# Comportement en fatigue thermomécanique à haute température d'un système barrière thermique texturé par laser

Lucille Despres

▶ **To cite this version:**

Lucille Despres. Comportement en fatigue thermomécanique à haute température d'un système barrière thermique texturé par laser. Matériaux. Université Bourgogne Franche-Comté, 2020. Français. NNT : 2020UBFCA030 . tel-03164978

**HAL Id: tel-03164978**
**https://theses.hal.science/tel-03164978**

Submitted on 10 Mar 2021

**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.

**THESE DE DOCTORAT DE L'ETABLISSEMENT UNIVERSITE BOURGOGNE FRANCHE-COMTE**

**PREPAREE A L'UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBÉLIARD**

Ecole doctorale n°37

Sciences physiques de pour l'ingénieur et microtechniques - SPIM

**Doctorat de Matériaux**

Par

**Lucille DESPRES**

# Comportement en fatigue thermomécanique à haute température d'un système barrière thermique texturé par laser

Thèse présentée et soutenue à Sévenans, le 22 Décembre 2020

Composition du Jury :

| | | |
|---|---|---|
| M. Berthe Laurent | Directeur de Recherche, Arts et Métiers ParisTech | Président |
| M. Pedraza Fernando | Professeur des Universités, Université de La Rochelle | Rapporteur |
| M. Denoirjean Alain | Directeur de Recherche, Université de Limoges | Rapporteur |
| M. Esin Vladimir | Chargé de Recherche, MINES ParisTech | Examinateur |
| M. Cariou Romain | Ingénieur, Safran | Examinateur |
| Mme. Costil Sophie | Professeur des Universités, UTBM | Directrice de thèse |
| M. Cormier Jonathan | Maitre de conférences, ENSMA | Co-encadrant de thèse |

*"Live as if you were to die tomorrow. Learn as if you were to live forever."*

Mahatma Gandhi

*"Hakuna Matata"*

Timon et Pumba

# Remerciements

Ces travaux n'auraient pu aboutir sans la collaboration étroite entre le groupe Safran et deux laboratoires l'ICB-LERMPS et l'institut Pprime. La complémentarité des savoir-faire, et les divers échanges, m'ont permis d'atteindre les objectifs fixés et de m'enrichir à bien des niveaux. Il m'est alors essentiel de remercier l'intégralité des acteurs de ces travaux de thèse ainsi que mes proches pour leur soutien inconditionnel. Alors, accrochez-vous car il y en a du monde !

Je souhaite donc dans un premier temps remercier l'ensemble des membres du jury qui ont gracieusement accepté d'évaluer cette thèse. Un grand merci à Mr. Laurent Berthe pour avoir présidé cette soutenance et pour ses interventions pertinentes. Je souhaiterais également adresser mes remerciements à Mr. Fernando Pedraza qui a su, lors de cette soutenance, me challenger et proposer des discussions fort intéressantes. Merci à Mr. Alain Denoirjean pour sa lourde tâche de rapporter ces travaux et, surtout, pour m'avoir accordé sa confiance en me prenant en post-doc. Je remercie particulièrement Mr. Vladimir Esin pour la qualité de nos échanges et pour ne pas m'en avoir trop voulu lorsque j'ai écorché son nom de famille sur la première version de ce manuscrit. J'apprécie d'ailleurs grandement que vous vous soyez déplacé jusqu'à Belfort pour assister à cette soutenance et ce malgré la crise sanitaire.

Que serait une thèse sans ses encadrants ? Je ne pense pas qu'on puisse avoir des sentiments neutres à leur égard, on est obligé à la fois de les détester et de les adorer car la thèse a ce puissant pouvoir d'exacerber les ressentis. Mais, in fine, que reste-t-il ? Bien évidemment, une immense gratitude.

Je voudrais donc te remercier Romain pour toute la bienveillance que tu as eue à mon égard lors de ces quelques années. Tu as constamment cherché à ce que je m'épanouisse dans mes travaux, à ce que je me forme et que j'acquière de multiples compétences. Une part de moi regrette de ne pas avoir passé plus de temps à PFX pour pouvoir apprendre davantage de toi et de nos échanges. Tu as été un encadrant exceptionnel et j'espère avoir l'occasion de retravailler avec toi.

Sophie, je te remercie d'avoir eu confiance en moi et de m'avoir laissé suivre ma propre voie. Je sais que pour toi ça n'a pas dû être facile de me laisser retourner à Poitiers, ni même de me laisser faire cette construction atypique de manuscrit, mais je ne te remercie de m'avoir laissé prendre mon envol. Grâce à toi et à ton encadrement, j'ai su grandir scientifiquement et culturellement, ce qui m'a permis de m'épanouir dans cette thèse.

Jo, je ne trouverai jamais les mots justes qui me permettront d'exprimer toute la gratitude et la sympathie que je ressens pour toi. À tes côtés, j'ai pu me construire et prendre confiance en moi et en ce que je faisais. Un grand merci pour ta patience, ta disponibilité, ton énergie, ton dévouement, ta générosité et ton amitié. Tu n'as pas fini d'entendre parler de moi !

C'est avec beaucoup d'émotion que je t'adresse ces quelques mots Florent (ou Floflo pour les intimes). Cette thèse, c'est aussi la tienne Flo car je n'aurais jamais pu faire ces essais de TGMF sans toi, ni aller aussi loin dans les analyses et la compréhension. Travailler avec toi, sur le banc MAATRE, fut ma partie préférée de cette thèse. Je me rappelle quand tu râlais car je préférais prendre le café au lieu de lancer un essai et tu passais ton temps à me parler de ton fichu badminton. Je garderai en souvenir nos goûts musicaux plus que divergents, les innombrables gramoudous et les rares restos de luxe. Je te remercie grandement d'avoir continuellement surveillé, à mes côtés, ces essais et ce, même les weekends. Je n'en serais pas là sans toi. Bref, c'était bien fun et si jamais tu lances un post-doc sur MAATRE ou bien que tu cherches un remplaçant sur ces activités, penses à moi gros, je vais te le faire tourner moi ce banc !

J'aimerais à présent remercier les différentes équipes qui m'ont largement accompagnées lors de ces travaux.

Je ne peux passer à côté des acteurs principaux de cette thèse, je pense à Lorena, Virginie, Amar et Aurélien. Merci pour l'intérêt constant porté à ces travaux, pour nos échanges et votre soutien perpétuel. J'espère avoir l'occasion de retravailler à vos côtés à travers de nombreux projets palpitants. Je voudrais également remercier l'ensemble de l'équipe de PFX que j'ai malheureusement peu vu lors de ces travaux mais qui m'a toujours été d'un grand soutien. Je pense en particuliers à Hugues, Sylvain, Clément, Quentin, Martin, Thomas et Alice avec qui les échanges et le travail furent toujours très intéressants et enrichissants.

Du côté de Belfort, je souhaiterais adresser mes remerciements à l'ensemble de la plat-plat : Christophe, Christian, Geoffrey, Charlie, Lucas, Joël, Emmanuelle, et surtout à toi Yoann car, sans ton aide précieuse, je n'aurais jamais pu texturer ces éprouvettes tubulaires. J'ai une pensée spécifique pour Pierre qui est d'un soutien inébranlable… Tu t'es toujours intéressé à ce je faisais et je me suis toujours sentie à l'aise pour m'épancher et discuter avec toi. Merci pour tout cela Pierre. J'en profite pour remercier Farida et Sophie qui ont toujours su gérer les crises administratives et qui ont su animer tous les repas du midi !

Au tour de l'équipe technique de Poitpoit ! Merci à David pour ton aide autours des tomos et des essais ATG, ce fut un plaisir de travailler avec toi. Merci à Damien qui a toujours accepté de me fabriquer des moules en polymère ^^. Merci à Mickael, Mede, Séraph, Anne-Laure, Francine, Gilbou, Karine, Valoche, Brigitte, Lolo et Jacques pour leur sourire et leur bonne humeur. J'en profite pour remercier la team CEAT composée essentiellement de Guillaume et Sylvie avec qui on a partagé de bons moments ! J'ai une pensée spéciale pour Amélie qui est arrivée tardivement mais qui a toujours été bienveillante à mon égard. J'ai surtout énormément d'affection pour toi, FloOoOooow (ou Florence pour les non intimes). Merci Flo pour ton temps et ton empathie, reste comme tu es car tu fais énormément de bien autour de toi et tu apportes tellement de soutien aux doctorants. Tu as le pouvoir extraordinaire de savoir quand ça ne va pas et de faire en sorte que l'on se confie à toi. Tu fus un peu ma décharge émotionnelle, ce qui m'a permis parfois de ne pas sombrer dans mes émotions. J'ai une pensée pour Delphine qui m'illuminait de son sourire tous les matins. Que serait ce labo sans la dream team Azdine

et Samuel ? Merci pour votre bonne humeur et vos conneries les loulous. Je me rappellerai toujours de ce cigario fumé dans un des casinos de Las Vegas et des ribs sur-grasses impossibles à terminer. Ce séjour aux états unis fut une des choses les plus excitantes et incroyables qui me soient arrivées en 2020 et pendant cette thèse. J'en profite aussi pour remercier Aurel qui depuis notre rencontre lors de ce voyage n'a cessé d'être présente et de m'exprimer son soutien. J'espère désormais vous revoir tous les trois autour d'un bon barbeuk cet été.

La thèse c'est parfois vraiment une galère, on ne cesse de voguer entre les tumultes expérimentaux… Mais les amis que l'on s'y fait nous permettent de ne pas chavirer et de toujours garder le cap !

Là encore, il va y avoir beaucoup de personne à remercier… Je vais donc commencer par les bros de Belbel ! Merci Francky d'avoir été un co-bureau d'exception. J'ai adoré nos échanges et les nombreux moments où l'on embêtait notre Chichu adorée. Merci Chichu de m'avoir bien fait rigoler pendant les mois passés au LERMPS. Merci également à Libin pour ton extrême gentillesse et ta bienveillance, des bisous gros ! Il est temps de remercier ceux avec qui j'ai bien picolé ! Merci à Sabrina, ou beauté des îles, que j'ai peu connu en thèse mais avec qui j'ai tout de même bien rigolé. J'aime tellement ta façon de rager meuf ! J'ai une grosse pensée pour Emilou, le seul mec capable d'enchainer les Paix Dieu sans faillir. Merci gros pour tous les moments passés ensemble comme les sorties à vélo, les soirées jeux et Guitar Hero, les bonnes bouffes, les sorties ski/snow et surtout la picole ! Vivement qu'on puisse se retrouver en festoche ou sur Limoges !

Il va falloir maintenant passer aux nombreux doctorants que l'on rencontre à Pprime… Je me nourris des échanges que je partage avec les gens alors je voudrais remercier Adèle, Satosh, Happy, Prasad (on a encore une certaine soirée à faire gros ^^), Nathan, Mélanie, Romain, Vincent, Quentin, Thiph pour vos sourires et nos discussions. Un grand merci aux italiens Carolina, Marco et Giugiu pour votre tempérament atypique et caliente. Marco, j'espère que tu vas en manger des patates et bon courage pour ta fin de thèse, gros. Giugiu beau goss, si tu savais ô combien tu m'as charmé, jour après jour ! Merci pour tous ces moments de coinches endiablées !

Je vais maintenant m'attarder sur la TEAM'ATEM 2017 (best ATEM ever) ! Ce fut incroyable d'organiser tous ces moments conviviaux à vos côtés. Désolé Paulito de t'avoir imposé la tempête que je suis, surtout lors des phases de ménage tardives mais merci d'avoir été un compagnon de thèse formidable. Caro, j'ai une grosse pensée pour toi, j'ai adoré partager ce bureau avec toi, Camille et Cédric, ce fut rigolo d'en mettre certains mal à l'aise. On a vraiment passé de bons moments tous les quatre. Merci à toi aussi Sami, l'anaconda pour ton sourire charmeur et ta bonne humeur.

J'ai une pensée à présent pour les vieux, oui ces anciens doctorants partis si tôt. J'ai une pensée pour Amélie et Mathieu avec qui j'ai passé de très bons moments. Je pense également à ce bureau d'exception qui fut le B001, j'ai adoré être votre annexe pendant ces débuts de thèse. Merci donc à Sélim, Marina et surtout Bibé, Amélie, Loulou et Françousse (même si tu n'es pas vraiment si vieux) pour ces nombreuses soirées arrosées et moments partagés !

Droudrou, tu as une place particulière dans mon cœur… Merci grosse pour ta bonne humeur et pour avoir toujours pris le temps de me voir lors de mes déplacements parisiens. Le jour de ma soutenance fut celui de la naissance de ta fille, on est liées à jamais ^^.

Alice l'oasis tu fais également parti de la génération des vieux à mes yeux ! Meuf, tu fus la partenaire de conf idéale. J'ai en souvenir les moments à San Dieg, la sortie en boite à Oxford et cette fameuse soirée Diams/bitchage. J'attends toujours de recevoir un Pokémon fait en crochet ;D ! Promis dès que tu rentres en France, je viens vous voir, toi et Sam, à Poitpoit, histoire qu'on se remette quelques petit punch dans le pif !

Emeline, tu es une de « mes copines de thèse » préférées ! Lorsque je pense à toi, il n'y a que des souvenirs de bons moments qui surgissent… Je pense aux soirées pompettes, à la bush de Noël, à tes 25 ans, aux galas et j'en passe. Merci d'être mon amie.

Blanche dois-je te considérer dans les vieux ? Peut-être vu ton âge et le fait que tu étais déjà une post-doc lorsque je t'ai rencontré ! Merci grosse pour tous les moments partagés (on s'est bien marré à MAATRE) et pour être encore là malgré le fait que tu sois partie ! Par contre même si tu es une de mes supers potes, Colcol est à moi !

Je voudrais prendre le temps de remercier ceux que j'appelle encore les nouveaux alors que ça bien plus d'un an qu'ils sont en thèse, mais bon l'année 2020, ne compte pas vraiment. Merci à Flo et Ju, les inséparables, pour vos sourires et les rares soirées passées ensemble. Flo, je vais bientôt te rejoindre sur ton île dans Animal Crossing et je me rappellerai à vie de ta recette des croques monsieur. Ju, je compte bien devenir une experte des puzzles. Guigui, je ne vais pas être capable de te déclarer ma flamme en t'écrivant un poème ^^ ! J'adore le fait que tu sois toujours partant pour sortir et faire des conneries, j'adore quand tu me racontes tes histoires de meufs et je sais qu'il y aura encore bien des soirées ! Max, on a tellement de choses en communs que ce soit nos âmes de romantiques ou nos goûts musicaux particuliers ! Tu es quelqu'un de génial que j'adore réellement. Profitez bien tous les quatre de vos années de thèse pour sortir à fond (aïe je me sens tellement vieille en écrivant cela), et j'aurais voulu partager davantage de temps de thèse à vos côtés ! Merci à vous les loulous !

Je vais prendre le temps d'écrire des remerciements bien plus individuels pour ceux qui ont profondément marqué ma thèse et très probablement ma vie…

Luciana, tu es pleine de vie, attachante et tellement rayonnante. J'ai tellement aimé croiser ton sourire dans les couloirs du labo ! Garde cette joie de vivre qui te caractérise tant ! Je ne veux pas te mettre la pression mais je suis pressée de venir à ton mariage au Brésil ^^ !

Samuel, loulou je voulais te dire un grand merci pour ta bonne humeur perpétuelle. Tu apportes autour de toi tellement d'amour et de joie et tu m'as tellement nourri de cela ! J'ai en souvenirs nos nombreuses soirées chez moi à jouer à Rocket League ou à cuisiner pour les concours pâtissiers. Tu resteras mon défenseur des opprimés préféré et j'espère te voir débarquer à Limoges !

Colcol, ton sourire non avenant va terriblement me manquer. Tu ne te rends pas compte de ce que tu m'as apporté pendant le premier confinement en m'appelant régulièrement,

merci d'être mon amie. Je suis d'ailleurs persuadée que tu es bien plus que ça, la femme de ma vie probablement et sache que je t'attendrai. À défaut de pouvoir conquérir ton cœur, vivement qu'on puisse te voir après ta thèse afin d'enfin te voir à des soirées où tu ne te couches pas à 22h ^^ ! Tu pourras toujours m'appeler au moindre souci grosse, sache le !

Clem's ou si tu préfères Clemsouille, tu es la personne la plus altruiste que je connaisse. Dès que j'ai eu besoin de ton aide quel que soit le problème, tu es venu à ma rescousse (je pense en particuliers au sauvetage de Pouille ou bien de l'ordi chocolaté). Tu fus un peu mon MacGyver pendant cette thèse. Tu ne te rends pas compte de l'amitié que j'ai pour toi gros, ni à quel point tu comptes pour moi. Merci d'être toi et d'être toujours là. J'ai également beaucoup d'affection pour Océane que je suis pressée de retrouver à dos de cheval dans les paysages messins.

Sarah, merci pour ta sympathie et ton extrême gentillesse. En étant dans les remerciements de mes co-bureaux, je souhaite remercier le Rom's avec qui j'ai bien rigolé. J'ai appris à te connaitre sur mes derniers instants de thèse et j'ai pu découvrir un mec génial, rieur, parfois sournois (technique du canoë), passionné et fraternel… Reste comme tu es, gros !

Bon Zouzette, je ne pouvais pas écrire cette simple phrase pour exprimer la réelle affection que j'ai pour toi (surtout que je veux encore bouffer des gyozas)… J'aime tellement la femme bonne vivante et très attachée à la bonne bouffe, que tu es. Notre amour commun pour les bonnes choses a forgé une très belle amitié. J'aime ta sincérité, ton ouverture d'esprit et ta façon de voir les choses importantes de la vie! Nos trajets en voiture (où j'ai beaucoup râlé), ton sourire, ton humour, nos confessions vont me manquer plus que tu ne le crois. Tu es bien plus que ma co-bureaux (la plus chaleureuse de toutes d'ailleurs), tu es une véritable amie. Love you Grosse ! Ps : un jour je verrai Zouzon… ; Pss : Tu vas la déchirer cette thèse meuf et compte sur moi pour être ton roc dans cette période difficile qui est la rédac !

Il est temps de remercier mes deux amours Alicia et Lolo… Lolo, j'aurais toujours en souvenir nos soirées zombiflette, à fumer la pipe, en buvant des bières (ou du vin rouge bordelais) et se gavant de bonbons (vive les soucoupes). Désolé que tu te sois fait maintes fois engueuler car je suis une sacrée mauvaise joueuse. Je tenais à te dire que je suis honorée d'être ta seule et unique pote femelle ^^ ! Je suis pressée de te retrouver sur un snow et de fêter ton enterrement de vie de jeune garçon. Alichiasse… J'ai tellement d'amour pour toi grosse ! Ton vomijouïssement est le plus beau son (ou à défaut le plus drôle) qu'il m'ait été donné d'entendre et je t'en remercie pour cela. Merci pour ton caractère de cochon, ta bonne humeur, ton accent de bonhomme, ton sourire séducteur, et surtout d'être ma meilleure amie. Vivement qu'on puisse retourner boire des margaritas au soleil car on le mérite ! Love you les loulous.

C'est avec beaucoup d'émotions que j'écris ces quelques mots pour les deux hommes de ma thèse avec qui tout a commencé (et fini)… Cyril, tu as tellement été là pour moi et on a vécu tellement de choses passionnantes et éprouvantes ensemble. Tu es l'un de mes amis les plus fidèles et sur lequel je peux entièrement compter. A maintes reprises, tu m'as montré ton dévouement et à quel point notre amitié compte pour toi. Merci gros d'avoir fait partie de la

team déménagement, merci pour nos soirées pyjamas (Broforce, Alien, Call of), nos journées à St Cyr ou à Europapark, nos parties de coinche et autres jeux et pour tous nos moments sportifs (foot, bad, squash). Je trouve que tu es quelqu'un de philanthrope, un moteur pour les autres et je suis tellement heureuse de savoir que la fin de la thèse ne nous sépare pas et que l'on va vivre encore bien des péripéties ! À ce soir pour un petit top 1 des familles ! Love you bro.

Et enfin Nico… Je veux que tu saches que pendant cette thèse tu fus mon Paul, mon ancre. Tu m'as écouté, soutenu, ramassé et encouragé sans relâche. Je savais qu'auprès de toi je pouvais me laisser aller et te montrer toute ma vulnérabilité. Tu m'inspires bien plus que tu le crois car tu es remplis de bonté, de bienveillance et d'amour. Je trouve que ce qui est particulièrement beau dans notre parcours, c'est d'avoir vécu des étapes similaires aux mêmes moments. Je ne pouvais donc pas avoir de meilleur soutien que celui que tu m'as apporté. Encore aujourd'hui tu es l'une des personnes les plus présentes de ma vie et il parait que j'ai les yeux qui brillent quand je parle de toi. Cela est probablement dû à l'immense affection et à tout l'amour que j'ai à ton égard. Tu es et resteras mon amireux ! Je te souhaite réellement de t'épanouir dans ta vie future car tu le mérites tellement et sache que je ne serai jamais bien loin. Love you mon amireux.

Maintenant que l'ensemble des personnes rencontrées au travers de cette thèse a été remercié, je voudrais adresser quelques lignes à mes proches.

Je voudrais adresser mes remerciements à ceux qui ont fait en sorte que cette période sanitaire trouble se passe relativement bien, mes voisins. Je vous ai rencontré pendant le premier confinement et vous avez rendu mon quotidien bien plus amusant. Alex, on finira par battre Léa à Scythe et on fêtera ça autours de bonnes IPA. Léa, je compte sur toi pour me faire un baba au rhum maintenant que tu m'as déjà fait cet excellent banoffee. Tu es ma prof attitrée, je compte bien réviser plus que l'ordre des planètes à tes côtés. Je pense à vous deux à chaque fois que j'ai l'air con à faire du sport, seule dans mon salon. Laurianne, merci d'être qui tu es, je m'enrichie à tes côtés et j'espère réussir à toujours être là pour toi. Quand je vois tout ce que tu as accompli ces derniers temps, je suis fière de toi et je sais que tu es invincible, tu m'inspires tellement. Tu resteras toujours à mes côtés ne serait-ce qu'à travers notre projet commun.

Comment ne pas parler des Gadz'Arts, dont certains s'avèrent être mes meilleurs amis. J'ai une pensée particulière pour Sitoz, LGF, XV, Chach, Pierre, Bi7 et JB pour m'avoir soit poussé à faire une thèse, soit toujours soutenu tout au long de celle-ci. Merci d'être de véritables amis. Pons, que dire… à part que tu es l'homme de ma vie ? Merci d'avoir partagé un bout de chemin de thèse à mes côtés et surtout d'être un ami généreux et bien entendu extrêmement drôle ! Ta persévérance pour gagner mon cœur finira sûrement par payer… Chichig, tu es une de mes meilleures amies. Je n'ai jamais connu une personne qui prenne plus de nouvelles des gens qu'elle aime. Je t'aime pour qui tu es et tu finiras par trouver quelqu'un qui t'aime à la hauteur de ce que tu mérites. Je voudrais finir par remercier la team déménagement et surtout mes deux meilleurs amis Fonf et Sark. Vous avez toujours cru en moi et épaulé. Merci pour votre présence, votre amitié infaillible. Fonf, je vais finir par te rejoindre à Bourges pour vivre des

aventures extraordinaires. Sark, merci d'être mon confident le plus fidèle et tu finiras par être un merveilleux docteur. Merci à vous tous les loulous, je vous aime profondément et vive la Bo213 !

Je voudrais remercier celles qui m'ont accompagné pendant cette éprouvante étape qui est la thèse. Malgré les instants douloureux, elles m'ont plus apporté de bonheur et de soutien qu'autres choses. Même si tu n'es arrivée que tardivement dans cette épreuve, saches que ces six derniers mois de thèse n'auraient jamais été aussi agréables, si tu n'avais pas été là. À tes côtés, je me suis sentie épanouie et solidement soutenue. Tu sais tout le bien que je pense de toi et je ne m'étalerai pas ici mais tu ne mérites que d'être heureuse.

J'ai à présent une pensée pour l'intégralité de ma famille, mes grands-parents, oncles, tantes et cousins qui ont toujours suivi de près ou de loin, mes déboires et réussites et qui m'ont toujours entouré de leur amour.

Maintenant que serais-je sans mon noyau familial ? A mon avis pas grand-chose, car c'est grâce à leur soutien, amour et fierté que j'arrive à avancer. Pouch, si j'en suis là aujourd'hui c'est en grande partie pour te rendre fier car rien n'a jamais été plus motivant pour moi que de voir tes yeux brillés à chaque fois que je réussis. Tu es la personne qui me rassure et vers qui je me tourne aveuglément à chaque fois que j'ai besoin de conseils avisés. Bon, il est vrai que je ne t'écoute pas toujours car regarde j'ai fait une thèse ! Depuis toujours tu es mon roi à qui je porte un amour incommensurable. Mounette, je sais que tu vas pleurer en lisant ces remerciements (enfin tu as intérêt), mais je voulais que tu saches que tu me donnes tellement d'amour. Moun, tu es mon médecin, ma styliste (même si tu galères à faire quelque chose de moi), ma confidente, tu es celle qui fait ressortir ma part de créativité que j'exploite peu mais que j'aime tant. Je te ressemble à bien des égards et ce que je préfère chez moi, c'est-à-dire mon excentricité, je te le dois. Tu es un soutien infaillible et je t'aime d'un amour démesuré. Les garçons entre nous c'est toujours délicat de se déclarer ce que l'on ressent. Etrangement, malgré toute mon extravagance, il ne m'est pas facile de vous dire combien je vous aime. Bapt, j'ai su à quel point mon bonheur comptait pour toi ce fameux jour où je n'ai pas rendu cette copie de maths en prépa, où je me suis écroulée. A partir de cet instant, j'ai su que même si tu ne me le disais pas, tu seras toujours derrière moi. Je t'aime et te remercie d'accepter qui je suis malgré tous mes défauts et le comportement, que j'ai pu avoir avec toi étant petite et que je regrette. Yey, nous deux ça a toujours été fusionnel et ça le sera probablement toujours. Tu es celui à qui je confie l'intégralité de mes états d'âme et ce depuis toujours. Tu es celui de la famille qui me connait le mieux et j'espère que l'on sera toujours aussi proche. Je t'aime bro et je compte encore te conter un milliard de mes futures aventures qui je l'espère seront des plus palpitantes. Merci à mes belles sœurs Maud et Mathilde, qui prennent régulièrement de mes nouvelles parfois plus que mes propres frères et me soutiennent. Je vous aime ne serait-ce que pour le bonheur que vous procurez à mes boloss de frères <3.

Ma dernière pensée se tourne vers l'être qui m'a accompagné au quotidien depuis mon bac et qui m'a été d'un grand soutien mon chat Pouille (je sais, c'est cliché ^^).

# Table des matières

# Introduction ..... 21

# Chapitre 1 : Matériaux et moyens expérimentaux ..... 29

## 1 Système barrière thermique ..... 31
1.1 Le substrat ..... 31
1.2 La sous-couche ..... 31
1.3 La couche d'oxyde naturel ..... 32
1.4 La couche céramique ..... 32

## 2 Texturation laser ..... 33
2.1 Superalliages à base nickel étudiés ..... 33
2.2 Caractéristiques du laser utilisé ..... 35
2.3 Mesures du coefficient d'absorption ..... 38

## 3 Essais à hautes températures ..... 39
3.1 Essais d'oxydation cyclique ..... 39
3.2 Analyses thermogravimétriques ..... 40
3.3 Essais de traction ..... 41
3.3.1 Le pré-vieillissement des échantillons ..... 41
1.1.1 La machine d'essais ..... 42
1.1.2 La géométrie des éprouvettes ..... 42
3.4 Essais de fatigue thermomécanique ..... 42
3.4.1 Le banc d'essai MAATRE ..... 43
1.1.3 Géométries des éprouvettes ..... 44
1.1.4 Conditions de chargement ..... 44
1.1.5 Calibrations thermiques ..... 45
3.4.2 Matrice d'essais ..... 46
1.1.6 Suivi de marqueurs ..... 48

## 4 Caractérisation des échantillons ..... 48
4.1 Préparation des échantillons ..... 48
4.1.1 Analyse des motifs de texturation ..... 48
4.1.2 Préparation des pions revêtus ..... 49
1.1.7 Eprouvettes de traction ..... 49
4.1.3 Eprouvettes tubulaires ..... 49
4.2 Microscopie ..... 51
4.2.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage ..... 51
4.2.2 Analyses EBSD ..... 51
4.3 Analyses d'images ..... 51
4.3.1 Caractérisation dimensionnelle des motifs de texturation ..... 51
4.3.2 Caractérisation de la microstructure des superalliages ..... 52
4.3.3 Caractérisation de la microstructure des barrières thermiques ..... 52

**5 Synthèse ..... 53**

# Chapitre 2 : Etude de l'interaction laser-superalliages ..... 55

**1 Etude bibliographique ..... 57**
1.1 Les superalliages à base nickel ..... 57
1.2 Principes de l'ablation laser ..... 62
1.3 L'ablation laser des superalliages ..... 66
**2 Etude des mécanismes d'ablation laser des superalliages à base nickel monogranulaires ..... 69**
2.1 Comportement des superalliages monogranulaires à base nickel face à l'ablation ..... 69
2.1.1 Présentation des motifs étudiés ..... 69
2.1.2 Evolutions microstructurales aux alentours des motifs de texturation ..... 70
2.1.3 Caractérisation des volumes thermiquement affectés ..... 72
2.1.4 Influence de la taille des précipités sur les volumes thermiquement affectés ..... 75
2.1.5 Influence du coefficient d'absorption ..... 77
2.2 Influence de la microstructure γ/γ' des superalliages sur les mécanismes d'ablation. 78
2.3 Mécanismes de solidification des zones fondues ..... 83
**3 Synthèse ..... 91**

# Chapitre 3 : Optimisation des morphologies d'interface afin de renforcer les mécanismes d'adhésion ..... 93

**1 Etude bibliographique ..... 95**
1.1 Le procédé EB-PVD ..... 95
1.1.1 Vaporisation du matériau ..... 96
1.1.2 Transport de matière ..... 97
1.1.3 Formation des colonnes ..... 97
1.1.4 Structure des films PVD ..... 98
1.2 Les mécanismes d'adhésion ..... 99
1.1.1 Théorie de l'ancrage mécanique ..... 100
1.1.2 Théorie de la liaison chimique ..... 100
1.1.3 Théorie thermodynamique ..... 100
1.1.4 Théorie de la diffusion ..... 100
1.1.5 Théorie électrique ..... 101
1.2 L'ancrage mécanique favorisé par la texturation laser ..... 101
1.3 Influence de la rugosité de surface sur les dépôts PVD ..... 103
**2 Développement des motifs de texturation laser ..... 105**
2.1 Influence de l'espacement entre les impacts laser sur la géométrie des motifs et par conséquent sur la morphologie de surfaces ..... 105

2.2 Influence de la morphologie de surface sur la croissance du dépôt ..... 110
2.2.1 Développement de diverses morphologies de surface ..... 110
2.2.2 Premières observations faites sur la structure des dépôts ..... 111
2.2.3 Influence de la géométrie des motifs sur le développement du dépôt EB-PVD ..... 114
2.3 Morphologies de surface développées ..... 123
2.3.1 Présentation des motifs développées ..... 124
2.3.2 Influence du sablage sur la morphologie de surface ..... 127
2.3.3 Comparaison des structures de barrières thermique obtenues ..... 129
**3 Synthèse ..... 132**

**Chapitre 4 : Durabilité à haute température des systèmes barrières thermiques texturés ..... 135**

**1 Etude bibliographique ..... 137**
1.1 Mécanismes d'endommagement des systèmes barrières thermiques ..... 137
1.1.1 Les mécanismes extrinsèques ..... 137
1.1.2 Les mécanismes intrinsèques ..... 138
1.2 La fatigue thermomécanique ..... 143
1.2.1 Les essais de fatigue thermomécanique ..... 143
1.2.2 Le comportement des superalliages non revêtus face à des sollicitations de fatigue thermomécanique ..... 145
1.2.3 Le comportement des systèmes barrières thermiques face à des sollicitations de fatigue thermomécanique ..... 146
1.2.4 Le comportement des systèmes barrières thermiques texturés face à des sollicitations de fatigue thermomécanique ..... 149
**2 Durabilité des systèmes barrières thermiques texturés lors d'essais d'oxydation à haute température ..... 150**
2.1 Evaluation de la durabilité des systèmes barrières thermiques texturés lors d'essais d'oxydation cyclique à 1150°C ..... 150
2.1.1 Evaluation de la durée de vie à l'écaillage ..... 150
2.1.2 Evolutions de la couche d'oxyde ..... 152
2.1.3 Evolutions de la sous-couche ..... 156
2.1.4 Porosité de type Kirkendall ..... 159
2.2 Evaluation des cinétiques d'oxydation lors d'expositions isothermes ..... 163
2.3 Discrimination des morphologies de surface ..... 165
**3 Durabilité des systèmes barrières thermiques texturés lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase ..... 168**
3.1 Durabilité des systèmes BT en fatigue thermomécanique sous gradient thermique 169
3.2 Mécanismes d'endommagement lors des essais de TGMF ..... 172
3.2.1 Déformations macroscopiques des éprouvettes tubulaires ..... 172

3.2.2 Evolutions microstructurales au sein des éprouvettes tubulaires ..... 174
3.2.3 Mécanismes de fissuration ..... 177
3.3 Comportement des systèmes barrières thermiques en TGMF ..... 185
3.4 Impact du vieillissement thermique sur la durée de vie des systèmes BT ..... 187
3.4.1 Dégradations microstructurales du superalliage induites par l'exposition à hautes températures ..... 187
3.4.2 Impact du sur-vieillissement thermique sur la tenue du superalliage lors des phases de traction à 500°C ..... 191
3.4.3 Durée de vie en fatigue thermomécanique des systèmes BT vieillis thermiquement .... 193
3.4.4 Analyses de l'impact du vieillissement thermique à 1150°C sur les propriétés en TGMF 195
3.5 Etude des mécanismes d'écaillage ..... 198
**4 Synthèse ..... 205**

**Conclusion générale ..... 209**

**Références ..... 215**

**Annexes ..... 231**

**Annexe 1 ..... 233**
**Annexe 2 ..... 244**
**Annexe 3 ..... 256**
**Annexe 4 ..... 264**

# Table des abréviations

| | |
|---|---|
| $\alpha$ - $Al_2O_3$ | Alumine sous sa forme allotropique $\alpha$ |
| ATG | Analyse ThermoGravimétrique |
| APS | Projection plasma sous air<br>(Air Plasma Spray) |
| BT | Barrière Thermique |
| EB-PVD | Dépôt physique en phase vapeur assisté par bombardement d'électrons<br>(Electron Beam Physical Vapor Deposition) |
| EBSD | Diffraction d'électrons rétroduffisés<br>(Electron Backscatter Diffraction) |
| EDS | Analyse en énergie dispersive<br>(Energy Dispersive Spectrometry) |
| HP | Haute Pression |
| LCF | Fatigue oligocyclique<br>(Low-Cycle Fatigue) |
| MEB | Microscopie Electronique à Balayage |
| MEB-FEG | MEB à canon à effet de champ<br>(Field Emission Gun) |
| MS | Mise en Solution |
| MS R1 R2 | Mise en Solution + Revenu 1 + Revenu 2 |
| SC | Sous-Couche |
| SPPS | Projection thermique par solution<br>(Solution Precursor Plasma Spray) |
| SPS | Projection thermique par suspension<br>(Suspension Plasma Sray) |
| TCP | Phases TCP<br>(Topologically Close Packed) |
| SRZ | Zone de réaction secondaire<br>(Secondary Reaction Zone) |
| TGMF | Fatigue thermomécanique avec gradient thermique pariétal<br>(Thermal Gradient Mechanical Fatigue) |

| | |
|---|---|
| TMF | Fatigue thermomécanique (ThermoMechanical Fatigue) |
| YSZ | Zircone yttriée (Yttria Stabilized Zirconia) |

# Introduction

Les motoristes aéronautiques doivent répondre aux actuels enjeux environnementaux de plus en plus contraignants en concevant des turboréacteurs moins polluants avec des rendements plus efficients, tout en abaissant les coûts de production [1]. L'augmentation des températures dans les parties chaudes de ces turbomachines permet entre autres de répondre à de telles exigences. La zone la plus chaude se situe à la sortie de la chambre de combustion, au niveau donc des turbines haute pression (HP – *Haute pression*) (figure 1), les composants s'y trouvant sont donc soumis à un environnement extrêmement sévère.

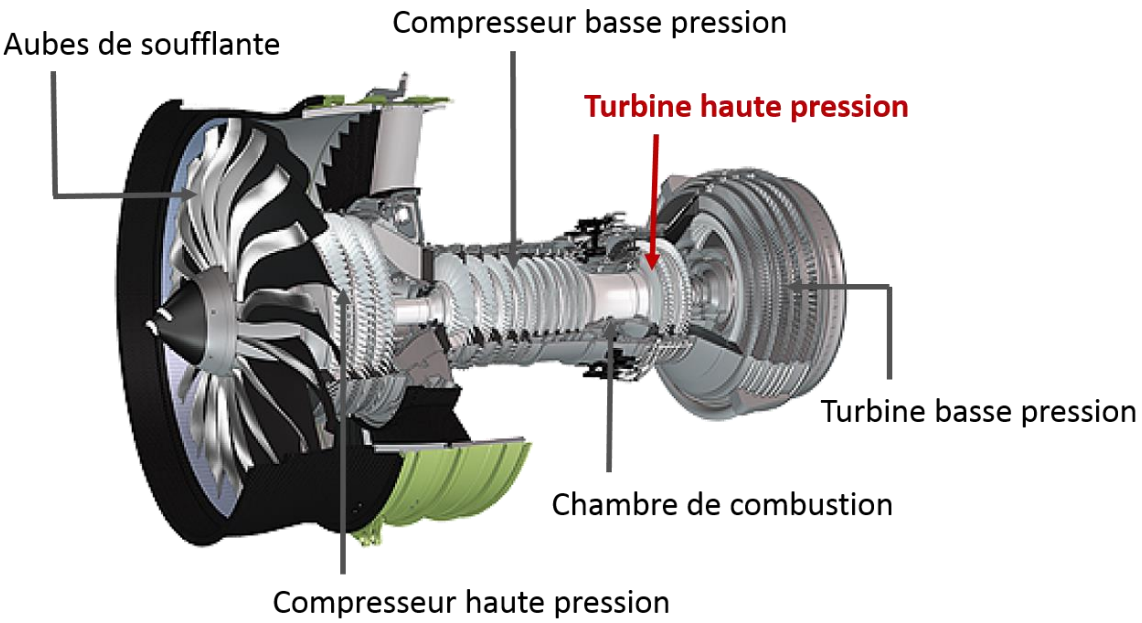


*figure 1 - Représentation interne d'un moteur LEAP développé par le groupe SAFRAN*

Pour répondre à de telles contraintes, de nombreux efforts de conception ont dû être fournis pour améliorer la tenue thermique et mécanique des distributeurs et des aubes de turbines haute pression. Dans un premier temps, la composition des superalliages à base Nickel ne cesse d'être optimisée pour améliorer la tenue de ces derniers à l'oxydation et pour renforcer leur tenue mécanique à hautes températures [2]–[5]. Les procédés d'obtention de ces pièces coulées ont largement évolué, ce qui a permis de passer de structures polycristallines, à des structures colonnaires puis monogranulaires, améliorant ainsi leur tenue face à du fluage à hautes températures. Dans le domaine de la fonderie, les développements apportés ont également pu faire émerger des canaux de refroidissement avec des géométries complexes, assurant le refroidissement des aubes de turbines HP [6], [7].

En plus du potentiel refroidissement des aubes de turbines, ces dernières sont revêtues d'un système barrière thermique permettant d'abaisser la température ressentie par l'alliage. Ce système est généralement composé de trois couches distinctes : une sous-couche d'accroche, assurant le lien entre le substrat métallique et la couche céramique, une couche d'oxyde naturel, appelée TGO (TGO – *Thermally Grown Oxide*) et une couche céramique assurant l'isolation thermique.

## Les sous-couches d'accroche

Les sous-couches (SC – *Sous-Couche*) sont des revêtements métalliques ou intermétalliques alumino-formeurs. Ces dernières sont généralement enrichies en aluminium, élément ayant une grande affinité avec l'oxygène, favorisant la formation d'une fine couche d'oxyde dense et stable.

Il existe à ce jour trois grandes catégories de sous-couches :

- Les sous-couches déposées de type MCrAlY (avec M = Ni et/ou Co) qui sont généralement générées par projection thermique ou par dépôt électrochimique. La présence de chrome assure à cette couche une bonne résistance à la corrosion alors que l'aluminium renforce la tenue à l'oxydation. L'yttrium est, quant à lui, utilisé pour améliorer l'adhérence de la couche d'oxyde.
- Les sous-couches de diffusion du type aluminure de nickel qui sont caractérisées par une couche externe monophasée β-NiAl et par une couche interne propice aux phénomènes d'interdiffusion avec le superalliage et riche en précipités de type α-Cr, α-W, μ, etc. Ces sous-couches sont généralement enrichies en platine afin de favoriser, entre autre, l'oxydation de l'aluminium [8]. L'utilisation de ce type de sous-couche avec des superalliages contenant un fort taux d'éléments réfractaires, tels que le rhénium ou le ruthénium, est toutefois controversée. L'interdiffusion des éléments favorise en effet l'apparition d'une zone de réaction secondaire indésirable nommée SRZ (SRZ – *Secondary Reaction Zone*), caractérisée par la précipitation de phases TCP (TCP – *Topologically Close Packed*) et la formation de phases aiguillées γ dans une matrice γ'. Ces zones ont une influence néfaste sur les propriétés mécaniques des superalliages [9], [10].
- Les sous-couches de diffusion de type γ-Ni/γ'-$Ni_3Al$ qui de par leur forte compatibilité microstructurale avec les superalliages à base nickel, ont récemment été développées pour limiter la formation des zones SRZ [11], [12]. De même, ces sous-couches sont généralement dopées en platine pour promouvoir l'oxydation sélective de l'alumine [8], [13].

## La couche d'oxyde naturel

La couche d'oxyde naturel TGO est formée lors de l'oxydation à hautes températures de la sous-couche d'accroche. Sa nature et ses cinétiques de croissance dépendent fortement de la nature et de la composition de la sous-couche d'accroche.

Dans un premier temps, cette couche d'oxyde doit être dense pour éviter la diffusion de l'oxygène au cœur même du superalliage, ce qui pourrait favoriser l'oxydation d'éléments indésirables. Les cinétiques de croissance de ces oxydes doivent, quant à elles, être lentes pour ne pas que les contraintes internes induisent de décohésions prématurées. Enfin, cette couche doit être adhérente.

