement	Ni-Al (5%)	ZrO <sub>2</sub> -7Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -1.7HfO <sub>2</sub>
Référence	AMDRY 956	Praxair ZRO 236-1
Intensité du courant (A)	600	630
Débit d'argon (Nl.min <sup>-1</sup> )	51	38
Débit d'hydrogène (Nl.min <sup>-1</sup> )	8	10
Distance de projection (mm)	150	120
Débit du gaz porteur (Nl.min <sup>-1</sup> )	3.4	3.4
Débit de poudre (Ng.min <sup>-1</sup> )	30	20
Débit du gaz porteur (NL.min <sup>-1</sup> )	3.4	3.4
Vitesse de projection (m.min <sup>-1</sup> )	60	60
Vitesse de balayage (m.min <sup>-1</sup> )	0.6	0.6

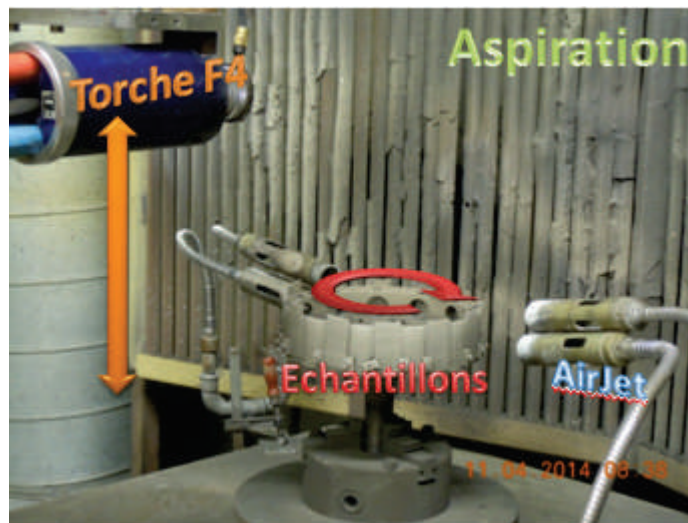


Figure II.55: Montage du procédé APS - Mouvement du robot de bas en haut, rotation des échantillons, refroidissement fixe et système d'aspiration

## II.5 Les méthodes de caractérisation des échantillons

Les systèmes revêtus alors réalisés ont été analysés pour évaluer les résultats des essais mécaniques, thermiques et thermomécaniques pour les différentes préparations de surfaces. L'adhérence et l'endommagement de l'interface peuvent ainsi être étudiés selon les mécanismes de croissance d'oxyde, d'endommagements ou encore de ruptures rencontrés.

### II.5.1 Les analyses par microscopie

Ces analyses permettent de voir à un instant donné (avant et après traitements ou essais) la microstructure locale du matériau et d'identifier ainsi les modifications extrinsèques ou intrinsèques introduites par l'environnement. Pour ce faire, plusieurs approches ont donc été retenues qu'il s'agisse d'observations en surface ou en coupe. De plus, selon le niveau de précision, plusieurs outils ont été utilisés comme la microscopie optique (MO) et la microscopie électronique à balayage (MEB). Les observations ont donc tout d'abord été réalisées avec un microscope optique pour avoir une idée globale des surfaces (Zeiss - objectif x100). Puis, des observations plus fines ont été réalisées par microscopie électronique à balayage (MEB 6400, 7000F, 7800F Jeol - Electrons secondaires et Electrons rétrodiffusés - 25 kV/10 mm de distance de travail).

Pour permettre de telles observations et en particulier en coupe, un enrobage des échantillons avec une résine époxy sous vide afin de figer la matière par polymérisation a été nécessaire. Les échantillons sont coupés sur des zones choisies grâce à une micro-tronçonneuse (Accutom-5, Struer) ou une scie à fil (pour les échantillons fragiles). La matière enrobée, une dernière étape consiste enfin en un polissage par papiers abrasifs et suspensions diamantées afin d'obtenir une finition miroir de la surface.

Différentes attaques chimiques (en fonction des matériaux) peuvent être envisagées en surface pour révéler la microstructure locale du matériau. Pour les alliages base nickel (AM1), une attaque chimique à l'eau régale (66% HCl et 33% HNO<sub>3</sub> en volume) a été utilisée pendant 15 secondes suivie d'un nettoyage à l'éthanol. Elle est dite négative car la phase  $\gamma'$  est dissoute. Pour l'alliage d'aluminium (Al2017), un réactif de Keller (2.5 ml HNO<sub>3</sub>, 1.5 ml HCl, 1 ml HF et 95 ml H<sub>2</sub>O) a permis d'évaluer la microstructure.

### II.5.2 Les analyses de profilométrie

L'état de surface avant projection thermique a été analysé afin d'en ressortir des critères forts pour la tenue du revêtement. Afin de définir des paramètres de rugosité dans le cas d'une surface sablée, la profilométrie 3D par interférométrie (Altisurf 500-ALTIMET) a tout d'abord été utilisée. Le logiciel Altisurf 500 permet la reconstruction en 3D de la surface alors que le logiciel Altimet permet le calcul de diverses rugosités de surface. Dans le cadre de cette étude, le mode optique a été retenu. Ce mode permet le balayage de la surface sans contact afin d'éviter son endommagement. Pour cela, le profilomètre est muni d'un capteur de distance qui mesure l'altitude  $Z$  allant jusqu'à 300  $\mu\text{m}$  et dix mesures successives ont été menées sur une distance de 6 mm. Ainsi, plusieurs paramètres de rugosité calculables par le logiciel dont, la moyenne arithmétique des hauteurs des pics ( $R_a$ ), la hauteur des pics maximales ( $R_z$ ) et la longueur d'onde des pics ( $R_{sm}$ ) ont été utilisés dans cette étude [182]. Un paramètre complémentaire  $Sk$ , ou paramètre d'asymétrie, décrit la forme de la distribution d'amplitude. Il s'agit d'une mesure de la symétrie de la variation d'un profil autour de sa ligne moyenne [24] (Figure II.56). Il est défini par la relation suivante :

$$Sk = \frac{1}{Rq^4} \int_{-\infty}^{+\infty} (Z.M)^3 . \phi(z) dz \quad (\text{II.2})$$

où  $Z$  est la hauteur du profil,  $M$  la hauteur moyenne,  $\phi(z)$  la fonction de distribution de hauteur des profils et  $Rq$  la hauteur quadratique moyenne du profil. Un autre paramètre, dit Kurtosis, identifie l'uniformité de l'amplitude des distributions de pics, défini par :

$$Sk = \frac{1}{Rq^4} \left( \frac{1}{l} \int_{-\infty}^{+\infty} (Z)^4 dx \right) \quad (\text{II.3})$$

L'architecture accidentée des surfaces après texturation laser n'a pas permis ce type d'analyses par profilométrie. C'est pourquoi, pour quantifier l'évolution de la topographie de surface et surtout permettre une comparaison des différents états de surfaces, des analyses d'images ont donc été réalisées en coupe de façon à identifier le ratio de surface de contact.

### II.5.3 Les analyses d'images

Les analyses micrographiques conduisent à une interprétation qualitative des caractéristiques structurales de la matière observée (présence de phases, fissures...). L'analyse

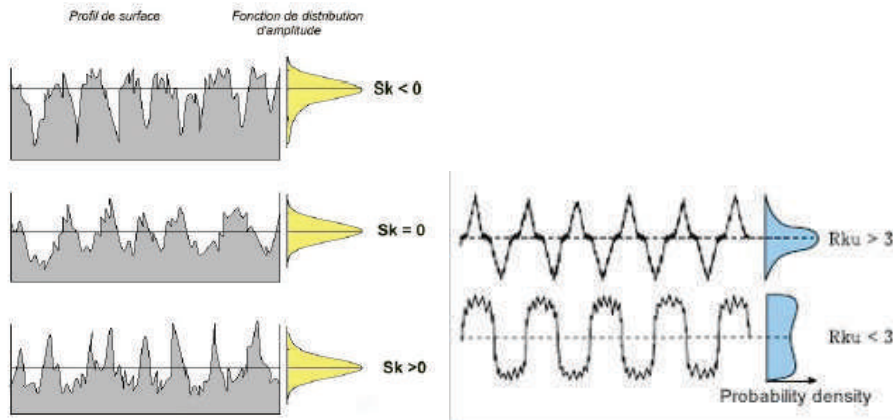


Figure II.56: Rugosité pour différentes valeurs de Skewness et de Kurtosis [182]

structurale par analyse d'images peut apporter un bon complément quantitatif. Par exemple, pour l'analyse de la rugosité, la méthode se décompose en quatre phases successives :

- acquisition par MO ou MEB ;
- traitement de l'image afin de distinguer les objets ;
- analyse de l'image visant à extraire les informations relatives à ces objets (ou encore stéréologie);
- enfin l'analyse statistique de ces informations.

Le nombre de mesures nécessaire a été analysé lors de la stabilisation de la variance des mesures. Cette technique a permis de déterminer : la surface développée du substrat, la porosité globale du dépôt et localisée, ainsi que dans des sections particulières telles que les épaisseurs de couches fondues et d'oxydes. Un exemple est proposé en Figure II.57.

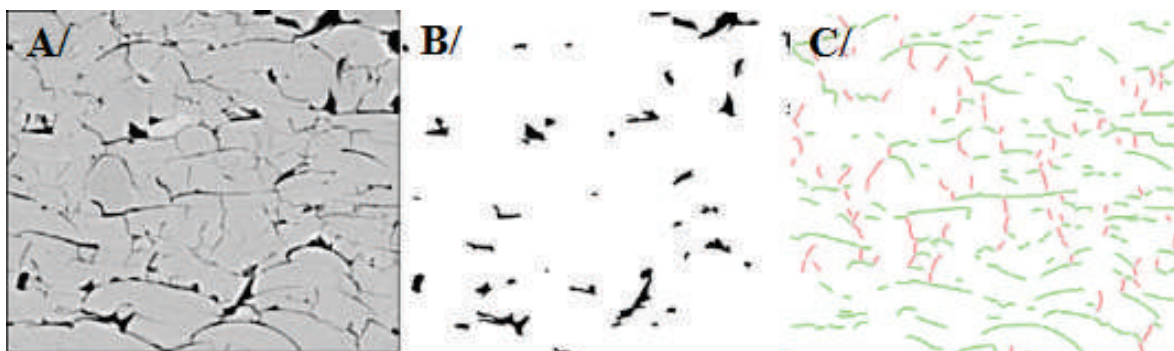


Figure II.57: Exemples de traitement d'image pour la mesure de porosité et de densité de fissures d'un dépôt APS - A/ dépôt global, B/ identification des pores et C/ identification des fissures interlamellaires

### II.5.3.1 Mesure des surfaces de contact

Le logiciel ImageJ avec des algorithmes (créés spécifiquement pour les cas sablés et texturés) a permis de calculer la surface totale de contact entre le dépôt et le substrat. Les différents traitements de surface (sablage, laser) créent en effet des topographies spécifiques dont les paramètres de rugosité ne permettent pas une comparaison viable. La surface de contact théorique (ou surface déployée) a donc été analysée pour corrélérer cette surface à l'adhésion des revêtements. Pour ce faire, en prenant l'hypothèse que la zone de contact calculée dans un plan de coupe est statistiquement représentative de la zone de contact totale, la corrélation avec une surface 3D a été réalisée par multiplication des mesures. La Figure II.58 montre la méthodologie utilisée afin de calculer la surface totale en contact. Il faut pour cela :

1. isoler aux mieux une zone proche de l'interface ;
2. définir par différence de niveaux de gris les deux matériaux en contact (en noir le dépôt et en blanc le substrat) ;
3. isoler la ligne correspondant à l'interface ;
4. calculer la longueur totale de la ligne et analyser la surface totale développée.

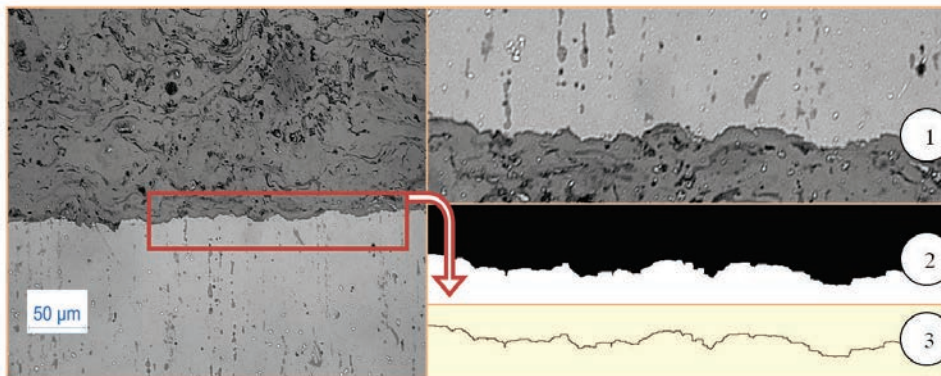


Figure II.58: Méthode d'analyse d'image pour le calcul de surface déployée

Ainsi, dans les cas de substrats sablés ou texturés (Figure II.59) il a été possible de comparer les interfaces déployées. Après texturation laser, le théorème de Guldin a été utilisé afin de définir la surface totale en contact par révolution d'un motif en calculant la demi-longueur d'un motif et son centre de gravité par rapport à l'axe de révolution. La surface totale calculée d'un trou a donc été corrélée à l'espacement entre trous de façon à estimer l'intégralité de la surface développée. Dans le cas d'une surface sablée, en projetant dans le plan sur une distance équivalente à la longueur de mesure, une longueur totale déployée a été calculée et une surface de contact globale en a été déduite. Ainsi, quel que soit le type de traitement (sablage, texturation laser), un ratio de surface de contact (R) a pu être calculé comme définit ci-dessous :



$$R = \frac{\text{Surface totale}}{\text{Surface plane équivalente}} \quad (\text{II.4})$$

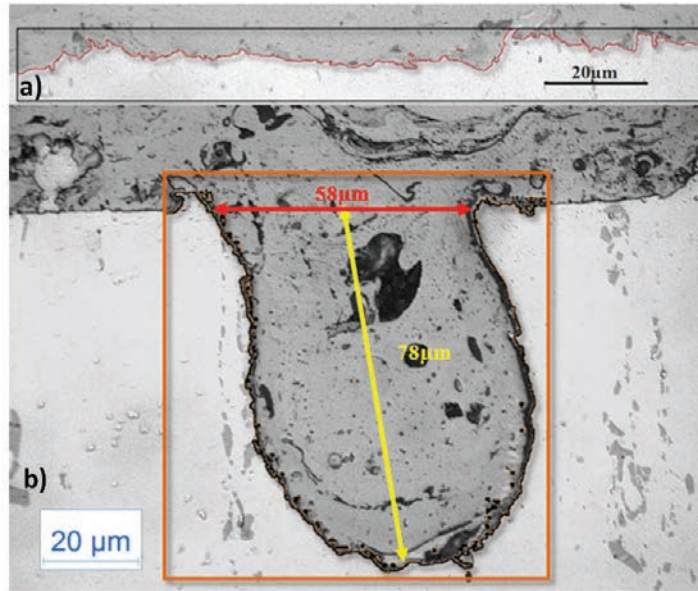


Figure II.59: Surface de contact dans le cas sablé (a) et dans le cas texturé (b)

Pour obtenir des valeurs fiables dix calculs de ratios ont été nécessaires pour chaque condition avec une acquisition d'images systématique réalisée dans les mêmes conditions (objectif x50 pour garantir la qualité d'images) et par le même opérateur (Figure II.60). Un calcul de variance a aussi été mené afin de vérifier la crédibilité du nombre de mesures sur la qualité de la valeur de surface de contact calculée par analyse d'image. Une convergence de la variance est observée après 8 mesures.

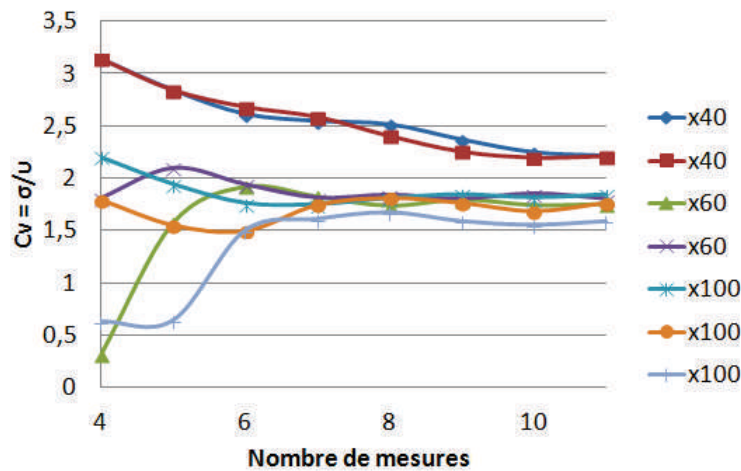


Figure II.60: Variance des mesures du calcul de ratio

### II.5.3.2 L'analyse de l'épaisseur de la couche d'oxydes

Une partie de la caractérisation du revêtement après essai à très haute température a consisté à évaluer l'évolution des épaisseurs des couches d'oxydes et des zones de diffusion. Pour ce faire, des mesures d'épaisseur par analyse d'images MEB ont été faites (cinq mesures sur trois images distinctes) calibrées sur l'échelle de la micrographie (Figure II.61). Les valeurs présentées dans ce manuscrit correspondent donc aux moyennes obtenues après analyses. La croissance d'oxyde et la nature de l'oxyde doit être étudiées pour bien évaluer la tenue du revêtement.

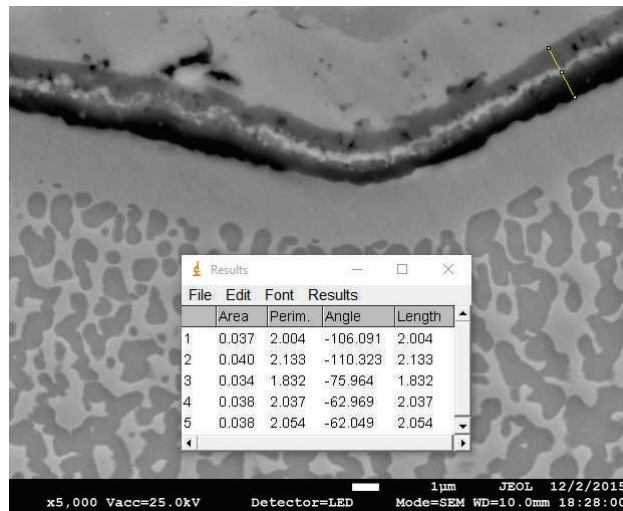


Figure II.61: Mesures d'épaisseur de la couche d'oxyde par analyse d'image d'une vue en coupe, réalisé par MEB



## II.6 L'évaluation de l'adhérence des revêtements

D'une façon générale, les préparations de surface avant projection thermique visent à améliorer l'adhésion des revêtements sur le substrat traité. C'est pourquoi des moyens d'essai sont donc mis en place afin de pouvoir évaluer l'adhérence des revêtements selon un chargement donné. Il existe un grand nombre de procédés permettant la caractérisation de l'adhérence d'un dépôt sur un substrat [87].

Dans le cadre de cette étude, deux tests quasi-statiques et un test dynamique ont été réalisés. Il s'agit dans un premier temps de l'essai de traction normalisé (ASTM C633-79) qui donne une vision globale de l'adhérence des revêtements élaborés par projection thermique [88]. Ce test de traction adhérence est l'un des tests les plus utilisés dans le domaine de la projection thermique. Pour ce faire, les revêtements sont réalisés sur une face d'un pion. Les deux cotés de l'échantillon sont alors encollés de part et d'autre à l'aide d'une colle epoxy par polymérisation (190°C durant 2h). Le montage est ensuite fixé sur une machine de traction (Figure II.62) où un effort de traction vertical est alors exercé à une vitesse constante de 1,26 mm.s<sup>-1</sup> jusqu'à rupture de l'ensemble. La valeur de résistance à la traction est obtenue en divisant la force d'arrachement mesurée par l'aire de la surface projetée.

Compte tenu des fortes disparités, une moyenne de cinq mesures a été évaluée systématiquement. Selon les cas, la rupture peut apparaître : à l'interface dépôt/substrat, dans l'épaisseur du dépôt, à l'interface colle/dépôt ou colle/substrat. Pour pouvoir être prises en compte et être révélatrices du comportement de l'interface, seules les valeurs issues de ruptures s'étant produites dans le plan de chargement de l'interface dépôt/substrat ont été considérées. Dans les autres cas, cela peut seulement signifier que l'interface a une valeur de résistance plus élevée que celle de la cohésion du dépôt ou de celle de la colle (70 MPa). Ce test présente donc une valeur moyenne sur toute la surface revêtue. Il est donc tout à fait pertinent pour évaluer le potentiel d'application industrielle d'un procédé mais n'est pas assez fin pour mettre en évidence ce qui se passe réellement à l'interface.

Dans le cas des essais de traction, l'interface est sollicitée principalement en mode I. Pour évaluer le système dans d'autres modes, il a été choisi de faire des essais dans le plan pour mettre en cisaillement l'interface (Figure II.63). Le principe a consisté à recouvrir une éprouvette de traction pour pouvoir la solliciter en mode II. Les essais ont été menés jusqu'à apparition d'une macro-fissure du revêtement. La fissure se propageant à l'interface, celui-ci permet d'expliquer certains phénomènes de propagation de fissure suivant les différents traitements de surface. Ces analyses ont été menées sur le couple NiAl-Al2017 seulement sous MO. Une quantification plus précise des énergies de rupture n'a pas pu être mis en place (une mesure in-situ sous MEB était nécessaire).

En complément de ces deux premiers tests, l'indentation interfaciale a aussi été utilisée pour identifier en mode I la ténacité de l'interface pour les deux couples de matériaux [95]. Il est possible de déterminer la ténacité maximale à la propagation de la fissure. La base de cet essai est la création d'indentations (à l'aide d'un indenteur Vickers) à l'interface substrat/dépôt (Figure III.81). Cet essai est particulièrement bien adapté aux dépôts

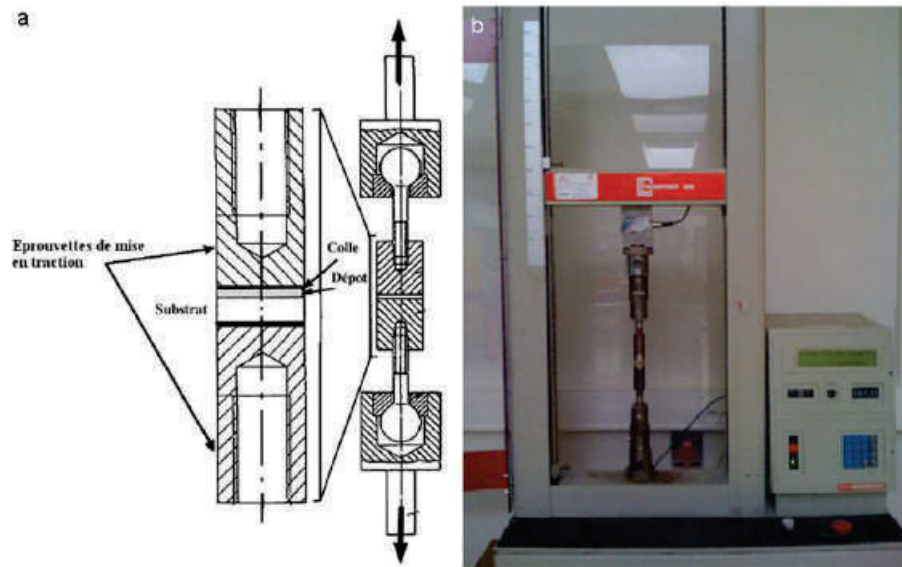


Figure II.62: Schéma du montage de traction avec la disposition des éléments (a) et de la machine utilisée (b)

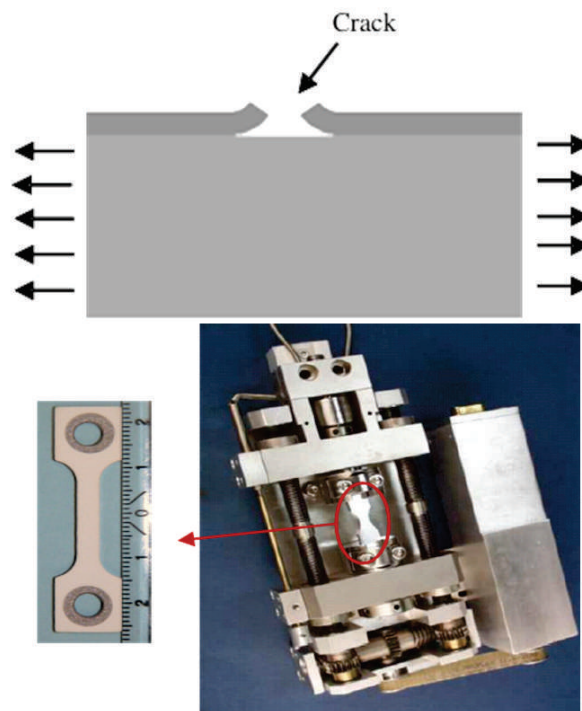


Figure II.63: Schéma du principe de l'essai de traction dans le plan - éprouvette et système utilisés

élaborés par projection thermique. Néanmoins, compte tenu du principe même du test, l'interface substrat/dépôt nécessite préalablement une préparation (coupe, polissage) afin de définir une surface nette. Une charge  $P$ , est alors appliquée à l'interface afin de perme-

ttre à la pointe de l'indenteur de pénétrer et d'engendrer une fissuration des matériaux. La méthode permet ainsi d'évaluer la propagation des fissures à l'interface substrat/dépôt et d'identifier la ténacité interfaciale  $K_{IC}$  du couple selon la charge appliquée critique et la géométrie de l'indenteur utilisé. La ténacité interfaciale pour des interfaces planes (ou légèrement sablés) a pu être évaluée pour le couple YSZ/AM1, mais aussi à l'interface interlamellaire (12 mesures ont été nécessaires). Ces mesures ont permis d'obtenir des données d'entrée pour une analyse de propagation de fissure (présentée ultérieurement) dans le cas de la texturation laser.

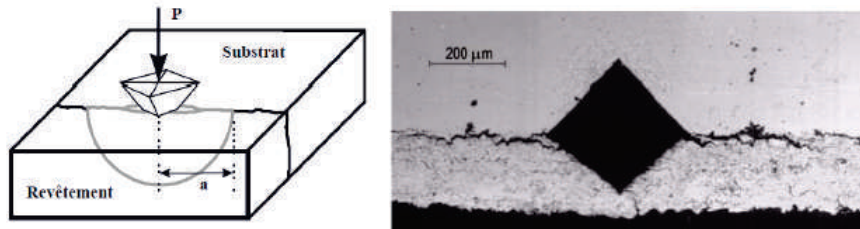


Figure II.64: Schéma du principe de l'indentation interfaciale et un exemple

Mais tous ces essais sont quasi-statiques (modes de sollicitations à l'interface complexes) et requiert une géométrie particulière d'échantillons. C'est pourquoi, d'autres moyens d'analyses sont requis. Parmi ceux-ci, l'essai LASAT permet de solliciter l'interface principalement en mode I, mais n'a pas de contrainte sur la géométrie de l'échantillon et ne nécessite pas de préparation spécifique. Seule l'épaisseur compte pour des effets d'atténuation du choc ainsi que les dimensions de l'installation. Le concept de l'essai LASAT repose sur l'utilisation de lasers de puissance permettant d'opérer sans contact avec l'échantillon. Les effets de la propagation d'une onde de choc créée à l'aide d'un laser impulsionnel de haute énergie et de courte durée peuvent permettre de solliciter l'interface de manière précise. Lorsque le niveau de traction et la durée de sollicitation sont suffisants, cette onde de traction endommage alors le matériau et génère une écaille. Les contraintes menant à la rupture, évaluées par la mécanique des ondes de choc, s'identifient sous le nom de seuil à l'écaillage.

Un laser impulsionnel et de forte puissance, est focalisé sur la surface du substrat pour générer l'onde de choc. Le laser utilisé pour cette étude est intégré à la plateforme HEP-HAISTOS du laboratoire PIMM de l'ENSAMM de Paris (Figure III.101). Le laser a une durée d'impulsion de 7.1 ns à la longueur d'onde de 532 nm (Nd:YAG GAIA-class, Thales). La répartition spatiale est plane et la forme de l'impulsion est quasi gaussienne. Une mesure de la vitesse de la face arrière est analysée à l'aide d'un interféromètre Doppler VISAR. Il permet aussi d'en déduire l'état de l'interface en fonction du nombre d'allée et retour de l'onde. A l'aide de la connaissance des conditions de génération de l'onde de choc (durée de l'impulsion laser, énergie) et de celle des paramètres de la cible (nature des matériaux, épaisseurs), l'analyse des signaux de vitesse de surface libre de la couche permet de savoir, pour chaque tir, si l'interface a rompue. Cette première détermination, généralement couplée à l'analyse post-mortem des échantillons, permet d'obtenir une première valeur du seuil d'adhérence en termes de flux laser.

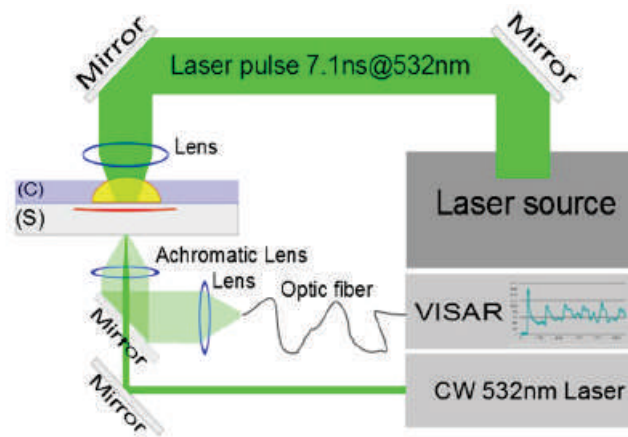


Figure II.65: Installation HEPHAISTOS pour l'essai LASAT

Les différents essais ont permis d'évaluer l'adhérence des revêtements projetés selon différentes directions de sollicitation. Les mécanismes de fissuration ont donc pu être étudiés pour chaque traitement de surface afin d'identifier les facteurs importants pour l'ancrage mécanique. En revanche, ces essais ne sont pas suffisants pour caractériser la tenue du revêtement céramique, car les mécanismes d'endommagement sous sollicitations thermomécaniques sont très importants dans le cas du système barrière thermique.

## II.7 Les essais thermiques et thermomécaniques

Les fortes contraintes thermomécaniques appliquées aux aubes de turbines suscitent des analyses spécifiques à hautes températures avec des montées et descentes en température rapides et des sollicitation mécaniques importantes. Divers essais ont donc été envisagés pour aborder les mécanismes d'endommagement du système barrières thermiques sans sous-couche face à la température seule (oxydation isotherme et anisotherme) ou encore, dans le cas d'essais de fluage et de fatigue thermomécanique cyclés. L'impact de chaque facteur sur les évolutions microstructurales et les modes d'endommagement des systèmes a donc pu être approché.

### II.7.1 L'oxydation isotherme et anisotherme

Des essais d'oxydation isotherme et cyclée ont permis tout d'abord de définir les évolutions des interfaces et d'établir les cinétiques d'oxydation pour le système barrière thermique étudié. Un analyseur thermogravimétrique modulaire (ATG - SETARAM SETSYS) a été utilisé pour mesurer la prise de masse (précision 1  $\mu\text{g}$ ) (Figure II.66). Pour les conditions isothermes, des essais à 1100°C dans l'air (synthétique reconstitué pour l'ATG) ont été réalisés par ATG pour des durées maximales de 200 h. Pour des temps plus longs, un four à résistance de classe 1600°C (Naberthem 1600) préchauffé à la température cible (régulée) a été utilisé et une prise de masse régulière des échantillons (par pas de 24h) a été faite. Dans le cas de cyclage anisotherme, les transitoires thermiques correspondent

à des vitesses de chauffage et de refroidissement de  $90^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  (vitesse maximale possible de l'ATG) entre  $1100^{\circ}\text{C}$  (1h) et  $100^{\circ}\text{C}$  (10min) dans l'ATG. La Figure II.66 représente la température imposée au matériau pour un cycle. Différentes durées de traitement ont donc été étudiées (de quelques minutes jusqu'à 1000h ou 200 cycles) pour voir l'évolution de la microstructure des matériaux, de l'épaisseur de la couche d'oxyde et les modes d'endommagement.

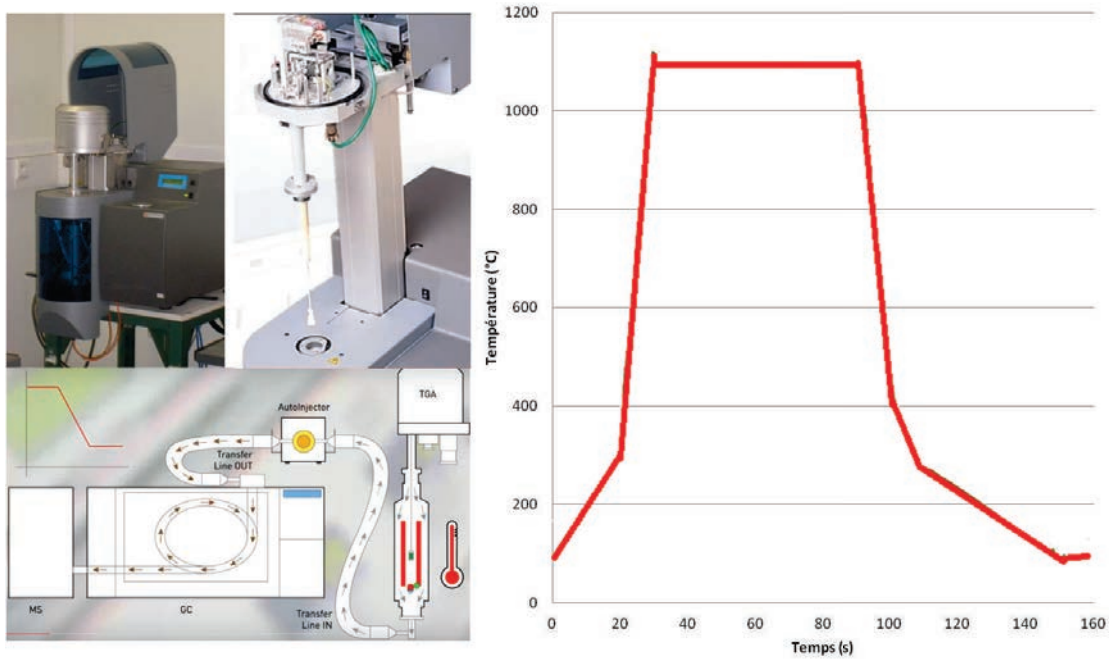


Figure II.66: Système ATG SETARAM et cycle produit

## II.7.2 Les conditions de fluage

Après une analyse détaillée des effets de la température sur le système barrière thermique, des essais à hautes températures sous charge constante ont été menés (fluage) pour évaluer l'effet du chargement mécanique sur la tenue des systèmes. Deux chargements mécaniques ont été envisagés : 120 MPa et 140 MPa à  $1100^{\circ}\text{C}$  pour aborder l'effet d'une déformation lente et rapide de l'éprouvette afin de voir l'effet de la vitesse de déformation. Ils ont tous été interrompus à environ 1% de déformation de fluage (début de la phase tertiaire) pour ne pas atteindre la limite à rupture du substrat et ainsi observés les endommagements intrinsèques.

Les essais de fluage ont été effectués sur un banc simple ligne à four à lampes (Figure II.67). La force appliquée est constante grâce à un système de bras de levier par gravité. La durée de l'essai est mesurée grâce à un compteur analogique qui s'arrête automatiquement lorsque l'éprouvette est rompue. Le chauffage se fait par rayonnement à l'aide d'un four à lampe. L'éprouvette est placée au foyer commun des quatre lobes



elliptiques, et quatre lampes halogènes d'une puissance unitaire de 2 kW (placées dans les quatre autres foyers). Les parois du four sont refroidies par une circulation d'eau et pour pouvoir atteindre des températures supérieures à 1100°C, les parois initiales doivent être quasi miroir. La régulation thermique se fait à l'aide d'un thermocouple S directement placé dans la tête de l'éprouvette ainsi le gradient thermique n'excède pas 5°C sur les 9 mm centraux de l'éprouvette. Une nappe laser LS-7070T (Keyence) permet enfin de mesurer la déformation sans contact par le biais de fentes usinées dans le châssis du four. Pour mettre l'échantillon en température, un protocole a été mis en place comme suit :

- saut de la température ambiante à 700°C en 15 secondes ;
- montée en température de 700°C à la température cible (rampe de 100°C.min<sup>-1</sup>) ;
- maintien isotherme de 15 minutes avant application de la charge de 120 ou 140 MPa.

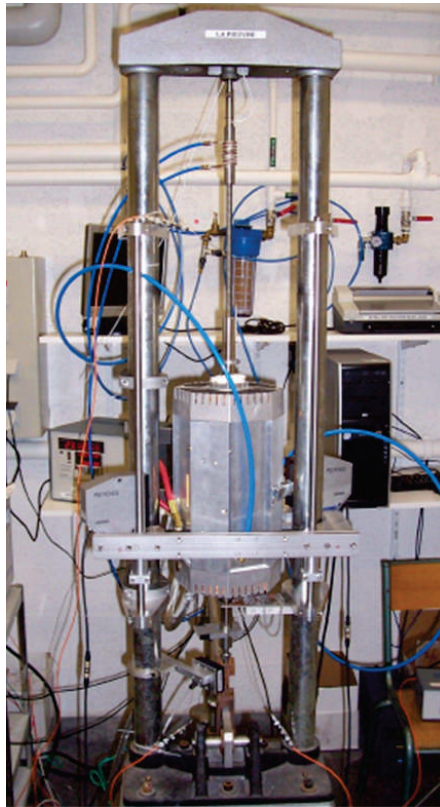


Figure II.67: Banc de fluage avec four à lampes

### II.7.3 Les conditions de fatigue thermomécanique

Pour reproduire les conditions de chargements thermomécaniques complexes proches des conditions réelles rencontrées dans les parties chaudes des réacteurs, des essais de fatigue thermomécanique ont été menés. L'objectif était de voir l'influence du chargement mécanique cyclé sur les mécanismes de rupture. Les essais ont été fait sur le banc MAATRE

développé au laboratoire Pprime de Poitiers (Figure II.68) [2].

Ce banc permet de solliciter mécaniquement les matériaux dans un écoulement gazeux à hautes températures. Il est constitué d'un brûleur alimenté par un gaz naturel, d'un convergent et d'une veine refroidie en alliage base cuivre de diamètre interne de 60 mm. Sa conception permet d'obtenir un gradient thermique entre l'amont et l'aval de l'éprouvette mais aussi un gradient thermique pariétal lorsqu'un refroidissement interne est déclenché pour des échantillons creux. La combustion permet d'atteindre des températures de fonctionnement variables entre 300 et 1600°C avec des transitoires très élevées (vitesse de chauffage supérieure à 300°C.s<sup>-1</sup> dans la gamme de température 500-1200°C). Comme pour les essais de fatigue traditionnels, les sollicitations mécaniques sont effectuées via une machine 8862 (Instron) de type electro-mécanique à vis d'une capacité de ±100kN.

En revanche, en raison du fort encombrement de la veine, cette dernière a dû être surélevée et possède une longue course. La métrologie thermique a constitué elle aussi une étape importante du développement afin de réaliser des essais avec un contrôle thermique fiable. L'éprouvette est donc testée en écoulement turbulent et est chauffée par convection forcée. Ce mode de chauffage résulte en un gradient thermique longitudinal de 10°C sur les 14 mm de la longueur utile. La procédure commence par un allumage du brûleur, un préchauffage de l'ensemble de la veine effectué à environ 500°C pendant 10 minutes. La température cible est atteinte à une vitesse de 20°C.s<sup>-1</sup>. La température est maintenue pendant 30 minutes avant mise en charge de l'éprouvette. Il s'en suit alors un cycle de fatigue thermomécanique hors phase (Figure II.68-a) comme décrit ci-dessous :

- maintien à 1100°C pendant 1h avec une charge de 120 MPa ;
- refroidissement rapide jusqu'à 500°C (130°C.s<sup>-1</sup>) avec une mise en charge à 700 MPa ;
- chauffage rapide jusqu'à 1100°C (150°C.s<sup>-1</sup>) avec décharge mécanique pour atteindre une charge utile de 120 MPa.

Les essais ont été interrompus lorsqu'une déformation plastique de 3% était atteinte (déformation évaluée par suivi optique) ou que des macro-fissures étaient détectées en surface. Une observation des faciès amont et aval s'avère ensuite nécessaire pour estimer les différences d'endommagements associées à l'hétérogénéité thermique avant/arrière possible.

#### II.7.4 Les analyses chimiques

L'évolution du système barrière thermique sous sollicitations thermomécaniques soumet les matériaux étudiés à des températures élevées activant des mécanismes de diffusion, de coalescence et de croissance d'oxydes. La localisation et le taux d'éléments ont donc été analysés par spectroscopie à dispersion d'énergie (Electron Dispersive Spectroscopy - EDS). Par association avec la microscopie électronique MEB (MEB 6100+Quantax EDS 6/10 Bruker et 7800F+EDS-SDD - Jeol), il est possible ainsi de faire une cartographie



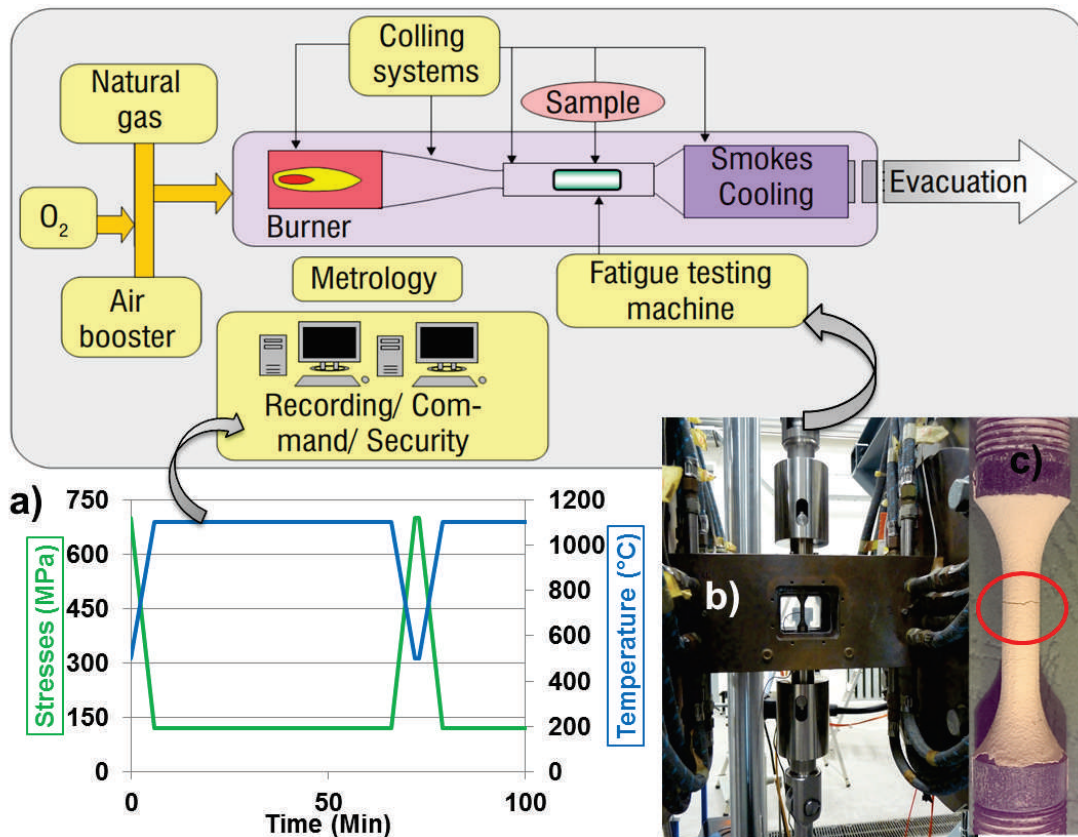


Figure II.68: Banc MAATRE avec la machine de fatigue, le cycle thermomécanique (a) et un exemple de fissure développée dans le dépôt (b)

localisée des éléments en révélant les zones de différentes concentrations avec le logiciel ESPRIT.

L'identification des couches d'oxydes s'avère alors réalisable par de telles techniques sans pouvoir déterminer la nature exacte à l'échelle locale. C'est pourquoi une analyse par spectroscopie Raman (Renishaw InVia, excitation : 532 nm, ICB Dijon) a été utilisée afin d'identifier la nature des oxydes localement. Cet effet consiste en la diffusion inélastique d'un photon, c'est-à-dire le phénomène physique par lequel un milieu peut modifier légèrement la fréquence de la lumière qui y circule. Ce décalage en fréquence correspond à un échange d'énergie entre le rayon lumineux et le milieu. Cet échange peut avoir plusieurs causes : vibrations du cristal ou de la molécule, excitations magnétiques... La mesure de ce décalage permet de remonter à certaines propriétés du milieu. On parle alors de Spectroscopie Raman [183]. Cette technique est largement répandue dans l'industrie et en recherche depuis la grande diffusion des lasers. La spectroscopie Raman est une méthode non-destructive permettant de caractériser la structure d'un matériau. Les analyses sont adaptées à des structures sans centre ou axe de symétrie du cristal, de sorte que certains modes vibrationnels peuvent être observés au Raman. La méthode consiste à focaliser (avec une lentille) un faisceau de lumière monochromatique (un faisceau laser) sur l'échantillon à étudier et à analyser la lumière diffusée (Figure II.69). Cette lumière est

recueillie à l'aide d'une autre lentille et envoyée dans un monochromateur et son intensité est alors mesurée avec un détecteur (monocanal type photomultiplicateur ou CPM, multicanal type CCD). Les spectres sont ainsi analysés en fonction de spectres de référence.

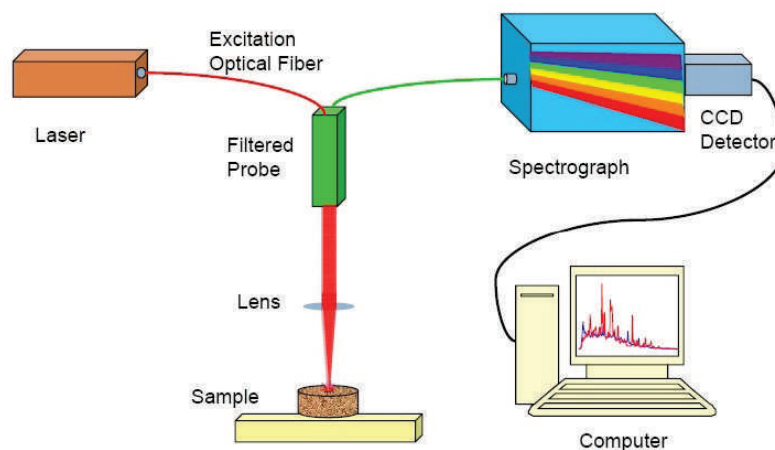


Figure II.69: Schéma d'un banc de spectrométrie Raman ([www.renishaw.fr](http://www.renishaw.fr), 13/10/2016)

## II.8 Les propriétés mécaniques

L'objectif de ce travail étant de pouvoir quantifier la tenue des interfaces, les propriétés du revêtement et du substrat se doivent d'être connues afin de pouvoir modéliser les essais présentés. De plus, les préparations de surface avant projection thermique peuvent modifier les propriétés de l'extrême surface. Deux méthodes ont donc été utilisées pour évaluer ces deux points majeurs.

### II.8.1 Les propriétés élastiques des revêtements

La méthode dynamique résonante a été développée dans les années 70 afin de caractériser les constantes d'élasticité des matériaux massifs. Elle s'appuie sur la relation existant entre la fréquence naturelle de modes simples de vibration, la géométrie et la rigidité du matériau testé. Elle répond à une norme d'essais ASTM réactualisée en 2001 et permettant maintenant la caractérisation de l'anisotropie élastique dans diverses couches de matériaux revêtus. Le principe de caractérisation des revêtements consiste en une mesure différentielle des substrats nus et revêtus. Ceci a été appliqué à des systèmes bicouches (revêtement unique homogène) de la température ambiante jusqu'à 1100°C pour des épaisseurs de dépôts variant de 2 à 200  $\mu\text{m}$ . La méthode dynamique résonante a permis ainsi de définir les propriétés élastiques et les contraintes résiduelles du dépôt projeté afin de connaître la vitesse du son dans les revêtements étudiés. Les détails des mesures sont présentés en Annexe V.1. Ces analyses ont été utilisées afin de dimensionner les épaisseurs du substrat et du dépôt pour l'essai LASAT et aussi les modélisations mécaniques.

## II.8.2 Les propriétés élastiques et de duretés des substrats

Afin d'analyser les effets des préparations de surface sur les propriétés locales du substrat, une évaluation de la dureté de la surface après traitement a été investiguée. Ainsi, des essais de micro-dureté et nano-dureté ont été utilisés pour estimer la dureté et les propriétés élastiques du substrat. La microdureté a été mesurée à l'aide d'une pointe Vickers sur un micro-duromètre de type Mnilozd-2 (Leitz) sous un chargement de 300 g. Dix mesures ont été nécessaire systématiquement. Plus finement, la nanoindentation a aussi été utilisée afin de connaître de manière plus locale la dureté du matériau tout comme son caractère élastique. Le module de Young dit réduit peut alors être exprimé en fonction de la rigidité  $S$  du matériau. Celle-ci correspond à la pente de la tangente du sommet de la courbe de charge-décharge. Le modèle d'Oliver et Pharr [184] relie la rigidité  $S$ , l'aire de l'empreinte de l'indenteur et le module de Young réduit  $\bar{E}$  du matériau par l'expression :

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2\beta}{\sqrt{\pi}} \bar{E} \sqrt{A(h_c)} \quad (\text{II.5})$$

Les mesures ont été effectuées sur un appareil XP MTS (laboratoire ICD/LASMIS, Université de Technologie de Troyes) permettant de réaliser des mesures de dureté et de module d'élasticité par la méthode C.S.M. (Continuous Stiffness Measurement). Cette méthode se base sur l'ajout d'un signal oscillant au chargement global. La courbe d'indentation présente la charge  $P$  appliquée à l'indenteur en fonction de la pénétration. On obtient alors deux phases caractéristiques de charge (S1) et de décharge (S3)(Figure II.70). Les aires sous la courbe représentent les énergies dissipées en plasticité et réversibles caractéristiques du retour élastique du matériau. L'indenteur est de type Berkovitch. L'indentation est réalisée à une profondeur de 1  $\mu\text{m}$  et la mesure CSM est moyennée sur la partie de la courbe de charge la moins perturbée (400 à 900 nm). Le taux de déformation est piloté à 0.05  $\text{s}^{-1}$ . Des filiations de points ont été menées sur des zones spécifiquement traitées afin d'évaluer un gradient de propriétés (dureté et module d'Young) dans la profondeur (de la surface au cœur du substrat).

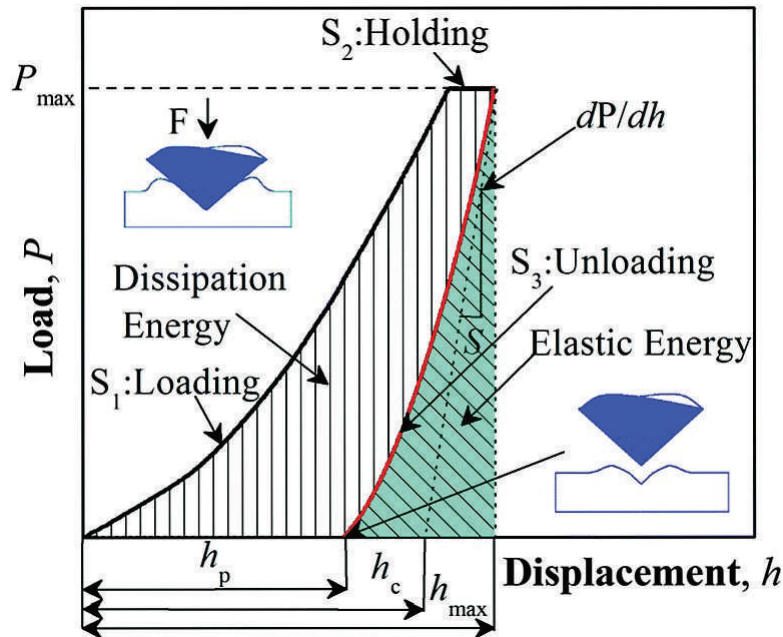


Figure II.70: Principe de la mesure de nanoindentation [184]

## II.9 Conclusion

Il a été présenté, dans ce chapitre, les divers systèmes (NiAl/Al2017 et YSZ/AM1) étudiés dans le cadre cette thèse et dont l'objectif est de voir les effets de la préparation de surface avant projection thermique sur l'adhérence et la durée de vie des revêtements. La texturation laser permet de structurer la surface par des motifs, contrairement à une rugosité aléatoire par sablage. Des analyses d'images ont permis de quantifier les surfaces déployées et ainsi d'identifier et comparer les mécanismes de rupture pour les différents essais d'adhérence à l'ambiante. Pour le système barrières thermiques sans sous-couche, des essais à hautes températures ont permis d'évaluer les oxydes formés (analyses chimiques), les cinétiques de croissance d'oxyde (ATG) et les modes d'endommagement pour des traitements isothermes et cyclés pour les différentes préparations de surface. Des essais de fluage en traction à 1100°C et de fatigue thermomécanique hors-phase sur le banc MAATRE ont été réalisés afin de superposer un chargement mécanique à l'exposition thermique et ainsi identifier les endommagements sous sollicitations thermomécaniques.

# Chapitre III

## Optimisation des morphologies de surface et stratégies de constructions des revêtements

### III.1 Introduction

Après des prétraitements de surface par sablage ou par laser, des modifications en extrême surface des matériaux sont générées pour favoriser l'adhérence des dépôts projetés thermiquement. Deux couples ont été étudiés, l'un dit "école" (NiAl/Al) et un système barrière thermique sans sous-couche (YSZ/AM1). Les effets de l'interaction laser-matière ont été étudiés pour les deux substrats afin de pouvoir contrôler la morphologie des motifs et les zones fondues et affectées thermiquement (ZAT). De plus, une modélisation hydrodynamique a été développée permettant d'évaluer les transitoires thermiques contrôlant la microstructure locale et les éjections de matière par la pression de recul. En effet comme l'illustre la Figure III.71, durant le perçage laser, des mouvements de fluides sur la paroi sont observés. Pour maîtriser de tels effets, différents types d'études ont alors été menés au cours de ce travail.

Premièrement, une étude expérimentale sur les deux matériaux constitutifs des substrats a été menée (Al2017 et AM1). L'objectif de cette dernière a consisté principalement à évaluer la morphologie des trous obtenus ainsi que la zone affectée thermiquement. Une meilleure compréhension des mécanismes de chauffage-refroidissement et d'éjection de matière lors du processus de texturation a alors permis d'obtenir un savoir-faire certain afin de définir des géométries spécifiques. En plus, différentes analyses sur la microstructure et la chimie des surface traitées ont été analysées pour évaluer les zones affectées thermiquement.

Deuxièmement, afin de mettre en évidence les effets du flux d'énergie correspondant aux analyses précédentes, un modèle sur l'interaction laser-matière a été développé. Le couplage entre les phénomènes thermiques et hydrodynamiques a donc été analysé. Sur la base de l'analyse des phénomènes physiques conditionnant le processus, le but d'une telle étude a été de corrélérer les résultats issus de la modélisation et des expérimentations. Le

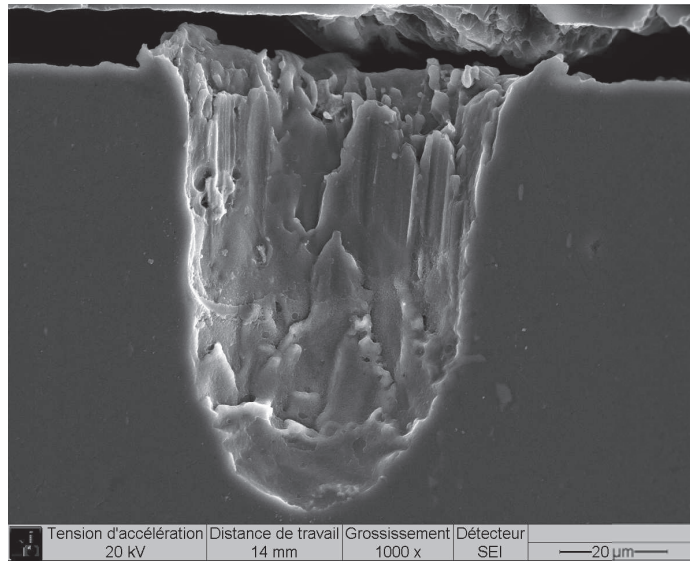


Figure III.71: Faciès d'un trou vu en coupe créé par texturation laser

déplacement du liquide vers les bords de l'impact sous l'action de la pression de recul a en effet été étudié, permettant ainsi de comprendre les phénomènes d'enlèvement de matière. Les gradients thermiques durant le chauffage et le refroidissement de la zone d'interaction ont aussi été analysés pour proposer des explications sur les modifications de la microstructure autour des motifs.

Enfin, une étude d'optimisation de la topographie de surface pour maximiser la zone de contact exposée aux particules projetées après sablage ou texturation laser a été proposée. Les paramètres de rugosité ainsi que les dimensions des motifs ont été corrélés aux tailles des particules projetées. L'étalement des particules fondues pour des géométries données a été modélisé pour expliquer certains résultats expérimentaux.

## III.2 Analyses morphologiques, chimiques et microstructurales lors de traitements laser de courte durée d'impulsions

La compréhension des processus d'interaction entre un faisceau incident et les matériaux est essentielle pour comprendre les possibilités et les limites du processus de texturation par laser. Comme rappelé précédemment (Chapitre I.3.2.2), du point de vue phénoménologique, lorsqu'un faisceau laser de forte densité de puissance irradie un matériau, la surface monte en température jusqu'à fusion avant de s'évaporer. Mais, de par la cinétique de chauffage du matériau (durée d'impulsion courte), la couche de matière fondue reste fine par les mécanismes d'évaporation et de pression de recul du métal. Dans ce cas, il est possible d'imaginer que le front de vaporisation avance au moins aussi vite que le front de fusion, ce qui justifie une couche de liquide peu épaisse. Ainsi, par textura-



tion laser nanoseconde, il devient envisageable d'enlever de la matière de la surface sans modifier globalement le matériau à revêtir. Des motifs peuvent être ainsi définis pour maximiser la surface de contact et l'adhérence des revêtements.