L'alumine sous sa forme allotropique α (α-$Al_2O_3$), forme la plus stable avec des cinétiques de croissance de type parabolique relativement lentes, est le candidat idéal pour répondre aux attentes de propriétés de cette couche protectrice.

## Les barrières thermiques

Les barrières thermiques (BT – *Barrière Thermique*) ont été conçues pour créer un gradient thermique entre l'extrême surface de ces dernières et le substrat métallique. Bien évidemment, il est nécessaire que cette couche ait une faible conductivité thermique (<2 $W.m^{-1}.K^{-1}$) pour accroître son caractère isolant mais doit également pourvoir accommoder les contraintes liées aux différences de dilatation thermique des différentes couches du système barrière thermique.

Comparativement à de nombreux oxydes, le dioxyde de zirconium ($ZrO_2$) présente une conductivité thermique plus faible tout en ayant un coefficient de dilatation relativement proche de celui des alliages de nickel [14]. Toutefois, les sévères sollicitations thermiques induites dans les moteurs engendrent des transformations de phases du dioxyde de zirconium. Aux alentours de 1170°C, le changement de phase tétragonal vers la phase monoclinique induit un changement de volume conséquent ce qui peut engendrer la fissuration prématurée de la céramique [2], [15]–[17]. La zircone partiellement stabilisée à l'yttrium (YSZ – *Yttria-Stabilized Zirconia*), matériau couramment utilisé, permet alors d'éviter ce changement de phase. Il apparait, par ailleurs, que l'ajout de 6-8 % massique d'yttrium ($Y_2O_3$) dans les alliages $ZrO_2$-$Y_2O_3$ permet l'obtention d'une phase métastable tétragonal t' dite « non transformable » qui accroît la tenue de la céramique aux cyclages thermiques comparativement à un alliage complètement stabilisé par l'ajout d'environ 17% massique de $Y_2O_3$, ayant une structure cubique [18].

Ainsi la microstructure de la couche céramique joue un rôle prédominant sur les propriétés de cette dernière telles que sa conductivité thermique et sa capacité à accommoder les contraintes de dilatation thermique. Or, la microstructure des barrières thermiques dépend fortement du procédé d'élaboration choisi. À ce jour, deux technologies sont couramment utilisées dans l'industrie aéronautique : la projection plasma sous air (APS – *Air Plasma Spray*) ou le procédé de dépôt physique en phase vapeur, dont la vaporisation est générée par bombardement d'électrons (EB-PVD - *Electron Beam Physical Vapor Deposition*).

L'accumulation de particules fondues lors de la projection plasma sous air, donne au revêtement une microstructure lamellaire. Cette microstructure confère à la couche céramique, une conductivité thermique faible compte tenu des nombreuses porosités intra-lamellaires. Une telle microstructure n'est cependant pas optimisée pour répondre aux problématiques d'accommodation thermique. En effet, lors de la dilatation thermique des différentes couches du système barrière thermique, la microstructure lamellaire favorise l'écaillage graduel de la céramique.

En revanche, l'agglomération sous forme d'îlots d'atomes d'YSZ lors des dépôts EB-PVD conduit à la formation d'un revêtement colonnaire. Les colonnes de barrière thermique séparées par des gaps intercolonnaires sont plus aptes à accommoder les contraintes de dilatation

thermique. Aujourd'hui, les dépôts EB-PVD de barrière thermique en surface des aubes de turbines HP sont les plus rencontrés dans l'industrie aéronautique.

Néanmoins, de nouveaux procédés moins coûteux que l'EB-PVD tels que la projection thermique de solution (SPPS – Solution Precursor Plasma Spray) ou de suspension (SPS – Suspension plasma spray) sont en vogue. En effet, ils permettent d'obtenir des revêtements plus poreux et par conséquent de conductivités thermiques plus faibles. De plus, en adaptant les paramètres procédés, il est possible aujourd'hui d'atteindre une microstructure colonnaire et ainsi d'améliorer les propriétés d'accommodation thermique des revêtements projetés [17], [19].

De nombreux travaux de conception des systèmes barrières thermiques sont bien évidemment toujours menés pour améliorer les propriétés des barrières thermiques mais également pour améliorer leur tenue en service. En effet, les systèmes barrières thermiques sont continuellement soumis à de fortes sollicitations thermiques et mécaniques. La figure 2 schématise les différents mécanismes d'endommagement que peuvent rencontrés en service les systèmes BT. Ils sont classés en deux catégories distinctes : les mécanismes intrinsèques induits par la divergence des propriétés thermomécaniques des différentes couches du système BT et les mécanismes extrinsèques liés à l'interaction entre l'environnement et/ou les particules ingérées dans les turboréacteurs et le système BT [20].

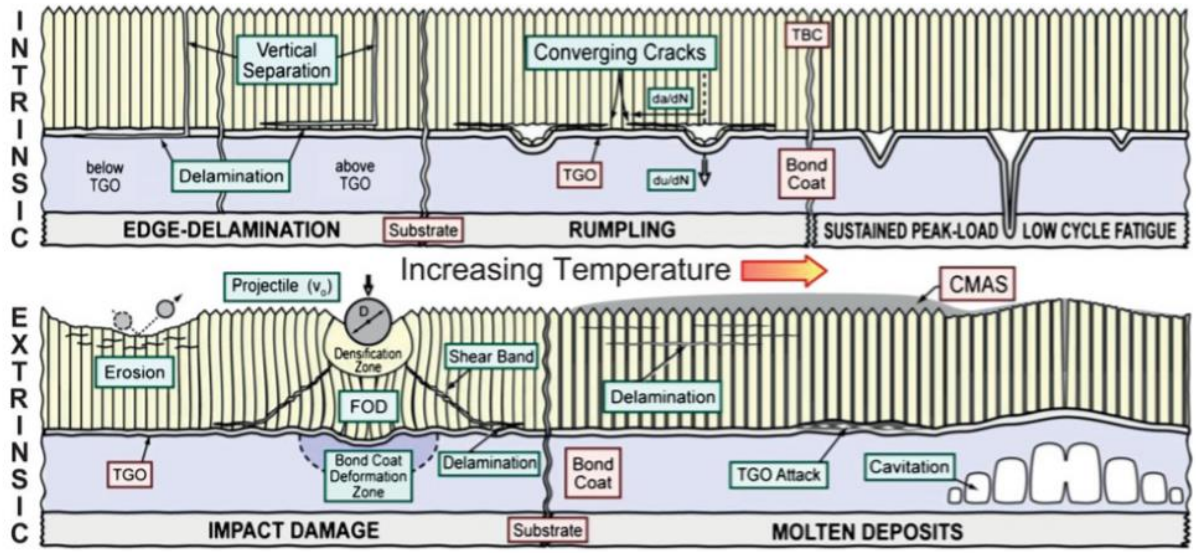


*figure 2 - Mécanismes d'endommagement des systèmes barrières thermiques* [20]

L'écaillage de la couche céramique, alors engendré, peut être catastrophique pour la tenue des aubes de turbine en service. En effet, le superalliage est alors soumis à des températures proches de son point de fusion. De même, dès lors que des décohésions de la couche d'oxyde apparaissent, le phénomène d'interdiffusion des éléments entre les couches du système BT s'accélère pour faire croître la couche d'oxyde protectrice, en appauvrissant le superalliage en éléments γ'-gènes et en affectant alors la stabilité de ce dernier à hautes températures.

C'est précisément pour étudier des pistes d'amélioration de la tenue des systèmes barrières thermiques en service que ces travaux de thèse ont été envisagés. Afin donc de ralentir l'écaillage de la couche céramique et par conséquent la ruine du superalliage, il a été choisi de renforcer l'ancrage mécanique entre les couches du système barrière thermique. Cet ancrage mécanique est souvent favorisé par de fortes rugosités à l'interface entre un adhésif et son substrat. Il est connu que la rugosité entre la sous-couche et la barrière thermique est souvent contrôlée par le procédé de sablage. Or, outre les problèmes de contamination des surfaces, un tel procédé ne permet pas de contrôler finement la géométrie de surface. Ces travaux de thèse sont donc menés dans le but de vérifier s'il n'est pas possible de renforcer l'ancrage mécanique par un procédé de texturation laser afin de maîtriser tous ces éléments et d'éviter les écaillages prématurés de la couche céramique en service.

Il faut savoir que ces travaux de thèse suivent ceux initiés par R. Kromer qui a étudié les bénéfices de la texturation laser sur les mécanismes d'adhésion entre une couche d'YSZ déposée par projection plasma et un superalliage monogranulaire de première génération, de l'AM1 [21]. À cette occasion, il a été mis en évidence le fait que la tenue à l'écaillage de la barrière thermique lors de sollicitations par fluage ou fatigue thermomécanique pouvait être renforcée par l'optimisation des morphologies d'interfaces. Les résultats prometteurs de ses travaux ont cependant soulevé plusieurs interrogations auxquelles les travaux effectués dans cette thèse ont essayé de répondre.

Lors de la première partie de sa thèse, R. Kromer a étudié le comportement du superalliage monogranulaire AM1 non revêtu, lors de son interaction avec un laser infrarouge de courtes durées d'impulsions de l'ordre de la centaine de nanosecondes. Or, au regard des constantes évolutions de composition des superalliages monogranulaires à base nickel, il est intéressant de se demander si tous les superalliages monogranulaires se comportent de la même façon lors du processus d'ablation et d'apporter des informations supplémentaires quant aux mécanismes induits.

Dans un second temps, il est pertinent de se demander si la texturation laser, connue pour renforcer l'ancrage mécanique entre un superalliage non revêtu et une couche céramique projetée, peut être bénéfique lorsqu'elle est appliquée sur la sous-couche d'accroche d'un système barrière thermique complet, comprenant entre autres une couche d'YSZ déposée par EB-PVD. Pour répondre à cette interrogation, il faut alors étudier la croissance des colonnes de zircone yttriée sur diverses morphologies de surface afin de contrôler la microstructure de cette couche protectrice.

Enfin, des essais d'oxydation cyclique ont été effectués pour discriminer les morphologies de surface alors générées. En outre, les aubes de turbine HP sont soumises en service à des sollicitations thermiques et mécaniques complexes comprenant par exemple du fluage, de l'oxydation et de la fatigue thermomécanique à hautes températures. C'est pourquoi, il a été défini pour cette étude d'évaluer la tenue des systèmes barrières thermiques texturés ou non, lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase avec gradients thermiques pariétaux, effectués sur le banc MAATRE. L'objectif sera donc dans un premier temps d'étudier le comportement des superalliages et d'un système barrière thermique standard face à de telles

sollicitations et de vérifier si la texturation laser améliore ou non la tenue à l'écaillage sans induire de mécanismes d'endommagement catastrophiques pour l'ensemble du système.

Ainsi, pour répondre à toutes ces exigences, ce manuscrit se compose de quatre chapitres distincts.

Le premier chapitre a pour principaux objectifs de décrire les différents matériaux retenus dans le cadre de ce travail, ainsi que de présenter les différents moyens mis en œuvre pour répondre aux problématiques. Les technologies liées au laser, les essais à hautes températures et les moyens de caractérisation seront donc détaillés.

Le deuxième chapitre est centré sur l'interaction entre le faisceau laser et les superalliages monogranulaires à base nickel. Le comportement de divers superalliages face à l'ablation laser ainsi que les mécanismes de solidification des zones fondues lors de ces interactions, y sont étudiés.

Le troisième chapitre est un chapitre de transition qui détaille la stratégie employée pour développer les morphologies de surface par texturation laser. L'idée principale est donc de renforcer les mécanismes d'adhésion au niveau des couches du système barrière thermique, tout en garantissant des microstructures de la couche céramique proches de celles utilisées en service.

Pour finir, le dernier chapitre se concentre sur la durabilité des systèmes barrières thermiques, texturés ou non, sous de fortes sollicitations thermiques et mécaniques. Des essais d'oxydation cyclique à 1150°C ont donc dans un premier temps été menés afin de discriminer les nombreuses morphologies de surface développées et d'évaluer ainsi la tenue à l'écaillage des systèmes barrières thermiques texturés. Ensuite, des essais de fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal ont été conduits afin d'évaluer la pertinence de tels systèmes BT sous des sollicitations proches de celles ressenties en service.

# Chapitre 1

# Matériaux et moyens expérimentaux

Dans ce chapitre, les principales composantes du système barrière thermique, mis en application dans cette thèse, vont être décrites. De plus, les différents superalliages monogranulaires étudiés pour comprendre les mécanismes régissant l'interaction laser/matière ainsi que leurs principales caractéristiques vont par la suite être présentés. Enfin, les machines d'essais et moyens de caractérisation mis en œuvre dans ces travaux seront ici introduits.

# 1 Système barrière thermique

Le revêtement de type barrière thermique déposé sur un superalliage à base nickel, est constitué de plusieurs couches distinctes telles que : une sous-couche d'accroche déposée directement sur le substrat métallique, une couche d'oxyde naturel TGO et enfin la BT. Le système barrière thermique de référence défini pour cette thèse est décrit ci-dessous.

## 1.1 Le substrat

Le substrat choisi, dont la composition est donnée par le tableau 1, est le CMSX4 Plus. Ce superalliage monogranulaire à base nickel de 3$^{ème}$ génération présente, après un traitement de mise en solution et deux revenus (tableau 2), une microstructure standard de type γ/γ' (figure 3) [3].

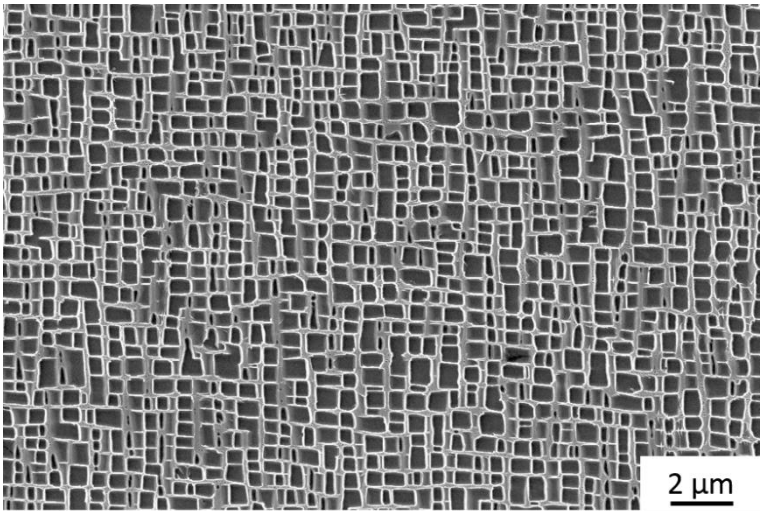


*figure 3 - Microstructure standard du CMSX4 Plus en cœur de dendrite*

## 1.2 La sous-couche

La sous-couche de type de γ/γ', récemment développée par le groupe Safran, a une épaisseur d'une vingtaine de micromètres (figure 4) [11]. Elle est déposée sur le substrat par un procédé de dépôt physique en phase vapeur par co-évaporation. Ordinairement, pour assurer une forte

adhérence entre la BT et la sous-couche d'accroche, cette dernière est sablée. Le protocole de sablage étant classé confidentiel industrie, il ne sera pas présenté ici mais une rugosité variant entre 0,3 et 0,8 µm est néanmoins développée en surface. De plus, l'accentuation de la surface développée du matériau permet de favoriser l'apparition d'une couche d'alumine alpha.

Après dépôt de la sous-couche d'accroche, un traitement thermique de 4h à 1100°C est effectué afin de permettre l'interdiffusion des éléments entre cette sous-couche et le substrat.

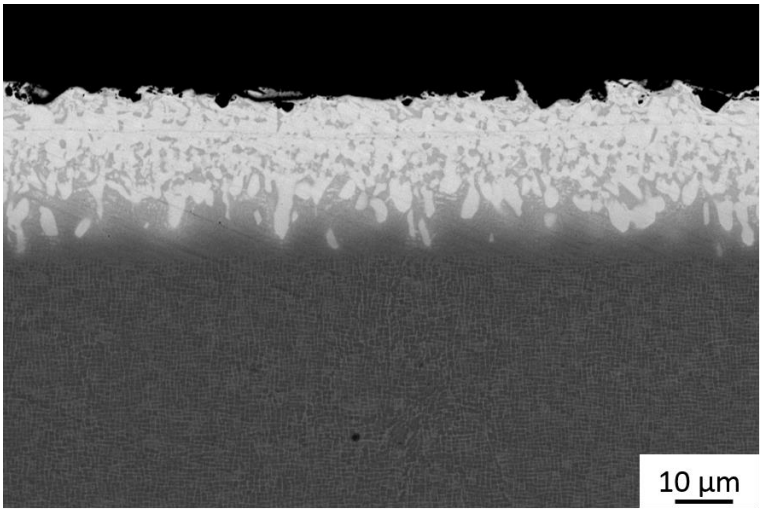


*figure 4 - Sous-couche sablée de type γ/γ' récemment développée par le groupe SAFRAN*

## 1.3 La couche d'oxyde naturel

La couche d'oxyde naturel appelée TGO est formée dans un sas de préchauffage de l'enceinte de dépôt EB-PVD du Ceramic Coating Center. Ce traitement d'oxydation, qui dure environ 20 min, permet de former une couche d'alumine sous sa forme allotropique α, d'épaisseur comprise entre 400 et 600 nm.

## 1.4 La couche céramique

Enfin, la barrière thermique retenue dans le cadre de ces travaux est de la zircone yttriée partiellement stabilisée par 8% massique de $Y_2O_3$. Elle a une épaisseur d'environ 150 µm et une structure colonnaire. Les colonnes ont à leur base une largeur de 5 µm et s'évasent au cours du dépôt pour atteindre une largeur de 15 µm sur la partie haute des colonnes. Le dépôt des barrières thermiques sur les différents échantillons a été effectué par le procédé EB-PVD suivant le protocole industriel du Ceramic Coating Center. Comme pour le sablage, les paramètres procédés utilisés ne seront pas décrits ici. Il est possible d'observer sur la figure 5 la barrière thermique déposée sur la sous-couche de type γ/γ'.

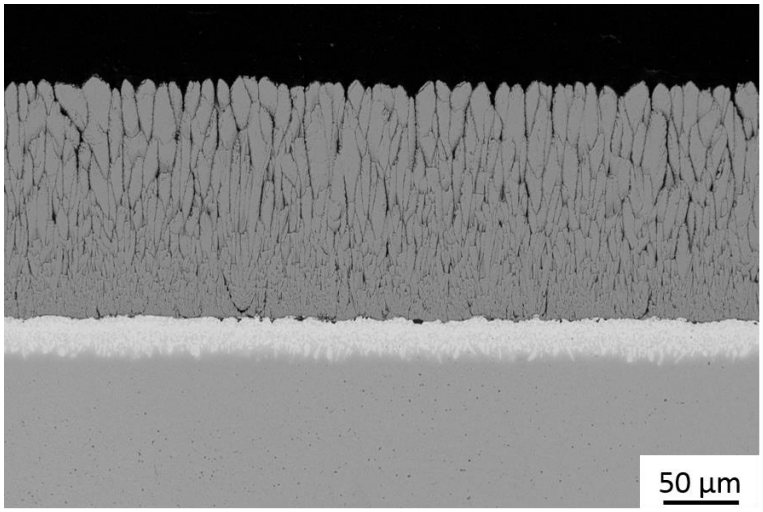


*figure 5 - Colonnes EB-PVD développées sur la sous-couche d'accroche*

Par la suite, le système BT défini par les différentes composantes précédemment décrites (CMSX4 plus/SC γ/γ'/BT EB-PVD) sera nommé système BT de référence. Cependant lors de ces travaux de thèse, dans l'idée de maîtriser le procédé de texturation laser, il est apparu judicieux d'étudier spécifiquement l'interaction entre un laser et des superalliages monogranulaires. Afin donc de multiplier les cas d'études et d'apporter plus de résultats sur la compréhension des mécanismes régissant l'interaction laser/matière, différents superalliages monogranulaires ont donc été considérés. Il est de fait indispensable de présenter les outils (laser) et les matériaux nécessaires à cette étude.

# 2 Texturation laser

La texturation laser est un traitement de préparation de surface envisagé pour s'additionner ou se substituer au procédé de sablage employé afin de renforcer l'adhésion de la BT sur son substrat.

## 2.1 Superalliages à base nickel étudiés

La première partie de la thèse consiste à comprendre les mécanismes régissant l'interaction entre le faisceau laser et les matériaux impactés afin de contrôler les morphologies de surface créées et de maitriser le procédé de texturation laser. Il est alors intéressant de se demander si différents superalliages à base nickel monogranulaires se comportent de la même façon lors de leur ablation par un laser travaillant avec des durées d'impulsions de l'ordre de la nanoseconde. Le tableau 1 donne la composition des superalliages monogranulaires considérés pour cette étude.

*tableau 1 - Compositions des superalliages à base nickel monogranulaires*

| Alliage | Solvus (°C) | Densité (g/cm3) | Gen.° | Composition (wt%) | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | Ni | Co | Cr | Mo | W | Ta | Al | Ti | Re | Hf | Nb | Others |
| MAR M200 + Hf | 1205 +/- 10 | 8,61 | 1 | Bal. | 9,5 | 8,6 | - | 11,8 | - | 4,9 | 1,9 | - | 1,6 | 0,9 | 0,13 C ; 0,02 Fe |
| AM1 | 1268 +/- 5 | 8,59 | | Bal. | 6,5 | 7,8 | 2,0 | 5,7 | 7,9 | 5,2 | 1,1 | - | - | - | - |
| MC2 | 1265 +/- 5 | 8,63 | | Bal. | 5,0 | 8,0 | 2,0 | 8,0 | 6,0 | 5,0 | 1,5 | - | - | - | - |
| CMSX4 Plus | 1334 +/-5 | 8,93 | 3 | Bal. | 10,0 | 3,5 | 0,6 | 6,0 | 8,0 | 5,7 | 0,9 | 4,8 | 0,1 | - | - |

Ces superalliages, de 1ère et 3ème générations, sont élaborés par un procédé de fonderie appelé procédé de Bridgman. La microstructure de ces matériaux obtenue après traitements de mise en solution, est constituée d'une matrice γ et de précipités γ'. Après mise en solution, il est possible d'effectuer des revenus pour conférer aux précipités γ' une morphologie cuboïdale régulière. La figure 6 présente la microstructure de l'AM1 avant et après ces revenus.

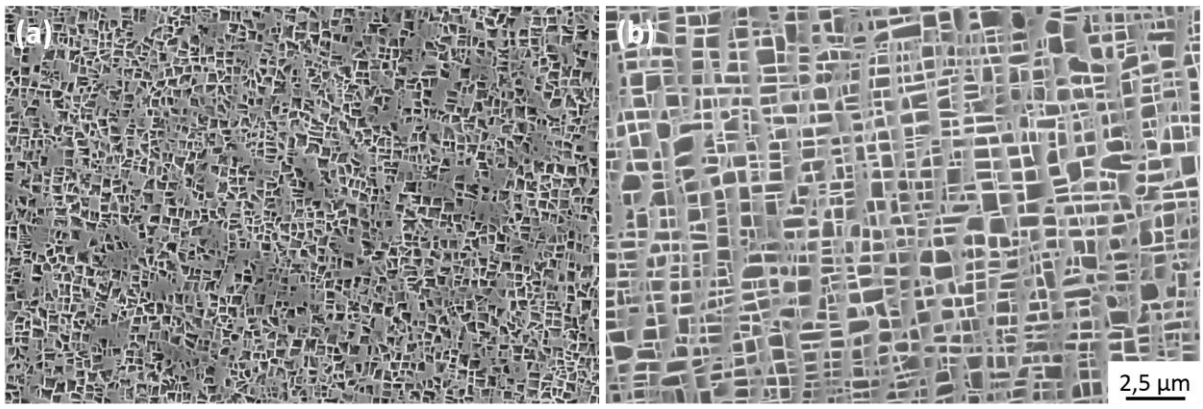


*figure 6 - Microstructure de l'AM1 après : (a) traitement de mise en solution, (b) après traitement de mise en solution suivi des deux revenus standards*

Le tableau 2 présente alors les différents traitements thermiques appliqués à ces superalliages. Pour la suite, les superalliages seront nommés avec le suffixe « MS » pour les superalliages ayant reçu seulement les traitements de mise en solution et « MS R1 R2 » pour ceux ayant subi les différents revenus.

*tableau 2 - Traitements thermiques appliqués aux superalliages – AQ = air quench/trempe à l'air ; GFC = gaz furnace cooling/ refroidissement dans le four*

| Alliage | Traitement de mise en solution | Revenus |
|---|---|---|
| MAR M200 + Hf | 1210°C/0,5 h + 1225°C/0,5 h + 1240°C/4 h/AQ | 1100°C/5 h/AQ + 870°C/16 h/AQ |
| AM1 | 1300°C/3 h/AQ | 1100°C/5 h/AQ + 870°C/16 h/AQ |
| MC2 | 1300°C/3 h/AQ | 1080°C/6 h/AQ + 870°C/16 h/AQ |
| CMSX4 Plus | 1313°C/2 h + 1318°C/2 h + 1324°C/6 h + 1335°C/6 h/GFC | 1163°C/6 h/AQ + 871°C/20 h/AQ |

De plus, afin d'évaluer l'impact de la morphologie de la microstructure γ/γ' sur la réponse en texturation, des échantillons d'AM1 et de MAR M200 + Hf ont été refroidis différemment (trempe à l'eau, à l'air et directement dans le four) après la dernière étape du traitement de

mise en solution. Effectivement, ces temps de refroidissement différents engendrent des tailles des précipités γ' différentes au sein de ces alliages.

Enfin, pour apporter des informations complémentaires quant à l'influence de la microstructure des superalliages sur le processus d'ablation laser, un superalliage polycristallin forgé a aussi été étudié. L'inconel 718, dont la composition est donnée dans le tableau 3, est constitué essentiellement d'une matrice γ et de précipités γ''. Cette phase métastable ordonnée et semi-cohérente $Ni_3Nb$ a une structure quadratique centrée de type $DO_{22}$. Cet alliage à grains fins (environ 10 µm), obtenus après traitement de vieillissement thermique, ne contient quasiment pas de phase γ' (moins de 5 %). De même, des échantillons de nickel pur ont également été texturés et étudiés afin de comprendre les mécanismes d'ablation des superalliages monogranulaires à base nickel.

*tableau 3 - Composition de l'inconel 718*

| Alliage | Densité (g/cm3) | Composition (wt%) | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Ni | Co | Cr | Mo | W | Ta | Al | Ti | Re | Hf | Nb | Others |
| Inconel 718 | 8,19 | 50-55 | <1 | 17-21 | 2,8-3,3 | - | - | 0,2-0,8 | 0,65-1,15 | - | - | 4,75-5,5 | 0,04 C ; 0,02 B ; 18,5 Fe |

## 2.2 Caractéristiques du laser utilisé

Pour envisager différentes morphologies de surface par laser (trous, lignes, quadrillages), un laser de marquage à fibre, référencé Laseo Ylia M20 (Quantel), a été utilisé. C'est un laser pulsé, équipé d'un scanner permettant de texturer une surface de 100 x 100 mm. Ce laser, à durée d'impulsions de l'ordre de la centaine de nanosecondes, délivre un rayonnement de longueur d'onde égale à 1064 nm avec une répartition d'énergie gaussienne. Le tableau 4 présente les principales caractéristiques de ce laser.

*tableau 4 - Principales caractéristiques du Laser Ylia M20 Quantel*

| | |
|---|---|
| Longueur d'onde λ | 1064 nm |
| Durée d'impulsion | 100 ns |
| Fréquence | 20-100 kHz |
| Puissance maximale | 20 W |
| Energie par pulse (à 20 kHz) | 1 mJ |
| Diamètre focal | 60 µm |

Sur la base de telles caractéristiques (puissance (W), fréquence d'impulsions (Hz), etc…), plusieurs intensités laser I (W/m²) peuvent alors être envisagées de façon à pouvoir varier l'impact de l'outil photonique en surface des matériaux. Les caractéristiques énergétiques d'un laser peuvent d'ailleurs se définir suivant les différentes grandeurs rappelées ci-dessous :

$$P_m = E_i . \nu \quad \textit{Eq 1}$$

$$P_c = \frac{P_m}{\nu.\tau} \quad Eq\ 2$$

$$F = \frac{E_i}{S} \quad Eq\ 3$$

$$I = \frac{P_c}{S} \quad Eq\ 4$$

Avec $P_m$ la puissance moyenne du laser (W), $\nu$ la fréquence d'impulsion (Hz), $E_i$ l'énergie d'une impulsion (J), $P_c$ la puissance crête (W), $F$ la fluence (J/m²) et $S$ la surface de la tâche focale (m²) et $I$ l'intensité laser (W/m²).

Ainsi, suivant l'énergie laser déposée en surface des matériaux, différentes réponses peuvent alors être observées au regard du flux thermique irradiant, de la stratégie de marquage mais aussi des caractéristiques thermiques et mécaniques des matériaux. Par cet outil, il est alors possible de modeler de bien des façons la surface traitée en générant, par exemple, des motifs de type trous, lignes ou quadrillages, comme l'illustre la figure 7.

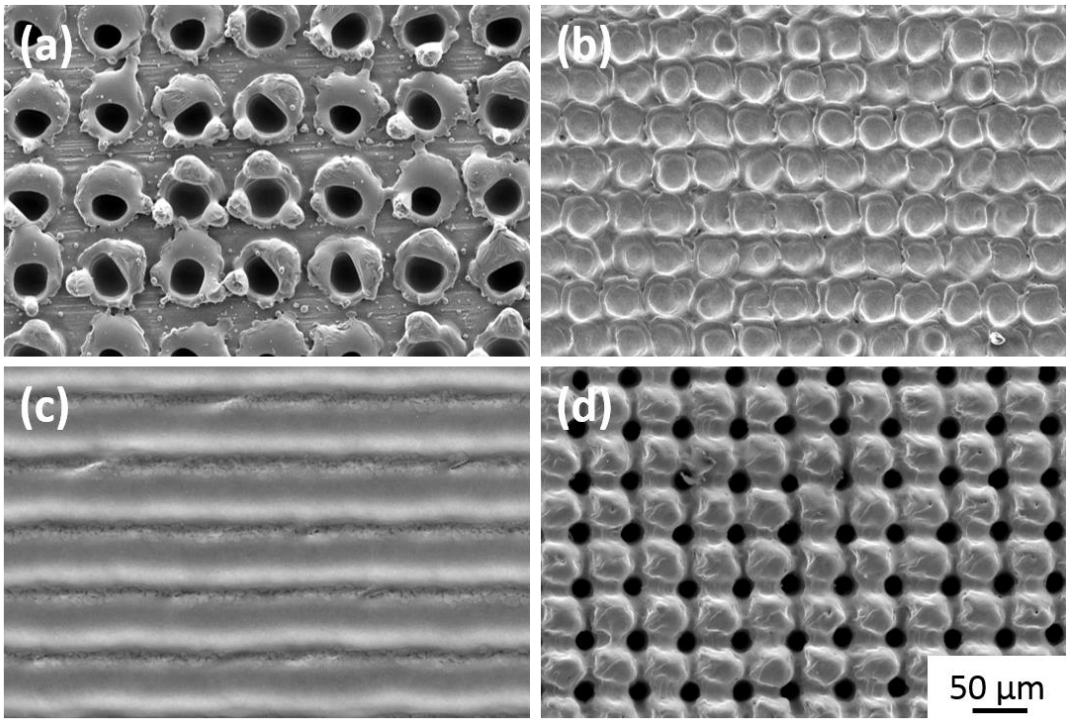


*figure 7 - (a) Trous générés sur de l'AM1 MS, (b) trous texturés sur la sous-couche d'accroche, (c) lignes formées sur la sous-couche d'accroche et (d) quadrillages créés sur de l'AM1 MS*

Au cours de ce travail, différentes morphologies de pièces ont été considérées. Pour une approche plutôt phénoménologique, des échantillons de surface plane et de géométrie rectangulaire ou circulaire ont tout d'abord été traités (figure 8).

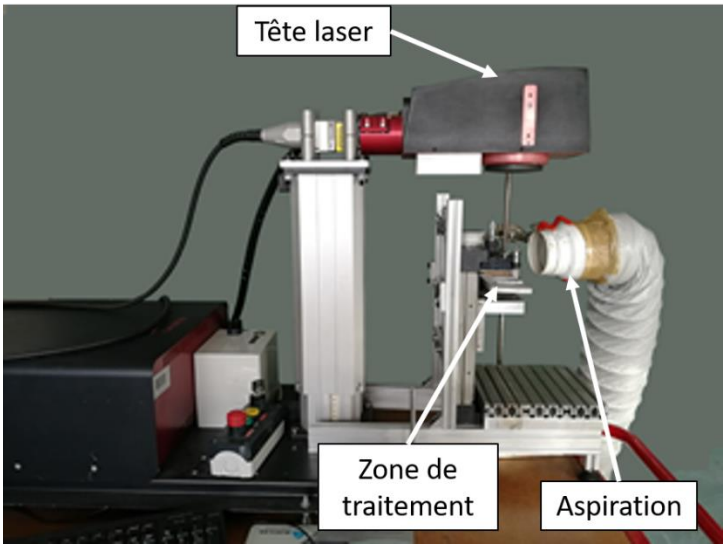


*figure 8 - Installation du laser pour le traitement de surfaces planes*

Cependant, pour l'évaluation comportementale des systèmes (fatigue thermomécanique de système BT), le traitement d'éprouvettes de géométrie complexe (éprouvettes tubulaires) a dû être considéré. Pour ce faire, un robot cinq axes (ABB IRB 400 M98) a dû être rajouté au système photonique afin de faciliter la manipulation de l'éprouvette et permettre ainsi la texturation de l'extrême surface. La figure 9 montre le montage nécessaire au traitement des éprouvettes dédiées aux essais de fatigue thermomécanique. Compte tenu de la géométrie particulière de telles pièces (pièces courbes), il fût important, en effet, d'assurer une distance focale constante sur toute la partie utile de l'éprouvette.

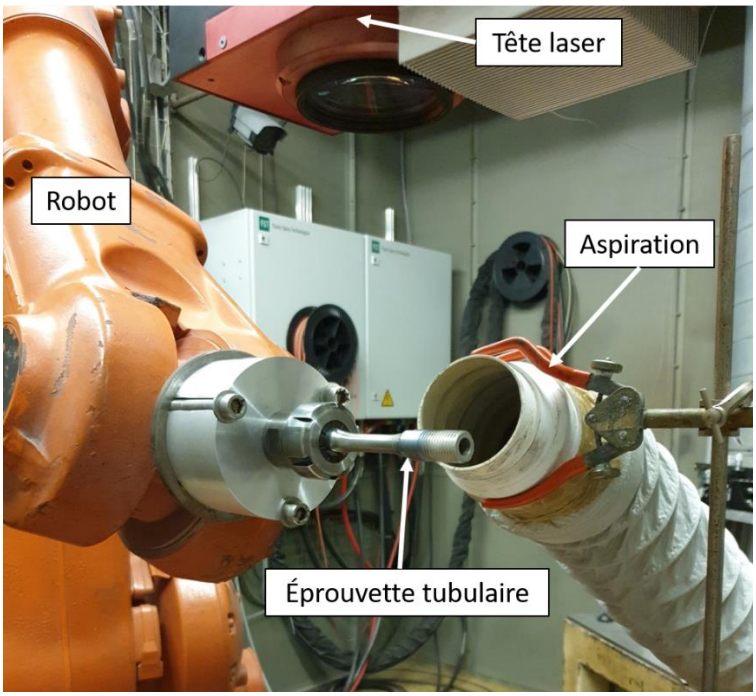


*figure 9 - Texturation laser d'une éprouvette tubulaire*

## 2.3 Mesures du coefficient d'absorption

Afin de caractériser l'ensemble des matériaux étudiés et de mettre en avant certaines propriétés optiques susceptibles de présenter une influence sur le comportement du matériau lors d'une irradiation laser, des mesures de réflectivité ont été effectuées, en collaboration avec le laboratoire PIMM de l'ENSAM de Paris.

Pour ce faire, un faisceau est émis par un laser TRUMPF Trudisk 10002, dont les principales caractéristiques sont données dans le tableau 5. La puissance délivrée par ce laser ne peut être inférieure à 305 W. Par conséquent, un filtre de densité optique absorbante a dû être utilisé pour atténuer la puissance du faisceau incident et ainsi minimiser l'intensité laser déposée en surface du matériau.

*tableau 5 - Principales caractéristiques du Laser TRUMPF Trudisk 10002*

| | |
|---|---|
| Longueur d'onde λ | 1030 nm |
| Durée d'impulsion | 100 ms |
| Densité optique | 0,84 |
| Puissance laser incidente | 305 W |
| Exposition énergétique sur cible | 120 J/cm² |
| Diamètre focal | 2,2 mm |

Le faisceau laser traverse une sphère intégrante dont la surface interne est revêtue par une couche de sulfate de baryum. Le faisceau impacte ensuite le matériau étudié, orienté à 4° par rapport au faisceau incident et placé à 10 mm de la sortie de la sphère. Ce faisceau est ensuite réfléchi par l'échantillon impacté et est récupéré par une photodiode en silicium (Edmund Optics), de réponse spectrale 200-1000 nm et de surface active de 6,25 mm² (figure 10). Un filtre interférentiel centré sur 1030 nm, de bande passante 10 nm, ainsi qu'un jeu de densités optiques sont alors placés devant la photodiode afin d'assurer une bonne qualité du signal de sortie. Ce signal correspond à une tension analogique proportionnelle à l'intensité lumineuse reçue et est donc enregistré par un oscilloscope numérique. La fréquence d'échantillonnage est de 5000 ech/s.

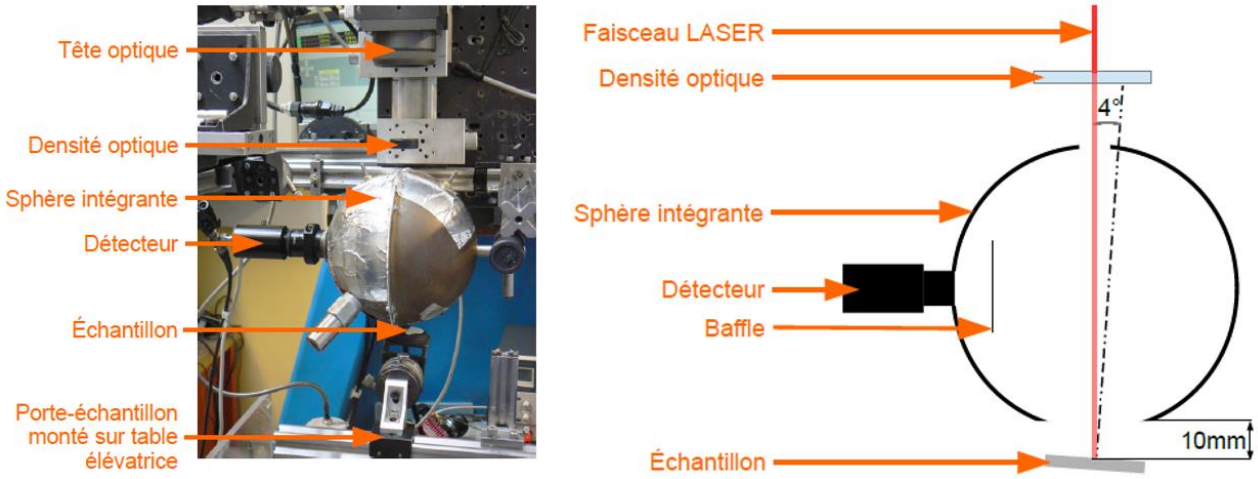


*figure 10 - Mesures de réflectivité avec sphère intégrante*

Afin d'estimer une réponse fiable du comportement des matériaux, trois mesures ont été effectuées sur chaque échantillon. Les valeurs de réflectivité r sont obtenues grâce à l'équation suivante :

$$r = \frac{0{,}985.Smes}{Sref} \qquad Eq\ 5$$

où $S_{mes}$ et $S_{ref}$ correspondent, respectivement, aux valeurs des signaux obtenus pour l'échantillon étudié et pour un échantillon de référence (pastille de cuivre polie-miroir de 20 mm de diamètre, d'épaisseur 2 mm et ayant une réflectivité de 98,5% à 1030 nm).

Grâce aux mesures de réflectivité, les coefficients d'absorption α peuvent alors être obtenus pour chaque matériau suivant la formule suivante :

$$\alpha = 1 - r \qquad Eq\ 6$$

# 3 Essais à hautes températures

## 3.1 Essais d'oxydation cyclique

Afin d'étudier l'influence de la topographie de surface générée par la texturation laser sur la tenue à l'écaillage des barrières thermiques, des essais d'oxydation cyclique ont été effectués dans un four ascenseur DELTA THERMIQUE du groupe SAFRAN.

Le cycle thermique correspond à une montée des échantillons de la température ambiante jusqu'à 1150°C à vitesse contrôlée (moins de quinze minutes), suivie d'un maintien à cette température pendant une heure (moins le temps de montée), pour finir par un refroidissement à l'air pendant quinze minutes (voir figure 11). Imposés en boucle sur les échantillons, les essais ont été stoppés lorsqu'approximativement 20 % de la surface revêtue de la barrière thermique

s'est écaillée. Quotidiennement, un opérateur Safran vérifiait alors visuellement l'état de surface des échantillons revêtus pour retirer du banc de cyclage les échantillons écaillés.

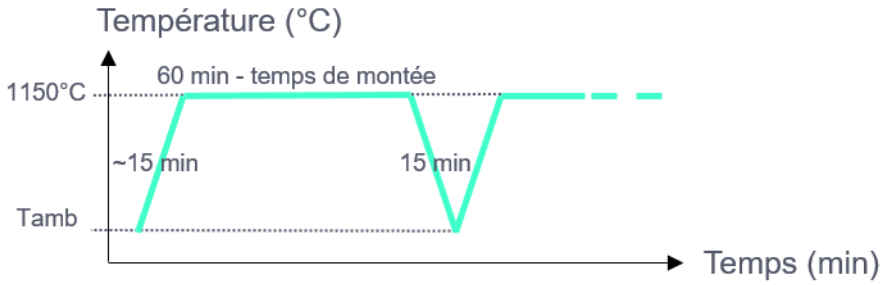


*figure 11 - Evolution de la température lors des essais d'oxydation cyclique*

Pour estimer le comportement des systèmes, trois pions de 1 mm d'épaisseur, 20 mm de diamètre et revêtus sur une seule face ont été testés. Afin d'estimer l'influence des traitements de surface et donc des différentes morphologies de surface, les échantillons texturés et sablés ont alors été comparés en oxydation cyclique. Dix configurations différentes ont ainsi été évaluées. La figure 12 présente, lors d'une des étapes de refroidissement à l'air, le lot de pions testés.

*figure 12 - Pions testés lors du refroidissement à l'air*

## 3.2 Analyses thermogravimétriques

Afin d'étudier les cinétiques d'oxydation en fonction du traitement de surface appliqué à l'échantillon, des essais d'oxydation isotherme de 100 h à 1150°C (figure 13) ont ensuite été effectués par un analyseur thermogravimétrique modulaire (ATG SETARAM SETSYS). La prise de masse s'est faite avec une précision de 1 µg.

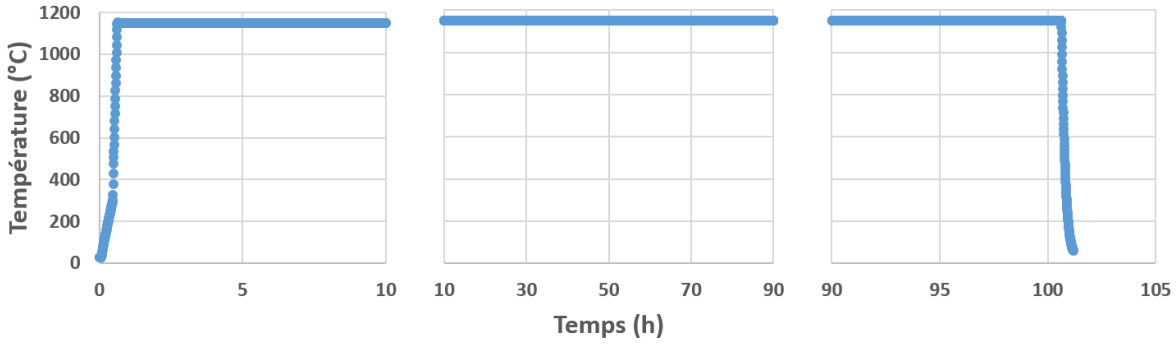


*figure 13 - Température appliquée lors des essais ATG*

Des pions de 1 mm d'épaisseur et de 13 mm de diamètre avec des chanfreins de 1 mm des deux côtés ont été usinés. Après traitement de texturation ou de sablage, les deux faces des pions ont été revêtues. Un outillage spécifique a dû être conçu afin de revêtir ces pions. La figure 14 présente l'outillage alors développé ainsi que le résultat obtenu sur un pion. Par manque de temps, seulement quatre configurations différentes ont été analysées par thermogravimétrie.

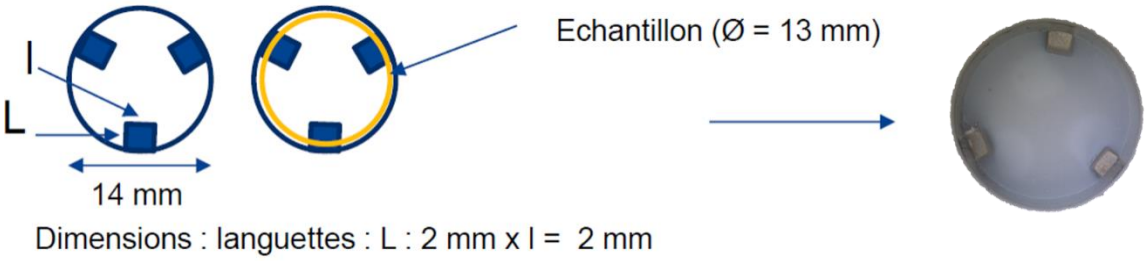


*figure 14 - Outillage conçu pour revêtir les deux faces des pions pour les analyses thermogravimétriques*

## 3.3 Essais de traction

Afin d'évaluer le comportement des superalliages lors des paliers froids des essais de fatigue thermomécanique hors phase, des essais de traction à 500°C ont été réalisés. Ces essais ont été effectués à une vitesse de déformation initiale de $10^{-3}$ $s^{-1}$, sur des éprouvettes d'AM1, de CMSX4 et de CMSX4 Plus afin d'évaluer la tenue de différents superalliages monogranulaires lors de telles sollicitations à température intermédiaire. Certains de ces résultats, nécessaires à la compréhension des résultats des essais de fatigue thermomécanique, seront donc intégralement présentés dans le chapitre 4, les autres seront donnés dans l'annexe 1.

### 3.3.1 Le pré-vieillissement des échantillons

Il a été choisi également d'évaluer l'influence d'un pré-vieillissement thermique à 1100°C et à 1150°C sur les propriétés en traction à 500°C de ces superalliages, afin de simuler une dégradation longue durée aux cœurs des matériaux. Pour ce faire des vieillissements de 24 h,

100 h, 200 h, 250 h, 300 h, 500 h et 1000 h à 1100°C ont été appliqués sur des éprouvettes d'AM1, CMSX4 et CMSX4 Plus. Ces mêmes temps de vieillissement ont donc été effectués à 1150°C mais seulement sur des échantillons de CMSX4 Plus, par manque de matière première.

### 1.1.1 La machine d'essais

Les essais de traction à 500°C ont été effectués sur une machine électromécanique Instron 8562 équipée d'un four résistif bi-zone de Pyrox. Après stabilisation thermique de l'éprouvette pendant 30 minutes, un extensomètre est positionné sur la surface au niveau de la partie utile de l'éprouvette pour mesurer les déformations en cours d'essais.

### 1.1.2 La géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes, de longueur 42 mm, ont une partie utile de 14 mm et de 4 mm de diamètre. La figure 15 donne les dimensions exactes de l'éprouvette. Avant essais, la partie utile des éprouvettes a été polie jusqu'à un état dit miroir, avec un polissage final le long de l'axe de traction. Ces étapes de polissages ont été effectuées afin de désécrouir la surface et de diminuer sa rugosité. Les amorçages indésirés de fissures en surface des éprouvettes sont ainsi minimisés.

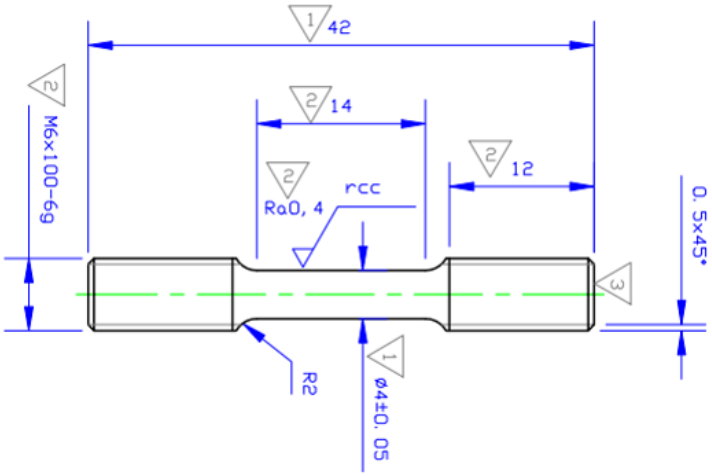


*figure 15 - Géométrie des éprouvettes de traction*

## 3.4 Essais de fatigue thermomécanique

L'objectif principal de cette thèse est de renforcer l'ancrage mécanique par texturation laser entre la sous-couche γ/γ' et la zircone yttriée afin d'augmenter la tenue en service des systèmes barrières thermiques. Pour vérifier la pertinence d'une telle solution technologique, il a été établi d'évaluer la tenue à l'écaillage des systèmes BT texturés lors de sollicitations complexes, proches de celles ressenties par les aubes de turbine HP en service, et ce sous environnement sévère. Pour ce faire des essais de fatigue thermomécanique hors phase avec gradient

thermique pariétal (TGMF – *Thermal Gradient Mechanical Fatigue*) ont été effectués sur le banc MAATRE.

### 3.4.1 Le banc d'essai MAATRE

Le banc MAATRE (Mécanique et Aérothermique des Aubes de Turbines Refroidies), développé par l'institut Pprime, permet de reproduire des chargements de fatigue thermomécanique représentatifs de ceux rencontrés dans les parties chaudes des turboréacteurs [22]. La figure 16 présente l'ensemble du banc. Il est constitué d'une machine surélevée Instron 8862 électromécanique d'une capacité de +/- 100 kN assurant les chargements mécaniques, d'un brûleur alimenté en gaz naturel et ayant une puissance thermique maximale de 550 kW, d'un convergent et d'une veine d'essais en alliage de cuivre ayant un diamètre interne de 60 mm. Cette veine, présentée sur la figure 17 est refroidie à l'eau lors des essais.

Ce banc permet de travailler dans une gamme de température variant de 300°C à 1600°C et d'atteindre des transitoires de température très élevés (vitesses de chauffage supérieures à 300°C/s dans la gamme de température 500-1200°C).

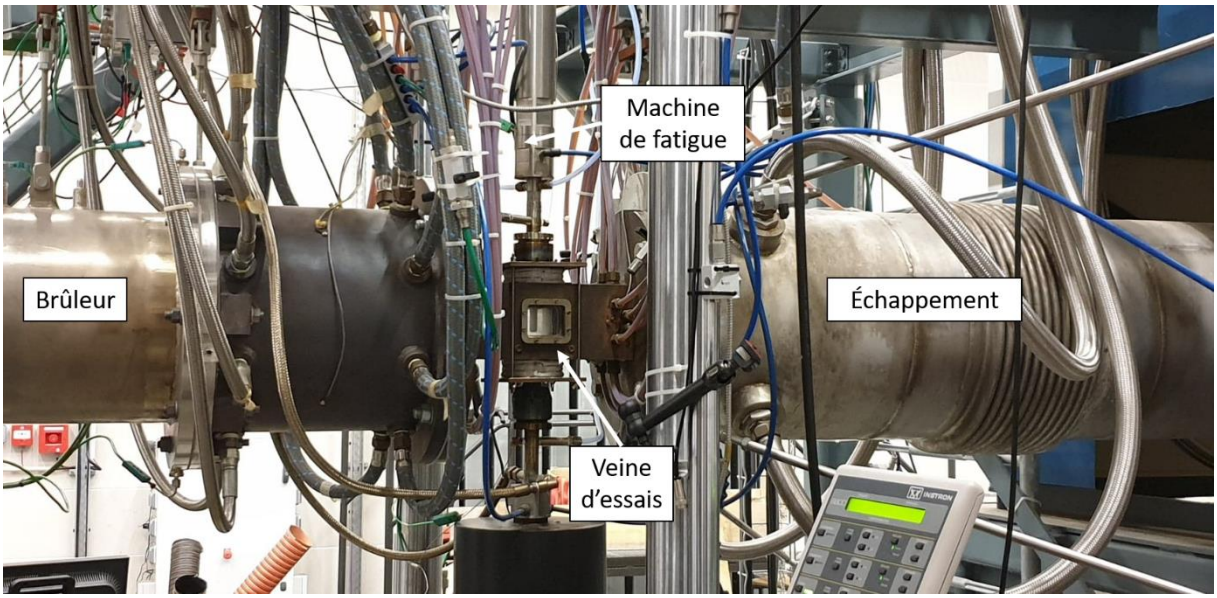


*figure 16 - Banc MAATRE*

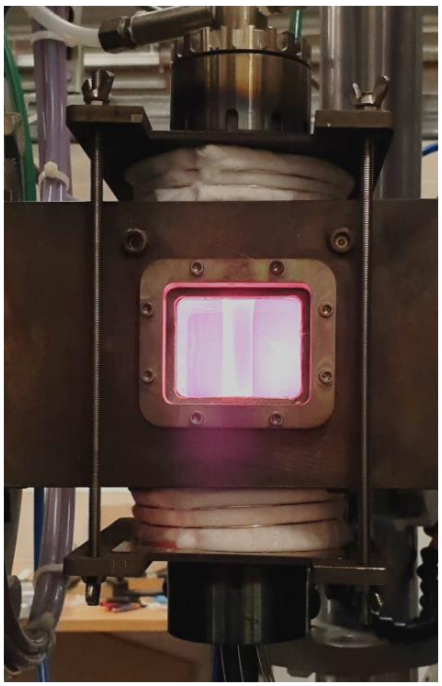

*figure 17 - Veine d'essais du banc MAATRE*

### 1.1.3 Géométries des éprouvettes

Les essais de fatigue thermomécanique ont été réalisés sur des éprouvettes tubulaires de diamètre 11 mm extérieur et 9 mm intérieur sur toute la section utile de 25 mm de longueur (figure 18). L'usinage interne de l'éprouvette (perçage et rodage) permet ensuite le refroidissement interne du matériau induisant des gradients thermiques pariétaux.

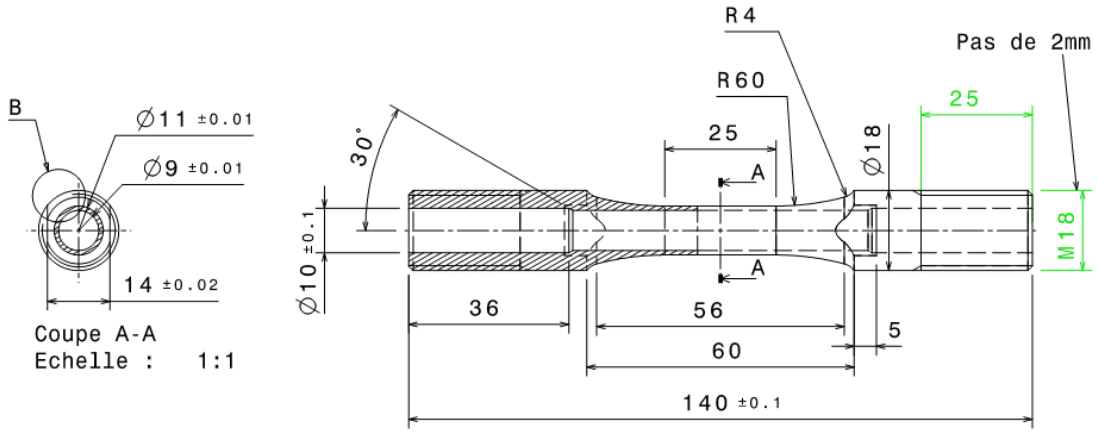


*figure 18 - Géométrie des éprouvettes de fatigue thermomécanique*

### 1.1.4 Conditions de chargement

Pour évaluer la pertinence de la solution technologie développée lors de ces travaux, il a été choisi d'étudier le comportement des systèmes barrières thermiques, avec ou sans texturation

au niveau de la sous-couche d'accroche en fatigue thermomécanique hors phase. Le cycle appliqué est le suivant :

- Montée en température : 60s/20°C.$s^{-1}$
- Palier chaud : 1h/-100 MPa/Tmax
- Descente en température : 60s/20°C.$s^{-1}$
- Palier froid : 30s/700 MPa/500°C

La température Tmax, appliquée à l'amont des éprouvettes vis-à-vis de l'écoulement du flux, est fortement dépendante du revêtement appliqué ou non sur les éprouvettes. Les paragraphes suivants décrivent comment cette dernière a été établie.

Tous ces essais ont été effectués avec un débit de refroidissement interne constant, égal à 17 $Nm^3/h$ et 13 $Nm^3/h$ pour les éprouvettes non revêtues et revêtues, respectivement.

### 1.1.5 Calibrations thermiques

Les éprouvettes cyclées seront donc soumises à un écoulement turbulent et seront chauffées par convection forcée externe. Il est nécessaire donc de contrôler la température imposée aux éprouvettes. Or, pour pouvoir coupler les résultats de fatigue thermomécanique à ceux obtenus en oxydation cyclique, il a été choisi d'imposer une température de 1150°C à l'interface sous-couche/superalliage.

Une caméra thermique infrarouge à micro-bolomètres (Optriss PI 450) a donc été utilisée pour mesurer la température appliquée en surface des éprouvettes. La figure 19.a montre le gradient thermique obtenu sur une éprouvette de CMSX4 Plus non revêtue. Il est cependant impossible de mesurer par une quelconque instrumentation la température imposée à l'interface sous-couche/superalliage. Pour pallier ce problème, des calculs de bilan thermique décrits dans l'annexe 2 ont été effectués et ont permis d'établir le fait qu'il faille imposer, dans des conditions de refroidissement interne fixées (13 $Nm^3/h$ de débit), une température de 1180°C à la surface de la barrière thermique pour atteindre l'objectif souhaité à l'interface (figure 19.b).

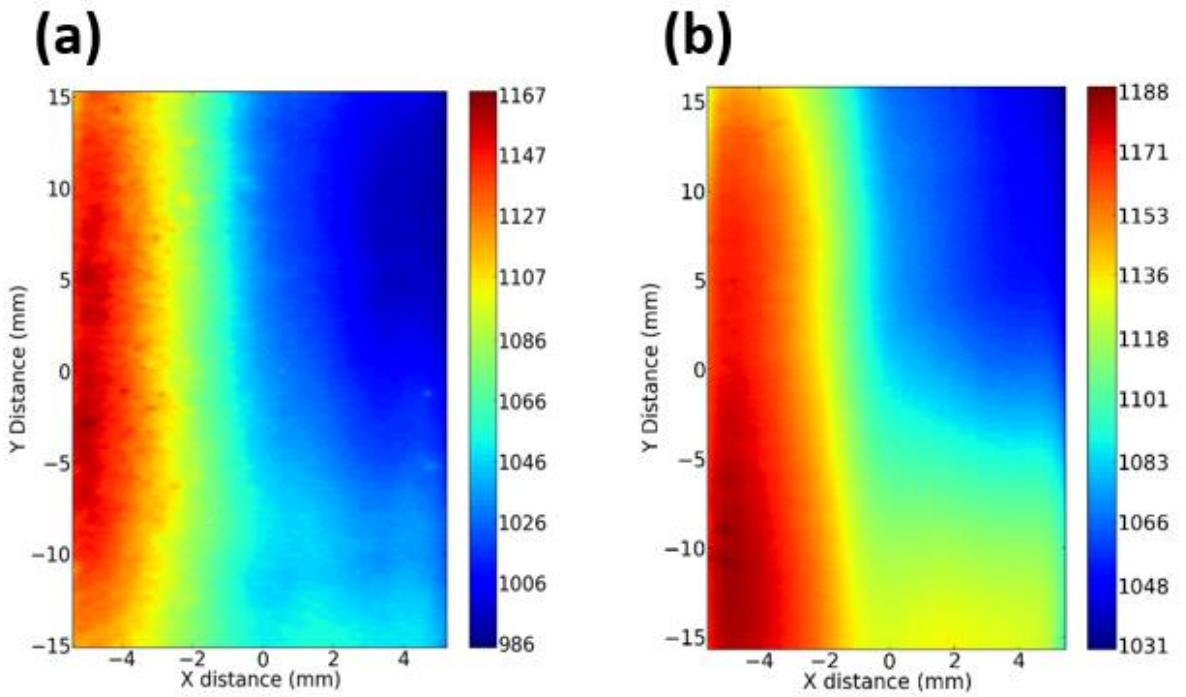


*figure 19 - Mesures du gradient thermique sur la surface : (a) d'une éprouvette non revêtue et (b) d'une éprouvette revêtue du système barrière thermique de référence*

Pour vérifier ces résultats, un essai de fluage de 24 h à 100 MPa sur une éprouvette revêtue a été effectué dans les conditions de chargements thermiques théoriques. Après essais, l'éprouvette a été découpée longitudinalement, polie jusqu'au micron, attaquée chimiquement et observée en microscopie électronique à balayage. Cet essai a permis la mise en radeaux des précipités γ', facilitant ainsi la mesure de la fraction surfacique des précipités γ'. Or, à partir de ces mesures, il est possible de remonter à la température vue par le substrat. En effet, l'annexe 3 présente l'étude préalablement faite à cette thèse et qui a permis d'établir l'évolution de la fraction surfacique des précipités γ' en fonction de la température, pour divers superalliages monogranulaires à base nickel. Les résultats obtenus en termes de fraction surfacique de précipités γ', donnés dans l'annexe 2, ont permis alors de confirmer le fait qu'en appliquant 1180°C à l'extrême surface de la couche céramique, la température à l'interface sous-couche/superalliage est proche des 1150°C.

### 3.4.2 Matrice d'essais

Des essais sur différents superalliages monogranulaires sans revêtement ont dans un premier temps été effectués afin d'évaluer leur comportement face à de telles conditions de sollicitation. Une éprouvette d'AM1 et une de CMSX4 Plus ont donc été testées en fatigue thermomécanique. Avant chaque essai, les éprouvettes non revêtues ont été scrupuleusement polies (jusqu'au papier 4000 SiC) pour minimiser les défauts de surface pouvant être des sites préférentiels d'amorçage de fissures.

Dans un second temps, le système barrière thermique de référence a été cyclé en fatigue thermomécanique. De plus, pour évaluer l'influence des différentes couches du système barrière thermique sur la durée de vie en fatigue thermomécanique, un essai sur une éprouvette uniquement revêtue de la sous-couche γ/γ' a également été effectué. Puis, l'influence des motifs de texturation sur les propriétés en fatigue thermomécanique a enfin été évaluée. Pour une question de coût, seulement deux morphologies de surface texturées ont pu être étudiées lors de cette campagne d'essais, morphologies sélectionnées sur la base de leur tenue en oxydation cyclique.

En outre, le comportement du système barrière thermique de référence a été comparé à un système de type AM1/NiAlPt/YSZ plus communément utilisé par le groupe SAFRAN. Enfin, une étude sur l'influence d'un pré-vieillissement de 100 h à 1150°C a été menée, afin d'évaluer l'impact d'une dégradation longue durée du système BT sur les propriétés en TGMF. Les vieillissements thermiques ont été effectués, préalablement aux essais de fatigue thermomécanique, dans un four Nabertherm 1800. Afin de ne pas favoriser un quelconque écaillage des éprouvettes revêtues, il a été décidé de refroidir l'ensemble des éprouvettes au four avec des transitoires proches des 10°C/min.

Le tableau 6 tableau 1récapitule l'ensemble des essais de fatigue thermomécanique conduits lors de ces travaux de thèse. Au regard du prix de tels essais, un seul essai par condition a été effectué.

*tableau 6 - Matrice d'essais de fatigue thermomécanique avec gradients thermiques pariétaux*

| Matériaux | Sous-couche | BT | Texturation | Pré-vieillissement | Tmax (°C) |
|---|---|---|---|---|---|
| AM1 | X | X | X | X | 1150°C |
| CMSX4 Plus | X | X | X | X | 1150°C |
| CMSX4 Plus | γ/γ' | X | X | X | 1150°C |
| CMSX4 Plus | γ/γ' | YSZ | X | X | 1180°C |
| CMSX4 Plus | γ/γ' | YSZ | 1er motif | X | 1180°C |
| CMSX4 Plus | γ/γ' | YSZ | 2ème motif | X | 1180°C |
| AM1 | NiAlPt | YSZ | X | X | 1180°C |
| CMSX4 Plus | x | X | X | 1h – 1150°C RF : 10°C/min | 1150°C |
| CMSX4 Plus | γ/γ' | X | X | 1h – 1150°C RF : 10°C/min | 1150°C |
| CMSX4 Plus | γ/γ' | YSZ | X | 1h – 1150°C RF : 10°C/min | 1180°C |
| CMSX4 Plus | γ/γ' | YSZ | 1er motif | 1h – 1150°C RF : 10°C/min | 1180°C |
| CMSX4 Plus | γ/γ' | YSZ | 2ème motif | 1h – 1150°C RF : 10°C/min | 1180°C |

### 1.1.6 Suivi de marqueurs

Afin de suivre les déformations des éprouvettes lors des essais de fatigue thermomécanique, il a été nécessaire de placer des marqueurs sur les éprouvettes tubulaires. Par une peinture haute émissivité (Hie-Coat 840 CX), quatre marqueurs ont systématiquement été placés sur les éprouvettes revêtues (voir un exemple sur la figure 20). Des disques en platine ont ensuite été soudés par point sur les éprouvettes tubulaires non revêtues. A l'aide d'une caméra (AVT Manta G-917), couplée à un logiciel d'acquisition d'images développé au sein de l'institut Pprime, il a ainsi été possible de mesurer en temps réel le déplacement de ces marqueurs.

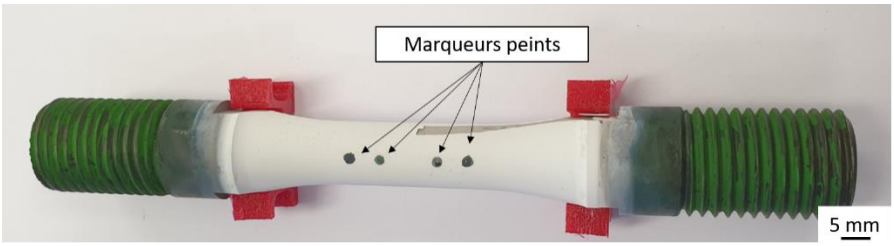


*figure 20 - Marqueurs peints sur les éprouvettes revêtues*

# 4 Caractérisation des échantillons

## 4.1 Préparation des échantillons

Afin d'analyser les différents échantillons après essais, il a été nécessaire d'effectuer un ensemble d'étapes pour préparer ces derniers et ainsi faciliter les observations. Ces principales étapes vont être décrites dans les paragraphes suivants.

### 4.1.1 Analyse des motifs de texturation

Il est particulièrement compliqué de caractériser les surfaces texturées par des mesures de rugosité standards de par les fortes profondeurs générées. Dans l'optique donc de qualifier les morphologies de surface, il a été défini de caractériser spécifiquement la morphologie des motifs de texturation.

Pour ce faire, les échantillons ont été enrobés à froid par une résine époxy et découpés à l'aide d'une micro tronçonneuse (Mecatom T210 (4500 rpm, 0.1 mm/s)). Cette étape d'enrobage à froid est nécessaire pour protéger les motifs de texturation et éviter toute dégradation, ainsi que les effets de bords, pouvant survenir lors des étapes de découpe et polissage. Par la suite, les échantillons ont donc été polis jusqu'au micron puis soigneusement nettoyés à l'éthanol dans un bain à ultrasons pendant 5 minutes.

Afin de révéler la microstructure des superalliages, une attaque chimique pendant 10 secondes par de l'eau régale (1/3 $HNO_3$ + 2/3 HCl en volume), a été réalisée sur les surfaces polies. Enfin les échantillons ont été métallisés par une couche nanométrique d'or-palladium. Lorsque les

motifs ont été texturées sur la sous-couche γ/γ', les échantillons enrobés puis découpés ont subis un polissage jusqu'au micron suivi d'un polissage à l'OPS pendant 6 minutes. Les mêmes étapes de nettoyage et de métallisation ont ensuite été appliquées.

### 4.1.2 Préparation des pions revêtus

Dans un premier temps, tous les pions revêtus du système barrière thermique ont été métallisés par une couche nanométrique d'or-palladium afin d'effectuer des observations de la couche céramique en surface par microscopie électronique à balayage.

Par la suite, l'ensemble des échantillons a été enrobé à froid, puis découpé de la façon décrite dans les paragraphes précédents. L'étape d'enrobage à froid sur les échantillons revêtus est en effet nécessaire afin de minimiser les endommagements liés aux différentes étapes de préparation. Un polissage manuel jusqu'au micron suivi d'une étape de nettoyage ont ensuite été effectués. L'ensemble des pions ainsi préparés a de nouveau été métallisé afin de permettre l'observation en microscopie électronique.

### 1.1.7 Eprouvettes de traction

Afin de corréler la tenue en traction à 500°C des superalliages à leur microstructure, les éprouvettes de traction ont été, après essais, découpées longitudinalement, à l'aide toujours de la micro tronçonneuse. Les étapes de polissage jusqu'au micron, couplées à celles de nettoyage et d'attaque chimique, ont suivi.

### 4.1.3 Eprouvettes tubulaires

Afin d'étudier les mécanismes d'endommagement induits sur les éprouvettes tubulaires lors des essais de TGMF, il est nécessaire de préparer ces dernières afin de pouvoir les observer en microscopie électronique à balayage.

Pour éviter l'écaillage de la barrière thermique lors des étapes de préparation, il a été défini, pour les protéger, d'enrober à froid les éprouvettes revêtues. Afin donc de pouvoir entièrement enrober à froid les éprouvettes tubulaires revêtues, un moule a dû être conçu (avec l'aide du logiciel Catia V6). Le moule a ensuite été fabriqué à l'aide d'une machine de fabrication additive (Ultimaker 2). Le matériau utilisé est du polyuréthane thermoplastique TPU 95A, il a été choisi pour être suffisamment souple afin de faciliter le démoulage. La figure 21 présente le moule ainsi qu'une éprouvette revêtue avant l'étape d'enrobage à froid.

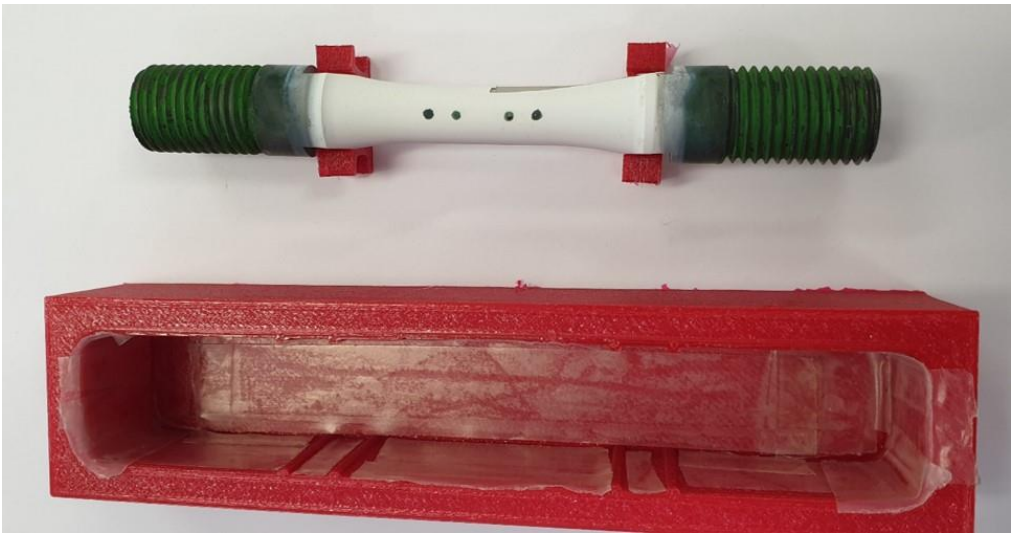

*figure 21 - Moule conçu pour permettre l'enrobage des éprouvettes tubulaires*

Une fois les éprouvettes enrobées, elles ont été découpées longitudinalement et ont subi les mêmes étapes de préparation que les éprouvettes de traction.

Les éprouvettes tubulaires non revêtues ont, quant à elles, été découpées longitudinalement puis elles ont été enrobées à chaud par une résine dédiée pour les observations MEB.

Différentes étapes sont donc nécessaires pour caractériser, analyser les échantillons et éprouvettes utiles à cette thèse. Le tableau 7 résume donc ces diverses étapes de préparation en fonction de la nature des échantillons.

*tableau 7 - Etapes de préparation en fonction de la nature des échantillons analysés*

| Types d'échantillons | Etapes préliminaires | Pré-enrobage à froid | Découpe | Polissage | Attaque chimique | Métallisation |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Pion non revêtu (motif texturation) | x | x | // axe de texturation | micron | v | x |
| Pion revêtu | Métallisation | v | // axe de texturation | micron + OPS | v | v |
| Eprouvette traction | x | x | longitudinale | micron | v | x |
| Eprouvette tubulaire nue | x | x | longitudinale | micron | v | x |
| Eprouvette tubulaire revêtue | x | v | longitudinale | micron | v | v |

## 4.2 Microscopie

### 4.2.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage

Différents microscopes électroniques à balayage (MEB – *Microscopie Electronique à Balayage*) ont été utilisés pour observer la microstructure des matériaux considérés dans cette étude :

- MEB conventionnel JEOL 6400, utilisé en électrons secondaires et en électrons rétrodiffusés, sous une tension d'accélération de 25 kV, essentiellement pour caractériser dimensionnellement les morphologies de surface.
- MEB FEG JEOL 7000F, utilisé en électrons secondaires, sous une tension d'accélération de 25 kV, essentiellement pour caractériser la microstructure des superalliages.
- MEB FEG JEOL 7000F et 7800F, utilisé en électrons secondaires et en électrons rétrodiffusés, sous une tension d'accélération de 25 kV, essentiellement pour caractériser la microstructure des éprouvettes revêtues.

Des microscopes différents ont donc été utilisés pour des raisons de disponibilités des moyens lors des différentes phases d'analyses.

### 4.2.2 Analyses EBSD

Dans le but de caractériser l'orientation cristallographique au niveau des zones, fondues puis re-solidifiées, à proximité des cavités, des analyses EBSD ont été effectuées à l'aide du MEB FEG JEOL 7000F et du logiciel OIM.

L'ensemble des cartographies présentées ont été codées selon l'axe z (figure 22), axe parallèle à l'axe de solidification des superalliages monogranulaires étudiés.

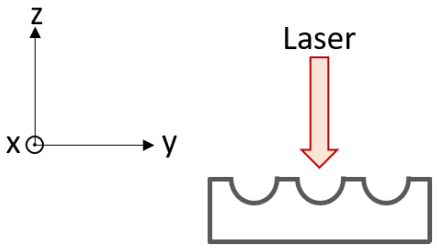


*figure 22 - Repère pour le codage des cartographies EBSD*

## 4.3 Analyses d'images

### 4.3.1 Caractérisation dimensionnelle des motifs de texturation

Afin de mesurer les géométries et ainsi déterminer les volumes thermiquement affectés en périphérie des motifs, au moins six images MEB de chaque motif texturé, au grossissement x1000, ont été traitées par le logiciel ImageJ. Des précisions concernant ces mesures de

géométries et les calculs associés pour approximer les volumes thermiquement affectés, sont donnés dans le chapitre 2.

### 4.3.2 Caractérisation de la microstructure des superalliages

Pour évaluer les évolutions microstructurales des matériaux lors du processus d'ablation laser ou bien lors de leur exposition à de hautes températures, l'utilisation du logiciel Visilog 6.9 a été nécessaire. La largeur des couloirs de matrice γ, la taille des précipités γ', aussi que leur fraction surfacique ont été approximées à l'aide d'images MEB à différents grossissements, en cœur de dendrites et dans les zones interdendritiques (figure 23).

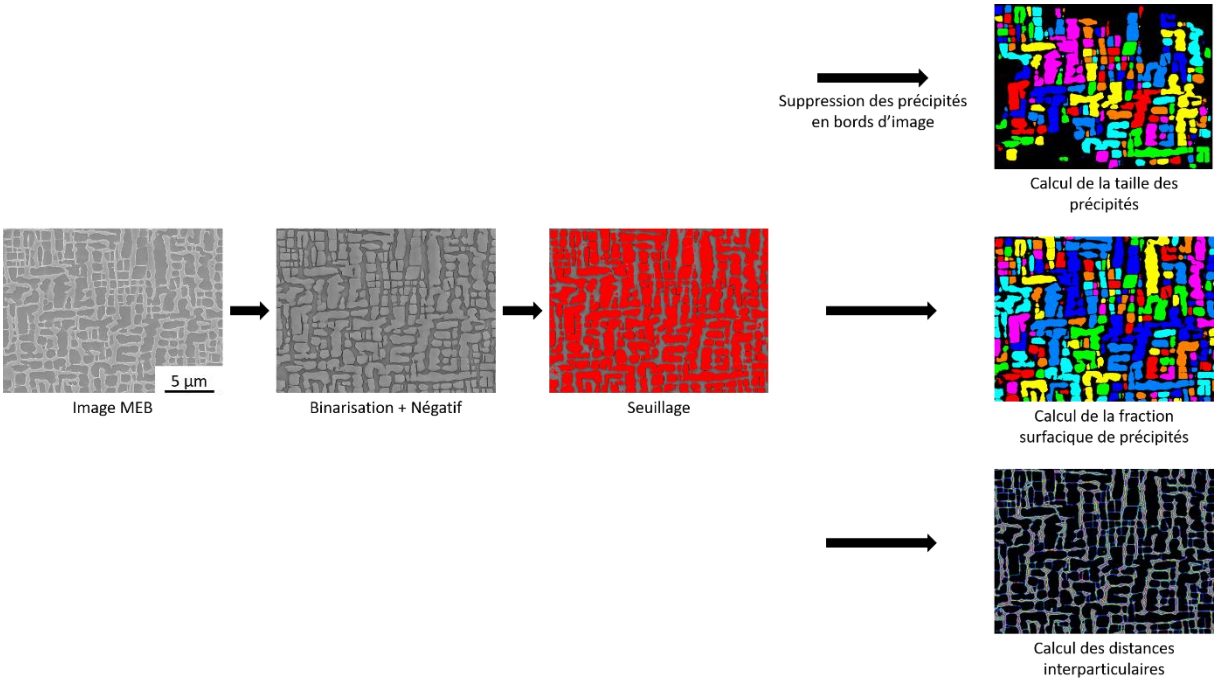


*figure 23 - Détermination de la fraction surfacique des précipités γ', de leur taille et détermination de la largeur des couloirs de matrice γ*

### 4.3.3 Caractérisation de la microstructure des barrières thermiques

Pour caractériser les revêtements déposés par EB-PVD, plusieurs mesures ont été effectuées, à l'aide du logiciel ImageJ, sur au moins six images différentes. L'épaisseur de la couche céramique (figure 24.a), la largeur des colonnes en haut du dépôt et à mi-hauteur (figure 24.b) ont donc été mesurées. Par ce logiciel et à partir des vues en surface des barrières thermiques, il est possible de déterminer le taux de densité de colonnes. En effet, comme illustré par la figure 25, il est possible de mesurer le taux de porosités et ainsi d'estimer la densité de colonnes rencontrée. De même, les taux de vides intercolonnaires au niveau d'un motif ont pu également être mesurés (figure 26).

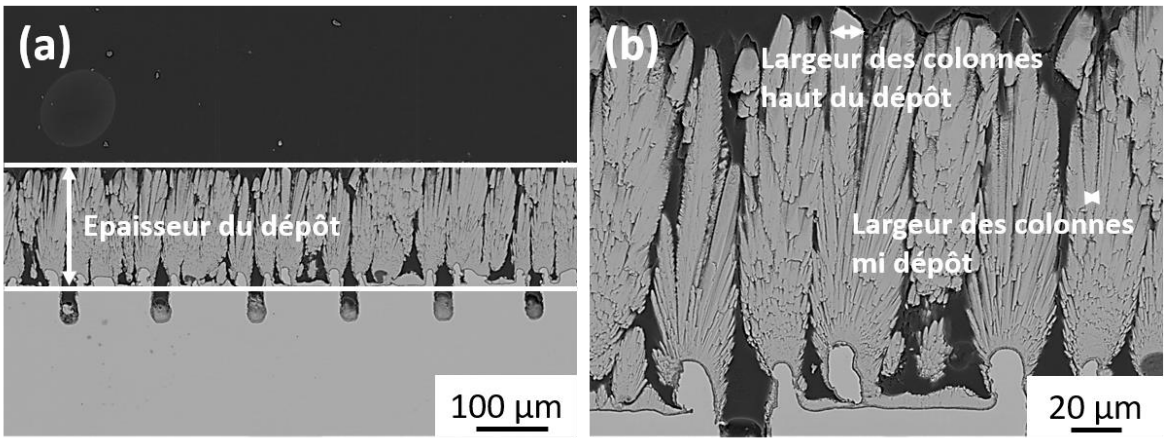


*figure 24 - Mesures de (a) l'épaisseur du dépôt et (b) les largeurs des colonnes en haut et à mi dépôt*

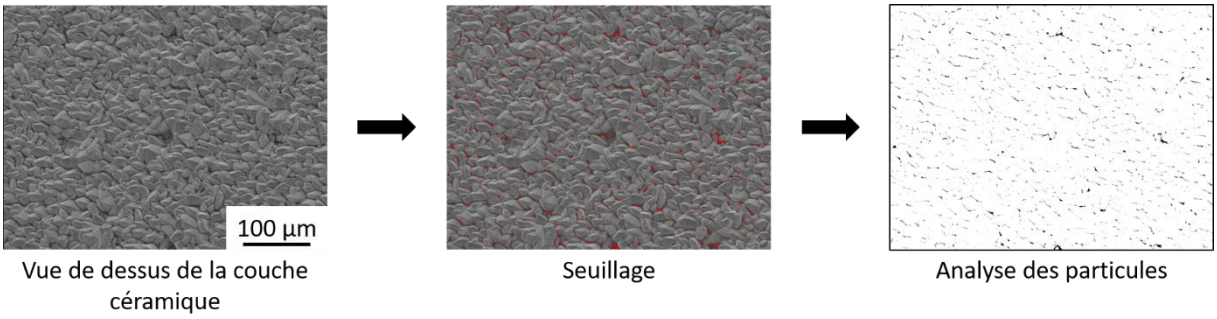


*figure 25 - Etapes de mesure de la densité de colonnes*

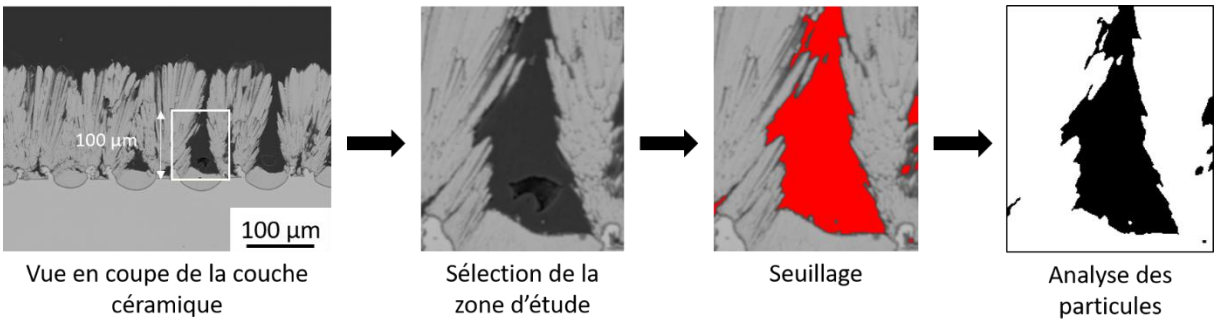


*figure 26 - Etapes de mesure du taux de vide intercolonnaire*

# 5 Synthèse

Ce chapitre avait donc pour objectif de présenter les matériaux étudiés, comprenant le système BT considéré comme étant celui de référence pour ces travaux et les superalliages considérés pour l'étude de l'interaction laser-matière. Le laser utilisé pour traiter les surfaces et les essais mis en œuvre pour évaluer la tenue à l'écaillage des systèmes BT ont également été présentés. Enfin, les différents moyens employés pour caractériser et analyser la microstructure des superalliages et des systèmes BT ont été définis.

Il est à présent temps de s'intéresser aux mécanismes régissant de l'interaction laser-superalliages afin de maîtriser le procédé de texturation laser et d'évaluer l'impact d'un tel traitement de surface sur l'endommagement des matériaux irradiés dans cette étude.