### III.2.1 Évaluation de la morphologie et critère de contact

Le processus d'enlèvement de matière est principalement contrôlé par l'énergie du rayonnement, la durée des impulsions et leurs nombres. La morphologie des motifs a été étudiée en fonction des flux d'énergie et du nombre d'impacts pour pouvoir proposer une stratégie de structuration de la surface. Considérant les caractéristiques énergétiques du faisceau incident, quatre niveaux d'énergie correspondant à des paramètres laser spécifiques ont été étudiés (Tableau III.7).

Table III.7: Flux d'énergie correspondant à des paramètres lasers spécifiques calculés par la relation chapitre II

Puissance (W)	Fréquence (kHz)	Flux d'énergie (GW/cm <sup>2</sup> )
20	20	0,29
20	40	0,15
20	60	0,07
20	80	0,05

La topographie de la surface a quant à elle été analysée selon la forme des motifs basée sur le diamètre d'ouverture et la profondeur (Figure III.72).

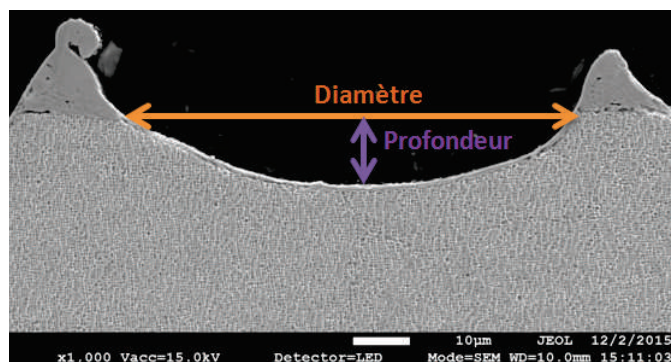


Figure III.72: Définition morphologique des motifs

Ainsi, considérant l'ensemble de ces paramètres laser, l'évolution des morphologies de surface pour les deux morphologies étudiées peut être suivie (Figure III.73 et Figure III.74). Deux effets distincts peuvent être observés :

- La profondeur des trous augmente avec le nombre d'impacts d'autant plus rapidement que l'énergie par impulsion augmentent ;

- le diamètre des motifs augmente avec l'augmentation du flux d'énergie mais reste quasi-constant avec le nombre d'impulsions.

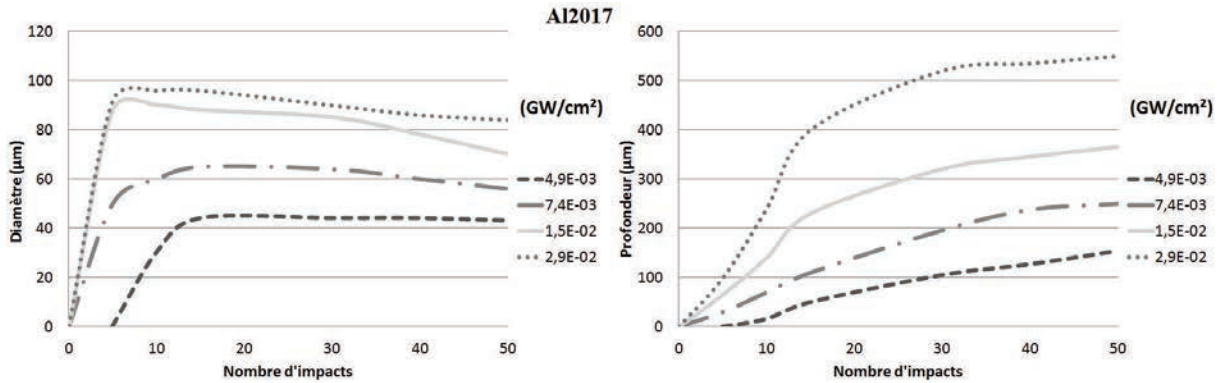


Figure III.73: Diamètres et profondeurs des motifs en fonction du nombre d'impulsions et l'énergie laser pour l'alliage d'aluminium Al2017

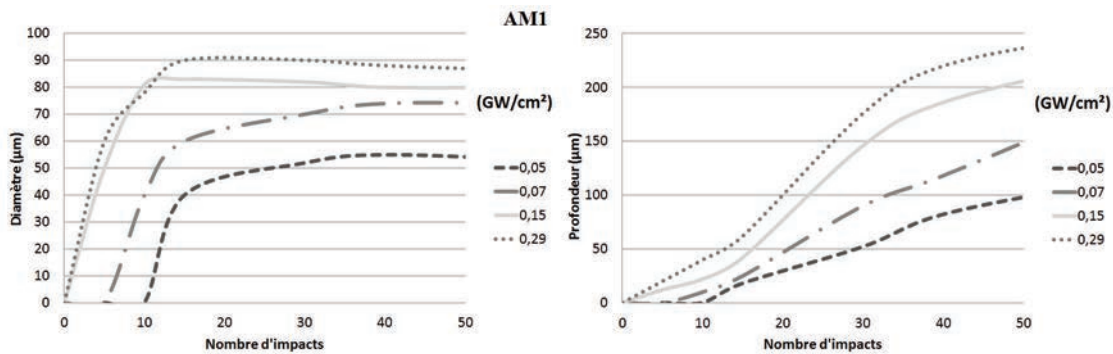


Figure III.74: Diamètres et profondeurs des motifs en fonction du nombre d'impulsions et l'énergie laser pour l'AM1

Les mêmes constats ont pu être observés sur le superalliage AM1. La différence notable est que le diamètre croit rapidement sur les premiers impacts à haut flux d'énergie puis décroît doucement. Ainsi, quelle que soit la nature du matériau traité, il apparaît que la profondeur des motifs est proportionnelle au nombre d'impacts mais d'une façon non-linéaire. L'augmentation de la concavité augmente en effet rapidement l'absorption du faisceau laser par amplification du phénomène de réflexion interne jusqu'à une limite de profondeur. Finalement la matière éjectée présente de plus en plus de difficulté à être éjectée d'où la diminution du diamètre d'ouverture.

Néanmoins, il est intéressant de constater que la vitesse de perçage est différente entre les deux matériaux. Pour atteindre des formes similaires, il faut plus de pulsations pour un même flux énergétique dans le cas de l'AM1 que pour l'Al2017. Un tel constat peut facilement s'expliquer par les caractéristiques thermiques des matériaux (cf chapitre

2). En effet, même si l'absorption du rayonnement photonique (proche infra-rouge) par l'aluminium est moindre que l'alliage à base de nickel, l'aluminium présente des températures de fusion et d'évaporation plus faible, et une diffusivité thermique plus importante que le nickel (en considérant les propriétés de l'AM1 similaires à celles du Nickel). L'énergie requise pour évaporer et déplacer la matière fondue (viscosité de l'aluminium plus faible que le nickel) est donc moins importante dans le cas de l'Al2017 que pour l'AM1.

L'énergie déposée sur la surface des matériaux suit une distribution gaussienne. Convertie directement sur l'extrême surface en chaleur, les flux seuils pour atteindre la fusion et la vaporisation des matériaux ont pu être calculés par les relations décrites Chapitre I. La Figure III.75 représente ainsi les énergies déposées sur une surface plane et les énergies seuils pour les deux matériaux. Par exemple, à faible énergie ( $0.05 \text{ GW}\cdot\text{cm}^{-2}$ ), seule une fusion de la matière est attendue dès lors que l'énergie déposée par le laser ne permet pas d'atteindre les seuils de vaporisation du matériau. Inversement, à flux d'énergie plus important ( $0.29 \text{ GW}\cdot\text{cm}^{-2}$ ), des phénomènes d'évaporation prennent place accompagnés d'une pression de recul significative susceptible d'éjecter la matière vers l'extérieur. Par conséquent, il est alors aisé d'appréhender les différences de diamètres pour les quatre flux étudiés et les deux matériaux.

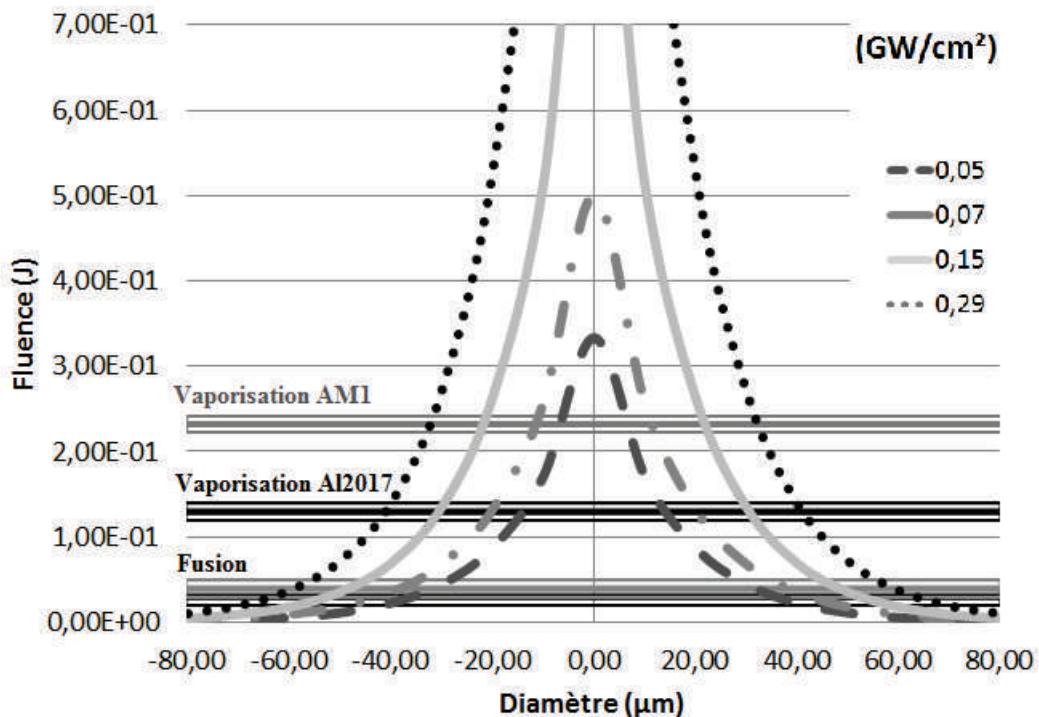


Figure III.75: Énergie par impulsion d'une distribution gaussienne pour les quatre niveaux d'énergie choisis

Cette analyse a permis aussi de mettre en évidence l'épaisseur de zone fondue grâce à des attaques chimiques. La Figure III.76 montre une vue en coupe de la zone fondue en fond de trou du superalliage AM1. L'attaque chimique révèle ainsi une zone dense en

extrême surface sur des épaisseurs de quelques micromètres seulement.

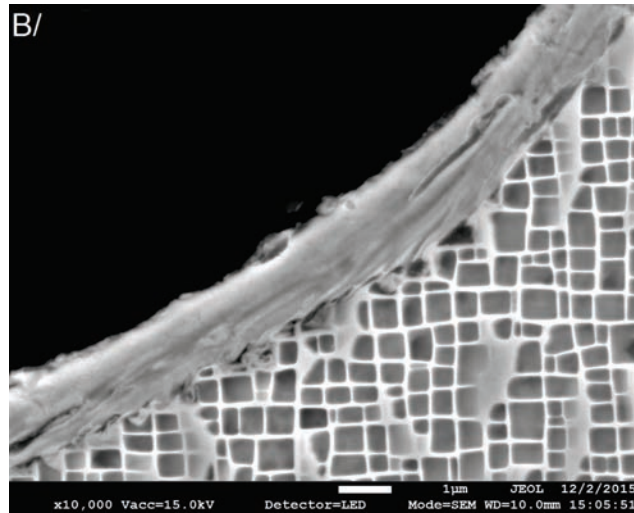


Figure III.76: Exemple de mise en évidence de la zone fondue de matière dans un trou pour l'AM1

Dans le régime impulsionnel nanoseconde, des zones fondues et affectées thermiquement sont communément remarquées. Néanmoins, considérant la zone fondue seule, l'épaisseur est rarement constante entre le fond et le bord du trou. En effet, comme l'illustre les Figures III.77 et III.78, des évolutions différentes sont à noter entre le fond et les bords de trous suivant le nombre d'impacts et l'énergie incidente. Des différences d'épaisseurs croissent de plus en plus rapidement à bas flux qu'à haut flux.

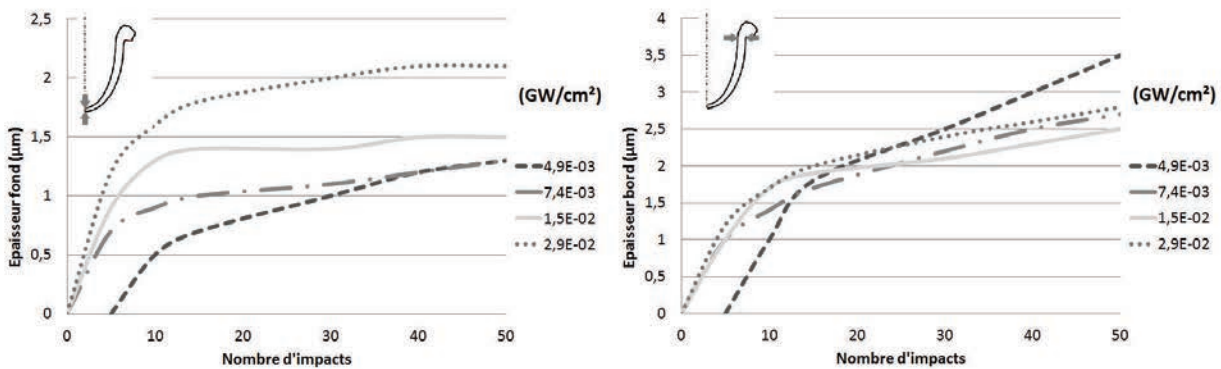


Figure III.77: Les épaisseurs des zones fondues mesurées après impacts laser dans le cas du traitement de l'alliage d'aluminium

Des différences d'épaisseurs sont d'autant plus importantes pour l'AM1 avec le nombre d'impacts. Bien évidemment, selon les caractéristiques spécifiques des deux matériaux (températures de fusion et d'évaporation, diffusivité thermique, absorption) des différences de comportements apparaissent. De telles variations d'épaisseur sont en particulier liées à la pression de recul et la viscosité de la matière à l'état fondu. La pression de recul est

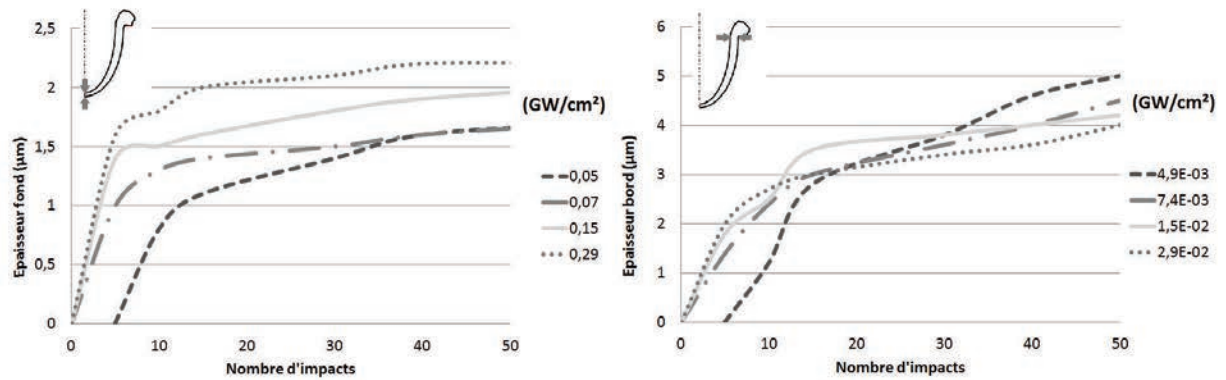


Figure III.78: Les épaisseurs des zones fondues mesurées après impacts laser dans le cas du traitement de l'AM1

difficile à être évaluée, mais à titre d'exemple, la viscosité du nickel liquide est cinq fois plus grande que celle de l'aluminium liquide (5 pour 1mPa.s). Le mouvement du fluide devient donc plus difficile pour le nickel ce qui tend à des épaisseurs plus faibles.

Enfin, les mouvements hydrodynamiques du matériau fondu semblent sensibles à la morphologie des trous formés. L'épaisseur de cette dernière augmente avec le nombre d'impacts en bordure des trous (d'autant plus vrai pour des bas flux). Ce comportement peut s'expliquer par les multiples réflexions du faisceau dans la concavité formée qui augmentent l'énergie au fond du trou. Cependant, l'évacuation de la matière fondue est d'autant plus difficile que le trou progresse.

Par un modèle théorique simple développé par Semak [71], il est possible de calculer la pression de recul appliquée en surface lors de la dynamique du perçage pour pouvoir évaluer la vitesse du front de fusion et d'évaporation. Le schéma de principe est présenté en Figure III.79. Ce modèle permet alors de mettre en évidence les vitesses d'éjection de matière et ainsi d'évaluer les augmentations d'épaisseurs des couches fondues et la formation des bourrelets.

Cette élévation de température est telle que la matière est alors fondue puis vaporisée en partie. Mais, cette vaporisation est limitée à la surface du bain fondu qui provoque également la détente rapide d'une vapeur métallique. En passant de la phase liquide à la phase vapeur, le métal subit alors un changement de volume très significatif engendrant ainsi l'éjection du métal liquide à une vitesse  $V_m$  et donc, la perforation. C'est l'évacuation de cette matière liquide par l'effet de la pression de recul qui permet le déplacement de l'interface solide-liquide. La couche de liquide est amincie par la perte de matière vaporisée et éjectée sous forme liquide permettant la fusion d'un nouvel élément de volume solide. Ces phénomènes atteignent ainsi un état d'équilibre dans lequel deux interfaces (solide-liquide et liquide-vapeur) se déplacent à une vitesse  $V_d$  laissant une épaisseur de couche liquide quasi-constante  $\delta_m$ .

Mais ce modèle est établi sur la base de plusieurs hypothèses. Tout d'abord, il ne tient



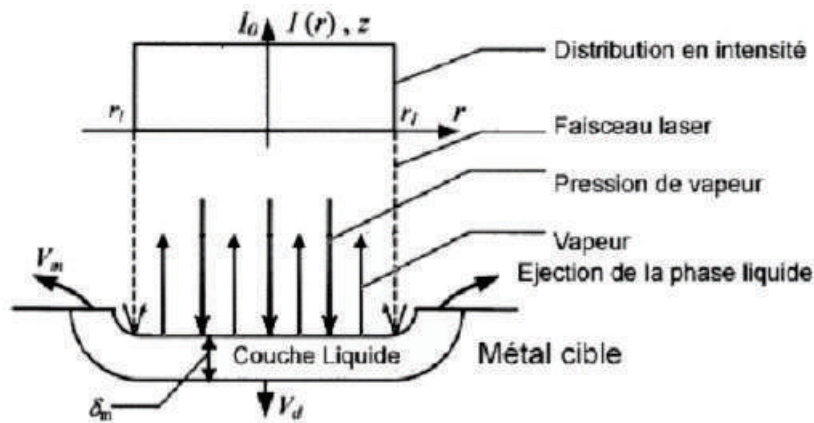


Figure III.79: Schéma du modèle hydrodynamique de perçage par laser percussionnel [185]

pas compte du fait qu'un plasma peut être créé par la température élevée de la vapeur métallique. Cette force hydrodynamique se traduit seulement par une pression de recul équivalente à la matière éjectée. L'absorption de l'énergie laser par la phase vapeur est supposée nulle alors que celle de la phase liquide est supposée constante. De plus, les contraintes générées dans le solide par la pression de recul ne sont pas considérées. Enfin, les caractéristiques temporelles et spatiales de l'impulsion laser sont définies comme uniformes sur toute la surface irradiée. Le postulat de base de ce modèle est que le perçage atteint un état stationnaire menant ainsi à la stabilité des valeurs accessibles comme la vitesse de perçage, la vitesse d'éjection liquide, la pression de recul ou même la température de surface. Des calculs itératifs sont donc nécessaires afin d'évaluer les variables.

Compte tenu de ces hypothèses, ainsi que du caractère mono-dimensionnel de ce modèle, il ne sera alors possible d'obtenir que des ordres de grandeurs de ces paramètres physiques, qui plus est pour des perçages de faibles épaisseurs puisque la profondeur des trous influe grandement sur la plupart des paramètres. Dans cet état stationnaire, en suivant une logique de conservation de la masse, le volume de matière fondue à chaque instant correspond exactement à la quantité de matière perdue par vaporisation et par éjection sous sa forme liquide. Ainsi, la variation de masse durant l'impulsion laser montre que le taux de matière fondue correspond à la somme des taux de matières vaporisées et de matières éjectées du trou sous forme liquide.

En prenant en compte une surface irradiée par un laser de rayon  $r$ , la variation de masse par unité de temps est alors décrite. La composante générée par l'évacuation de la matière liquide est prise en compte sur une surface assimilée à  $2\pi r\delta_m$  car l'épaisseur de la couche liquide  $\delta_m$  est supposée très faible rendant ainsi le produit négligeable. La vitesse de perçage peut ainsi être exprimée par l'équation suivante :

$$V_d = \frac{\rho_m}{\rho_s} V_s + \frac{2\delta_m \rho_m}{r \rho_s} V_m \quad (\text{III.1})$$

avec  $\rho$  les masses volumiques des phases liquides et solides ( $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ),  $V_d$  et  $V_v$  les



vitesse de déplacement des fronts solide-liquide et liquide-vapeur et  $V_m$  la vitesse d'éjection ( $\text{m.s}^{-1}$ ).

Deux données peuvent alors se dégager d'une telle expression : la vitesse de perçage due à la vaporisation du bain fondu et la vitesse d'éjection de la matière fondue due à la pression de recul. La capacité d'un matériau homogène à transmettre un signal de température à ses deux extrémités est appelée diffusivité thermique. Celle-ci dépend de la capacité du matériau à conduire et à conserver la chaleur. Cette grandeur intensive, c'est-à-dire qu'elle ne dépend pas de la quantité de matière, détermine l'inertie thermique du matériau. En effectuant le rapport entre la capacité de la matière à diffuser la chaleur et la vitesse de déplacement du front solide-liquide, il devient alors possible d'approcher l'épaisseur de la couche liquide. La combinaison de l'équation précédente et de l'équation de diffusivité permet alors d'obtenir une troisième équation quadratique dont la solution positive permet d'exprimer la vitesse de déplacement du front solide-liquide :

$$V_d = \frac{1}{2} \left\{ \frac{\rho_m}{\rho_s} V_s + \left[ \left( \frac{\rho_m}{r \rho_s} V_s \right)^2 + \frac{8 \kappa \rho_m}{r \rho_s} V_m \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \quad (\text{III.2})$$

Les travaux d'Anisimov [65] ont permis d'ailleurs d'exprimer la vitesse de pénétration d'un front de vaporisation dans un bain de matière liquide par rapport à sa température de surface :

$$V_v = V_0 \exp \left( - \frac{M L_v}{N_a k_b T} \right) \quad (\text{III.3})$$

avec  $V_0$  la vitesse du son dans la phase liquide ( $\text{m.s}^{-1}$ ),  $M$  la masse atomique (kg),  $L_v$  la chaleur latente de vaporisation ( $\text{J.kg}^{-1}$ ),  $N_a$  le nombre d'Avogadro,  $k_b$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température de la surface (K).

L'évacuation de la matière liquide est supposée monodimensionnelle et la pression de recul uniforme dans la zone irradiée par le laser. De plus, le modèle considère que la pression ne s'applique que sur la surface irradiée et détermine ainsi une relation entre la vitesse d'éjection de la matière liquide et la pression de recul selon le théorème de Bernoulli. Un bilan d'énergie est réalisé entre les puissances reçues (radiation laser) et perdues (conduction thermique, convection à sa surface, rayonnement de la matière et pertes par changement de phases). En combinant les définitions thermiques, il est alors possible d'isoler l'intensité laser absorbée en fonction des autres grandeurs selon la loi suivante :

$$I_{laser} = 2 \rho_m (C_m T^* + L_m) \frac{V_m \kappa_m}{V_d r} + \rho_s C_s (T_m - T_0) V_d \left[ 1 + \frac{1}{\frac{\kappa_m}{\kappa_s} + \frac{V_d}{\kappa_s r}} \right] + \rho_m V_v L_v \quad (\text{III.4})$$

avec  $C$  la capacité calorifique ( $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ),  $\kappa$  la diffusivité thermique ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ ),  $T^*$  la température moyenne dans la couche du métal liquide ( $\text{K}$ ) et  $L_m$  la chaleur latente de fusion ( $\text{J.K}^{-1}$ ).

Les vitesses des isothermes de vaporisation et de fusion approximatives sont obtenues par méthodes itératives. Le paramètre essentiel étudié est la puissance laser. Le calcul est donné à mi-hauteur de l'impulsion pour le calcul de l'énergie. C'est pourquoi les grandeurs caractéristiques présentées sont en fonction de la densité de puissance de l'impulsion laser.

La température de surface est donc la grandeur majeure influençant l'évacuation de la matière car celle-ci agit sur la vitesse de vaporisation et sur la pression de recul. Cette température de surface est pilotée en partie par la variation de l'intensité laser absorbée par le matériau. En utilisant les propriétés du nickel et de l'aluminium, l'évolution de cette température a été évaluée comme l'expose la Figure III.81-A. L'absorption du rayonnement par le nickel est supérieure à l'aluminium ce qui a pour conséquence d'augmenter la température de surface de la même proportion. De plus, le modèle permet aussi de déterminer la vitesse de perçage et la pression de recul (Figure III.81-B), selon la nature du matériau. Ces résultats sont plus importants dans le cas de l'aluminium que le nickel car les températures de changement de phases sont inférieures. Finalement les vitesses d'éjection du fluide peuvent être déduites par ces équations (Figure III.81-C).

Dans les phénomènes hydrodynamiques, le nombre de Reynolds peut être utilisé pour caractériser le taux de turbulence d'un fluide. Selon l'hypothèse que l'éjection de matière est limitée sur une couronne de diamètre et d'épaisseur définie par les zones refondues, le taux de turbulence de la matière éjectée est calculé (en supposant une viscosité constante). Ainsi dans le cas d'un régime laminaire, la matière fondue va se déposer sur le bord du trou de façon continue ce qui justifie la formation de bourrelets. Dans le cas où le fluide est dans un régime turbulent, la création de vortex et de mouvements rotationnels du fluide peuvent créer des discontinuités lors de l'éjection. Le nombre de Reynolds a donc été calculé dans cette configuration (Figure III.81-D). Une éjection de matière se produit alors vers l'extérieur avec un bourrelet plus ou moins important. Compte tenu des propriétés des deux matériaux étudiés, des vitesses d'éjection deux à trois fois plus rapides pour l'aluminium que le Nickel sont observées.

N.B. Dahotre [186] a évalué les profils de motifs créés par texturation laser (Figure III.82) et a remarqué une variation des hauteurs de bourrelets avec l'intensité photonique. La pression de recul engendrée pour les différents flux d'énergie est donc mise en évidence par la variation de vitesse d'éjection de la matière générant ainsi différents bourrelets. Ces observations confortent donc les suggestions proposées.

Ainsi, un contrôle de la morphologie du trou peut être réalisé en termes de diamètre, de profondeur, d'épaisseur de la zone fondue ou encore de taille des bourrelets. Tous ces éléments peuvent être optimisés malgré des interactions fortes par la maîtrise des paramètres laser pour chaque matériau. Il est intéressant de noter que les bourrelets contrôlés pourraient avoir un rôle sur l'accroche du revêtement. Il est possible ainsi de structurer la surface en créant une topographie optimale de la surface avec des motifs trous. Est-il possible aussi de contrôler les zones affectées thermiquement?

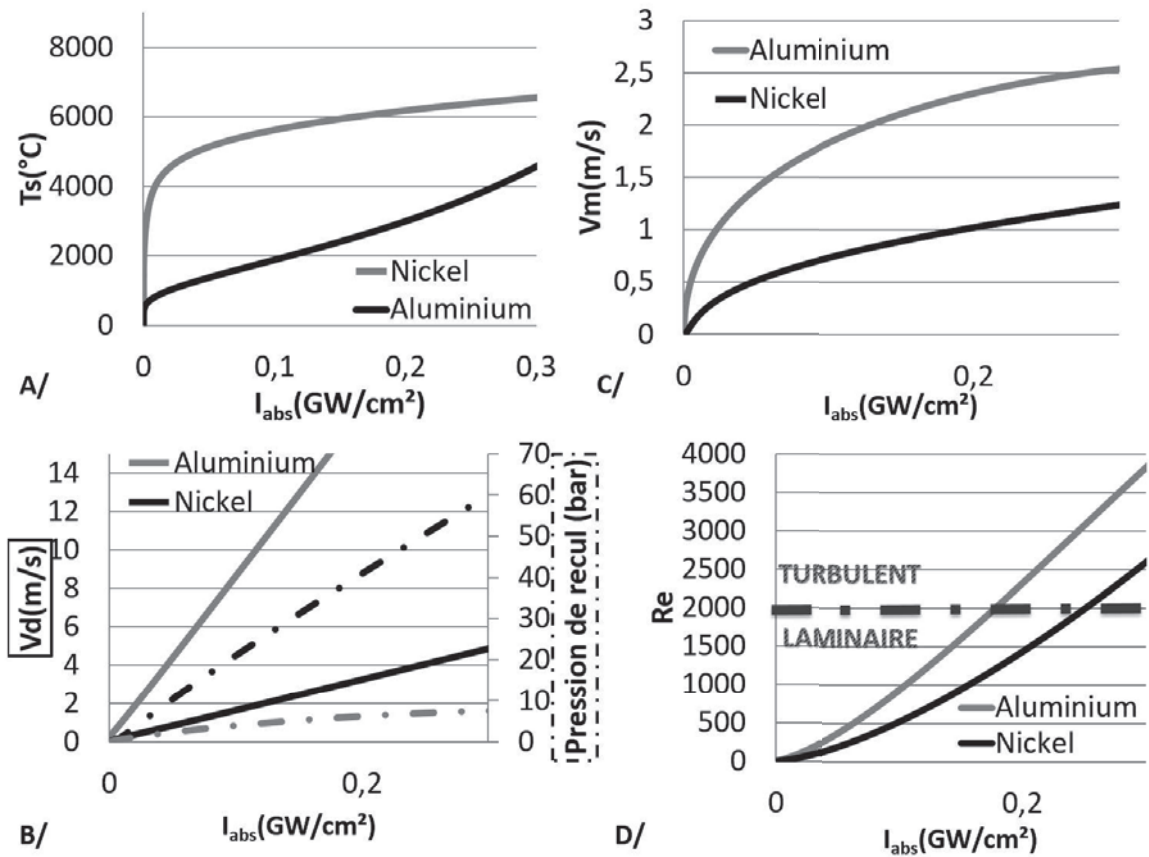


Figure III.80: Évolution de la température de surface (a), vitesse de perçage (b), vitesse d'éjection (c - trait continu), pression de recul (c - trait pointillé) et du Reynolds (d) associé pour différentes intensité laser ( $I_{abs}$ ) dans le cas des traitements de l'aluminium et du nickel

### III.2.2 Évaluation des changements microstructuraux après traitements de surface

Afin d'analyser l'effet de la texturation laser sur la microstructure des matériaux, des analyses mécaniques et chimiques ont été menées. Des mesures de dureté, par exemple micro-indentation et nano-indentation, ont donc été mises en œuvre pour évaluer la zone affectée. La Figure III.83 présente la filiation menée en dessous des motifs afin d'évaluer les modifications de microstructure dans la zone affectée thermiquement. Lors de l'impulsion laser, l'extrême surface est chauffée par le faisceau laser, par conséquent la chaleur va diffuser à l'intérieur du matériau. Des modifications micro-structurales peuvent avoir lieu avec l'augmentation de la température, par diffusion d'éléments par exemple, modifiant les propriétés locales du matériau.

La Figure III.84 présente les profils de dureté en profondeur des échantillons pour l'alliage d'aluminium et le superalliage dans les cas bruts d'usinage, sablés et texturés (texture 1 = 0.15 GW.cm<sup>-2</sup> et texture 2 = 0.29 GW.cm<sup>-2</sup>). Dans le cas du superalliage, la taille des empreintes est supérieure à la taille des précipités  $\gamma'$  (de 400-500 nm). La mesure

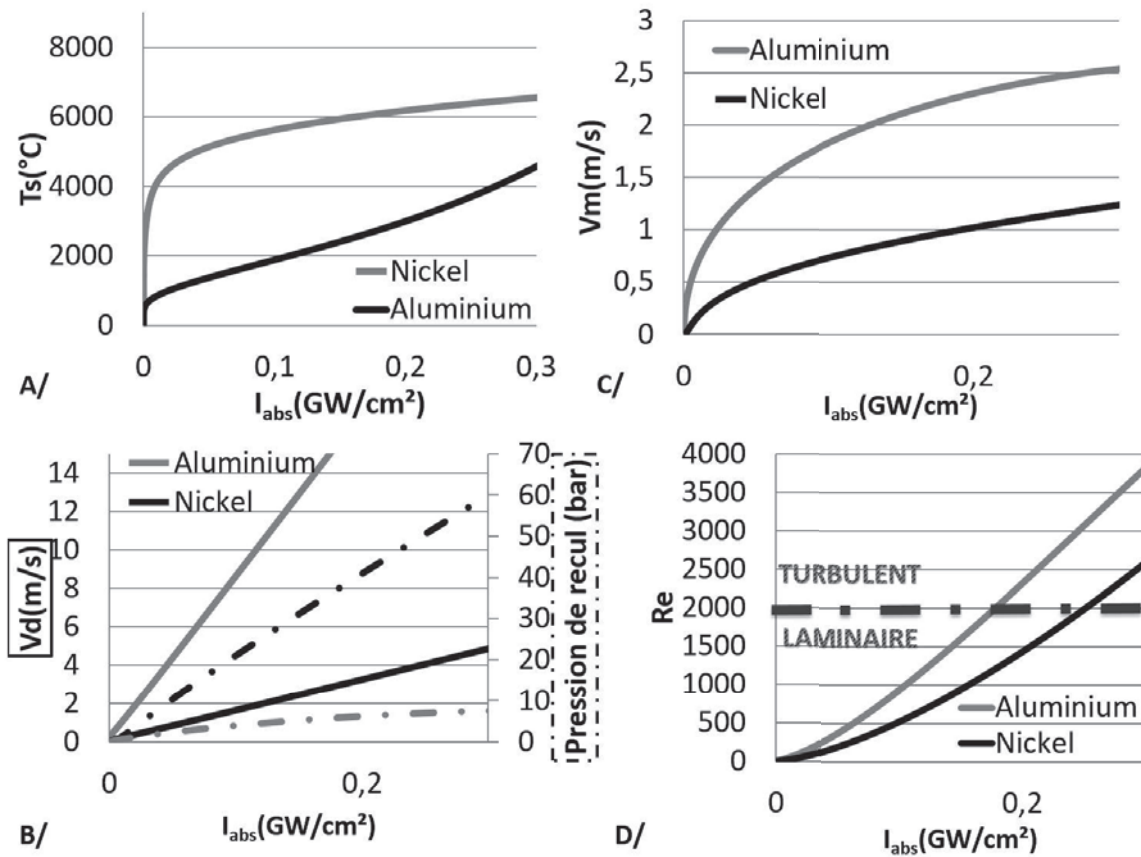


Figure III.81:

de dureté recueillie correspond donc à une réponse globale à l'échelle de la structure de précipitation  $\gamma/\gamma'$ . De plus, la taille de l'empreinte est inférieure à la largeur des bras de dendrites ou des espaces interdendriques (centaines de micromètres). Des mesures dans les espaces dendritiques ont donc été menées en conséquence.

Dans le cas de l'alliage d'aluminium, le sablage augmente la dureté en extrême surface en raison des contraintes de compression créées lors du traitement. Il en est de même dans le cas du superalliage où des modifications microstructurales en extrême surface ont été observées (Figure III.85). En effet, lors de la compression de la surface par les particules abrasives, les précipités  $\gamma'$  sont déformés et deviennent fortement écrouis [187]. De tels phénomènes ont déjà été remarqués dans des cas industriels sous chargement où des préparations de surface similaires sont utilisées avant l'élaboration de la sous-couche d'accroche et peuvent conduire à de fortes évolutions de microstructure lors de sollicitations à chaud [188].

La matrice  $\gamma$  et les précipités  $\gamma'$  sont donc fortement déformés plastiquement lors de l'impact des particules abrasives au cours du processus de sablage. Des "bandes" de cisaillement témoignant de cette forte déformation plastique sont observées en Figure III.85, avec une zone présentant un fort taux d'écrasement de la matière en extrême surface qui pourrait mener à la recristallisation à haute température [181]. La température de sollicitations et l'épaisseur de ces zones écrouies font évoluer l'épaisseur de recristallisation

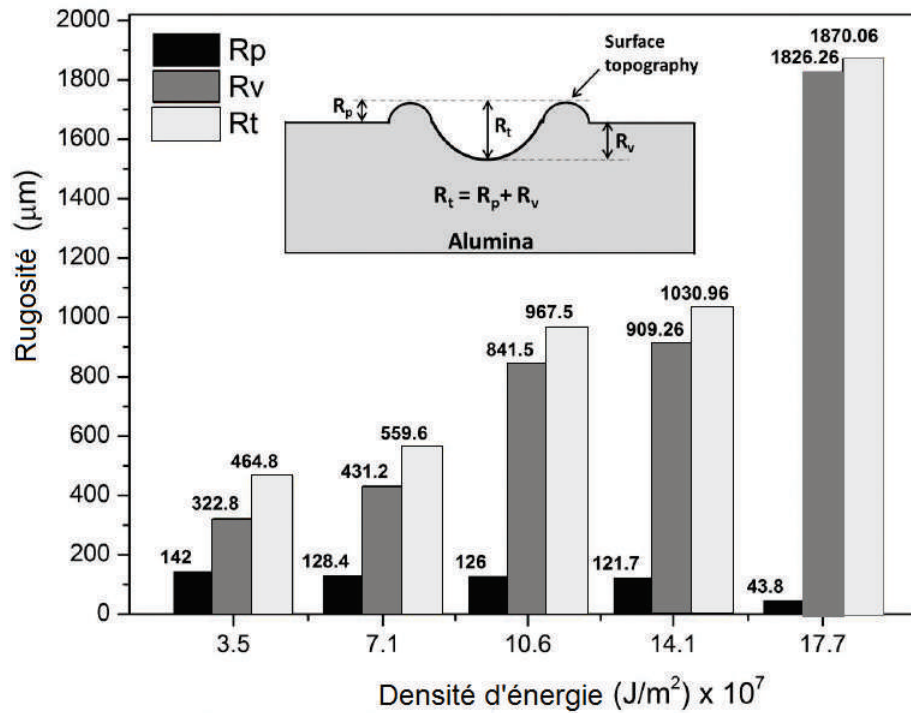


Figure III.82: Rugosité de surface pour différentes intensités laser [186]

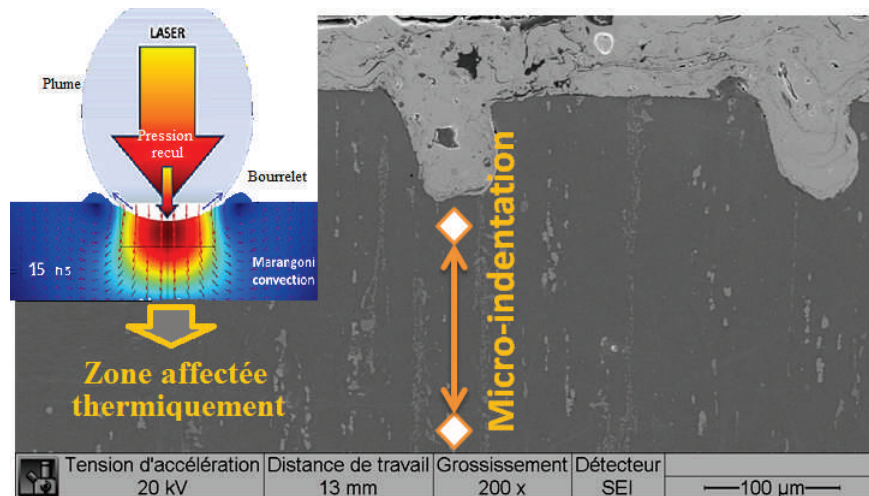


Figure III.83: Filiation par micro-indentation de la dureté en dessous des motifs

[189], pouvant engendrer une perte de section portante lors des essais thermomécaniques [190].

Dans le cas de la texturation, deux comportements distincts peuvent être observés selon la nature du matériau. Pour l'alliage d'aluminium, la dureté apparaît plus faible en extrême surface. En effet, cet alliage ayant subi un traitement thermique à durcissement structural (T4) par une mise en solution des différents constituants solubles dans la so-



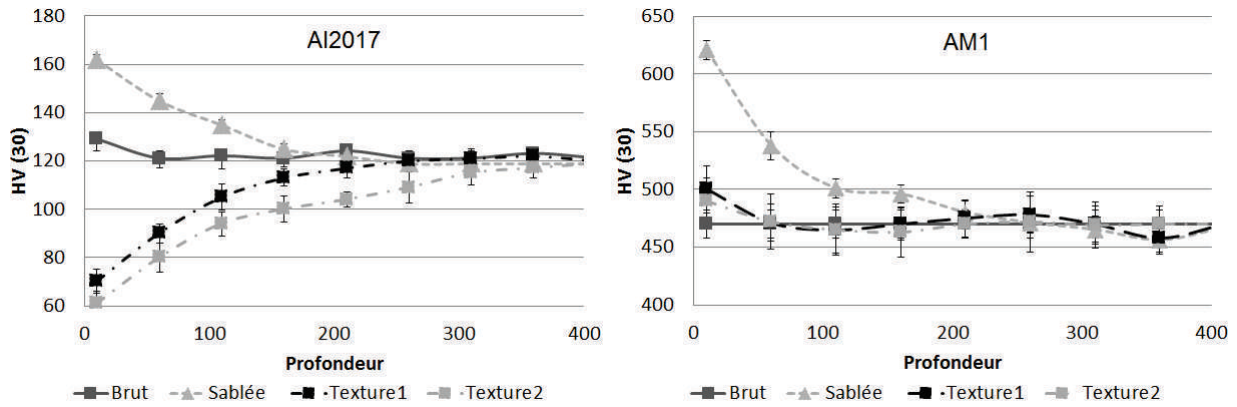


Figure III.84: Profil de dureté pour l'aluminium et l'AM1 après différents traitements de surface

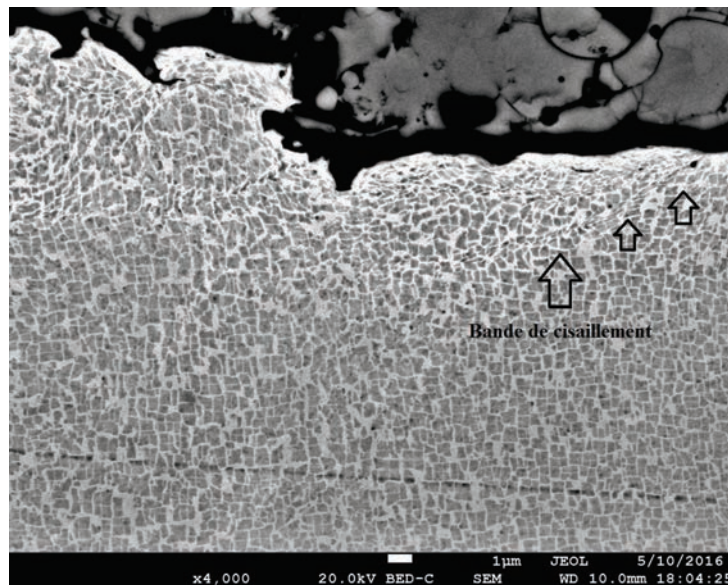


Figure III.85: Microstructure AM1 après sablage - bande de cisaillement en extrême surface

lution solide, une variation de dureté de 55 à 105HBS est notée. Par échauffement local lors de l'absorption de l'énergie du rayonnement, une modification de la microstructure en surface du matériau peut apparaître par élimination de l'histoire thermique sur un certain volume. La dissolution de certains constituants recrée donc une zone brute d'élaboration sans traitement T4.

Pour le superalliage, la dureté est notée quasi-constante ce qui laisse supposer que la microstructure n'a pas été modifiée globalement. Néanmoins une zone affectée thermiquement peut être observée composée d'une zone homogène correspondant à la matière fondue et d'une zone de précipités  $\gamma'$  déformés (Figure III.86). Une modification limitée spatialement apparaît donc après le traitement laser sur environ 1  $\mu\text{m}$ . Cependant, il est



connu qu'au-delà de 900°C, les précipités  $\gamma'$  se dissolvent progressivement dans la matrice  $\gamma$  (cinétique de dissolution fonction du temps, de la température et de la déformation plastique)[191]. Il semble donc que le chauffage et le refroidissement de la zone traitée soient suffisamment rapides pour que la microstructure locale du matériau ne soit pas modifiée au-delà de la zone refondue.

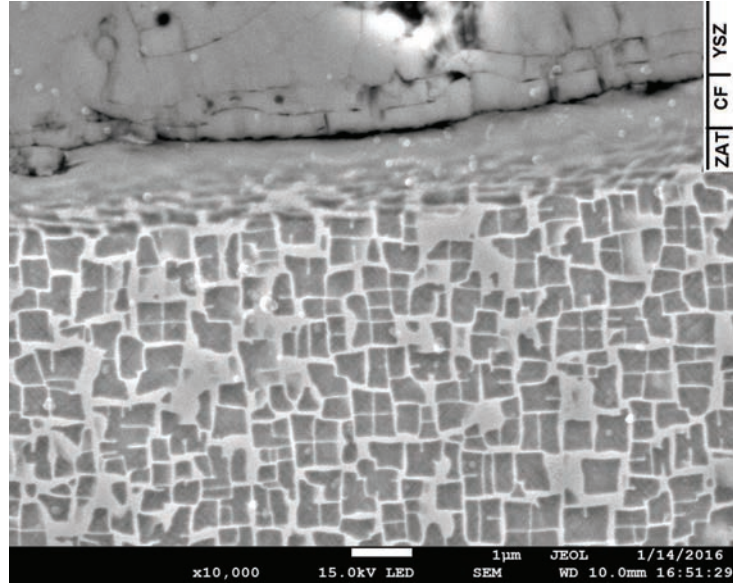


Figure III.86: Microstructure de l'AM1 après texturation laser en fond de trou illustrant la couche fondue (CF) et la zone affectée thermiquement (ZAT)

Pour conforter des telles observations et identifier plus précisément la zone affectée thermiquement, la nanoindentation a aussi été utilisée sur le superalliage pour évaluer les modules d'Young et les duretés autour des trous (Figure III.87). Les mesures de dureté en dehors des zones affectées thermiquement sont quasi-constantes (petites variations correspondant aux taux de précipités  $\gamma/\gamma'$ ). En revanche, au niveau des zones refondues, une dureté et un module de Young supérieurs sont mesurés. Pour expliquer une telle observation, une recristallisation du matériau avec une précipitation très fine des précipités  $\gamma'$  peut être avancée. En effet, le module du monograin étant le plus faible le long du plan de coupe choisi (orientation proche  $\langle 100 \rangle$ ), l'augmentation du module peut se justifier.

Dans les couches resolidifiées, les conditions de refroidissement semblent engendrer une précipitation nanométrique du précipité  $\gamma'$  créant ainsi un réseau très dense de particules  $\gamma'$  dans une matrice  $\gamma$ . C'est cette densité de nano-précipités qui peut être à l'origine du durcissement observé dans les couches resolidifiées. Mais un phénomène supplémentaire peut également être à l'origine de ce durcissement, il s'agit de la création de dislocations dues aux contraintes thermiques générées lors de la solidification. Pour mieux comprendre les conséquences de l'évolution de la température lors de l'interaction laser-matière pour l'alliage d'aluminium et le superalliage base nickel, une modélisation numérique 2D axisymétrique a été créée. L'objectif est de pouvoir récupérer des gradients de température et les cinétiques thermiques pour avoir une idée plus précise des écoulements et du

refroidissement de la matière et de renforcer ainsi les hypothèses des changements de microstructure.

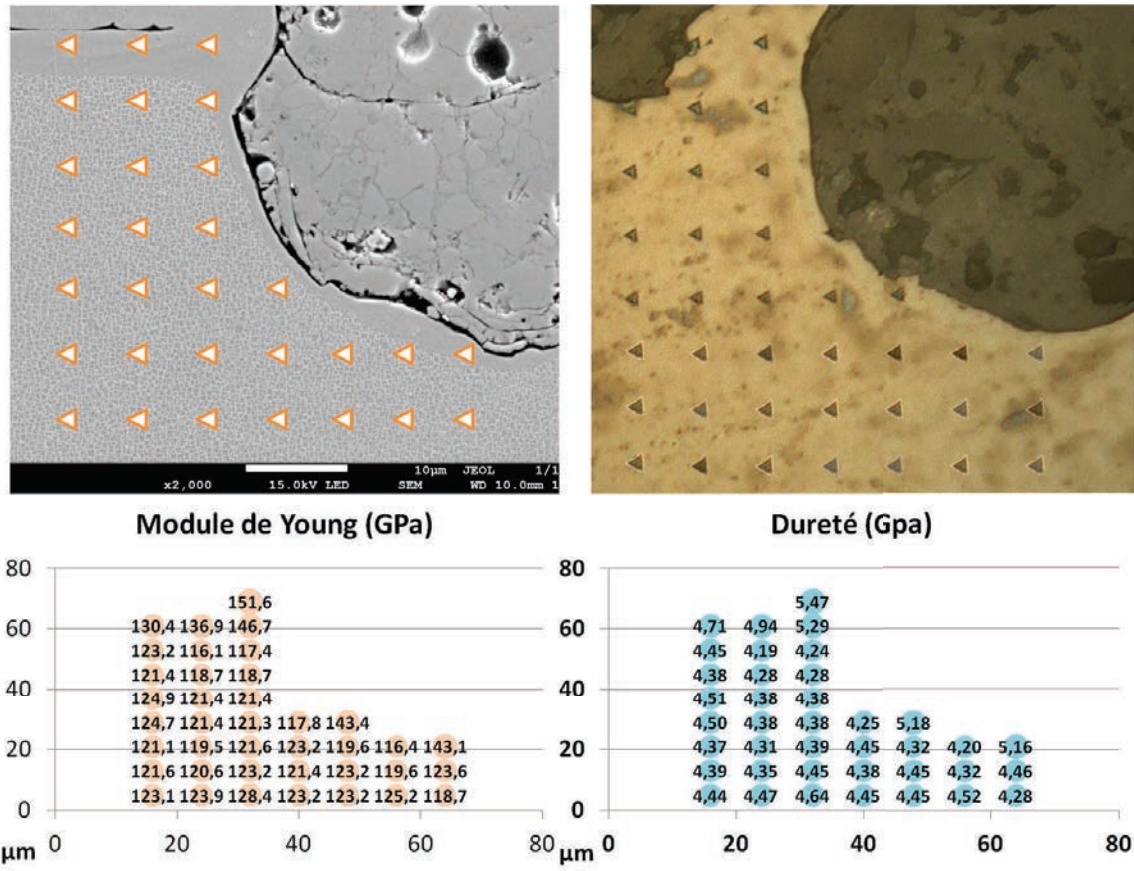


Figure III.87: Caractérisation par nanoindentation des duretés et des modules d'Young moyens de l'AM1 en coupe après texturation laser

## III.3 Modélisation des mécanismes thermo-hydrauliques lors de l'interaction laser-matière pulsée

### III.3.1 Hypothèses

Pour une meilleure compréhension des mécanismes thermo-hydrauliques durant l'interaction laser-matière, une modélisation de l'ablation laser a été effectuée. Depuis plusieurs décennies, de nombreux auteurs ont travaillé sur la modélisation de l'interaction laser-cible, ainsi que sur l'expansion de la plume-plasma formée lors de l'ablation [192] [73][193][194]. A propos de l'interaction laser-cible, ce sont surtout les propriétés physiques du matériau (masse volumique, capacité et conductivité thermique, températures et chaleurs latentes de fusion et vaporisation) et les paramètres laser (durée d'impulsion, longueur d'onde, irradiance) qui interviennent. Dans la plupart des modèles d'ablation laser, l'interaction laser-cible est décrite en utilisant une approche macroscopique (thermique), comprenant l'absorption du rayonnement laser à la surface de la cible, la conduction thermique vers l'intérieur de la cible, la fusion et la vaporisation du matériau [195].

Une telle approche se justifie aisément dans le cas d'impulsions laser nanoseconde, surtout si l'ablation se réalise sur des métaux. Comme le temps de relaxation de l'énergie dans les métaux est de l'ordre de  $10^{-13}$  s, on peut considérer que dans le cas de l'impulsion laser nanoseconde l'énergie du rayonnement laser est instantanément transformée en chaleur [67]. Une partie de l'énergie du faisceau laser se réfléchit de la surface de la cible, tandis que l'autre partie est absorbée sur une petite profondeur, appelée "profondeur de pénétration" du matériau. Les profondeurs sont de 1043 nm pour l'alliage d'aluminium et 375 nm pour le superalliage. L'énergie du faisceau laser absorbée est alors transformée en chaleur et transférée par conduction thermique à l'intérieur du matériau jusqu'à une profondeur dite de "profondeur de diffusion thermique". Dans la plupart des modèles, le transfert de chaleur dans la cible est décrite de manière mono-dimensionnelle où la source de chaleur (l'énergie du faisceau laser absorbée dans le matériau) est représentée comme une source volumique ou une source surfacique en considérant que la profondeur d'absorption du rayonnement laser dans un métal est très petite ( $\simeq 10$  nm) [196].

Suite à l'absorption d'énergie du faisceau laser et le transfert de chaleur dans la cible, la température à la surface de la cible peut alors augmenter jusqu'à atteindre la température de fusion du matériau. D'éventuels changements de phases peuvent aussi d'ailleurs être observés suivant les propriétés physiques du matériau. Une fonction d'enthalpie peut donc être introduite par un terme supplémentaire dans l'expression de la capacité thermique considérant ainsi l'énergie dépensée pour la fusion du matériau. Mais, avec la poursuite de l'augmentation de température en surface cible, la température de vaporisation du matériau peut ensuite être atteinte. La couche de Knudsen représente une couche fine de vapeur continue à l'interface liquide-vapeur, suite à une vaporisation rapide du matériau lors de l'impact laser [197]. Dans cette couche, la distribution des vitesses des atomes de vapeur initialement de type demi-Maxwell se transforme en une distribution de type Maxwell. Cela signifie qu'une distribution équilibrée s'établit. La couche de Knudsen est

caractérisée par un changement discontinu des paramètres de vapeur (i.e. la température, la masse volumique et la pression de la vapeur) [198]. Dans le cas de vaporisation normale à la surface, le taux de vaporisation est donné par les équations de Hertz-Knudsen et la pression de la vapeur métallique formée au-dessus de la cible peut être calculée en utilisant l'équation de Clausius-Clapeyron (Equation III.6).

Selon l'hypothèse que le métal liquide est en équilibre avec la vapeur métallique saturée, il peut apparaître néanmoins, dans le cas d'irradiance laser très élevée, une vaporisation explosive. Dans ce cas, une couche de liquide surchauffé à la surface de la cible se transforme rapidement dans un mélange de vapeur et de gouttelettes de métal liquide. Dans la plupart des modèles, il est considéré que la vaporisation du matériau se réalise par le mécanisme de vaporisation normale. Afin de prendre en compte l'énergie dépensée à la vaporisation du matériau, la plupart des auteurs ont introduit un terme dans l'expression de la condition limite correspondant à l'interface métal liquide-vapeur [199]. Ainsi, un saut de température, de pression et de densité de la vapeur dans la couche de Knudsen peut être défini par les équations suivantes :

$$p_v(T) = p_{atm} \exp\left(\frac{\Delta H_v(T - T_v)}{RTT_v}\right) \quad (\text{III.5})$$

$$\frac{T_k}{T} = \left[ \sqrt{1 + \pi \left(\frac{m\gamma - 1}{2\gamma + 1}\right)^2} - \sqrt{\pi} \frac{m(\gamma - 1)}{2(\gamma + 1)} \right]^2 \quad (\text{III.6})$$

$$\frac{p_k}{p_v} = \frac{\rho_k T_k}{\rho_v T} \quad (\text{III.7})$$

Lors de l'utilisation d'irradiances laser élevées (par exemple  $I > 0.3 \text{ GW.cm}^{-2}$  pour un substrat en aluminium), une plume-plasma se forme au-dessus de la cible. Ce plasma est opaque au rayonnement laser. Il absorbe une grande partie de l'énergie du faisceau laser du au processus de bremsstrahlung inverse et/ou de photoionisation. En conséquence, l'énergie du faisceau laser qui atteint la surface de la cible est significativement réduite. Cet effet, appelé écrantage ("plasma shielding"), devrait être pris en compte dans tous les modèles qui simulent la formation et l'expansion du plasma. Pour obtenir l'évolution temporelle et la distribution spatiale des paramètres du plasma, il faut modéliser l'expansion de la plume en prenant en compte tous les processus physiques ayant lieu dans le plasma. Cela conduit à un couplage incontournable entre les processus d'interaction laser – cible, interaction laser – plasma et l'expansion de la plume du plasma. Cela signifie que les différentes équations du modèle doivent être résolues simultanément en fonction du temps et c'est pour cela que les modèles d'ablation laser sont très compliqués à résoudre.

La modélisation numérique développée permet ainsi d'analyser les phénomènes physiques lors de l'impact laser dans le cas d'une interaction laser-cible. L'interaction laser-plasma est tronquée par une valeur arbitraire de l'absorption du laser après un temps donnée. Une analyse a été menée pour une énergie laser ( $0.3 \text{ GW.cm}^{-2}$ ) correspondant à un fort flux. La modélisation de l'ablation des deux matériaux par le faisceau laser nanoseconde dans l'air

à la pression atmosphérique a donc été réalisée en utilisant le logiciel Ansys Fluent. Ce logiciel permet de réaliser des simulations thermo-hydrauliques en permettant de mettre en jeu des couplages multi-physiques aux dérivées partielles complexes via la méthode des volumes finis. Le modèle thermo-hydraulique employé est présenté en Annexe V.2.