# Chapitre 2

# Etude de l'interaction laser – superalliages

L'objectif principal de ce chapitre est d'étudier le comportement des matériaux lorsqu'ils sont irradiés par un laser nanoseconde. Il est donc nécessaire d'apporter des réponses quant aux endommagements induits par un tel traitement de surface, aux matériaux considérés dans cette étude.

# 1 Etude bibliographique

Afin de maîtriser le procédé de texturation laser et les modifications de surface induites, il est nécessaire de comprendre les mécanismes qui régissent l'interaction entre le laser et les matériaux considérés. Différents résultats peuvent en effet être observés selon les caractéristiques du faisceau laser et celles du matériau traité. Par conséquent, un rappel sera fait dans un premier temps, sur les superalliages à base nickel, en s'attardant particulièrement sur leurs propriétés microstructurales. Les principes de l'ablation laser et les différents mécanismes favorisant la formation de cavités seront présentés par la suite. Enfin, pour comprendre comment se positionnent ces travaux de thèse dans la communauté scientifique, différentes études spécifiques à l'interaction laser-superalliages seront détaillées.

## 1.1 Les superalliages à base nickel

Les superalliages à base nickel coulés, matériaux considérés dans ces travaux de thèse, sont utilisés pour répondre aux critères de dimensionnement des aubes de turbine haute pression des turboréacteurs. L'un des principaux développements de ces alliages s'est orienté autour des procédés d'obtention afin de passer de structures équiaxes, à des structures colonnaires puis monogranulaires (figure 27) [23], [24]. La suppression des joints de grain, sites préférentiels d'amorçage de fissures, a notamment permis d'augmenter la tenue au fluage de ces matériaux.

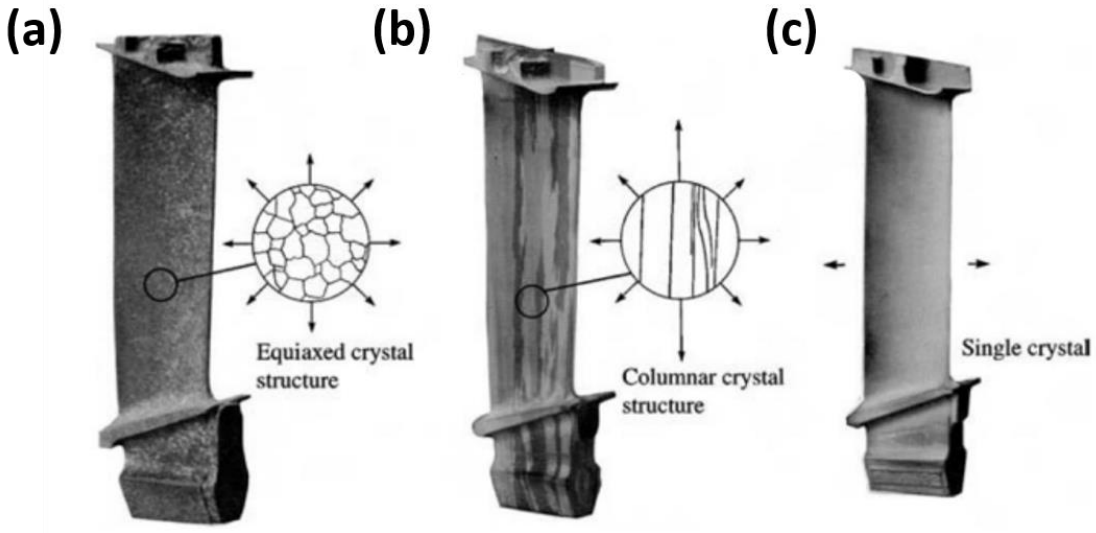


*figure 27 - Structures des aubes : (a) équiaxe, (b) colonnaire, (c) monogranulaire* [2]

Le procédé de solidification Bridgman permet donc l'obtention de pièces à solidification dirigée ou monogranulaires. Le métal liquide est versé dans un moule à la forme extérieure de la pièce considérée, positionné dans un four sous vide. Le moule est déplacé à vitesse contrôlée de la partie chaude du four vers une partie plus froide. Le gradient thermique alors engendré impose un déplacement unidirectionnel de l'interface solide-liquide et ainsi une croissance dendritique. Les dendrites formées vont alors croître dans la direction de solidification qui, dans le cas des superalliages, s'avère généralement être suivant l'orientation cristallographique [001]. Les bras secondaires de la structure dendritique vont ensuite se développer dans les directions [100] et [010]. La structure monogranulaire est obtenue par l'utilisation de sélecteurs favorisant la croissance d'un seul grain dans le moule (figure 28) [23], [25]–[27].

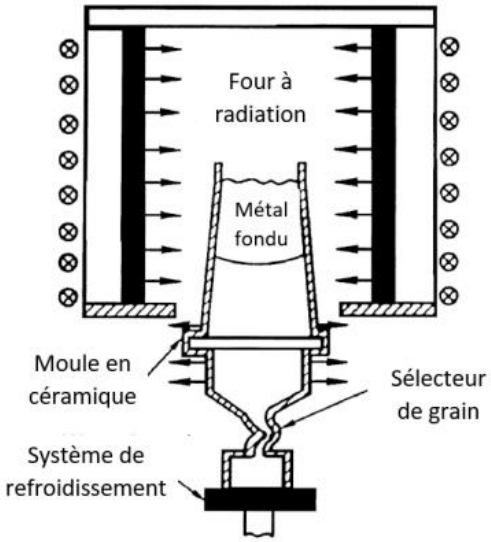


*figure 28 - Procédé de solidification Bridgman* [25]

Il existe des hétérogénéités microstructurales et chimiques au sein de ces matériaux dues à la solidification dendritique de ces derniers. En effet, les dendrites se solidifient plus rapidement que les espaces interdendritiques résultant en un enrichissement des éléments γ'-gènes vers ces derniers, de par la plus faible densité de ces éléments. Les espaces interdendritques présentent donc une fraction volumique de la phase γ' plus importante ainsi que des précipités plus grossiers dans l'état brut de coulée. De plus, la formation d'eutectiques riches en éléments γ'-gènes au sein même de ces espaces est favorisée. Les éléments réfractaires tels que le rhénium, le molybdène et le tungstène vont eux se trouver majoritairement en cœur de dendrites [2].

Un traitement thermique de mise en solution adapté à chaque alliage est donc préconisé pour réduire ces hétérogénéités, via l'interdiffusion des éléments au sein de la structure dendritique. La plage de température définie doit permettre à l'alliage d'être dans un domaine monophasé γ. La température de ce traitement doit donc être proche du solidus mais inférieure à la température de brûlure du matériau (i.e. température de formation de la première goutte de liquide).

Deux traitements thermiques consécutifs sont ensuite appliqués aux superalliages afin de leur conférer une microstructure optimisée. Le premier revenu, dit de diffusion, réalisé habituellement entre 1000°C et 1200°C pendant 2 à 8 heures, joue un rôle sur la taille, la distribution et la morphologie des précipités γ'. Ce premier traitement est aussi employé pour assurer l'interdiffusion entre le revêtement (sous-couche d'accroche) et le substrat dans le cas d'un composant. Le deuxième traitement thermique, communément appelé revenu de vieillissement, augmente quant à lui la fraction volumique de précipités au sein de l'alliage. Ce revenu est généralement réalisé aux alentours des 870°C pendant 6 à 30 heures. Finalement, la figure 29 schématise les différents traitements thermiques appliqués aux superalliages à base nickel [28].

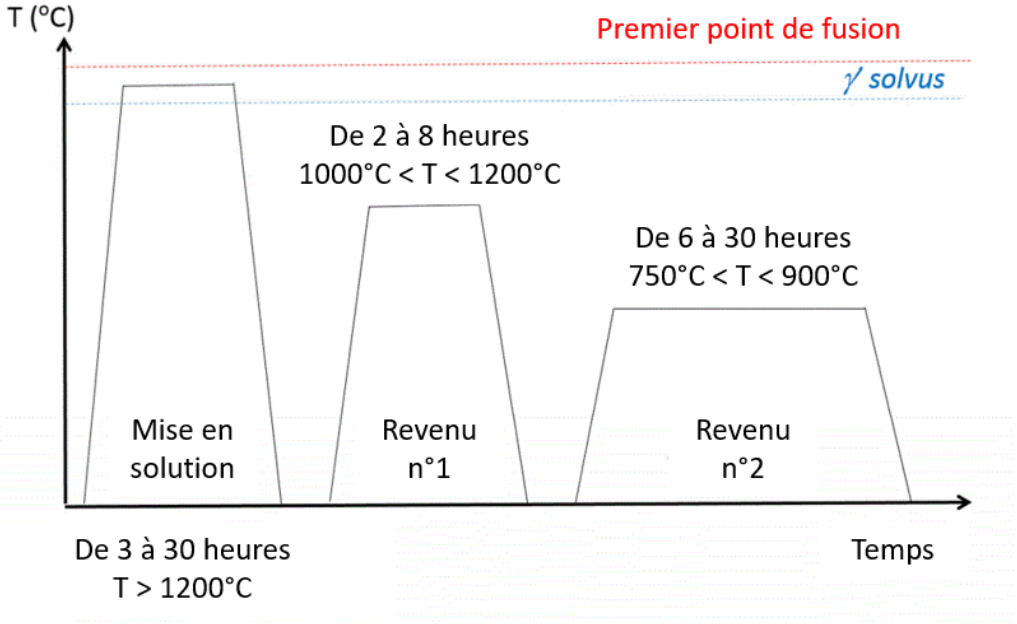


*figure 29 - Traitements thermiques appliqués aux superalliages monogranulaires* [28]

La microstructure standard des superalliages à base nickel monogranulaires est donc constituée d'une matrice austénitique γ de structure cubique à faces centrées, renforcée par la précipitation d'une phase stable et cohérente γ'. Cette dernière, essentiellement composée de $Ni_3(Al, Ti, Ta)$, a une structure cristallographique ordonnée (cubique) de type $L1_2$ (figure 30).

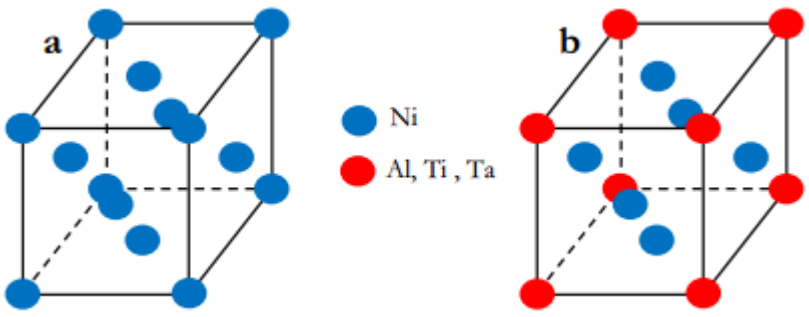


*figure 30 - Structure cristallographique : (a) de la phase γ, (b) des précipités γ'* [29]

La figure 31 présente, après attaque chimique, la microstructure typique en cœur de dendrite d'un superalliage à base nickel monogranulaire. Ces précipités cuboïdaux sont alignés selon la direction de solidification du matériau et ont des côtés de longueur comprise entre 400 et 500 nm.

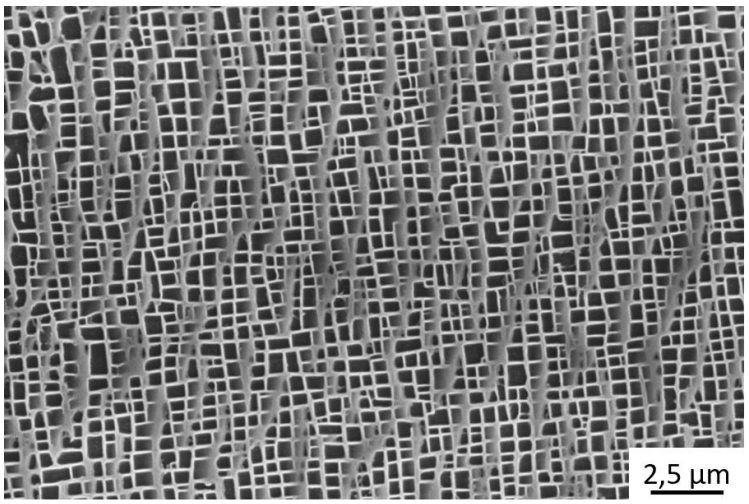


*figure 31 - Microstructure standard en cœur de dendrite de l'AM1*

La cohérence à l'interface γ/γ', dépendante du désaccord paramétrique de maille des deux phases, participe à la tenue mécanique de tels alliages à hautes températures. Le désaccord paramétrique δ de maille est défini par l'équation suivante :

$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{0{,}5.(a_{\gamma'} + a_{\gamma})} \qquad Eq\ 7$$

avec $a_{\gamma}$ et $a_{\gamma'}$ les paramètres de maille des phases γ et γ', respectivement.

Ce désaccord paramétrique de maille, communément appelé « misfit », s'avère être négatif à haute température (T > 800°C), pour tous les superalliages considérés dans ces travaux, ce qui signifie que le paramètre de maille de la phase γ est plus important que celui de la phase γ'.

L'évolution de la microstructure des superalliages est caractéristique des sollicitations thermiques et mécaniques subies par ces derniers. En effet, l'exposition des superalliages à hautes températures engendre le grossissement et la coalescence des précipités γ' menant à l'élargissement des couloirs de matrice [30], [31]. De telles évolutions microstructurales sont menées par la réduction globale de l'énergie aux interfaces γ/γ'. Par conséquent, la fraction volumique des précipités évolue également avec la température et le temps d'exposition [5]. La figure 32 donne un exemple de grossissement des précipités suite à une exposition à 1040°C d'un superalliage monogranulaire [32]. Enfin, ces dégradations microstructurales peuvent être accompagnées d'un réseau de dislocation susceptible d'apparaitre aux interfaces γ/γ' [33], [34].

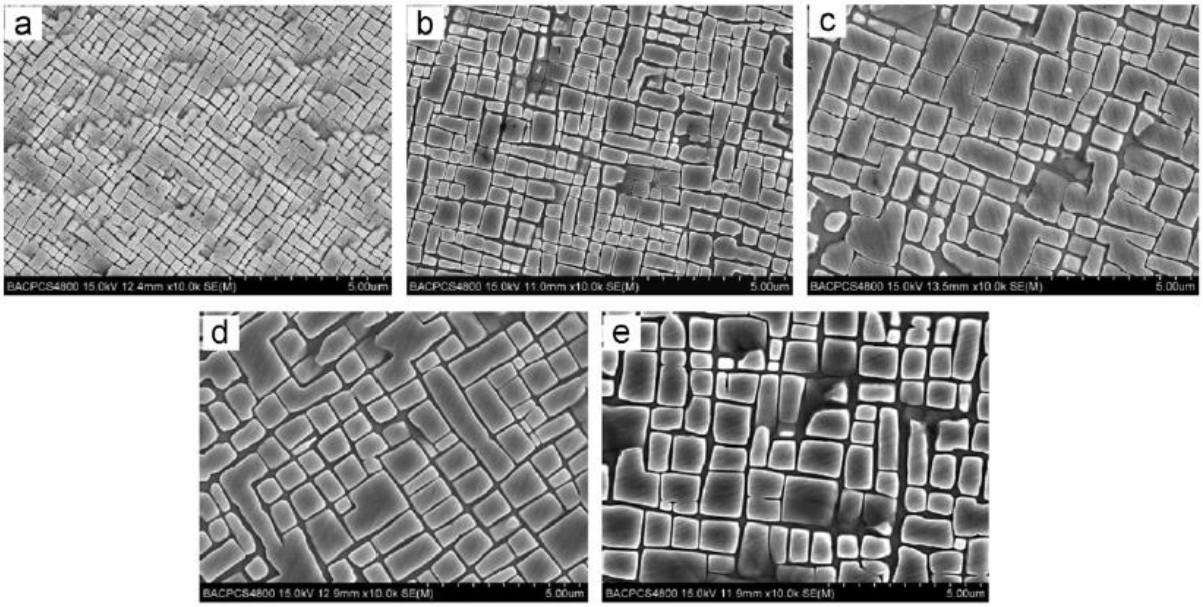


*figure 32 - Evolution de la microstructure d'un superalliage monogranulaire exposé à 1040°C pendant : (a) 0h, (b) 200h, (c) 400 h, (d) 600 h, et (e) 800h* [32]

De plus, lors de la mise sous contrainte de tels matériaux, un phénomène de « mise en radeaux » peut être enclenché [35]–[38]. Il est caractérisé par la coalescence des précipités γ' dans une direction privilégiée. Par exemple, pour les superalliages ayant un misfit négatif, la direction privilégiée des précipités est perpendiculaire à l'axe de sollicitation lors d'une mise en traction (microstructure de type « N » (N = Normal)). Inversement, lorsque ces matériaux sont sollicités en compression, la mise en radeaux se fait parallèlement à l'axe de sollicitation (microstructure de type « P » (P = Parallel)). Ce mécanisme est donc contrôlé par le misfit du superalliage considéré mais également par le signe de la contrainte appliquée [39], [40]. La figure 33 donne un exemple de mise en radeaux d'un superalliage de 2ème génération CMSX4 après des essais de fluage en traction et en compression à 1050°C/+/- 120 MPa.

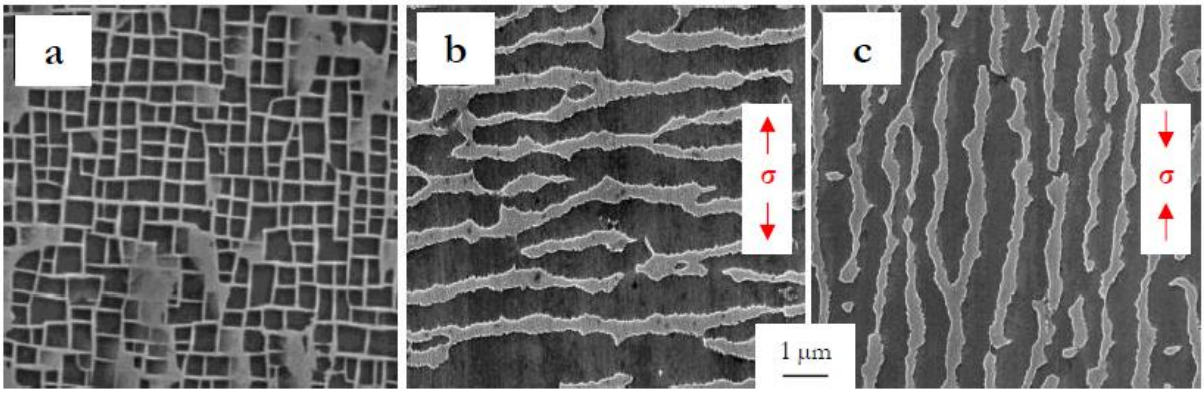


*figure 33 - Microstructure du CMSX4 : (a) standard, (b) mise en radeaux perpendiculaire à l'axe de sollicitation et (c) mise en radeaux parallèle à l'axe de sollicitation* [41]

Les évolutions microstructurales des superalliages sont donc effectivement révélatrices des sollicitations thermiques et mécaniques auxquelles ces matériaux sont soumis. Pour étudier l'interaction laser/superalliages, il a alors été défini pour ces travaux de thèse, d'analyser la microstructure γ/γ' de l'alliage aux alentours des cavités générées et de vérifier ainsi si cette dernière est endommagée par le processus d'ablation laser.

## 1.2 Principes de l'ablation laser

Le laser (amplification de la lumière par émission stimulée de radiation) est un dispositif permettant d'émettre un rayonnement monochromatique spatialement et temporellement cohérent à différentes longueurs d'onde (UV, visible, IR, etc.). Les sources laser pouvant être de nature différente (laser à gaz $CO_2$, à solide, à excimère, etc…), ils peuvent travailler en mode continu ou pulsé et interagir ainsi de façon variable avec le matériau cible [42], [43]. Depuis la création du premier laser en 1960, l'utilisation de ces derniers dans l'industrie s'est largement développée. En effet, de nombreuses applications industrielles tels que le perçage, le soudage, la fabrication additive ou bien les traitements de surface ont émergé avec l'évolution des technologies, suivant les densités de puissance accessibles, tout comme les temps d'interaction entre le faisceau laser et le matériau à traiter (figure 34) [44].

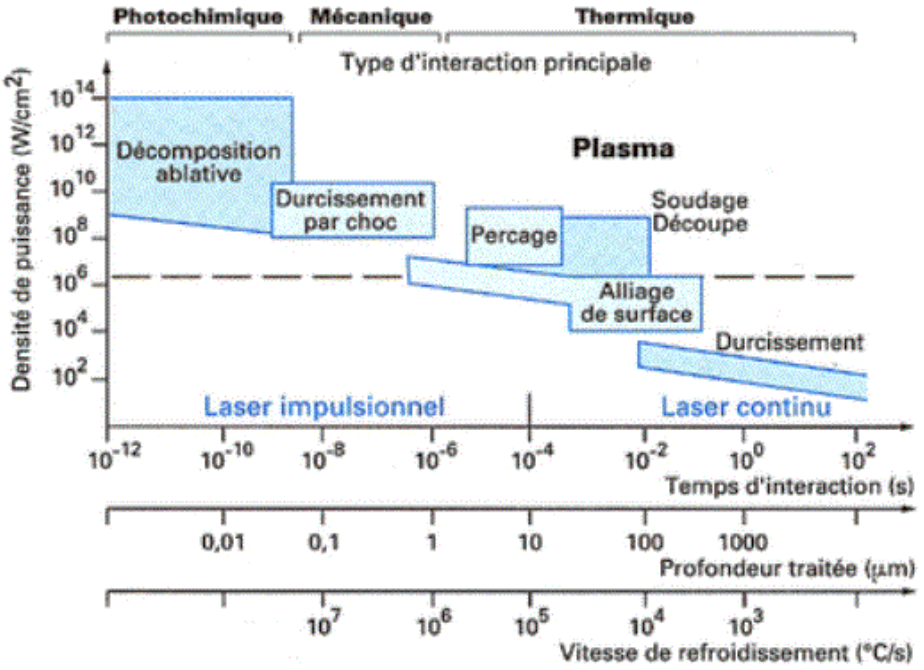


*figure 34 - Applications possibles du laser en fonction de la densité de puissance et des temps d'interaction laser-matière* [44]

L'interaction laser-matière traduit l'ensemble des processus qui interviennent lors de l'irradiation d'un matériau par une source laser [45], [46]. Ces processus peuvent dépendre de l'environnement de travail (composition et pression des gaz environnants), du matériau (nature, propriétés optiques et thermiques, rugosité de surface), des paramètres liés à la source

laser (longueur d'onde, durée d'impulsions, puissance moyenne) ainsi que des paramètres machines (vitesse, synchronisation, focalisation)[47].

Lors de l'irradiation d'un matériau, une partie du faisceau est absorbée tandis que l'autre est réfléchie. La quantité d'énergie absorbée par les matériaux est principalement dépendante de la longueur d'onde du rayonnement. La quantité d'énergie absorbée est décrite par le coefficient d'absorption ($A_\lambda$) défini par la relation suivante :

$$A_\lambda = 1 - R_\lambda = \frac{4n_\lambda}{(n_\lambda+1)^2+{k_\lambda}^2} \quad Eq\ 8$$

avec $R_\lambda$ le coefficient de réflexion, $n_\lambda$ et $k_\lambda$ les parties réelles et imaginaires des indices optiques du matériau à la longueur d'onde incidente λ.

En utilisant la loi de Beer-Lambert, il est alors possible d'approximer la profondeur du rayonnement absorbé ($\delta_\lambda$) :

$$\delta_\lambda = \frac{\lambda}{4\pi k} \quad Eq\ 9$$

avec k la partie complexe de l'indice de réfraction.

Fort d'une telle quantité de photons incidents, les électrons libres de la zone irradiée se trouvent alors « excités » par absorption d'énergie en surface du matériau. Suivant le temps d'interaction, différents phénomènes d'excitation et de relaxation des électrons, placés sous des espaces temporels extrêmement courts, peuvent alors subvenir. Il en ressort des effets de nature thermique, photochimique et mécanique. Dans le cas de l'ablation laser de matériaux métalliques avec des temps d'interaction courts (de l'ordre de la centaine de nanosecondes comme c'est le cas dans cette étude), l'énergie déposée est convertie en chaleur et se propage essentiellement par conduction thermique au sein du matériau pouvant entrainer alors sa fusion voire même sa vaporisation [48], [49]. Un certain volume de matière va donc nécessairement être thermiquement affecté par la propagation de la chaleur.

Si suffisamment d'énergie est apportée au matériau, un plasma peut être créé lors de l'interaction entre le faisceau laser et la vapeur en surface, composée d'électrons libres et d'ions métalliques du matériau vaporisé. La détente de ce plasma dans l'espace engendre alors une pression dite de recul sur le bain liquide, provoquant un déplacement de celui-ci, ainsi que l'éjection de la matière fondue. La perte de matière lors de la vaporisation du matériau, couplée aux éjections de matière, sont à l'origine de la formation de cavités à l'extrême surface du matériau irradié (figure 35) [50].

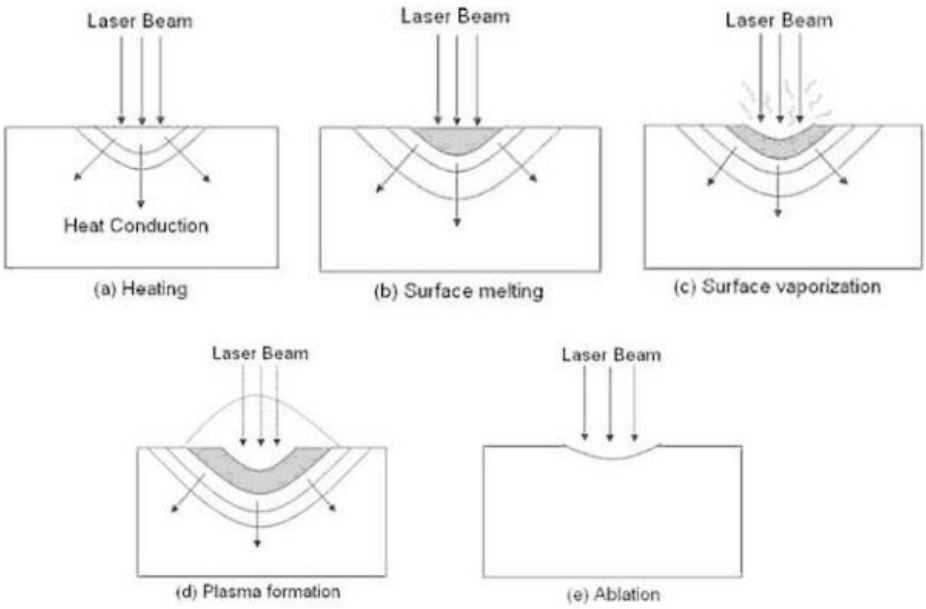


*figure 35 - Différentes étapes du processus d'ablation laser* [50]

La texturation laser est un traitement de surface basé sur le principe de l'ablation laser en régime impulsionnel [51]–[53]. Par focalisation du laser en un point de la surface du matériau, l'accumulation d'impacts sur ce même point, régie par la fréquence d'impulsion, permet la création de cavités. En effet, la pression de recul, engendrée par les interactions cycliques avec le laser, induit des écoulements hydrodynamiques au niveau du bain liquide, voire des éjections de matière, ce qui permet de creuser en surface (figure 36) [54]–[56].

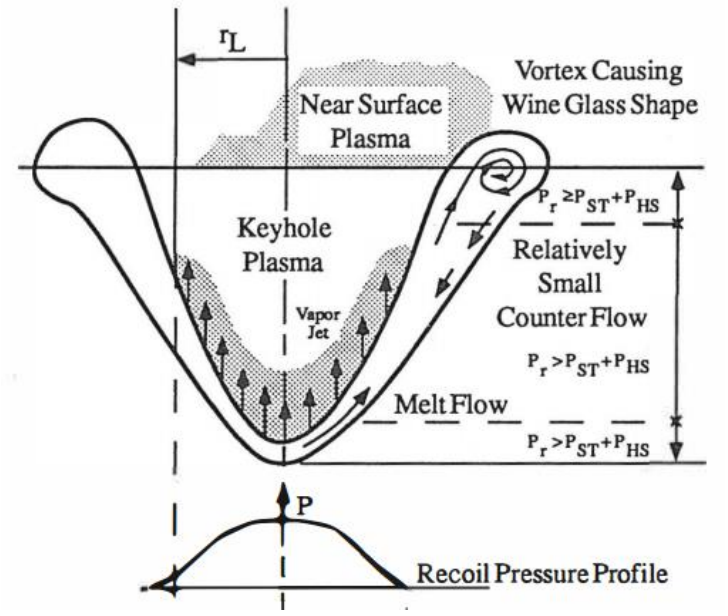


*figure 36 - Ecoulement hydrodynamique du bain liquide* [55]

La direction de l'éjection de matière va donc évoluer avec la géométrie du cratère formé, elle-même dépendante du nombre d'impulsions laser. En effet, lors des premiers impacts laser sur une surface plane, la détente du plasma éjecte la matière quasi horizontale. Avec l'évolution de l'interface, le métal liquide va être éjecté dans une direction de plus en plus verticale (figure 37) [57], [58].

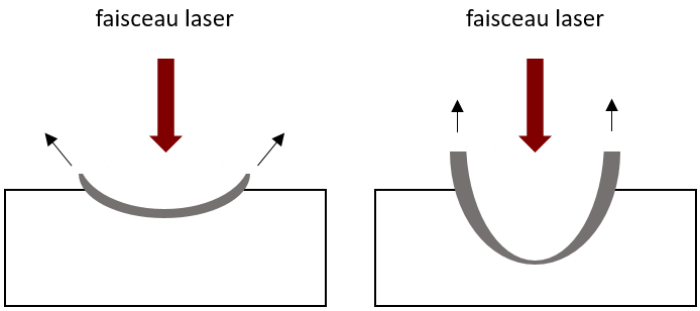


*figure 37 - Directions des éjections de matière en fonction de l'évolution de la cavité*

Les cavités générées tendent alors vers un profil conique, dû au fait que le faisceau laser finit par se concentrer plus qu'en un seul point (figure 38). En effet, lors de tels phénomènes, les réflexions multiples et déviations intrinsèques du faisceau laser entrainent le piégeage de ce dernier dans la cavité et forcent le dépôt d'énergie au fond du motif [59]–[61].

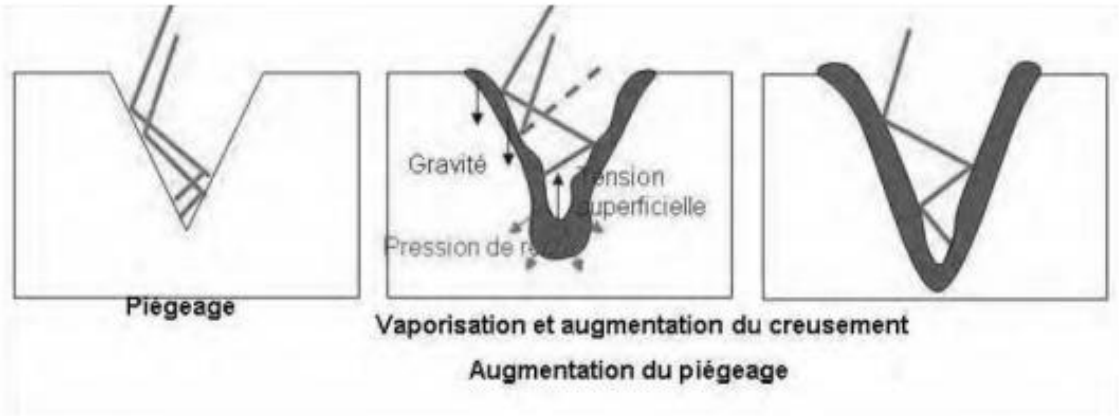


*figure 38 - Phénomène de piégeage du faisceau laser* [60]

Enfin, compte tenu des temps d'interaction et des phénomènes physiques induits extrêmement courts, une solidification rapide de la matière apparaît avant même son retour à l'équilibre. La matière se solidifie donc sur les parois de la cavité tout comme en extrême surface sous la forme de bourrelets [62]. Ainsi, suivant la quantité de matière impactée, des excroissances (bourrelets) de tailles plus ou moins importantes seront visibles jusqu'à entrainer une contamination des cavités par rebouchage des creux formés. En effet, la figure 39 montre que plus le nombre d'impulsions augmente plus la quantité de matière solidifiée est importante entrainant une réduction des diamètres de trous [63].

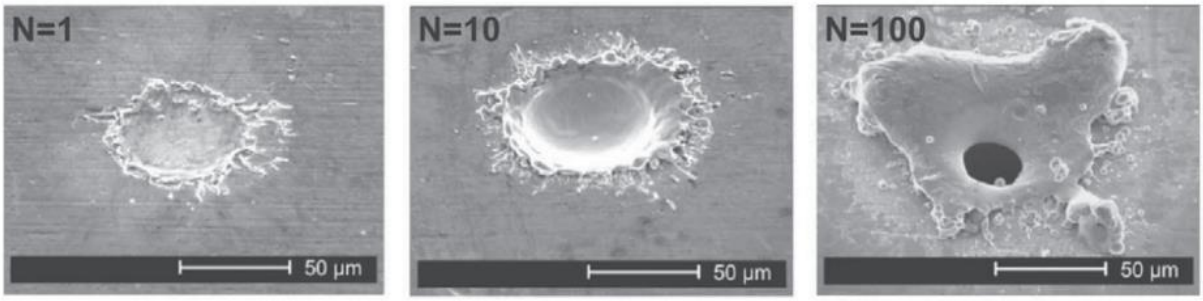


*figure 39 - Evolution des cavités en fonction du nombre d'impulsions laser* [63]

L'interaction laser-matière est donc fortement dépendante de la nature des matériaux impactés et des caractéristiques propres au laser utilisé. L'ensemble des phénomènes physiques qui en découlent sont alors extrêmement complexes et partiellement incompris. Il est alors intéressant de se focaliser sur les différents travaux, tirés de la communauté scientifique, qui s'attardent spécifiquement sur les interactions entre les lasers et les superalliages à base nickel pour essayer de comprendre les différents phénomènes qui en résultent.

## 1.3 L'ablation laser des superalliages

À ce jour, l'outil laser a été utilisé sur des superalliages à base nickel à travers diverses applications industrielles. Par exemple, Feng et al. ont usiné du René N5 et du CMSX4 à l'aide d'un laser femtoseconde pour percer un système barrière thermique complet (sous-couche et barrière thermique comprises) [64]. Moskal et al. se sont servis d'un laser picoseconde pour nettoyer et désoxyder l'extrême surface de pions d'AM1 [65]. Avec le développement des technologies laser, de nombreux auteurs se sont intéressés à l'ablation des superalliages par lasers de très courtes (picoseconde) et ultra courtes (femtoseconde) durées d'impulsions. En revanche, selon les fluences laser, l'évolution morphologique de la surface impactée [66]–[68] ainsi que les mécanismes d'ablation [69] ont plutôt mis en avant les avantages des durées d'impulsion ultra-courtes sur les mécanismes d'endommagement des matériaux impactés [64], [70].

En effet, dans le cas de deux superalliages à base nickel (Hastelloy X et Nimonic 263) traités par laser femtoseconde, Petronic et al. ont démontré que l'étude de la microstructure au niveau des cavités générées à l'extrême surface des matériaux est révélatrice des mécanismes d'interaction avec le faisceau laser. Contrairement à l'Hastelloy X, la microstructure du Nimonic 263 reste par exemple inchangée, malgré le traitement laser, témoin de l'absence de fusion du matériau [71].

Ma et al. ont pour leur part étudié l'impact d'une impulsion laser femtoseconde à différentes fluences pour estimer la quantité d'énergie seuil à partir de laquelle le matériau commence à être ablaté. Ils ont portés leur étude sur du CMSX4, du nickel pur et de l'intermétallique $Ni_3Al$ (représentatifs des phases γ et γ' des superalliages à base nickel). Ils ont pu tout d'abord constater qu'il fallait moins d'énergie pour ablater le superalliage comparativement aux deux

autres matériaux. Il semblerait de plus qu'il faille légèrement plus d'énergie pour ablater du Ni pur que du $Ni_3Al$. Néanmoins, les valeurs obtenues étant suffisamment proches, les auteurs en ont déduit que l'ablation des phases  au sein du superalliage par un laser à durée d'impulsion de l'ordre de la femtoseconde, se faisait de façon uniforme [72].

Avec des durées d'impulsions de l'ordre de la nanoseconde, Wu et al. ont, quant à eux, démontré l'importance de la longueur d'onde du faisceau laser sur les mécanismes d'endommagement dans le cas d'un Inconel 718 polycristallin [73].

Il s'avère cependant que peu d'auteurs se sont intéressés au comportement des alliages monogranulaires lors de leur interaction avec un laser nanoseconde de longueur d'onde proche de l'infrarouge. Il est possible de citer néanmoins les travaux de thèse de Robin Kromer qui pendant sa thèse a largement étudié le comportement de l'AM1, superalliage de 1$^{ère}$ génération, lors de son ablation par un laser nanoseconde [21]. Dans un premier temps, il a étudié l'évolution de la géométrie des motifs de texturation ainsi que les épaisseurs de la zone fondue (zone relevée par attaque chimique négative) en fonction des paramètres procédés tels que le nombre d'impulsions et l'intensité émise. Il a mis en évidence le fait que l'augmentation du nombre d'impacts engendre des motifs plus profonds et plus larges jusqu'à une quantité seuil de matière fondue où une réduction des diamètres de cavités est observée (figure 40). La corrélation de tels changements morphologiques avec les mécanismes d'écoulement hydrodynamique du bain liquide a donc pu être établie.

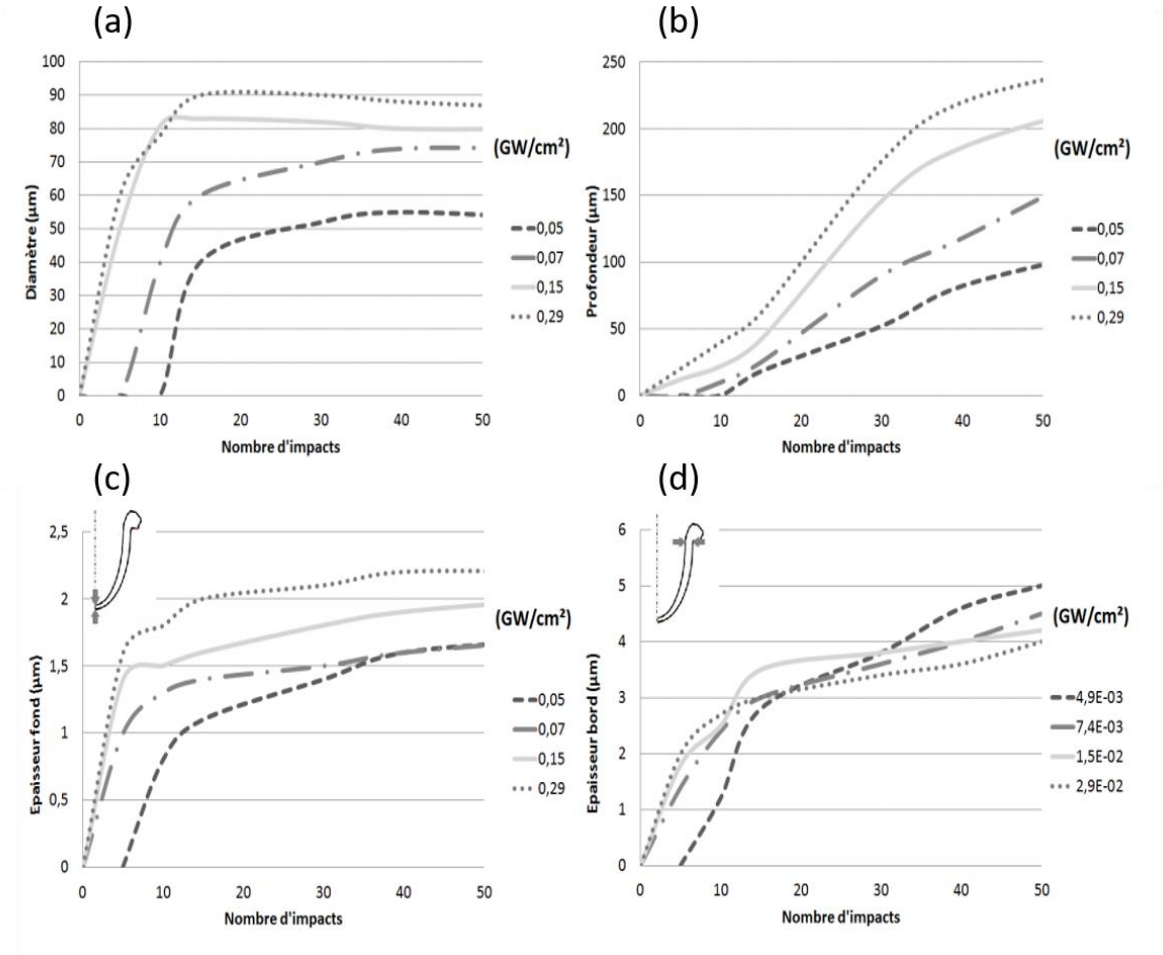


*figure 40 - Evolution de : (a) le diamètre des motifs, (b) la profondeur des motifs, (c) l'épaisseur de la zone fondue en fond de motifs et (d) l'épaisseur de la zone fondue au niveau des bourrelets de matière, en fonction du l'intensité laser et du nombre d'impulsions* [21]

Dans un second temps, l'évolution microstructurale d'un tel alliage après irradiation laser a ensuite été mise en évidence par attaque chimique favorisant la dissolution des précipités γ' au sein du matériau. Comme l'illustre la figure 41, il est possible alors de distinguer trois zones :

- une zone monochrome dite fondue (désignée « ZF » sur la figure 41)
- une zone thermiquement affectée où les précipités γ' ont perdu leur morphologie cuboïdale (désignée « ZAT » sur la figure 41)
- une zone intacte où la microstructure n'a pas évolué (désignée « ZI » sur la figure 41)

Par nanoindentation, il a pu alors être confirmé que la zone fondue présentait une dureté et un module d'Young plus élevés qu'au cœur du matériau. De telles disparités peuvent s'expliquer soit par la recristallisation de la zone fondue, soit par une nano précipitation de la phase γ' suite aux fortes vitesses de refroidissement, soit par la génération de dislocations dues aux contraintes thermiques induites lors de la solidification du bain liquide.