### III.3.2 Simulations de l'interaction laser-matière pulsée dans le cas d'une texturation laser des matériaux étudiés

La modélisation numérique du phénomène d'interaction laser-matière a permis d'identifier et de quantifier les gradients de température (observés au niveau axial et radial), les vitesses d'éjection de matière et les vitesses de solidification. Les simulations ont été réalisées pour un seul impact laser pour le plus haut flux d'énergie ( $0.29\text{GW}\cdot\text{cm}^{-2}$ ), l'intervalle entre deux tirs correspondant au minimum à un intervalle de  $10\ \mu\text{s}$ . D'après les premiers résultats (Figure III.88), il y a un refroidissement quasi-global entre chaque impulsion laser en prenant l'hypothèse d'un milieu quasi-infini. Les simulations ont donc été menées que pour la première impulsion, car l'objectif est de qualifier les phénomènes d'interaction laser-matière. Des tirs successifs pourraient être menés mais les calculs auraient nécessité l'utilisation d'un cluster multi-cœurs. De plus, les effets de piégeages du faisceau laser ainsi que le calcul de la pression de recul dans la cavité formée ne seraient pas pris en compte.

Finalement, seule une caractérisation expérimentale (épaisseurs de zone fondue et de zone affectée thermiquement par indentations) a permis une validation post-mortem des effets de la température sur les matériaux. La quantification du taux de matière éjectée et de la température de l'extrême surface devrait ensuite être menée afin de valider le modèle numérique. Une modélisation plus précise serait donc nécessaire pour simuler correctement l'interaction laser-matière en régime multi-pulsé nanoseconde et pouvoir quantifier les volumes vaporisés ou éjectés ou encore la zone affectée thermiquement pour plusieurs impacts et de manière très précise.

La Figure III.88 présente une représentation temporelle et spatiale (dans la profondeur sur l'axe) de la température dans le cas de l'Al2017 et de l'AM1 (du début de l'impact laser à son extinction complète). La propagation de température pour les deux matériaux est similaire mais avec une pénétration différente due aux différences de conductivité thermique. Pendant la phase de chauffage, un fort gradient de température augmente la température de surface jusqu'à l'évaporation de la zone, puis la chaleur se diffuse dans le matériau permettant un refroidissement après la fin de l'impulsion. Ces résultats indiquent ainsi une élévation de la température d'une certaine profondeur au-delà de la température de vaporisation. Avec l'algorithme associé au modèle, les cellules supérieures à la température de fusion sont supprimées et remplacées par un gaz ayant des propriétés de température, de densité et de pression calculées par les lois de Knudsen. C'est pourquoi les valeurs sont tronquées au-dessus de la température de vaporisation, car le gaz n'est plus pris en compte comme élément métallique.

L'analyse des cellules sur l'axe d'axisymétrie au centre de l'impact a aussi été menée



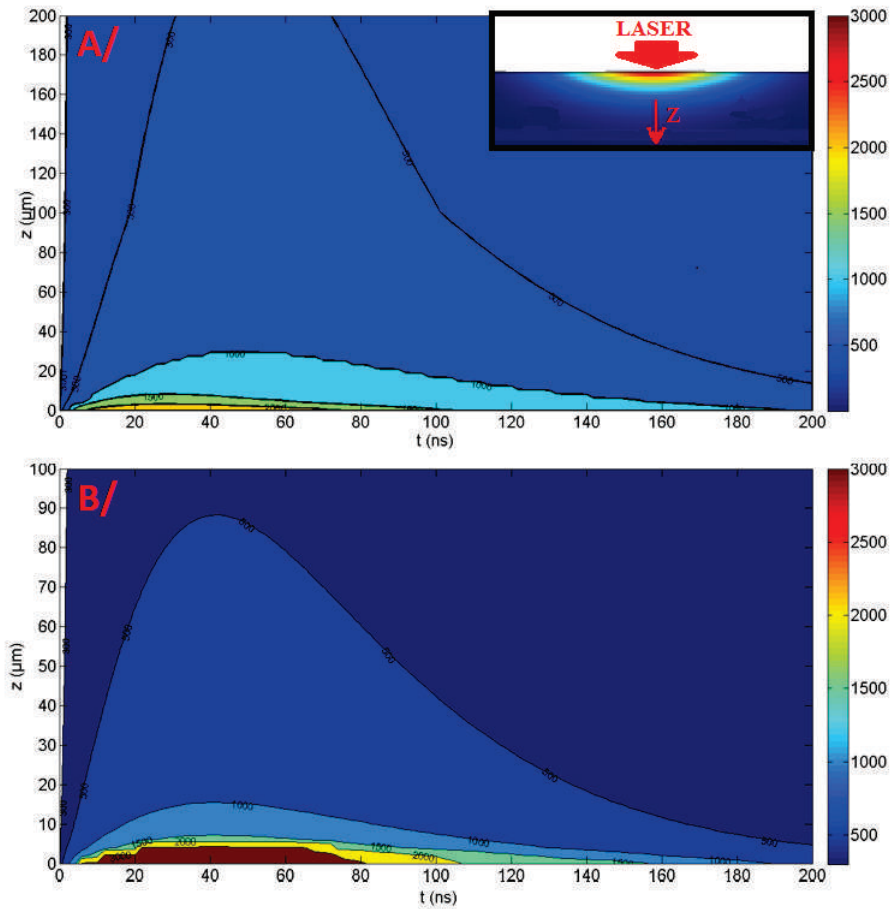


Figure III.88: Distribution de la température sur l'axe de la cible en fonction du temps pour l'Al2017 (A) et l'AM1 (B)

afin de déterminer la température maximale et les épaisseurs de zone évaporées et fondues en fonction du temps. La Figure III.89-A résume les tendances de l'élévation importante de la température jusqu'à un seuil (température de vaporisation). Un refroidissement rapide s'opère ensuite jusqu'à la température de solidus. Une transition correspondant au changement de phase est néanmoins observée. La Figure III.89-B représente les épaisseurs de zones fondues et évaporées déduites des cellules considérées respectivement. Il apparaît ainsi pour l'Al2017 une zone fondue de 30  $\mu\text{m}$  et 4  $\mu\text{m}$  d'évaporation contre 4  $\mu\text{m}$  de fusion et 1  $\mu\text{m}$  de matière vaporisée pour l'AM1.

La Figure III.90 montre les épaisseurs de zones affectées thermiquement (supposées supérieures à 500° pour l'Al2017 C et 900°C pour l'AM1). Les épaisseurs sont importantes pour l'alliage d'aluminium et les caractéristiques mécaniques de ce type d'alliage à durcissement structural sont susceptibles de varier lors de traitements thermiques, et donc lors de la texturation laser. Les phases évoluent et s'associent à la variation de la dureté comme il a pu être mis en évidence expérimentalement (Figure III.84-a). L'évolution de la dureté semble donc liée à la température vue par le matériau localement durant le traitement. Il a été évalué ainsi la cohérence des épaisseurs affectées numériquement (160  $\mu\text{m}$ )



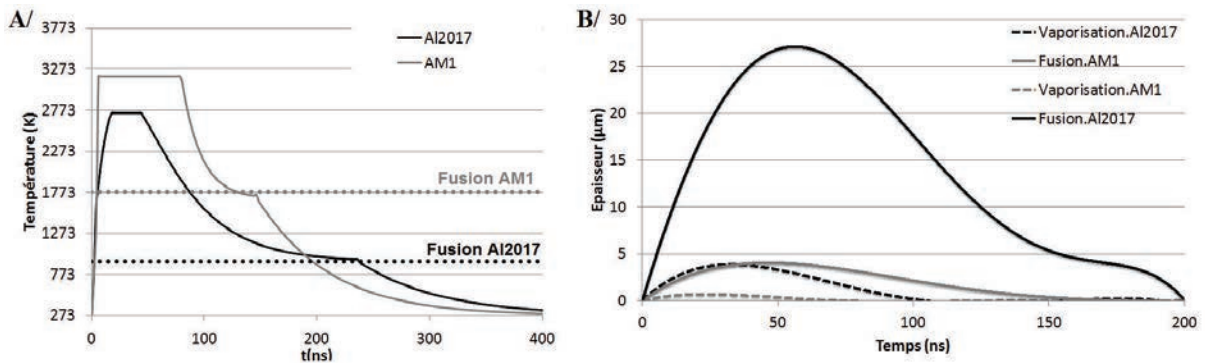


Figure III.89: A/ Température en fonction du temps au centre de l'impact et B/ épaisseurs des zones fondues et évaporées pour l'Al2017 et l'AM1

avec les mesures expérimentales (140 μm).

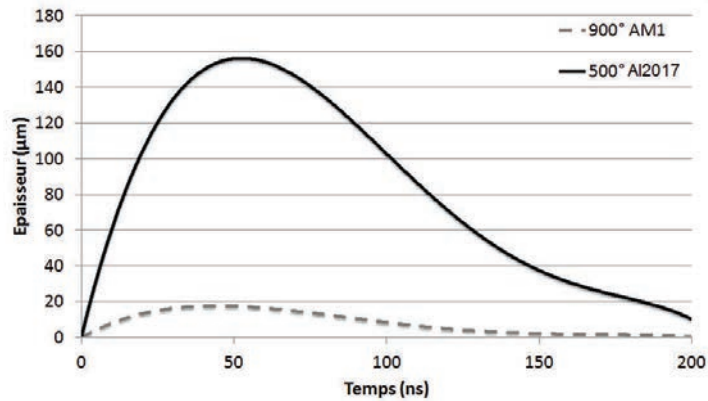


Figure III.90: Epaisseurs des zones affectées thermiquement pour l'Al2017 et l'AM1

Dans le cas du superalliage, la diffusion de la chaleur est en revanche moins importante et plus localisée. Comme l'indique la Figure III.89-B, l'épaisseur de matière fondue peut atteindre 3 μm tandis que l'épaisseur de matière au delà des 900°C est d'environ 18 μm (Figure III.90). Une zone fondue, une zone affectée thermiquement et une zone initiale se distinguent alors comme le confirme la Figure III.91-A. De plus, une attaque chimique négative (précipités  $\gamma'$  dissouts) plus poussée a été accidentellement faite et la totalité de la couche fondue a été dissoute (Figure III.91-B) laissant apparaître alors clairement des branches de matrices  $\gamma$ . Elles semblent tronquées de manière abrupte validant ainsi une zone de transition très fine entre la zone fondue et la zone affectée thermiquement ce qui laisse supposer que l'échauffement et le refroidissement rapide ne permettent pas une modification structurale de la matière.

Au sein de la zone fondue, un taux de phases similaire à un phénomène de dissolution totale peut être observé. L'AM1 présente un point de fusion commençant à 1350°C avec un  $\gamma'$  solvus à 1270°C environ, ce qui laisse un intervalle de température d'environ 80°C pour pouvoir obtenir la dissolution totale des précipités [200]. Le calcul numérique permet en effet de mettre en évidence le gradient de température et notamment la gamme com-

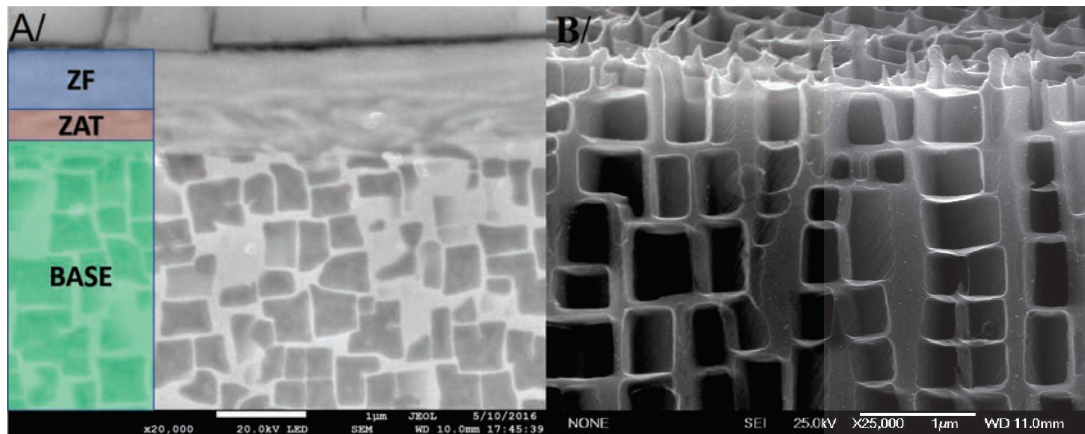


Figure III.91: Vues en coupe de l'AM1 au fond d'un trou traité par laser - brut (A) et après attaque chimique (B)

prise entre la température de solvus et la température de fusion ( $1350^{\circ}\text{C}$ ) (Figure III.92). Il apparaît alors que cette fenêtre de température est localisée sur une épaisseur inférieure à 50 nm (cette épaisseur supposée est cependant liée à la taille des mailles). Par conséquent, les cinétiques de refroidissement sont très élevées (entre  $160000^{\circ}\text{C}$  et  $15000^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ ) et une fenêtre de  $80^{\circ}\text{C}$  ne peut pas être révélée par la microstructure. En conclusion, la solidification se fait par épitaxie et forme une microstructure orientée et extrêmement fine. Dans ce cadre, il est montré que malgré des refroidissements très rapides, il est difficile d'éviter la reprecipitation de la phase  $\gamma'$  mais que la vitesse de refroidissement influe sur la taille des précipités [201]. En effet, plus la vitesse de refroidissement est élevée, plus la taille des précipités est faible. De plus, la taille des précipités contrôle de manière directe les propriétés mécaniques locales. Finalement, les mesures de nano-indentations ont donc bien confirmé ce phénomène de création de nano-précipités dans la zone fondue.

Deuxièmement, les conditions d'éjection du métal liquide sont fortement perturbées par l'intensité de l'impulsion laser mais également par la profondeur du trou, c'est pourquoi il est nécessaire d'étudier les vitesses d'éjection de matière afin de mieux comprendre les phénomènes de solidification. Basé sur les phénomènes de vaporisation proposés par Semak en fonction du flux d'énergie incident, les calculs analytiques de la pression de recul montrent que dans le cas de l'alliage d'aluminium et du superalliage, les valeurs maximales sont respectivement de 30 et 150 bars. De tels niveaux de pression influent inévitablement sur l'éjection de la matière et la tension de surface du liquide lors de la formation d'un cratère. Il a pu être évalué par le modèle analytique des vitesses d'éjection de 4 et  $14\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  respectivement. Les vitesses de déplacement du fluide ont été évaluées aussi par la modélisation numérique. Un gradient de vitesse dans l'épaisseur et dans la périphérie peut donc être observé.

Comme en témoigne la Figure III.93, l'évolution spatiale et temporelle des vitesses d'éjection de la matière ont pu être observée. De plus, des mesures au cours du temps ont été évaluées sur l'axe centrale du faisceau laser. Dans le cas de l'aluminium, la vitesse d'éjection du liquide augmente jusqu'à un seuil (vitesse max. au centre de l'impact =  $5\text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ ) puis

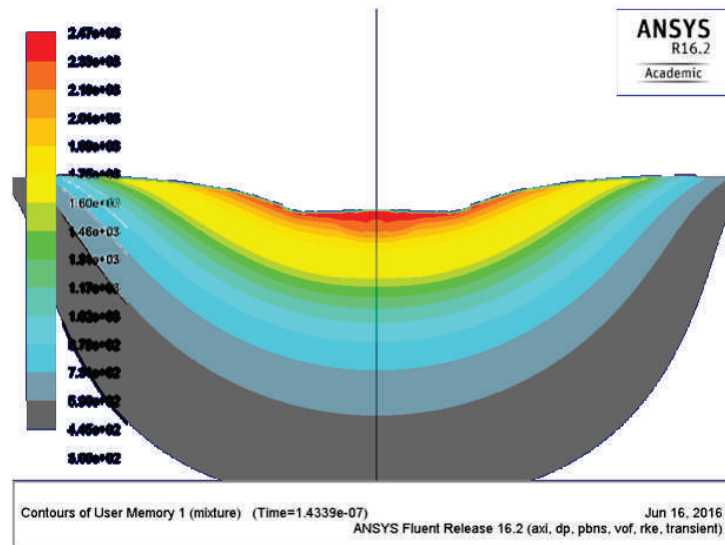


Figure III.92: Mise en évidence de la ZAT dans la zone liquide au début du refroidissement pour l'alliage d'aluminium

décroit doucement jusqu'à un autre seuil correspondant à la solidification complète de la zone fondue. Le mouvement du fluide est causé par la vapeur créée. De plus, l'épaisseur de la zone fondue est grande pour ce matériau, la pression de recul éjecte donc la matière de façon lente. Seule l'extrême surface possède un mouvement rapide, il est donc supposé qu'une partie de la matière semblent être vaporisée et une autre petite partie éjectée. Inversement, dans le cas du superalliage, les vitesses d'éjection sont supérieures aux vitesses de l'alliage d'aluminium (Figure III.93-B). Une baisse de vitesse est remarquée par l'augmentation de la viscosité jusqu'au retour à l'état solide de la zone après l'impact. La vitesse est assez importante pour permettre un éjection de matière. L'épaisseur de la zone fondue apparait donc faible et le mouvement du fluide est quasi-complet. Une plus grande partie de la matière est alors éjectée en comparaison de la matière vaporisée.

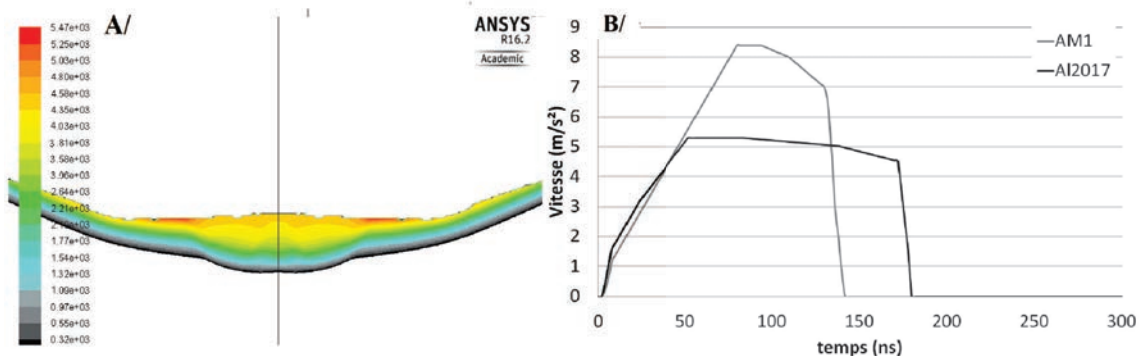


Figure III.93: Vitesses d'éjection de la matière fondue à la fin d'une impulsion laser pour l'Al2017 (A) et vitesses maximales d'éjection de la matière fondue pour l'Al2017 et l'AM1 sur l'axe central (B)

Pour conclure, la Figure III.94 présente un schéma explicatif des deux mécanismes supposés durant l'interaction laser-matière pour les deux matériaux considérés. Le faible point de fusion de l'alliage d'aluminium crée durant l'impulsion une large zone fondue qui ne permet pas un mouvement de fluide important lors de la création du panache de vapeur. Quelques éjections de matière sont néanmoins remarquées mais c'est le mécanisme d'évaporation qui semble être principalement responsable de la création du motif. Des traces de condensation de la matière sont d'ailleurs observées sur le contour du motif. Dans le cas du superalliage, les points de fusion et d'évaporation sont plus proches, une faible épaisseur de zone fondue est alors créée permettant un mouvement important de la couche liquide par la vaporisation du milieu. De forts gradients de vitesse apparaissent ainsi au sein du bain fondu permettant l'éjection et/ou la formation de bourrelets à l'extérieur. La pression de recul étant mieux distribuée, les vitesses d'éjection plus importantes et continues dans l'épaisseur. La vaporisation et l'éjection de matière sont donc les deux mécanismes prépondérants pour cette catégorie de matière qui peuvent fluctuer selon le flux d'énergie incident.

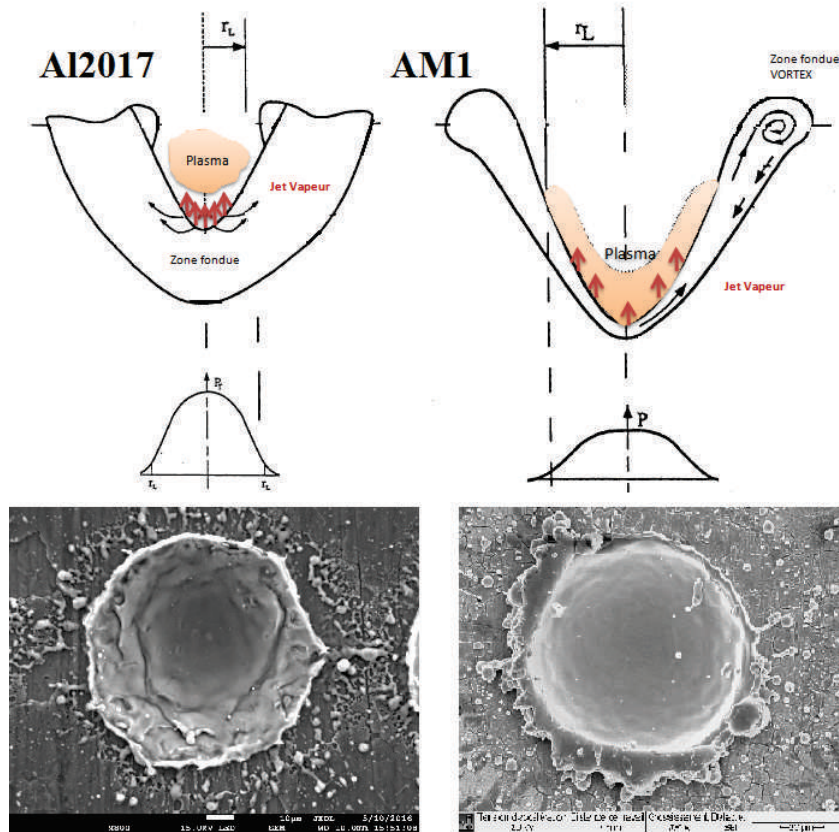


Figure III.94: Vue en surface d'impacts laser réalisés sur l'Al2017 et sur l'AM1 après 10 impacts aux même flux et schémas explicatifs des mécanismes de création d'un motif dans les deux cas

### Bilan 1

Dans cette partie, l'interaction laser-matière a été étudiée pour les deux substrats retenus afin de mieux comprendre l'effet des différents paramètres laser sur la géométrie des motifs et leurs conséquences sur la microstructure locale. La morphologie des motifs (profondeur et diamètre) est définie par rapport à l'énergie des impulsions laser et du nombre d'impacts. La formation de bourrelets est observée autour des trous. Il semble possible de les contrôler en évaluant la pression de recul avec l'éjection de matière liquide. Par exemple, les études réalisées ont mené à l'identification d'un régime où la vitesse d'éjection est tellement importante qu'il y a rupture du film. Bien évidemment, de tels mécanismes de vaporisation et d'éjection de matière sont dépendants des matériaux étudiés.

De fait, des changements microstructuraux ont aussi pu être caractérisés par des mesures de microdureté en extrême surface et les zones affectées thermiquement ont pu être identifiées. Le développement d'un modèle 2D thermo-hydraulique en symétrie axiale a permis d'analyser les températures, les gradients de température et le déplacement transversal du liquide sous l'action de la pression de recul durant un impact laser. Ainsi, dans le cas de l'alliage d'aluminium, une épaisseur fondue et une épaisseur affectée thermiquement ont pu être mesurées numériquement et expérimentalement. Les températures évaluées par le modèle numérique confirment la baisse de dureté par des mécanismes de dissolutions des précipités durcissant pendant le traitement laser. Dans le cas du superalliage, en revanche, malgré l'utilisation d'un laser nanoseconde, aucune zone affectée thermiquement est clairement visible expérimentalement. Les transitoires thermiques sont très rapides. De fait, les modifications engendrées par la texturation sont donc essentiellement reliées aux couches de liquide écoulées lors de l'impulsion laser, puis solidifiées sur les parois. De plus, une augmentation de la dureté et du module de Young a d'ailleurs été confirmée par nano-indentation dans la zone fondue. La réprécipitation des précipités  $\gamma'$  est supposée due à une vitesse de refroidissement très rapide localement. Les modifications des propriétés mécaniques sont en effet dépendantes du taux de précipités  $\gamma'$ .

Finalement les vitesses d'éjection du liquide ont pu être mises en évidence pour la formation des cavités. Dans le cas de l'alliage d'aluminium, une large zone fondue est créée durant l'impulsion laser et le mouvement du fluide est donc difficile. La vaporisation semble être le mécanisme principal de la formation des cavités. Dans le cas du superalliage, l'épaisseur de la zone fondue est plus faible et la vitesse du fluide est plus importante. Donc, la vaporisation et l'éjection de matière semblent être responsable tous les deux pour la création du motif.



## III.4 Liens entre la granulométrie de la poudre et la topographie de surface sur l'adhérence des revêtements

Maintenant que les motifs peuvent être définis précisément par une maîtrise des conditions opératoires, des surfaces de structure adaptées aux couples de matériaux mais aussi aux applications peuvent être réalisées. L'objectif de cette partie a été d'étudier, au travers d'un paramètre commun tel que la surface de contact développée, l'impact de la topographie de surface sur l'étalement des particules en projection APS.

Deux pré-traitements de surface ont été étudiés : le sablage et la texturation laser. Dans le premier cas, la surface de contact est limitée. Il est vrai que les anfractuosités créées par sablage sont liées à la granulométrie des particules abrasives projetées. Il est donc difficile de créer une topographie complexe vue les phénomènes d'érosion engendrés. Le premier objectif est de déterminer des paramètres de rugosité susceptible d'adapter la surface aux poudres projetées dans le cas du sablage. Dans le deuxième cas, la texturation laser permet plus de souplesse et d'optimiser la surface en contact par la formation de motifs micrométriques. Le deuxième objectif est donc de définir les modes de remplissage des motifs en vue de maximiser la surface de contact entre le revêtement et le substrat et ainsi de minimiser l'apparition de pores dans les trous. Afin de proposer quelques explications des phénomènes d'étalement, un modèle numérique a été développé et est présenté en Annexe V.3.

### III.4.1 Comportements des particules projetées à l'étalement

Lors de l'étape de projection plasma d'une poudre sur un substrat, les particules sont fondues et accélérées par le plasma. Lorsqu'elles impactent le substrat, elles s'étalent et prennent la forme d'une lamelle. L'énergie cinétique et thermique de la goutte se transfère en énergie d'écoulement visqueux et en énergie de surface. Il en résulte une instabilité possible du film liquide lors de l'étalement. Cependant, dans les conditions favorables à un bon étalement de la particule, elle peut se dissocier sur une surface rugueuse. Ces lamelles subissent alors une trempe conduisant à la solidification du matériau (pouvant atteindre  $10^8 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ , [202]). Suivant la qualité du contact substrat/lamelle (caractérisée par une résistance thermique de contact : de l'ordre de  $10^5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$  pour des lamelles de zircone), les transferts thermiques vers le substrat (conditionnant les vitesses de solidification et de refroidissement) peuvent varier et déterminer la microstructure finale de la lamelle. C'est pourquoi, la projection de quelques particules sur différents états de surface (polis, sablés et texturés) a été menée afin de valider le comportement à l'étalement des particules pour les deux couples considérés.

Dans le cas de particules de poudre NiAl projetées sur un substrat poli, les lamelles vues en surface sont de forme circulaire avec quelques bras de matière qui semblent avoir été éjectés du centre vers la périphérie (Figure III.95). Ces bras peuvent s'expliquer par des instabilités lors de l'étalement, entraînant des déplacements de fluide sur des points



privilegiés. Un pore est d'ailleurs visible sur la surface de la lamelle par les mécanismes de désorption. A l'inverse, sur surface rugueuse, un contact inhomogène apparaît entre la lamelle et son substrat dues aux nombreuses irrégularités de la surface contrairement aux surfaces texturées où les particules semblent remplir parfaitement les cavités.

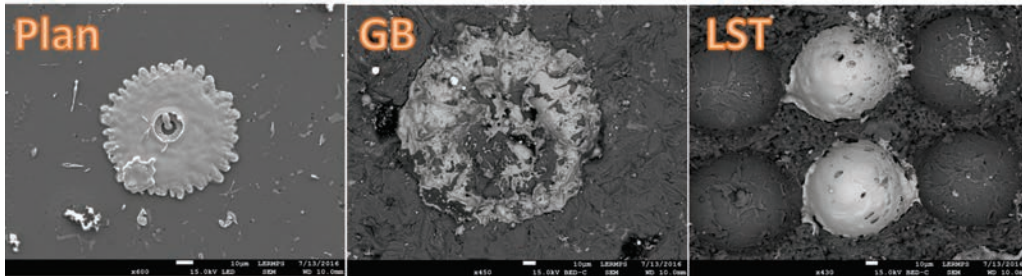


Figure III.95: Particules de NiAl projetées sur substrats polis, sablés (GB) et texturés laser (LST) d'Al2017

Dans le cas de particules de zircone-yttriée, la présence d'un réseau de fissures perpendiculaires au plan des lamelles indique qu'il y a un contact entre la lamelle et le substrat sablé (Figure III.96). De telles fissures apparaissent en effet généralement pour relaxer les contraintes de trempe lors du refroidissement des gouttelettes liquides (micro-fissuration). A l'inverse, dans le cas d'une surface texturée, l'étalement apparaît continu dans la cavité et le contact semble même plus approprié. Des rendements d'environ 5%, 21% et 36% dès la première passe ont d'ailleurs été mesurés dans les cas polis, sablés et texturés respectivement. De tels résultats confortent d'ailleurs les difficultés d'élaboration d'un revêtement sur un substrat poli. Une certaine rugosité de surface est essentielle et les cavités formées par laser semblent faciliter l'accroche des premières particules et minimiser ainsi les éclaboussures.

### III.4.2 Mécanismes d'étalement des particules projetées sur une surface rugueuse

Les paramètres de projection définissent la vitesse et la température des particules projetées. Le nombre de Weber permet donc de décrire en fonction des deux variables trois cas d'étalement sur une surface polie (disque, éclaboussure et mixte). Cependant, il a été établi que la rugosité de surface du subjectile affecte considérablement les phénomènes hydrodynamiques d'étalements et d'éjections de matières. De plus, la vitesse d'éjection tangente à la surface est toujours plus rapide que la vitesse d'impact par des phénomènes d'onde de choc créés au moment du contact. La matière au centre de l'impact remplit donc correctement la zone grâce à la pression emmagasinée et une accélération du fluide en périphérie crée un amincissement du film et la formation de jets. La Figure III.97 présente ainsi l'écrasement d'une particule pour des rugosités de surface différentes. Des éclaboussures sur les pics semblent donc inévitables et une optimisation des paramètres morphologiques s'impose alors pour parfaire le contact entre le revêtement et son substrat.

La topographie de surface est toujours analysée en amont de l'étape de projection thermique mais ne reflète pas réellement la qualité du contact entre les deux matériaux.

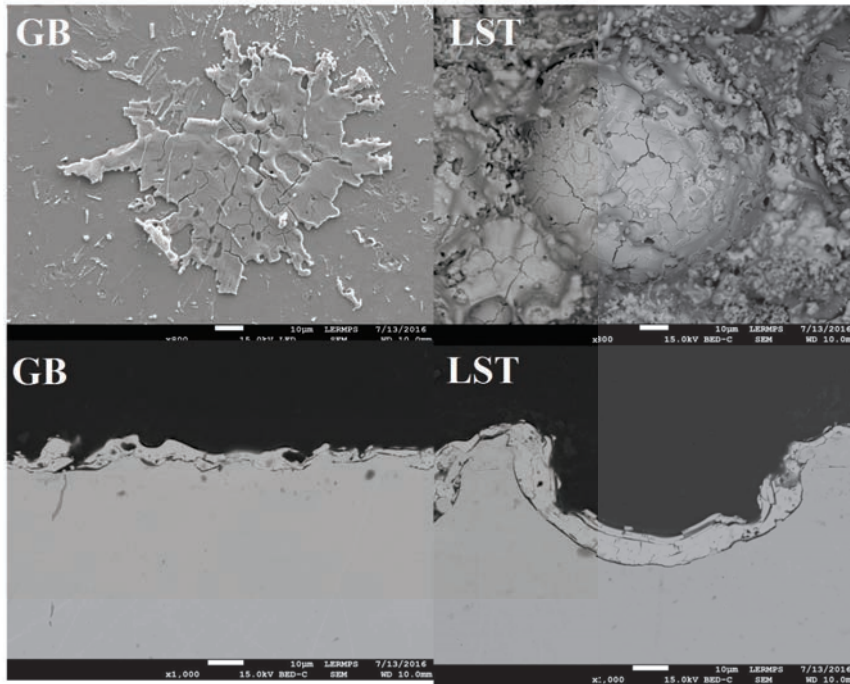


Figure III.96: Étalements des particules de zircone-yttrée sur un substrat sablé (GB) et texturé laser (LST) - en surface et en coupe

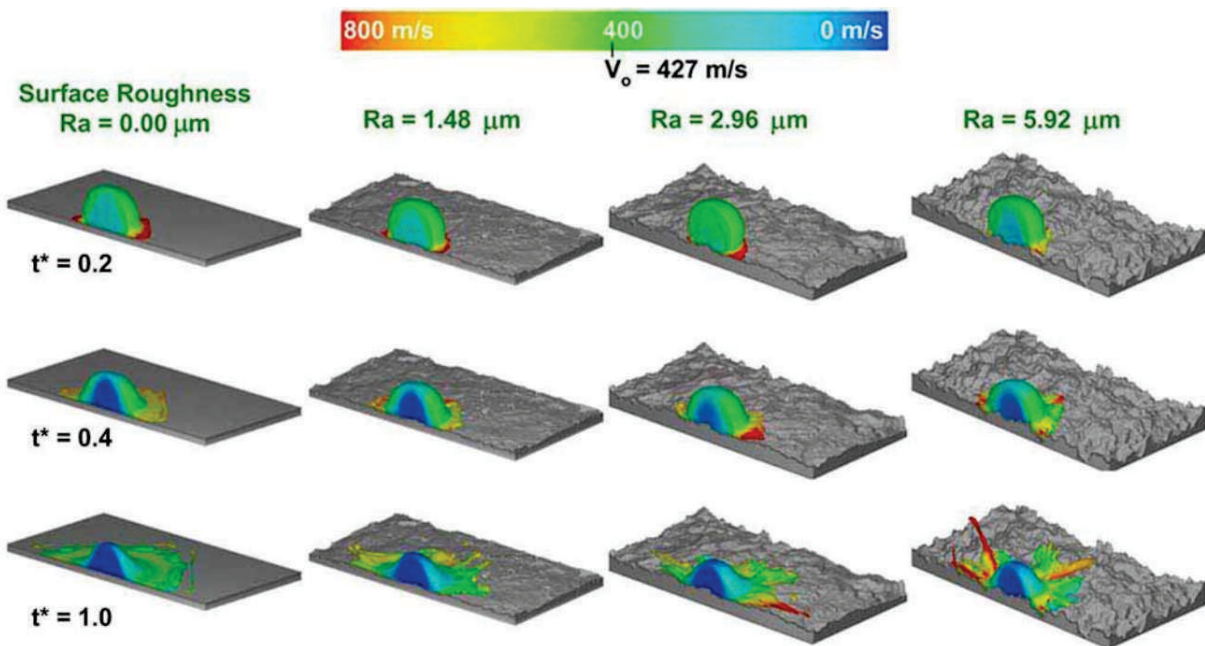


Figure III.97: Étalements de particules pour différentes rugosités de surface ( $Ra$ ) [203]

Des défauts à l'interface peuvent en effet se créer lors de l'élaboration du revêtement minimisant ainsi la vraie surface de contact. Comme l'illustre la Figure III.98, il est possible d'évaluer le contact réel entre les deux matériaux par un rapport de contact.

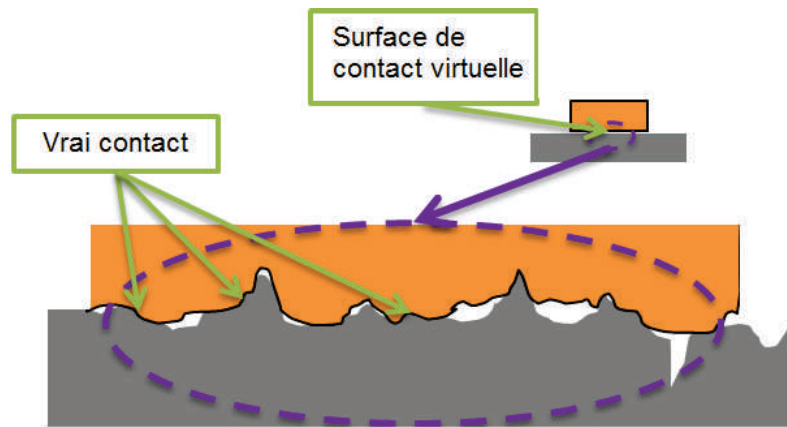


Figure III.98: Représentation schématique de la surface de contact globale entre un dépôt et son substrat

Une étude expérimentale a alors été menée afin de vérifier les phénomènes d'étalements et ainsi proposer une stratégie de construction d'un revêtement. Pour ce faire, une surface de contact réelle a été calculée par analyse d'images (chapitre II) afin de définir un critère commun entre les différents traitements de surface.

Dans le cas sablé, l'état morphologique de surface suit des critères définis de rugosité correspondant à une valeur statistique des hauteurs et espacements de pics et de vallées. Pour ce faire, trois paramètres de rugosité ont été définis pour trois conditions de sablage (GB1, GB2 et GB3) et trois conditions laser S62-4, S65-6 et S80-7 - nomenclature S(Diamètre-Profondeur) - distribution spatiale égale aux diamètres des motifs). Ces surfaces présentent ainsi les mêmes paramètres de rugosité de surface (Tableau III.8) avec une approche plus contrôlée par laser contrairement au sablage qui n'induit que des valeurs statistiques. Associés à ces paramètres morphologiques, trois granulométries de poudres ont été projetées ( $D_{50} = 28, 55, 81 \mu\text{m}$ ) et la zone de contact réelle a pu être calculée.

Table III.8: Paramètres de rugosité (précision  $\pm 5\%$ )

Conditions Sablage	Ra	Rp	Rsm	Rsk	Rku	contact area
GB1 (2bars)	3.07	7.56	62.1	1.79	3.99	1.2
GB2 (3bars)	3.93	12.5	65.2	1.63	3.51	1.3
GB3 (4bars)	4.62	17.5	82.5	1.56	3.25	1.4
S62-4	3.02	7.96	60.1	1.49	3.09	1.2
S65-6	4.03	13.2	66.2	1.33	3.93	1.3
S80-7	5.01	16.8	79.5	1.36	3.89	1.4

Dans un premier temps, les premières particules à l'impact des différentes surfaces rugueuses ont été étudiées. Comme l'illustre la Figure III.99, des particules de granu-

lométries différentes peuvent créer des défauts pour une même rugosité de surface. Des vides se forment sur les pics ou dans certaines anfractuosités qui peuvent être assimilés à des fissures ou des pores à l'interface.

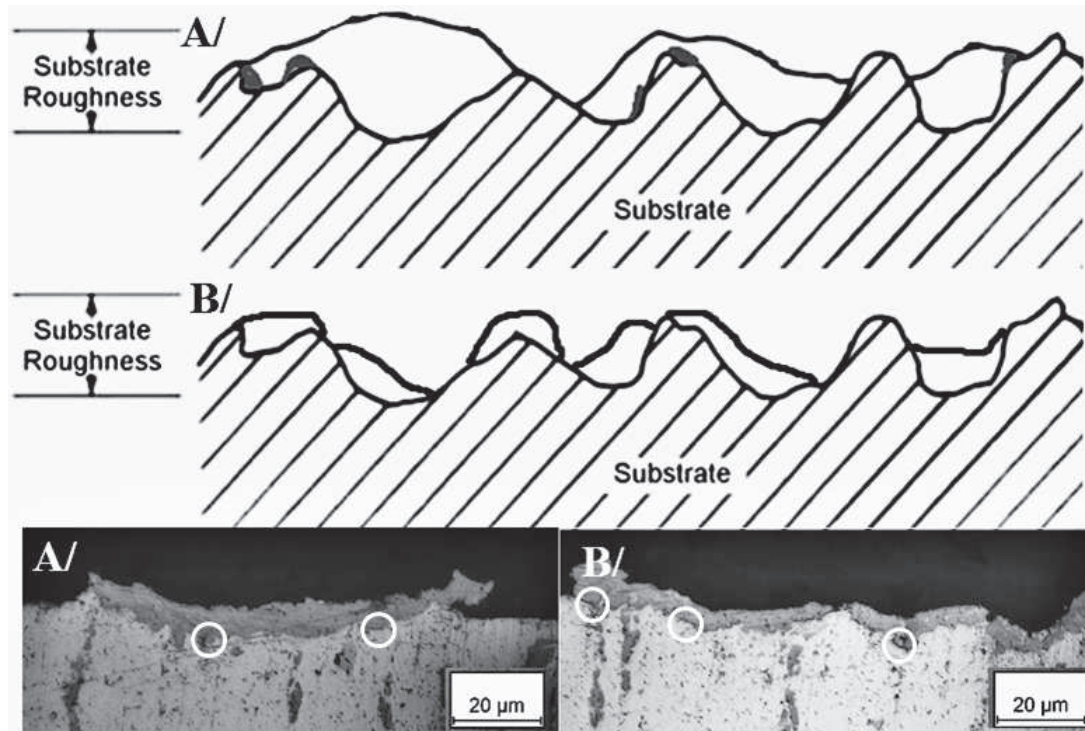


Figure III.99: Schémas et exemples de remplissage de surfaces rugueuses adaptées (a) et non adaptées (b) selon la granulométrie des poudres projetées - détection des défauts à l'interface

Le nombre de défauts statistiques par unité de surface a donc été calculé par analyses d'images et reportés pour une même surface utile. La taille minimale des défauts détectables est de 1  $\mu\text{m}$ . La Figure III.101 présente donc les résultats pour deux granulométries de poudres ( $D_{50} = 55, 81 \mu\text{m}$ ) en fonction des six paramètres de rugosité (pour les particules les plus fines ( $D_{50} = 28 \mu\text{m}$ ), les paramètres de projection n'étant pas optimisés pour cette granulométrie de poudre, le nombre de défauts n'a pu être déduit correctement). Selon la granulométrie de la poudre, une optimisation du contact entre le revêtement et son substrat peut se révéler suivant la morphologie de surface. A titre d'exemple, le nombre de défauts tend à diminuer pour les particules de granulométrie  $D_{50} = 55 \mu\text{m}$  avec les paramètres de rugosité adaptés (GB2 et S65-6) contre des topographies plus larges (GB3 et S80-7) pour les particules de plus grosses tailles ( $D_{50} = 81 \mu\text{m}$ ). De plus, la distribution régulière des pics et des vallées (accessible par laser) semble minimiser le nombre de défauts. La maîtrise de la topographie de surface permet donc d'optimiser la qualité interfaciale.

Ivosevic et al. [203] ont fait une simulation numérique des étalements des particules dans le cas de projections de particule métalliques fondues à des vitesses importantes et ont montré qu'il existe une corrélation entre les amplitudes et les espacement de la rugosité



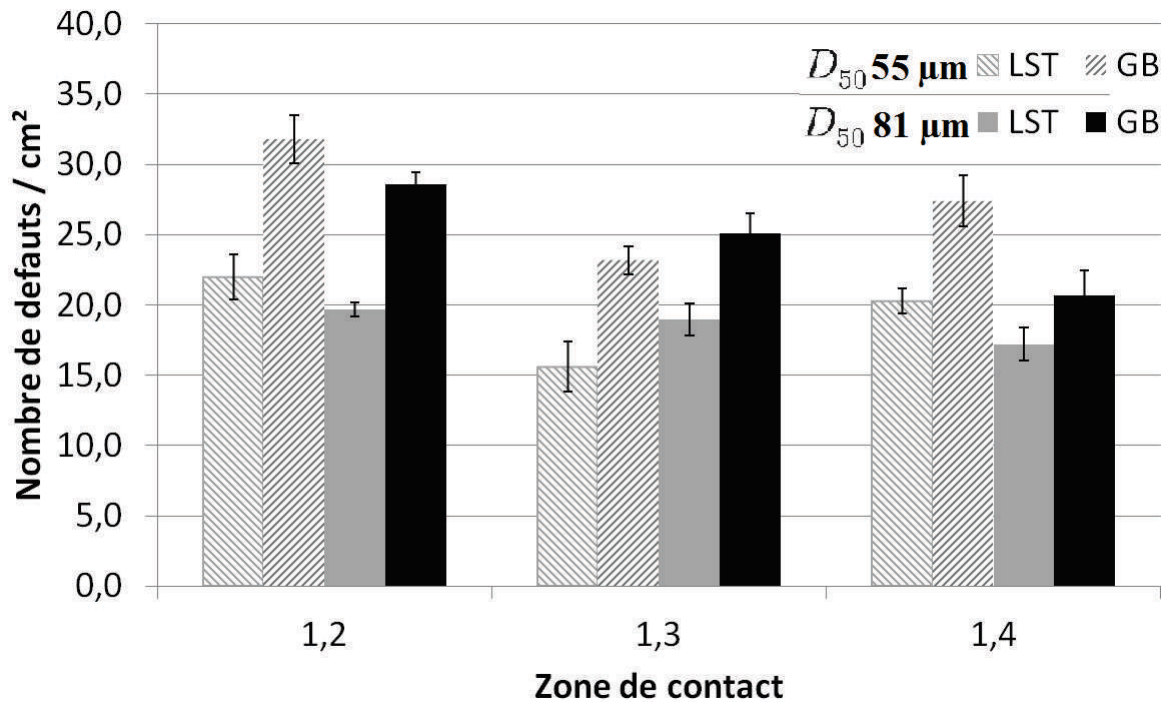


Figure III.100: Analyses des défauts pour une surface (a) sablée (GB2) et texturée (P2) et évolution du nombre de défauts quantifiés à l'interface pour différentes préparations de surface (GB et LST) (b)

par rapport à la taille des particules (Figure III.101). Le fait d'avoir des changements d'angle importants permet en effet une rupture du film fluide. De fait, en comparaison des résultats précédents la longueur d'onde moyenne de la surface est susceptible d'influencer l'étalement. Deux paramètres morphologiques semblent alors pertinents : la hauteur et l'espacement des pics. De plus, il semble intéressant de constater que l'ondulation moyenne de surface (longueur d'onde) doit être supérieure à la taille des particules afin de diminuer l'effet d'éclaboussures. En effet, pour une hauteur moyenne de pics donnée, un étalement optimal des particules semble s'opérer pour des espacements entre pics plus grands que le diamètre moyen des projectiles. Ces essais expérimentaux sont en accord avec les résultats numériques. Pour des ondulations inférieures à la taille des particules, la probabilité d'éclaboussures devient importante. Ainsi d'une façon générale, il se dégage une forte synergie entre ces deux paramètres. La rugosité de surface doit être adaptée à la taille des particules pour que la probabilité d'éclaboussures devienne faible et que le taux de remplissage de la surface soit optimisé.

### III.4.3 Mécanismes d'étalement des particules projetées sur une surface texturée

L'étude du procédé de texturation laser (vue dans la partie précédente) permet une maîtrise de la topographie de surface. Néanmoins, Costil et al. [204] ont remarqué que

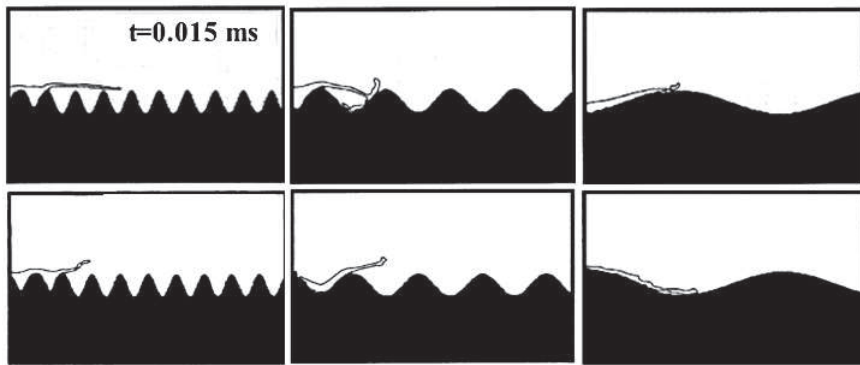


Figure III.101: Étalement d'une particule en fonction de la longueur d'onde du substrat

le remplissage des trous pouvait être problématique au-delà d'une certaine profondeur de motifs. La topographie de surface se doit donc d'être optimisée à chaque condition de traitement et/ou couple de matériaux.

Les trois granulométries ( $D_{50} = 28, 55, 81 \mu\text{m}$ ) de poudres ont été projetées sur trois surfaces présentant trois motifs différents adaptés aux volumes des particules moyennes ( $V_{p50} = 4/24\pi D_{50}^3 = 11500, 102000$  et  $268000 \mu\text{m}^3$ ). De plus, le diamètre d'ouverture est supposé plus grand que le diamètre de la particule pour faciliter le remplissage. Les motifs choisis sont donc : S40-15, S50-70 et S90-110 (nomenclature S(Diamètre-Profondeur)). La Figure III.102 illustre des vues en coupe de particules solidifiées. Dans le cas de très fines particules ( $D_{50} = 28 \mu\text{m}$ ), un bon remplissage de la surface est noté quel que soient les motifs mais cela est tronqué par une forte porosité du revêtement. Avec l'augmentation de la granulométrie de la poudre ( $D_{50} = 55 \mu\text{m}$ ), divers comportements peuvent être observés. En effet, la matière est éjectée pour les motifs de plus petites tailles ce qui n'est pas le cas pour les motifs équivalents et plus gros. Le même comportement peut être observé dans le cas des plus grosses particules ( $D_{50} = 81 \mu\text{m}$ ). Ainsi, comme suspecté, différents mécanismes d'étalement semblent prendre place suivant les morphologies de surface et le matériau d'apport. Il est néanmoins difficile d'évaluer précisément les mécanismes d'étalement dans une cavité, car la distribution chaotique des particules dans le jet ne permet pas d'avoir une idée précise de la zone d'impact et la taille exacte de la particule.

Pour aider à la compréhension de l'étalement des particules dans une cavité, une modélisation de l'impact des particules fondues dans les trous a donc été développée avec le logiciel Fluent (modèle présenté en Annexe V.3) afin d'évaluer l'étalement dans des surfaces concaves à différents rapports de forme. L'intérêt d'une telle approche a permis de déterminer les flux hydrodynamiques correspondant aux taux d'étalement au centre des motifs (Figure III.103). Comme en témoigne les différents résultats de modélisation numérique, divers comportements ont pu alors être évalués. Pour les fines particules ( $D_{50} = 28 \mu\text{m}$ ), le bon remplissage des motifs corrobore bien les observations expérimentales qui peuvent s'expliquer alors par des énergies cinétiques de matière favorables. A l'inverse, dans le cas de particules de plus fort diamètre ( $D_{50} = 55$  et  $81 \mu\text{m}$ ), de larges éclaboussures



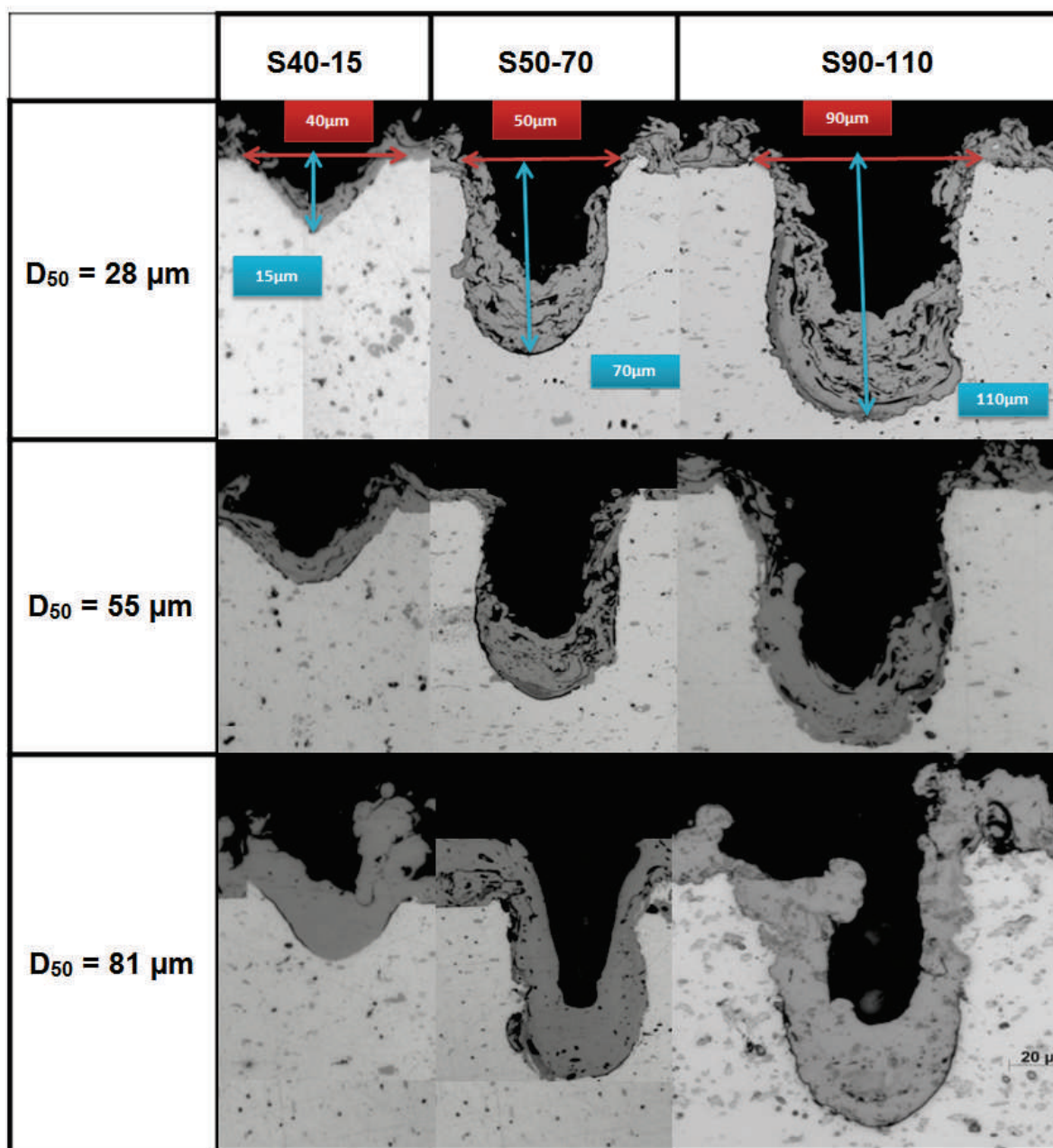


Figure III.102: Vue de particules en coupe après projection sur substrat texturés pour différentes granulométries de poudres ( $D_{50} = 28, 55$  et  $81 \mu\text{m}$ ) et trois géométries spécifiques (S40-15, S50-70 et S90-110)

ont pu en revanche être révélées en particulier dans le cas des petits motifs. De plus, les épaisseurs finales des particules sont très variables. Le degré d'étalement des particules semble donc bien différent selon la convexité et la taille de la particule. La notion d'angle d'ouverture peut alors apparaître comme un critère de qualité de remplissage de la cavité.

C'est pourquoi, l'impact d'une particule des différentes morphologies de cavité (deux demi-ellipses (diamètre majeur = diamètre et profondeur) et une demi-sphère de même

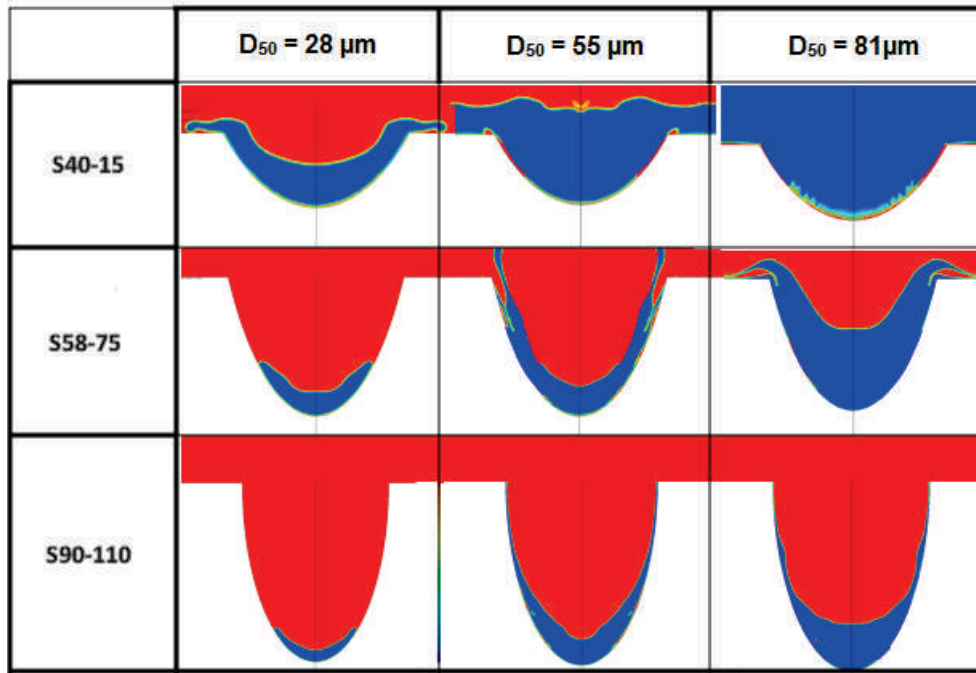


Figure III.103: Modélisation de l'étalement de particules sur substrat texturé - Granulométrie de la poudres ( $D_{50} = 28, 55$  et  $81 \mu\text{m}$ ) dans trois géométries spécifiques

volume) a été modélisé. Comme l'illustre la Figure III.104, l'étalement d'une particule semble être optimal dans le cas d'une cavité sphérique. Dans les deux autres cas, la particule solide est plus épaisse en fond de trou. De plus, un suivi d'un point de la particule (zone basse de la particule) a été mené (schématisé pour une facilité de lecture). La trajectoire de ce point tourne donc à l'impact en suivant la surface jusqu'à l'extrémité du motif. Le vecteur vitesse tourne brusquement pour les demi-ellipses qui suppose une énergie importante dépensée pour suivre la surface et donc expliquer la difficulté de l'étalement dans ces deux cas. Puis, un vortex au moment de l'éjection vers l'extérieur a lieu pour les trous ayant un angle inférieur ou égale à  $90^\circ$  avec la surface plane. Par conséquent, la matière liquide peut se retrouver de nouveau dans le trou et créer des pores avec la solidification rapide de la lamelle. Le remplissage des motifs en est donc affecté.