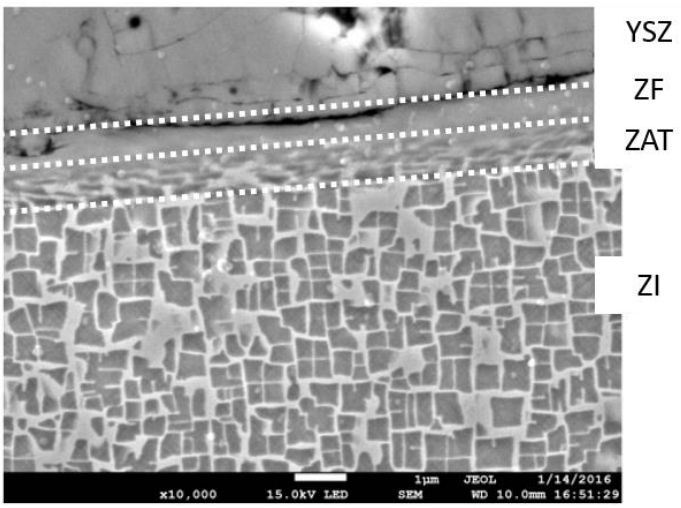


*figure 41 - Microstructure de l'AM1 après impacts laser* [21]

Au regard, des derniers travaux tirés de la littérature, il semblerait donc que les auteurs se soient essentiellement concentrés sur l'influence des paramètres laser sur l'ablation des superalliages. Peu ont réellement comparé le comportement de différents superalliages face à l'ablation conduite par un laser infrarouge à des durées d'impulsion proches de la centaine de nanosecondes.

# 2 Etude des mécanismes d'ablation laser des superalliages à base nickel monogranulaires

Compte tenu de la grande diversité des superalliages en termes de compositions et de propriétés, différents comportements peuvent donc être attendus après interaction avec un faisceau laser de courte durée d'impulsions. L'objectif de ces travaux consiste donc à étudier les modifications induites par un tel processus énergétique très localisé et de tenter d'apporter quelques réponses quant aux phénomènes physiques pouvant intervenir dans ce processus.

## 2.1 Comportement des superalliages monogranulaires à base nickel face à l'ablation

### 2.1.1 Présentation des motifs étudiés

A l'aide du procédé de texturation laser, il est possible de générer une infinité de morphologies de surface. Il a alors été choisi, lors de ces travaux, d'étudier deux géométries de motifs spécifiques, l'une ayant une morphologie plus évasée et l'autre ayant une profondeur plus conséquente. Ces deux motifs seront invariablement désignés comme tel :

- « motif 1 », formé de trous espacés de 60 µm engendrés par 50 impulsions à une intensité laser de $8{,}8.10^{-2}$ GW/cm².

- « motif 2 », constitué de trous espacés de 100 µm générés par 15 impulsions à une intensité laser de $1{,}8.10^{-1}$ GW/cm².

La figure 42 présente alors les deux motifs texturés sur les divers superalliages monogranulaires. Quels que soient les superalliages, les motifs présentent toujours une morphologie régulière tant d'un point de vue profondeur que diamètre égalent à environ 53 µm et 30 µm, respectivement, pour le motif 1 et 20 µm et 60 µm, respectivement, pour le motif 2.

Après observation en coupe, des zones de matière fondue peuvent être facilement observées le long des cavités tout comme en surface sous la forme de bourrelets (flèches blanches sur la figure 42). Aucune re-précipitation n'a pu être observée dans ces zones, quel que soit le matériau observé. Il s'avère néanmoins que la quantité de matière re-solidifiée est bien plus conséquente dans le cas du motif 1. Ceci peut être dû aux différences de traitement entre les deux motifs en termes d'énergie et de taux de répétition susceptibles de générer une accumulation d'énergie plus ou moins importante, pouvant conduire alors à un volume de matière affecté différent.

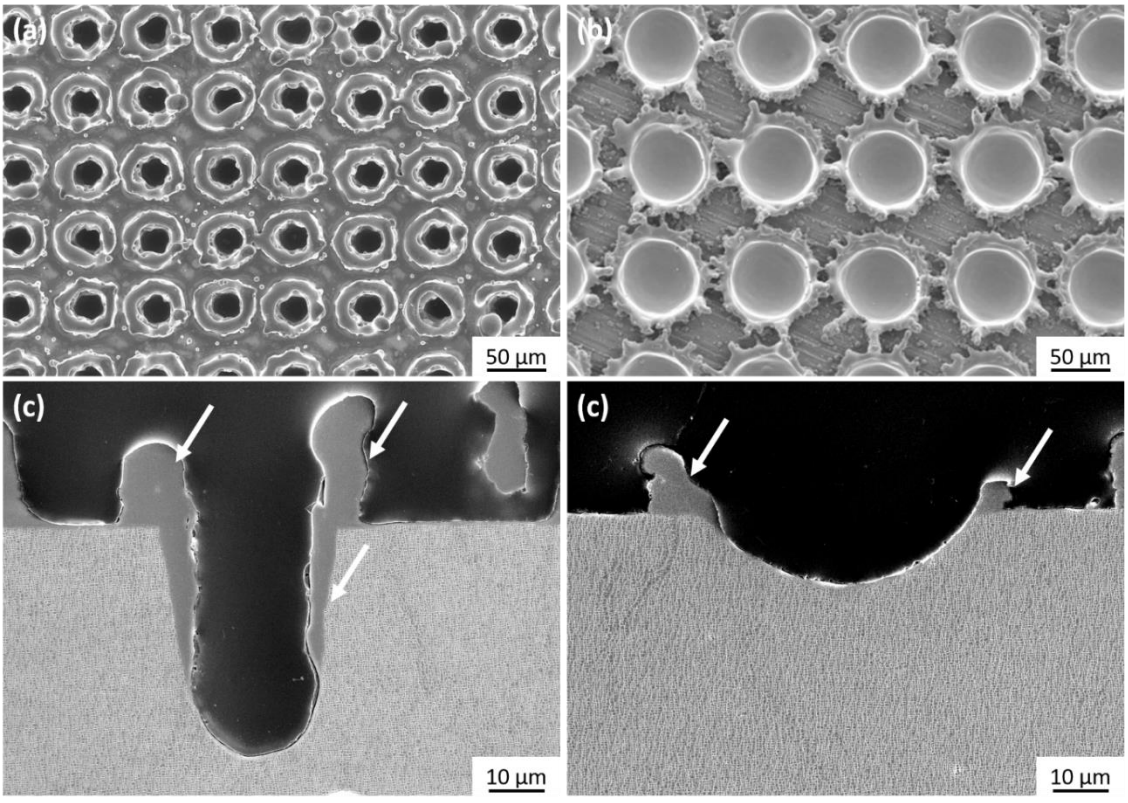


*figure 42 - (a) vue de dessus du motif 1, (b) vue de dessus du motif 2, (c) vue en coupe du motif 1, (d) vue en coupe du motif 2*

### 2.1.2 Evolutions microstructurales aux alentours des motifs de texturation

Ces deux motifs ont donc été texturés sur tous les superalliages à base nickel considérés dans cette étude. Une vue en coupe après attaque chimique des deux motifs texturés sur de l'AM1 MS R1 R2 est donnée en exemple par la figure 43. Il est tout d'abord possible de remarquer

une zone affectée par le traitement laser de faible épaisseur, constituée de matière resolidifiée et d'une zone thermiquement affectée (1,8 µm pour le motif 1 et 1,4 µm pour le motif 2). Une transition microstructurale au sein même de la zone dite affectée est néanmoins identifiable par les couloirs de matrice, plus claires que les précipités, qui semblent suivre la concavité du trou. Au-delà de cette zone, la microstructure du superalliage ne semble pas avoir été affectée par le traitement laser. En effet, la taille des précipités γ' reste inchangée comparativement à celle au cœur du matériau. De plus, aucune empreinte de dislocation aux interfaces γ/γ' n'a pu être observée [33]. Ces constats ont pu être faits quel que soit le superalliage monogranulaire traité.

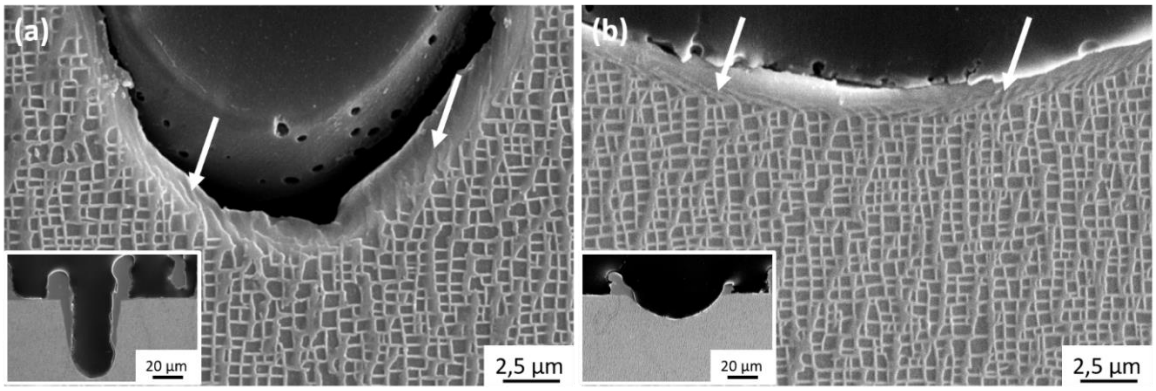


*figure 43 - Microstructures de l'AM1 MS R1 R2 en fond de trou : (a) Motif 1, (b) Motif 2*

La figure 44 présente la vue en coupe du motif 1 formé sur du MAR M200 + Hf MS R1 R2. Cet alliage est le seul matériau de cette étude, à être pourvu de nombreux carbures tels que des carbures de tungstène ou de titane [74]. Il est possible de constater ici que certains carbures non fondus se trouvent immergés au sein de la zone fondue du motif. Un tel constat est vrai quel que soit le motif et le traitement thermique reçu par cet alliage.

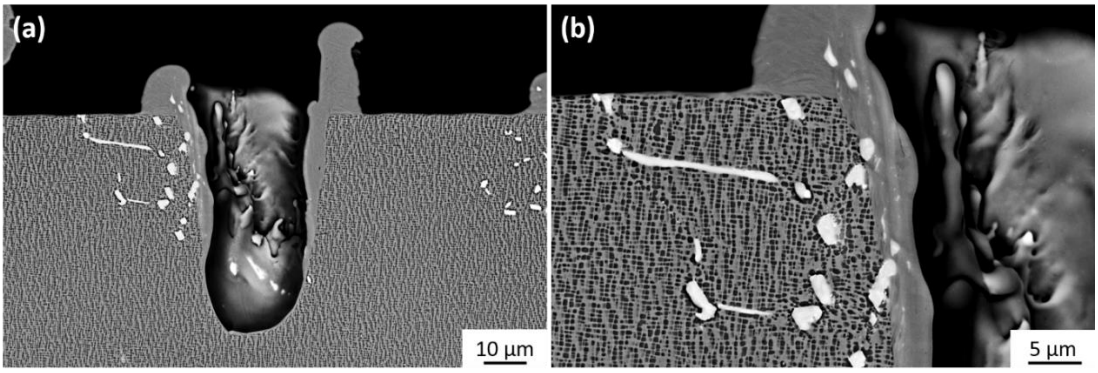


*figure 44 - Motif 1 texturé sur du MAR M200 + Hf MS R1 R2 : (a) au grossissement x1000, (b) au grossissement x2500*

### 2.1.3 Caractérisation des volumes thermiquement affectés

La géométrie des motifs de texturation est fortement dépendante de l'interaction du matériau avec le faisceau laser et donc du processus de solidification de la matière. Il est d'ailleurs difficile après découpe des échantillons d'obtenir la même morphologie de bourrelet pour un même motif (voir figure 45). En effet, lors de la découpe des échantillons les motifs ne sont pas interceptés de la même façon de par leur distribution spatiale (voir figure 46).

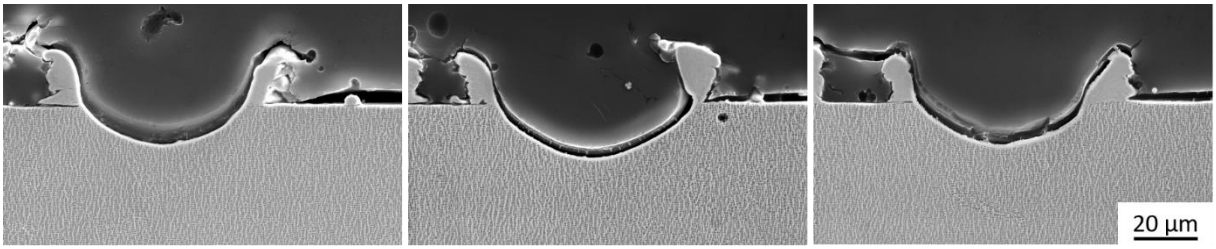


*figure 45 - Vues en coupe de trois motifs 2 texturés sur de l'AM1 MS R1 R2*

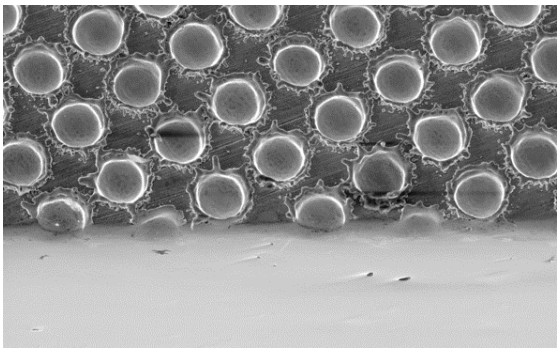

*figure 46 - Interception des motifs en fonction de l'axe de découpe des échantillons*

Il a alors été choisi lors de cette étude de non pas s'intéresser aux géométries des motifs qui semblent relativement similaires quel que soit le superalliage monogranulaire considéré mais aux zones thermiquement affectées. À partir des vues en coupe des échantillons attaqués chimiquement, il est aisé de distinguer la délimitation entre la zone non affectée et celle dite thermiquement affectée. En effet, il a été considéré que lorsque les précipités gardent leur morphologie cubique d'environ 500 nm de côté, cela signifie qu'ils n'ont pas été affectés par les gradients thermiques imposés lors du processus d'ablation laser. La figure 47 présente les vues en coupe des motifs 1 et 2, générés dans cet exemple sur de l'AM1 MS R1 R2, avec leurs dimensions respectives mesurées (diamètre et profondeur). En considérant le volume d'une demi-ellipse, il est alors possible d'approximer le volume thermiquement affecté du motif étudié par l'équation suivante :

$$V = \frac{2\pi}{3}.profondeur.(\frac{diamètre}{2})^2 \quad Eq\ 10$$

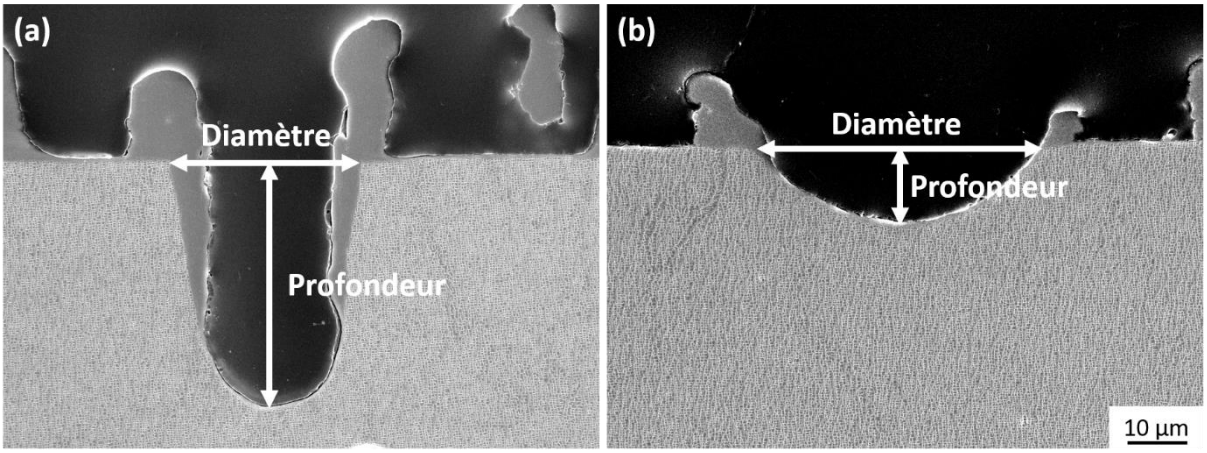


*figure 47 - Grandeurs mesurées sur : (a) le motif 1, (b) le motif 2*

Les volumes thermiquement affectés des deux motifs ont alors été approximés après texturation sur les divers superalliages monogranulaires (rappelés dans le tableau 8). L'idée ici est de comparer les superalliages à base nickel entre eux, et de vérifier si les évolutions microstructurales induites par les traitements thermiques appliqués après celui de mise en solution ont un impact sur ces dits volumes.

*tableau 8 - Désignation des superalliages en fonction des différents traitements thermiques préalablement appliqués*

| Matériaux | Traitement de mise en solution (MS) | Revenus supplémentaires (R1 R2) |
|---|---|---|
| AM1 MS | ✓ | x |
| AM1 MS R1 R2 | ✓ | ✓ |
| CMSX4 Plus MS | ✓ | x |
| CMSX4 Plus MS R1 R2 | ✓ | ✓ |
| MAR M200 + Hf MS | ✓ | x |
| MAR M200 + Hf MS R1 R2 | ✓ | ✓ |
| MC2 MS R1 R2 | ✓ | ✓ |

Les figures 48 et 49 présentent les résultats alors obtenus pour les motifs 1 et 2, respectivement. Il est possible de constater, à travers ces deux graphiques, que les traitements thermiques appliqués pour optimiser la microstructure des superalliages ont une influence sur les volumes thermiquement affectés après texturation laser. En effet, les volumes obtenus après texturation de l'AM1 MS et du CMSX4 Plus MS semblent moins élevés que ceux créés sur de l'AM1 MS R1 R2 et CMSX4 Plus MS R1 R2, respectivement. La tendance semble être cependant inversée pour le superalliage MAR M200 + Hf.

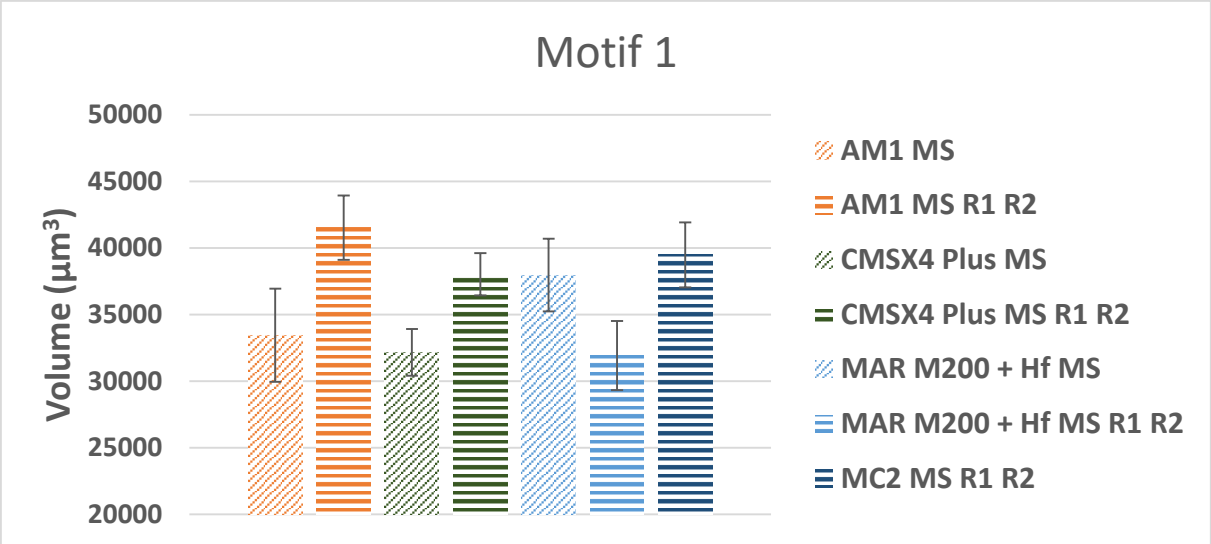


*figure 48 - Volumes thermiquement affectés du motif 1 texturé sur différents superalliages à base nickel*

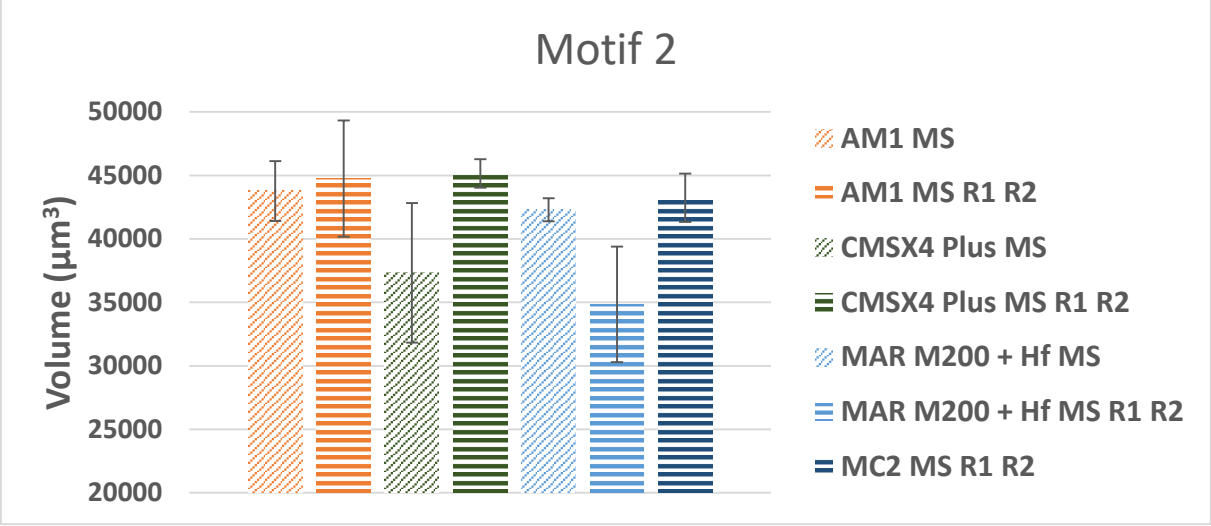


*figure 49 - Volumes thermiquement affectés du motif 2 texturé sur différents superalliages à base nickel*

En considérant désormais uniquement les échantillons ayant reçu les revenus supplémentaires (MS R1 R2), il semblerait une fois encore que le MAR M200 + Hf se comporte différemment comparé aux autres superalliages coulés. En effet, pour les deux typologies de motifs étudiés, les volumes thermiquement affectés du MAR M200 + Hf MS R1 R2 sont bien les plus petits.

Des dissemblances en termes de réponses face au faisceau laser peuvent donc été relevées. Il est pertinent néanmoins de se demander si cela est dû aux différences de microstructures existantes entre les superalliages et configurations étudiés (avec ou sans revenus complémentaires).

### 2.1.4 Influence de la taille des précipités sur les volumes thermiquement affectés

Une des différences majeures entre un superalliage ayant reçu le traitement de mise en solution et la mise en solution suivie des deux revenus standards, est la taille des précipités γ'. À l'aide d'un logiciel d'analyse d'images, la taille des précipités a pu être estimée. Le tableau 9 résume les valeurs ainsi obtenues. Ces résultats montrent que les traitements de vieillissement qui suivent celui de la mise en solution, favorisent effectivement le grossissement des précipités. Il est alors intéressant d'évaluer l'influence de la taille des précipités sur les volumes thermiquement affectés des superalliages.

*tableau 9 - Mesures par analyse d'images du diamètre équivalent des précipités γ' au sein des superalliages*

| | MAR M200 + Hf MS | MAR M200 + Hf MS R1 R2 | AM1 MS | AM1 MS R1 R2 | CMSX4 Plus MS | CMSX4 Plus MS R1 R2 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Dendrite | < 100 nm | ~ 300 nm | ~ 295 nm | ~ 375 nm | ~ 610 nm | ~ 635nm |
| Interdendrite | < 100 nm | ~ 345 nm | ~ 315 nm | ~ 380 nm | ~ 625 nm | ~ 650 nm |

De nombreux travaux montrent que la microstructure d'un superalliage est fortement dépendante de l'historique thermique de ce dernier [31], [75], [76]. En outre, Grosdidier et al. ont montré que la vitesse de refroidissement après une mise en solution de 30 minutes dans le domaine γ des superalliages avait une influence sur la précipitation de la phase γ' [77]. De même, Steuer et al. ont montré que plus la vitesse de refroidissement après traitement de mise en solution de l'AM3 était lente, plus la taille des précipités γ' était importante [78]. Dans le but de faire varier la taille de précipités, des échantillons d'AM1 et de MAR M200 + Hf ont donc été refroidis à des vitesses différentes après leur traitement de mise en solution.

La figure 50 représente les microstructures de l'AM1 en cœur de dendrite en fonction des diverses vitesses de refroidissement appliquées après le traitement de mise en solution à 1300°C. Il s'avère que la trempe à l'eau qui correspond au refroidissement le plus rapide, favorise la formation des précipités les plus fins (figure 50.a) avec un diamètre équivalent qui n'excède pas les 155 nm. Les plus gros précipités de diamètre équivalent proche de 390 nm, sont obtenus après un refroidissement dans le four de l'échantillon (figure 50.c). Une trempe à l'air donne approximativement aux précipités un diamètre équivalent proche de 300 nm (figure 50.c). Les précipités au sein du MAR M200 + Hf étant beaucoup plus petits que ceux formés dans l'AM1 MS, n'ont malheureusement pas pu être précisément caractérisés par analyse d'images. Il a d'ailleurs été difficile de faire des mesures pertinentes dans le cas de l'AM1 refroidi par une trempe à l'eau.

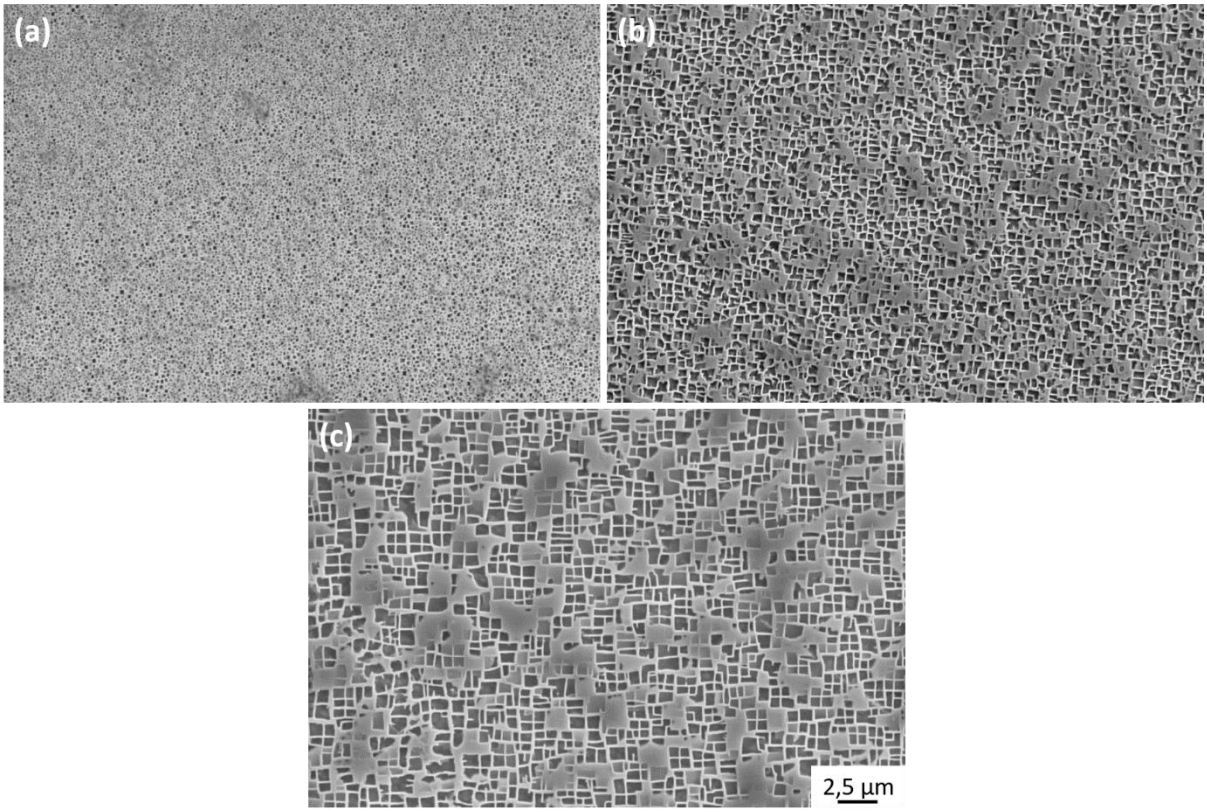


*figure 50 - Microstructure de l'AM1 en cœur de dendrite après traitement de mise en solution suivi par : (a) une trempe à l'eau, (b) une trempe à l'air et (c) un refroidissement au four*

Enfin, les figures 51 et 52 représentent les volumes thermiquement affectés relatifs aux motifs 1 et 2, respectivement, en fonction des modes de refroidissement des échantillons (air, eau, four). Quel que soit le matériau considéré, une évolution systématique est à remarquer d'un point de vue volume de matière affectée. Néanmoins, contrairement aux résultats précédemment observés, il apparait que les échantillons présentant les précipités les plus larges soient les moins sensibles au cycle thermique. Cela dit, au regard des écarts types obtenus, un certain recouvrement des résultats peut être noté, ce qui tend à discréditer l'influence réelle de la microstructure des alliages sur leur réponse vis à vis du processus photonique d'ablation.

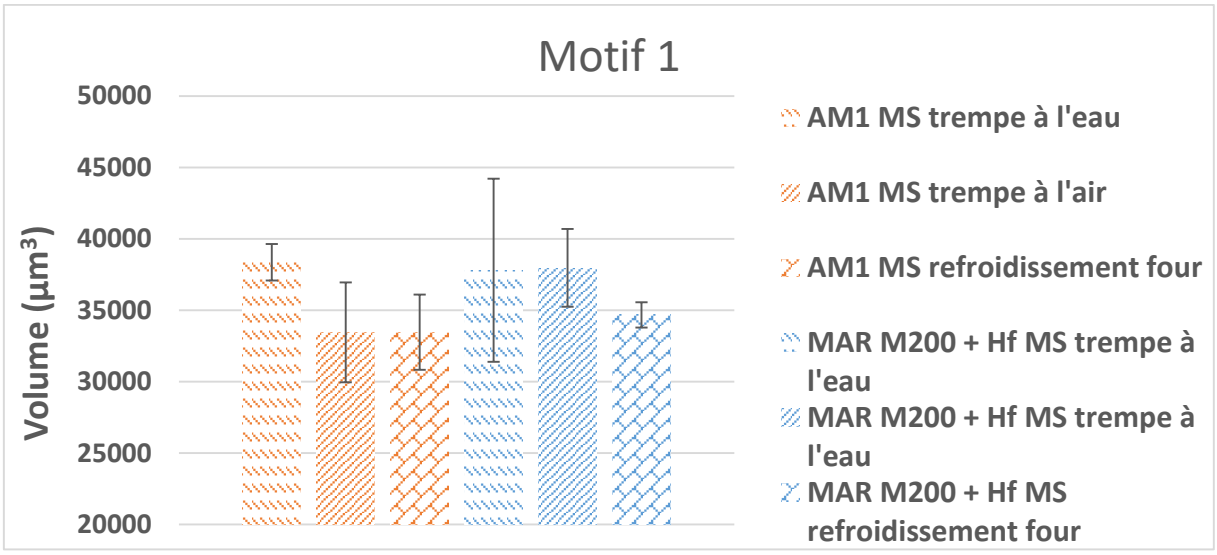


*figure 51 - Volumes thermiquement affectés du motif 1 texturé sur l'AM1 et sur du MAR M200 + Hf en fonction du temps de refroidissement après traitement de mise en solution*

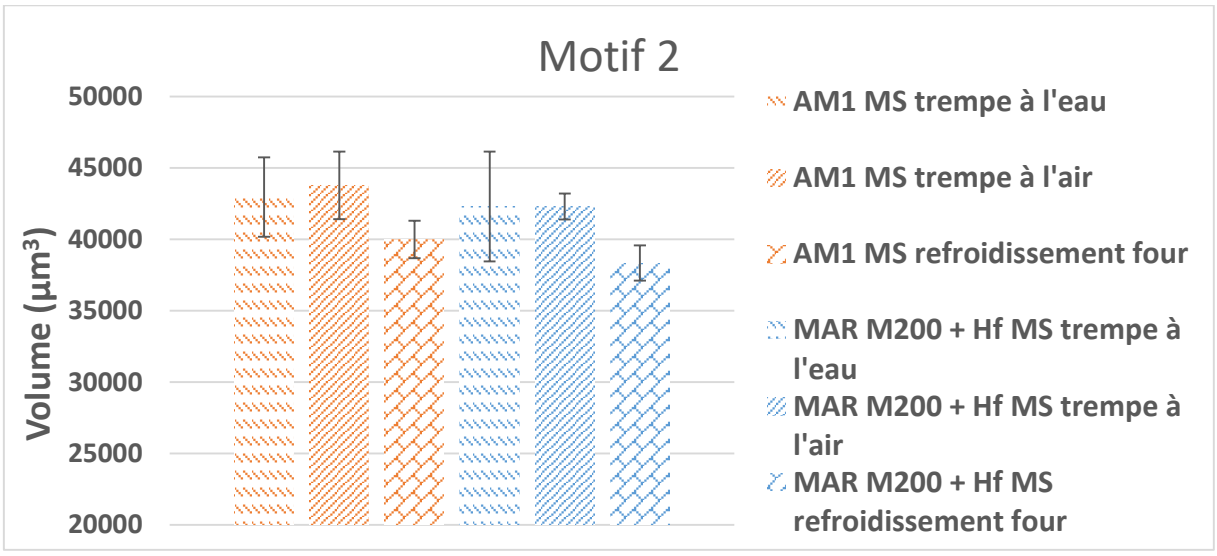


*figure 52 - Volumes thermiquement affectés du motif 2 texturé sur l'AM1 et sur du MAR M200 + Hf en fonction du temps de refroidissement après traitement de mise en solution*

Les différences de tailles des précipités observées entre les alliages ne semblent donc pas expliquer les dissemblances notées en termes de volumes de matière transformée (cf.fires 48 et 49). Pour poursuivre ces investigations, d'autres facteurs se doivent par conséquent d'être considérés comme par exemple le coefficient d'absorption.

### 2.1.5 Influence du coefficient d'absorption

L'ablation laser est fortement dépendante, en effet, des propriétés optiques des matériaux. Néanmoins, comme l'illustre la figure 53, le coefficient d'absorption, qui reflète la quantité d'énergie absorbée par le matériau, ne semble pas présenter de corrélation claire avec les

volumes thermiquement affectés des motifs texturés. Comme décrit dans le chapitre précédent, seulement trois mesures ont été effectuées sur les différents superalliages polis miroir, il aurait probablement fallu augmenter le nombre de mesures pour affiner les écarts types et dégager des tendances plus claires. Cependant, il est connu dans la littérature que l'absorption des matériaux évolue lors de la fusion des matériaux ainsi que lors de la formation des cavités [79], [80]. Ces évolutions en cours de texturation n'ont donc pas pu être prises en compte et pourraient éventuellement jouer un rôle plus significatif dans les mécanismes d'ablation des différents matériaux traités.

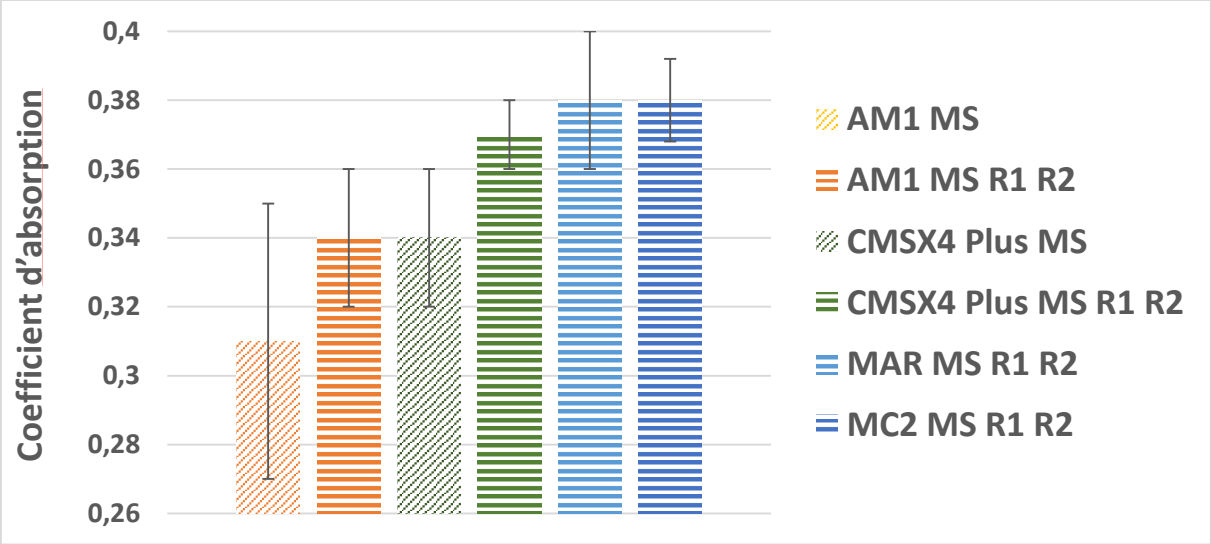


*figure 53 - Coefficients d'absorption des superalliages monogranulaires étudiés*

## 2.2 Influence de la microstructure γ/γ' des superalliages sur les mécanismes d'ablation

Les résultats précédents ont permis de mettre en avant de légères différences de comportements entre les superalliages monogranulaires face à l'ablation laser. Ces dissemblances peuvent être dues aux différences de propriétés optiques des matériaux (coefficient d'absorption) mais également physiques (conductivité thermique, température de solvus et de liquidus). Cependant, il n'a pas été possible, lors de ces travaux de thèse, de dissocier l'ensemble de ces propriétés intrinsèques aux divers alliages considérés. Or, il a été constaté que pour un même superalliage monogranulaire, mais ayant une microstructure différente, les volumes thermiquement affectés étaient différents. Il est donc possible de se demander à quel point la microstructure peut avoir une influence sur les mécanismes d'ablation des superalliages.

Un superalliage à base nickel monogranulaire est connu pour sa microstructure biphasée lui conférant de bonnes propriétés thermomécaniques à hautes températures. De nombreux développements ont été menés sur la composition et les traitements thermiques de ces alliages afin d'augmenter essentiellement leur tenue à de fortes sollicitations en fluage et ce à hautes

températures [2]. Il s'avère donc que la taille des précipités, leur fraction volumique et la température de solvus divergent d'un superalliage à un autre.

Afin de comprendre pourquoi il semblerait exister des différences de comportement face à l'ablation laser des superalliages monogranulaires, les deux motifs présentés précédemment ont été texturés sur du nickel pur représentatif de la phase γ ainsi que sur de l'inconel 718, un superalliage polycristallin. L'Inconel 718 est un superalliage forgé, enrichi en niobium favorisant, au détriment de la phase γ' $Ni_3$(Al, Ti, Ta), la précipitation d'une phase γ'' $Ni_3Nb$. L'idée de ces travaux fut donc de dissocier l'impact que peuvent avoir individuellement les phases γ et γ' sur les mécanismes d'ablation.

Tout d'abord, il n'a pas été possible d'atteindre les zones fondues des motifs texturés sur le nickel pur ainsi que sur l'Inconel 718 par attaque chimique. En effet, l'attaque chimique à l'eau régale permet seulement de dissoudre la phase γ'. Il a donc fallu se contenter des observations en surface des motifs de texturation pour essayer de distinguer des différences de comportements entre ces matériaux.

La figure 54 présente les motifs 1 et 2 texturés sur du nickel pur (figures 54.a, 54.d), de l'Inconel 718 (figures 54.b et 28.c) et sur de l'AM1 MS (figures 54.c et 54.d). Il est évident ici que le nickel pur, contrairement aux deux autres superalliages, présente un comportement totalement différent. En effet, il semblerait ici que l'intensité laser déposée en surface du matériau pour créer le motif 1 ($8{,}8.10^{-2}$ GW/cm²) ne soit pas suffisante pour ablater le nickel malgré l'accumulation thermique engendrée par les 50 impulsions laser. Cependant, avec une intensité laser plus importante ($1{,}8.10^{-1}$ GW/cm² pour le cas du motif 2), l'ablation du nickel pur a pu être enclenchée avec seulement 15 impulsions laser. La principale différence réside dans la formation des bourrelets de matière. De plus, à de telles intensités laser, les motifs engendrés sur les deux superalliages à base nickel sont similaires.

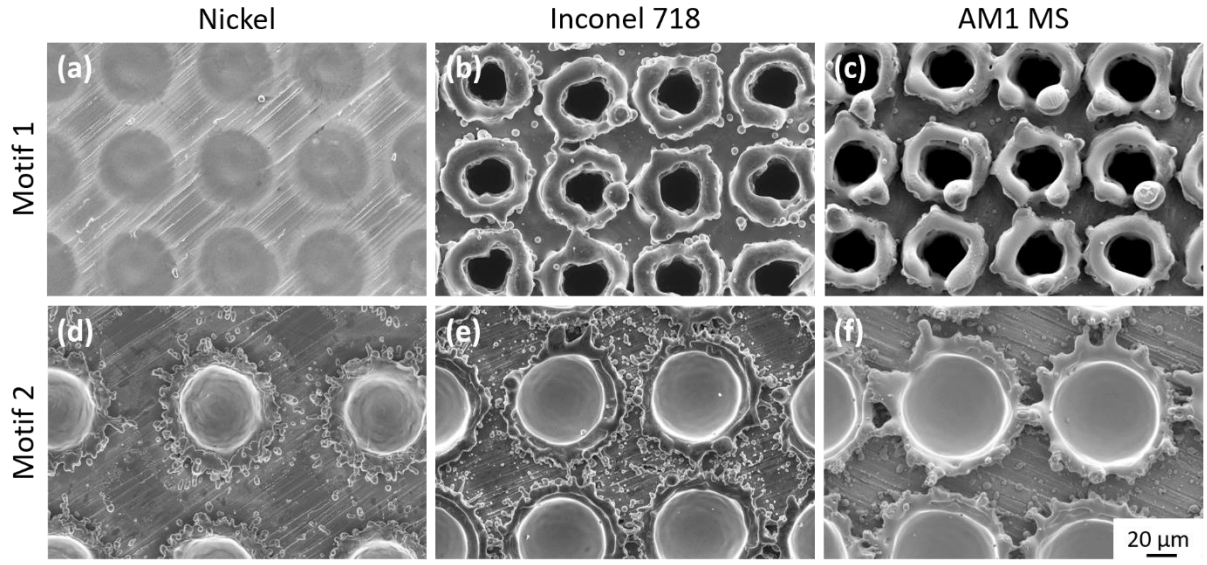


*figure 54 - Motifs 1 texturés sur (a) du nickel pur, (b) de l'Inconel 718, (c) de l'AM1 MS et motifs 2 texturés sur (d) du nickel pur, (e) de l'inconel 718, (f) de l'AM1 MS*

Il est connu que la phase γ cubique à faces centrées est essentiellement composé de Ni alors que la phase γ' cubique de type $L1_2$ se compose de $Ni_3$(Al, Ti, Ta), approximée par la suite par $Ni_3Al$. Il se pourrait donc au regard de ce dernier constat, que les mécanismes d'ablation entre les deux phases diffèrent. Or, comme mentionné précédemment dans ce chapitre, Ma et al. ont déjà mis en évidence le fait que l'ablation des phases au sein du CMSX4, un superalliage de 2nd génération, par un laser à durée d'impulsion de l'ordre de la femtoseconde, se faisait de façon uniforme [72]. Or, les régimes d'ablation des matériaux sont contrôlés par la durée d'impulsion des lasers [63]. Il est fort probable alors que la différence des propriétés optiques et thermiques des phases γ et γ' présentent un effet plus significatif lors de leur interaction avec un laser de courte durée d'impulsions (de l'ordre de la centaine de nanosecondes par exemple).