Finalement la large distribution des particules et l'aspect aléatoire du procédé (pas de contrôle de la trajectoire individuelle des particules) ne permettent pas d'identifier une particule et son comportement à l'impact. C'est pourquoi une analyse statistique a été menée pour évaluer le remplissage de trois motifs pour les trois poudres étudiées (Tableau III.9). Deux motifs ont des volumes équivalent à la poudre de  $D_{50} = 55 \mu\text{m}$  (l'un avec un diamètre d'ouverture 10% inférieur et l'autre 8% supérieur à la taille des particules) et un motif est défini par rapport au volume de la poudre  $D_{50} = 81 \mu\text{m}$  (diamètre d'ouverture 10% plus grand).

Les porosités dans les trous ont donc été mesurées par analyse d'images (20 mesures par conditions) pour évaluer le rapport des volumes (particule/motif) qui minimise la formation de pores. Comme l'illustre la Figure III.105, un optimum se distingue pour chacune des poudres dès lors que l'ouverture du motif est supérieure au diamètre moyen

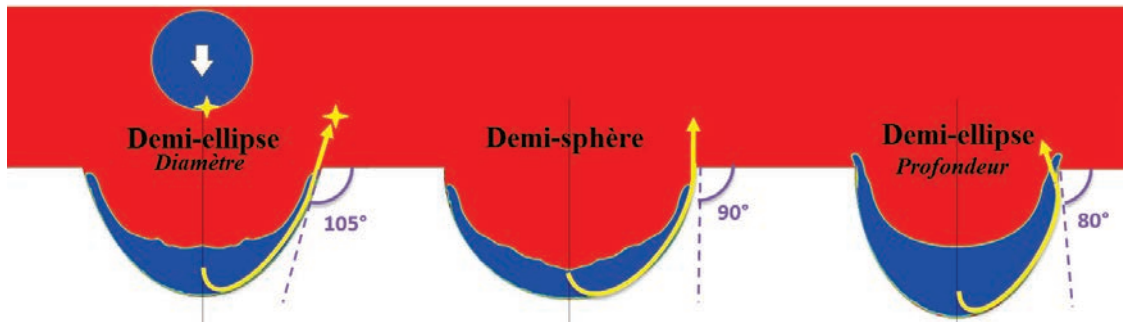


Figure III.104: Étalement d'une particule dans deux demi-ellipses et une demi-sphère - trajectoire d'un point de la particule (étoile) au cours de l'étalement

Table III.9: Motifs réalisés pour l'étude de remplissage - équivalence de volume

Particules	$D_{50} = 55 \mu\text{m} >$	$D_{50} = 55 \mu\text{m} <$	$D_{50} = 81 \mu\text{m} =$
Motifs	S70-50	S75-58	S110-90

des particules. Les motifs choisis ayant un volume équivalent maximise le remplissage. La porosité dans les motifs reste tout de même supérieure à la porosité globale du dépôt qui peut s'expliquer, comme précédemment, par les éjections de matière interne.

Plusieurs facteurs morphologiques influent en effet sur l'étalement des premières particules et ainsi sur le remplissage des motifs. Trois critères limites semblent néanmoins se dégager selon les facteurs considérés. Le premier est la taille de l'ouverture du motif par rapport aux particules projetées. La porosité a été évaluée dans les trous pour trois diamètres d'ouverture 50, 60 et 70  $\mu\text{m}$ . En plus, la profondeur a été définie pour avoir un ratio de forme du motif (définie par rayon/profondeur) égale à 1, 0.5, et 0.35. Cette étude a été menée pour des particules de diamètre moyen  $D_{50} = 55 \mu\text{m}$ . La Figure III.106 montre que le diamètre d'ouverture doit être plus grand que le diamètre moyen des particules. Mais le ratio de forme semble avoir un optimum pour chaque cas. Le ratio des volumes (volume particule / volume motif) a été ajouté sur le graphique et il semble que la porosité soit minimale pour les différents ratio de forme correspondant à un rapport de volume égal à 1. Il existe donc un optimum possible pour se rapprocher de la porosité du dépôt globale (flèche noir).

Une fois le diamètre défini, le facteur de forme des motifs peut être établi avec l'angle d'ouverture du trou ou encore le rapport des volumes particules/motifs (Figure III.107). Ainsi au-dessus de 70 degrés d'angle d'ouverture en surface, une augmentation significative du taux de porosité est notable. Un tel constat peut s'expliquer par la formation d'obstacles dus à la solidification rapide du flux de matière dans le trou. De plus, le ratio entre le volume des particules et celui des motifs concorde avec les premiers résultats. Un minimum est en effet obtenu pour des ratios proches de 1.1 pour lesquels la cavité a tendance à se remplir de manière homogène. L'optimisation de ses paramètres peut donc être menée pour différents couples de matériaux afin de maximiser la zone de contact et le remplissage des trous.

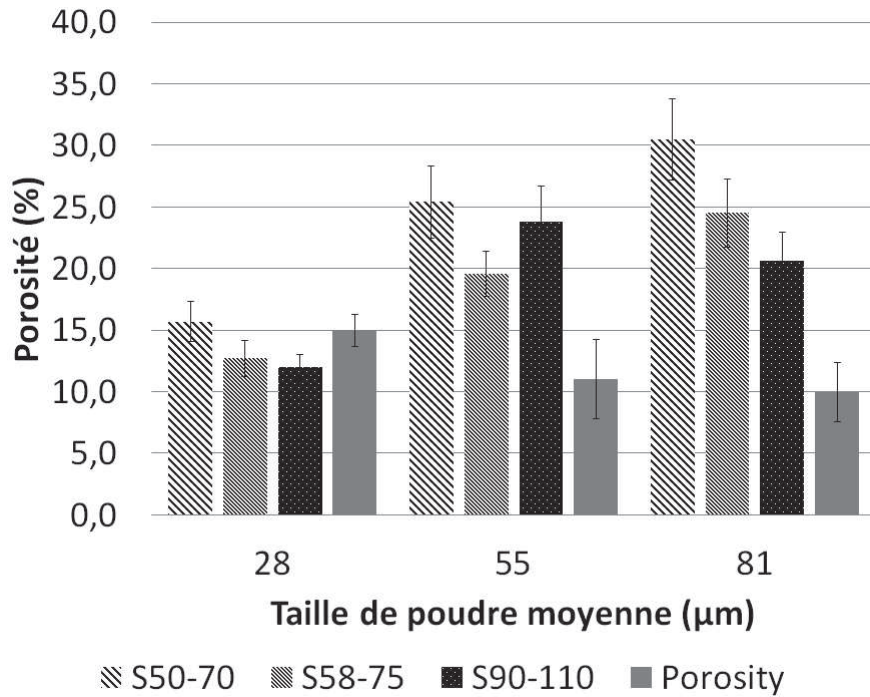


Figure III.105: Porosité du revêtement au sein des trous en fonction de trois géométries de trous et de trois granulométries de poudres utilisées ( $D_{50} = 28, 55$  et  $81 \mu\text{m}$ ) et comparaison avec la porosité du dépôt global

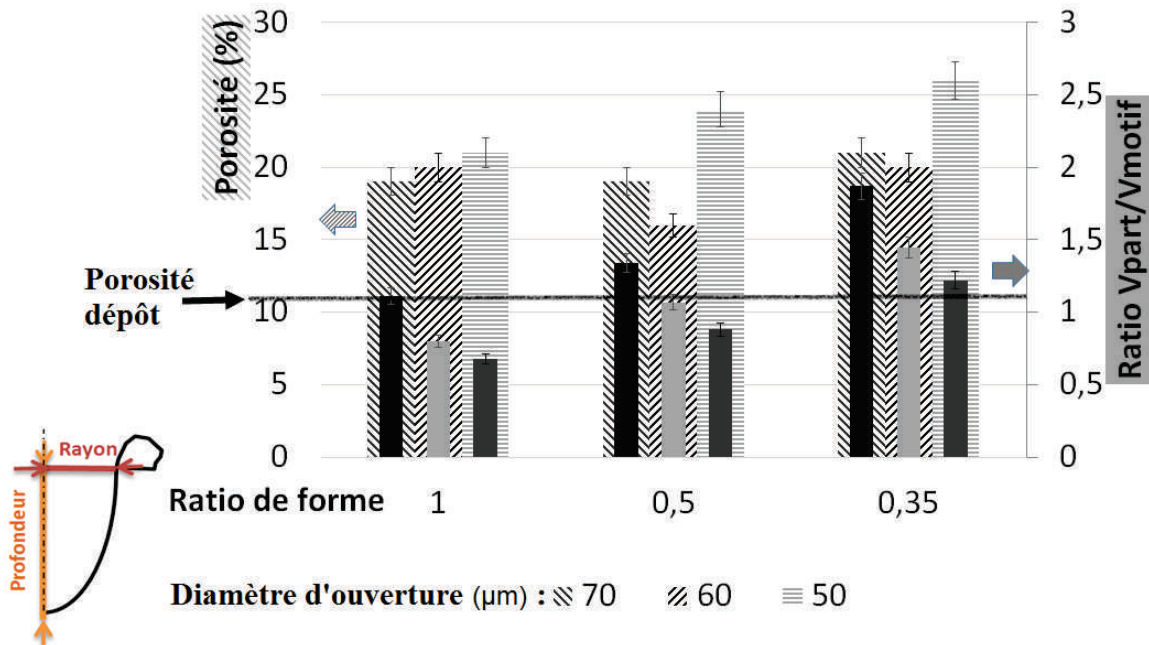


Figure III.106: Porosité dans les trous en fonction du ratio de forme des motifs et ratio de volume (volume particule/volume motif) pour trois diamètres d'ouverture



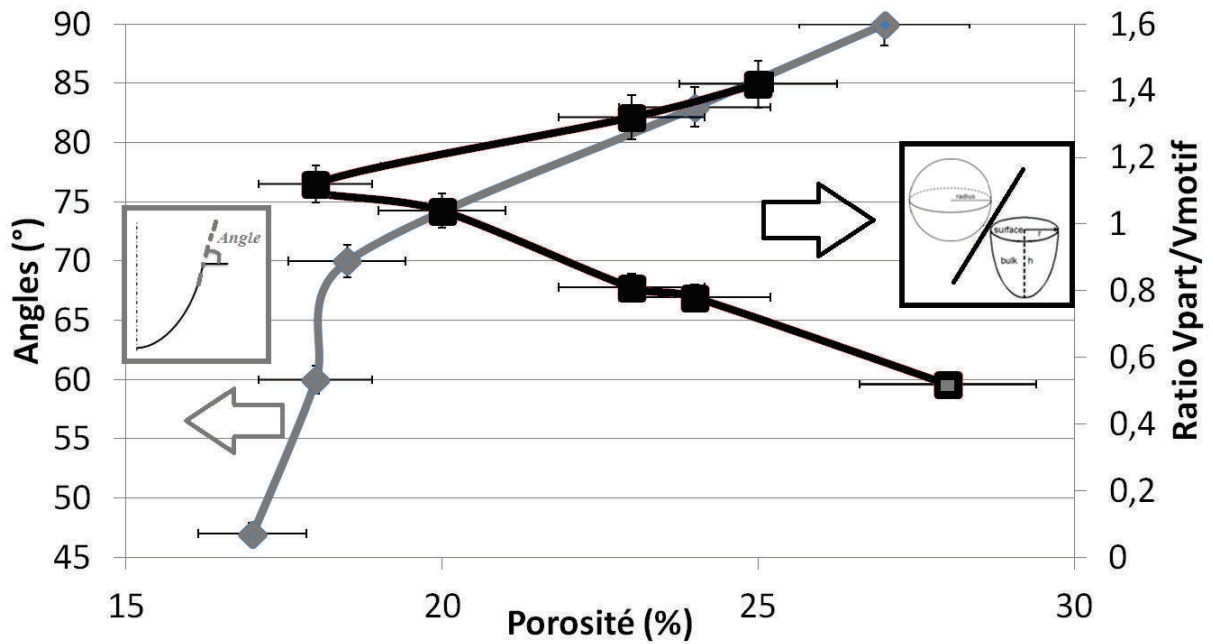


Figure III.107: Porosité des trous en fonction de l'angle d'ouverture et du rapport de volume (particule/trou)

### Bilan 2

Pour les deux traitements de surface (sablage et texturation laser), le contact entre le revêtement et le substrat a été étudié. L'étalement des particules fondues et leur solidification sur une zone cible ont donc pu être observés et la présence d'éclaboussures a pu être révélée après impact dues aux anfractuosités de la surface. Les résultats ont montré que la rugosité de surface (spécifiquement la longueur d'onde) doit être adaptée et corrélée à la taille de particules projetées afin de minimiser le nombre de défauts à l'interface. De tels défauts ont d'ailleurs pu être définis comme des zones d'amorçage de fissures et donc de fragilisation du système. L'outil laser est apparu particulièrement intéressant pour cette problématique en pouvant régler les paramètres de rugosité et d'espacement pour ainsi optimiser l'adhérence d'une surface de contact définie. Dans le cas des motifs créés par texturation laser (cavités), les surfaces peuvent être en effet facilement adaptées à l'ordre de grandeur des poudres projetées pour maximiser la surface de contact. Les dimensions des cavités peuvent être parfaitement définies pour optimiser le remplissage des motifs. Pour limiter le taux de porosité au sein des trous, des critères ont de plus pu être proposés comme l'équivalence de volumes entre les motifs et les particules, un diamètre d'ouverture plus large ou encore un angle d'ouverture minimal. De tels critères ont pu donc être appliqués pour l'élaboration des revêtements de céramique et optimiser ainsi l'adhérence.

## III.5 Conclusion

Dans cette première partie, plusieurs résultats majeurs sont présentés. Le premier a été d'évaluer les effets de l'interaction laser-matière en régime nanoseconde dans le cadre de la texturation laser de motifs en forme de "trou". Des analyses topographiques ont été menées afin de déterminer l'influence des paramètres sur la création des motifs, que ce soit l'énergie par impulsion laser, le nombre d'impulsions mais aussi les propriétés intrinsèques des matériaux testés. Deux matériaux distincts ont été étudiés dans le cadre de ce travail : un alliage d'aluminium 2017 et un superalliage base nickel monogranulaire, l'AM1.

Un modèle analytique a été développé afin de corréler l'effet de l'énergie par impulsion laser sur la morphologie globale de la texture, plus spécifiquement sur les bourrelets et l'épaisseur des zones fondues compte tenu de l'élévation de température générée en surface. Bien évidemment, ces phénomènes d'interaction laser-matière dépendent fortement des caractéristiques des matériaux traités (absorptivité et diffusivité thermique). Des mécanismes plus spécifiques ont d'ailleurs pu être mis en évidence grâce à l'utilisation de la simulation numérique en particulier lors de la création de zones fondues et du nuage de vapeur. Dans le cas de l'aluminium par exemple, les propriétés thermiques de l'alliage induisent la création d'une large zone fondue avec peu de mouvements de fluides qui ne permet pas une éjection importante de matière. L'effet majoritaire apparaît donc lié à la vaporisation. A l'inverse, dans le cas du superalliage, la zone fondue apparaît plus fine et l'éjection de matière devient alors plus importante. En conclusion, la vaporisation et l'éjection de matière sont deux mécanismes qui ont lieu lors de l'impact laser avec prédominance de l'un ou de l'autre des phénomènes suivant la nature du matériau traité.

Dans un deuxième temps, il a été démontré que l'interaction laser modifie la microstructure du matériau cible dus aux phénomènes de fusion et de dissipation thermique en son sein. Une modification des propriétés mécaniques locales a d'ailleurs été observée par micro et nanoindentation avec des comportements différents en fonction du substrat. Dans le cas de l'aluminium, la conduction de la chaleur induite par le laser annihile l'historique thermique initial du matériau (traitement T4) ce qui tend à abaisser ses propriétés mécaniques locales. Dans le cas du superalliage, une zone modifiée (fondue) est observée en extrême surface qui présente des propriétés mécaniques supérieures dues à une précipitation supposée des précipités  $\gamma'$  à une échelle nanométrique. En revanche, aucune zone affectée thermiquement n'est observable compte tenu des vitesses de chauffage et refroidissement trop rapides pour permettre des mécanismes de dissolution des précipités  $\gamma'$ .

Enfin, le dernier point a été d'évaluer la porosité proche de l'interface par la cohérence des paramètres topographiques et des poudres projetées. Afin de minimiser les défauts de contact, une optimisation des paramètres d'ondulation de surface a donc paru nécessaire. Une longueur d'onde légèrement supérieure à la taille des particules s'est avérée cruciale pour limiter les éjections de matière. La topographie et le remplissage des surfaces ont pu alors être optimisés afin de pouvoir tester la durée de vie des revêtements en fonction de la stratégie proposée. Des indications sur les morphologies optimales ont pu être dégagées en vue de la réalisation d'essais d'oxydation et thermo-mécaniques.



# Chapitre IV

## Evaluation de la tenue du revêtement

### IV.1 Introduction

La topographie de surface étant maintenant maîtrisée avec un meilleur contrôle de la microstructure des matériaux, des évaluations de la tenue mécanique et de la durabilité à chaud des revêtements peuvent être réalisés. Une étude a pu être menée dans le cadre de la mécanique de la rupture (linéaire élastique isotrope) afin de proposer des modes de ruptures aux interfaces en fonction de la morphologie des motifs. Sur la base de trois essais d'adhérence (quasi-statiques et dynamique), cette partie se concentre sur les effets de la préparation de surface (sablage et texturation laser) sur la tenue des revêtements pour les deux couples de matériaux envisagés (NiAl/Al2017 et YSZ/AM1).

Le système barrière thermique sans sous-couche a ensuite été sollicité par des tests d'oxydation, de fluage et de fatigue thermomécanique. Des essais d'oxydation isotherme et cyclés à hautes températures ont tout d'abord été menés afin de comparer la nature de l'oxyde, sa vitesse de croissance ainsi que les modes de ruptures pour les différents traitements de surface. Puis, un chargement mécanique constant a été appliqué afin d'accélérer le développement de fissures à l'interface à une température constante. Finalement un cyclage thermomécanique hors-phase représentatif des conditions vues en vol (banc MAA-TRE) a été testé afin de valider la tenue en service des revêtements projetés sur substrats texturés.

### IV.2 Les modes de ruptures adhésives et cohésives

Une étude énergétique en mécanique linéaire de la rupture a été menée pour évaluer l'énergie nécessaire à la propagation de fissures dans les cavités formées par texturation laser. En raison des effets de couplages élastiques évoqués au chapitre 1, les modes de sollicitation I et II apparaissent couplés dans la partie réelle et imaginaire du facteur d'intensité de contraintes complexes  $K = K_I + i K_{II}$ , 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 contraintes complexes  $K$ , dont le maximum s'atténue en  $r^{-1/2}$ , et le second est un champ non-oscillant dépendant du facteur d'intensité de contraintes  $K_{III}$ .

Dans le cas de propagation de fissures, à l'interface entre les deux matériaux que sont le substrat et son revêtement, des éléments de rupture interfaciale peuvent être proposés afin d'identifier les mécanismes mis en jeu en fonction de la morphologie des motifs. Pour caractériser les propriétés élastiques d'un bi-matériau, deux coefficients adimensionnés ( $\alpha$  et  $\beta$ ), appelés coefficients de Dundurs sont définis :

$$\alpha = \frac{\mu_s(k_c + 1) - \mu_c(k_s + 1)}{\mu_s(k_c + 1) + \mu_c(k_s + 1)} \quad (\text{IV.1})$$

$$(\text{IV.2})$$

$$\beta = \frac{\mu_s(k_c - 1) - \mu_c(k_s - 1)}{\mu_s(k_c + 1) + \mu_c(k_s + 1)} \quad (\text{IV.3})$$

$$k = 3 - 4\nu \text{ en déformations planes et } k = \frac{3 - \nu}{1 + \nu} \quad (\text{IV.4})$$

avec  $\mu$  et  $\nu$  le module de cisaillement et le coefficient de poisson du dépôt (c) et substrat (s).

Les coefficients dépendent des propriétés élastiques de chacun des deux matériaux et respectent la convention adoptée sur la Figure IV.108. L'anisotropie des deux matériaux n'a pas été prise en compte dans les calculs et les propriétés sont rassemblées en Annexe V.5 pour les calculs d'énergie de propagation de fissures. Ces coefficients sont représentatifs du contraste existant entre les propriétés élastiques des deux matériaux considérés, et tendent vers 0 lorsque les matériaux sont similaires. Un autre paramètre  $\epsilon$ , nommé constante d'hétérogénéité élastique, caractérise comme son nom l'indique l'hétérogénéité entre les deux matériaux :

$$\epsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left( \frac{1 - \beta}{1 + \beta} \right) \quad (\text{IV.5})$$

La forme complète des champs peut donc être établie grâce à l'utilisation des potentiels complexes par Hutchinson [84] utilisant les paramètres présentés. Dans le plan de l'interface ( $\theta = 0^\circ$ ) au voisinage de la pointe de fissure, les composantes des contraintes normales et tangentielles ( $\sigma$ ) ainsi que les déplacements ( $\delta$ ) relatifs peuvent être couplés de la manière suivante :

$$(\sigma_{yy} + i\sigma_{xy})_{\theta=0} = \frac{K r^{i\epsilon}}{\sqrt{2\pi r}} \quad (\text{IV.6})$$

$$(\delta_y + i\delta_x)_{\theta=0} = \frac{4}{\sqrt{2\pi}} \frac{\frac{1}{E_c} + \frac{1}{E_s}}{(1 + 2i\epsilon) \cosh(\pi\epsilon)} (K_1 + iK_2) \sqrt{r} r^{i\epsilon} \quad (\text{IV.7})$$

La proportion de sollicitation en mode I et II qui s'applique à la fissure, peut donc être quantifiée par l'angle de mixité modale  $\psi$  défini par l'équation IV.8. Il représente le

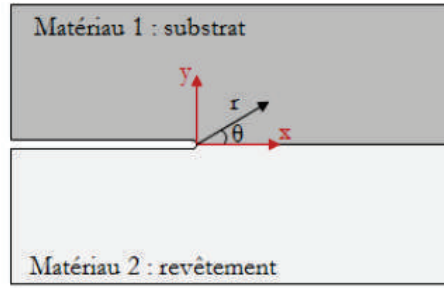


Figure IV.108: Fissure à l'interface d'un bi-matériau

rapport des contraintes normales et tangentielles que subit une interface à une distance  $r$  de la pointe de fissure.

$$\psi = \arctan \left( \frac{\sigma_{xy}}{\sigma_{yy}} \right) \quad (\text{IV.8})$$

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). Cette évolution se conçoit aisément puisque les mécanismes dissipatifs, en grande partie responsables de l'adhérence, 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. Par ailleurs, une dissipation d'énergie due à la déformation plastique des couches adjacentes, au cours de l'essai peut aussi expliquer l'augmentation de l'énergie d'adhérence avec l'accroissement du cisaillement (mode II).

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, en raison de mécanismes dissipatifs moins conséquents. L'énergie d'adhérence de l'interface  $G_i$  est donc une fonction de l'angle de mixité modale normalisé  $\psi^*$ , et peut être représentée schématiquement par l'évolution  $G(\psi^*)$  comme présenté Figure IV.109. 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.

Certains auteurs ont proposé des modèles phénoménologiques basés sur des observations expérimentales afin de décrire l'évolution de l'énergie d'adhérence  $G_i$  en fonction de la mixité modale. Les deux modèles les plus répandus dans la littérature ont été proposés par Hutchinson et Suo [84] :

$$G_i = G_{ic} [1 + \tan^2((1 - \lambda)\psi^*)] \quad G_i = G_{ic} [1 + (1 - \lambda)\tan^2(\psi^*)] \quad (\text{IV.9})$$

où  $G_{ic}$  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  $G_i$  est très peu dépendante du mode II lorsque  $\lambda = 1$ . Ces modèles décrivent

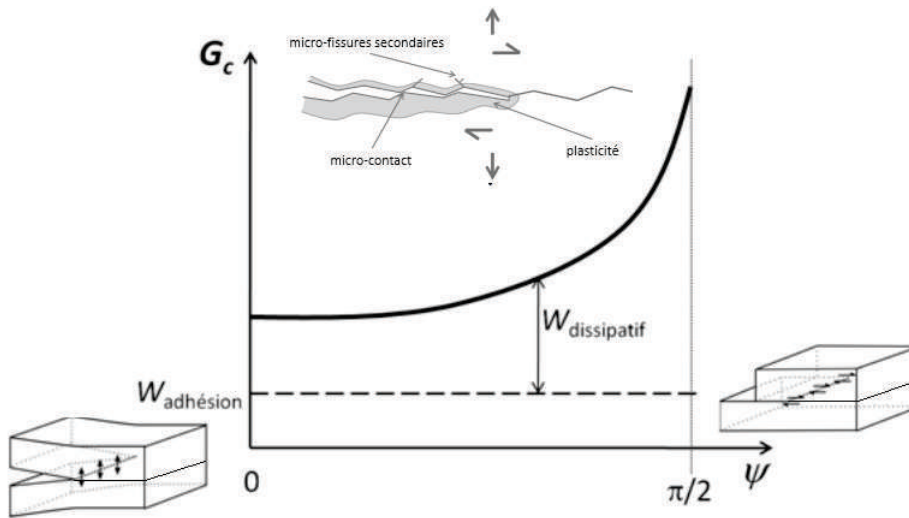


Figure IV.109: Energie d'adhérence en fonction de la mixité modale

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  $\psi^* \neq 0^\circ$ . La courbe  $G(\psi^*)$  peut éventuellement être translatée 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. Certains auteurs utilisent un unique essai d'adhérence pour lequel on peut faire varier l'angle de mixité, alors que d'autres préfèrent balayer différents mixités modales à travers plusieurs essais conduisant à des mixités modales différentes. 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.

Dans le cas d'un dépôt obtenu par projection thermique, les interfaces entre les lamelles peuvent être considérées comme des interfaces parfaites avec des défauts susceptibles de devenir des zones d'amorçage de fissures. D'un point de vue macroscopique la cohésion du dépôt correspond donc aux énergies d'adhésion de toutes les interfaces. La ténacité pratique du dépôt dépend donc de la nature du matériau, de l'état de contraintes dans lequel il est créé et de la porosité globale. Ainsi, selon un critère établi par He et Hutchinson [205], il est possible de proposer les situations dans lesquelles la propagation de fissure diverge dans le dépôt en fonction de la rugosité de l'interface. Cette théorie est présentée dans le cas des motifs de texturation laser lors d'essai de traction. On prend comme hypothèse de départ les deux schémas Figure IV.110.

Par rapport à ces schémas, le chargement mécanique imposé  $P$  et l'épaisseur  $h$  peuvent

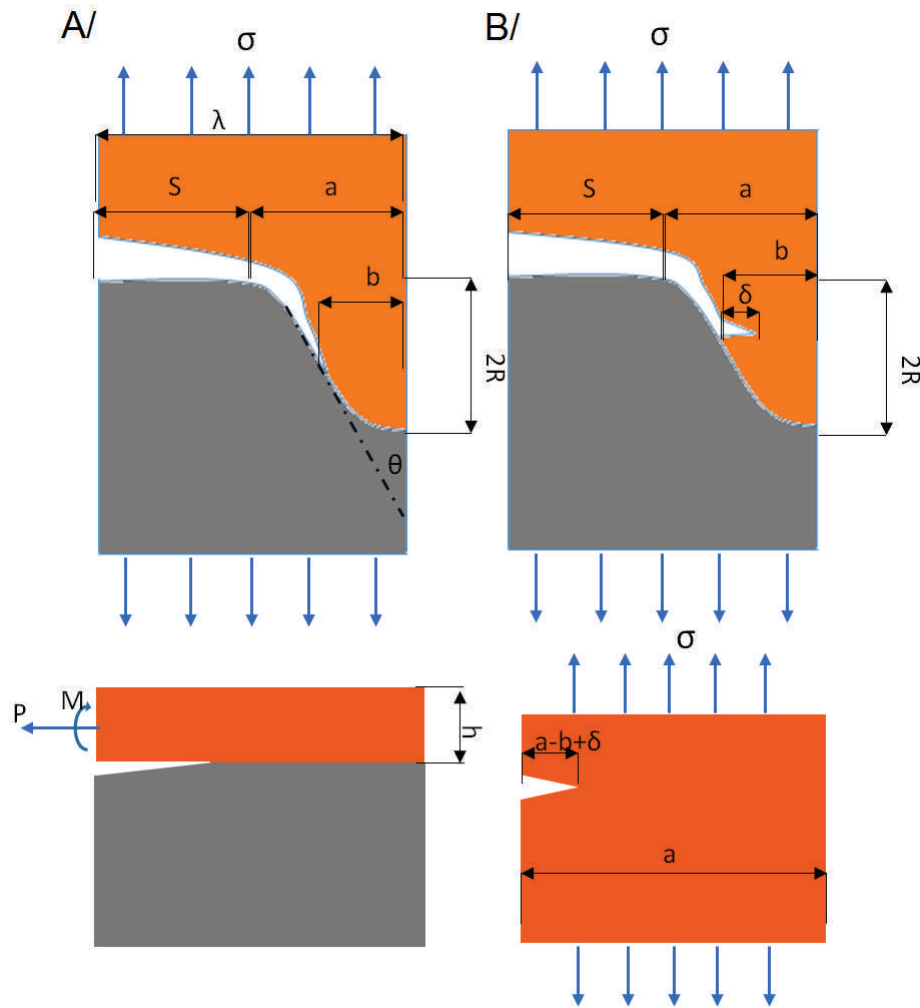


Figure IV.110: Schémas de principe de propagation d'une fissure à une interface (a) et divergence dans le dépôt (b) proche d'une cavité

être définis comme :

$$P = \sigma_0 \lambda \cos \theta \quad (\text{IV.10})$$

$$h = \gamma R \quad (\text{IV.11})$$

où  $\gamma$  est un nombre adimensionné d'ajustement permettant de prendre en compte les dimensions  $S$ ,  $a$  et  $b$ . En fonction de cette géométrie, il est possible d'utiliser les équations établies par Hutchinson et Suo sous leur forme simplifiée (Figure IV.110-a):

$$G_i = \frac{P^2}{2h} \left( \frac{1 - \nu_c}{\mu_c} - \frac{1 - \nu_s}{\mu_s} \right) \frac{1}{4 \cosh^2(\pi \epsilon)} \quad (\text{IV.12})$$

C'est une expression exacte de l'énergie de rupture de l'interface sous une force  $P$  dans les hypothèses proposées. Quand la fissure bifurque (Figure IV.110-b), une longueur de fissure ( $a-b+\delta$ ) sous un chargement  $\sigma$  peut être considérée. Le facteur d'intensité des

contraintes peut donc être donné comme suit :

$$K_I = 1.12\sigma\sqrt{\pi(a-b+\delta)} \quad (\text{IV.13})$$

où le point  $b$  est déterminé par l'endroit de changement de direction maximale. L'amorçage de la fissure dans le dépôt est défini comme un critère de rupture, c'est à dire que  $\delta$  est petit. On peut ainsi approximer la solution de l'énergie dépensée pour la déviation par la relation suivante :

$$G_c = \frac{1-\nu_c}{2\mu_c} K_I^2 \quad (\text{IV.14})$$

Maintenant, si on calcule un ratio  $G_R$  en substituant les deux énergies de fissuration, on obtient les conditions pour la déviation de la fissure :

$$G_R = \frac{G_i}{G_c} = \frac{\lambda^2 \cos^2 \theta}{2\gamma R(a-b+\delta)} \frac{\left(\frac{1-\nu_c}{\mu_c} - \frac{1-\nu_s}{\mu_s}\right) \frac{1}{4\cosh^2(\pi\epsilon)}}{\frac{1-\nu_c}{2\mu_c}} \quad (\text{IV.15})$$

Connaissant les valeurs de  $G_{ic}$  et  $G_{cc}$  (énergie de rupture en mode I pur de l'interface et du dépôt), il est possible de proposer des conditions de rupture en fonction de l'angle  $\theta$  par rapport à une direction de chargement. Les valeurs maximales ont été analysées par la technique d'indentation interfaciale sur un substrat à faible rugosité. Cette technique présente en effet l'intérêt de déterminer l'énergie de fissuration critique en mode I au niveau d'une interface ( $G_{ic}$ ) et d'un dépôt (inter-lamellaire) ( $G_{cc}$ ). Ainsi, il y a pu être déterminé dans le cas des barrières thermiques sur AM1, les ténacités de ces deux éléments avec des grandeurs de  $1.76 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  et de  $3.45 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  respectivement. La Figure IV.111 représente l'évolution du ratio  $G_R$  en fonction de l'angle d'ouverture du motif pour le couple YSZ/AM1 et met en exergue deux comportements distincts. En effet, pour le couple de matériaux considérés, un angle critique de  $70^\circ$  apparaît. Au delà de cet angle, la fissure bifurque dans le dépôt et en dessous, la fissure se propage à l'interface. Donc l'énergie à fournir pour que la fissure suive l'interface est plus importante que sa propagation dans le dépôt.

Afin de valider cette approche énergétique expérimentalement, des texturations présentant un même diamètre de trou d'ouverture mais avec des angles d'ouverture différents ( $45, 60, 75$  et  $90^\circ$ ) ont été testées dans le cas du couple YSZ/AM1. Deux modes de rupture ont alors été identifiés (Figure IV.112). Pour des motifs présentant un angle d'interface inférieur à  $70^\circ$ , une rupture adhésive est observée alors qu'une rupture mixte est observée pour des angles supérieurs. Ainsi, le dépôt peut être arraché complètement dans le cas d'une rupture adhésive tandis qu'une rupture dite "mixte", qu'une partie du dépôt peut rester ancrée dans les motifs et casser sur les surfaces planes.

De tels faciès de rupture montrent donc que la morphologie des motifs a un effet prononcé sur le type de rupture. Mais une telle étude analytique menée dans le cas du système barrière thermique peut aussi être adaptée pour d'autres couples dépôt/substrat. Pour ce faire, la connaissance des propriétés mécaniques du dépôt et de l'interface est requise (par exemple les contraintes d'élasticité ont été déterminées par analyse vibratoire du



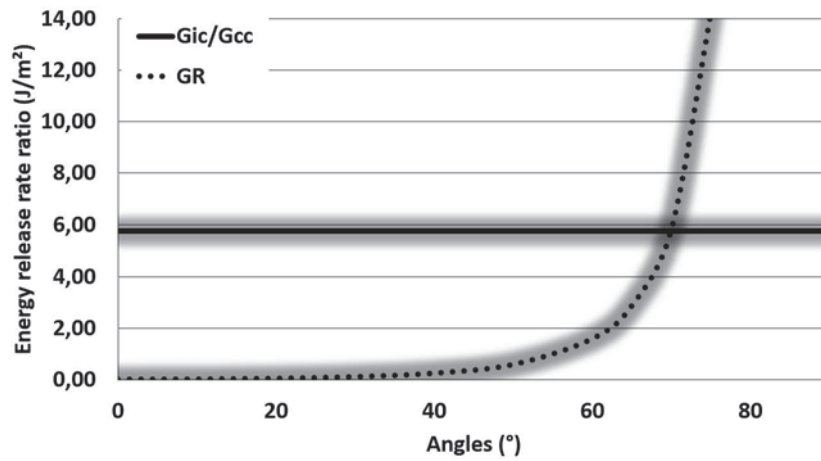


Figure IV.111: Energie de fissuration en fonction de l'angle du motif en comparaison avec la valeur critique de rupture de déviation de la fissure

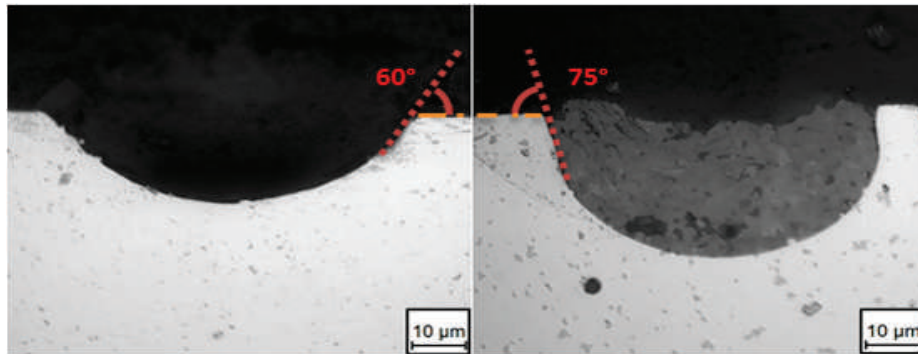


Figure IV.112: Faciès de rupture pour des motifs avec des angles de 60 et 75°

dépôt afin de connaître le module d'Young et les ténacités par indentation interfaciale afin de connaître les énergies limites des interfaces). Les résultats des analyses sont présentés en Annexe V.1. Enfin, fort de ce constat, une évaluation de la tenue de l'interface peut être menée.

### IV.3 Etude des mécanismes d'adhésion

Les énergies nécessaires pour rompre les interfaces ont été évaluées pour les deux préparations de surface : pour une surface de contact limitée dans le cas sablé et pour différentes morphologies et différentes densités de motifs dans le cas de la texturation laser.

#### IV.3.1 Mécanismes d'adhésion des revêtements sur des surfaces rugueuses

Les analyses de remplissage d'une surface rugueuse ont montré une minimisation du nombre de défauts à l'interface lorsque la granulométrie des particules et la morphologie de la surface étaient adaptées. Des essais de traction ont donc été menés dans le but de vérifier les critères proposés. Pour ce faire, les six paramètres de rugosité (C.f. Tableau III.8) ont été testés par essais de traction de manière à identifier l'effet de la morphologie de surface pour deux lots de poudres ( $D_{50} = 55 \mu\text{m}$  et  $D_{50} = 81 \mu\text{m}$ ). Comme l'illustre la Figure IV.113, l'adhérence des revêtements diffère de façon systématique selon l'ensemble des paramètres topographiques et granulométriques.

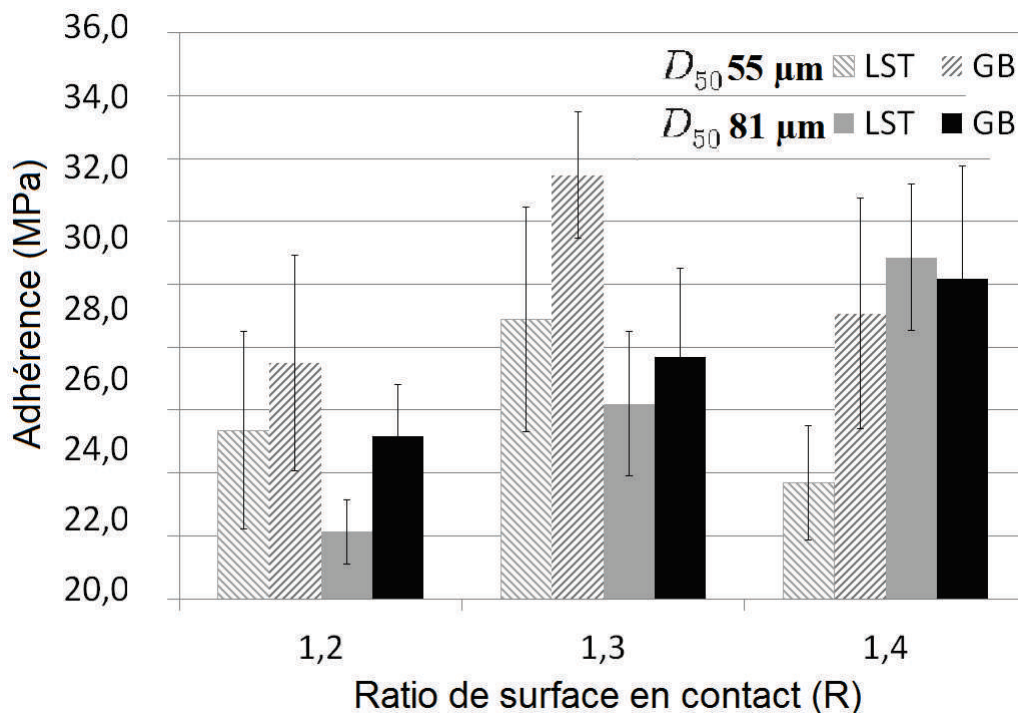


Figure IV.113: Adhérence dépôt-substrat suivant la surface développée dans le cas de surfaces sablées GB1-2-3 et texturées S62-4, S65-6 et S80-7 pour deux granulométries ( $D_{50} = 55 \mu\text{m}$  et  $81 \mu\text{m}$ )

De la même manière que l'analyse du nombre de défauts observés à l'interface (chapitre III), les meilleurs résultats correspondent au "bon" rapport entre l'ondulation de surface et la taille des particules projetées. Dans le cas de poudres de granulométrie moyenne ( $D_{50}$

= 55  $\mu\text{m}$ ), le meilleur résultat apparaît pour un ratio de surface de 1.3 avec une adhérence de 30-32 MPa correspondant à une ondulation un peu plus large que la taille moyenne des particules. Le même rapprochement est observé pour les particules plus larges ( $D_{50} = 81 \mu\text{m}$ ) avec un ratio de surface 1.4 et une valeur d'adhérence de 30 MPa. De plus, il est à constater que les surfaces traitées par laser (S62-4, S65-6 et S80-7) procurent des adhésions interfaciales supérieures aux surfaces équivalentes sablées. La minimisation du nombre de défauts de contact par cette technologie conforte de telles observations.

L'étalement des particules est lié à un jeu de paramètres à identifier entre les paramètres de projection, la température du substrat et la rugosité de substrat. Le premier est fixé par les propriétés du matériau projeté et les caractéristiques voulues du revêtement. La température du substrat permet un étalement plus homogène de la particule même si dans le cas de surfaces rugueuses (pour améliorer l'ancrage mécanique) des éclaboussures sont inévitables. L'adhésion du revêtement peut tout fois être optimisée par la maîtrise de l'étalement des premières particules sur le substrat au moyen d'une surface optimale.

### IV.3.2 Mécanismes d'adhésion des revêtements pour des surfaces texturées

Dans le cas de la texturation laser, des mesures d'adhérence ont été menées pour évaluer l'effet de la répartition spatiale des motifs et le remplissage des motifs étudiés chapitre 2.

#### IV.3.2.1 Répartition spatiale des motifs

Une étude sur l'effet des préparations de surface sur l'adhérence des revêtements élaborés par projection thermique sur l'adhérence a été menée en fonction de la distribution spatiale et de la morphologie des motifs (le traitement de surface par sablage est considéré comme la référence). Les couples NiAl/Al2017 et YSZ/AM1 ont donc été analysés pour différentes préparations de surface. Les résultats d'adhérence correspondant aux motifs de texturation S65-80 pour NiAl/Al et S80-40 et S60-40 pour YSZ/Inox304L (équivalent à YSZ/AM1) ont été évalués par des essais de traction. Ces motifs sont préalablement identifiés d'un point de vue modes de rupture, tous ont été définis pour favoriser un mode mixte de rupture au niveau des trous. Selon la densité des trous (100, 150, 200 et 300  $\mu\text{m}$  d'espacement de centre à centre des motifs) diverses valeurs d'adhérence ont donc pu être relevées avec des différences significatives et une forte influence de la texturation laser par rapport au sablage conventionnel.

Comme l'illustre la Figure IV.114, de fortes variations d'adhérence apparaissent suivant la morphologie de surface tout comme la densité des cavités jusqu'à atteindre la limite de cohésion du revêtement.

Pour le couple YSZ/304L, de telles évolutions de l'adhérence du revêtement se confirment avec de plus une influence de la morphologie des trous (Figure IV.115). En effet, les motifs présentant le plus grand diamètre d'ouverture (S80-40) procurent de meilleurs résultats.

Le ratio R a de nouveau été utilisé afin de pouvoir comparer les différentes préparations de surface (sablage et texturation laser). Les valeurs alors mesurées précédemment ont été placées en fonction du ratio de surface de contact (R-1 pour que les courbes passent par 0) sur la Figure IV.116 pour NiAl/Al2017 et sur la Figure IV.117 YSZ/304L. Pour les deux couples, deux tendances se définissent suivant le traitement avec deux pentes de coefficients directeurs différentes. Cela signifie qu'à R équivalent les valeurs d'adhérence sont supérieures pour les surfaces texturées en comparaison des surfaces sablées. De plus, pour le couple NiAl/Al2017, les courbes ne passent pas par l'origine dus aux forces physico-chimiques susceptibles de se créer entre ces deux matériaux. Une telle information est importante d'un point de vue mécanisme d'accroche dès lors qu'elle met en exergue l'effet physico-chimique de l'interface. D'un point de vue topographique, cette valeur d'adhérence peut même atteindre des niveaux de 110 MPa avec une forte densité de trous (100  $\mu\text{m}$ ) sans considérer la limite de cohésion du dépôt.

Pour le couple YSZ/304L, trois tendances peuvent se dégager suivant la morphologie de

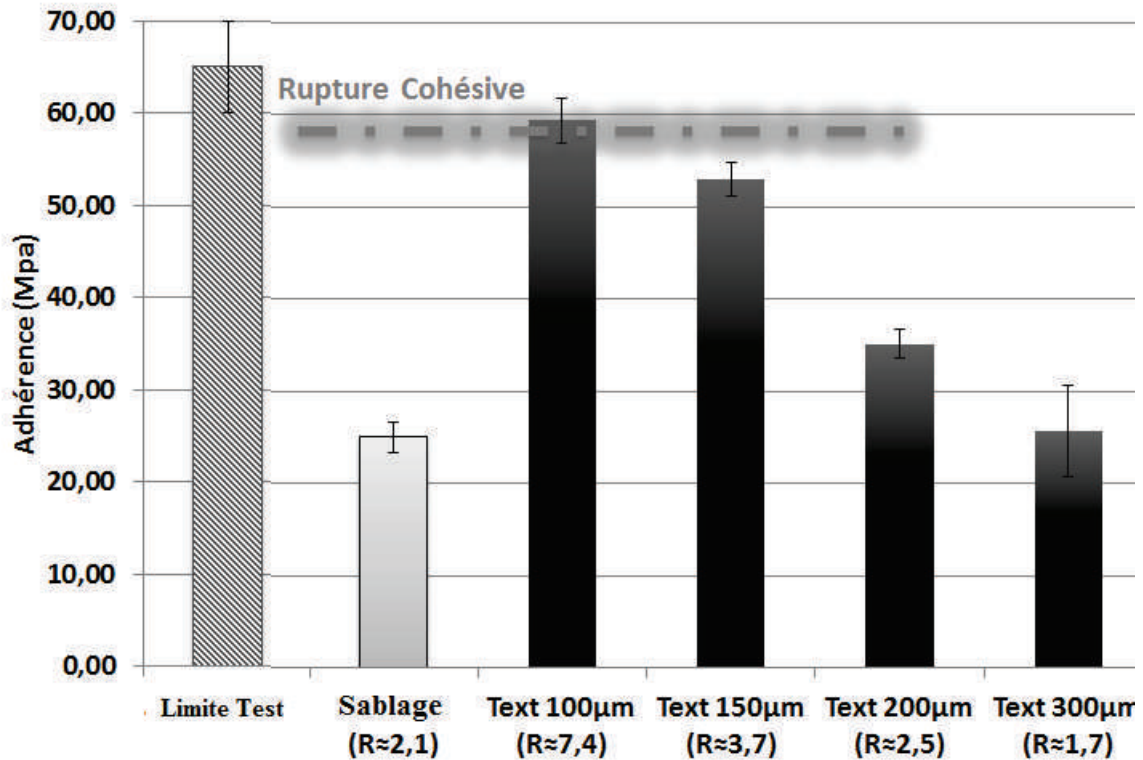


Figure IV.114: Mesures d'adhérence du couple NiAl/Al2017 pour différentes préparations de surface (Sablage et Texturation laser S65-80) avec des espacements entre trous de 100, 150, 200 et 300 μm)

surface (sablée et texturée S80-40 et S60-40) avec des niveaux d'adhérence supérieurs après texturation laser. Les morphologies des trous optimisées d'un point de vue volumétrique et angle d'ouverture confortent de telles mesures et justifient le mode de rupture mixte comme l'illustre la Figure IV.118.

L'effet de l'angle d'ouverture (Figure IV.117) se confirme d'ailleurs par le changement de modes de rupture (adhésif à mixte) pour les motifs S80-X et S60-X (X valeurs variables pour avoir un angle différent) à la frontière de l'angle critique (évalué à 70° pour ce couple). R évolue donc pour différentes profondeurs de trous et un pallier entre les deux mécanismes de rupture est observé dans les deux configurations. Dans le cas d'une rupture adhésive, les valeurs d'adhérence suivent celles du sablage tandis que dans le cas de ruptures mixtes, les valeurs d'adhérence correspondent aux droites des surfaces texturées.

C'est pourquoi dans le cas des ruptures mixtes, un ratio entre les zones de rupture adhésive et cohésive (noté CZR) a été calculé en supposant que chaque trou provoque une rupture cohésive. Les valeurs d'adhérence sont ainsi fonction de la distribution spatiale et de la morphologie des motifs comme montré en Figure IV.119 pour les couples NiAl/Al2017 et YSZ/304L (S80 et S60). Les équations linéaires correspondantes peuvent être définies par la morphologie des motifs et par leurs espacements. La preuve en est pour le couple YSZ/304L où les équations sont similaires pour les deux motifs car les

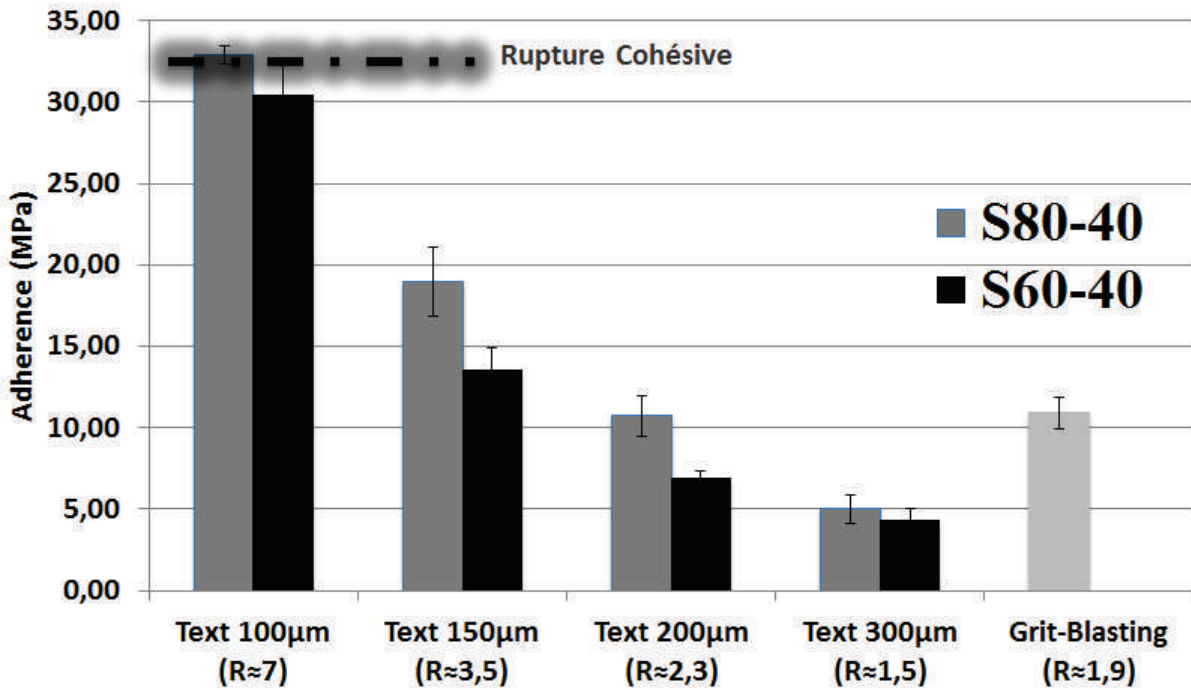


Figure IV.115: Mesure d'adhérence du couple YSZ/304L pour différentes préparations de surface - Sablage et Texturation laser S80-40 et S60-40) avec des espacements entre trous de 100, 150, 200 et 300 µm)

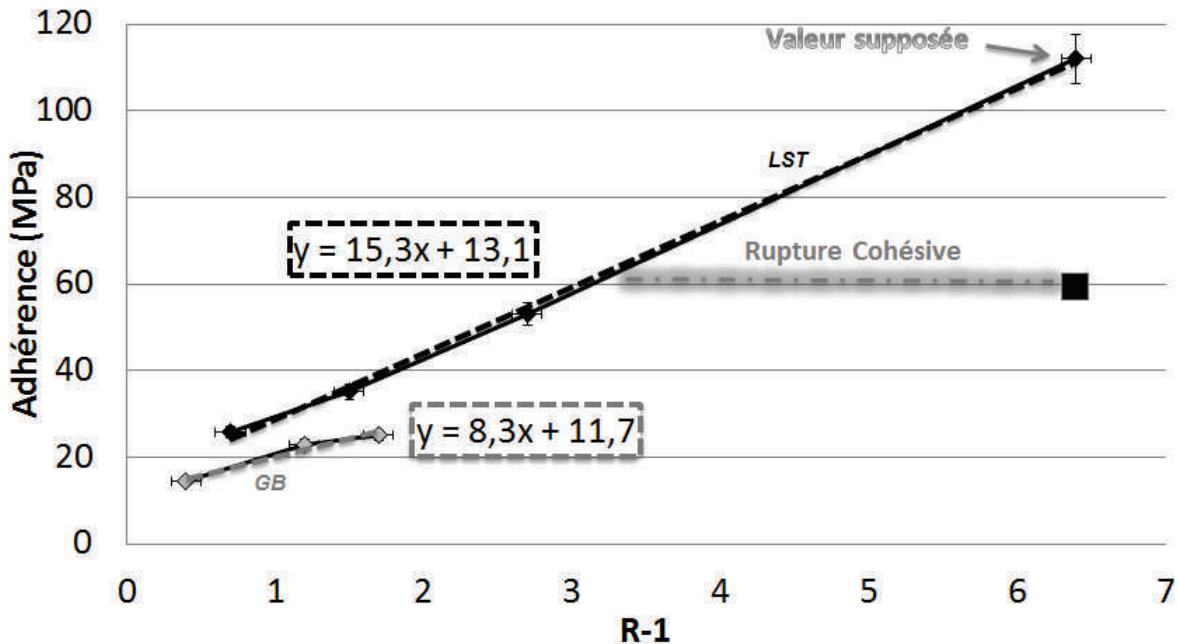


Figure IV.116: Adhérence du couple NiAl/Al pour différentes préparations de surface en fonction du ratio de surface (R-1)



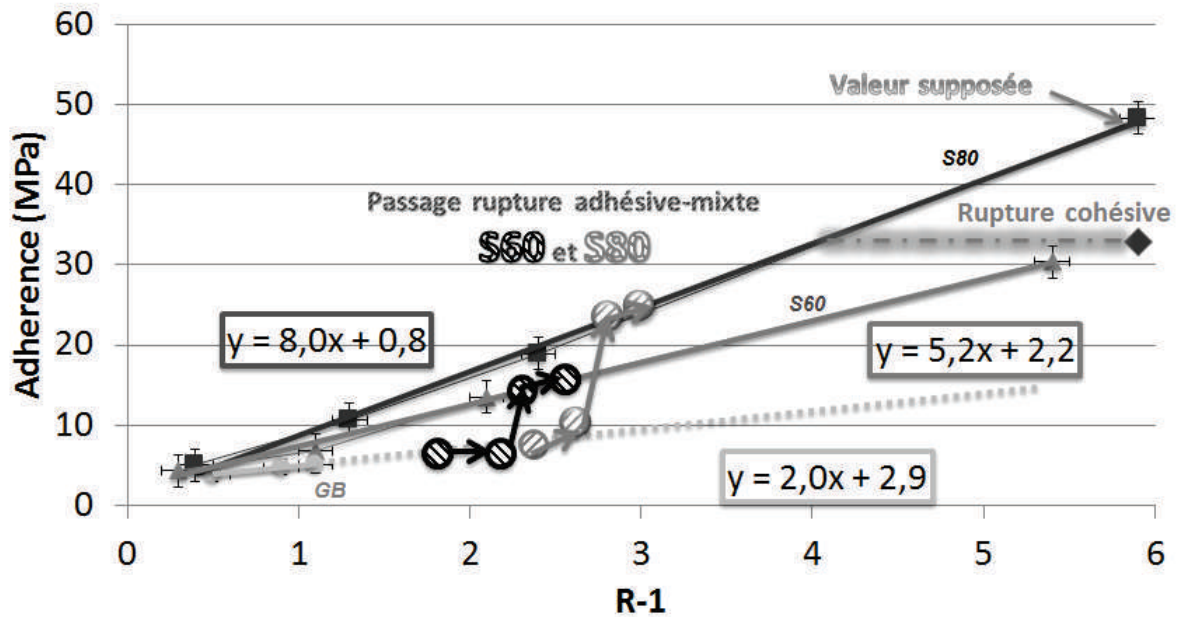


Figure IV.117: Adhérence du couple YSZ/AM1 pour différentes préparations de surface en fonction du ratio de surface (R-1)

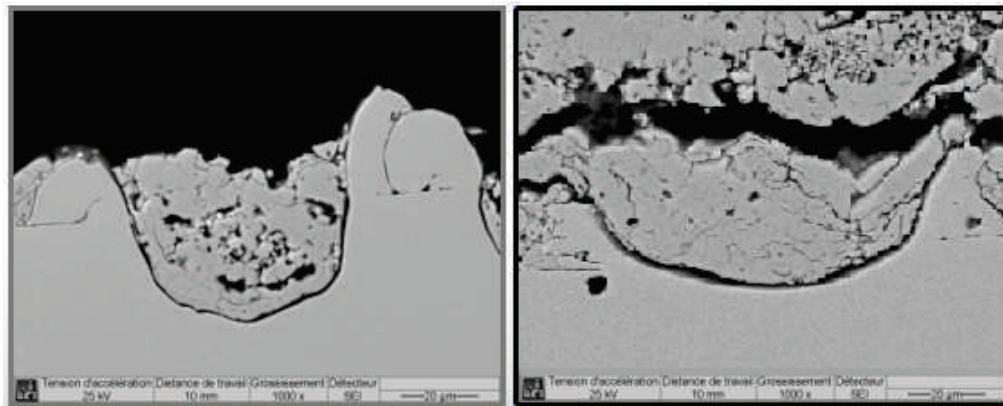


Figure IV.118: Vue en coupe des faciès de rupture pour des motifs S60 et S80 pour le couple YSZ/304L par essai de traction adhésive

fissures doivent traverser un revêtement similaire.