Lors de la texturation laser des motifs étudiés, la température excède localement le point de fusion, voir le point d'ébullition des matériaux impactés. Au regard du diagramme de phase binaire Ni-Al, donné par la figure 55, il s'avère que la température de fusion du nickel pur, matériau équivalent à la phase γ, est proche de 1455°C. L'intermétallique $Ni_3Al$ quant à lui fond aux alentours des 1385°C [81]. Il est possible alors de comprendre par ce diagramme que l'ajout d'éléments avec des températures de fusion basses (aux alentours de 660°C pour l'aluminium) abaisse le point de fusion des superalliages. En effet d'après la littérature, le point de fusion naissant (appelé aussi température de brûlure) de l'AM1 et du MC2 se trouve respectivement aux alentours des 1315°C et 1330°C [82]. De plus l'ajout d'éléments réfractaires tels que le rhénium ou le tungstène dans la phase γ pourrait augmenter les températures de changement de phase de cette dernière. La différence de composition chimique entre les deux phases pourrait alors avoir un impact sur leur cinétique d'ablation.

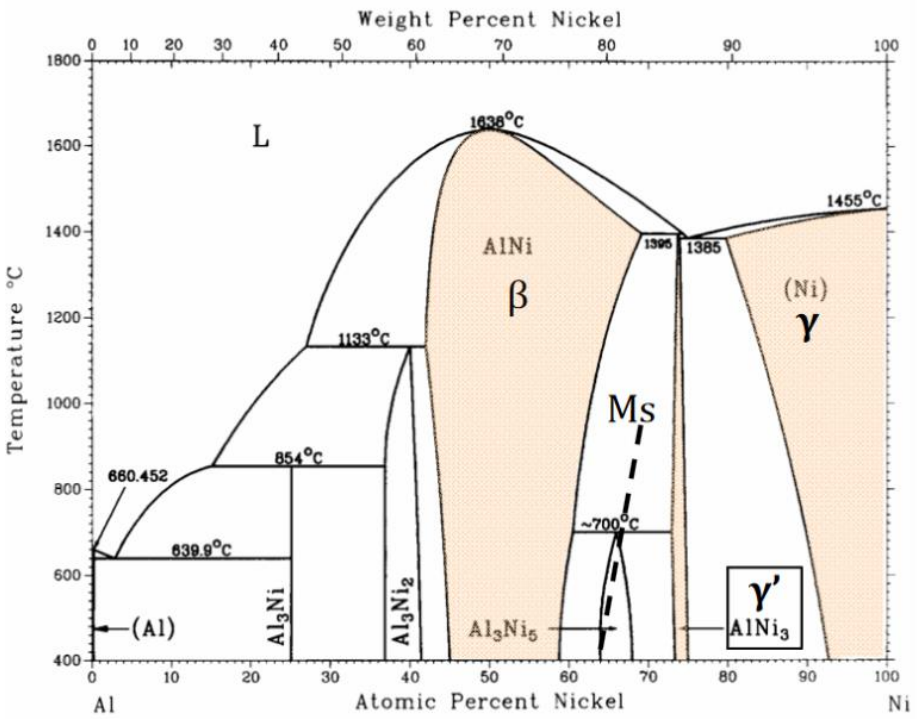


*figure 55 - Diagramme binaire Ni-Al* [81]

De plus, avec des temps d'interaction très courts avec le laser, de l'ordre de la nanoseconde, l'homogénéisation thermique au sein du superalliage semble compliquée. En effet, aucune coalescence, ni aucun grossissement des précipités γ' n'ont été observés aux alentours des cavités formées par texturation laser. Cette hypothèse pourrait également s'avérer vrai au regard des carbures non fondus de l'alliage MAR M200 + Hf. En effet, il est possible de trouver, dans ce superalliage, des carbures de niobium et de titane dont les températures caractéristiques sont données dans le tableau 10. Le fait de trouver des carbures dans les zones fondues des motifs texturés montre que, soit le point de fusion de ces matériaux n'a pas été atteint lors de l'ablation laser, soit que les temps d'interaction sont trop courts pour que les carbures aient le temps de fondre. Il serait alors possible d'intuiter que les deux phases des superalliages se comportent comme deux matériaux distincts. Dans de telles conditions, les précipités γ' se vaporiseraient alors plus vite que la matrice γ.

*tableau 10 - Températures caractéristiques des carbures de niobium et de titane* [83]

| | Point de fusion | Point d'ébullition |
|---|---|---|
| Carbure de Niobium | 3490 °C | 4300 °C |
| Carbure de Titane | 3140 °C | 4820°C |

Cette hypothèse parait cohérente au regard de la microstructure en fond des trous texturés. En effet, comme l'illustre la figure 56, il semble difficile de distinguer les précipités γ' (en gris foncé) dans la zone de matière resolidifiée du motif. Les couloirs de matrice (en gris clair) semblent, quant à eux, suivre l'écoulement du bain liquide induit par la force de recul exercée lors du processus d'ablation. Ces deux phases semblent par conséquent se comporter de façon bien distincte.

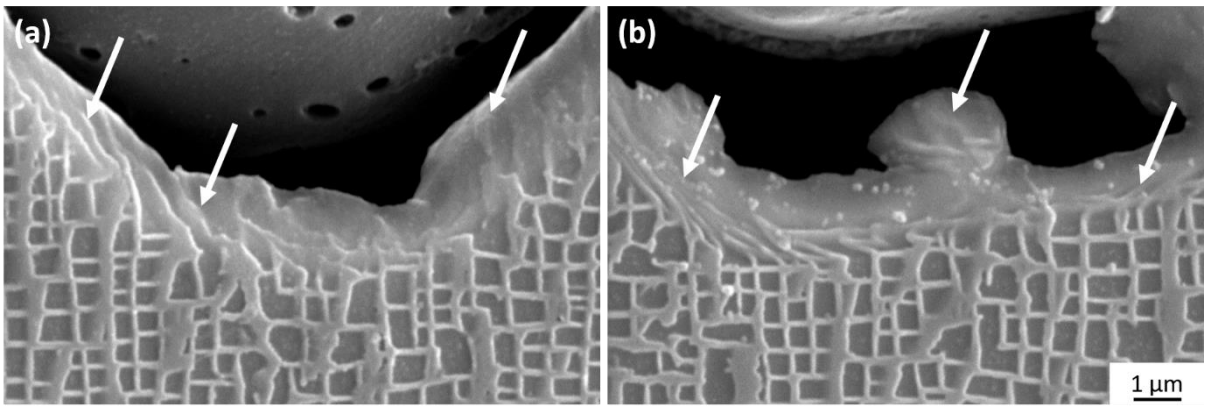


*figure 56 - Microstructure en fond de deux trous du motif 1 texturé sur de l'AM1 MS R1 R2*

Au regard de cette hypothèse, il serait pertinent de s'attendre à des comportements différents entre les superalliages monogranulaires et l'Inconel 718, matériau quasi dépourvu en phase γ'. En effet, cet alliage est essentiellement composé de précipités γ'', $Ni_3Nb$. La figure 57 présente alors un motif généré dans des conditions énergétiques suffisantes pour déformer l'extrême

surface des matériaux impactés, mais insuffisantes pour générer des éjections de matières. Il est possible de constater ici que tous les superalliages monogranulaires ont tous un comportement similaire contrairement au nickel pur et à l'Inconel 718. En effet, la surface du nickel pur n'apparait pas marquée d'intensité égale aux autres substrats. Il en va de même pour l'Inconel 718 d'ailleurs qui semble différer des superalliages monogranulaires d'un point de vue oxydation, tout comme suivant des aspects géométriques (cavité de plus petite taille). En effet, il est possible de mesurer ici (Inconel 718) un diamètre interne de 34 µm alors qu'il équivaut à 44 µm pour les autres alliages considérés.

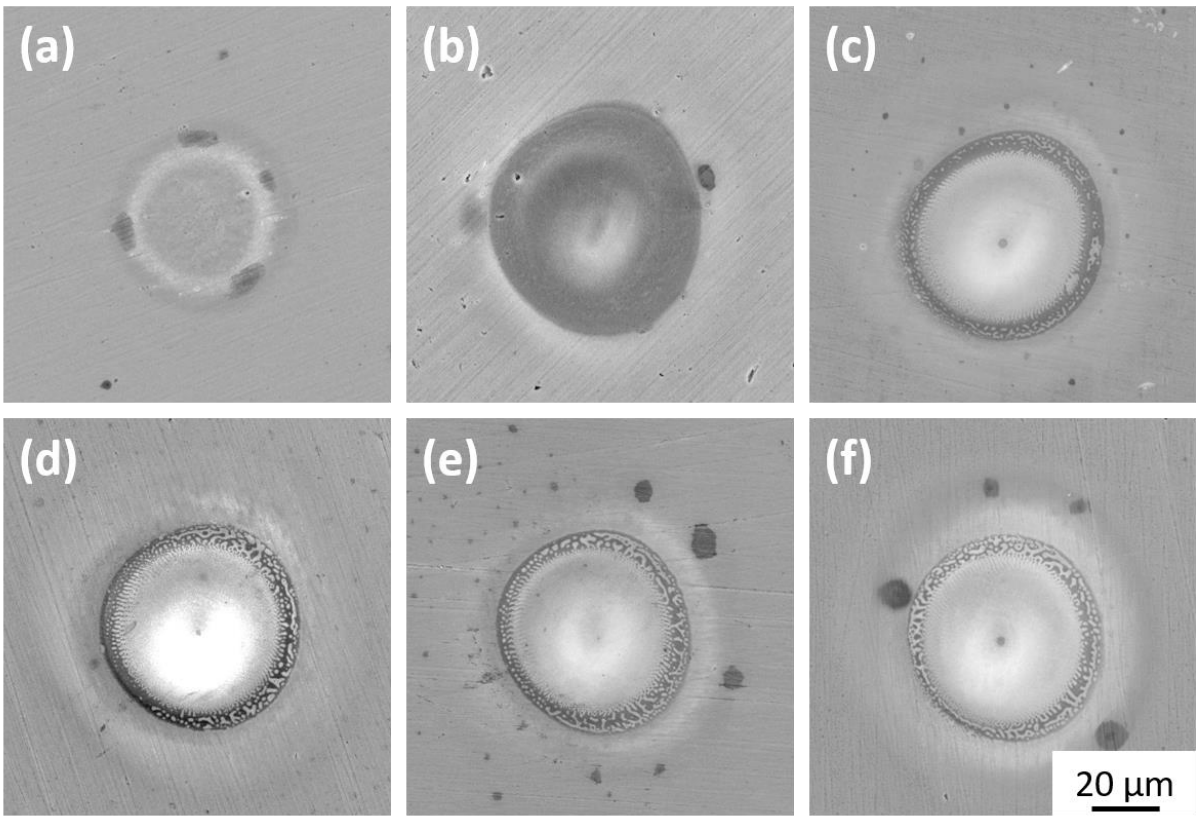


*figure 57 - Motifs générés par une faible intensité laser sur (a) du nickel pur, (b) de l'Inconel 718, (c) du MAR M200 + Hf MS R1 R2, (c) du MC2 MS R1 R2, (e) de l'AM1 MS R1 R2 et (f) du CMSX4 Plus MS R1 R2*

Quinze, trente, quarante et cinquante impulsions à $4{,}4.10^{-2}$ GW/cm² et $5{,}9.10^{-2}$ GW/cm² d'intensité laser ont également été appliquées sur la surface des différents matériaux, toujours pour comparer les superalliages à de faibles taux d'ablation laser. Les principales tendances observées en surface et décrites précédemment sont toujours valables quelles que soient les conditions testées. À nouveau, une différence dans les mécanismes d'ablation des phases γ et γ', phases caractéristiques des superalliages à base nickel monogranulaires, semble être l'hypothèse la plus plausible pour expliquer ces différences de comportements ablatifs. En effet, la différence des propriétés thermiques à l'échelle des phases du superalliage pourrait avoir un impact sur les volumes thermiquement affectés et donc la géométrie des motifs, lors des premières étapes du processus d'ablation laser. Ces matériaux pourraient dans un tel cas

être considérés comme « composites » où le domaine monophasé γ accentue la résistance du matériau au processus d'ablation laser.

Avec de telles hypothèses, il serait possible d'imaginer que les différences de volumes thermiquement affectés observées pour un même superalliage ayant subi ou non certains traitements thermiques, soient dues aux disparités de comportement entre les phases γ et γ'. En effet, il est connu que les revenus appliqués à de tels alliages réduisent les hétérogénéités chimiques et microstructurales entre les dendrites et les espaces interdendritiques. Dans de telles conditions, l'ablation se ferait donc de façon plus homogène ce qui pourrait expliquer le fait que les zones thermiquement affectées de l'AM1 MS R1 R2 et du CMSX4 Plus R1 R2 soient plus volumineuses que celles de l'AM1 MS et CMSX4 Plus MS. Il est cependant compliqué de comprendre alors le comportement du MAR M200 + Hf qui s'avère cependant être un alliage bien différent des deux autres, dû à la présence de carbures en son sein. Cette différence peut-elle être due au fait que cet alliage ait un taux de précipités γ' plus faible que les autres superalliages considérés (environ 60% et 70% de précipités γ' pour le MAR M200 + Hf et le CMSX4 Plus, respectivement) ?

Des efforts supplémentaires devront donc être fournis pour comprendre les différences entre les alliages considérés. Pour ce faire, une caractérisation fine des propriétés intrinsèques des matériaux ainsi que des essais expérimentaux supplémentaires pour étudier les mécanismes d'ablation laser s'avèrent nécessaires. Cependant, malgré les faibles différences observées sur les volumes thermiquement affectés, les géométries générées et présentées dans le chapitre suivant seront considérées comme équivalentes quel que soit le superalliage monogranulaire retenu. Aucune adaptation des paramètres laser ne sera alors normalement nécessaire.

Cette étude a permis également de mettre en avant le fait que les volumes thermiquement affectés au voisinage des motifs de texturation étaient relativement faibles, la microstructure des superalliages au-delà de ces dits volumes n'est que peu, voire pas impactée. Il est à présent primordial de s'intéresser singulièrement aux zones dites fondues et plus particulièrement aux mécanismes de re-solidification mis en jeux lors du procédé de texturation. En effet, ces zones de composition et de microstructure différentes, relativement au reste du substrat, pourraient être sujettes à des mécanismes d'endommagement spécifiques. La stabilité à haute température du matériau, pouvant alors avoir une influence néfaste sur sa durée de vie sous sollicitations thermomécaniques, peut en être impactée.

## 2.3 Mécanismes de solidification des zones fondues

Depuis de nombreuses années, il a été démontré que les joints de grains pouvaient être défavorables à la tenue en fluage et fatigue des superalliages à base nickel. En effet, ils sont connus pour être des sites préférentiels d'amorçage de fissures. Il est alors pertinent de s'intéresser aux mécanismes de solidification du bain liquide et de vérifier si des phénomènes de recristallisation peuvent être favorisés, lors de l'ablation des superalliages monogranulaires.

Pour ce faire, l'orientation cristallographique au niveau des bourrelets de matière a été étudiée par des analyses EBSD. Trois motifs dont la morphologie des bourrelets de matière diffère de façon considérable ont alors été choisis pour cette étude (voir figure 58) :

- « motif 1 » constitué de trous engendrés par 50 impulsions à une intensité laser de $8{,}8.10^{-2}$ GW/cm².
- « motif 2 » constitué de trous engendrés par 15 impulsions à une intensité laser de $1{,}8.10^{-1}$ GW/cm².
- « motif 3 » constitué de trous engendrés par 40 impulsions à une intensité laser de $17{,}1.10^{-2}$ GW/cm².

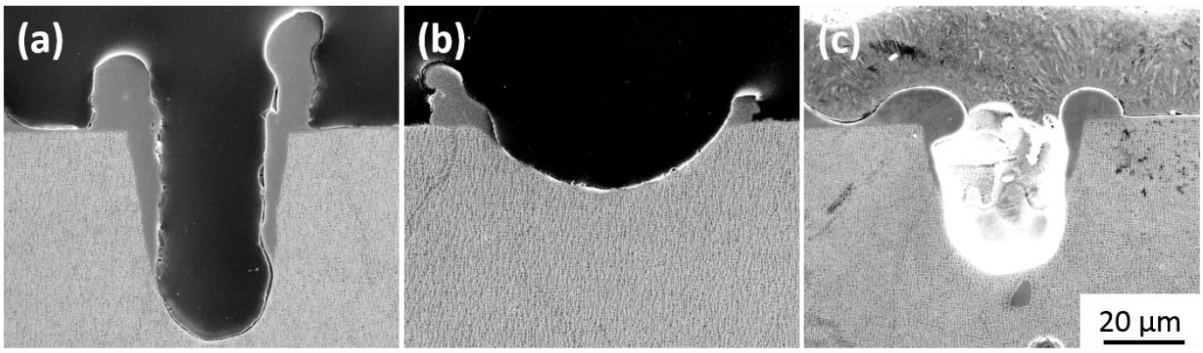


*figure 58 - Motifs étudiés en EBDS : (a) motif 1, (b) motif 2 et (c) motif 3*

Lors des observations au microscope électronique à balayage de ces motifs, il a été possible d'observer des traces courbées dans la zone fondue de matière (flèches blanches sur la figure 59). Ces marques apparaissent sur les parois du motif et pourraient être apparentées à des bandes de glissement. Ces bandes ont également été observées sur les parois et en profondeur des deux autres motifs étudiés.

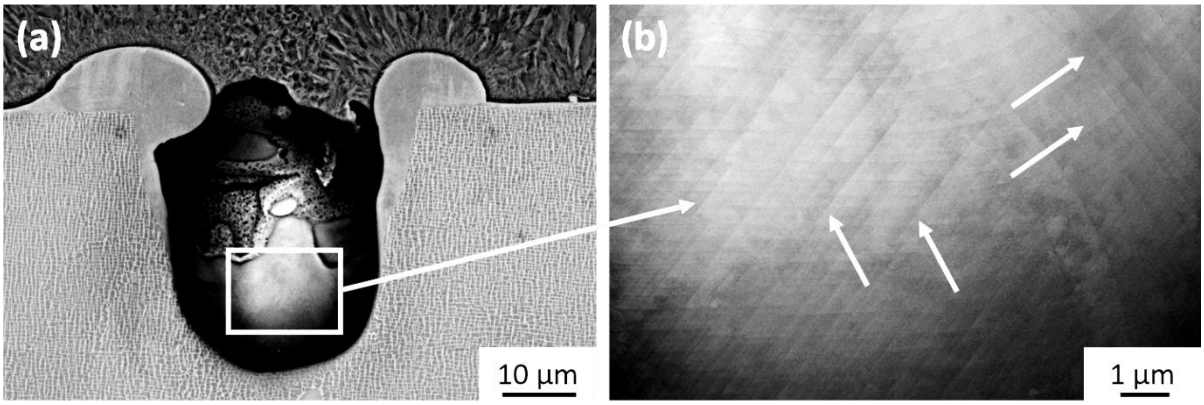


*figure 59 - Bandes de glissement observées à l'extrême surface de la zone fondue : (a) motif M3, (b) zone fondue à fort grossissement*

Des bandes similaires ont également pu être observées au centre de motifs texturés à de plus faibles intensités laser et ce quel que soit le superalliage à base nickel considéré. Par exemple, les trois motifs représentés sur la figure 60 ont été générés à une même intensité laser (égale à $5{,}9.10^{-2}$ GW/cm² ) après 40 impulsions sur de l'AM1 MS (figure 60.a), 30 impulsions sur du CMSX4 Plus MS R1 R2 (figure 60.b) et 15 impulsions sur l'extrême surface de l'Inconel 718 (figure 60.c). Ces bandes de glissement pourraient être révélatrices de déformations générées à chaud et ce à de très fortes vitesses de déformation induites par la multiplication des impacts laser. La présence de telles bandes pourrait en effet traduire les déformations du bain liquide engendrées par la pression de recul induite lors de l'expansion du plasma.

Il aurait été intéressant dans ce cas d'obtenir l'orientation cristallographique exacte du substrat et la direction de ces bandes pour définir quel système de glissement est alors favorisé lors de la texturation laser de tels matériaux. Par manque de temps, ces analyses n'ont malheureusement pas pu être effectuées lors de ces travaux de thèse.

Des analyses EBSD ont néanmoins pu être effectuées pour identifier l'orientation cristallographique des bourrelets de matière. L'ensemble des cartographies EBSD présentées dans ce chapitre sont codées selon l'axe z (cf. figure 61.b). Cet axe s'avère être parallèle à l'axe de solidification des superalliages monogranulaires.

Les cartographies EBSD de plusieurs bourrelets de matière du motif 1 sont données figure 61. La solidification du superalliage monogranulaire étant proche de l'orientation cristallographique <001>, il parait donc pertinent d'obtenir cette orientation cristallographique au cœur du matériau. Néanmoins, au regard de ces données EBSD, seuls quelques grains dans certaines zones limitées de bourrelets de matière ont pu être observés (figure 61.a). Quel que soit le bourrelet de matière considéré, il est possible d'observer un gradient de couleur caractéristique d'une légère désorientation de la maille cristalline, le reste de la zone fondue observée ne présentant pas de désorientations cristallographiques significatives.

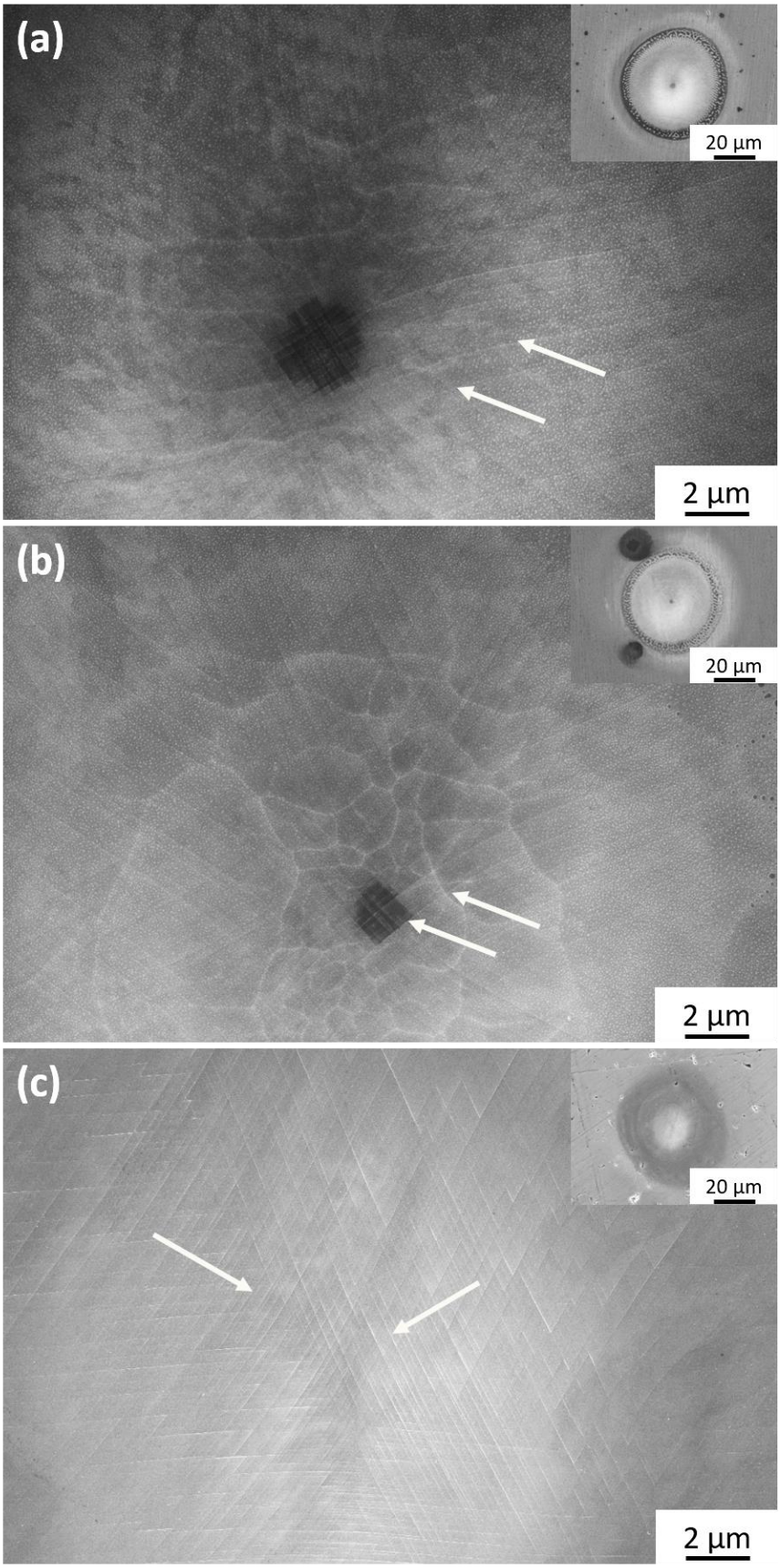


*figure 60 - Bandes de glissement observées au centre de motifs générés sur (a) de l'AM1 MS, (b) du CMSX4 MS R1 R2 et (c) de l'Inconel 718*

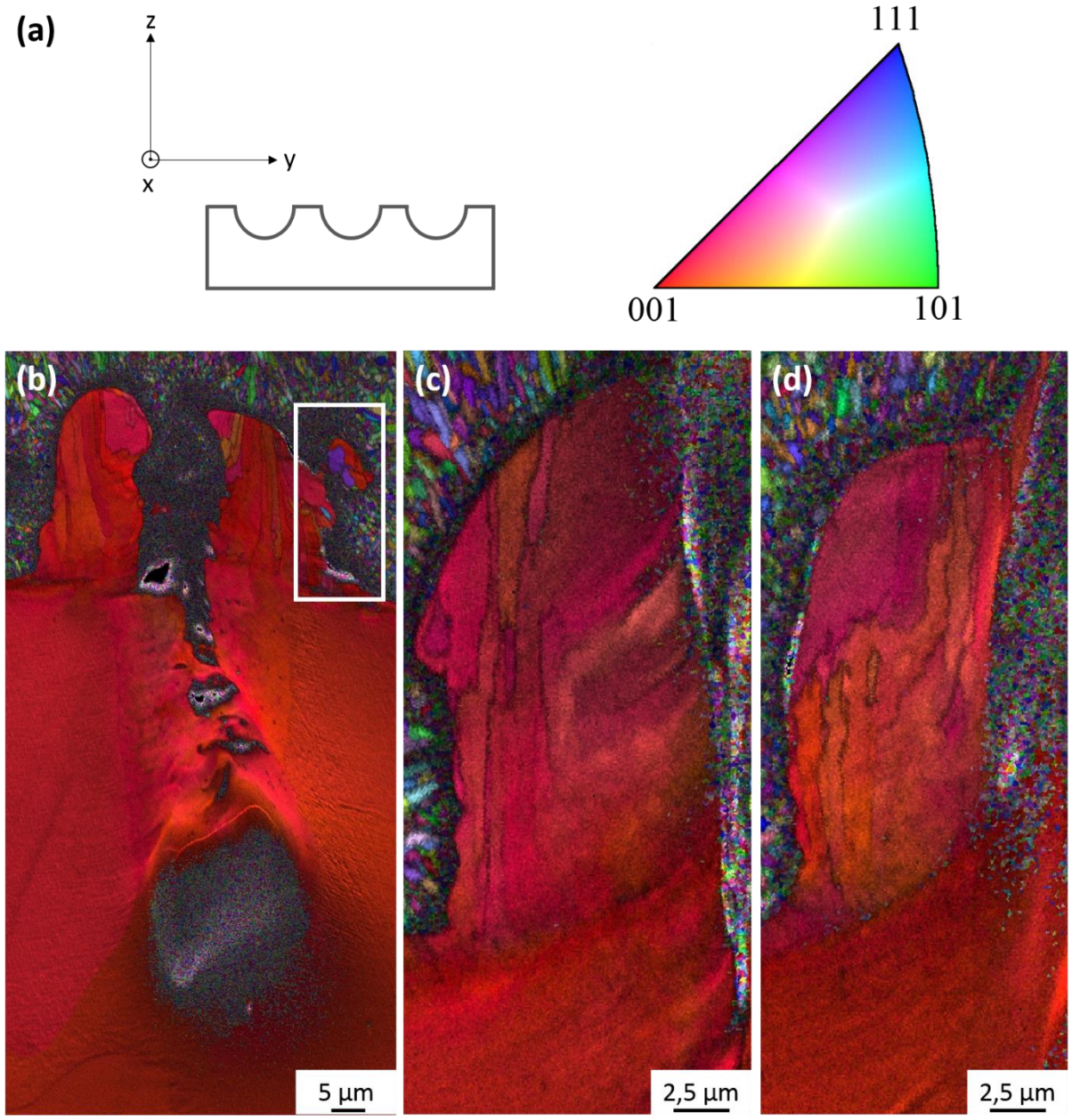


*figure 61 - Cartographies des orientations cristallographiques codées selon l'axe z : (a) repère et figure de pôle inverse, (b) cartographie d'un motif 1 en entier, (c) cartographie d'un bourrelet de matière d'un motif 1 et (d) cartographie d'un autre bourrelet de matière d'un motif 1. La surface texturée de l'AM1 MS a été préalablement nickelée.*

La figure 62 présente la cartographie EBSD d'un motif 2. Dans ces conditions, de plus fortes modifications structurales peuvent être relevées en particulier au sein des bourrelets de matière fondue. En effet, comparé au bourrelet de droite (figure 62.d) qui s'avère complètement recristallisé, le bourrelet de gauche (figure 62.c), présente des désorientations cristallographiques au niveau de la jonction bourrelet-superalliage, puis une zone totalement recristallisée (partie gauche du bourrelet). Des grains allongés selon une direction privilégiée parallèle à l'axe z sont de plus révélés.

Une deuxième cartographie EBSD du motif 2 est donnée par la figure 63. Il est possible d'observer sur chaque bourrelet une zone marquée par des désorientations cristallographiques. Cette zone reconnaissable par les gradients de couleurs se situe au niveau de la jonction entre le cœur du matériau et le bourrelet de matière. Les zones les plus éloignées de cette jonction s'avèrent être totalement recristallisées.

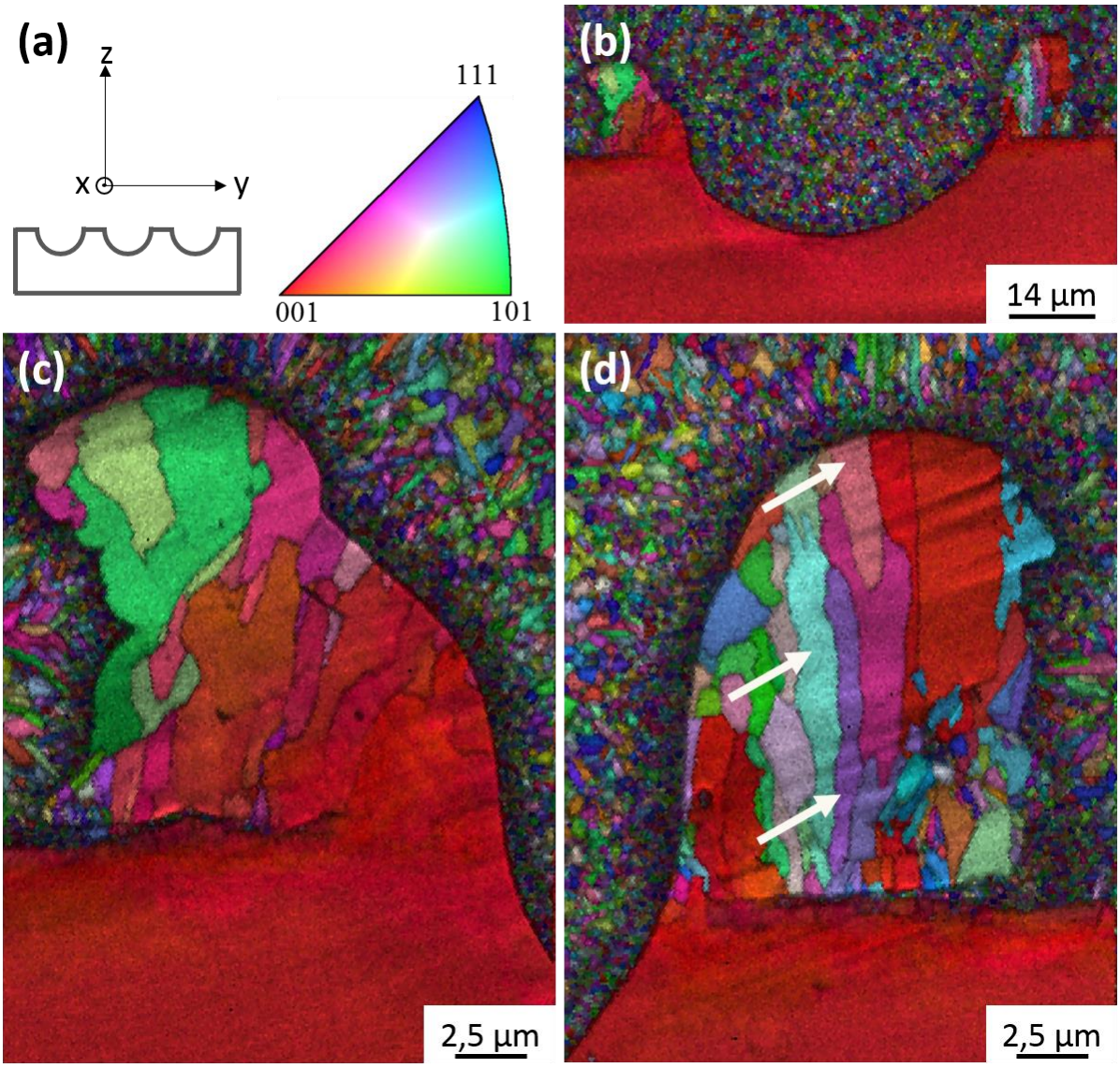


*figure 62 - Cartographies des orientations cristallographiques, codées selon l'axe z, d'un premier motif 2 : (a) repère et figure de pôle inverse, (b) cartographie du motif 2 en entier, (c) cartographie d'un des bourrelets de matière du motif 2 et (d) cartographie de l'autre bourrelet de matière du motif 2. La surface texturée de l'AM1 MS a été préalablement nickelée.*

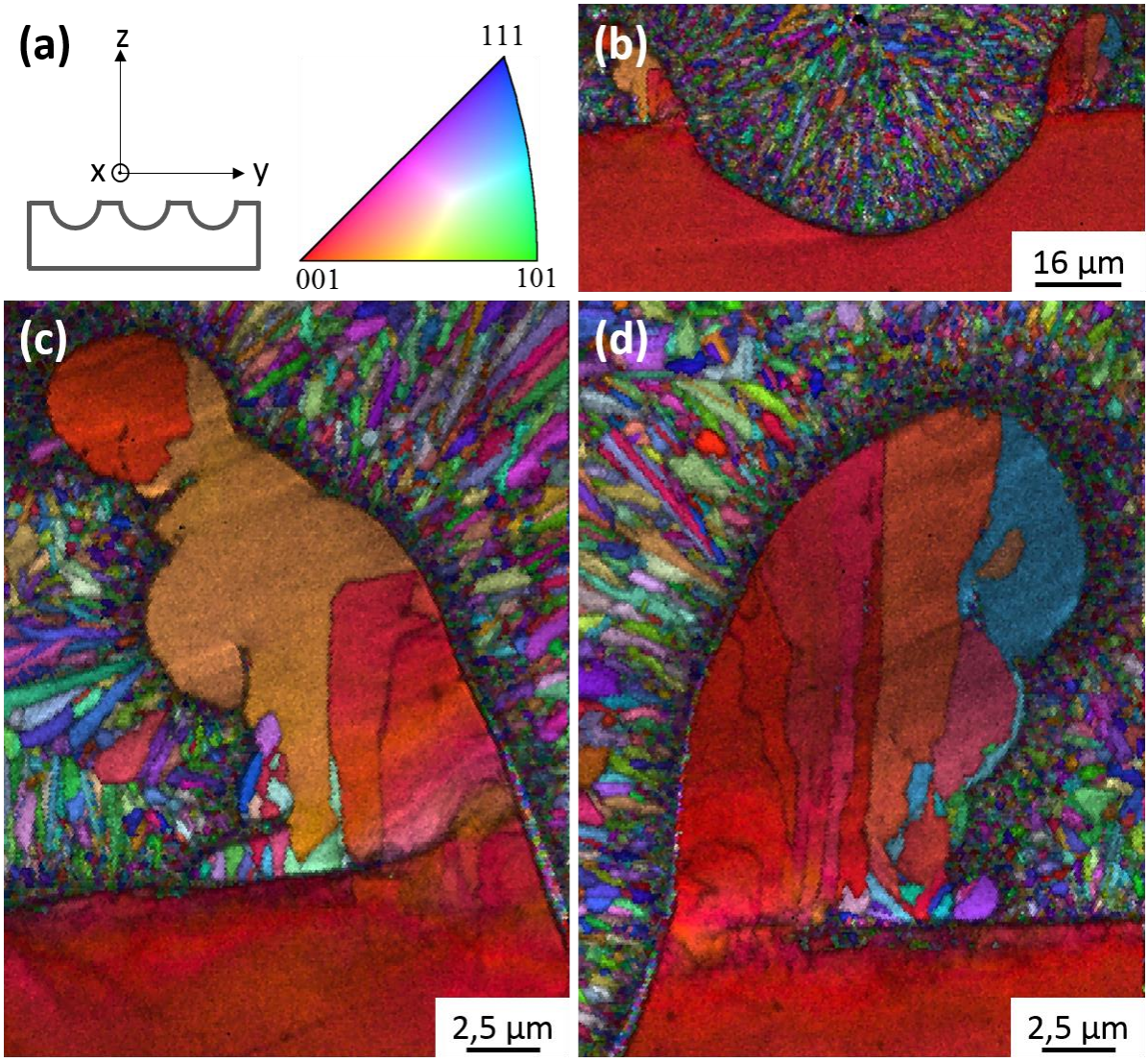


*figure 63 - Cartographies des orientations cristallographiques, codées selon l'axe z, d'un deuxième motif 2 : (a) repère et figure de pôle inverse, (b) cartographie du motif 2 en entier, (c) cartographie d'un des bourrelets de matière du motif 2 et (d) cartographie de l'autre bourrelet de matière du motif 2. La surface texturée de l'AM1 MS a été préalablement nickelée*

Enfin, la figure 64 donne les orientations cristallographiques des bourrelets de matière du troisième motif considéré. La couleur orangée au cœur du matériau est révélatrice de l'axe de découpe des échantillons qui n'est pas parfaitement parallèle à l'axe de solidification des superalliages monogranulaires. Aucun grain recristallisé n'a pu être observé ici. De même, les gradients de couleurs au niveau des bourrelets de matière ainsi qu'au niveau des zones dites fondues semblent peu significatifs, ce qui pourrait signifier une solidification en épitaxie du bain liquide par rapport au substrat.