#### IV.3.2.2 Adhérence du revêtement en fonction du remplissage des motifs

Les propriétés mécaniques locales des revêtements (liées à la porosité) au sein des motifs sont importantes dans le cas de ruptures mixtes. En effet, comme l'illustre la Figure IV.120, les valeurs d'adhérence pour les trois motifs précédemment utilisés avec un espacement de 150 µm fluctuent compte tenu du nombre de défauts (fissures, porosités, ...) comme il a pu déjà être analysé dans le chapitre III. La résistance à la prop-

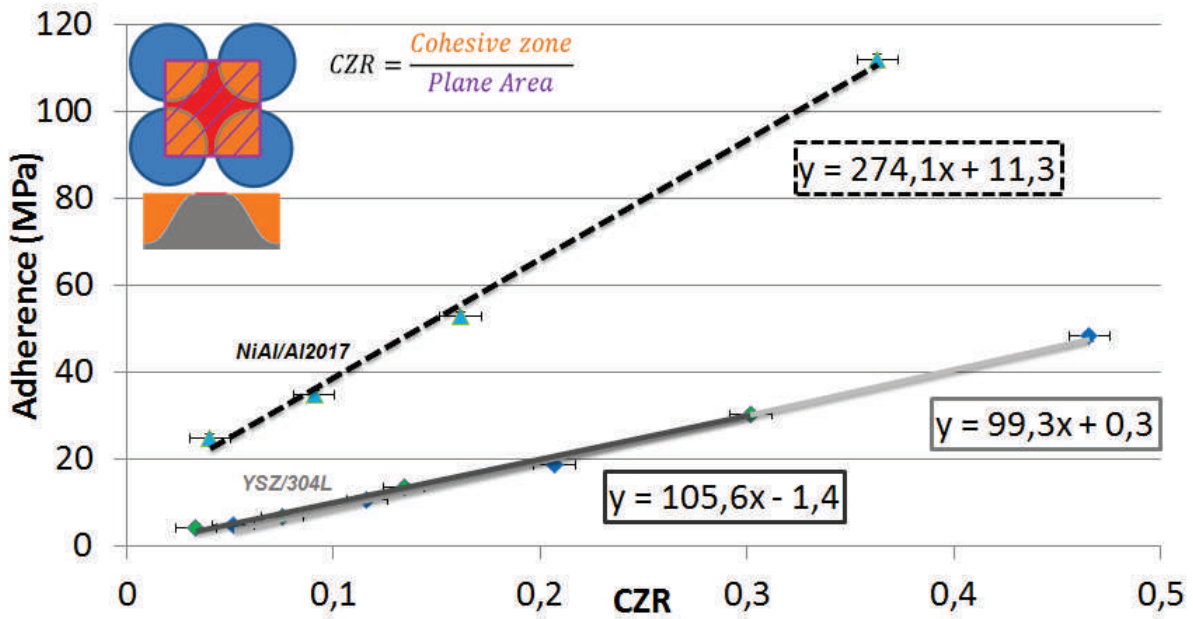


Figure IV.119: Adhérence des revêtements en fonction du ratio de zone de rupture cohésive (CZR) pour les couples NiAl/Al2017 et YSZ/304L

agation de fissures au travers des revêtements est donc maximisée dans les configurations optimales.

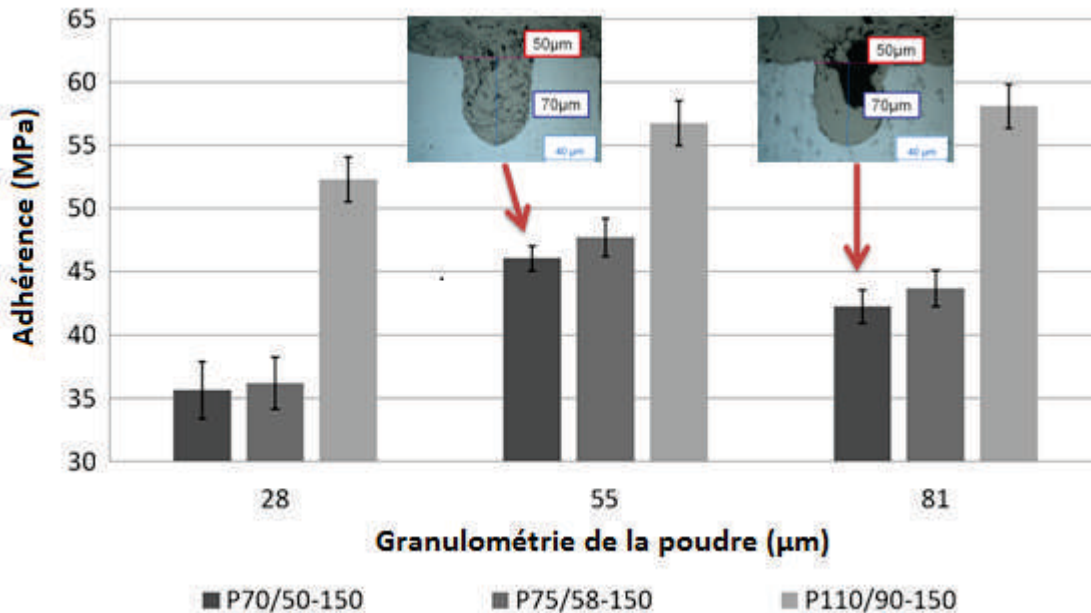


Figure IV.120: Mesures d'adhérence des revêtements suivant la granulométrie des poudres ( $D_{50} = 28, 55$  et  $81 \mu\text{m}$ ) pour trois motifs de texturation

### IV.3.3 Mécanismes de rupture de l'interface sous contraintes de cisaillement

Dans l'essai de traction, les contraintes sont perpendiculaires au plan moyen de l'interface et donc les modes de ruptures sont principalement en mode I. Pour compléter, une sollicitation de l'interface en cisaillement a été menée par des essais de traction dans le plan afin de voir les modes de rupture dans cette configuration. Malheureusement, une quantification de l'adhérence de l'interface n'a pas pu être menée au cours de ce travail et seul un suivi au cours du temps sous microscope optique a été réalisé. L'essai a été interrompu après 8% de déformation totale de l'éprouvette correspondant à l'apparition d'une macro-fissure dans le dépôt qui tend à dévier parallèlement à l'interface. Ainsi pour chaque condition de pré-traitement, la longueur de fissure générée à l'interface a été mesurée pour le couple NiAl/Al2017 (quatre essais par condition) (Figure IV.121). D'une façon générale, la longueur de fissure est minimale pour des surfaces texturées laser. Les obstacles provoqués par les trous génèrent une rupture mixte qui limitent la propagation de fissures. En revanche, dans le cas du sablage, la macro-fissure débouchante sur l'interface se propage en continu. L'ancrage est donc clairement accru par la texturation laser même dans des sollicitations de cisaillement.

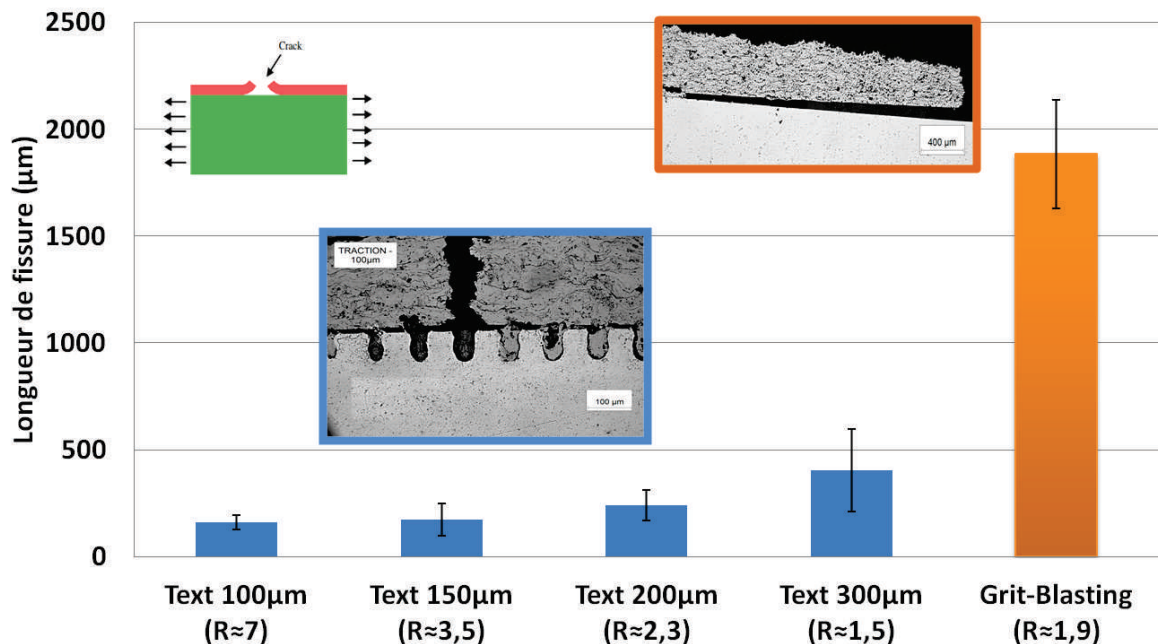


Figure IV.121: Mesure des longueurs de fissures de l'interface après traction dans le plan pour le couple NiAl/Al2017

### IV.3.4 Mécanismes d'adhésion des revêtements sous sollicitation dynamique laser

Dans le cas d'essais quasi-statiques en traction, l'interface est contrainte principalement en mode I et les valeurs d'adhérence correspondent à la contrainte maximale relevée sur toute la surface du pion afin de rompre l'interface du système complet. En cisaillement, l'adhésion du revêtement n'a pas pu être évaluée mais des ruptures mixtes ont aussi été observées.

A une échelle plus locale, des essais d'adhérence par chocs laser ont permis de solliciter l'interface et d'en évaluer sa tenue. L'utilisation d'un laser impulsionnel permet donc d'identifier un seuil en intensité (Iseuil en  $\text{GW.cm}^{-2}$ ) au delà duquel la rupture de l'interface a lieu. Pour cela différents impacts laser sont réalisés en modifiant l'énergie délivrée par le laser. En effet, l'intensité en surface de la cible est liée à l'énergie par la formule  $I = E/\tau S$  (où  $\tau$  est la durée de l'impulsion et  $S$  la surface de la tache focale). Par conséquent, comme il a été montré [206], l'augmentation de l'intensité en surface augmente la pression générée et donc la contrainte appliquée à l'interface. L'identification de l'intensité seuil se fait donc au moyen d'une série d'impacts laser sur des cibles différentes. Ces différents impacts vont donc en fonction de l'amplitude de l'onde de choc se propager dans la cible et conduire ou non à la rupture de l'interface.

Les signaux VISAR permettent d'évaluer la contrainte qu'il a été nécessaire d'appliquer pour casser l'interface. En effet, la valeur de la contrainte  $\sigma_{seuil}$  appliquée pour provoquer la rupture s'explique par une approche théorique [207] et peut être évaluée via la mesure de vitesse en face arrière par :

$$\sigma_{seuil} = \frac{1}{2}\rho C_0 \Delta U \quad (\text{IV.16})$$

où  $\rho$  est la densité du matériau,  $C_0$  est la vitesse du son et  $\Delta U$  la valeur du saut de vitesse mesuré expérimentalement.

Ce phénomène, connu de puis plusieurs décennies, s'appelle l'écaillage. Lorsque la rupture a lieu, le dépôt est mis en vitesse. Cette vitesse appelée vitesse d'envol correspond au plateau de vitesse mesuré expérimentalement sur les signaux VISAR.

Des travaux presque exhaustifs sur l'influence du couple substrat-dépôt sur la traction à l'interface ont été réalisés [103]. Il est possible analytiquement de considérer toutes les configurations imaginables pour une durée d'impulsion définie en fonction des paramètres d'impédance du substrat et du dépôt représentant respectivement les temps caractéristiques du chargement de pression, du temps d'aller-retour dans le substrat et dans le dépôt. Si on compare les différents cas possibles avec les configurations propres au projet, des contraintes de tractions peuvent être générées à la fois au sein du dépôt et à l'interface. A partir du seuil d'énergie évalué par les signaux VISAR à la surface libre en face arrière, une vérification post-mortem de la rupture est analysée. Il apparaît une zone de vide à l'interface (Figure IV.123).

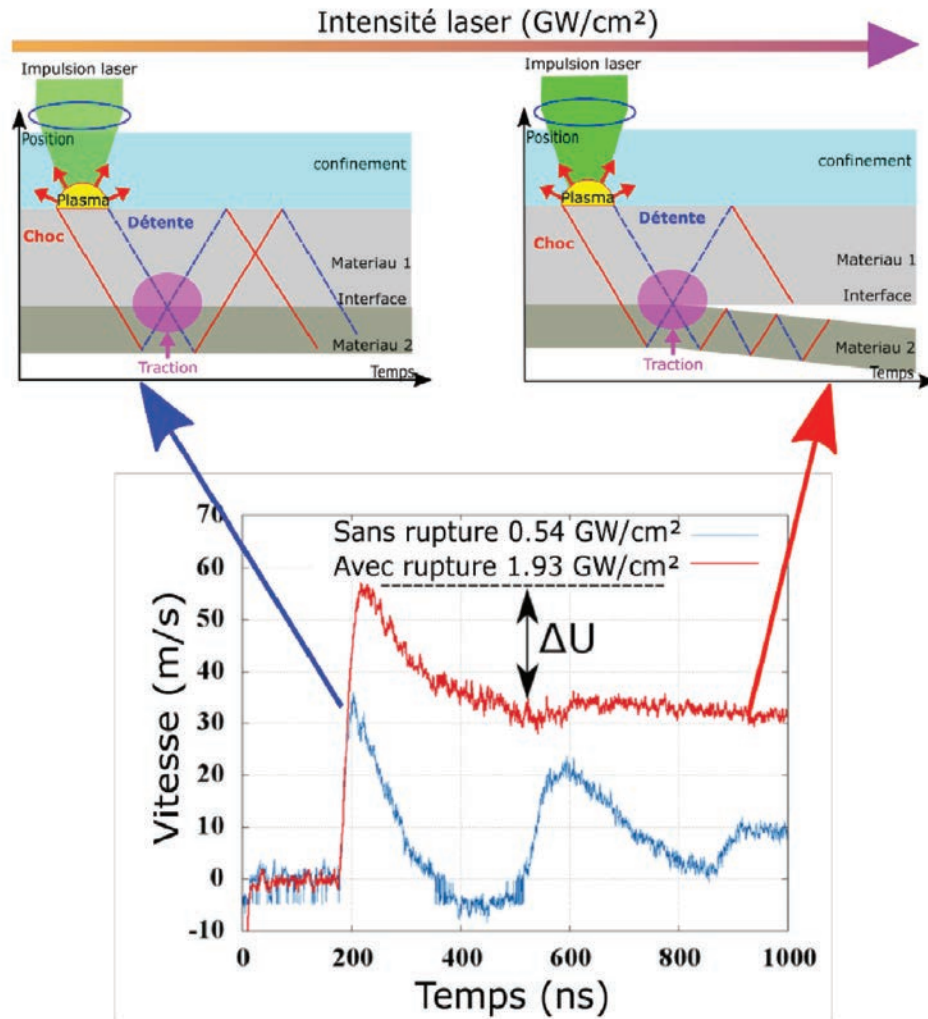


Figure IV.122: Schéma d'explication pour l'identification de l'intensité seuil

Utilisant la formule analytique et les signaux VISAR, les seuils ont pu être déterminés pour les deux couples de matériaux et les différentes préparations de surface, comme l'illustre la Figure IV.124 ; Dans le cas NiAl/Al2017, le seuil de rupture apparaît toujours plus grand pour des surfaces texturées et avec des motifs resserrés. La même tendance que les résultats des essais quasi-statiques est observée.

De même dans le cas YSZ/304L (Figure IV.125), cependant, la présence de rugosité à l'interface apparaît comme une source possible de perturbations du transfert des ondes à l'interface. En effet, pour les texturations S80 et S40, malgré un rapprochement similaire, un seuil d'adhérence bien inférieur est remarqué. Un motif S80 et un espacement de 150  $\mu\text{m}$  semble aussi performant que des motifs S40 et un rapprochement de 100  $\mu\text{m}$ .

Des analyses post-mortem ont été menées pour évaluer le type de rupture de l'interface. La Figure IV.126 montre ainsi la zone rompue au-dessus des trous sur la totalité de la zone sollicitée. En vue de ces observations, une étude approfondie a été menée suite à de précédents travaux qui montre que la traversée d'une interface rugueuse perturbe forte-



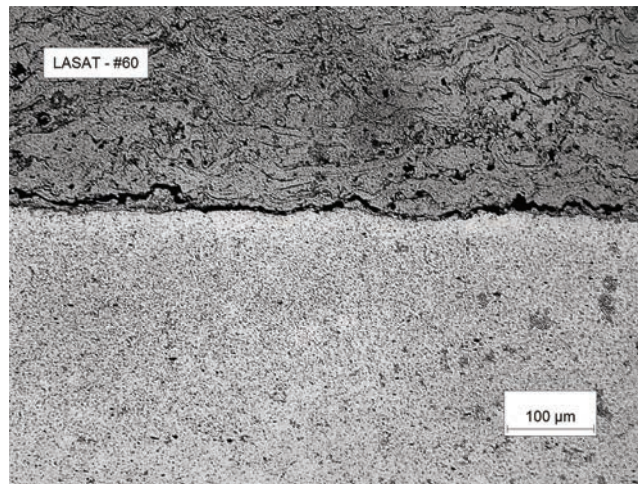


Figure IV.123: Interface rompue NiAl/Al2017 après un choc laser

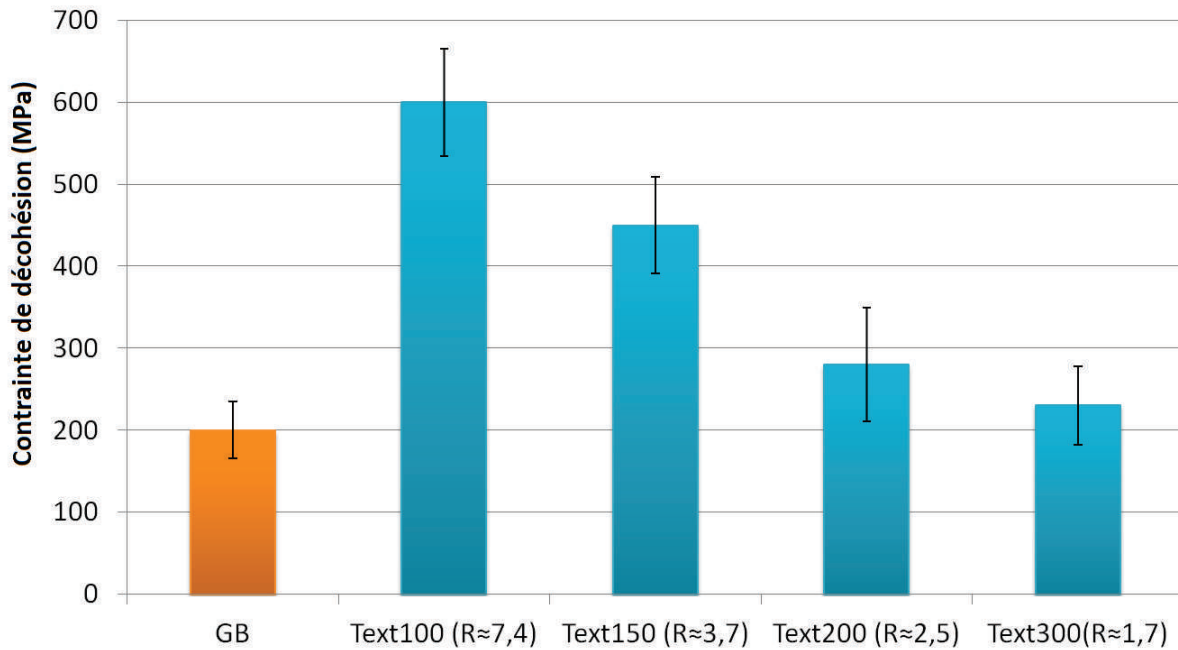


Figure IV.124: Contraintes de décohésion dynamique pour le couple NiAl/Al2017 pour des surfaces sablées et texturées (espacements de 100, 150, 200 et 300  $\mu\text{m}$ ) lors des essais LASAT

ment l'onde de choc incidente. Néanmoins, cette perturbation s'estompe assez rapidement et le front d'onde retrouve un aspect relativement plan en face arrière (mesurée par la VISAR). L'onde de détente est aussi modifiée résultant des zones de tractions plus importantes entre les cavités et des tractions nulles dans les cavités. Ces phénomènes peuvent expliquer que les revêtements sont rompus au-dessus des trous et non à l'interface.

En reprenant les travaux de S.Barradas [208], M.Arrigoni [102] et C.Bolis [103] qui ont évalué l'influence de la porosité et de la rugosité de surface sur la propagation de l'onde de



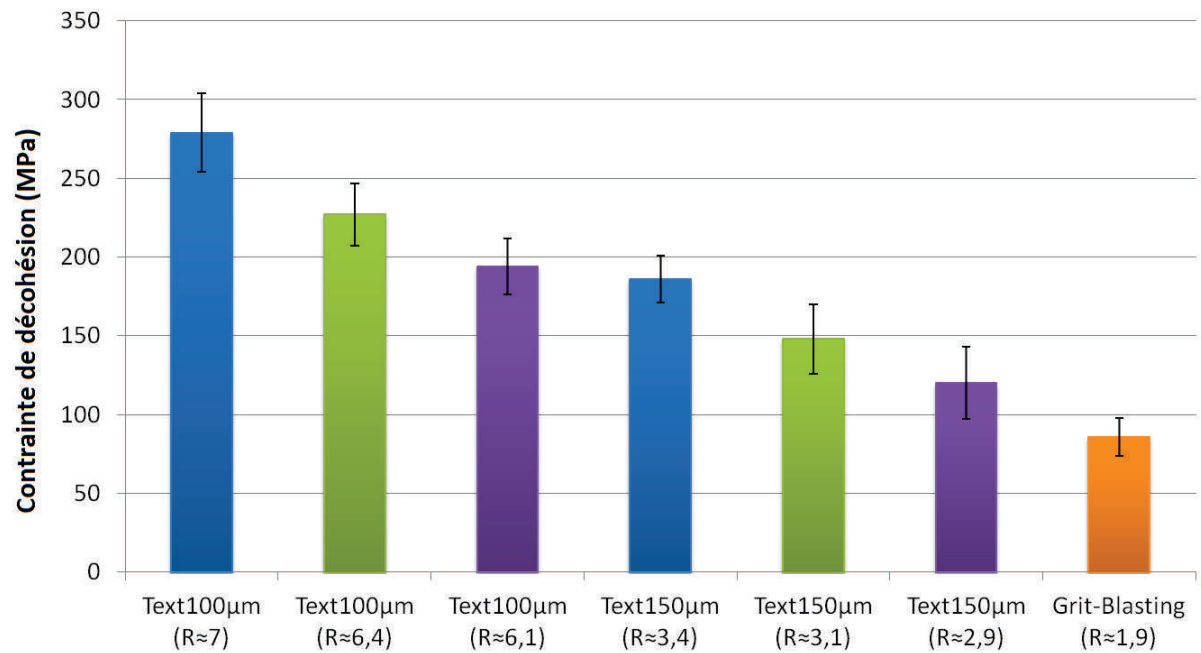


Figure IV.125: Contraintes de décohésion dynamique pour le couple YSZ/AM1 pour des surfaces sablées et texturées (espacements de 100, 150, 200 et 300 µm) lors des essais LASAT

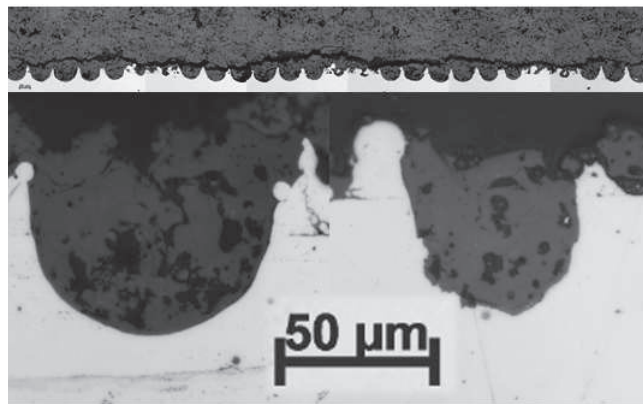


Figure IV.126: Vue en coupe du faciès de rupture après un essai LASAT sur YSZ/AM1 S60

choc et ainsi l'effet sur l'adhérence du revêtement. Des simulations de propagation d'onde ont alors été menées (thèse de D.Courapied) pour confirmer l'amplification de pression par les concavités (Figure IV.127). La présence de variation s'explique par la forme des trous qui conduit l'onde de pression à commencer en fond de cavité et de voir ainsi une interface discontinue. L'onde se propage moins rapidement dans la céramique ( $1600 \text{ m.s}^{-1}$ ) que dans le 304L ( $3200 \text{ m.s}^{-1}$ ).

L'onde de compression glisse le long de la pente de la rugosité pendant que le reste

de l'onde principale met en pression la partie plane de l'interface. La traction est donc concentrée autour des trous créant une amplification des phénomènes de traction. Ainsi plus l'angle au bord du trou est important, plus le dépôt voit une traction importante. Ces résultats expliquent donc pourquoi les motifs S80-40 ont un seuil plus haut que S40-40. La traction autour du trou est beaucoup plus importante pour ce dernier, donc la valeur seuil nécessaire pour casser le revêtement est plus basse.

Afin d'estimer dans quelle mesure ces perturbations sont à prendre en compte dans l'obtention des seuils de décohésion issus des essais d'adhérence par choc laser, le procédé LASAT avec un plan d'expérience Taguchi L9 a été mené (Tableau IV.10). Les plans de Taguchi utilisent des répertoires orthogonaux, qui évaluent les effets des facteurs sur la moyenne et sur la variation de la réponse. Avec un répertoire orthogonal, le plan est équilibré de telle sorte que les niveaux de facteurs sont également pondérés. Ainsi, chaque facteur peut être évalué indépendamment de tous les autres et l'effet d'un facteur n'influence pas l'estimation d'un autre.

Table IV.10: Tableau Taguchi T9 employé pour les mesures d'adhérence via l'essai LASAT

Expériences	Paramètres process				Réponses
	Rapport de forme	Rapport de Volume	Espacement	D (4)	
1	1,30	0,66	0,125	--	0,96
2	1,30	0,33	0,150	--	0,68
3	1,00	0,66	0,150	--	0,50
4	1,00	1,00	0,125	--	0,76
5	0,70	0,66	0,100	--	0,76
6	1,00	0,33	0,100	--	0,99
7	0,70	1,00	0,150	--	0,26
8	0,70	0,33	0,125	--	0,69
9	1,30	1,00	0,100	--	1,09
				Moyenne	0,74

Un plan d'expérience Taguchi a donc été mis en place afin de voir l'effet de la morphologie du motif et de la répartition spatiale sur les valeurs seuils. Trois variables à trois niveaux ont été définies (L9). La Figure IV.128 montre les résultats obtenus en prenant comme effet le rapport de forme (Diamètre/Profondeur), le rapport de volume (Volume Particule/Volume Motif) et l'espacement des motifs de centre à centre. Ainsi, comme remarqué précédemment, l'effet majoritaire sur l'adhérence du revêtement est l'espacement des motifs (60%). Plus la densité de trou est grande et plus l'ancrage mécanique est important. Mais dans une moindre mesure, le rapport de forme des cavités semble aussi important (35%). Par contre, le rapport de volume est peu significatif (5%), ce qui signifie que le remplissage des motifs semble peu jouer en sollicitation dynamique. Quoiqu'il en soit, ces résultats doivent être approfondis car l'erreur relative sur les mesures est de 12% (écart-type important).

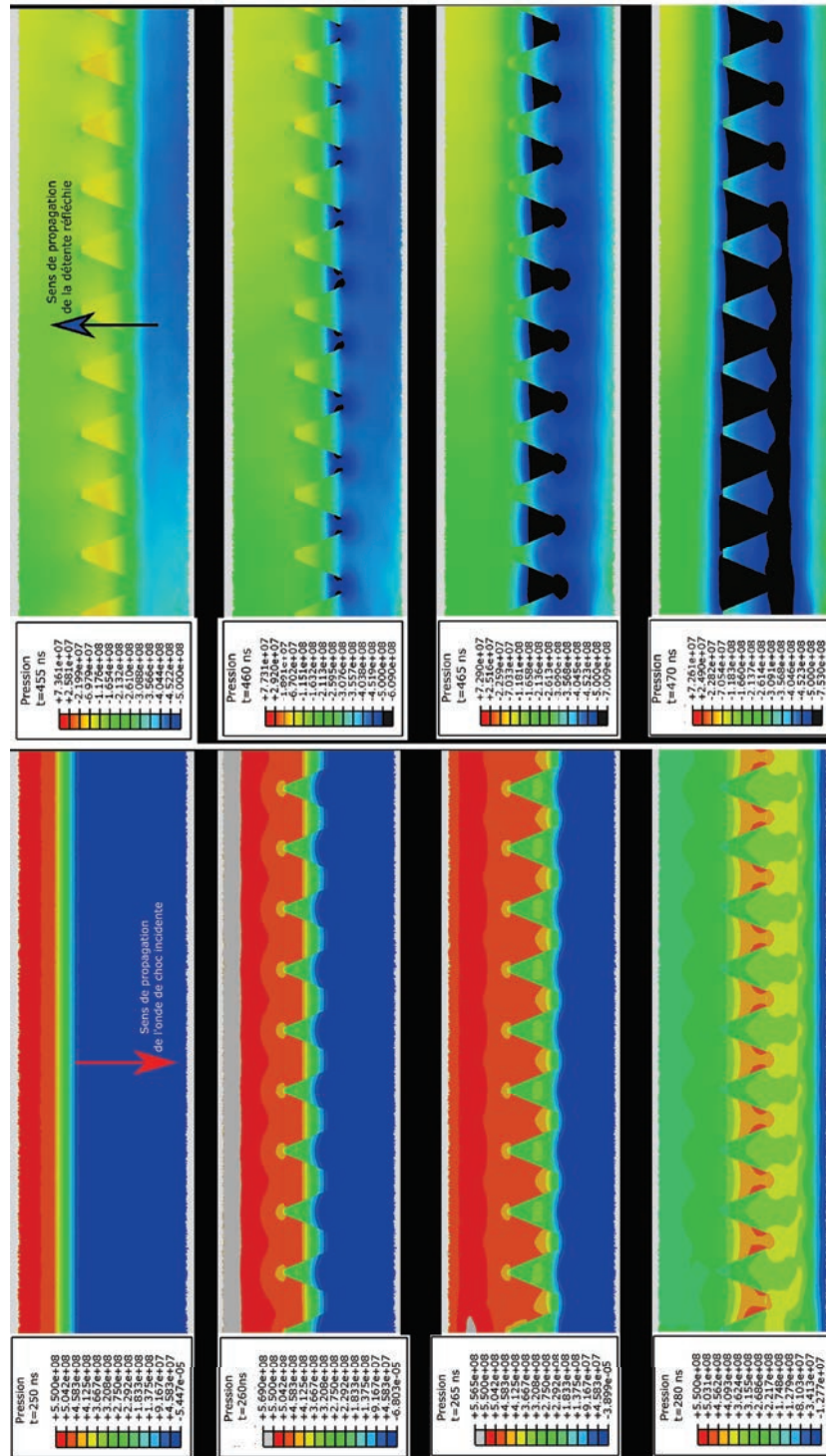


Figure IV.127: Cartographie de la pression proche de l'interface correspondant à quatre temps de propagations différents à l'allée et au retour de l'onde pour un couple YSZ/304L

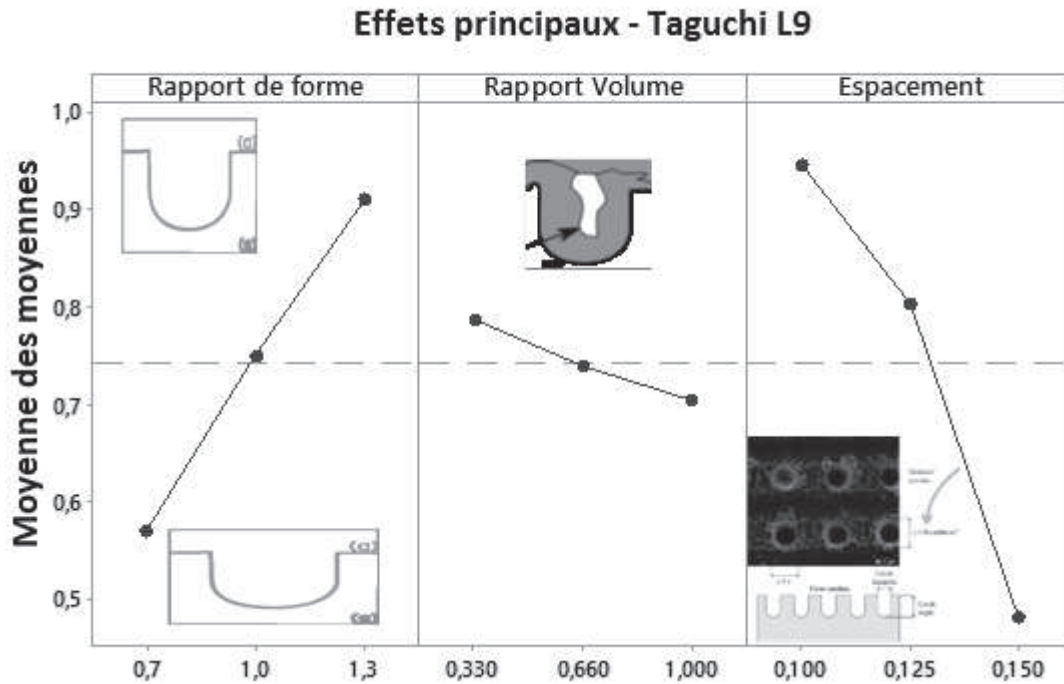


Figure IV.128: Analyse Taguchi de l'effet du rapport de forme, du rapport de volume entre le motif et la particule et l'espacement des motifs sur les valeurs seuils

### Bilan 1

Le remplissage des surfaces sablées ou texturées a montré la relation existante entre la topographie de surface et la granulométrie des poudres. La surface de contact doit être maximale afin d'optimiser l'adhérence par des mécanismes d'ancrage et la rugosité de surface moyenne doit être adaptée aux particules projetées afin de minimiser les défauts. Par la texturation laser, les brusques modifications topographiques créées par les motifs engendrent des ruptures mixtes. Lors d'une rupture interfaciale, il apparaît en effet une bifurcation des fissures dans le dépôt en mode I au-dessus des motifs grâce à un angle limite. Ainsi, cette rupture mixte améliore considérablement l'adhérence du revêtement par rapport au substrat sablé, dès lors que la ténacité du dépôt est supérieure à la ténacité interfaciale en mode I. Dans certaines configurations, l'adhérence de l'interface devient même supérieure à la cohésion du dépôt.

Des ruptures mixtes s'observent alors aussi bien en traction qu'en cisaillement. Des essais dynamiques par chocs laser ont permis d'évaluer d'ailleurs l'adhérence des revêtements en mode I localement. L'espacement entre les motifs joue un rôle primaire en comportement quasi-statique alors qu'il a été remarqué en dynamique que la forme des concavités crée des amplifications de contraintes locales sollicitant de manière plus ou moins importante le revêtement au-dessus des trous. L'essai LASAT permet donc d'évaluer la surface totale de contact mais aussi la morphologie des trous dans le cas de la texturation laser.

## IV.4 Durée de vie des revêtements barrière thermique en oxydation

Les essais d'adhésion ont démontré les effets bénéfiques de la texturation laser sur la tenue d'un revêtement face à des techniques conventionnelles. La topographie peut être ainsi contrôlée afin de maximiser la surface d'accroche des revêtements, mais surtout, de favoriser des ruptures mixtes par la formation d'obstacles pour la propagation des fissures interfaciales. En effet, il a été démontré que l'adhésion à l'interface peut devenir supérieure à la cohésion même du dépôt. Les motifs S80-40 (S80) et S60-40 (S60) avec des espacements de 100  $\mu\text{m}$  ont été définis pour la suite de cette étude. Mais les essais d'adhésion ne sont pas les seuls essais à devoir être mis en œuvre pour des systèmes barrières thermiques. Des essais d'oxydation, de fluage et de fatigue thermomécanique peuvent aussi être mis en place pour déterminer les durées de vie et les mécanismes de dégradation des systèmes.

Dans le cas d'un superalliage à base de nickel monogranulaire (AM1), constitué d'une matrice austénitique renforcée par des précipités ordonnés de phase  $\gamma'$ ( $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Ta}, \text{Al})$ ), se présentant sous la forme de cubes d'arête 0.5 micron, un traitement d'oxydation conduit à la disparition de la phase ordonnée durcissante sous la surface oxydée. La formation de cette zone exempte de précipités résulte de la diffusion des éléments  $\gamma'$ -gènes (Al, Ti) en surface pour former les couches d'oxydes. L'extension de cette zone croît avec la durée et la température du traitement thermique. A haute température (1100°C), où se forme une couche interne d'alumine, la dissolution progressive de la phase ordonnée  $\gamma'$  avec une modification de forme et de taille (cubique à sphérique) lorsqu'on se rapproche de la surface oxydée est aussi détectée avec en association une diminution de la teneur en aluminium (Figure IV.129)[209].

Il est supposé que le premier oxyde en surface de l'alliage qui semble croître soit de nature NiO. Toutes les réactions de l'aluminium et du chrome avec l'oxygène tendent alors à réagir avec NiO pour former des spinelles de type  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  et  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$ . Puis la formation d'un oxyde à l'interface interne de chrome ou d'aluminium s'accroît avec la température [210]. A 1100°C, une couche à l'interface interne d'alumine se forme alors de manière inhomogène dans les espaces dendritiques et interdendritiques [210]. La Figure IV.130 représente un schéma explicatif des mécanismes de croissance des couches d'oxydes en surface lors d'une exposition à haute température. Une progression séquentielle des différents oxydes apparaît alors pour générer des couches homogènes d'alliages en surface. A cette température, le superalliage est donc alumino-formeur avec une zone externe de transition.

Les croissances d'oxydes sont ainsi liées à la composition chimique de l'extrême surface, c'est pourquoi un état des lieux de la concentration des éléments après les différents traitements de surface a donc été nécessaire avant tout essai de vieillissement. Avant projection, différentes compositions bien distinctes peuvent être identifiées suivant les préparations réalisées (Figure IV.131). Outre les particules de corindon en surface du substrat observées après sablage, et les aspects morphologiques des motifs, un écrouissage résiduel pour le cas sablé et la fusion dans le cas texturé sont observés. La composition chimique



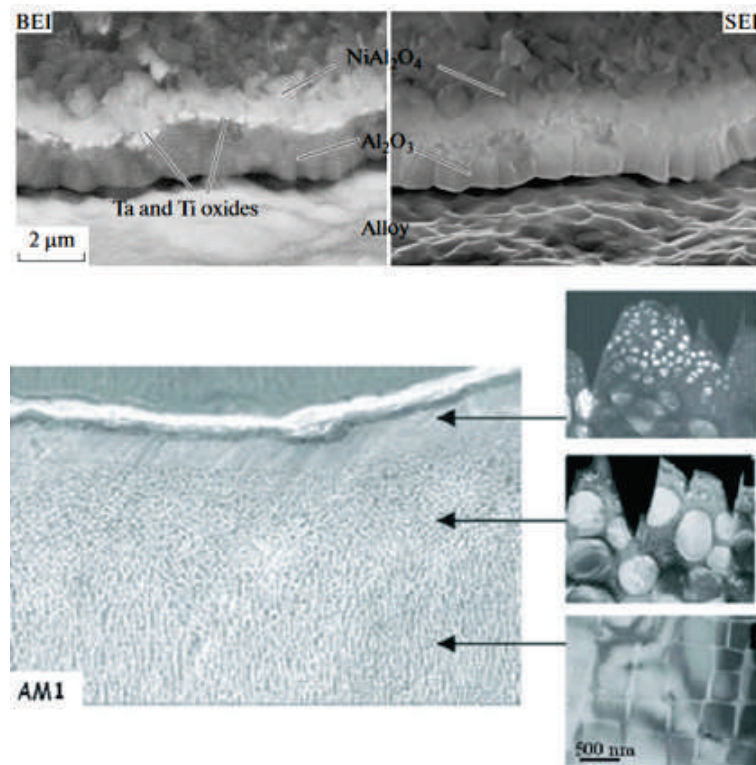


Figure IV.129: AM1 oxydé 10 h à 1100°C, oxydes développés en surface du superalliage et dissolution des précipités  $\gamma'$  selon la distance à l'interface AM1/oxydes [209]

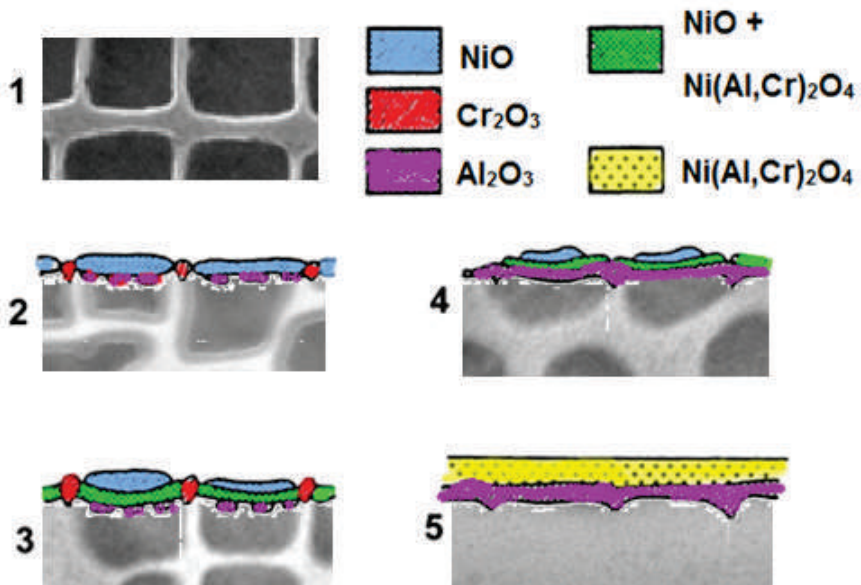


Figure IV.130: Schéma de croissance des oxydes



de l'extrême surface reste semblable aux valeurs de l'alliage initial comme en témoignent les mesures EDS (Tableau IV.11). Seules de faibles variations non significatives peuvent être relevées, c'est à dire un léger enrichissement en aluminium et en éléments lourds dans la zone texturée comparativement aux surfaces brutes et sablées. En effet, il a été démontré la présence de nanoprécipités  $\gamma'$  riches en ces éléments dans la couche fondue (voir Chapitre 2).

Table IV.11: Composition chimique du superalliage en extrême surface (base nickel) - cas d'une surface polie, sablée et texturée

Élément	Co	Cr	W	Mo	Al	Ti	Ta
Surface polie (% at)	6.5	9.1	1.2	1.4	11.6	1.6	2.0
Surface sablée (% at)	5.5	8.3	1.4	1	10.4	2.4	3
Surface texturée (% at)	4.9	6.2	1.9	1.6	13.6	1.9	3.8

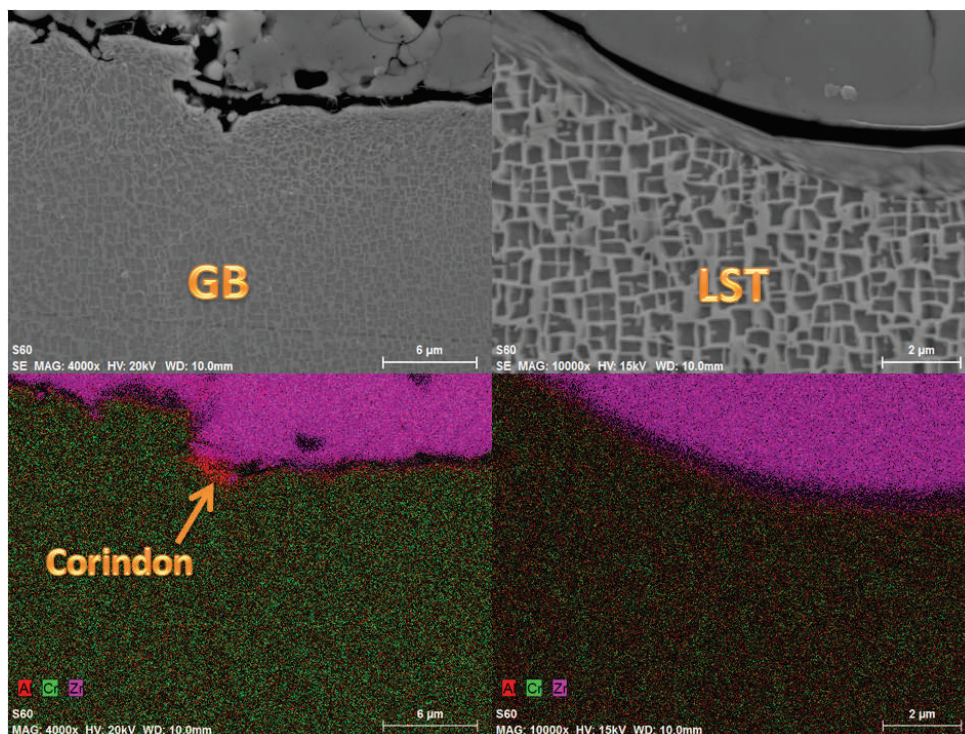


Figure IV.131: Vue en coupe d'une surface sablée et texturée après projection thermique et cartographie EDS représentant la zirconie, l'aluminium et le chrome

Considérant la présence d'une zone fondue en extrême surface après le passage du faisceau laser, la chaleur générée lors de l'impact laser peut apparaître alors propice à la croissance d'oxydes comme en témoignent les analyses EDS par la détection d'oxygène (Figure IV.132). Une analyse plus fine n'a pas pu être réalisée.

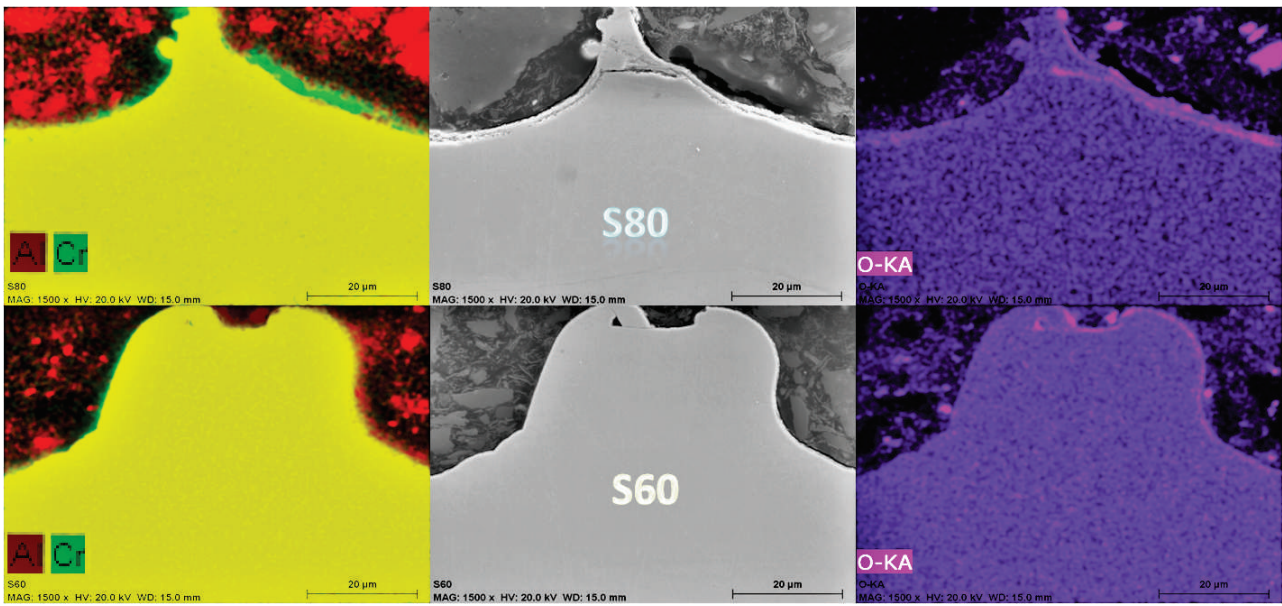


Figure IV.132: Analyse EDS de surfaces texturées suivant les motifs S80 et S60 afin de distinguer la présence d'oxygène et la répartition des éléments

Pour approfondir de telles observations, des analyses Raman ont été menées par pointés dans les trous et sur les bourrelets. Comme l'illustre la Figure IV.133, les analyses en dehors des trous ne présentent pas de pics distinctifs excepté la présence d'éléments carbonés. Une couche d'oxydes est néanmoins révélée après impact laser et a pu être identifiée comme un mélange d'oxydes de Nickel (NiO), de titane ( $\text{TiO}_2$ ) et de chrome ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ). De telles analyses confirment tout d'abord l'ordre défini par le schéma de croissance et démontrent que le pic principal peut être lié aux oxydes NiO et  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  démontrant l'existence de spinelles sous forme  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  après la texturation laser. Mais la large bande, définie à  $920\text{ cm}^{-1}$  pour le TiO, peut aussi inclure la formation de W-O ( $935\text{ cm}^{-1}$ ) et Mo-O ( $1085\text{ cm}^{-1}$ ).

Ainsi, comme en témoignent de telles analyses, il apparaît clairement que le traitement de surface par laser engendre la formation d'une couche d'oxydes, ce qui n'est pas le cas après sablage. Les taux d'éléments en extrême surface ne sont pas modifiés globalement, même si la microstructure locale a pu évoluer avec les deux traitements de surface (sablage/texturation). Cela pourrait engendrer des modifications de cinétique de croissance d'oxyde voire de la nature même des oxydes formés. C'est pourquoi, une analyse par thermogravimétrie a été utilisée sur des substrats revêtus. Des mesures de prises de masses des substrats sablés et texturés ont donc été menées. Par ce biais (oxydation isotherme et anisotherme), la durée de vie et les mécanismes d'endommagements ont donc pu être mis en évidence.

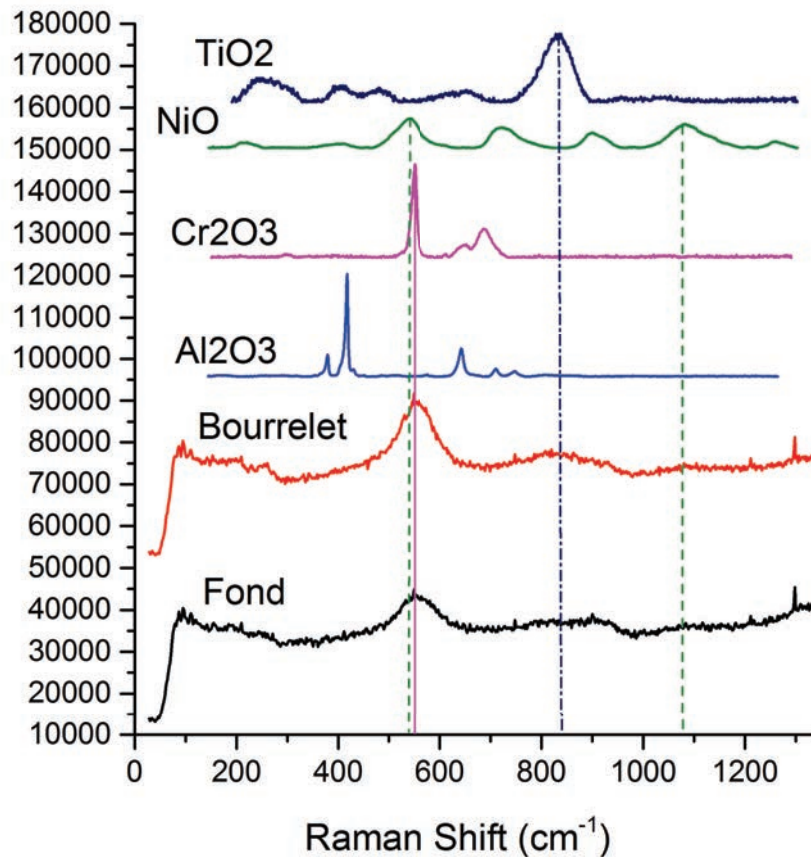


Figure IV.133: Spectres Raman dans un fond de trou et sur un bourrelet comparés aux références de NiO, TiO<sub>2</sub> et Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

#### IV.4.1 Oxydation isotherme et anisotherme du système barrière thermique sans sous-couche

Des températures étant propices à la génération d'oxydes en surface et donc la modification interne proche de l'interface, la durée de vie du système barrière thermique sans sous-couche a été évaluée dans un premier temps par des essais d'oxydation. La croissance de l'oxyde et les mécanismes de rupture par l'essai LASAT ont ensuite été analysés.

##### IV.4.1.1 Modélisation des contraintes en refroidissement

Des modélisation des contraintes engendrées par des sollicitations thermiques cyclées a été menée ces dernières années avec le développement de la simulation numérique afin de prédire les zones d'endommagement préférentiel et ainsi la durée de vie des revêtements barrières thermiques [89]. Dans un système standard la sous-couche se déforme avec la croissance de la couche d'oxydes. Des contraintes importantes se créent alors durant le refroidissement en dessous de la température de transition ductile-fragile voisine de 700°C



[167] qui a pour conséquence la formation de fissures dans la céramique ou à l'interface pour des revêtements APS.

Dans le cas du système barrière thermique sans sous-couche, les contraintes générées durant le refroidissement autour des motifs de texturation laser ont été modélisées par éléments finis (Annexe V.4). Les valeurs de contraintes sont à utiliser avec précautions, car deux matériaux homogènes, une simplification de la morphologie et des conditions limites d'axisymétrie et de périodicité ont été prises en comptes. Cet outil a été développé via un modèle simple afin de visualiser les contraintes générées par les sollicitations d'origines thermiques et dues à la croissance d'oxydes. De plus les endommagements accumulés n'ont pas été pris en compte. Les zones concaves permet une distribution des contraintes de manière hétérogène au niveau de l'interface comme a pu le démontrer Gupta et al [122]. La Figure IV.134 représente les contraintes principales pour des essais isothermes de 100h et anisotherme de 100 cycles (à la fin du refroidissement) pour les deux motifs étudiés (S80 et S60) ainsi qu'un motif avec son bourrelet (S60+bourrelet).

Le dépôt aux bords des trous soit en traction, tandis que le fond du trou est en compression. Il apparait que pour les deux sollicitations thermiques, la zone qui pourrait s'endommager prioritairement est donc la partie supérieure des trous. Dans le cas particulier des cyclages thermiques, une zone de compression proche de l'interface est de plus observée où des forces de friction peuvent être envisagées pour promouvoir l'ancrage mécanique. De plus, avec l'augmentation de la concavité, les contraintes localisées tendent à augmenter. Enfin, dans le cas particulier d'un trou avec un bourrelet, il semble que le bourrelet peut être assimilé à un "bouton pression". La céramique se ressert sur cet élément, donc il serait intéressant de pouvoir contrôler la morphologie exacte pour optimiser l'ancrage mécanique.

L'interface et le dépôt sont donc sollicités localement par la morphologie spécifique des motifs. Des fissures peuvent manifestement s'initier dans ces zones durant les cycles thermiques. Des modes de rupture pour des ondulations de l'interface ont déjà pu être proposés par Padture et al. [1] selon les groupe I et II pour un dépôt APS (Figure IV.135-a). Dans le cas où un défaut local serait au niveau d'une paroi, il serait possible de distinguer des modes IV au niveau d'une cavité (Figure IV.135-b). Les durées de vie du système barrière thermique dépendent donc de la morphologie de l'interface et de son évolution avec la croissance d'oxyde.

#### IV.4.1.2 Estimation de la durée de vie

Pour évaluer la durée de vie des systèmes barrières thermiques et estimer les endommagements encourus durant les cycles thermiques, des essais d'oxydation longue durée ont ensuite été menés en isothermes et anisothermes sur la base d'une température maximale de 1100°C. Les cycles thermiques ont par contre été menés dans un système ATG avec des cycles thermiques imposés (comme illustrés dans le chapitre 2) avec une cinétique de chauffage et de refroidissement de 90°C.min<sup>-1</sup> des maintiens à 1100°C pendant 1h et 100°C pendant 10min.