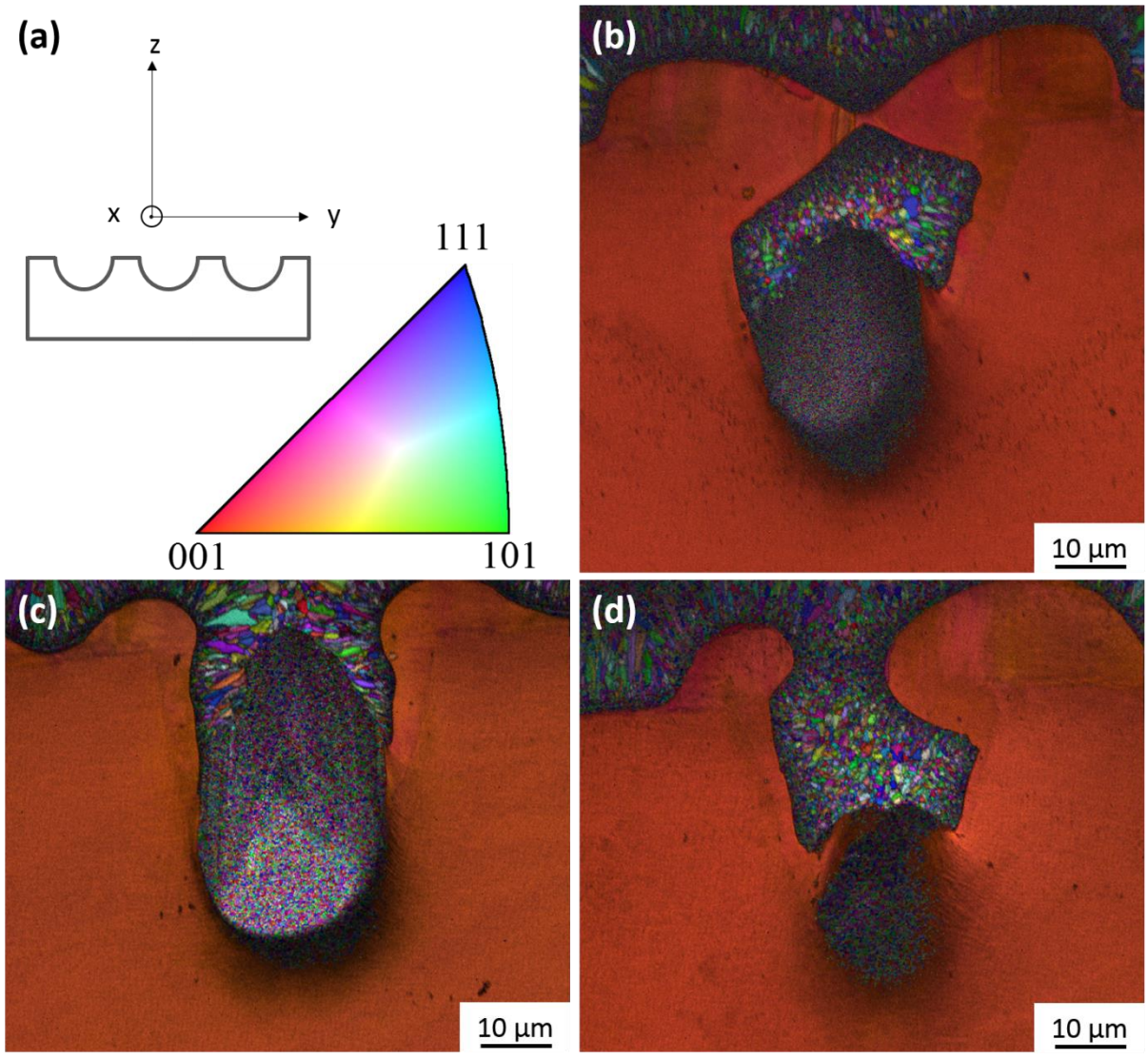


*figure 64 - Cartographies des orientations cristallographiques, codées selon l'axe z, de plusieurs motifs 3 : (a) repère et figure de pôle inverse, (b) cartographie d'un premier motif 3, (c) cartographie d'un deuxième motif 3 et (d) cartographie d'un troisième motif 3. La surface texturée de l'AM1 MS a été préalablement nickelée.*

Au regard des différents résultats obtenus, il apparait donc que l'orientation cristallographique des bourrelets de matière soit fortement dépendante de leur géométrie mais surtout de l'interface entre les bourrelets de matière et le matériau massif. Les désorientations cristallographiques couplées au fait que l'allongement des grains se fasse suivant une direction privilégiée indiquent la présence d'un gradient thermique relativement vertical, proche de l'axe z, au sein même des bourrelets de matière. La croissance en épitaxie avec le substrat de certains bourrelets de matière met probablement en évidence un déplacement de l'interface solide-liquide unidirectionnel.

Lors du procédé de texturation laser, l'extrême surface traitée est en contact avec l'air ambiant. Les bourrelets de matière sont donc refroidis par convection thermique. De plus, Les échanges entre le bain liquide et le reste du matériau induisent également un refroidissement des bourrelets de matière par conduction. Cette compétition dans les mécanismes de refroidissement lors de l'ablation laser est à l'origine du gradient thermique et donc des

mécanismes de solidification. Plus la jonction entre les bourrelets de matières est importante plus la conduction thermique est favorisée, ce qui facilite la solidification des bourrelets en épitaxie avec le superalliage.

Il faut retenir ici que la texturation laser n'entraine pas forcément de recristallisation au sein de la matière solidifiée, résultat vraiment marquant de ces caractérisations EBSD. Ainsi, de tels bourrelets de matière en relation d'épitaxie avec le substrat et avec une faible densité de sous-joints auront une bonne résistance face aux sollicitations thermomécaniques, comparativement à ce qu'elle serait avec des bourrelets recristallisés. Il faudrait donc adapter les paramètres laser pour éviter toute recristallisation qui pourrait avoir des effets néfastes quant à la tenue des matériaux à hautes températures. Il serait alors pertinent d'analyser d'autres morphologies de bourrelets afin de corréler les paramètres laser appliqués aux géométries puis aux phénomènes de recristallisation. De même, des simulations numériques couplées aux résultats expérimentaux permettraient de mettre en avant quels sont les mécanismes de refroidissement prédominants afin d'appréhender les contraintes potentiellement générées dans les bourrelets de matières.

# 3 Synthèse

Il est important d'appréhender l'interaction laser-matière afin de contrôler le procédé de texturation laser qui sera employé par la suite pour optimiser l'adhésion d'une barrière thermique déposée sur une sous-couche d'accroche de type γ/γ'. Lors de ces travaux, le comportement lors du procédé d'ablation laser de superalliages monogranulaires à base nickel a été largement étudié. Au regard, des travaux tirés de la littérature, il semblerait que peu d'auteurs se soient intéressés justement aux processus d'ablation, sous l'impulsion d'un laser infrarouge avec des durées d'impulsion proches de la centaine de nanosecondes, de tels matériaux. L'idée principale de ce chapitre fut alors de comparer ces alliages monogranulaires entre eux.

Pour ce faire, la microstructure aux alentours des cavités a été observée. Quel que soit le superalliage monogranulaire considéré, il s'est avéré qu'au-delà de la zone fondue, **aucun phénomène de coalescence et de grossissement des précipités γ'** n'a pu être observé. De même, les **interfaces γ/γ' sont dépourvues d'empreintes de dislocation**. Cependant, des **bandes de glissement** probablement **révélatrices des déformations du bain liquide induites à chaud**, ont été observées sur la paroi des motifs de texturation, au niveau de la zone fondue.

Afin de vérifier si tous les superalliages se comportaient de façon similaire face à l'ablation laser, les volumes thermiquement affectés ont été mesurés. Au regard des résultats obtenus, il existe de **légères différences de volumes entre les alliages ayant subi uniquement le traitement de mise en solution et ceux ayant subi les revenus supplémentaires**. Par exemple, la zone thermiquement affectée de l'AM1 MS est plus petite que celle de l'AM1 MS R1 R2.

Une partie discussion autour de l'influence de la microstructure biphasée de ces matériaux a alors été menée et des hypothèses pouvant expliquer les dissemblances constatées ont été

émises. En effet, il est possible de croire, à partir des résultats obtenus, que lors de l'ablation des superalliages dans de telles conditions d'essais (laser de courtes durées d'impulsion (100 ns) et de longueurs d'onde proche de l'infrarouge), les **phases γ et γ' se comportent comme deux matériaux distincts**. Il semblerait que les **paliers de changement de phase surviendraient plus rapidement pour les précipités γ' que pour la matrice γ**. Dans ce cas, plus le domaine monophasé γ de l'alliage est atteint rapidement lors du processus de texturation, moins les cavités tendraient à se creuser.

Dans un second temps, des analyses EBSD ont été effectuées pour étudier les mécanismes de solidification des bourrelets de matière. La géométrie de ces derniers joue un rôle majeur sur les mécanismes de recristallisation. Il semblerait en effet que plus la « jonction » entre le bourrelet de matière et le reste du matériau est important (interface), plus le **refroidissement par conduction thermique est favorisé**, provoquant alors la **solidification des bourrelets de matière en épitaxie avec le substrat, voire pour certains motifs, de façon colonnaire.**

De nombreux travaux sont encore à réaliser pour maitriser l'interaction entre le faisceau laser et les superalliages monogranulaires à base nickel. Il serait intéressant par exemple de coupler les résultats observés avec une caractérisation des propriétés intrinsèques des matériaux. Certes, la microstructure pourrait avoir une influence dans les processus d'ablation mais elle rentre en compétition avec la conduction thermique, la viscosité, l'absorption, et bien d'autres propriétés des matériaux. Une fois les caractérisations faîtes, il serait pertinent aussi, par simulation numérique, d'établir quels paramètres dominent majoritairement dans le processus d'ablation. De plus, des réponses supplémentaires quant aux mécanismes de recristallisation des bourrelets de matière sont à apporter. Il serait pertinent par exemple, de corréler les paramètres laser à la géométrie des bourrelets de matières et de contrôler leur solidification. La simulation numérique serait encore une fois bénéfique pour comprendre les mécanismes induits lors la solidification du bain liquide.

Enfin, ces travaux ont permis de mettre en avant le fait que lorsque les régimes d'ablation sont bien établis, les paramètres laser n'ont pas besoin d'être modifiés pour obtenir le même motif sur divers superalliages monogranulaires. De même, il est possible d'obtenir des bourrelets de matière non recristallisés, ce qui pourrait être plus que favorable pour la tenue de ces matériaux texturés lors de fortes sollicitations thermomécaniques à de hautes températures.

# Chapitre 3

# Optimisation des morphologies d'interface afin de renforcer les mécanismes d'adhésion

Il a été choisi dans cette thèse de renforcer l'adhésion entre les couches d'un système barrière thermique en renforçant l'ancrage mécanique via une texturation laser des surfaces. Une des étapes principales de ces travaux fut donc de comprendre les mécanismes de croissance des dépôts EB-PVD sur diverses morphologies de surface afin d'optimiser les propriétés d'adhésion tout en garantissant une microstructure du dépôt proche de celle rencontrée en service. La stratégie de construction des morphologies de surface va donc être consciencieusement décrite dans ce chapitre de transition.

# 1 Etude bibliographique

L'objectif principal de cette thèse est de ralentir l'écaillage de la couche céramique. Pour ce faire, il a été choisi de renforcer les mécanismes d'adhésion entre les couches du système barrière thermique, par l'optimisation des morphologies d'interface. Il est alors nécessaire de rappeler les différentes interactions contrôlant l'adhérence entre deux matériaux. Ces mécanismes sont fortement dépendants des matériaux mis en contact mais également du procédé d'élaboration. Pour ces travaux, la zircone yttriée fut déposée par le procédé de dépôt physique en phase vapeur. Les différentes étapes de ce procédé ainsi que les processus menant à la croissance des couches EB-PVD vont alors être décrits.

La texturation laser est le procédé de traitement de surface choisi pour renforcer l'ancrage mécanique au niveau des interfaces. Les bénéfices apportés par ce procédé sur l'adhésion des systèmes barrières thermiques vont donc être donnés. Sur la base des travaux tirés de la littérature, il va alors être possible d'appréhender le rôle de la rugosité de surface sur la microstructure des dépôts PVD et d'analyser l'influence de ces évolutions microstructurales sur les propriétés de la couche céramique.

## 1.1 Le procédé EB-PVD

L'adhésion des matériaux dépend fortement des propriétés physico-chimiques des matériaux mais est sensible, aussi, aux procédés de dépôts utilisés. Il est important donc de comprendre comment se forment et croissent les colonnes des barrières thermiques afin de comprendre quels mécanismes d'adhésion sont alors naturellement favorisés.

Les procédés de dépôt physique en phase vapeur (PVD – *Physical Vapor Deposition*) sont des procédés de dépôt atomistique. Les atomes ou molécules sont arrachés à une cible solide ou liquide, puis transportés jusqu'au substrat sous phase vapeur pour s'y condenser et former une couche mince, dont la microstructure dépendra essentiellement des paramètres du procédé. Se distinguent alors différentes étapes telles que :

- la vaporisation du matériau cible
- le transport des éléments
- la condensation sur le matériau à revêtir

### 1.1.1 Vaporisation du matériau

Plusieurs techniques sont utilisées pour arracher les atomes de la cible comme la pulvérisation cathodique ou bien l'évaporation thermique. Cette dernière, utilisée lors de cette thèse, consiste à apporter suffisamment d'énergie sur un matériau cible pour qu'il passe de l'état solide à l'état gazeux. Pour favoriser ce changement d'état, plusieurs techniques peuvent être retenues comme le chauffage par effet joule, le chauffage par induction ainsi que le bombardement d'électrons.

Le procédé de dépôt physique en phase vapeur, dont la vaporisation est générée par bombardement d'électrons (EB-PDV - *Electron Beam Physical Vapor Deposition*), est souvent adopté pour vaporiser des éléments réfractaires tels que les céramiques. Le faisceau d'électrons est émis, à une tension d'accélération de l'ordre de 40 kV, par un canon à électrons de puissance maximale égale à 150 kW, équipé d'un filament thermoïonique généralement en tungstène [84]. Les électrons sont acheminés à grande vitesse par un champ électrique ou magnétique jusqu'à la cible. Lors du contact avec le matériau, l'énergie cinétique des électrons se transforme en énergie thermique. Le matériau va donc monter en température jusqu'à sa fusion et sa vaporisation. Bien évidemment, le creuset en cuivre contenant le matériau à déposer est refroidi afin d'assurer la pureté du dépôt et d'éviter la formation d'eutectiques.

Les électrons sont typiquement envoyés linéairement sur la cible (figure 65.a) mais peuvent être déviés d'un angle supérieur à 180° par un champ magnétique, pour éviter le dépôt de la matière évaporée sur le filament du canon (figure 65.b).

En balayant la surface du matériau cible de façon contrôlée et en maîtrisant la puissance du canon à électrons, il est possible ainsi, par ce procédé, d'atteindre des vitesses de dépôt de l'ordre du µm/min.

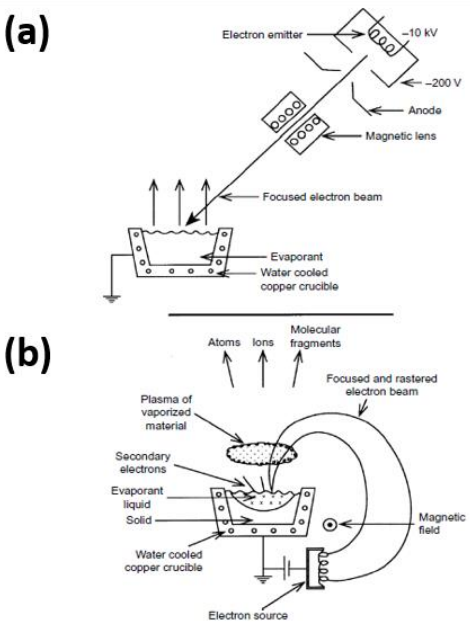


*figure 65 - Bombardement des électrons sur le matériau cible : (a) Trajectoire des électrons linéaire -- (b) Trajectoire des électrons déviée* [84]

### 1.1.2 Transport de matière

Afin de contrôler la composition du matériau, les procédés de dépôt en phase vapeur se réalisent majoritairement à faible pression dans une enceinte hermétique (figure 66) Généralement, le vide généré par de puissantes pompes, atteint des pressions de l'ordre de $10^{-4}$ à $10^{-9}$ mbar.

Le transport des atomes est fortement dépendant de leurs vitesses, de la distance à traverser et des phénomènes physiques relatifs aux collisions entre les atomes. De nombreuses études ont d'ailleurs été menées pour simuler ces phénomènes afin de prédire la structure du dépôt et d'améliorer les rendements liés au procédé [85], [86].

Dans les conditions optimales, où les collisions entre atomes sont minimisées (libre parcours moyen des atomes suffisamment grand par rapport à la distance cible-substrat), la trajectoire du flux atomique s'effectue alors de façon rectiligne avant de rentrer en contact avec le substrat [87].

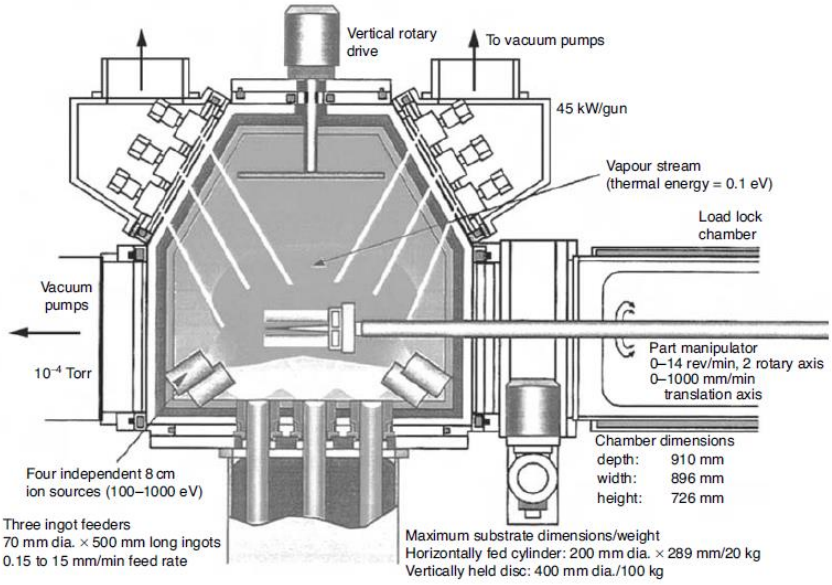


*figure 66 - Représentation du procédé EB-PVD* [2]

### 1.1.3 Formation des colonnes

Le contact entre les atomes et le matériau cible s'opère par adsorption, qui traduit l'ensemble des phénomènes qui mènent à la fixation des atomes (adsorbats) sur une surface solide (adsorbant) suivant une répartition angulaire. Les adatomes vont pourvoir alors se répartir sur la surface grâce aux phénomènes de diffusion fortement dépendant de la température du substrat, de l'énergie des atomes et de leur angle d'incidence. La formation d'agrégats va être ensuite engendrée par la rencontre de plusieurs adatomes [88].

C'est par accumulation d'atomes que les agrégats s'élargissent pour former alors une couche susceptible de devenir un revêtement. La croissance des dépôts peut être décrite par trois processus distincts [89]:

- Croissance de type Franck – Van Der Merwe (figure 67.a) : par une forte diffusion des adatomes, les agrégats coalescent horizontalement pour recouvrir totalement la surface du substrat. La croissance s'effectue alors couche par couche.
- Croissance de type Volmer – Weber (figure 67.b) : les agrégats, formés par l'arrivée de nouveaux atomes et la diffusion d'adatomes, se développent dans toutes les directions, créant des îlots. Par l'accumulation de plusieurs atomes, de nombreux îlots peuvent recouvrir alors la surface du substrat et finir par se dresser verticalement.
- Croissance de type Stranski – Krastanov (figure 67.c) : ce mécanisme de croissance est un mixte des deux processus décrits précédemment. En effet, les agrégats vont d'abord s'étendre pour recouvrir toute la surface du substrat sous la forme d'une monocouche. Une croissance en îlot sur cette dernière sera par la suite favorisée.

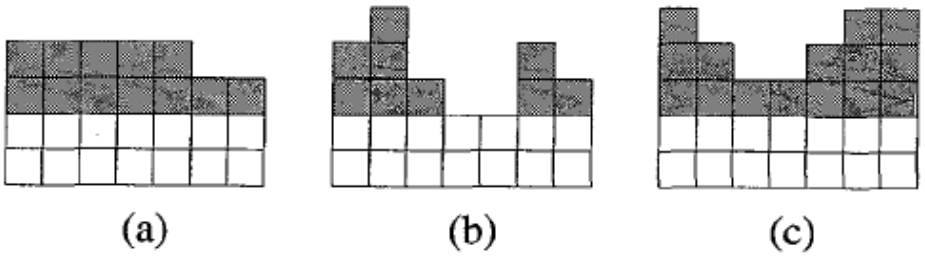


*figure 67 - Croissance du dépôt : (a) De type Franck - Van Der Merwe, (b) De type Volmer – Weber, (c) De type Stranski – Krastanov* [90]

### 1.1.4 Structure des films PVD

La croissance des films PVD est fortement contrôlée par les paramètres procédés. Movchan et Demchishin sont les premiers à proposer un modèle présentant la structure des films PVD en fonction du rapport $T/T_m$ où T représente la température du dépôt et Tm la température de fusion du matériau déposé (figure 68.a). Ce ratio $T/T_m$ reflète la capacité des adatomes à se diffuser sur la surface. Par la suite, Thornton a alimenté ce modèle et construit un diagramme montrant l'influence du rapport $T/T_m$ et de la pression d'argon sur la structure du film (figure 68.b) [91].

Les structures obtenues ont été ainsi catégorisées en quatre zones distinctes :

- Zone I ($T/T_m < 0,25$) : cette zone est caractérisée par de fines colonnes en forme de dômes et de grands gaps intercolonnaires. La diffusion des adatomes dans cette configuration paramétrique est limitée.
- Zone T : dans cette zone dite de transition, la diffusion des adatomes est facilitée, entrainant une compétition de croissance entre les grains. La structure du dépôt est dite colonnaire à facettes.

- Zone II ($0,25 < T/T_m < 0,5$) : la spécificité de cette zone réside dans la formation de colonnes larges et d'épaisseurs constantes. La mobilité des adatomes y est accrue.
- Zone III ($T/T_m > 0,5$) : la structure des films n'est plus de type colonnaire. La formation de gros grains équiaxes est favorisée.

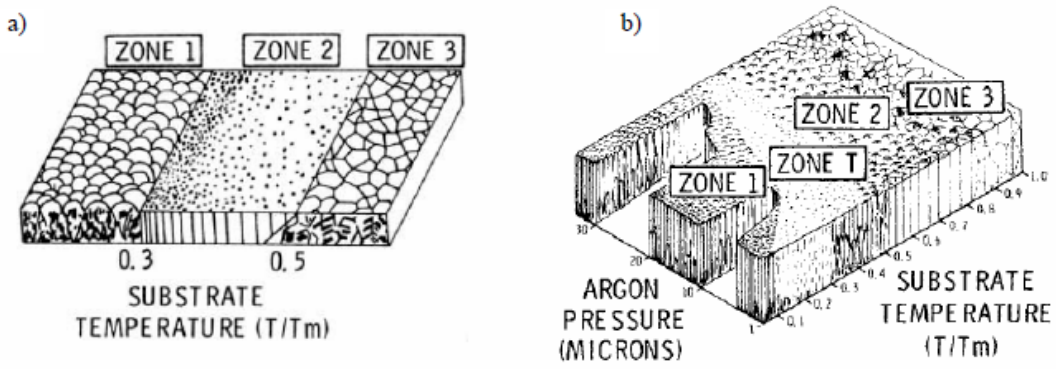


*figure 68 - Structure des films PVD : (a) Modèle de Movchan - Demchishin -- (b) Diagramme de Thornton* [92]

Au fur et à mesure des études et des analyses, de telles représentations qualitatives, permettant de prédire la structure des films PVD, sont constamment complexifiées. Par exemple, grâce aux travaux de A. Anders, l'influence de l'énergie des atomes arrivant en surface, sur la structure des couches, est connue aujourd'hui [91].

La microstructure des revêtements déposés par le procédé EB-PVD dépend donc essentiellement de la capacité des atomes à recouvrir l'intégralité de la surface du substrat. Ceci est étroitement lié à la rugosité du substrat (certaines zones sont moins facilement accessibles) et la capacité de diffusion des adatomes (essentiellement contrôlée par la température du substrat).

Concernant les systèmes BT utilisés pour le groupe SAFRAN, la rugosité de la surface du substrat est contrôlée par le procédé de sablage et permet d'assurer une relativement bonne adhésion de la zircone yttriée sur la sous-couche d'accroche. Cependant en service, il semblerait que cette couche isolante puisse s'écaillée prématurément. Il a donc été choisi de travailler sur les mécanismes d'adhésion entre ces deux couches dans l'optique de ralentir cet écaillage.

## 1.2 Les mécanismes d'adhésion

Lors du contact entre deux matériaux de natures ou de compositions différentes, diverses interactions peuvent prendre place pour assurer l'accroche entre les deux entités. Les principales théories qui décrivent les mécanismes d'adhésion se doivent alors d'être abordées [93].

### 1.1.1 Théorie de l'ancrage mécanique

Cette théorie a été initiée par McBain en 1924 [94] et stipule la présence de contraintes de traction/compression à l'interface entre deux matériaux pour assurer une adhésion dite mécanique. L'ancrage mécanique est dans ce cas favorisé par une forte rugosité du substrat, permettant l'augmentation de l'aire de contact entre les matériaux et le ralentissement des propagations de fissures interfaciales. Le matériau déposé doit alors nécessairement remplir au maximum les anfractuosités du substrat.

### 1.1.2 Théorie de la liaison chimique

Lorsque deux matériaux sont mis en contact, une réaction chimique peut se produire. En effet, lorsque l'énergie d'activation est atteinte, les atomes des deux réactifs peuvent échanger des électrons créant ainsi des liaisons de valences primaires (covalente, ionique, métallique). De fortes énergies doivent donc être mises en jeu pour rompre ces liaisons primaires, ce qui assure une bonne adhésion entre le substrat et le revêtement [93].

### 1.1.3 Théorie thermodynamique

L'adhésion peut aussi être due aux forces intermoléculaires de type Wan Der Waals susceptibles de s'établir entre un revêtement et son substrat. D'après le tableau 11, ces liaisons sont de faible intensité mais peuvent être suffisantes si elles sont en très grand nombre [95], [96]. De plus, elles ont un faible champ d'action, ce qui implique la nécessité d'avoir un bon contact entre les matériaux.

*tableau 11 - Energies associées aux différents types de liaisons* [95]

| Type de liaison | | Energie associée (kJ/mol) | Portée (nm) |
|---|---|---|---|
| Liaisons secondaires | Liaisons de Van der Waals | 2 - 15 | ≤ 1 |
| | Liaisons hydrogènes | 10 - 40 | 0,2 |
| Liaisons primaires | Covalente | 150 - 950 | 0,1 - 0,2 |
| | Ionique | 400 - 800 | 0,2 - 0,3 |
| | Métallique | 100 - 400 | 0,3 - 0,5 |

### 1.1.4 Théorie de la diffusion

Lorsque deux matériaux en contact possèdent une solubilité suffisante l'un par rapport à l'autre, des mécanismes d'interdiffusion des molécules peuvent intervenir. L'interface entre les deux matériaux devient alors une interphase où des molécules du revêtement se mélangent à celles du substrat. Le gradient de composition au sein de l'interphase engendre alors un gradient de propriétés physico-chimiques.

### 1.1.5 Théorie électrique

La théorie électrique s'oriente autour de l'idée qu'un système revêtement diélectrique/substrat métallique peut être assimilé à un condensateur plan. Ce condensateur serait formé par les deux couches électriques créées au contact des deux surfaces. Les interactions électrostatiques qui en découlent et qui seraient générées par des hétérogénéités chimiques et des défauts de surface, semblent donc être insuffisantes pour obtenir une bonne adhérence entre un revêtement et son substrat [93].

L'adhésion des dépôts peut donc être contrôlée par plusieurs mécanismes qui peuvent d'ailleurs être couplés. En effet, dans le cas d'une couche céramique déposée par EB-PVD, sur la sous-couche, l'adhésion est essentiellement contrôler par des liaisons chimiques permises par la couche d'oxyde intermédiaire (TGO) mais également par ancrage mécanique assuré par la rugosité interfaciale. Cette dernière est usuellement contrôler par le sablage de la sous-couche. Or, il a été défini dans ces travaux de modeler la surface de la sous-couche d'accroche par texturation laser afin de jouer sur cette rugosité interfaciale en générant des cavités plus ou moins profondes. Ce traitement de surface est effectué dans l'espoir de maximiser l'ancrage mécanique entre la couche céramique et son substrat.

## 1.2 L'ancrage mécanique favorisé par la texturation laser

Comme rappelé dans le chapitre 2, la texturation laser est un procédé de traitement de surface, basé sur le principe de l'ablation laser en régime impulsionnel, qui permet la formation de cavités à l'extrême surface du matériau irradié. Ce procédé est utilisé dans de nombreux domaines industriels [44]. En effet, la texturation laser est par exemple fortement développée dans le domaine de la tribologie. Les motifs texturés permettent de réduire le coefficient de frottement et par conséquent l'usure des pièces en contact. Ils peuvent, par exemple, servir de réceptacle à débris d'usure ou encore de réservoirs à lubrifiant [97]–[100]. De plus, de nombreux travaux ont été menés afin d'optimiser les motifs de texturation pour améliorer les propriétés de mouillabilité des matériaux et rendre par exemple les surfaces traitées hydrophobes [101]–[103]. Enfin, la texturation laser, procédé automatisable, est largement utilisée aussi pour des problématiques d'adhésion dès lors qu'elle peut renforcer l'ancrage mécanique entre les surfaces par la formation de cavités sans contaminer la surface traitée [104]. Un tel concept peut donc parfaitement s'appliquer dans le domaine des revêtements [49], [105].

De nombreux auteurs ont par exemple travaillé sur l'optimisation des morphologies de surfaces afin d'améliorer l'adhésion entre un revêtement et son substrat en particulier dans le domaine de la projection thermique. Quel que soit le couple substrat/revêtement considéré, les systèmes texturés présentent de façon quasi systématique de meilleurs résultats par rapport aux procédés conventionnels (sablage) [106]–[108]. De plus, l'intérêt de la texturation laser sur la tenue en service de barrières thermiques YSZ déposées par projection plasma directement sur substrats en superalliage à base Nickel (fluage, fatigue thermomécanique), a aussi été

démontré [21], [109], [110]. Dans de telles conditions, l'ancrage mécanique induit par les motifs de texturation remplace l'utilisation d'une sous-couche qui assure usuellement l'accroche entre la couche céramique et son substrat.

Des auteurs ont, quant à eux, essayé de mettre en avant les bénéfices apportés par la texturation laser sur les mécanismes d'adhésion entre des substrats métalliques, polymères et céramiques et une couche en aluminium pure déposée par cold spray [111].

La particularité de ces dépôts réside dans leur microstructure lamellaire. Par l'optimisation des paramètres de projection, du matériau précurseur (granulométries) et des rugosités de surfaces, il est manifestement possible alors de renforcer l'accroche entre les matériaux et donc leur tenue lors de sollicitations proches de celles rencontrées en service.

De plus, Kromer et al. ont également initié des travaux montrant l'influence de la rugosité de surface, induite pas texturation laser, d'un acier inoxydable 304L ou d'une sous-couche MCrALY déposée par projection plasma sous air, sur la microstructure d'un revêtement YSZ généré par projection plasma de suspensions (SPS). Une morphologie de surface formée par des trous profonds favoriserait donc plutôt la formation d'un dépôt dense et lamellaire alors que des motifs moins profonds et plus resserrés favoriseraient l'apparition d'une microstructure colonnaire (figure 69) [112].

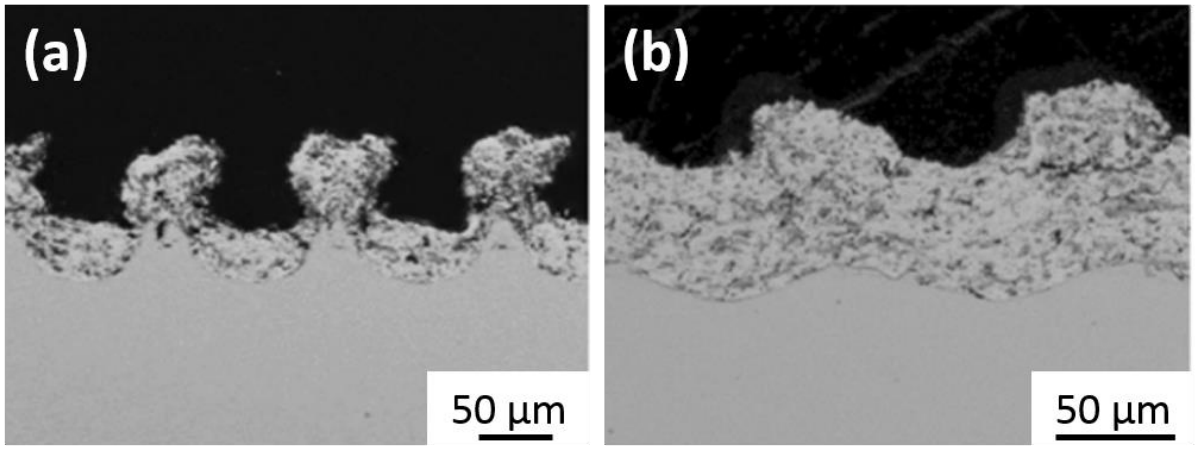


*figure 69 - Morphologies de surface qui dans le cas d'un dépôt SPS, favorisent la formation : (a) de colonnes et (b) d'un dépôt dense [112]*

Des travaux similaires ont d'ailleurs été effectués par Sokolowski et al. pour démontrer l'influence des nombreux paramètres procédés sur la formation de structures colonnaires par SPS. Ils ont montré par exemple que seule la géométrie de surface, générée par texturation laser, permettait l'obtention de colonnes lors de la projection de particules larges de zircone partiellement stabilisée par de l'oxyde de cérium ou de l'oxyde d'yttrium [113].

Cependant, peu d'auteurs se sont concentrés sur l'optimisation des morphologies d'interface par texturation laser dans le cas des dépôts par EB-PVD. Toutefois, Walston a quand même montré qu'une sous-couche PtAl, texturée de lignes profondes d'un vingtaine de micromètres

et espacées de 125 µm, présente une durée de vie approximativement deux fois plus grande en cyclage thermique à 1135°C qu'une sous-couche non texturée (figure 70) [114].

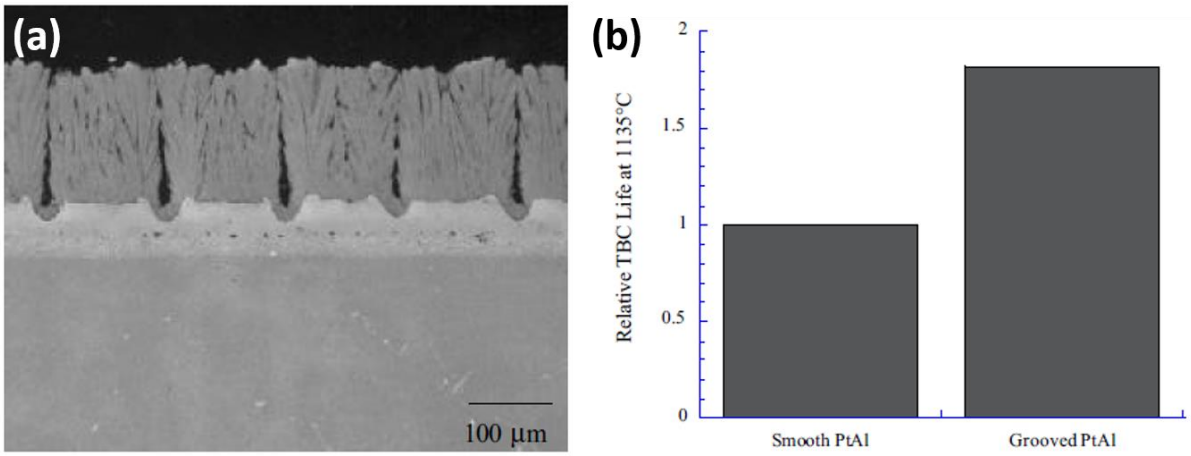


*figure 70 - (a) Lignes générée sur une sous-couche PtAl ; (b) influence de la morphologie de surface sur les durées de vie en cyclage thermique à 1135°C [114]*

Il est possible de remarquer sur la figure 70 que la texturation semble tout de même avoir un impact significatif sur la morphologie du dépôt EB-PVD, des espaces intercolonnaires sont visibles au niveau des cavités générées.

Il est donc tout à fait envisageable d'utiliser le procédé de texturation laser dans l'optique de renforcer les mécanismes d'adhésion entre un revêtement déposé par EB-PVD et son substrat. Il est cependant intéressant de se demander si ces modifications interfaciales peuvent avoir une influence quelconque sur la microstructure et les propriétés de la couche de zircone yttriée.

## 1.3 Influence de la rugosité de surface sur les dépôts PVD

De nombreux auteurs ont étudié l'influence que pouvait avoir la rugosité du substrat sur la structure des barrières thermiques déposées par projection thermique et par conséquence sur leur pouvoir isolant [19], [115]. Par exemple, Curry et al. ont montré que les traitements de surfaces tels que le sablage, grenaillage ou polissage, générant des rugosités de surface différentes sur une sous-couche NiCoCrAlY, ont un impact sur la formation des colonnes d'une BT YSZ déposée par SPS. Or, les évolutions microstructurales du revêtement présentent elles aussi un impact conséquent sur la conductivité thermique du dépôt, ainsi que sur la tenue de ces dernières en cyclage thermique à 1100°C [116]. Néanmoins, peu d'auteurs ont étudié la croissance des colonnes EB-PVD sur des morphologies de surface contrôlées et mesuré l'influence que peut avoir les évolutions structurales induites sur les propriétés du système barrière thermique.

Parmi ceux-ci, A. Besnard a mis en avant, expérimentalement et numériquement, l'influence de la rugosité de surface sur la croissance de colonnes PVD [87]. En effet, par électrolithographie, des plots cubiques à des échelles nanométriques sur la surface libre du substrat ont été générés et ont confirmés leur rôle sur les mécanismes de croissance des revêtements (figure 71). Contrairement, à des surfaces dites lisses où les structures colonnaires s'arrangent de façon aléatoire, la texturation des surfaces impose ici une croissance organisée des colonnes.

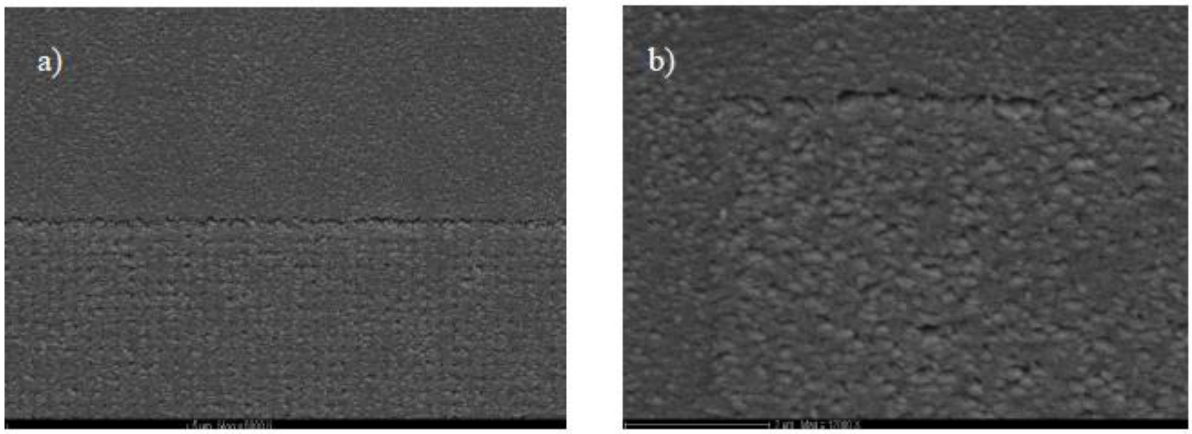


*figure 71 - Micrographies MEB de colonnes EB-PVD déposées sur des plots de hauteurs 50 nm avec : (a) un diamètre de 200 nm et un espacement entre plots égal à 200 nm et (b) un diamètre de 50 nm et un espacement entre plots égal à 150 nm* [87]

Il a d'ailleurs montré dans ses travaux que la hauteur des plots ainsi que l'espacement imposé entre chaque plot entrainent des variations conséquentes sur la microstructure du film déposé. Par exemple, les surépaisseurs générées sur le substrat par la formation des plots ont des répercussions sur l'épaisseur des dépôts, ces surépaisseurs étant conservées tout au long de la formation des colonnes.

De la même façon, appliqué à des sous-couches NiCrAlY élaborées par EB-PVD, Rahmani et al. ont également montré que la morphologie du substrat avait une influence directe sur la rugosité de la couche [117]. L'évolution de surface du revêtement semble ici directement en lien avec l'état de surface initial du substrat. Pour compléter de tels effets d'ailleurs, il a été démontré aussi l'impact de ce facteur géométrique sur la tenue interfaciale du système. Comme en témoignent les travaux de Guo et al. par exemple, dans le cas du couple NiCoCrAlY-BT élaboré par EB-PVD, les mécanismes d'écaillage de la BT diffèrent suivant l'état de surface de la sous-couche. Il faut une énergie plus importante pour rompre l'interface entre ces deux couches dès lors qu'il s'agit de surfaces rugueuses [118].

Ainsi, au regard des études tirées de la littérature, la croissance des colonnes générées par EB-PVD s'avère fortement dépendante de la morphologie de surface du substrat. Etudier la croissance du revêtement sur des surfaces parfaitement contrôlées et évaluer la durabilité du système peut apparaitre alors particulièrement pertinent.

# 2 Développement des motifs de texturation laser

Un des objectifs principaux de cette thèse est de renforcer l'ancrage mécanique entre les couches du système barrière thermique par l'optimisation des morphologies aux interfaces. La texturation laser est le procédé choisi pour contrôler cette rugosité interfaciale. Or, il est possible, grâce à cette technologie, d'obtenir une infinité de morphologies différentes. En effet, suivant les paramètres laser, diverses géométries peuvent être développées sous la forme de cavités, de lignes ou encore de quadrillages. Une partie conséquente de ces travaux de thèse réside donc dans l'optimisation de ces motifs de texturation. Cela passe, tout d'abord, par le contrôle de la géométrie des motifs texturés. Pour ce faire, une étude préliminaire a donc été réalisée pour permettre de corréler la densité des motifs générés et leurs morphologies. L'impact de telles géométries de surface sur la microstructure du revêtement s'imposera donc dans un second temps.

## 2.1 Influence de l'espacement entre les impacts laser sur la géométrie des motifs et par conséquent sur la morphologie de surfaces

Lors de l'accumulation d'impacts laser en un même point, des cavités tendent à se former sur la surface irradiée. Or, il est connu aujourd'hui que les conditions énergétiques du laser (fluence, nombre d'impacts) ont une influence majeure sur la formation de ces cavités [21], [63], [119]–[121]. Il est cependant intéressant de se demander si l'espacement entre les impacts laser (ou densité d'impacts) présente une influence sur la géométrie des trous formés. En effet, dès lors que les impacts laser sont trop rapprochés spatialement, des problématiques d'accumulation thermiques peuvent apparaitre modifiant alors les écoulements du bain liquide et pouvant conduire à des morphologies de motifs et de surface totalement différentes. L'objectif principal de cette étude préliminaire fut donc de définir la distance seuil à partir de laquelle la géométrie d'un motif n'est pas modifiée par les impacts laser nécessaires à la formation du motif voisin.

Pour ce faire, les deux morphologies alors bien connues des « motif 1 » et « motif 2 », présentées dans le chapitre précédent, ont été choisis pour être l'objet de cette étude. Les paramètres énergétiques utilisés pour former ces deux motifs (tableau 12) resteront inchangés, seul l'espacement entre les impacts laser, qui correspond in fine à l'espacement centre à centre entre deux motifs voisins, va varier de 20 à 100 µm (tableau 13). Compte tenu de leurs diamètres respectifs, préalablement établis (tableau 12), il a été possible d'estimer le taux de recouvrement des motifs. Le recouvrement entre deux motifs voisins correspond au moment où les diamètres des motifs sont plus importants que la distance entre les impacts laser.

Le tableau 13 donne donc, pour les deux types de motifs considérés, le taux de recouvrement calculé. Les valeurs négatives signifient qu'aucun recouvrement entre les motifs n'a lieu. Lorsque les valeurs, pour un même motif, sont négatives dans la colonne externe, et positives dans la colonne interne, cela signifie que seuls les bourrelets de matière se chevauchent.