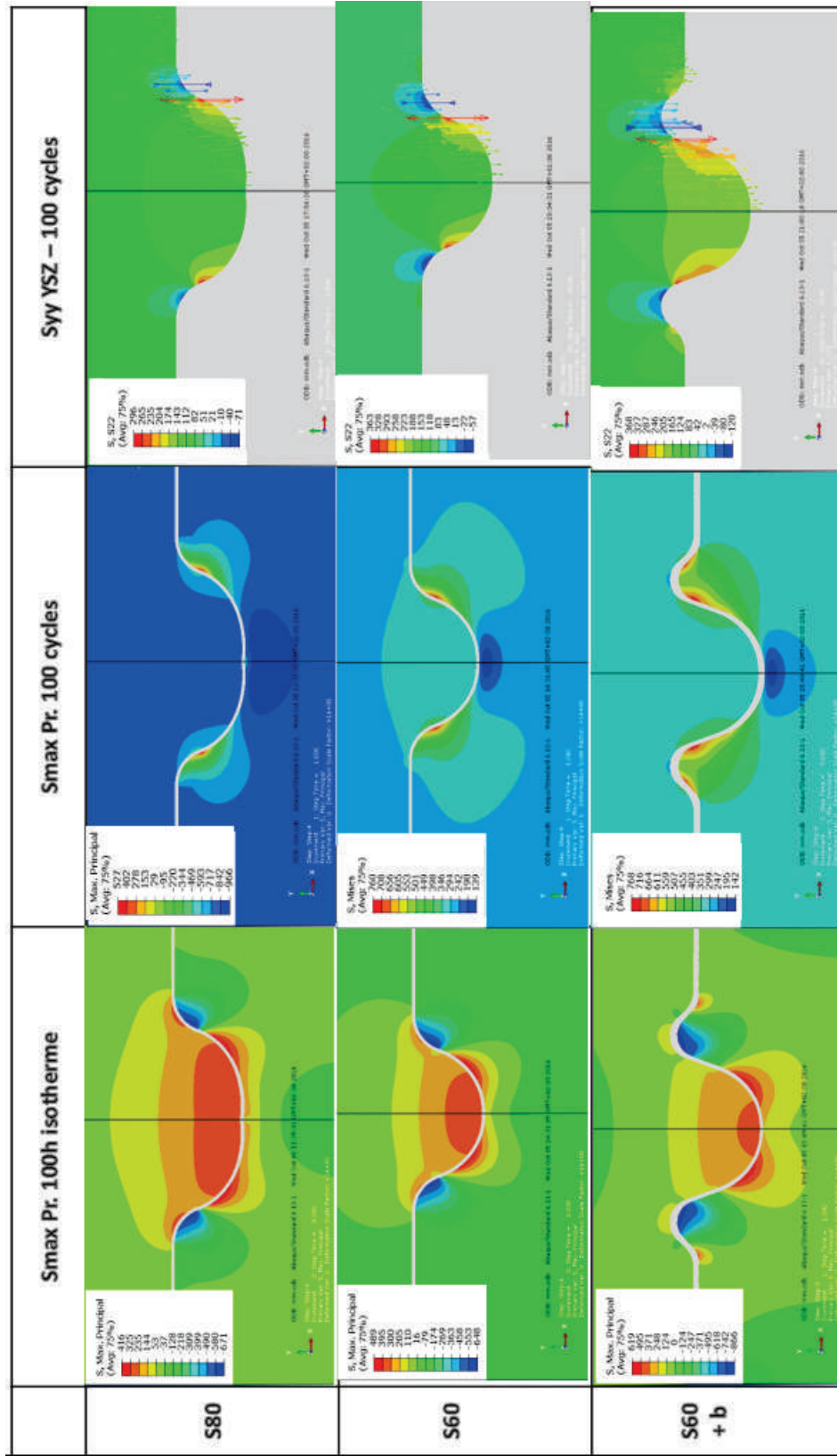


Figure IV.134: Contraintes dans le revêtements et dans le substrat principales et contraintes S22 dans le céramiques (MPa) durant des essais isothermes (100h) et cyclés (100 cycles) pour les motifs S80, S60 et S60 avec bourrelets

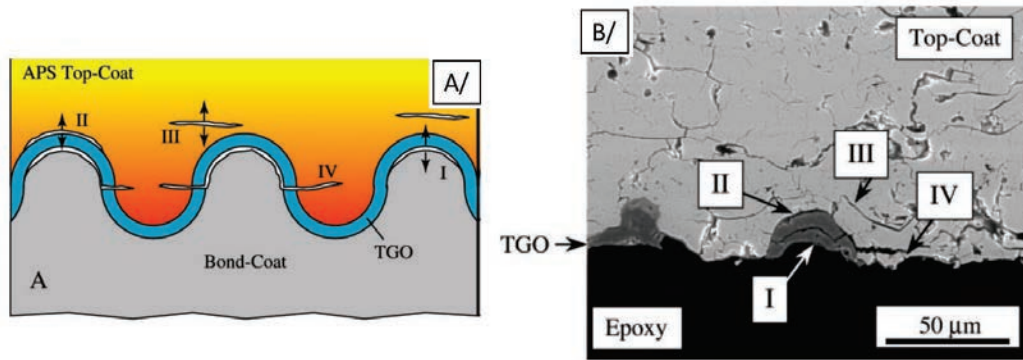


Figure IV.135: A/ modes de fissure observés et B/ schéma des quatre modes principaux de rupture d'un dépôt APS selon l'ondulation de l'interface [1]

La masse des échantillons pour les différentes préparations de surface a été évaluée par pesées toutes les 24h pour les essais isotherme au-delà de 200h et en continue pour les temps plus court et cyclages thermiques. Il en résulte un décollement des revêtements après 250-350h pour les surfaces sablées mais aucun décollement après 1000h pour les substrats texturés.

Afin d'évaluer les endommagements de l'interface au cours du temps à hautes températures, des essais LASAT ont été menés aussi afin de voir l'effet de l'oxydation sur le seuil de décohésion. La Figure IV.136 montre ainsi les seuils de décohésion au cours du temps du système barrière thermique sans sous-couche pour les trois préparations de surface (sablage, texturation S80 et S60). Précédemment, il a été montré que l'onde de choc est perturbée par la rugosité de l'interface et que pour le cas de la texturation laser, des sur-contraintes se retrouvent localisées au bord des trous. Ainsi, pour les substrats texturés, la différence notable des seuils de décohésion entre les configurations S60 et S80 peut s'expliquer par leurs différences de concavité.

Néanmoins, il est à noter une légère augmentation après 100h de l'adhérence qui peut correspondre à la croissance de l'oxyde et qui semble bénéfique dans les premiers instants. Puis, la résistance à l'écaillage décroît alors linéairement après 100h en raison de la baisse de la ténacité de l'interface entre la TGO et la céramique pour les substrats sablés. Il a été montré précédemment que les zones sollicitées lors de la croissance de l'oxyde et lors des cyclages thermiques sont principalement aux bords des trous pour les substrats texturés. Les essais LASAT sollicitent donc ces zones et permettent de valider l'endommagement cumulé à hautes températures.

Ainsi en extrapolant les courbes, la durée de vie supposée de tels systèmes s'estime autour de 300-400h dans le cas de substrats sablés tandis qu'une durée de vie autour de 1500h est à noter dans le cas de substrats texturés pour des sollicitations isothermes. Bien entendu, dans le cas du cyclage thermique, la durée de vie des échantillons est inférieure : 100-150 cycles pour les substrats sablés et environ 400 cycles pour les substrats texturés. En cyclage thermique, l'endommagement de l'interface est en effet bien plus prononcé [211].



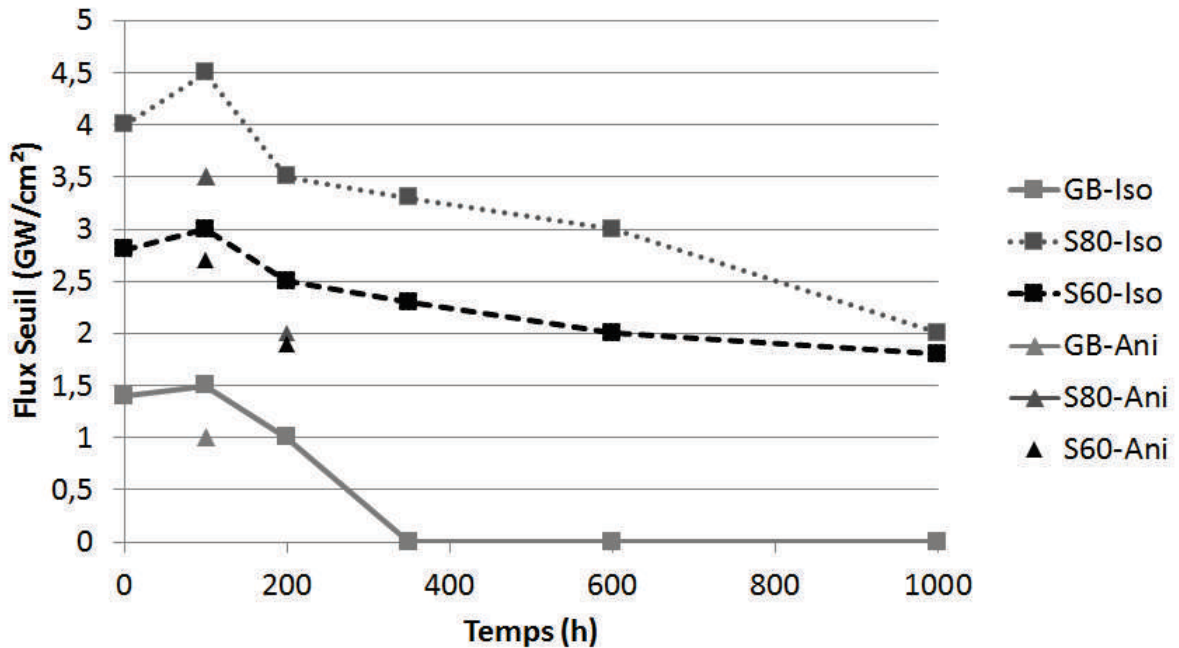


Figure IV.136: Evolution du seuil d'écaillage par essai LASAT après oxydation isotherme et cyclée à 1100°C pour des substrats sablés (GB) et texturés (S80 et S60)

#### IV.4.1.3 Évaluation des cinétiques d'oxydation

Dans le but d'analyser finement les cinétiques d'oxydation, des mesures de masses par ATG en isotherme et anisotherme ont été menées. Dès les premiers instants de traitements thermiques, comme en témoigne la Figure IV.137, une prise de masse rapide apparaît après sablage en comparaison des traitements laser. Au-delà d'un certain délai (quelques heures), une inversion se distingue néanmoins et un ralentissement des cinétiques d'oxydation est à noter dans le cas de surfaces sablées. Bien évidemment, le changement de composition de surface, noté après traitement laser en particulier, peut expliquer de telles évolutions. La réactivité des surfaces apparaît alors distinctement selon la gamme de traitement imposée. De plus, il est à remarquer l'augmentation des épaisseurs d'oxydes lors des essais anisothermes. Le cyclage thermique et les forts gradients imposés au cours de ces essais peuvent générer en effet des processus de microfissuration susceptibles d'expliquer une cinétique d'oxydation plus élevée [212].

La cinétique d'oxydation montre une croissance parabolique suivant une loi adaptée (la constante parabolique  $k_p$  a pu être déterminée grâce à la variation de prise de masses). Pour un substrat poli, sablé ou texturé, les valeurs de  $k_p$  s'élèvent à  $1.7 \times 10^{-7}$ ,  $1.0 \times 10^{-7}$  et  $2.3 \text{ mg}^2 \cdot \text{cm}^{-4} \cdot \text{s}$  respectivement ce qui semble bien en accord avec la littérature pour des essais isothermes à 1100°C [213].

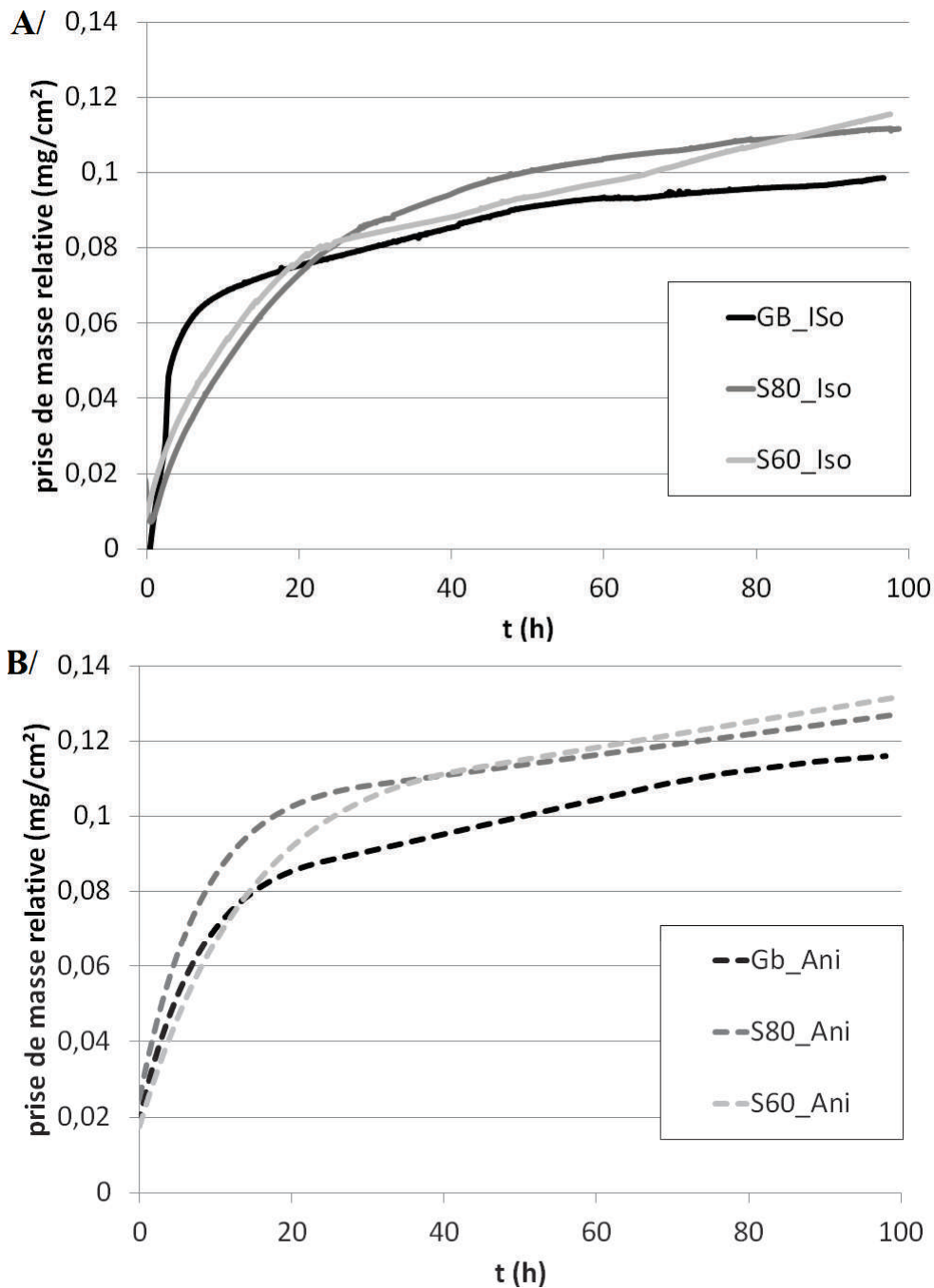


Figure IV.137: Cinétique d'oxydation en isotherme (A) et en cyclage thermique (B) à 1100°C sous ATG pour des surfaces sablées (GB) et texturées (S80 et S60)

#### IV.4.1.4 Caractérisation des oxydes formés et de leurs endommagements

Afin de mieux comprendre les différences de cinétique d'oxydation et de durabilité des revêtements, des analyses complémentaires liées à la nature des oxydes et de leurs évolutions ont été menées. Premièrement une analyse sur les premiers instants de croissance

des oxydes a été réalisée. La Figure IV.138 illustre pour ce faire l'évolution de l'oxyde interfacial et de la microstructure proche de l'interface au cours du temps. Différents comportements se distinguent alors suivant le mode de préparation retenu.

Les phénomènes de recristallisation observés dans le cas de substrats sablés induisent des contraintes résiduelles introduites lors du sablage. Des grains peuvent alors être identifiés dans ces zones avec des précipités  $\gamma'$  allongés de type "fan" [214]. Dans un même grain, les précipités ont tous la même orientation, mais ils sont désorientés les uns par rapport aux autres. De plus, les mécanismes de dissolution des précipités  $\gamma'$  sont observés proche de l'interface en raison de la formation de la couche d'oxydes. La couche d'oxydes apparait donc discontinue et fissurée.

Dans le cas de la texturation laser, une couche d'oxydes continue se développe en surface de la zone fondue constituée de nanoprecipités  $\gamma'$ . Néanmoins, il apparait que l'orientation des précipités tend à s'allonger perpendiculairement à l'interface en dessous des trous ce qui laisse supposer une fois encore un effet thermique très localisé imposé au matériau.

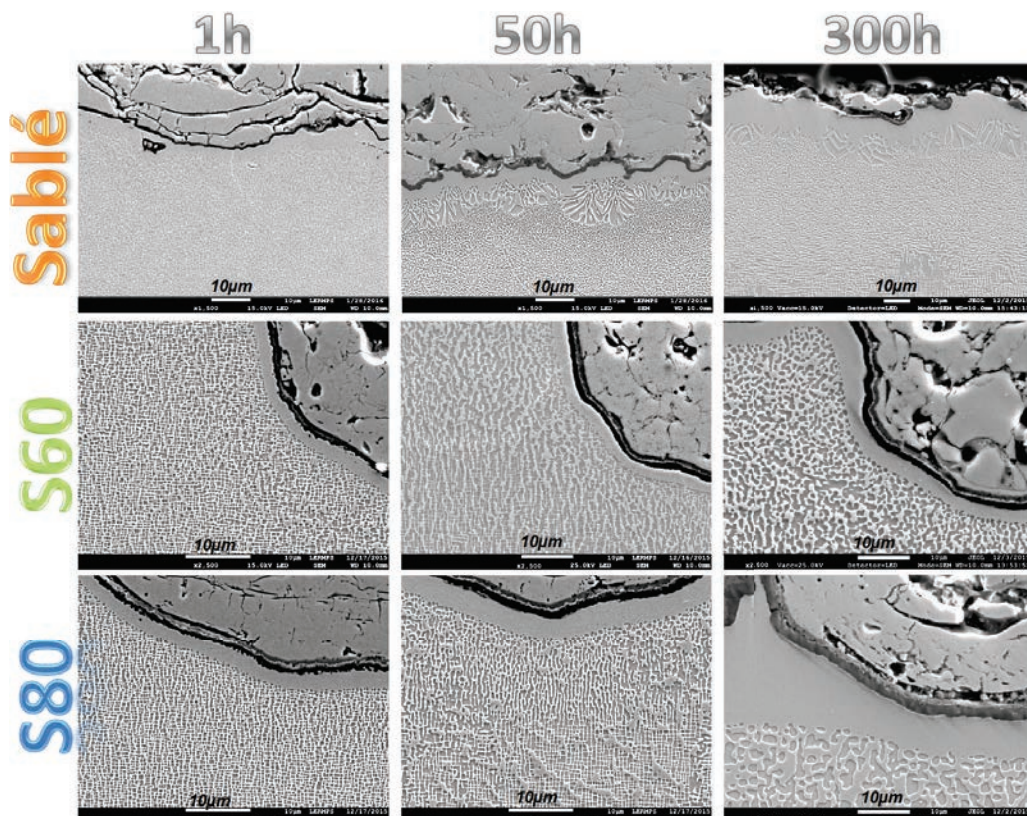


Figure IV.138: Evolution de la couche d'oxydes au cours du temps pour les trois préparations de surface différentes

Pour approfondir de tels phénomènes, une analyse plus précise de la couche d'oxydes a pu être menée par des analyses EDS. L'oxydation sur substrat poli a donc été observée afin de voir les différences de mécanismes d'oxydation causés par les préparations de



surface (Figure IV.139). Par observation en coupe, deux couches d'oxydes se distinguent en surface du matériau avec des compositions variables de spinelles (couche externe) et d'alumine (couche interne).

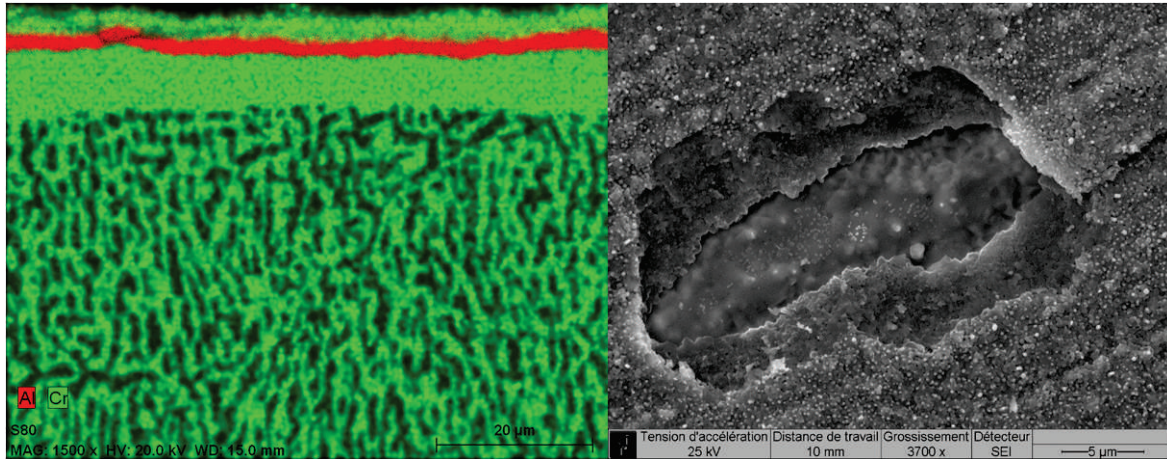


Figure IV.139: Analyses EDS vue en coupe et en surface d'une surface polie oxydée après 100h à 1100°C

Après sablage (Figure IV.140), des mécanismes de recristallisation s'opèrent en extrême surface et ces grains, nouvellement germés pour relaxer les contraintes résiduelles de sablage en surface, créent des court-circuits de diffusion. Ainsi la couche d'oxyde formée se dégrade rapidement avec formation de fissures transverses. Un oxyde, composé d'alumine principalement avec certains germes de spinelle, apparaît de façon discontinue et c'est en particulier, une telle discontinuité (fissuration, variation de composition) qui peut expliquer la décohésion du revêtement par endommagements de la couche d'oxyde par des phénomènes de rumpling.

Pour le cas de surfaces texturées, la Figure IV.142 montre deux oxyde riches en chrome et en aluminium (cartographie EDS) interposées d'une zone discontinue riche en titane et tantale. Les épaisseurs sont représentatives d'un cas poli.

Les pointés EDS dans les différents oxydes (point 1 à 4) sont répertoriés Tableau IV.12. Confirmées par analyses Raman, il apparaît alors une structure mixte constituée d'une couche interne d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  et une couche externe de spinelle ( $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  et  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$ ). On peut supposer donc que cette zone correspond plutôt à des spinelles de type  $\text{Ni}(\text{Al},\text{Cr})_2\text{O}_4$  (des spinelles mixtes). Différentes structures de type dendritique poreuse pour les spinelles et dense pour l'alumine avec un gradient de composition peuvent être notés.

Bien évidemment, selon la morphologie de surface et en particulier la zone de surface texturée considérée, divers processus d'oxydation sont à considérer. Les bourrelets présents en surface se formant à partir de matière fondue éjectée par la pression de recul, un comportement similaire à la couche fondue est à relever. Les couches d'oxydes sont toutefois plus épaisses et en particulier tributaires des volumes de matière considérés (Figure IV.143). Les spinelles apparaissent ainsi plus épais sur les bourrelets et la couche d'alumine semble discontinue.

Au final les durées de vie des systèmes se corrélaient assez bien avec les analyses post-mortem et peuvent s'expliquer par les contraintes induites lors de la croissance des couches

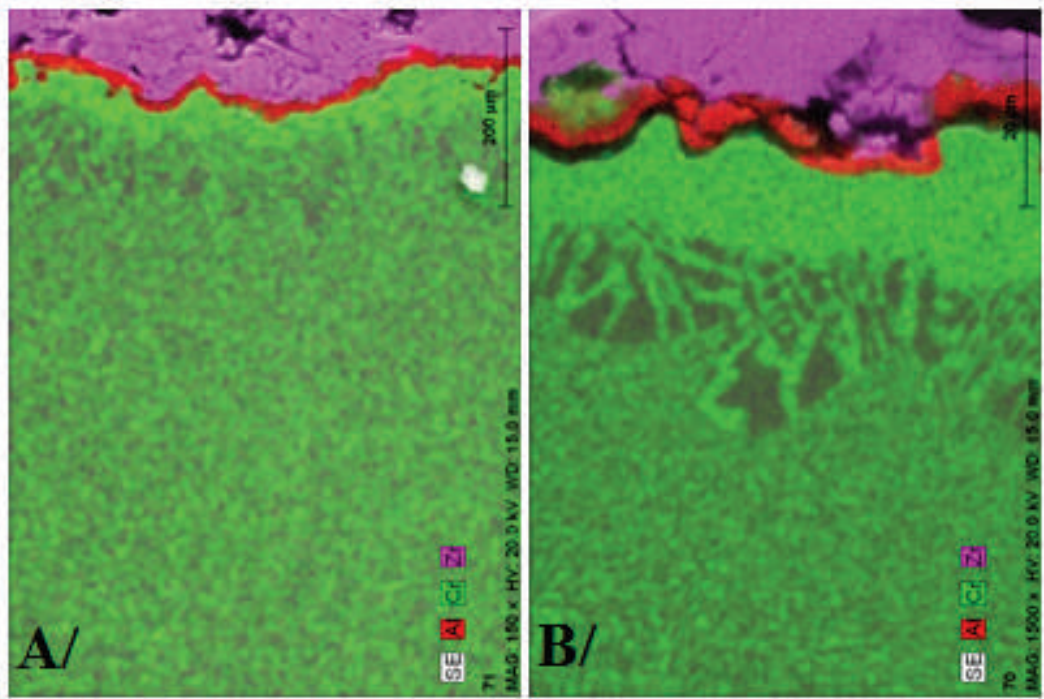


Figure IV.140: Analyses EDS d'une vue en coupe d'une surface sablée oxydée après 100h (A) et 200h (B) à 1100°C

Table IV.12: Composition chimique du superalliage sur les pointés Pt1, Pt2, Pt3 et Pt4 présentés en Figure IV.142

Elément	Ni	Co	Cr	W	Mo	Al	Ti	Ta	O
Pt1 (% at)	13.2	1.1	26.7	0.8	0.1	11.6	1.3	0.8	44.4
Pt2 (% at)	10.1	1.7	6.2	0.4	0	16.4	2.4	5.7	48.4
Pt3 (% at)	12.4	0.9	4.2	0.9	0.1	40.8	0.9	1.9	47.6
Pt4 (% at)	68.8	7.3	6.4	1.3	2.1	9.8	0.8	2.2	1.3

d'oxydes et des cycles thermiques imposés. Comme proposé par Rosler et al. [161], cette couche d'oxydes présente des propriétés mécaniques importantes ne permettant pas de relaxer les contraintes durant les cycles thermiques. Lors du refroidissement par exemple, de fortes contraintes en traction apparaissent en particulier dans les zones convexes pouvant générer des fissures voire même engendrer la rupture. Ainsi selon le prétraitement, différents points d'endommagement peuvent apparaître au sein même de la barrière thermique ou encore dans la couche d'alumine. Selon le ratio de Pilling-Bedworth, par exemple la valeur de 1.8 d'alumine pour  $Ni_3Al$ , suggère des contraintes importantes. Le rumpling peut ainsi être supposé pour les substrats sablés réduisant la durabilité même si la cinétique d'oxydation est globalement faible. La couche d'alumine se trouve alors fragilisée durant les traitements thermiques (Figure IV.144-A). A l'inverse, la couche de spinelle externe de structure dendritique poreuse (Figure IV.144-B) semble plutôt favorable à une

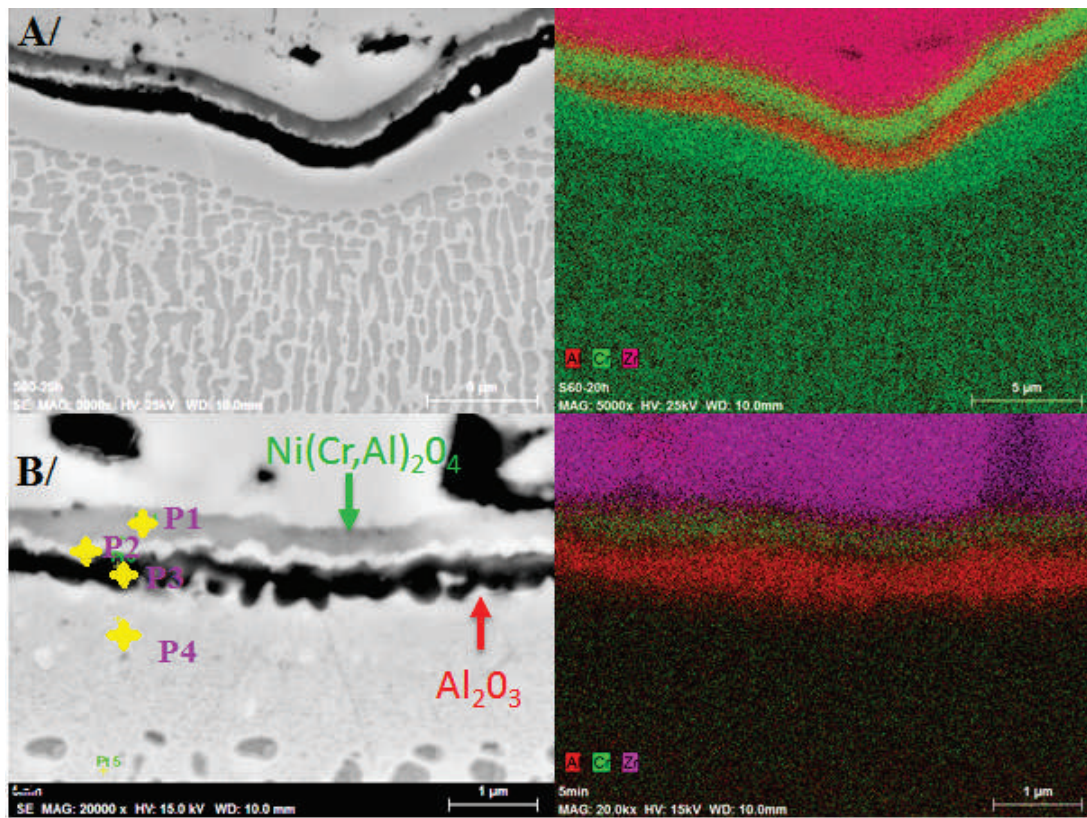


Figure IV.141: Vue en coupe d'une surface texturée oxydée sur surface texturée après 100h à 1100°C pour deux grossissements

relaxation des contraintes lors des cycles thermiques. Ces spinelles peuvent jouer un rôle "tampon" sur les contraintes générées lors des sollicitations thermomécaniques.



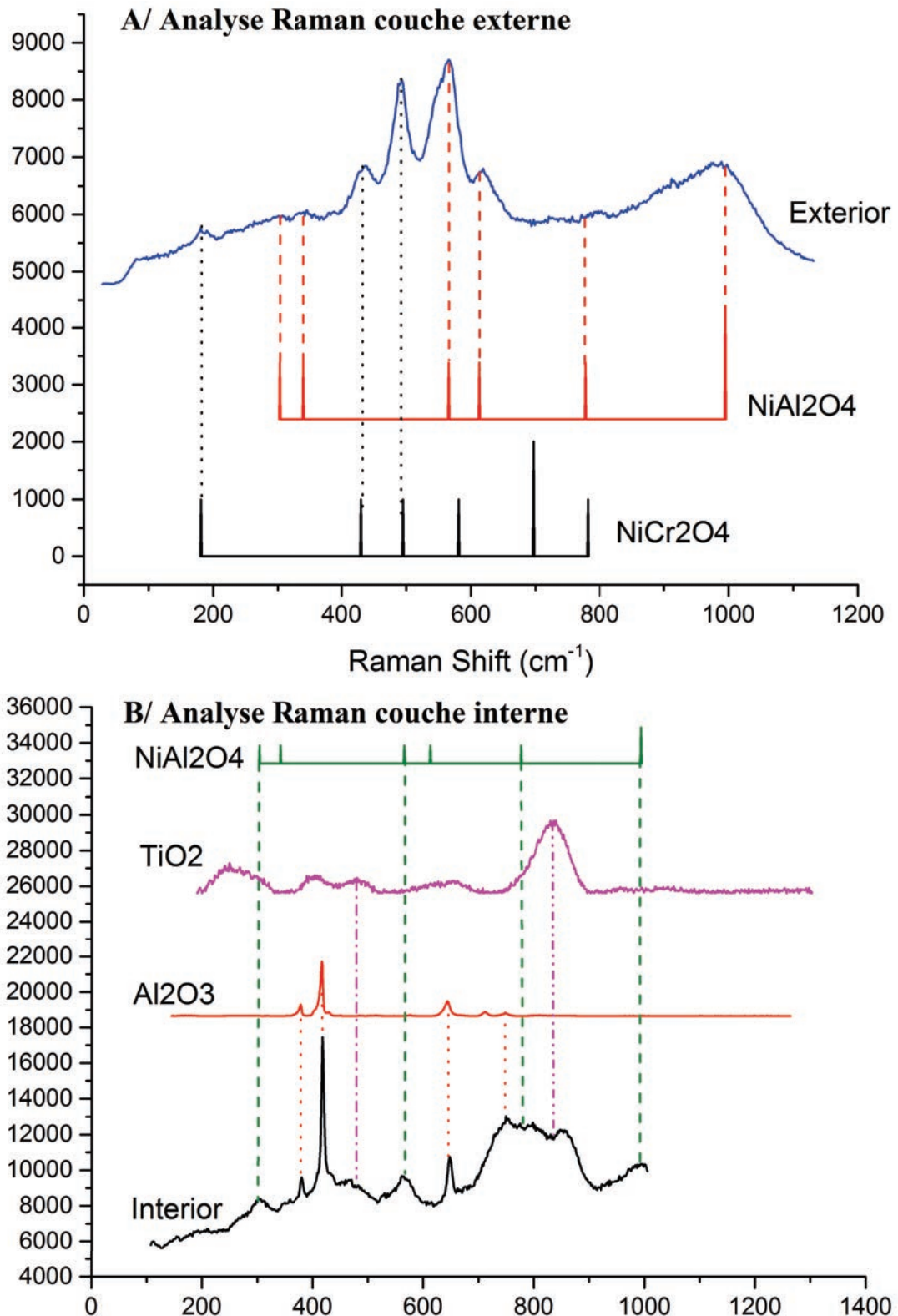


Figure IV.142: Illustration des différents oxydes sur surface texturée après 100h à 1100°C par analyses Raman de la couche externe (A) et interne (B) en comparaison des différents oxydes de référence

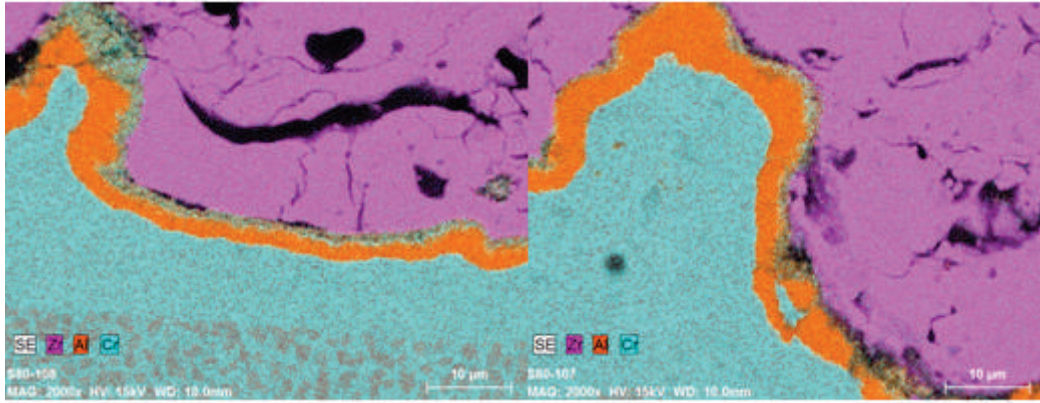


Figure IV.143: Observations des oxydes dans le cas des surfaces texturées au niveau du bourrelet après 100h à 1100°C

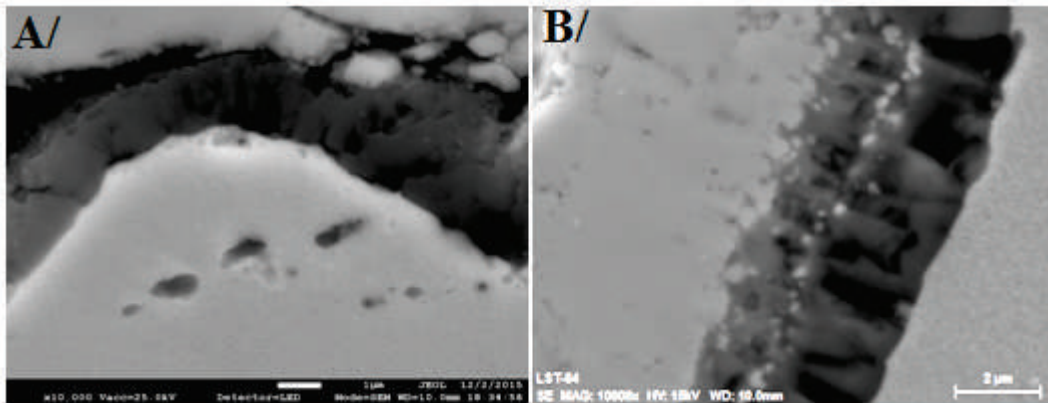


Figure IV.144: Observation des oxydes dans le des substrats sablés (fissuration transverse)(A) et texturés (spinelle poreuse)(B) après 100h à 1100°C

**Bilan 3**

Le comportement alumino-formeur du superalliage AM1 a pu être évalué dans des conditions de hautes températures. Une triple couche d'oxydes formée en surface a pu être détectée constituée de spinelles sur une couche externe et d'alumine- $\alpha$  en couche d'interface interne. Après sablage, la recristallisation du substrat en extrême surface court-circuite la diffusion des éléments et l'oxyde formé s'en trouve donc fragilisé.

La Figure IV.145 résume ainsi le comportement des trois préparations de surface (sablage et texturation S80 et S60). Des mécanismes de rumpling par croissance discontinue d'alumine réduisent alors la durabilité du système pour les substrats sablés. En revanche, une couche continue d'alumine et de spinelles génère des durées de vie importantes sans signes d'endommagements notables dans le cas de surfaces texturées. Une modélisation numérique, simulant les traitements thermiques isothermes et cyclés, a permis d'ailleurs d'identifier les zones sollicitées pour les substrats texturés. Les contraintes générées lors de la croissance des oxydes ne se situent pas à l'interface mais dans le revêtement.



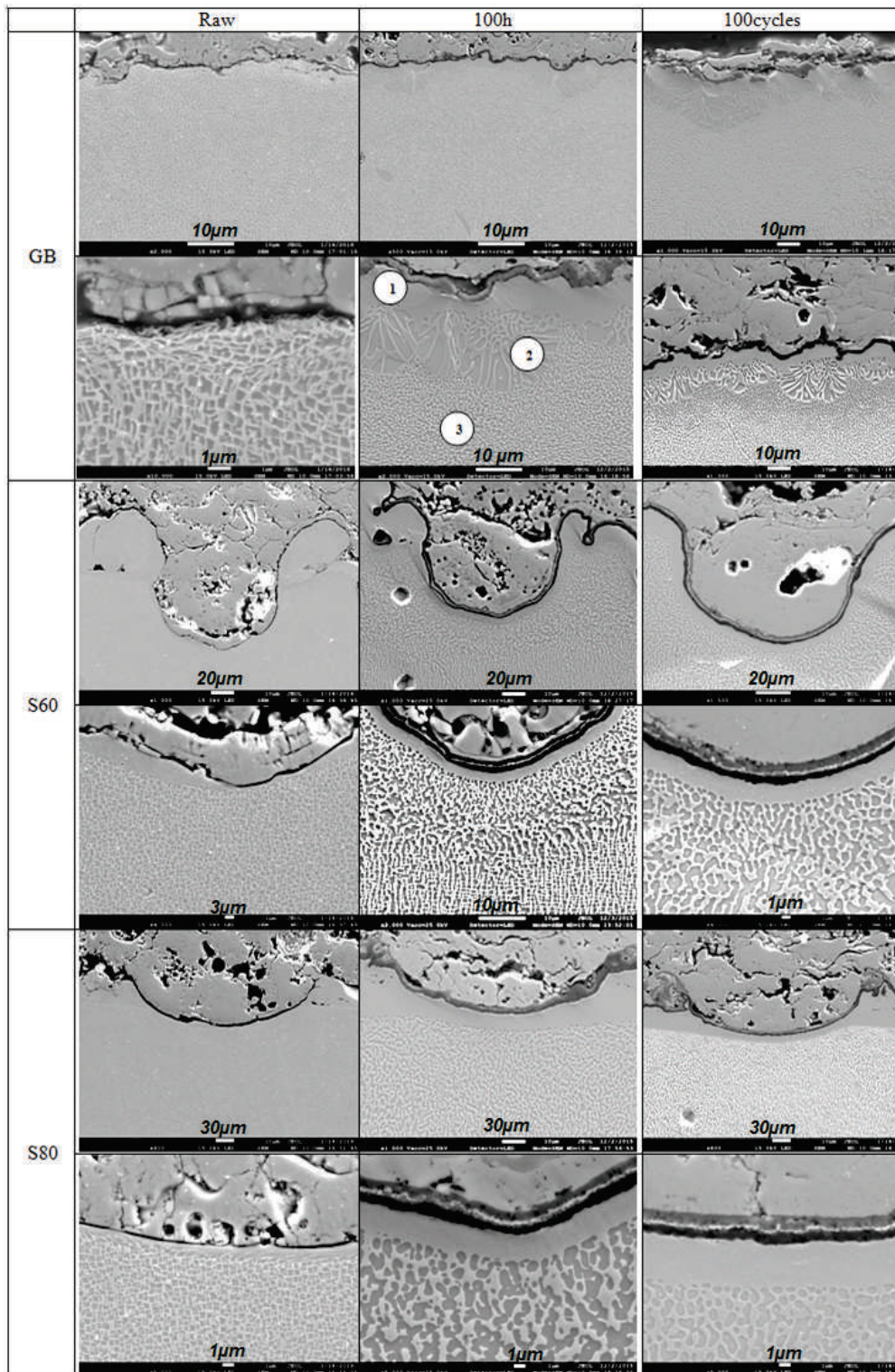


Figure IV.145: Microstructure en coupe transverse à l'état brut d'élaboration, après 100h d'oxydation isotherme et après 100 cycles d'oxydation anisotherme pour les systèmes sablés et texturés (S60 et S80)

## IV.5 Endommagement des systèmes barrières thermiques en conditions viscoplastiques

Les essais d'oxydation ont montré des différences de comportement dans le cas de surfaces sablées et texturées du point de vue de la durée à l'écaillage et des mécanismes d'endommagements. Mais dans le cas d'une application aéronautique, les pièces tournantes sont de plus soumises à des efforts mécaniques importants. Ces efforts sont de type continu par les effets centrifuges et thermomécaniques lors des arrêts et démarrages moteur. C'est pourquoi, les modes d'endommagement étudiés dans ce manuscrit ont été caractérisés en fluage isotherme et en fatigue thermomécanique. L'objectif d'une telle étude a donc été d'analyser le rôle de la déformation plastique à chaud sur les modes d'endommagement de l'interface du système.

### IV.5.1 Evaluation de la tenue des revêtements des systèmes barrières thermiques en fluage à haute température

Pour représenter au mieux les processus d'endommagement, deux niveaux de chargement ont été retenus au cours de ce travail (120 et 140 MPa). L'objectif étant d'estimer l'impact des traitements de surface (en particulier par texturation laser) d'un point de vue durée de vie des systèmes, une étude comparative a donc été envisagée dans les zones proches de l'interface avec ou sans chargement mécanique.

#### IV.5.1.1 Estimation de la durée de vie

Le Tableau IV.13 synthétise les tenues en service des systèmes sollicités lors d'essais à 1100°C/120 MPa et 1100°C/140 MPa. Les déformations des éprouvettes dans des conditions similaires semblent cohérentes avec les résultats de F.Riallant [173] même si deux éprouvettes ont toutefois des durées non attendues (défauts dans les éprouvettes supposés). La préparation de surface obtenue par texturation laser (concavités pouvant être assimilées à des débuts d'entailles) ne semble néanmoins pas dégrader la durée de vie du système contrairement aux traitements par sablage. La tenue sous contraintes thermomécaniques semble en effet systématiquement inférieure dans le cas sablé.

Table IV.13: Résultats des essais de Fluage à 1100°C/120 MPa et 1100°C/140 MPa dans les cas sablés et texturés (S60 et S80)

Préparations de surface	1100°C/120 MPa temps (h) / vitesse minimale (h <sup>-1</sup> )	1100°C/140 MPa temps (h) / vitesse minimale (h <sup>-1</sup> )
Salage (GB)	532,6 / N.M.	58.6 / 3.2x10 <sup>-5</sup>
Texturation (S80)	649,3 / 2.7x10 <sup>-6</sup>	11.6 / 7.9x10 <sup>-4</sup>
Texturation (S60)	45,9 / 7.5x10 <sup>-3</sup>	121.6 / N.M.

Les Figures IV.146 et IV.147 représente les courbes de fluage des essais à 1100°C/120 MPa et 1100°C/140 MPa respectivement. Une légère différence sur la partie secondaire est notée où les vitesses minimales apparaissent inférieures pour les substrats texturés en comparaison aux substrats sablés.

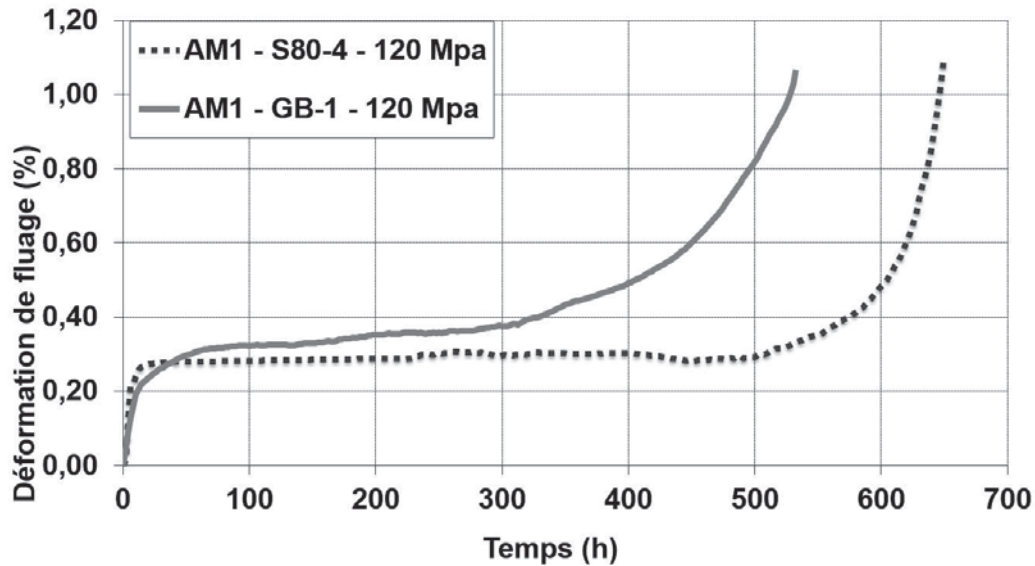


Figure IV.146: Courbes de fluage à 1100°C/120MPa pour substrat sablé et texturé

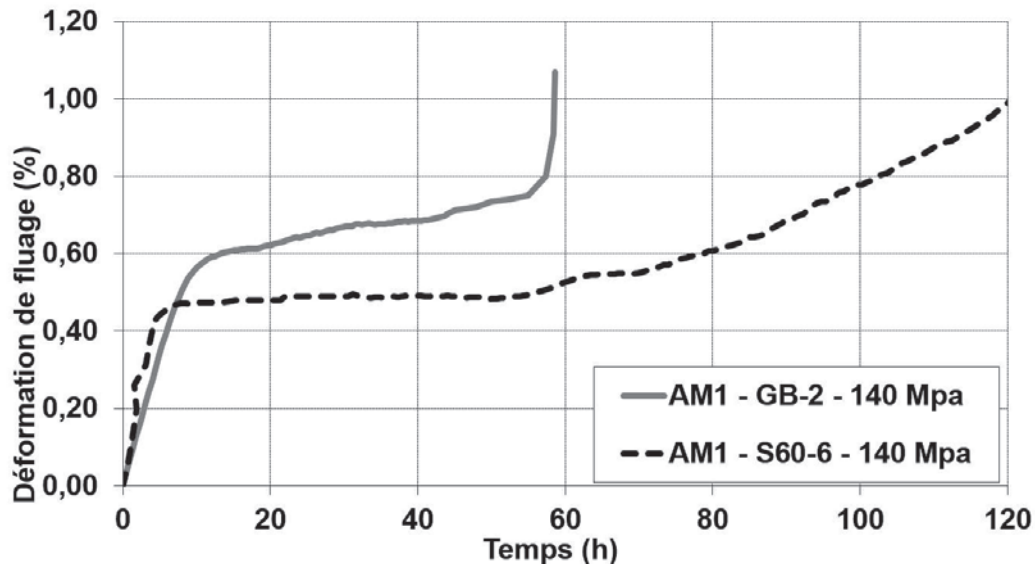


Figure IV.147: Courbes de fluage à 1100°C/140MPa pour substrat sablé et texturé

Pour expliquer de tels comportements, il faut rappeler les phénomènes de recristallisation observés en extrême surface des substrats sablés. En effet, ces processus de recristallisation surfacique peuvent apparaître comme des points limitant quant à la durabilité en fluage avec la formation de joints de grains perpendiculaires au chargement appliqué.



Une étude [181] a en effet montré que la zone recristallisée engendre une diminution de la section portante des échantillons ainsi qu'un amorçage de fissures plus précoce (Figure IV.148). Ainsi, la différence de comportement entre les deux préparations de surfaces peut s'expliquer par la surface utile réelle (l'épaisseur des grains recristallisés n'ayant pas été prise en compte dans le calcul de charge appliquée) soit une épaisseur évaluée à environ 40  $\mu\text{m}$  représentant une erreur d'environ 5% sur la contrainte effective dans le substrat (diamètre éprouvette 3 mm). Dans le cas de la texturation, la profondeur des trous avait été prise en compte dans le calcul du chargement pour une section portante.

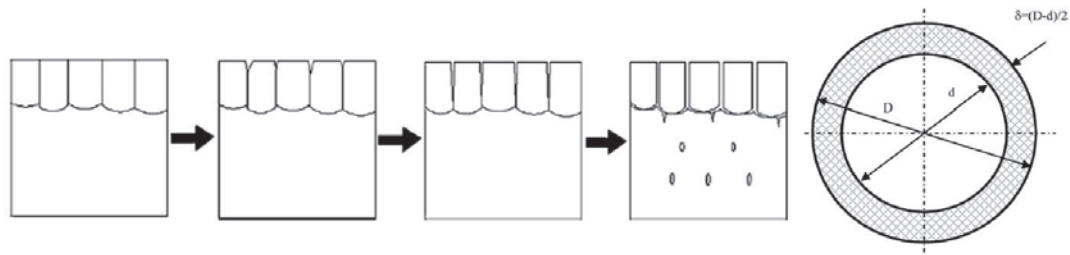


Figure IV.148: Schéma représentant l'effet de la recristallisation sur la section portante

#### IV.5.1.2 Evaluation des modes d'endommagements

Pour comprendre les processus d'endommagements en fluage, des analyses de cinétiques de croissance de la couche d'oxydes interfaciale sous chargement se sont révélées nécessaires. Une comparaison avec les essais isothermes (extrapolation des épaisseurs mesurées par analyse d'images) en termes d'épaisseurs est présentée Figure IV.149. Différents facteurs semblent alors influencer la croissance des couches d'oxydes aux interfaces, qu'il s'agisse du chargement mécanique ou encore du traitement de surface.

Quels que soient les modes de préparation de surfaces, les épaisseurs d'oxydes à l'interface YSZ/AM1 apparaissent en effet systématiquement supérieures en condition de fluage comparativement à des essais d'oxydation pure. Les processus de microfissurations lors des déformations imposées peuvent expliquer cette accélération des cinétiques d'oxydation. On peut évoquer l'effet de la pression hydrostatique non nulle appliquée au substrat comme un accélérateur des cinétiques de diffusion au même titre que la plasticité du substrat. Les traitements isothermes précédents ayant évalué une durabilité pour les substrats sablés, une épaisseur maximale peut être estimée à 2.5  $\mu\text{m}$ . Ainsi le fait d'ajouter un chargement mécanique, la croissance de l'oxyde interfaciale se trouve accélérée conduisant à un amorçage de fissures interfaciales plus précoce. Des contraintes supplémentaires se retrouvent ajouter à la distribution des contraintes liés à la topographie de l'interface.

Comme l'illustrent les observations en coupe (Figures IV.150 et IV.151), après 1% de déformation de fluage, il apparait en effet une délamination continue dans le cas de substrats sablés, ce qui n'est pas visible pour les substrats texturés. Tout porte à croire dans cette configuration que la couche d'oxydes interfaciale formée après essai de fluage de 500h/120 MPa et 120h/140MPa ne présente pas une épaisseur critique pour induire

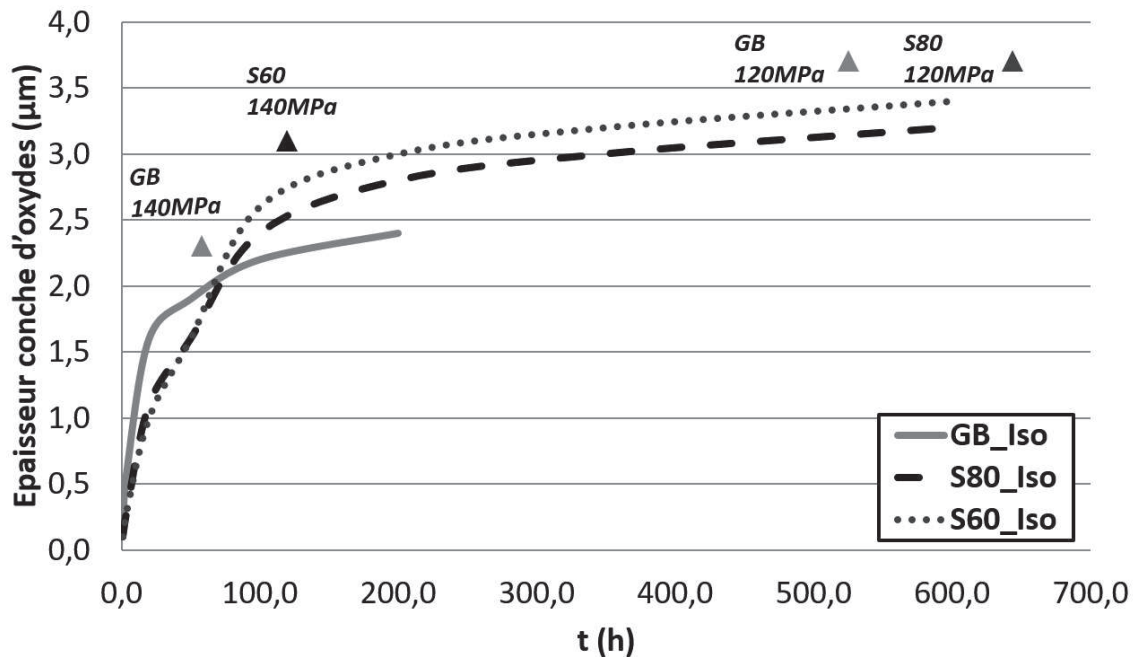


Figure IV.149: Evolution de l'épaisseur de la couche d'oxydes en condition isotherme à 1100°C et sous sollicitation de fluage

un écaillage macroscopique du revêtement. L'alumine formée est dense et continue, contrairement au cas du substrat sablé. Aucune zone d'endommagements est donc observée dans ce cas.

Les essais à 1100°C/120 MPa et 1100°C/140MPa ne favorisent pas néanmoins les mêmes mécanismes d'endommagements à savoir l'oxydation (1100°C/120 MPa) et la vitesse de déformation (1100°C/140MPa). Dans les deux cas, si une rupture interfaciale est observée dans les cas sablés, une tenue du revêtement jusqu'à 1% de déformation a pu être relevée après texturation laser. De plus, il est à noter que des fissures précoces dans le substrat n'ont pas été observées dans les motifs. La texturation laser permet donc d'ancrer le dépôt sans pour autant endommager de manière notable le substrat.

## IV.5.2 Evaluation de la tenue des revêtements des systèmes barrières thermiques en fatigue thermomécanique

Afin de s'approcher encore plus des modes de sollicitations rencontrés en service pour des aubages refroidis, des essais de fatigue thermomécanique hors-phase ont été réalisés sur le banc MAATRE.

### IV.5.2.1 Estimation de la durée de vie

Par l'accumulation de température et de contraintes, ces essais sont donc supposés plus sévères d'autant plus qu'ils sont réalisés dans un environnement de combustion. Afin de simuler une dégradation longue du système, des éprouvettes ont été pré-vieillies à 1100°C

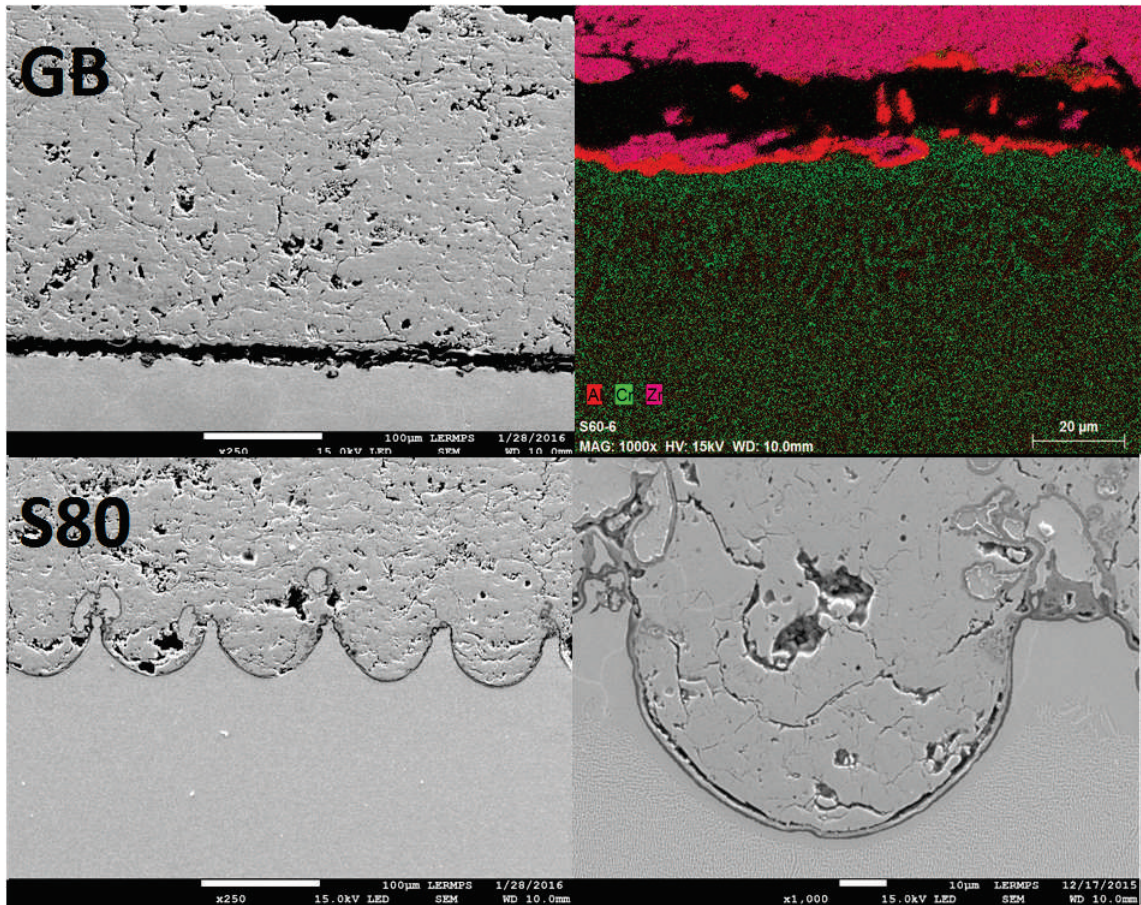


Figure IV.150: Vue en coupe des éprouvettes après fluage à 1100°C/120 MPa dans les cas sablés (GB) et texturés (S80)

pendant 200h et les essais ont été stoppés après 3% de déformation. Le prévieillissement avant les essais de fatigue thermomécaniques permet d'une part de raccourcir le temps d'essais par l'abaissement des propriétés mécaniques du substrat, mais aussi par la croissance d'une TGO [174]. Le Tableau IV.14 résume les résultats obtenus lors des essais de fatigues thermomécaniques d'un point de vue des déformations totales, du nombre de cycles et des macro-fissures observées. Deux constats peuvent être notés :

- le prévieillissement thermique réduit considérablement la tenue en service des systèmes ;
- dans le cas des systèmes prévieillis (sablés et texturés), des durées de vie similaires sont relevées mais l'accentuation du nombre de macro-fissures observées en surface témoigne d'une meilleure adhésion interfaciale dans le cas de la texturation laser.

Comme l'illustre la Figure IV.152, la déformation en fonction du temps a alors été enregistrée pour les substrats sablés et texturés avec et sans prévieillissement. Ce dernier a en effet un impact important sur le comportement en fatigue thermo-mécanique, car la déformation est beaucoup plus rapide et les modifications structurales engendrées dans le superalliage engendrent une baisse des propriétés mécaniques.



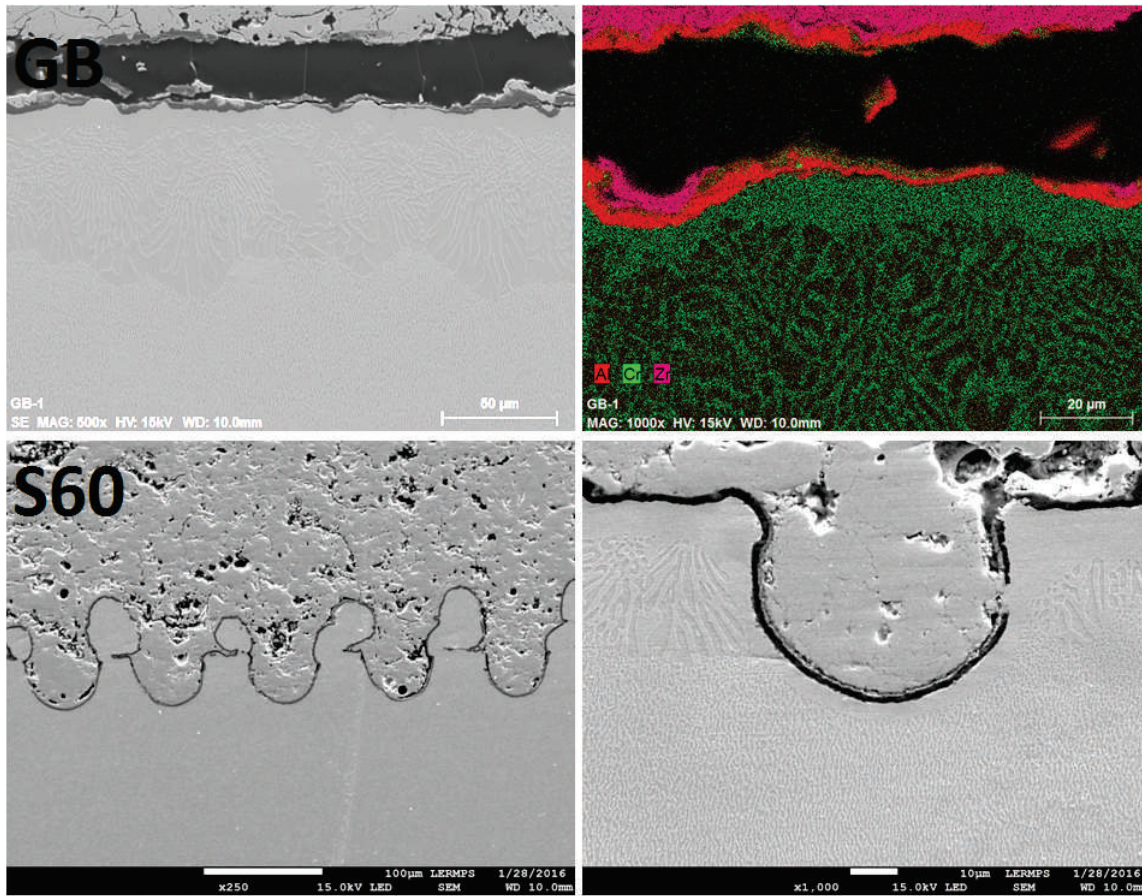


Figure IV.151: Vue en coupe des éprouvettes fluées à 1100°C/140 MPa dans les cas sablé (GB) et texturé (S60)

Table IV.14: Résultats des essais de fatigues thermomécaniques à 1100°C/120 MPa 1h et 500°C/700 MPa 30sec dans le cas sablé et texturé (S80) avec et sans prévieillissement

Pré-traitements	Déformation totale (%)	Nombre de cycles	Macro-fissures
Sablé vieilli (GB)	3%	45	2
S80 vieilli	3%	55	4
S80 vieilli	2.5%	55	4
S80	1%	142	1
S80 (cassé)	—	221	—

Comme précédemment pour des sollicitations moins sévères de fluage et d'oxydation, un décalage entre les deux familles de traitement peut être observé. Les phénomènes de recristallisation peuvent en effet encore une fois expliquer les raisons d'un tel changement, mais quoi qu'il en soit, la formation de cavités en surface du substrat ne semble pas fragiliser la tenue globale du système. Aucune fissure précoce n'a été observée. C'est un résultat majeur, il n'y a donc pas d'affaiblissement des propriétés globales.

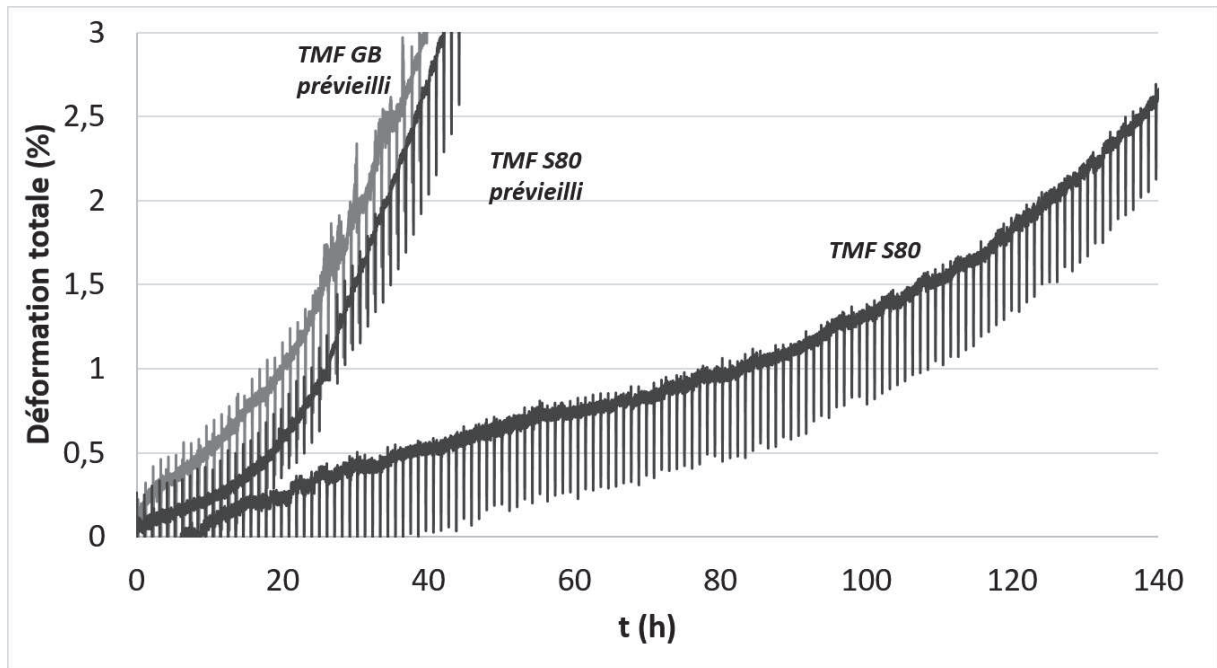


Figure IV.152: Evaluation de la déformation plastique au cours des cycles de fatigues thermomécaniques hors phases réalisés sur le banc MAATRE pour les systèmes sablés et texturés (S80)

#### IV.5.2.2 Evaluation des modes d'endommagements

Pour évaluer les modes d'endommagements, les épaisseurs de la couche d'oxydes ont été analysées pour les différentes préparations de surface et comparées avec les essais d'oxydation cyclés (extrapolation des épaisseurs mesurées par analyse d'images). Comme l'illustre la Figure IV.153, les épaisseurs d'oxydes sont supérieures aux essais d'oxydation dues à de la micro-fissuration sous chargements mécaniques cyclés. L'épaisseur limite de la couche d'oxydes étant de  $2.7 \mu\text{m}$  en cyclage thermiques, cette valeur s'accroît dans le cas sablé pour lequel un délaminage du revêtement est observé (Figure IV.154). En revanche, dans le cas texturé, la couche d'oxydes interfaciale reste quasi-continue, les fissures présentes dans les trous étant liées à la micro-fissuration du dépôt. Cependant, les oxydes présents sur les bourrelets sont quant à eux rompus.

Des vues en coupe ont été réalisées après essais (vue amont et aval par rapport aux flux thermiques) et des analyses EDS ont identifiées les différentes couches d'oxydes formées durant ces essais (Figure IV.154). On rappelle en effet qu'une hétérogénéité thermique amont/avale est obtenue lors des essais sur le banc MAATRE (chapitre 2). D'un point de vue macroscopique, des fissures peuvent donc être relevées dans le revêtement, perpendiculaires débouchantes à la surface, mais déviées au niveau de l'interface dans le cas de substrats sablés et déviées au sein du revêtement dans le cas de substrats texturés. Des fissures principales au-dessus des trous sont observées sans jamais suivre l'interface du système. Des amorçages de fissures dans le substrat n'ont d'ailleurs pas non plus été observés pour des déformations de 3% en fatigue thermomécanique.



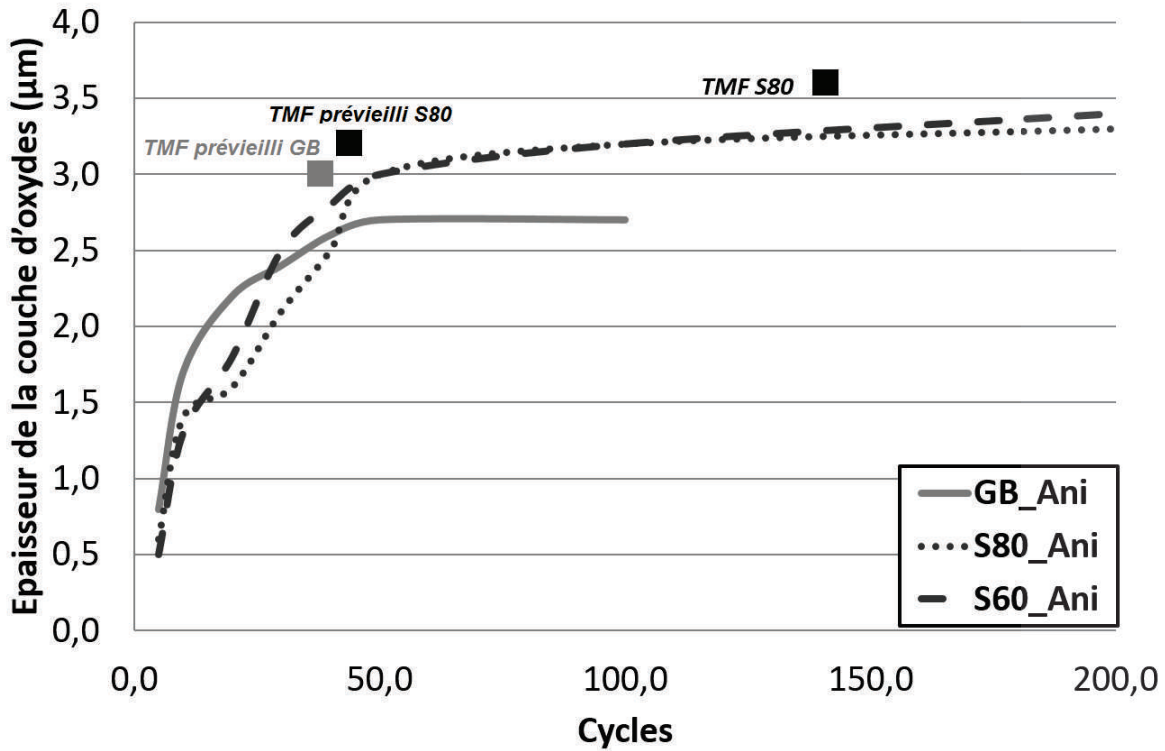


Figure IV.153: Evolution de l'épaisseur de la couche d'oxydes en condition d'oxydation cyclée et sous sollicitation de fatigue thermomécanique

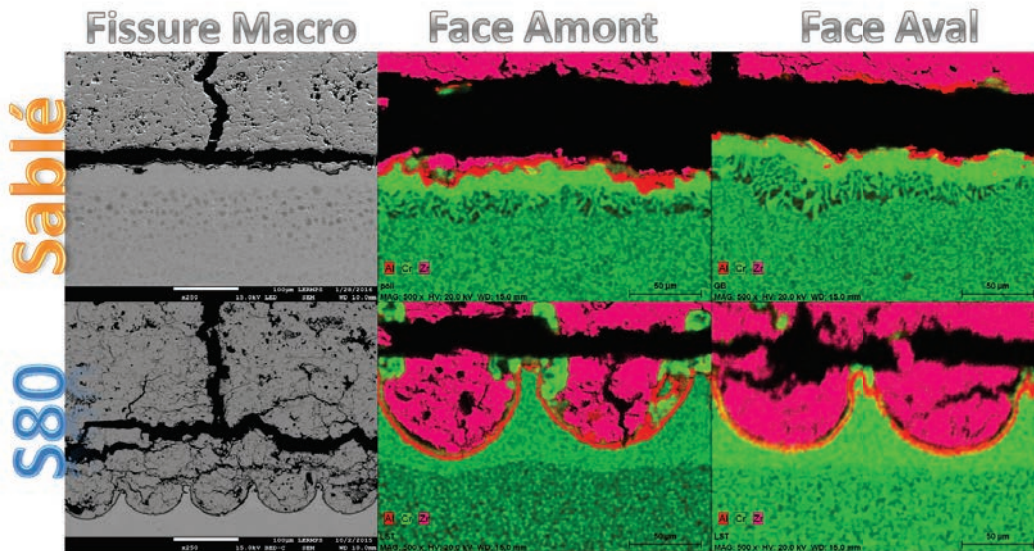


Figure IV.154: Endommagements observés dans les échantillons sollicités en fatigue thermomécanique hors-phase avec le banc MAATRE pour les systèmes sablés et texturés (S60 et S80)

La distribution des contraintes au niveau de l'interface est complexe mais bénéfique dans le cas de la texturation laser. Pour améliorer encore la tenue du système et sa résistance aux sollicitations thermomécaniques, une optimisation des paramètres d'élaboration du revêtement céramique pourrait alors s'en suivre.

### Bilan 2

Les modes d'endommagement des systèmes YSZ/AM1 retenus ont été étudiés en fluage isotherme et en fatigue thermomécanique sur le banc MAATRE. La croissance de la couche d'oxydes est systématiquement accrue par des mécanismes de micro-fissurations. La durabilité de ces systèmes avec une préparation de surface par sablage se trouve donc limitée en oxydation pure mais d'autant plus sous sollicitations thermomécaniques. Les mécanismes de recristallisation diminuent d'ailleurs la durée de vie du système. En revanche, la texturation laser permet la tenue de l'interface pour des essais proches des conditions réelles critiques.

En fluage, par exemple, la tenue du revêtement a pu être assurée par l'ancrage mécanique créé par la texturation laser malgré les endommagements par la croissance d'oxydes ou la vitesse de déformation du système. En fatigue thermomécanique, la structure du dépôt ne permet pas des variations rapides des contraintes donc des macro-fissures apparaissent. Des déviations de fissures au-dessus de l'interface ont de plus été observées augmentant ainsi la durée de vie des revêtements. Il est à noter toutefois que les concavités créées n'induisent pas de zones d'amorçage de fissures dans le substrat quelque soit le mode de sollicitations mais que le pré-vieillessement réduit la durabilité du système.

La Figure IV.155 résume ainsi les résultats obtenus. Pour les systèmes sablés, des fissures entre la TGO et la céramique sont observées. En revanche, la texturation laser semble assurer un ancrage suffisant en fluage que ce soit à faible ou forte charge. C'est la cohésion du revêtement qui ne permet pas la tenue en cyclage thermomécanique. Les endommagements de l'interface restent donc faibles permettant ainsi une durabilité importante du système YSZ/AM1 sans sous-couche.

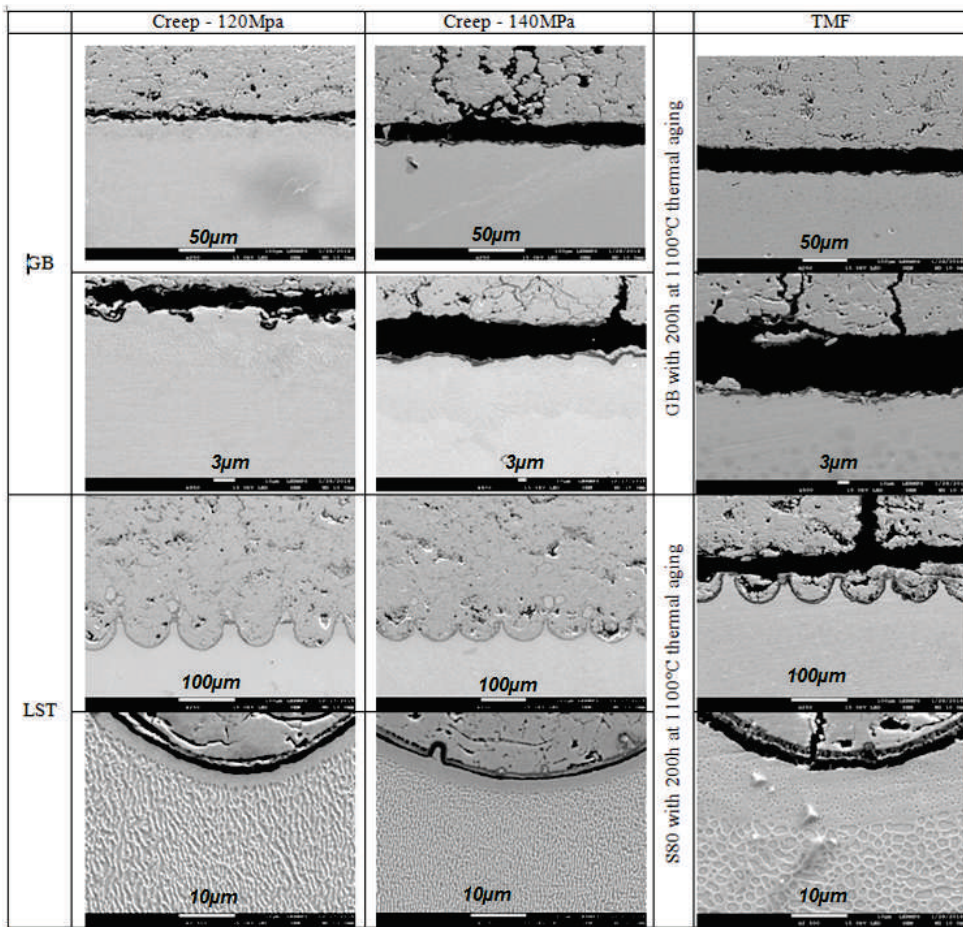


Figure IV.155: Microstructure en coupe transverse après fluage à 1100°/120 MPa et à 1100°/140 MPa et essai de fatigue thermomécanique pour une préparation par sablage (GB) et par texturation laser (LST)

## IV.6 Conclusion

Les systèmes revêtus sans sous-couche ont été testés selon différentes conditions thermomécaniques. De manière générale, le traitement de texturation laser permet d'améliorer l'adhésion du revêtement au substrat. Le contrôle de la surface permet d'adapter celle-ci aux particules et aux contraintes imposées durant les essais. La surface de contact après texturation laser est augmentée comparativement à des traitements conventionnels et l'énergie totale d'adhésion grandement améliorée. Un phénomène de rupture mixte a d'ailleurs été mis en évidence par déviation de fissures à l'interface suivant les changements de morphologie ( surface plane, trous). Une amélioration de la ténacité du couple a donc pu être mesurée dès lors qu'elle sollicite à la fois la ténacité interfaciale et la ténacité du revêtement. Lors de sollicitations quasi-statiques, les obstacles ainsi formés par les trous générés (par texturation laser) ont un effet plutôt positif dans le ralentissement de la propagation de fissures. Ainsi la densité de motifs joue un rôle clé dans ces mécanismes de rupture interfaciale. Dans le cas dynamique, la densité joue aussi un rôle important

mais la géométrie des trous (convexité, concavité) modifie les valeurs seuils de décohesion. Le remplissage de la surface permet ainsi d'optimiser l'adhérence des revêtements et d'optimiser l'effet de rupture mixte. La présence de contraintes résiduelles en compression permet en effet de limiter la propagation des fissures.

Enfin, pour le système barrière thermique, le revêtement a été testé dans des conditions représentatives par des essais de sollicitations rencontrées en service sur aubages ou distributeurs en réalisant des essais d'oxydation, de fluage et de fatigue thermomécanique. Il a pu être démontré que les motifs générés par texturation laser permettent une tenue des revêtements intéressante et qu'un système sans sous-couche peut alors être envisagé pour une application industrielle moyennant une bonne tenue intrinsèque en oxydation du substrat. Le traitement laser modifie néanmoins la chimie de surface susceptible d'avoir un impact sur la cinétique d'oxydation. Une couche d'oxyde continue se crée en surface alors qu'une couche poreuse a pu être identifiée dans le cas du sablage. Ainsi, lors du vieillissement thermique, il a pu être observé une dégradation accélérée de cette couche après sablage alors qu'aucun impact n'a pu être identifié par le passage du laser. De tels effets bénéfiques ont d'ailleurs pu être confirmés lors des essais de fluage (pas de dégradation après 1% de déformation) ou encore thermomécaniques sévères (ruptures mixtes ou cohésives). Dans ce cas (fatigue thermomécanique), ce sont principalement les revêtements projetés plasma qui se dégradent par leur mauvaise aptitude à s'adapter à des gradients de température et de contraintes rapides.

Pour synthétiser l'ensemble de ces observations, la Figure IV.156 propose un schéma récapitulatif quant à la dégradation des revêtements étudiés. Dans les conditions conventionnelles, des microfissures se forment au fur et à mesure des cycles et de la croissance de la couche d'oxydes et une macro-fissure apparaît alors à l'interface par accumulation de défauts. Dans le cas de la texturation laser, les contraintes sont localisées à l'extérieur du trou sur les bords. Les contraintes de compression et de traction évoluent donc au cours du temps avec la croissance de l'oxyde et la rupture peut se réaliser alors que dans le revêtement, notamment avec la superposition d'un chargement mécanique cyclique macroscopique.

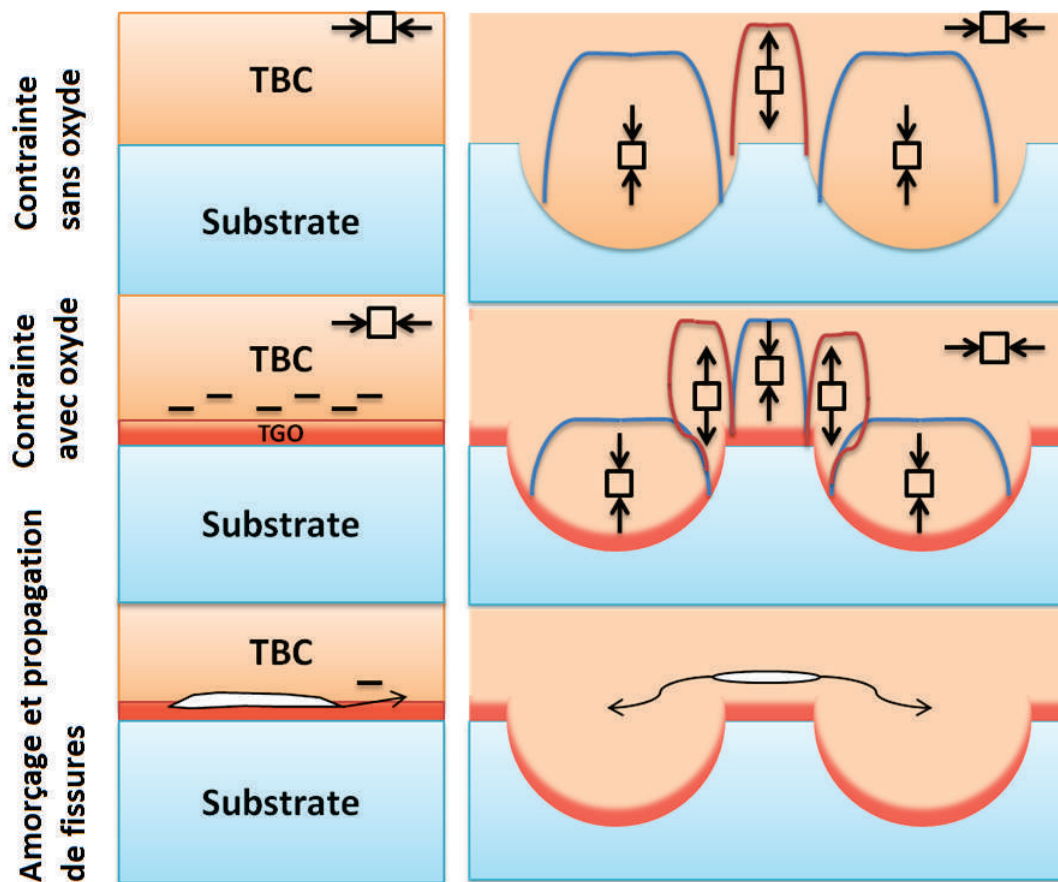


Figure IV.156: Schéma des états de contraintes et propagation de fissures pour les essais d'oxydation cyclés du système barrière thermique retenu après sablage et texturation laser



# Chapitre V

## Conclusion générale et perspectives

Cette étude avait pour objectif principal d'étudier l'effet des traitements de surface sur la **tenue d'un revêtement barrière thermique** plus spécifiquement en utilisant un laser de texturation. Deux couples ont été étudiés pour envisager une telle application avec **un cas "école" : dépôt NiAl sur un alliage d'aluminium Al2017 et un cas industriel : une barrière thermique YSZ sur un superalliage base nickel monogranulaire AM1**. Les systèmes barrières thermiques sont habituellement constitués d'une sous-couche de protection et d'accroche et d'une barrière thermique isolante. Compte tenu des modes de dégradation importants autour de la sous-couche, l'objectif de ce travail a été de s'affranchir de cette dernière en utilisant un substrat peu sensible à l'oxydation sur lequel une **topographie de surface spécifique** a été créée par **texturation laser** pour obtenir des zones spécifiques d'ancrage mécanique. Le revêtement doit en effet garantir une durée de vie importante vis-à-vis des conditions thermomécaniques rencontrées par les aubes de turbines hautes températures.

A travers cette étude, l'interaction laser matière a été investiguée afin de comprendre les mécanismes engendrant la création de motifs mesoscopiques sur la surface de différents matériaux. Des motifs de dimensions définies ont pu ainsi être créés sur les surfaces en corrélation avec l'énergie par impulsion laser et le nombre d'impacts. Fort de la modification microstructurale identifiée en extrême surface, divers mécanismes en particulier d'oxydation à hautes températures ont pu être relevés. Une modélisation numérique a pour ce faire été créée afin d'identifier les températures, les vitesses d'éjection et de refroidissement du substrat durant les impacts **laser pour un meilleur contrôle de la morphologie** des motifs mais aussi de la zone affectée thermiquement.

L'impact, l'étalement et la solidification des particules sont des points essentiels sur les propriétés physiques des dépôts. Ainsi, l'étalement et le remplissage des particules dans les surfaces concaves ont été étudiées pour isoler des topographies optimales du point de vue de la surface de contact, ainsi que la porosité du revêtement. En effet, tous les défauts proches de l'interface sont des zones potentielles d'endommagement. La modélisation numérique de l'impact de particules dans une cavité a permis alors de comprendre les mécanismes de création des défauts de contact et de porosité. Des **motifs présentant un volume équivalent et un diamètre plus grand que la taille des particules pro-**

**jetées** sont alors souhaités pour éviter une trop forte densité de défauts de remplissage. La texturation laser a permis aussi d'identifier l'**importance de la période spatiale de la rugosité** sur le nombre de défauts et ainsi sur l'adhérence du revêtement.

Après avoir défini un diamètre d'ouverture et un volume corrélé à la taille des particules projetées, l'**adhésion** sur un couple nommé "école" a été étudiée pour voir l'effet de la morphologie de surface et du remplissage. Premièrement il a été vérifié que le nombre de défauts à l'interface est lié à l'adhérence vu les **mécanismes d'amorçages de fissures** créées en ces points. Le mécanisme de rupture du revêtement proche de l'interface est lié quant à lui à l'angle de mixité modale. Deux comportements ont pu être ainsi identifiés : la fissure se propage totalement à l'interface (selon la surface totale en contact) ou la fissure dévie dans le revêtement au dessus des motifs (suivant la répartition spatiale et le diamètre d'ouverture des motifs). C'est très exactement dans cette dernière configuration que les meilleures valeurs d'adhérence sont obtenues compte tenu de fissures se propageant d'un mode I à un mode II suivant la cavité. Une valeur limite est alors relevée au delà d'un certain **angle de mixité modale**. Des **essais quasi-statiques en traction et en cisaillement** ont pu valider ces hypothèses et démontrer qu'il est possible de créer une **interface plus forte que la cohésion même du dépôt**. Des **essais dynamiques par choc laser (essai LASAT)** ont montré quant à eux les mêmes comportements bien que lors de la propagation d'ondes de choc, la morphologie des motifs n'est plus négligeable (la concavité joue en effet un rôle sur le passage de l'onde).

Finalement, après avoir isolé des préparations de surface optimales (S80-40 et S60-40), des essais en **oxydation isotherme et cyclique** ont permis d'identifier les **mécanismes de croissance d'oxydes et d'endommagements** du superalliage monogranulaire avec barrière thermique sans sous-couche. Il est apparu que les traitements de surface modifient la microstructure en proche surface ce qui contrôle par la suite le type d'oxyde créé. Pour un substrat sablé, la recristallisation de l'extrême surface due aux déformations plastiques introduites lors du sablage, génère des court-circuits de diffusion menant à la croissance d'une couche d'alumine fissurée. La croissance non linéaire de l'oxyde mène donc à un endommagement rapide du système par délamination. Dans le cas des zones texturées, des spinelles et une couche dense d'alumine ont pu en revanche se créer. **La durée de vie des systèmes barrières thermiques sans sous-couche élaborées sur surface texturée devient donc importante et dépasse les valeurs limites de l'application visée (500h à 1100°C)**. L'essai LASAT a d'ailleurs été utilisé afin d'évaluer les endommagements créés après oxydation. Il peut être ainsi considéré comme **un outil d'évaluation de la durée de vie résiduelle des revêtements**. De plus, un chargement mécanique constant à hautes températures a aussi été ajouté afin de voir l'effet des contraintes sur les mécanismes d'endommagements. Dans une configuration où le chargement mécanique n'est pas dominant sur les modes d'endommagements, la texturation laser permet un ancrage du revêtement jusqu'au régime tertiaire en **fluage**. Dans un autre cas où les vitesses de déformations sont importantes, **l'interface est toujours apparue stable grâce à l'ancrage mécanique**. Il est noté que la **microtexturation ne crée pas de fissures précoces**. Enfin, un chargement de **fatigue thermomécanique** mettant le système dans des conditions extrêmes grâce au **banc MAATRE** a permis de valider

---

que l'ancrage mécanique est suffisant pour éviter la délamination du revêtement en comparaison à des éprouvettes traitées conventionnellement (sablage). **Ainsi la texturation laser de surface a permis d'apporter des bénéfices en adhérence et en durabilité dans toutes les conditions de chargement étudiées.**

Dans des perspectives à court terme, la poursuite de ce travail de recherche afin de valider les hypothèses d'ancrage mécanique proposées pourraient se porter sur la création d'un outil d'optimisation de la topographie de surface correspondant à différentes sollicitations de l'interface. Ainsi il serait possible de quantifier l'évolution de l'énergie d'adhérence en fonction de son histoire thermique, mais aussi des modes de propagation des fissures. Des essais spécifiques contrôlant l'énergie de propagation d'une fissure peuvent être envisagés afin de valider ces modèles.

Dans un deuxième temps, il a été utilisé dans cette étude un substrat résistant à l'oxydation susceptible de former seulement une couche dense d'alumine. En revanche, dans la multitude de matériaux utilisés par les motoristes et suivant les applications, il est parfois nécessaire de maintenir malgré tout une sous-couche protectrice notamment vis-à-vis de la résistance à la corrosion. Les mécanismes d'endommagement de cette couche pourraient néanmoins être diminués par des topographies de surface spécifiques entre le substrat et la sous-couche mais aussi entre la sous-couche et la barrière thermique. Les mécanismes de "rumpling" et "ratcheting" principalement responsables de la délamination peuvent aussi être évités suivant des distributions de contraintes bien définies durant les cycles thermiques vus en service. Des modèles ont déjà pu mettre en évidence des ondulations optimales en fonction des cycles, des propriétés physiques et de la croissance d'oxydes. Le laser peut être utilisé aussi pour le chauffage et le nettoyage de la surface. Une étude approfondie sur la microstructure modifiée par le laser en extrême surface pourrait être intéressante, par exemple en modifiant la structure  $\beta$ -NiAl en  $\beta - \gamma - \gamma'$ -NiAl de la sous-couche et ainsi augmenter la résistance au rumpling de la sous-couche durant les cycles thermiques.

Finalement la texturation laser a pu déjà être utilisée avec d'autres procédés de projection thermique (arc-fil, APS, cold-spray). Une généralisation dans le cas de la projection thermique sur les mécanismes d'étalement, des contraintes résiduelles, de construction et d'ancrage du dépôt suivant les matériaux utilisés et l'état des particules en vol pourrait être proposée. L'idée serait de hiérarchiser les mécanismes d'adhésion selon les couples et les procédés utilisés et ainsi proposer des stratégies avec des outils laser pour créer l'accroche mécanique et maximiser les durées de vie.

---

# Références





- [1] N. P. Padture. Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications. *Science*, 296(5566):280–284, April 2002.
- [2] F. Mauget, D. Marchand, M. Morisset, D. Bertheau, J. Cormier, and J. Mendez. Nouveau moyen de caractérisation des matériaux. *Mater. Tech*, 100(5), 2012.
- [3] F. Bourlier. Needs and specifications of thin TBCS. *AAAF Colloquium*, 21st, 2005.
- [4] R. Mévrel. Les systèmes barrières thermiques pour aubes de turbine. *PlstOx*, 2007(EDP):255–264, 2009.
- [5] RB. Dinwiddie, C. Stephen, and Wallace D. Porter. The effect of thermal aging on the thermal conductivity of aps and ebpvd tbc. *Turbo Expo 96*, 1996.
- [6] A. Feuerstein, J. Knapp, T. Taylor, A. Ashary, A. Bolcavage, and N. Hitchman. Technical and Economical Aspects of Current Thermal Barrier Coating Systems for Gas Turbine Engines by Thermal Spray and EBPVD: A Review. *Journal of Thermal Spray Technology*, 17(2):199–213, February 2008.
- [7] P. Fauchais, A. Vardelle, and B. Dussoubs. Quo Vadis Thermal Spray. *ASM*, 10:44–66, 1999.
- [8] P Fauchais. Understanding plasma spraying. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 37(9):R86–R108, May 2004.
- [9] P. Fauchais, M. Vardelle, A. Vardelle, L. Bianchi, and A. C. Leger. Parameters controlling the generation and properties of plasma sprayed zirconia coatings. *Plasma chemistry and plasma processing*, 16(1):S99–S125, 1995.
- [10] JM. Leger and F. Remy. Influence des gaz en projection plasma. *Revue Surfaces*, (262), 1996.
- [11] M. Vardelle, A. Vardelle, A. Denoirjean, and P. Fauchais. Heat treatment of zirconia powders with different morphologies under thermal plasma conditions. In *MRS Proceedings*, volume 190, page 175. Cambridge Univ Press, 1990.
- [12] W. Ma and D.E. Mack. Perovskite-type strontium, zirconate as a new material for thermal barrier coatings. *Journal of American Ceramic Society*, 91(8):2630–2635, 2008.

- [13] V. Debout. *Contribution à l'étude des propriétés optiques de dépôts plasma de zircone yttrée : influences de leurs caractéristiques microstructurales et physicochimiques*. PhD thesis, Université de Limoges, 2007.
- [14] M.I. Boulos, P. Fauchais, and E. Pfender. *Thermal Plasma Fundamentals and Application*. Plenum Press, 1, 1994.
- [15] D. Bathelier and V. Gourtaouen. Projection plasma avec mélange gazeux ternaire.
- [16] P. Wang, S.C.M. Yu, and H.W. Ng. Particle velocities, sizes and flux distribution in plasma spray with two powder injection ports. *Materials Science and Engineering: A*, 383(1):122–136, October 2004.
- [17] E. Pfender. Particle behavior in thermal plasmas. *Plasma chemistry and plasma processing*, 10(3):167–194, 1989.
- [18] V. Renouard. *Elaboration par projection plasma d'électrolytes de zircons yttrés denses et de faible épaisseur pour SOFC*. PhD thesis, Université de Limoges, 2004.
- [19] R. Bolot, M. Imbert, and C. Coddet. On the use of a low-Reynolds extension to the Chen–Kim model to predict thermal exchanges in the case of an impinging plasma jet. *International journal of heat and mass transfer*, 44(6):1095–1106, 2001.
- [20] S. Goutier, M. Vardelle, and P. Fauchais. Comparison between metallic and ceramic splats: Influence of viscosity and kinetic energy on the particle flattening. *Surface and Coatings Technology*, 235:657–668, November 2013.
- [21] K. Shinoda, J. Colmenares-Angulo, A. Valarezo, and S. Sampath. Effect of Deposition Rate on the Stress Evolution of Plasma-Sprayed Yttria-Stabilized Zirconia. *Journal of Thermal Spray Technology*, 21(6):1224–1233, July 2012.
- [22] X. Zhang, J. Gong, and S. Tu. Effect of spraying condition and material properties on the residual stress in plasma spraying. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY-SHENYANG-*, 20(2):149–153, 2004.
- [23] C. Moreau, P. Gougeon, and M. Lamontagne. Influence of substrate preparation on the flattening and cooling of plasma-sprayed particles. *Journal of Thermal Spray Technology*, 4(1):25–33, 1995.
- [24] J. Cedelle. *Etude de la formation de lamelles*. PhD thesis, Limoges, 2005.
- [25] K. Fataoui. *Développement de modèles thermomécaniques de construction de dépôts obtenus par projection thermique. Modèle mécano thermique de l'étalement de la gouttelette*. PhD thesis, Université de Limoges, 2007.
- [26] A. Vencl. Optimization of the deposition parameters of thick atmospheric plasma spray coatings. *Balkantrib'11*, pages 275–279, 2011.

- [27] A.A. Syed, A. Denoirjean, B. Hannoyer, P. Fauchais, P. Denoirjean, A.A. Khan, and J.C. Labbe. Influence of substrate surface conditions on the plasma sprayed ceramic and metallic particles flattening. *Surface and Coatings Technology*, 200(7):2317–2331, December 2005.
- [28] S. Chandra and P. Fauchais. Formation of Solid Splats During Thermal Spray Deposition. *Journal of Thermal Spray Technology*, 18(2):148–180, February 2009.
- [29] I. St Doltsinis, J. Harding, and M. Marchese. Modelling the production and performance analysis of plasma-sprayed ceramic thermal barrier coatings. *Archives of Computational Methods in Engineering*, 5(2):59–166, 1998.
- [30] A.M. Ahmed and R.H. Rangel. Metal droplet deposition on non-flat surfaces: effect of substrate morphology. *Heat and Mass Transfer*, 45:1077–1091, 2002.
- [31] R.N. Wenzel. Resistance of Solid Surfaces to Wetting by Water. *Industrial & Engineering Chemistry*, 28(8):988–994, 1936.
- [32] K. Bobzin, N. Bagcivan, D. Parkot, and I. Petković. Simulation of PYSZ particle impact and solidification in atmospheric plasma spraying coating process. *Surface and Coatings Technology*, 204(8):1211–1215, January 2010.
- [33] Elise Nogues-Delbos. *Densification de dépôt de YSZ par plasma d’arc pour semiconducteurs*. PhD thesis, Limoges, 2007.
- [34] T. Loulou, E. Artyukhin, and J. Bardon. Estimation of thermal contact resistance during the first stages of metal solidification process : Ii - experimental setup and results. *International journal of heat and mass transfer*, 42(21):2129–2142, 1999.
- [35] Julien Patru. *Modélisation du développement des contraintes résiduelles au sein de dépôt plasma de Zircon et d’Acier*. PhD thesis, Limoges, 2005.
- [36] A. Kulkarni, A. Vaidya, A. Goland, S. Sampath, and H. Herman. Processing effects on porosity-property correlations in plasma sprayed yttria-stabilized zirconia coatings. *Materials Science and Engineering: A*, 359(1):100–111, 2003.
- [37] F. Sarret. *Simulation numérique de dépôts céramiques plasma*. PhD thesis, Université de Bordeaux, 2014.
- [38] M. Fukumoto, M. Nagai, and T. Yasui. Influence of surface character change of substrate due to heating on flattening behavior of thermal sprayed particles. *Journal of Thermal Spray Technology*, 15(4):759–764, 2006.
- [39] X. Jiang, Y. Wan, H. Herman, and S. Sampath. Role of condensates and adsorbates on substrate surface on fragmentation of impinging molten droplets during thermal spray. *Thin Solid Films*, 385(1):132–141, 2001.
- [40] M. Fukumoto, I. Ohgitani, and T. Yasui. Effect of substrate surface change on flattening behaviour of thermal sprayed particles. *Materials transactions*, 45(6):1869–1873, 2004.

- [41] L Bianchi, A. C. Leger, M. Vardelle, and P. Fauchais. Article - L.Bianchi - Splat formation and cooling of plasma sprayed zirconia.pdf. *Thin Solid Films*, 305:35–47, 1997.
- [42] M. Fukumoto, T. Yamaguchi, M. Yamada, and T. Yasui. Splash Splat to Disk Splat Transition Behavior in Plasma-Sprayed Metallic Materials. *Journal of Thermal Spray Technology*, 16(5-6):905–912, October 2007.
- [43] S. Mihm, T. Duda, H. Gruner, G. Thomas, and B. Dzur. Method and Process Development of Advanced Atmospheric Plasma Spraying for Thermal Barrier Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 21(3-4):400–408, February 2012.
- [44] A. Proner. Revêtements par projection thermique. *Techniques de l'ingénieur*, 1999.
- [45] S. Kuroda and T. W. Clyne. Quenching stress in thermally sprayed coatings. *Thin Solid Films*, 1:49–66, 1991.
- [46] L. Wang, Y. Wang, X.G. Sun, J.Q. He, Z.Y. Pan, and C.H. Wang. Microstructure and indentation mechanical properties of plasma sprayed nano-bimodal and conventional ZrO<sub>2</sub>-8wt%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thermal barrier coatings. *Vacuum*, 86(8):1174–1185, February 2012.
- [47] D. Bouchard, F.G. Hamel, J. Nadeau, D. Simard, S. Bellemare, F. Dreneau, and D. Tremblay. Effects of substrate surface conditions on heat transfer and shell morphology in the solidification of a copper alloy. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 32(1):111–118, 2001.
- [48] T. W. Clyne and S. C. Gill. Residual stresses in thermal spray coatings and their effect on interfacial adhesion: a review of recent work. *Journal of Thermal Spray Technology*, 5(4):401–418, 1996.
- [49] F. Bahbou, P. Nylen, and S. Trollhattan. Relationship between surface topography parameters and adhesion strength for ps. *ITSC 2005*, 2005.
- [50] Martine Wery. *Dégraissage*. Ed. Techniques Ingénieur, 1998.
- [51] K. Tosha, J. Lu, B. Guelorget, and E. Nagashima. Shot Peening and Grit Blasting - effects on surface integrity. *ABC*, ICSP9(3):6, 2001.
- [52] L. Sluatineanu, S; Potarniche, M. Coteata, I. Grigoras, L. Gherman, and F. Negoescu. Surface roughness at aluminium parts sand blasting. *Proceedings in Manufacturing Systems*, 6(2), 2011.
- [53] S. Kunaporn, M. Ramulu, M. Hashish, and J. Hopkins. Ultra High Pressure Waterjet Peening Part I: Surface Texture. *Shot Peener*, 20(1):6, 2006.
- [54] S. Dong, B. Song, B. Hansz, H. Liao, and C. Coddet. Study on the Mechanism of Adhesion Improvement Using Dry-Ice Blasting for Plasma-Sprayed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 22(2-3):213–220, December 2012.



- [55] R.S.C. Paredes, S.C. Amico, and A.S.C.M. d'Oliveira. The effect of roughness and pre-heating of the substrate on the morphology of aluminium coatings deposited by thermal spraying. *Surface and Coatings Technology*, 200(9):3049–3055, February 2006.
- [56] S. Costil, H. Liao, A. Gammoudi, and C. Coddet. Influence of Surface Laser Cleaning Combined with Substrate Preheating on the Splat Morphology. *Journal of Thermal Spray Technology*, 14(1):31–38, March 2005.
- [57] R. Kromer, S. Costil, J. Cormier, D. Courapied, L. Berthe, P. Peyre, and M. Boustie. Laser surface patterning to enhance adhesion of plasma sprayed coatings. *Surface and Coatings Technology*, 278:171–182, September 2015.
- [58] Patricia Laurens and Catherine Dubouchet. *Application des lasers aux traitements de surface*. Ed. Techniques Ingénieur, 2005.
- [59] Patricia Laurens, Catherine Dubouchet, and D. Kechemair. Application des lasers aux traitements de surface. *Techniques de l'ingénieur*, 1643, 1995.
- [60] C.W. Draper and P. Mazzodi. *Laser Surface Treatment of Metals*, volume 115 of *Nato ASI Science*. 1986.
- [61] T. E. Itina, Wladimir Marine, and M. Autric. Monte Carlo simulation of pulsed laser ablation into an ambient gas. *Computational materials science*, 10(1):144–147, 1998.
- [62] David Sands. Pulsed laser heating and melting. *Heat Conduction/Book*, 2, 2011.
- [63] C. Langlade, B. Vannes, and P. Sallamand. Laser de puissance et traitements superficiels. *Techniques de l'ingénieur*, M1642, 2002.
- [64] Joseph P. Nielsen. *Short-pulse laser ablation of metals: Fundamentals and applications for micro-mechanical interlocking*. PhD thesis, Aarhus, 2010.
- [65] S.I. Anisimov. Vaporization of metal absorbing laser radiation. *Soviet Physics JETP*, 27(1):182–183, 1968.
- [66] M Schneider, L Berthe, R Fabbro, and M Muller. Measurement of laser absorptivity for operating parameters characteristic of laser drilling regime. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 41(15):155502, August 2008.
- [67] C.L. Chan and J. Mazumber. 1d steady state model for damage by vaporization and liquid expulsion due to laser-material interaction. 1987.
- [68] L.M. Cabalin and J.J. Laserna. Experimental determination of laser induced breakdown thresholds metals under nanosecond Q-switched laser operation. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 53:723–730, 1998.

- [69] A. Otto, H. Koch, K. Leitz, and M. Schmidt. Numerical simulations a versatile approach for better understanding dynamics in laser material processing. *Physics Procedia*, 12(3):11–20, January 2011.
- [70] F. Garrelie and A. Catherinot. Simulation Monte Carlo du transport d’un panache plasma créé par ablation laser. *Le Journal de Physique IV*, 9(PR5):Pr5–135, 1999.
- [71] V. Semak and A. Matsunawa. The role of recoil pressure in energy balance during laser materials processing. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 30(18):2541, 1997.
- [72] V.V. Semak, J. Hopkins, M.H. McCay, and T.D. McCay. A concept for a hydrodynamic model of keyhole formation. *SPIE*, 2500:64, 1994.
- [73] J. M. Jouvard, A. Soveja, and N. Pierron. Thermal modelling of metal surface texturing by pulsed laser. In *Proc. Comsol Multiphysics Conference*, 2006.
- [74] Kees Verhoeven. Modelling laser percussion drilling. *PhD, Technische Universiteit Eindhoven*, 2004.
- [75] M. Medale, C. Xhaard, and R. Fabbro. A thermo-hydraulic numerical model to study spot laser welding. *Comptes Rendus Mécanique*, 335(5-6):280–286, May 2007.
- [76] N. Revuz. *Etude de l’endommagement d’un superalliage monocristalin à base de nickel induit par microperçage laser milliseconde*. PhD thesis, Mines ParisTech, 2010.
- [77] S. Costil, A. Lamraoui, C. Langlade, O. Heintz, and R. Oltra. Surface modification induced by pulsed-laser texturing influence of laser impact on the surface properties. *Applied Surface Science*, 288:542–549, 2014.
- [78] Robin K., S. Costil, J. Cormier, L. Berthe, P. Peyre, and D. Courapied. Laser Patterning Pretreatment before Thermal Spraying: A Technique to Adapt and Control the Surface Topography to Thermomechanical Loading and Materials. *Journal of Thermal Spray Technology*, 25(3):401–410, February 2016.
- [79] V. V. Sobolev, J. M. Guilemany, and A. J. Martin. Influence of surface roughness on the flattening of powder particles during thermal spraying. *Journal of Thermal Spray Technology*, 5(2):207–214, 1996.
- [80] Z. Suo and J.W. Hutchinson. Interface crack between two elastic layers. *International journal of fracture*, 43:1–18, 1990.
- [81] C. Moreau, P. Cielo, and M. Lamontagne. Flattening and solidification of thermally sprayed particles. *Journal of Thermal Spray Technology*, 1(4):317–323, 1992.
- [82] C. Li, C. Li, G. Yang, and Y. Wang. Examination of Substrate Surface Melting-Induced Splashing During Splat Formation in Plasma Spraying. *Journal of Thermal Spray Technology*, 15(4):717–724, December 2006.

- [83] A.G. Evans, B.J. Dalgleish, M.Y. He, and J.W. Hutchinson. on crack path selection and the interface fracture energy in bimaterial systems. *Acta Materialia*, 37(12):3249–3254, 1989.
- [84] J.W. Hutchinson and Z. Suo. Mixed mode cracking in layered materials. *Advanced in applied mechanics*, 29:64–163, 1992.
- [85] J.S. Wang. Interfacial fracture toughness of a copper/alumina system and the effect of the loading phase angle. *Mechanics of Materials*, 20:251–259, 1995.
- [86] J. Laurencin. *Amorçage et propagation d'une fissure à l'interface d'un bi-matériau*. PhD thesis, CNAM, 2002.
- [87] C.C. Berndt. Tensile Adhesion Testing Methodology for Thermally Sprayed Coatings. *Journal Material Engineering*, 12:151–158, 1990.
- [88] U. Soltezc, E. Baudendistel, and R. Schafer. Stress analyses of Pull-off tests for strength measurements of coating. *Bioceramics and the Human body*, pages 504–509, 1992.
- [89] J. R. Vaunois. *Modélisation de la durée de vie des barrières thermiques, par le développement et l'exploitation d'essais d'adhérence*. PhD thesis, Université de Grenoble, 2013.
- [90] B.S. Schorr, K.J. Stein, and A.R. Marder. Characterization of thermal spray coatings. *Materials characterization*, 42(2):93–100, 1999.
- [91] J. Takadoum and H. Houmid Bennani. Influence of substrate roughness and coating thickness on adhesion, friction and wear of TiN films. *Surface and Coatings Technology*, 96(2-3):272–282, 1997.
- [92] M. Dupeux. Mesure des énergies de rupture interfaciale : problématique et exemples de résultats d'essais de gonflement-décollement. *Mécanique et Industrie*, 5(4):441–450, 2004.
- [93] D.C. Agrawal and R. Raj. Measurement of the ultimate shear strength of a metal-ceramic interface. *Acta metall.*, 37(4):1265–1270, 1988.
- [94] G. Marot, P. H. Demarecaux, J. Lesage, M. Hadad, S. Siegmann, and M.H. Staia. The interfacial indentation test to determine adhesion and residual stresses in NiCr VPS coatings. *Surface and Coatings Technology*, 202(18):4411–4416, 2008.
- [95] P. H. Demarecaux, D. Chicot, and J. Lesage. Interface indentation test for the determination of adhesive properties of thermal sprayed coatings. *Journal of materials science letters*, 15(16):1377–1380, 1996.
- [96] P.F. Zhao, C.A. Sun, X.Y. Zhu, F.L. Shang, and C.J. Li. Fracture toughness measurements of plasma-sprayed thermal barrier coatings using a modified four-point bending method. *Surface and Coatings Technology*, 204(24):4066–4074, September 2010.

- [97] H.G. Tattersall. The ultrasonic pulse-echo technique as applied to adhesion testing. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 6:819–832, 1973.
- [98] P. Peyre and R. Fabbro. Laser shock processing: a review of the physics and applications. *Optical and quantum electronics*, 27(12):1213–1229, 1995.
- [99] S. Barradas, M. Jeandin, C. Bolis, L. Berthe, M. Arrigoni, M. Boustie, and G. Barbezat. Study of adhesion of PROTAL® copper coating of Al 2017 using the laser shock adhesion test (LASAT). *Journal of materials science*, 39(8):2707–2716, 2004.
- [100] Y. Ichikawa, S. Barradas, F. Borit, V. Guipont, M. Jeandin, M. Nivard, L. Berthe, K. Ogawa, and T. Shoji. Evaluation of adhesive strength of thermal-sprayed Hydroxyapatite coatings using the LASER Shock Adhesion Test (LASAT). *Materials Transactions*, 48(4):793–798, 2007.
- [101] L. Berthe, M. Arrigoni, M. Boustie, J.-P. Cuq-Lelandais, C. Broussillou, Grégory Fabre, M. Jeandin, Vincent Guipont, and M. Nivard. State-of-the-art laser adhesion test (LASAT). *Taylor and Francis*, iFirst(2011):1–15, 2011.
- [102] Michel Arrigoni. *Etude de l'influence des rugosités d'interface de porosités et de l'épaisseur d'échantillon sur la propagation des chocs laser dans des systèmes revêtus*. PhD thesis, Université de Poitiers, 2004.
- [103] C. Bolis. *Etude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multi-couches : application au test d'adhérence par chocs laser*. PhD thesis, Université de Poitiers, 2004.
- [104] David R. Clarke and Simon R. Phillpot. Thermal barrier coating materials. *Materials Today*, 8(6):22–29, 2005.
- [105] R. Vaßen, M. Jarligo, T. Steinke, D. Mack, and D. Stöver. Overview on advanced thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 205(4):938–942, November 2010.
- [106] G. Moskal. Thermal barrier coatings: characteristics of microstructure and properties, generation and directions of development of bond. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 37(2):323–331, 2009.
- [107] D. Stoeber and C. Funke. Directions of the thermal barrier coatings in energy applications. *Materials processing technology*, 92-93:195–202, 1999.
- [108] J. Kwon, J. Lee, Y. Jung, and U. Paik. Effect of bond coat nature and thickness on mechanical characteristic and contact damage of zirconia-based thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 201(6):3483–3490, December 2006.
- [109] Pierre-Yvan Théry. *Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison beta-(Ni, Pt) Al ou beta-NiAl (Zr)*. PhD thesis, Université Joseph-Fourier-Grenoble I, 2007.

- [110] J.H. Wood and E.H. Goldman. Protective coating. *Superalloys II*, C.T.Sims, 1997.
- [111] V. Lughii and D.R. Clarke. High temperature aging of YSZ coatings and subsequent transformation at low temperature. *Surface and Coatings Technology*, 200(5-6):1287–1291, November 2005.
- [112] A.H. Heuer, R. Chaim, and V. Lanteri. Review: phase transformations and microstructural characterization of alloys in the system YZ<sub>0.3</sub>ZrO<sub>2</sub>. *Science and Technology III*, 24:3–20, 1988.
- [113] P. G. Klemens and M. Gell. Thermal conductivity of thermal barrier coatings. *Materials Science and Engineering: A*, 245(2):143–149, 1998.
- [114] R. Dutton, R. Wheeler, K. S. Ravichandran, and K. An. Effect of heat treatment on the thermal conductivity of plasma-sprayed thermal barrier coatings. *Journal of thermal spray technology*, 9(2):204–209, 2000.
- [115] J. Allen Haynes, E. Douglas Rigney, Mattison K. Ferber, and Wallace D. Porter. Oxidation and degradation of a plasma-sprayed thermal barrier coating system. *Surface and Coatings Technology*, 86:102–108, 1996.
- [116] A. Peichl, T. Beck, and O. Vohringer. Behaviour of an EBPVD tbc under thermal mechanical fatigue loading. *Surface and Coatings Technology*, (162):113–118, 2003.
- [117] A. J. Slifka, B. J. Filla, J. M. Phelps, G. Bancke, and C. C. Berndt. Thermal conductivity of a zirconia thermal barrier coating. *Journal of thermal spray technology*, 7(1):43–46, 1998.
- [118] D.D. Hass. *Thermal barrier coatings via directed vapor deposition*. PhD thesis, Virginia, 2000.
- [119] A. Bacciochini, G. Montavon, J. Ilavsky, A. Denoirjean, and P. Fauchais. Porous Architecture of SPS Thick YSZ Coatings Structured at the Nanometer Scale (~50 nm). *Journal of Thermal Spray Technology*, 19(1-2):198–206, January 2010.
- [120] H. Kassner, R. Siegert, D. Hathiramani, R. Vassen, and D. Stoeber. Application of Suspension Plasma Spraying (SPS) for Manufacture of Ceramic Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 17(1):115–123, March 2008.
- [121] Marek Goral, Slawomir Kotowski, Andrzej Nowotnik, Maciej Pytel, Marcin Drajewicz, and Jan Sieniawski. PS-PVD deposition of thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 237:51–55, December 2013.
- [122] M. Gupta, K. Skogsberg, and P. Nylén. Influence of Topcoat-Bondcoat Interface Roughness on Stresses and Lifetime in Thermal Barrier Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, October 2013.
- [123] Kang Yuan, Ru Lin Peng, Xin-Hai Li, Sten Johansson, and Yan-Dong Wang. Some aspects of elemental behaviour in HVOF MCrAlY coatings in high-temperature oxidation. *Surface and Coatings Technology*, 261:86–101, January 2015.



- [124] S. Dryepondt. *Comportement et endommagement en fluage à haute température de parois minces en superalliage monocristallin MC2 : Effets de l'oxydation et de l'application d'un revêtement MCrAlY*. PhD thesis, INPT, 2004.
- [125] J. Angenete, K. Stiller, and V. Langer. Oxidation of simple and Pt-modified aluminide diffusion coatings on Ni-base superalloys—I. Oxide scale microstructure. *Oxidation of Metals*, 60(1-2):47–82, 2003.
- [126] Ryan Daniel Jackson. *The effect of bond coat oxidation on the microstructure and endurance of two thermal barrier coating systems*. PhD thesis, University of Birmingham, 2010.
- [127] Pauline Audigié, Serge Selezneff, Aurélie Rouaix-Vande Put, Claude Estournès, Sarah Hamadi, and Daniel Monceau. Cyclic Oxidation Behavior of TBC Systems with a Pt-Rich gamma-Ni+gamma prime-Ni<sub>3</sub>Al Bond-Coating Made by SPS. *Oxidation of Metals*, 81(1-2):33–45, February 2014.
- [128] Cécilie Duhamel, Marion Chieux, Régine Molins, Luc Rémy, Daniel Monceau, Aurélie Vande Put, and Jean-Yves Guédou. Thermal cycling behaviour of thermal barrier coating systems based on first- and fourth generation Ni-based superalloys. *Materials at High Temperatures*, 29(2):136–144, June 2012.
- [129] F. Wu, E.H. Jordan, X. Ma, and M. Gell. Thermally grown oxide growth behavior and spallation lives of solution precursor plasma spray thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 202(9):1628–1635, February 2008.
- [130] M. W. Brumm and H. J. Grabke. The oxidation behaviour of NiAl-I. Phase transformations in the alumina scale during oxidation of NiAl and NiAl-Cr alloys. *Corrosion science*, 33(11):1677–1690, 1992.
- [131] V.K. Tolpygo and D.R. Clarke. Microstructural Study of the Thet a-Alpha Transformation in Alumina Scales Formed on Nickel-Aluminides. *Material at high temperature*, 17(1):59–70, 2000.
- [132] A. Gil, V. Shemet, R. Vassen, M. Subanovic, J. Toscano, D. Naumenko, L. Singheiser, and W.J. Quadakkers. Effect of surface condition on the oxidation behaviour of MCrAlY coatings. *Surface and Coatings Technology*, 201(7):3824–3828, 2006.
- [133] P. Ptacek. Processes during Thermal Treatment. In *Strontium Aluminate - Cement Fundamentals, Manufacturing, Hydration, Setting Behaviour and Applications*. 2014.
- [134] A. Gaubert. *Modélisation des effets de l'évolution microstructurale sur le comportement mécanique du superalliage monocristallin AM1*. PhD thesis, Mines de Paris, 2009.

- [135] P. Caron, C. Ramusat, and F. Diologent. Influence of the  $\gamma'$  fraction on the  $\gamma/\gamma'$  topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys. *Superalloys 2008*, pages 159–167, 2008.
- [136] A. Raffaitin, D. Monceau, F. Crabos, and E. Andrieu. The effect of thermal cycling on the high-temperature creep behaviour of a single crystal nickel-based superalloy. *Scripta Materialia*, 56(4):277–280, February 2007.
- [137] J. Cormier. *Comportement en fluage anisotherme à haute et très haute température du superalliage monocristallin MC2*. PhD thesis, Université de Poitiers, 2006.
- [138] L. Dirand, J. Cormier, A. Jacques, J. Chateau-Cornu, T. Schenk, O. Ferry, and P. Bastie. Measurement of the effective  $\gamma/\gamma'$  lattice mismatch during high temperature creep of Ni-based single crystal superalloy. *Materials Characterization*, 77:32–46, March 2013.
- [139] Vidal-Sétif. Rapport de synthèse sur le retour d’expérience en service. rapport technique interne ONERA, 2010.
- [140] R. Vassen, F. Cernuschi, G. Rizzi, A. Scrivani, N. Markocsan, L. Östergren, A. Kloosterman, R. Mevrel, J. Feist, and J. Nicholls. Recent Activities in the Field of Thermal Barrier Coatings Including Burner Rig Testing in the European Union. *Advanced Engineering Materials*, 10(10):907–921, October 2008.
- [141] Carlos G. Levi, John W. Hutchinson, Marie-Hélène Vidal-Sétif, and Curtis A. Johnson. Environmental degradation of thermal-barrier coatings by molten deposits. *MRS Bulletin*, 37(10):932–941, October 2012.
- [142] X Chen, R Wang, N Yao, A.G Evans, J.W Hutchinson, and R.W Bruce. Foreign object damage in a thermal barrier system: mechanisms and simulations. *Materials Science and Engineering: A*, 352(1-2):221–231, July 2003.
- [143] Vidal-Sétif, N. Chellah, S. Rio, C. Sanchez, and O. Lavigne. Calcium–magnesium–alumino–silicate (CMAS) degradation of EB-PVD thermal barrier coatings: characterization of CMAS damage on ex-service high pressure blade TBCs. *Surface and Coatings Technology*, 208:39–45, 2012.
- [144] S.A. Tsipas, I.O. Golosnoy, R. Damani, and T.W. Clyne. The Effect of a High Thermal Gradient on Sintering and Stiffening in the Top Coat of a Thermal Barrier Coating System. *Journal of Thermal Spray Technology*, 13(3):370–376, September 2004.
- [145] F. Tang and J.M. Schoenung. Evolution of Young’s modulus of air plasma sprayed yttria-stabilized zirconia in thermally cycled thermal barrier coatings. *Scripta Materialia*, 54(9):1587–1592, May 2006.
- [146] X.L. Fan, W.X. Zhang, T.J. Wang, and Q. Sun. The effect of thermally grown oxide on multiple surface cracking in air plasma sprayed thermal barrier coating system. *Surface and Coatings Technology*, 208:7–13, September 2012.

- [147] A. Nusair Khan and J. Lu. Behavior of aps subject to inhense thermal cycling. *Surface and Coatings Technology*, (166):37–43, 2003.
- [148] A. Moridi, M. Azadi, and G.H. Farrahi. Thermo-mechanical stress analysis of thermal barrier coating system considering thickness and roughness effects. *Surface and Coatings Technology*, February 2012.
- [149] H.E. Evans. Oxidation failure of TBC systems: An assessment of mechanisms. *Surface and Coatings Technology*, 206(7):1512–1521, December 2011.
- [150] D.R. Clarke, M. Oechsner, and N. P. Padture. Thermal barrier coatings for more efficient gas turbine engines. *MRS bulletin*, 37(10), 2012.
- [151] Anny Murad-Bickard. *Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'un aluminiure de nickel et d'une barrière thermique déposés sur un super-alliage monocristallin*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.
- [152] C. Giolli, A. Scrivani, G. Rizzi, F. Borgioli, G. Bolelli, and L. Lusvarghi. Failure Mechanism for Thermal Fatigue of Thermal Barrier Coating Systems. *Journal of Thermal Spray Technology*, 18(2):223–230, March 2009.
- [153] Robert Eriksson. *High-temperature degradation of plasma sprayed thermal barrier coating systems*. PhD thesis, Department of Management and Engineering, Linköping University, Linköping, 2011.
- [154] A.R. Nicoll and G. Wahl. Oxidation and high temperature corrosion behaviour of modified MCrAlY cast materials. *Superalloys*, pages 805–813, 1984.
- [155] O. Trunova, T. Beck, R. Herzog, R.W. Steinbrech, and L. Singheiser. Damage mechanisms and lifetime behavior of plasma sprayed thermal barrier coating systems for gas turbines—Part I: Experiments. *Surface and Coatings Technology*, 202(20):5027–5032, July 2008.
- [156] A. Rabiei and A.G. Evans. Failure mechanisms associated with the tgo in aps tbc. *Acta Materialia*, (48):3963–3976, 2000.
- [157] N. Birks, G.H. Meier, and F.S. Pettit. *Introduction to the High-Temperature Oxidation of Metals*. 2006.
- [158] B. A. Pint, M. Treska, and L. W. Hobbs. The effect of various oxide dispersions on the phase composition and morphology of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> scales grown on beta-NiAl. *Oxidation of Metals*, 47(1-2):1–20, 1997.
- [159] M. Harvey, C. Courcier, V. Maurel, and L. Rémy. Oxide and TBC spallation in beta-NiAl coated systems under mechanical loading. *Surface and Coatings Technology*, 203(5-7):432–436, December 2008.

- [160] T Beck, M. Schweda, and L. Singheizer. Influence of interface roughness, substrate and oxide creep on damage evolution and lifetime apb based tbc. *Procedia Engineering*, (55):191–198, 2013.
- [161] J. Rösler, M. Bäker, and M. Volgmann. Stress state and failure mechanisms of thermal barrier coatings: role of creep in thermally grown oxide. *Acta materialia*, 49(18):3659–3670, 2001.
- [162] Ding Jun, Huang Xia, Chen Song, and Yang E-Chuan. Numerical Simulation Procedure for Modeling TGO Crack Propagation and TGO Growth in Thermal Barrier Coatings upon Thermal-Mechanical Cycling. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014:1–14, 2014.
- [163] Zhe Lu, Sang-Won Myoung, Yeon-Gil Jung, Govindasamy Balakrishnan, Jeongseung Lee, and Ungyu Paik. Thermal Fatigue Behavior of Air-Plasma Sprayed Thermal Barrier Coating with Bond Coat Species in Cyclic Thermal Exposure. *Materials*, 6(8):3387–3403, August 2013.
- [164] D. Liu, M. Seraffon, P.E.J. Flewitt, N.J. Simms, J.R. Nicholls, and D.S. Rickerby. Effect of substrate curvature on residual stresses and failure modes of an air plasma sprayed thermal barrier coating system. *Journal of the European Ceramic Society*, 33(15-16):3345–3357, December 2013.
- [165] H. Zhao, Z. Yu, and H.N.G. Wadley. The influence of coating compliance on the delamination of thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 204(15):2432–2441, April 2010.
- [166] M. L. Glynn, M. W. Chen, K. T. Ramesh, and K. J. Hemker. The influence of a martensitic phase transformation on stress development in thermal barrier coating systems. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(8):2279–2286, 2004.
- [167] J. Shi, A.M. Karlsson, B. Baufeld, and M. Bartsch. Evolution of surface morphology of thermo-mechanically cycled NiCoCrAlY bond coats. *Materials Science and Engineering: A*, 434(1-2):39–52, October 2006.
- [168] M.W Chen, M.L Glynn, R.T Ott, T.C Hufnagel, and K.J Hemker. Characterization and modeling of a martensitic transformation in a platinum modified diffusion aluminate bond coat for thermal barrier coatings. *Acta Materialia*, 51(14):4279–4294, August 2003.
- [169] D Balint and J Hutchinson. An analytical model of rumpling in thermal barrier coatings. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53(4):949–973, April 2005.
- [170] Eric Cavaletti. *Etude et développement de barrière de diffusion pour les sous-couches de système barrière thermique*. PhD thesis, 2009.

- [171] O. Lavigne, C. Ramusat, S. Drawin, P. Caron, D. Boivin, and J. L. Pouchou. Relationships between microstructural instabilities and mechanical behavior in new generation nickel-based single crystal superalloys. *Superalloys 2004*, 2:667–675, 2004.
- [172] A.G. Evans, D. R. Mumm, J. W. Hutchinson, G. H. Meier, and F. S. Pettit. Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings. *Progress in materials science*, 46(5):505–553, 2001.
- [173] F. Riaillant, J. Cormier, A. Longuer, X. Milhet, and J. Mendez. High-Temperature creep degradation of the AM1/NiAlPt/EBPVD YSZ system. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45A(January):351–359, 2014.
- [174] F. Mauget, F. Hamon, M. Morisset, J. Cormier, F. Riaillant, and J. Mendez. Damage mechanisms in an EB-PVD thermal barrier coating system during TMF and TGMF testing conditions under combustion environment. *International Journal of Fatigue*, August 2016.
- [175] E. Tzimas, H. Müllejans, S. D. Peteves, J. Bressers, and W. Stamm. Failure of thermal barrier coating systems under cyclic thermomechanical loading. *Acta materialia*, 48(18):4699–4707, 2000.
- [176] R. Giraud, Z. Hervier, J. Cormier, G. Saint-Martin, F. Hamon, X. Milhet, and J. Mendez. Strain Effect on the gamma prime Dissolution at High Temperatures of a Nickel-Based Single Crystal Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 44(1):131–146, January 2013.
- [177] S. Steuer, P. Villechaise, T.M. Pollock, and J. Cormier. Benefits of high gradient solidification for creep and low cycle fatigue of AM1 single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering: A*, 645:109–115, October 2015.
- [178] M. Bensch, C.H. Konrad, E. Fleischmann, C.M.F. Rae, and U. Glatzel. Influence of oxidation on near-surface gamma prime fraction and resulting creep behaviour of single crystal Ni-base superalloy M247lc SX. *Materials Science and Engineering: A*, 577:179–188, August 2013.
- [179] P. Caron, C. Ramusat, and F. Diologent. Influence of the gamma prime fraction on the gamma/gamma prime topological inversion during high temperature creep of single crystal superalloys. *Superalloys 2008*, pages 159–167, 2008.
- [180] E. Fleury. *Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme*. PhD thesis, Mines ParisTech, 1991.
- [181] Bing Zhang, Xin Lu, Delin Liu, and Chunhu Tao. Influence of recrystallization on high-temperature stress rupture property and fracture behavior of single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering: A*, 551:149–153, August 2012.
- [182] E.S. Gadelmawla, M.M. Koura, T.M.A Maksoud, I.M. Elewa, and H.H. Soliman. Roughness parameters. *Materials processing technology*, 123:133–145, 2002.



- [183] Brian D. Hosterman. Raman spectroscopic study of solid solution spinel oxides. 2011.
- [184] W.C. Oliver and G.M. Pharr. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Mater. Res.*, 7:1564–1583, 1992.
- [185] M. Schneider, M. Muller, R. Fabbro, and L. Berthe. Study of hole properties in percussion regime with a new analysis method. *Laser Micro/Nanoeng*, 2:128–32, 2007.
- [186] Narendra B. Dahotre. *Integrated computational and experimental approach to control physical texture during laser machining of structural ceramics*. PhD thesis, UNIVERSITY OF NORTH TEXAS, 2013.
- [187] H. Biermann, U. Tetzlaff, H. Mughrabi, B. Grossmann, S. Mechsner, and T. Ungar. Investigations on the origin and effect of anomalous rafting. *Superalloys 2000*, pages 525–535, 2000.
- [188] D Texier. *Mesure et évolution des gradients de propriétés mécaniques dans le système superalliage*. PhD thesis, Toulouses, 2013.
- [189] Y. Wu, R. Yang, S. Li, Y. Ma, S. Gong, and Y. Han. Surface recrystallization of a Ni3Al based single crystal superalloy at different annealing temperature and blasting pressure. *Rare Metals*, 31(3):209–214, June 2012.
- [190] J. Meng, T. Jin, X. Sun, and Z. Hu. Effect of surface recrystallization on the creep rupture properties of a nickel-base single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering: A*, 527(23):6119–6122, September 2010.
- [191] R.T. Wu, K. Kawagishi, H. Harada, and R.C. Reed. The retention of thermal barrier coating systems on single-crystal superalloys: Effects of substrate composition. *Acta Materialia*, 56(14):3622–3629, August 2008.
- [192] R. K. Ganesh, A. Faghri, and Y. Hahn. A generalized thermal modeling for laser drilling process—I. Mathematical modeling and numerical methodology. *International journal of heat and mass transfer*, 40(14):3351–3360, 1997.
- [193] J. Girardot, P. Lorong, L. Illoul, N. Ranc, M. Schneider, and V. Favier. Modeling laser drilling in percussion regime using constraint natural element method. *International Journal of Material Forming*, October 2015.
- [194] Adrian H. A. Lutey. An improved model for nanosecond pulsed laser ablation of metals. *Journal of Applied Physics*, 114(8):083108, 2013.
- [195] D. Autrique, Z. Chen, V. Alexiades, A. Bogaerts, B. Rethfeld, and Claude Phipps. A multiphase model for pulsed ns-laser ablation of copper in an ambient gas. In *AIP Conference Proceedings-American Institute of Physics*, volume 1464, page 648, 2012.

- [196] A. Soveja, J. M. Jouvard, and D. Grevey. Metal surface laser texturing: multiphysics modelling of a single impact effect. In *Excerpt from the Proceedings of the COMSOL Users Conference*, 2007.
- [197] R. Kelly and R.W. Dreyfus. On the effect of knudsen layer formation on studies of vaporization, sputtering and desorption. *Surface Science*, 198:263–276, 1988.
- [198] A. Miotello, A. Peterlongo, and R. Kelly. Laser-pulse sputtering of aluminium gas-dynamic effects with recondensation and reflection conditions at the knudsen layer. 1995.
- [199] R. Wester. Laser-induced Vaporization. pages 93–111, Berlin, 2011. RWTHedition.
- [200] L. Rougier. *Simulation de la Formation des microstructures dans les Superalliages à Base de Nickel de Type AM1 durant la Solidification et les Traitements Thermiques*. PhD thesis, ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE, 2013.
- [201] J.Y. Hwang, S. Nag, A.R.P. Singh, R. Srinivasan, J. Tiley, and G.B. Viwanathan. Compositional Variations between Different Generations of gamma prime Precipitates Forming during Continuous Cooling of a Commercial Nickel-Base Superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40:3059–3075, 2009.
- [202] M. Vardelle, A. Vardelle, A. C. Leger, P. Fauchais, and D. Gobin. Influence of particle parameters at impact on splat formation and solidification in plasma spraying processes. *Journal of Thermal Spray Technology*, 4(1):50–58, 1995.
- [203] M. Ivošević, V. Gupta, R. A. Cairncross, T. E. Twardowski, R. Knight, and J. A. Baldoni. Effect of Substrate Roughness on Splatting Behavior of HVOF.
- [204] D. Garcia-Alonso, N. Serres, C. Demian, S. Costil, C. Langlade, and C. Coddet. Pre-/During-/Post-Laser Processes to Enhance the Adhesion and Mechanical Properties of Thermal-Sprayed Coatings with a Reduced Environmental Impact. *Journal of Thermal Spray Technology*, 20(4):719–735, March 2011.
- [205] M.Y He and J. W. Hutchinson. Kinking of a crack out of an interface. *Journal of Applied Mechanics*, 56:270–278, 1989.
- [206] S. Barradas, R. Molins, M. Jeandin, M. Arrigoni, M. Boustie, C. Bolis, L. Berthe, and M. Ducos. Application of laser shock adhesion testing to the study of the interlamellar strength and coating–substrate adhesion in cold-sprayed copper coating of aluminum. *Surface and Coatings Technology*, 197(1):18–27, July 2005.
- [207] T. Antoun, L. Seaman, D.R. Curran, G.I. Kanel, S. Razorenov, and A.V. Utkin. *Spall fracture*, volume 1 of *Springer Verlag*. New York, 2003.
- [208] S. Barradas. *Etude d’adhérence avec choc laser*. PhD thesis, Mines de Paris, 2004.
- [209] Jistine Ang, Akihiro Sato, Kyoko Kawagishi, and Hiroshi Harada. The Oxidation Characteristics of the GAMMA.-. GAMMA.’Tie-Line Alloys of a Nickel-Base Superalloy. *Materials transactions*, 47(2):291–294, 2006.

- [210] E. N. Fedorova, D. Monceau, D. Oquab, and S. A. Khudonogov. High-temperature oxidation of nickel-based alloys and estimation of the adhesion strength of resulting oxide layers. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 47(3):347–353, May 2011.
- [211] H. Echsler, V. Shemet, M. Schütze, L. Singheiser, and W. J. Quadakkers. Cracking in and around the thermally grown oxide in thermal barrier coatings: A comparison of isothermal and cyclic oxidation. *Journal of Materials Science*, 41(4):1047–1058, February 2006.
- [212] W. R. Chen, X. Wu, and D. Dudzinski. Influence of Thermal Cycle Frequency on the TGO Growth and Cracking Behaviors of an APS-TBC. *Journal of Thermal Spray Technology*, 21(6):1294–1299, October 2012.
- [213] E. N. Fedorova, D. Monceau, and D. Oquab. Quantification of growth kinetics and adherence of oxide scales formed on Ni-based superalloys at high temperature. *Corrosion Science*, 52(12):3932–3942, 2010.
- [214] D.U. Furrer and H.J. Fecht. gamma prime formation un superalloy U720li. *Scripta Materialia*, 40(11):1215–1220, 1999.
- [215] D. Autrique, V. Alexiades, and H. Khanal. Hydrodynamic modeling of ns-laser ablation. In *Electronic Journal of Differential equations, conference*, volume 20, pages 1–14, 2013.
- [216] R. Knight. Theoretical modelling of rapid surface vaporization with back pressure. *AIAA J.*, 17:519–523, 1979.
- [217] Y.L. Chen, J.W.L. Lewis, and C. Parigger. Spatial and temporal profiles of pulsed laser-induced air plasma emissions. *Journal of quantitative spectroscopy and radiative transfer*, 67:91–103, 2000.
- [218] M. Ranjbar-Far. *Simulation numérique du comportement thermomécanique de systèmes multicouche -cas tbc*. PhD thesis, Limoges, 2010.

---

# Annexes



## 1 Annexe 1 : Méthode vibratoire

Afin de déterminer les constantes d'élasticité des revêtements étudiés, une méthode vibratoire a été employée. Les essais ont été réalisés sous vide primaire à la température ambiante en flexion libre sur fils suivant la norme ASTM E-1876 00. Pour les échantillons massifs, la relation reliant le module d'Young longitudinal à sa fréquence de résonance en flexion est :

$$E = 0.9464\rho F^2 \frac{L^4}{L^2} \quad (1)$$

F est la fréquence de résonance de flexion,  $\rho$  la masse volumique, L la longueur et B l'épaisseur de l'échantillon. Pour déterminer le module d'un revêtement déposé sur un substrat, on fait une mesure différentielle : on mesure d'abord la fréquence de résonance du substrat (qui donne par la formule précédente le module du substrat) puis la fréquence de résonance du composite qui permet de déterminer le module de Young du revêtement grâce à la formule :

$$\left(1 + \frac{\Delta F}{F_s}\right)^2 = \frac{1 + \epsilon^3 \left(\frac{E_d}{E_s} + \frac{3\epsilon(1+\epsilon)^2(E_d/E_s)}{1+\epsilon(E_d/E_s)}\right)}{1 + \epsilon(\rho_d/\rho_s)} \quad (2)$$

s et d sont les indexations respectives du substrat et du dépôt et  $\epsilon$  est le rapport des épaisseurs revêtement/substrat. Cette formulation est analytique (poutre composite en flexion dynamique) et suppose seulement que l'adhésion du revêtement soit parfaite (continuité élastique). Cette méthode nécessite de connaître avec précision la masse volumique du dépôt ce qui n'est pas toujours facile à obtenir en particulier pour les films minces. Dans cette étude, les masses volumiques ont été calculées par pesée différentielle (voir plus loin). De même l'épaisseur moyenne du dépôt doit être mesurée le plus précisément possible. Enfin le protocole expérimental utilisé est généralement le suivant : on mesure d'abord le composite puis après enlèvement du dépôt on mesure le module du substrat. On s'affranchit ainsi des évolutions possibles (épaisseur, élasticité) du substrat lors de l'élaboration du revêtement (en particulier avec les méthodes apportant de l'énergie) qui faussent la calibration du substrat.

Les échantillons 25 x 4 x 2.5 mm<sup>3</sup> ont été prélevés par découpe disque diamant à faible vitesse de rotation afin d'éviter tout dommage au revêtement fragile. Trois échantillons ont été préparés dans les sens longitudinal et transverse (sens définis par rapport à la géométrie de la plaque). Un léger polissage a été effectué afin d'éliminer la rugosité de surface des barrières. Un dépôt épais de 15 mm a été créé et une poutre en a été extraite afin d'avoir le module dans l'épaisseur.

Table 1: Module de Young

Orientation	Longitudinal	Transverse	Épaisseur
Module de Young (GPa)	59.0	58.2	33.2

## 2 Annexe 2 : Modélisation thermo-hydraulique de l'interaction laser-matière

### 2.1 Répartition de l'énergie

Afin de décrire l'interaction entre le faisceau laser et la cible lors du processus d'ablation laser, un modèle thermique a été développé. C'est un modèle 2D axisymétrique, où l'axe de symétrie correspond à celui du faisceau laser. Dans le présent travail, la symétrie cylindrique que présente l'interaction laser-matière et du plasma permet de réduire l'étude à une approche en 2-D suivant les directions radiale et axiale ( $r, z$ ) tel que montré sur la Figure 1. L'approche macroscopique utilisée dans ce modèle est justifiée par le fait que l'impulsion laser est de l'ordre de quelques nanosecondes et que l'ablation se réalise sur des métaux. Dans ce cas, le rayonnement laser est absorbé par des électrons libres présents dans le métal. Ces électrons excités entrent en collisions avec des phonons de la structure cristalline du métal en leur transférant une partie de l'énergie absorbée. Comme le temps de relaxation de l'énergie dans les métaux est de l'ordre de  $10^{-13}$  s, on peut considérer que dans le cas de l'impulsion laser nanoseconde l'énergie du rayonnement laser est instantanément transformée en chaleur. En réalité, l'irradiance du faisceau laser est caractérisée par une distribution spatiale et une évolution temporelle. Dans le but d'être plus proche des conditions réelles, nous considérons que la répartition spatiale d'irradiance laser est gaussienne et que son profil temporel est décrit par une fonction appelée « pulse » caractérisée par une largeur à mi-hauteur de 100 ns . Le produit de ces deux fonctions représente la fonction d'irradiance du faisceau laser utilisée dans ce modèle :

$$I_{las}(r, t) = 2I_0 \exp\left(-\frac{2r^2}{R^2}\right) \cdot 4\left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right) \cdot \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (3)$$

$r$  représente la distance radiale de l'axe du faisceau laser,  $t$  l'intervalle de temps depuis le déclenchement d'impulsion laser,  $R$  le rayon du faisceau laser focalisé sur l'échantillon (le rayon de la tâche focale) et  $\tau$  un paramètre temporel qui a été ajusté à la valeur 38ns afin d'obtenir la largeur à mi-hauteur d'impulsion laser. En intégrant la fonction  $I(r, t)$  par la surface et par le temps, nous obtenons l'énergie dépensée par une impulsion laser :

$$E = I_0 R^2 \pi 2\tau_{fit} \quad (4)$$

Alors, on peut calculer la valeur de l'irradiance laser moyenne  $I_0$  en introduisant les valeurs correspondantes d'énergie par impulsion laser  $E$  et d'aire de la tâche focale, qui ont été mesurées. L'irradiance varie donc de 1 à 0,01 GW.cm<sup>-2</sup>. La distribution de la température dans la cible peut être déterminée en résolvant l'équation de diffusion de la chaleur :

$$\rho(T)(C_P(T) + DL_f) \frac{\partial T(\vec{r}, t)}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot (-k(T) \vec{\nabla} T(\vec{r}, t)) = 0 \quad (5)$$

où  $T(r, t)$   $r$  est la température dans la cible (en fonction des coordonnées spatiales et de temps). Cette équation fait intervenir les propriétés thermo-physiques du matériau, comme la masse volumique, la chaleur spécifique et la conductivité thermique. En général,

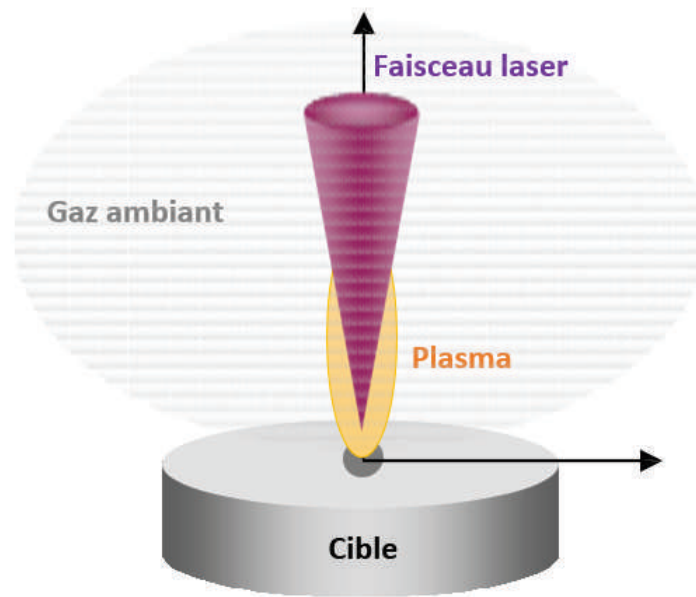


Figure 1: Représentation du problème traité

toutes ces propriétés du matériau dépendent de la température. Par contre, dans ce modèle, la masse volumique, la chaleur spécifique et la conductivité thermique sont exprimées comme une fonction de température. Avec l'augmentation de la température dans la cible, la fusion du matériau apparaît. Le changement de phase du matériau (état solide  $\rightarrow$  état liquide), conduit au changement des valeurs de ses propriétés : masse volumique, chaleur spécifique et conductivité thermique. Lors de la résolution numérique de l'équation de diffusion de la chaleur, un changement rapide des paramètres physiques crée des instabilités numériques. Un pallier a été mis en place pour éviter ce problème. De plus l'énergie dépensée lors de la fusion du matériau a été prise en compte en prenant la chaleur latente de fusion et de vaporisation du matériau.

La dynamique de la vaporisation du matériau traité à l'aide d'un faisceau laser est surtout déterminée par la température à la surface de la cible  $T_s(t)$ . Cette température est calculée en utilisant l'équation de conduction thermique, qui prend en compte les paramètres laser et les propriétés du matériau. En général, les paramètres qui caractérisent la vaporisation du matériau sont :

- la pression de la vapeur au-dessus de la cible ;
- le taux de vaporisation ;
- la vitesse de recul.

Dans le cas des conditions expérimentales considérées dans cette étude la vaporisation rapide du matériau apparaît à la surface de la cible. Il existe des relations entre les paramètres caractérisant la vaporisation rapide et la vaporisation normale. Donc, afin de déterminer les paramètres de la vapeur formée au dessus de la cible, il faut d'abord calculer les paramètres correspondant à la vaporisation normale. Dans le cas de vaporisation

normale, le métal liquide est en équilibre avec la vapeur métallique saturée, qui se trouve au-dessus de la cible. La pression de la vapeur métallique saturée peut être déterminée en utilisant la relation de Clausius-Clapeyron :

$$P_v(T_s) = P_{atm} \exp\left(\frac{M \cdot L_v}{R} \left(\frac{1}{T_v} - \frac{1}{T_s}\right)\right) \quad (6)$$

où  $P_{atm}$  est la pression atmosphérique,  $L_v$  la chaleur latente de vaporisation du matériau, et  $T_v$  la température d'ébullition du matériau à la pression atmosphérique. On voit que la pression de la vapeur saturée  $P_v$  est une fonction de la température à la surface de la cible. À partir de la formule de Hertz-Knudsen nous pouvons déterminer le taux de vaporisation (la masse du matériau évaporé par l'unité de la surface en unité de temps) :

$$\frac{\partial M_v}{S \partial t} = \beta P_v(T_s) \sqrt{\frac{m}{2\pi k_b T_s}} \quad (7)$$

où  $m$  la masse d'atome du matériau et  $T_s$  la température à la surface de la cible.  $\beta$  est un facteur de correction pour prendre en compte les particules de la vapeur qui retournent à la surface de la cible. D'après Anisimov [65], 18% des particules de la vapeur retournent à la surface, donc  $\beta = 0.82$ .

Lors d'ablation par un faisceau laser de forte puissance, une vaporisation rapide se produit à la surface du matériau traité. Cette vaporisation rapide a lieu lorsque la densité d'énergie absorbée est beaucoup plus grande que la quantité d'énergie nécessaire pour vaporiser le matériau traité. Knight a développé un modèle pour décrire la vaporisation rapide du matériau à partir d'une interface liquide-vapeur en milieu atmosphérique lors de l'ablation laser, appelée couche de Knudsen [215], cette couche étant considérée comme une discontinuité hydrodynamique (en introduisant des conditions de saut pour exprimer le bilan de masse, de quantité de mouvement et d'énergie. A partir de cela, il a déterminé les conditions de saut  $T_k/T_s$ ,  $\rho_k/\rho$  et  $P_k/P_s$  qui caractérisent la couche de Knudsen. La couche de Knudsen est caractérisée par un changement discontinu des paramètres de la vapeur, c'est-à-dire la température, la masse volumique, la vitesse et la pression de la vapeur [216]. Les relations entre les paramètres de vapeur à la limite externe de la couche de Knudsen et les paramètres de la vapeur saturée valent 0.67, 0.31 et 0.21 respectivement.

La vapeur formée au dessus de la cible contient des atomes et des électrons libres provenant du métal irradié. Ces électrons, faisant partie de la vapeur métallique, commencent à absorber l'énergie du faisceau laser suivant le processus de bremsstrahlung inverse (dominant pour les longueurs d'onde infra-rouge). Chen et al. [217] montre qu'une grande partie du rayonnement laser est absorbée durant l'interaction lorsqu'il y a claquage de la vapeur saturée. Ainsi lorsque l'énergie du laser correspond au seuil de claquage de la vapeur, un pourcentage d'absorption de 90% a été utilisé.

## 2.2 Modélisation 2D axisymétrique

Le modèle numérique développé permet de déterminer l'évolution dynamique du champ de température  $T(r, z, t)$  ainsi que les dimensions du domaine fondu dans une cible d'aluminium ou d'AM1 soumise à une impulsion laser focalisée. Le domaine de calcul et son maillage sont représentés sur la figure (2) ci-dessous.

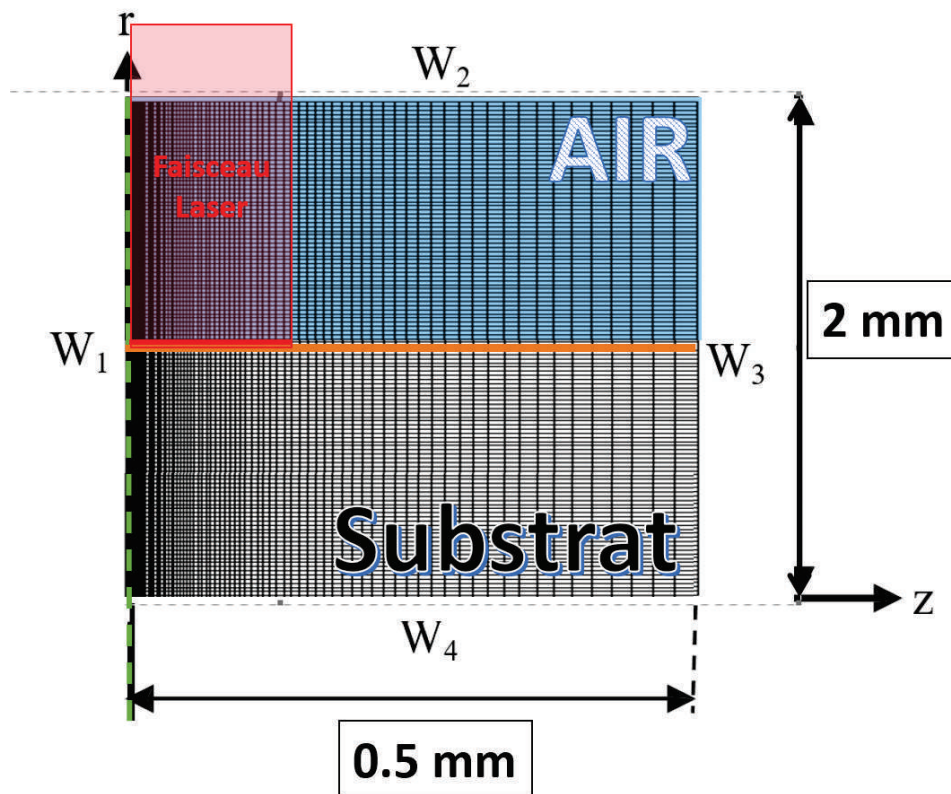


Figure 2: Schéma d'une cible cylindrique avec au centre l'impact laser. Deux zones distinctes correspondant à l'air et le substrat sont représentées par le rectangle maillé incluant les frontières du domaine  $W_1$ ,  $W_2$ ,  $W_3$  et  $W_4$ . Le faisceau laser impacte l'interface des deux domaines

Les frontières du domaine  $W_1$  est l'axe de symétrie,  $W_2$  est une condition limite de pression et  $W_3/W_4$  représentent les parois du matériau cible utilisé, on impose sur tout le domaine à l'instant initial une température de 300 K. Sur l'axe  $z$ , axe de symétrie, on impose une condition donnant un flux nul. Sur la surface en rouge de l'interface, la valeur de l'intensité laser est appliquée. Les équations de la chaleur et de Navier-Stokes sont donc résolues en temps avec le logiciel Ansys-Fluent V16.

La fonte/solidification est gérée par une technique dite "enthalpy-porosity" qui permet de calculer dans chaque cellule la partie sous la forme liquide est ainsi y associée les équations et les propriétés correspondantes pour la résolution à chaque itération. La discontinuité de la couche de Knudsen et la pression de recul sont calculées grâce à un UDF (Used Defined Function). Les températures maximales et vitesses sont ensuite analysées à chaque itération afin de déterminer les cinétiques de solidification et les vitesses d'éjection.



```

#include "udf.h"

DEFINE_PROFILE(vel_profile , t , i)
{
    real x[ND_ND];          /* this will hold the position vector */
    real y;
    face_t f;

    begin_f_loop(f , t)
    {
        F_CENTROID(x , f , t);
        y = x[1];
        if(y>1e-5)
        {
            F_PROFILE(f , t , i) = -20;
        }
        else
        {
            F_PROFILE(f , t , i) = 50;
        }
    }
    end_f_loop(f , t)
}
/*DEFINE_EXECUTE_AT_END(execute_at_end)
{
    Domain *d;
    Thread *t;
    cell_t c;
    begin_c_loop (c , t)
        if (C_R(c , t)>2000.0)
        {
            C_UDMI(c , t , 0) = C_V(c , t);
        }
    end_c_loop (c , t)
}*/

```

### 3 Annexe 3 : Modélisation de l'impact de particule dans une cavité

La simulation de l'impact de particules de NiAl de différents diamètres est mise en œuvre afin d'analyser les mécanismes d'étalement des particules sur différentes surfaces. L'épaisseur d'une lamelle étant de l'ordre de  $1\ \mu\text{m}$ , le maillage est discrétisé par des éléments de  $1\ \mu\text{m}$ . Une axisymétrie est utilisée sur l'axe de la zone cible. La Figure 3 représente la configuration des simulations d'impacts étudiées. Ce travail met en œuvre une méthode numérique VOF avec le logiciel Fluent. Les équations de Navier-Stokes et d'énergie sont résolues en temps par la méthode des volumes finies. Une résistance thermique est posée. Les échanges thermiques avec l'air sont négligés.

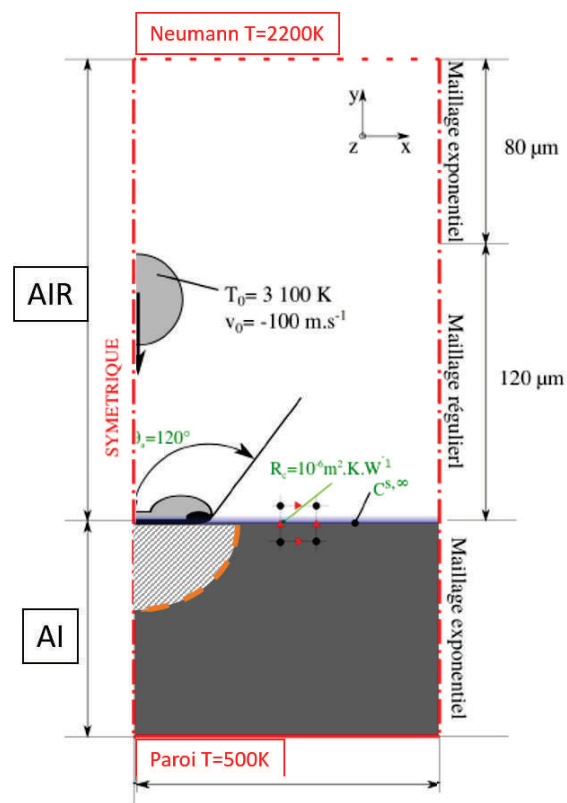


Figure 3: Configuration de la simulation de l'impact de particules de NiAl

### 4 Annexe 4 : Modélisation thermomécanique d'un cyclage thermique

Les sollicitations thermodynamiques des systèmes barrières thermiques sont de nos jours simulées à des fins de prédictions et de dimensionnements. Basées sur les travaux de M.Ranjbar-Far [218], les contraintes et déformations générées lors des essais d'oxydation

isothermes et cyclés ont été modélisées afin d’avoir une idée des endommagements possible pour une interface texturée. Le système barrière thermique retenu sous sollicitations thermiques a donc été modélisé avec le logiciel Abaqus. Les propriétés retenues sont notées en Annexe V.5. Les différentes couches sont modélisées suivant leurs orientations et de manière homogène. Il est vrai que l’homogénéité n’est pas vrai pour les dépôts projetés. Ce travail doit être complété.

La croissance de l’oxyde a été considérée à 1100°C en prenant la constante parabolique de croissance déterminée lors des essais isothermes et cyclés et de manière homogène. La déformation de la couche d’alumine est considérée grâce à une modélisation anisotropique de gonflement (swelling) ainsi l’orientation de la croissance est prise en compte correctement. Le chargement constitue donc un traitement isotherme et cyclés (représenté 4) à 1100°C pour des temps de maintien de 100h et de 100 cycles.

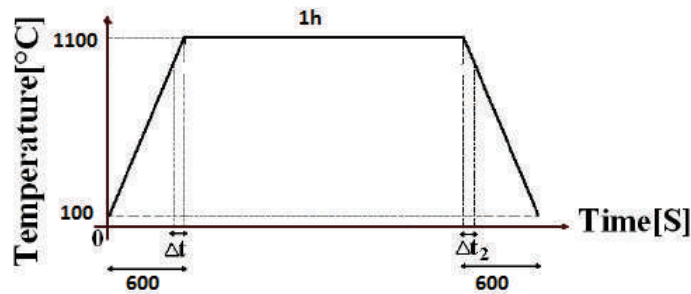


Figure 4: Cycle thermique simulé

L’axisymétrie est imposée sur l’axe principal d’un trou avec dans le même temps une périodicité imposée à l’élément (Figure 5). Il est donc libre de ce déplacer dans une direction seule. Le maillage utilisé est du type CAX8RT (8-node axisymmetric thermally coupled quadrilateral, biquadratic displacement, bilinear temperature, reduced integration). Les contraintes et déformations peuvent être ainsi visualisées au cours du temps de maintien ou des cycles thermiques.

## 5 Annexe 5 : Propriétés matériaux

Les propriétés matériaux utilisés dans les différents modèles sont présentés dans le tableau suivant :

Les propriétés de l’AM1 sont anisotropes (valeurs du module de Young noté pour  $\langle 001 \rangle$ ) et les variations des propriétés en température ont été prises en compte pour la modélisation de cyclage thermique.

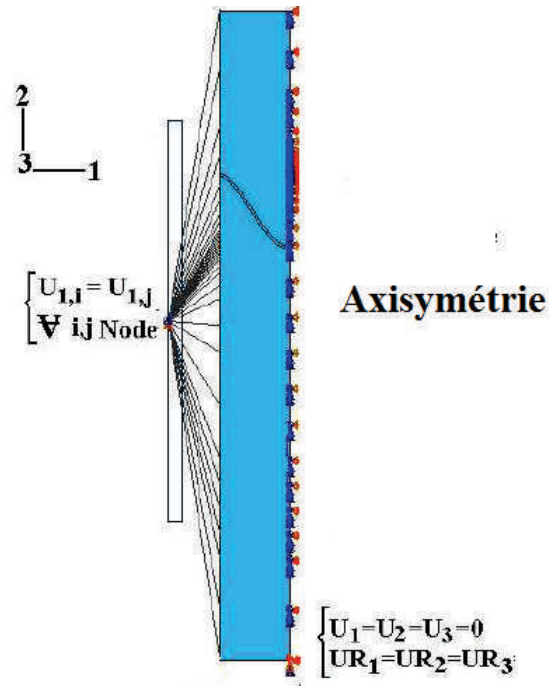


Figure 5: Géométrie modèle

Table 2: Propriété

	Symbole	Unité	Al2017	AM1
Masse volumique (solide)	$\rho_s$	kg.m <sup>-3</sup>	2700	8590
Masse volumique (liquide)	$\rho_l$	kg.m <sup>-3</sup>	2380	7810
Conductivité (solide)	$\kappa_s$	W.(m.K) <sup>-1</sup>	235	90
Conductivité (liquide)	$\kappa_l$	W.(m.K) <sup>-1</sup>	100	189
Capacité thermique (solide)	$C_s$	J.(m.K) <sup>-1</sup>	900	440
Capacité thermique (liquide)	$C_l$	J.(m.K) <sup>-1</sup>	1180	880
Enthalpie fusion	$L_m$	J.kg <sup>-1</sup>	397.10 <sup>3</sup>	297 <sup>3</sup>
Enthalpie vaporisation	$L_v$	J.kg <sup>-1</sup>	1080 <sup>8</sup>	6311 <sup>3</sup>
Température fusion	$T_m$	K	933	1728
Température vaporisation	$T_v$	K	2794	3186
Enthalpie fusion	$L_m$	J.kg <sup>-1</sup>	397.10 <sup>3</sup>	297 <sup>3</sup>
Enthalpie vaporisation	$L_v$	J.kg <sup>-1</sup>	1080 <sup>8</sup>	6311 <sup>3</sup>
Module de Young	E	GPa	70	130 suivant <001>
Coeff. de Poisson	$\nu$		0.33	0.408

Table 3: Propriétés des différents éléments du système retenu

Propriétés	unités	YSZ	TGO	AM1
T	°C	100/400/800/1100	100/400/800/1100	100/400/800/1100
E	GPa	30/-/-/20	380/-/338/312	123/124/96/72 - <001>
$\nu$	-	0.1	0.27	0.4
$\kappa$	W.(m.K) <sup>-1</sup>	1	25	90
$\sigma_y$	MPa	25	25	1000/1050/800/300
C	J.(m.K) <sup>-1</sup>	483	483	440
$\alpha$	$\times 10^6$ °C <sup>-1</sup>	9.7/-/9.9/10.3	9.7/-/9.9/10.3	12/13/14.5/15.3





# Liste des publications

Ce travail a été valorisé notamment par des publications dans des journaux internationaux à comité de lecture et lors de communications à des congrès nationaux et internationaux.

## 1 Journaux à comité de lecture (6)

- **Kromer R.**, Costil S., Verdy C., Liao H. , Laser surface patterning to enhance adhesion bond strength of thermal spray coatings – Cold Spraying, Wire-arc spraying, and Atmospheric Plasma Spraying, *Surface and Coating Technology*, en révision, 2016
- **Kromer R.**, Gojon S., Raelison R.N., Costil S., Verdy C., Liao H. , Mechanical adhesion enhanced by laser surface patterning to coating-substrate bonding in Cold Spray, *Journal of materials processing technology*, en révision, 2016
- Courapied D., **Kromer R.**, Berthe L., Peyre P., Costil S., Cormier J., Boustie M., Mulhet X., Laser adhesion test for thermal sprayed coatings on textured surface by laser, *Journal of Laser Applications*, 28, 2, 2016, doi.org/10.2351/1.4944451
- **Kromer R.**, Costil S., Cormier J., Role of powder granulometry and topography in thermal spray coating in adhesion bond strength, *Surface and Coating Technology*, doi.org/10.1006/016-0411-y, 2015
- **Kromer R.**, Costil S., Cormier J., Courapied D., Berthe L., Peyre P., Laser patterning pretreatment before thermal spraying: a technique to adapt and control the surface topography to thermomechanical loading and materials, *Journal of Thermal Spray Technology*, 25, 401-410, 2016, doi.org/10.1007/s11666-016-0386-8
- **Kromer R.**, Costil S., Cormier J., Courapied D., Berthe L., Peyre P., Boustie M., Laser surface patterning to enhance adhesion of plasma sprayed coatings, *Surface and Coating Technology*, 278 171-182, 2015, doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.07.022

## 2 Conférences internationales à comité de lecture (12)

- Aubignat E., **Kromer R.**, Costil S., Langlade C., Manufacturing of copper coatings on aluminum and organic substrates by low pressure cold spray, *Surface Modification Technologies*, SMT30, 29 Juin - 1 Juillet 2016, Milan, Italie

- **Kromer R.**, Danlos Y. , Costil S., Moskal D., Houdkova S., Deposition characteristics of metallic particles on different classes of substrates using laser surface texturing for cold spraying process, *Surface Modification Technologies*, SMT30, 29 Juin - 1 Juillet 2016, Milan, Italie
- **Kromer R.**, Costil S., Moskal D., Houdkova S., Laser treatments (ns, ps) on aluminum substrate to create hydrophobic surfaces for molding process, *Surface Modification Technologies*, SMT30, 29 Juin - 1 Juillet 2016 ,Milan, Italie
- Costil S., **Kromer R.**, Gojon S., Aubignat E., Verdy C., Liao H., Laser-induced surface texturing of metal or organic substrates for structural adhesive bonding , *Processing and Manufacturing of advanced materials*, THERMEC2016, 29 Mai - 3 Juin 2016, Graz, Autriche
- **Kromer R.**, Gojon S., Raelison R.N., Costil S., Verdy C., Liao H., Deposition characteristics of metallic particles on different classes of substrates using laser surface texturing for cold spraying process, *Rencontre internationale sur la Projection Thermique*, RIPT7, 9-11 Décembre 2015, Limoges, France
- **Kromer R.**, Soulat R., Costil S., Verdy C., Liao H., Laser patterning prior-treatments in twin wire-arc spraying to promote adhesion by anchoring mechanisms for metallic coating on polymeric surfaces, *Rencontre internationale sur la Projection Thermique*, RIPT7, 9-11 Décembre 2015, Limoges, France
- Courapied D., **Kromer R.**, Costil S., Cormier J., Berthe L., Peyre P., Boustie M., Milhet X., Laser adhesion test for thermal sprayed coatings on textured Surface by Laser, *Application of lasers and electro-optics*, ICALEO2015, 18-22 Octobre 2015, Atlanta, GA, USA
- Moskal D., Kucera M., Smazalova E., Houdkova S., **Kromer R.**, Application of shifted laser surface texturing *Metallurgy and Material*, METAL2015, 3-5 Juin 2015, Brno, République Tchèque
- **Kromer R.**, Costil S., Cormier J., Courapied D., Berthe L., Peyre P., Laser patterning pretreatment before thermal spraying: a technique to adapt and control the surface topography to thermomechanical loading and materials, *International Thermal Spray conference*, ITSC2015, 11-14 Mai 2015, LongBeach, Californie, USA
- Gojon S., **Kromer R.**, Verdy C., Liao H., Costil S., Effect of substrate preparation on the adhesion strength of aluminum alloy sprayed using cold spray process, *International Thermal Spray conference*, ITSC2015, 11-14 Mai 2015, LongBeach, Californie, USA
- Gojon S., **Kromer R.**, Verdy C., Liao H., Costil S., Effect of substrate roughness on the cratering phenomenon in surface coating using cold spray process, *International Thermal Spray conference*, ITSC2015, 11-14 Mai 2015, LongBeach, Californie, USA

### 3 Poster (2)

- **Kromer R.**, Costil S., Cormier J., Laser surface prior preparation: surface treatments processes to enhance adhesion of thermal sprayed coating, Summer school on Lasers in Materials Science, SLIMS2014, 13-20 Juillet, 2014, Venise, Italie
- Kromer R., Costil S., Cormier J., Laser surface prior preparation: surface treatments processes to enhance adhesion of thermal sprayed coating, Ingédoc2014, 10 Avril, 2014, Sévenans, France



# SPIM

## Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques  
UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

N° 2 | 9 | 7

THÈSE présentée par

**ROBIN KROMER**

pour obtenir le

Grade de Docteur de

l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Spécialité : **Matériaux et Simulations numériques**

### Étude des effets des préparations de surface avant projection thermique - Application barrière thermique

Effects on adhesion mechanisms of prior-surface treatments before thermal  
spraying: Thermal barrier coating

Unité de Recherche :  
IRTES-LERMPS

Soutenue publiquement le 5 Décembre 2016 devant le Jury composé de :

MR. DANIEL MONCEAU	Président	Directeur de Recherche CNRS, ENSIACET Toulouse
MR. ALAIN DENOIRJEAN	Rapporteur	Directeur de Recherche CNRS, Université de Limoges
MR. FERNANDO PEDRAZA-DIAZ	Rapporteur	Professeur des Universités, Université de la Rochelle
MR. LUC BIANCHI	Examineur	Docteur-Ingénieur, groupe Safran
MR. LAURENT BERTHE	Examineur	Directeur de Recherche CNRS, Arts et Métiers ParisTech
PROF. SOPHIE COSTIL	Directeur de thèse	Université de Technologie de Belfort-Montbéliard
DR. JOHNATHAN CORMIER	Co-directeur de thèse	École nationale supérieure de mécanique et d'aéronautique







## Résumé :

L'adhésion d'un revêtement sur son substrat est l'objectif principal à atteindre pour tous traitements de surface afin de pouvoir apporter les propriétés requises. Pour promouvoir un tel effet, des traitements conventionnels existent basés sur les phénomènes d'ancrage mécanique (mécanisme principale de l'accroche) mais restent limités dans leur usage et dans la tenue. Pour s'affranchir de telles limitations, la texturation laser apparaît prometteuse par une adaptation de la topographie de surface à façon privilégiant un ancrage mécanique important. Selon la morphologie des motifs, deux modes de rupture peuvent être identifiés à partir de contraintes de traction et de cisaillement locales. La tenue du revêtement est fonction donc de la surface totale en contact mais aussi de la répartition spatiale et de la morphologie des motifs, la seule limite restant la cohésion du dépôt. Les revêtements barrière thermique sont l'application visée de cette étude avec comme objectif une optimisation de leur durabilité à chaud (oxydation, fluage). Pour s'affranchir des limitations retenues par la sous-couche, l'objectif de cette étude a consisté à remplacer cette dernière par une topographie de surface spécifique du substrat permettant un ancrage mécanique suffisant aux chargements mécaniques et thermiques subis par les aubes de turbines hautes températures. En considérant le cas d'un revêtement de Zircone projeté sur un superalliage monogranulaire base nickel, une topographie optimale du substrat a donc été envisagée par texturation laser. Le remplissage des surfaces texturées par des particules fondues projetées a été étudié afin de minimiser le nombre de défauts proches de l'interface et maximiser les effets de ruptures mixtes. Les mécanismes de perçage ont été étudiés grâce à une modélisation thermohydraulique et une validation post-mortem des échantillons. La microstructure du substrat en extrême surface pouvant être modifiée par les effets thermiques induits par laser, les mécanismes d'endommagements dû à l'oxydation et à l'allongement viscoplastique à hautes températures ont donc été isolés par des essais sous flux thermiques isothermes et cyclés, de fluage et de fatigue thermomécanique. Les variations interfaciales générées par le traitement conventionnel (sablage) et la texturation laser ont démontré alors des durées de vie distinctes avec un effet en particulier bénéfique du traitement laser face à des conditions aéronautiques.

**Mots-clés :** texturation laser, projection thermique, système barrière thermique, adhérence, durée de vie

## Abstract:

Coating adhesion is required to promote specific surface properties by thermal spraying. Conventional prior-surface treatments have been developed to create anchoring zones but the adhesion strength and their applications are limited. Laser surface texturing increases and adapts the adhesion surface. Therefore, two interface failure modes have been related to texture morphologies for tensile and shear stresses. The energy released rate at the interface increases up to coating toughness when the crack path is sharp. Mixed-mode failures have been observed with adhesive and cohesive cracks around and above pattern respectively. So, the adhesion strength is function of the contact area precisely linked to pattern distribution and morphology. Thermal barrier coating system without bond coat life-span has been evaluated for thermomechanical stresses (YSZ coating on single crystal based Nickel). The bond coat has been replaced by an adapted substrate surface topography. According to the laser parameters (energy per pulse, pulse numbers, pattern morphology can be created. Therefore, textured surface filling by melted particles has been studied to minimize interface defaults and create mixed-mode failures for during plasma spray coatings. The drilling mechanisms have been evaluated by numerical modeling and experimental analysis. The pattern dimensions and heat affected zones have been identified. The laser treatment changes the microstructure locally. Oxidation tests have then been performed to study the surface pre-treatments effect on oxide nature and mass gain rate. The damaging mechanisms have been studied under isotherm and cyclic high temperature tests and also under creeping and thermo-mechanical fatigue tests. Grit-blasting changes the natural oxides, limits life-span and bucking failure mode have then been observed. Natural oxides have been analyzed for textured substrates also but anchoring mechanism enables large life-span under high temperature tests. Mechanical applied stresses (constant and cyclic) validate the beneficial effects of patterned surfaces. The interface is stronger than the coating toughness and the patterns do not create early cracks under thermo-mechanical solicitations.

**Keywords:** laser surface texturing, thermal spray, thermal barrier coating, adhesion, life-span

SPIM