*tableau 12 - Caractéristiques des motifs de type «motif 1 » et « motif2 »*

| Type de motif | Intensité laser (GW/cm²) | Nombre d'impulsions | Espacement (µm) | Diamètre interne (µm) | Diamètre externe (µm) | Profondeur (µm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| « motif 1 » | $8{,}8.10^{-2}$ | 50 | 60 | 30 | 53 | 54 |
| « motif2 » | $1{,}8.10^{-1}$ | 15 | 100 | 65 | 85 | 20 |

*tableau 13 - Taux de recouvrement des motifs en fonction de l'espacement des impacts laser*

| Espacement (µm) | Type « motif 1 » | | Type « motif 2 » | |
|---|---|---|---|---|
| | Taux de recouvrement (%) vis-à-vis des diamètres | | Taux de recouvrement (%) vis-à-vis des diamètres | |
| | interne | externe | interne | externe |
| 20 | 67 | 125 | 138 | 153 |
| 40 | -67 | 49 | 77 | 106 |
| 60 | -200 | -26 | 15 | 59 |
| 80 | -333 | -102 | -46 | 12 |
| 100 | -467 | -177 | -108 | -35 |

La figure 72 illustre bien l'impact que peut avoir ces mécanismes de recouvrement sur la morphologie globale des surfaces. En effet, dans cet exemple, plus les motifs de type « motif 1 » sont proches, moins la surface semble régulière et contrôlée.

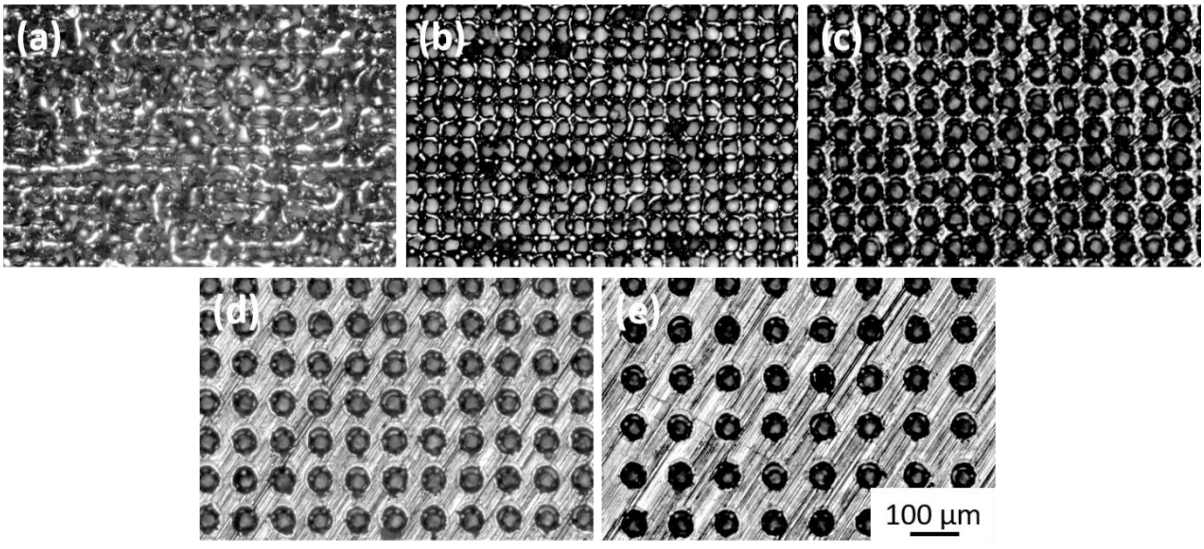


*figure 72 - Morphologies de surface générées par la texturation de motifs de type "motif 1" espacés de : (a) 20 µm, (b) 40 µm, (c) 60 µm, (d) 80 µm, et (e) 100 µm*

Ces hétérogénéités de surface se reflètent alors sur la géométrie même des motifs de texturation. En effet, au regard de la figure 73 qui présente les cavités de type « motif 1 » obtenues en fonction de l'espacement imposé entre les impacts laser, la géométrie des motifs, et particulièrement leur profondeur, évoluent en fonction de la répartition spatiale de ces derniers. En effet, la géométrie des trous est similaire pour les motifs séparés tous les 60, 80 et 100 µm (figures 73.c, 73.d, 73.e). Cependant, à partir de 40 µm d'espacement, c'est-à-dire, dès lors que les bourrelets de matière se chevauchent, la forme des motifs semble devenir bien plus hétérogène, tendance qui semble être accentuée lorsque les impacts laser sont encore plus rapprochés (20 µm).

La figure 74 montre l'influence de l'espacement sur la formation des trous de type « motif 2 ». Contrairement au cas précédent, la géométrie de ces derniers semble n'être impactée qu'à partir de 60 µm seulement d'espacement. Par la suite, plus les espacements entre les impacts laser sont proches, plus la forme des cavités se dégrade.

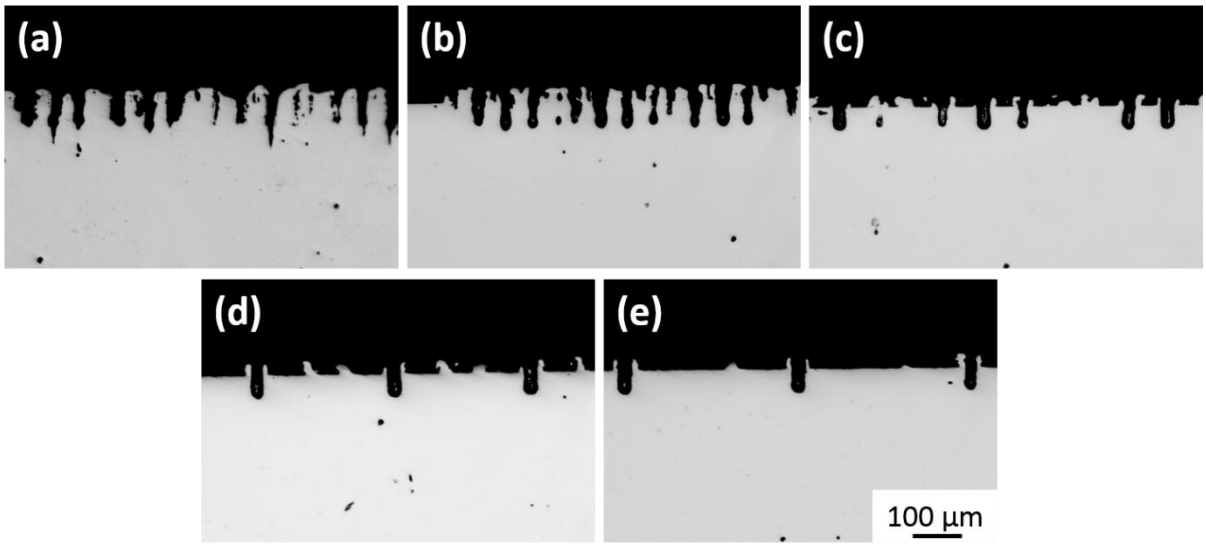


*figure 73 - Vues en coupe de motifs de type "motif 1" dont les espacements varient de : (a) 20 µm, (b) 40 µm, (c) 60 µm, (d) 80 µm, et (e) 100 µm*

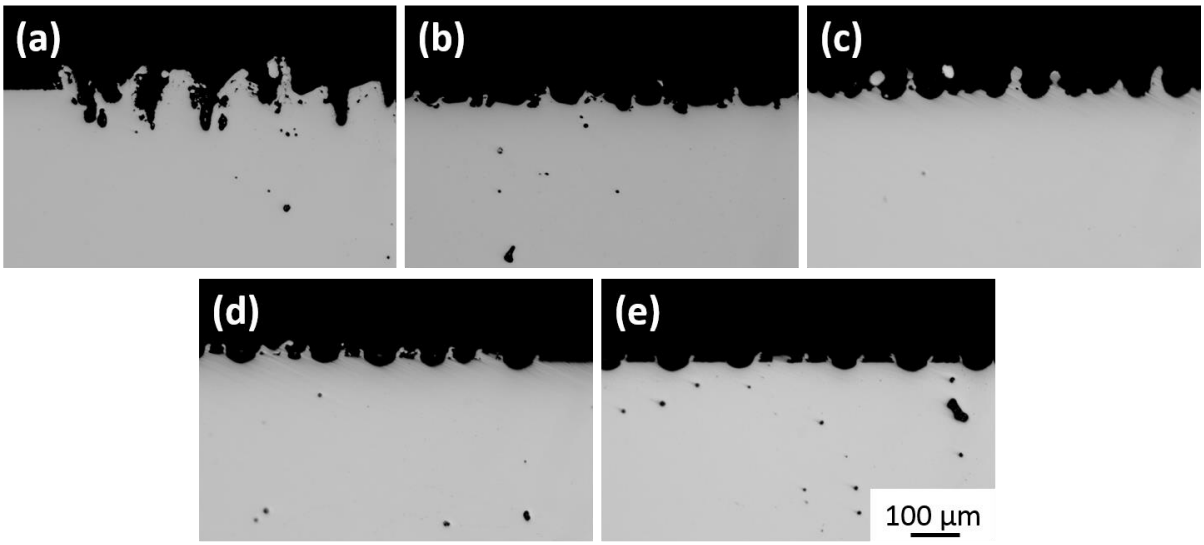


*figure 74 - Vues en coupe de motifs de type "motif 2" dont les espacements varient de : (a) 20 µm, (b) 40 µm, (c) 60 µm, (d) 80 µm, et (e) 100 µm*

Afin de quantifier ces changements de morphologies, les profondeurs des cavités générées ont alors été moyennées à partir d'au moins 6 mesures prises sur les vues en coupe de ces dernières. La figure 75 présente les résultats obtenus pour les différents types de motifs et matériaux considérés. Comme il a pu être relevé par simple observations visuelles, il est possible de remarquer que la profondeur n'est pas impactée lorsque l'espacement entre les impacts est supérieur ou égale à 60 µm et ce quel que soit le motif ou le matériau pris en considération. En effet, entre 60 et 100 µm d'espacement, les profondeurs des motifs restent respectivement égales à environ 54 µm (motif 1) et environ 20 µm (motif 2). Lorsque les impacts laser tendent à se densifier (40 µm d'espacement), la profondeur des motifs en particulier de type « motif 1 » apparaissent plus profonds d'environ 10 µm et ce quel que soit le matériau envisagé. À l'inverse, pour les motifs de type « motif 2 », la profondeur de ces derniers reste égale à 20 µm dans le cas de l'AM1, alors qu'elle devient légèrement plus grande lorsqu'il s'agit du CMSX4 Plus. Enfin dès lors que les impacts sont espacés de seulement 20 µm les profondeurs des motifs varient drastiquement.

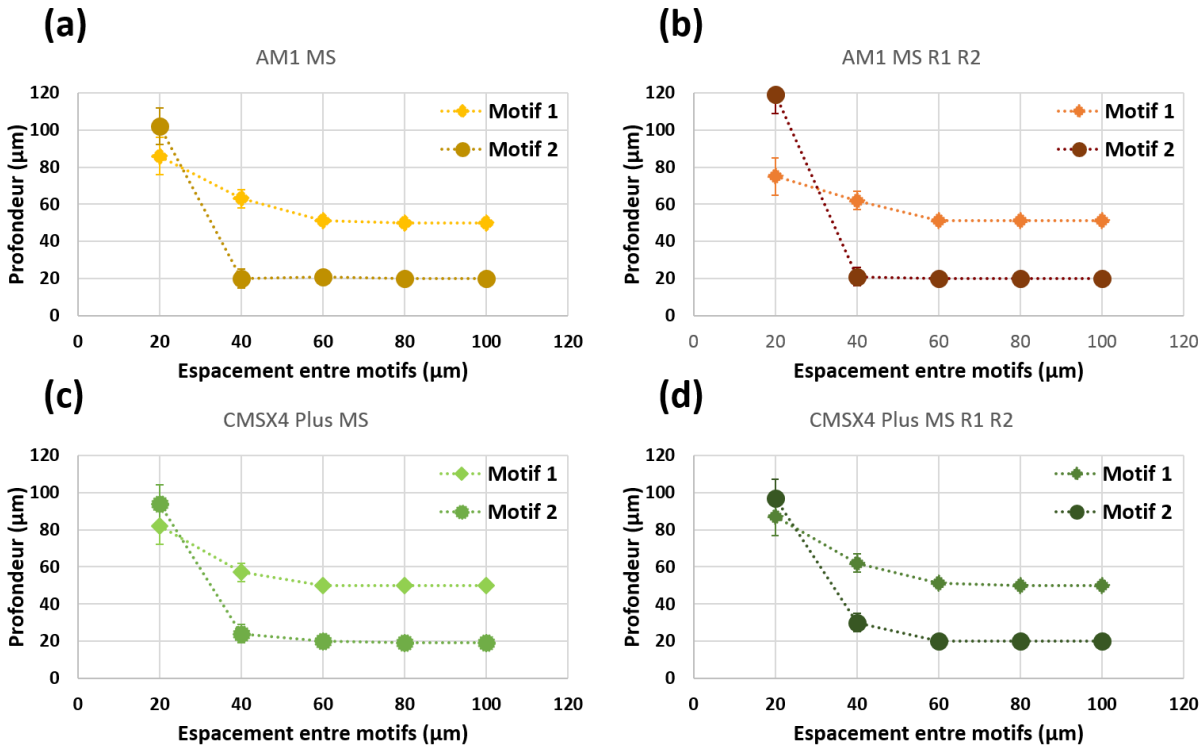


*figure 75 - Influence de l'espacement entre les impacts laser sur la profondeur des motifs texturés sur (a) de l'AM1 MS, (b) de l'AM1 MS R1 R2, (c) du CMSX4 Plus MS et (d) du CMSX 4 Plus MS R1 R2*

Le phénomène d'accumulation thermique semble donc jouer un rôle significatif sur la profondeur des cavités générées. En effet, plus les impacts sont proches spatialement, moins la chaleur, localement, à le temps d'être évacuée, ce qui pourrait modifier les cinétiques de changements de phases au cours du traitement de surface.

Il est en revanche étrange de remarquer que pour les motifs espacés de 40 µm, contrairement à ceux espacés de 20 µm, la profondeur semble plus impactée pour les motifs de type « motif 1 » que pour ceux de type « motif 2 ». En effet, l'intensité laser appliquée pour générer les motifs de type « motif 2 » est bien plus importante que pour ceux de type « motif 1 » (tableau 12). De même, les motifs de type « motif 2 » sont également plus évasés, ce qui entraine des taux de recouvrement plus importants (tableau 13). Il serait alors judicieux d'observer une plus forte influence du facteur densité sur la profondeur des cavités. Ces résultats, quoi que étonnants, peuvent traduire néanmoins le fait que ni l'intensité laser, ni le taux de recouvrement ne semblent des paramètres prépondérants dans les mécanismes d'accumulation thermique. Le paramètre majeur, contrôlant la profondeur des cavités, semble donc être plutôt lié au nombre d'impulsions laser. En effet, les motifs de type « motif 1 » sont générés par l'accumulation de 50 impulsions sur le même point d'impacts, au lieu de 15 impulsions pour les motifs de type « motif 2 ».

Enfin, cette étude a permis de mettre en avant l'influence de l'espacement entre les impacts laser sur la géométrie des motifs de texturation. En effet, la profondeur de ces derniers peut varier drastiquement dès lors que les mécanismes d'ablation laser sont fortement dépendants des phénomènes thermiques. De plus, au regard des figures 73 et 74, il est possible de

remarquer que la morphologie des bourrelets de matière ainsi que le diamètre des cavités évoluent de façon considérable lorsque le nombre de motifs texturés sur la surface augmente. Malheureusement, ces évolutions morphologiques n'ont pas pu être caractérisées dans cette étude mais il est évident ici, que plus la densité de motifs texturés sur la surface est importante, plus la morphologie de cette dernière perd en régularité. Dans l'optique donc de contrôler parfaitement les morphologies de surface, modelées par texturation laser, il a été défini pour la suite de ces travaux d'espacer les motifs de type trous de plus de 60 µm les uns des autres.

## 2.2 Influence de la morphologie de surface sur la croissance du dépôt

Dans ces travaux de thèse, il a donc été défini d'utiliser le procédé de texturation laser afin de ralentir l'écaillage entre les couches d'un système barrière thermique. Or, il est à priori difficile de savoir quelles morphologies de surface seront les plus propices au renforcement de l'ancrage mécanique entre les interfaces considérés. Sachant que les paramètres du procédé de dépôt sont imposés par le processus industriel (Ceramic Coating Center), ne pouvant donc pas varier, il a été choisi dans un premier temps d'étudier l'influence de diverses morphologies de surface sur la microstructure du revêtement colonnaire.

### 2.2.1 Développement de diverses morphologies de surface

Pour évaluer donc l'influence de la morphologie de surface sur la construction des revêtements EB-PVD, différentes morphologies de motifs ont tout d'abord été réalisées sur l'extrême surface d'échantillons d'AM1 MS, et revêtus par la suite de zircone partiellement stabilisée d'yttrium. La croissance colonnaire du revêtement céramique sur de telles géométries de surface a donc pu être étudiée. L'absence, ici, de la sous-couche d'accroche ne pose alors aucun problème au regard de l'objectif fixé.

Comme illustré figure 76, différents motifs ont pu être élaborés sous la forme de cavités ou de quadrillages. Les motifs de type trous sont générés par l'accumulation de plusieurs impulsions laser sur un même point tandis que les quadrillages sont obtenus par la juxtaposition des impulsions laser. Diverses variantes d'un point de vue formes, profondeurs, diamètres, bourrelets de matière ou encore espacements entre les motifs, ont donc pu être obtenues.

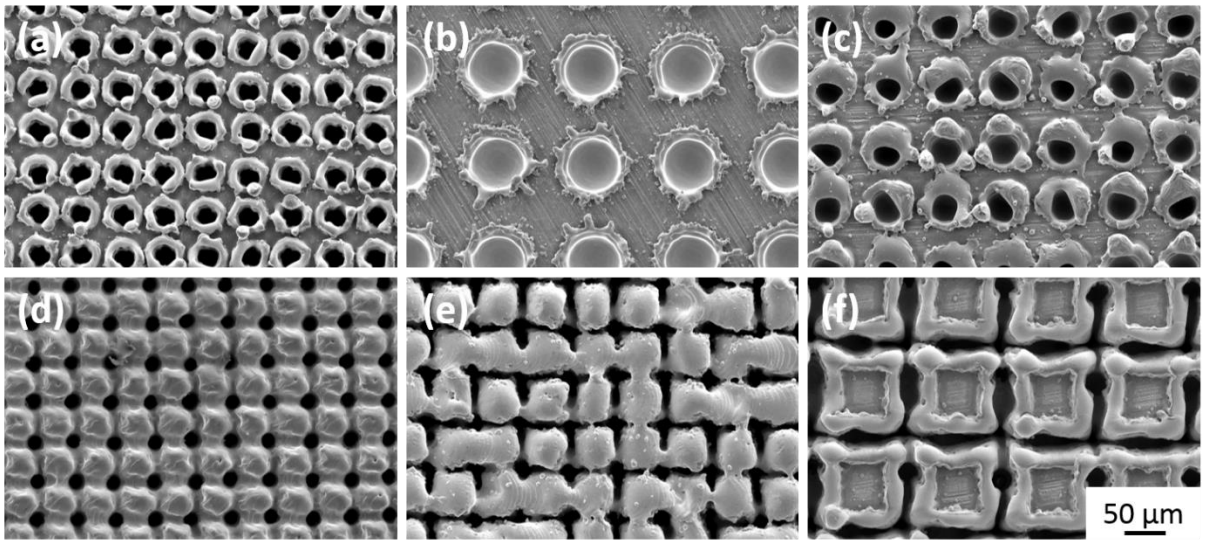


*figure 76 - Motifs de géométries différentes*

Il est nécessaire de comprendre à présent, l'influence que peut avoir de telles morphologies de surface sur la croissance du dépôt colonnaire.

### 2.2.2 Premières observations faites sur la structure des dépôts

A partir des premières observations effectuées sur les échantillons texturés puis revêtus par microscopie électronique à balayage, plusieurs constats peuvent être dressés.

Comme le montre la figure 77, il est tout d'abord possible de remarquer que la topographie de surface du superalliage se reflète au niveau de l'extrême surface de la couche céramique. Quels que soient les motifs, la périodicité en extrême surface du dépôt s'apparente à la celle générée initialement sur la surface du substrat.

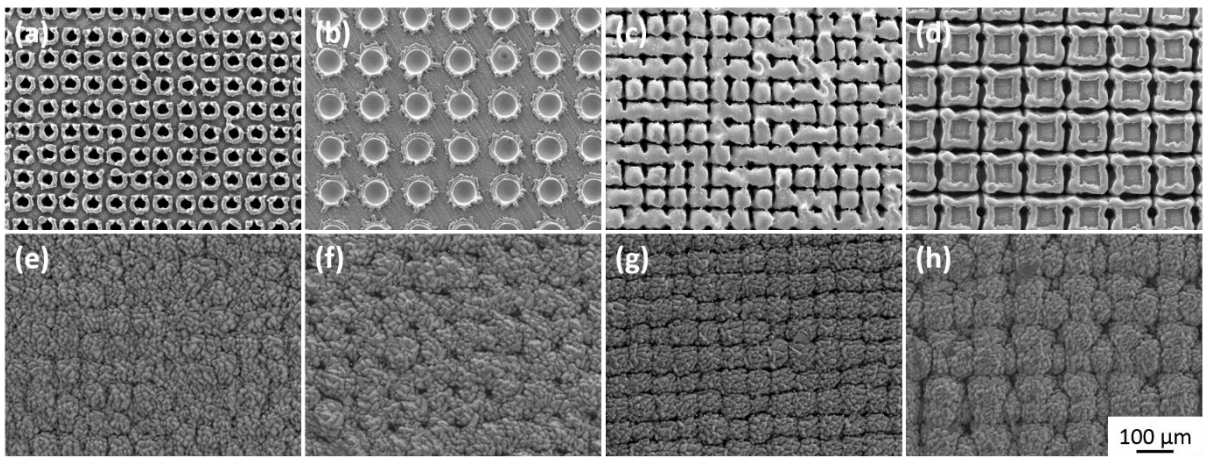


*figure 77 - (a, b, c, d) : vues en surface de différents motifs texturés sur la surface de l'AM1 MS ; (e, f, g, h) : vues en surface de ces mêmes motifs après dépôt de la couche céramique*

De plus, il est clair d'après la figure 78 que les colonnes croissent préférentiellement sur les bourrelets de matière. Les colonnes se développent effectivement sous forme d'îlots dont l'origine part des aspérités de surface. Il est alors possible de comprendre que lors de leur arrivée sur la surface du substrat, les atomes d'YSZ rencontrent en priorité un bourrelet de matière, favorisant la croissance du dépôt autour de ce dernier.

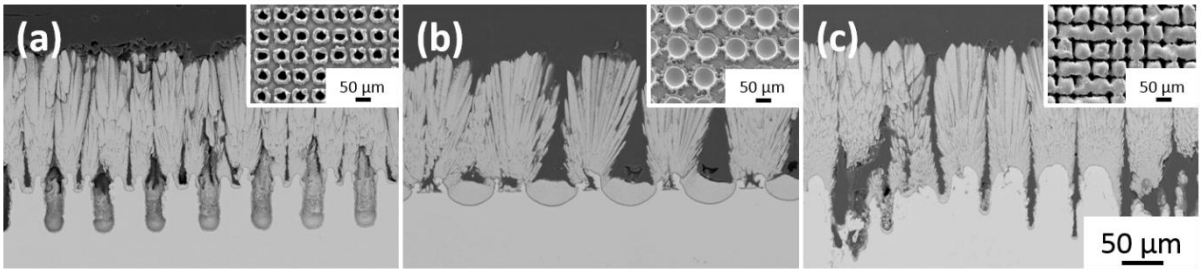


*figure 78 - Croissance des colonnes de BT sur les bourrelets de matière de trois motifs différents*

La répartition spatiale des aspérités de surface joue alors un rôle significatif sur la microstructure du dépôt. Il semblerait effectivement que plus l'espacement entre les bourrelets de matière est important, plus la structure du dépôt est impactée. En effet, en comparant par exemple, la figure 79.a où les bourrelets de matière sont espacés de 40 µm au niveau d'une même cavité à la figure 79.b dont l'espacement des aspérités est égal à 75 µm, la densité du dépôt diverge considérablement. Par la suite, les zones noires dans l'épaisseur du dépôt représentées par les flèches blanches sur la figure 79, seront nommées vides intercolonnaires. Il est donc possible de constater ici que des motifs de diamètres internes larges génèrent des vides intercolonnaires considérables, probablement néfastes pour la tenue thermomécanique de la barrière thermique et son pouvoir d'isolation thermique.

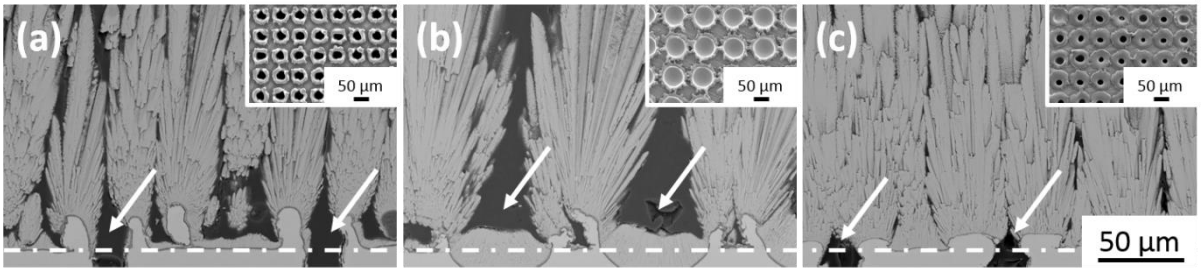


*figure 79 - Vides intercolonnaires, représentés par des flèches blanches, dépendants de l'espacement entre les bourrelets de matière de trois motifs différents*

De même, au regard de la figure 80, il semblerait que le remplissage des motifs par la couche céramique soit fortement dépendant de la géométrie de ces derniers. En effet, dès lors que la profondeur des motifs excède 25 µm, des défauts de remplissage apparaissent. Il est possible de constater par exemple qu'un motif de profondeur approximativement égale à 20 µm (figure 80.a) soit intégralement recouvert de BT alors que des motifs plus prononcés, de profondeur proche de 30 µm (figure 80.b), ne laissent apparaître qu'une fine couche de BT. Les motifs

quadrillages générés lors de cette campagne ayant une profondeur excédentaire à la valeur seuil mentionnée, présentent systématiquement des défauts de remplissage (figure 81).

Mais la profondeur des cavités ne semble être pas l'unique facteur responsable d'une croissance homogène du revêtement. En effet, comme illustré figure 80, la géométrie de la cavité en particulier d'un point de vue angle d'ouverture, semble particulièrement efficace dans le processus de condensation atomique. D'après les résultats obtenus, il semblerait en effet que le ratio R (profondeur sur le diamètre interne du motif) se doit d'être strictement inférieur à 0,6 pour que le motif soit entièrement revêtu, ce qui veut dire que le diamètre interne doit être supérieur à la profondeur du motif.

Enfin, il est possible de remarquer que les formes convexes telles que celles engendrées par les bourrelets de matière favorisent un évasement des colonnes contrairement aux formes concaves qui tendent plutôt à rapprocher les colonnes de BT entre elles. La figure 82 schématise d'ailleurs la croissance des colonnes en fonction de la courbure de la surface sur laquelle elles se développent.

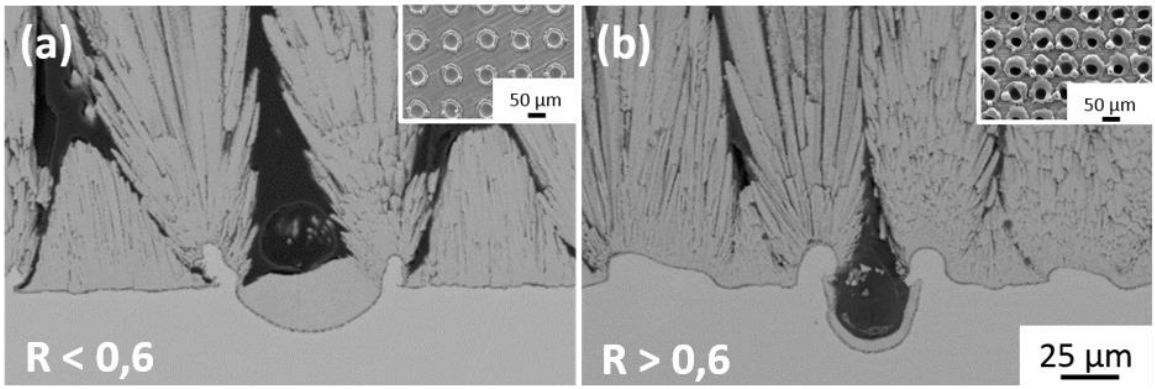


*figure 80 - Influence de la profondeur sur le remplissage des motifs par le dépôt céramique*

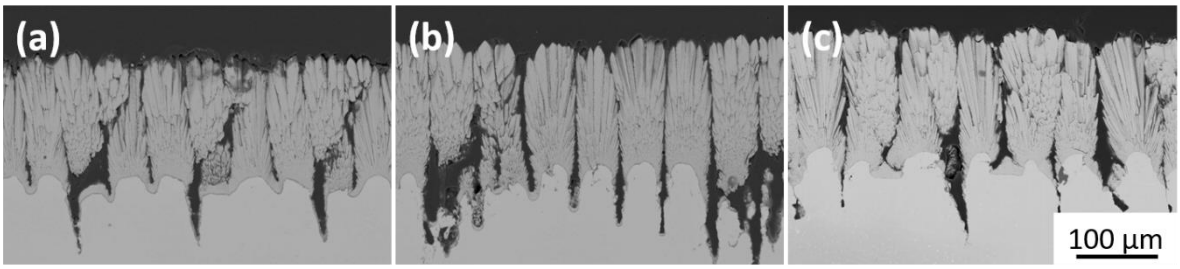


*figure 81 - Défauts de remplissage observés au niveau d'anfractuosités induites par la texturation de motifs de type quadrillage*

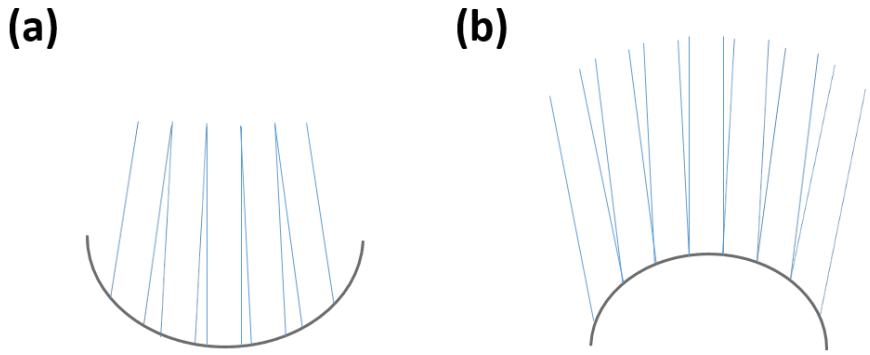


*figure 82 - Développement des colonnes en fonction de formes : (a) concaves et (b) convexes*

D'après ces premiers constats, il semblerait donc que les morphologies de surface aient une influence majeure sur la construction du dépôt. En effet, en fonction essentiellement de la répartition spatiale des motifs de texturation sur la surface ainsi que de leur profondeur et évasement, la microstructure de la couche céramique peut varier de façon considérable. Il est désormais nécessaire de comprendre comment les paramètres géométriques des motifs contrôlent la croissance des dépôts afin de maitriser cette dernière et de former des structures de couches céramiques proches de celles usuellement rencontrées.

### 2.2.3 Influence de la géométrie des motifs sur le développement du dépôt EB-PVD

Afin de corréler de façon plus précise la formation des dépôts avec la géométrie des motifs, de nombreuses caractérisations ont été effectuées sur les échantillons revêtus. Compte tenu des premières analyses morphologiques, seuls les motifs de type trous ont donc été considérés dans cette étude (tableau 14) et observés en surface et en coupe avant et après revêtement (figure 83).

*tableau 14 - Caractéristiques des motifs étudiés lors de la première campagne de texturation laser (les valeurs * correspondent aux cas où les écart-types sont les plus élevés)*

| Motifs | Intensité (GW/cm²) | Nombre d'impulsions | Espacement (µm) | ϕ interne (µm) | ϕ externe (µm) | Profondeur (µm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **T1** | $8.8.10^{-2}$ | 50 | 65 | 30 | 53 | 54 |
| **T2-1** | $1.8.10^{-1}$ | 15 | 100 | 65 | 86 | 20 |
| **T2-2** | $1.8.10^{-1}$ | 15 | 120 | 65 | 86 | 20 |
| **T3-1** | $8.8.10^{-2}$ | 15 | 65 | 43 | 60 | 12 |
| **T3-2** | $8.8.10^{-2}$ | 15 | 100 | 43 | 60 | 12 |
| **T4** | $8.8.10^{-2}$ | 30 | 75 | 32* | 63 | 30 |
| **T5** | $7.1.10^{-2}$ | 40 | 70 | 23* | 63 | 40 |

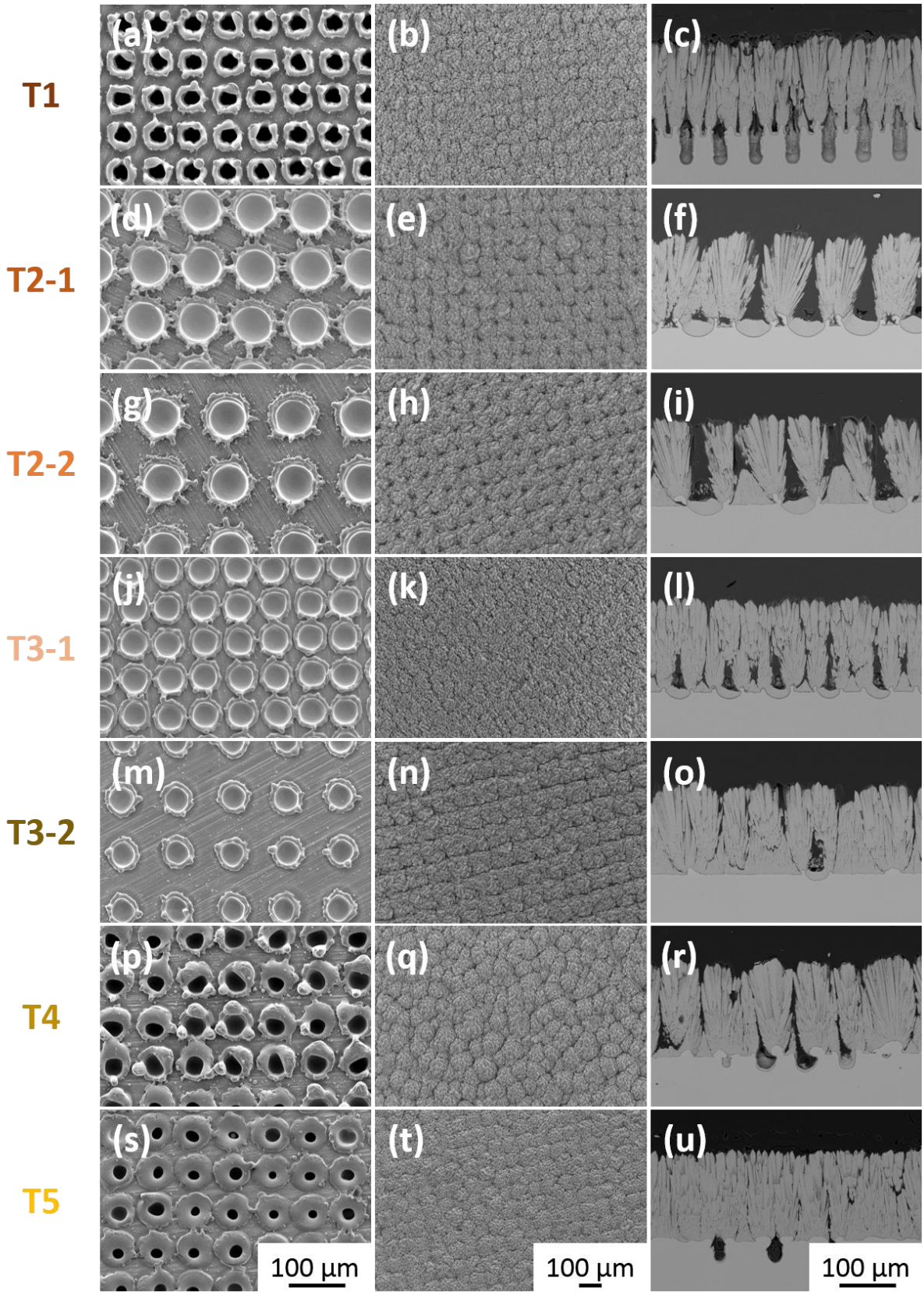


*figure 83 - 1ère campagne de texturation : (a, d, g, j, m, p, s)- motifs en vues de dessus avant dépôt ; (b, e, h, k, n, q, t) - vues du dessus après dépôt des motifs ; (c, f, i, l, o, r, u) - vues en coupe après dépôt de ces motifs*

Comme en témoigne la bibliographique, les surépaisseurs générées sur la surface d'un substrat se conservent tout au long de la formation d'un dépôt PVD. Il est alors tout à fait pertinent de mesurer l'épaisseur des dépôts formés et de corréler les valeurs obtenues avec la morphologie de surface et plus particulièrement avec la hauteur des bourrelets de matière.

Or, comme il est possible de le distinguer sur la figure 84.a, des différences d'épaisseur de dépôt sont observées malgré les conditions d'élaboration identiques. De telles variations semblent être liées aux excroissances de matière de part et d'autre des cavités (figure 84.b). En effet, plus la matière accumulée présente une hauteur importante, plus la couche céramique apparaît épaisse.

En outre, pour certains motifs tels que ceux des morphologies T1 et T4 (figures 83.a et 83.p), la hauteur des bourrelets de matière varie de façon considérable. Le fait que la matière fondue ne s'étale pas de façon homogène est probablement dû aux conditions énergétiques du laser et particulièrement aux nombres d'impulsions laser employés pour générer ces deux motifs (50 et 30 impulsions pour les motifs T1 et T4, respectivement). De tels paramètres induisent nécessairement des écoulements turbulents du bain liquide et des temps de refroidissement spécifiques. Or, au regard des résultats de la figure 84, ces différences de hauteurs entrainent nécessairement une hétérogénéité au niveau de l'épaisseur du dépôt. Ce constat est matérialisé par les écarts types obtenus sur les figures 84.a et 84.b spécifiquement pour les motifs T1 et T4.

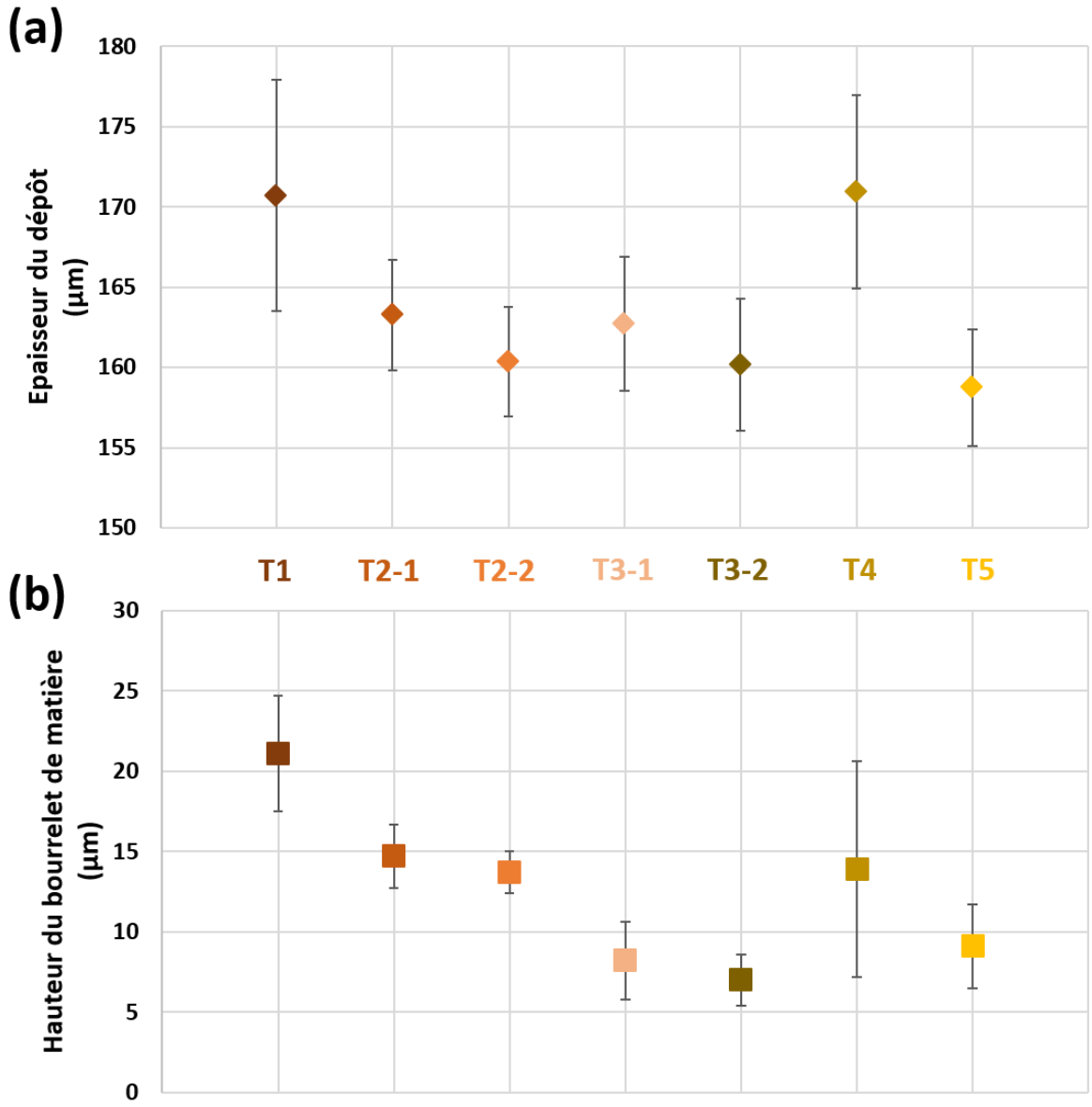


*figure 84 - 1ère campagne de texturation : (a) Largeurs des dépôts pour toutes les morphologies de surface considérées ; (b) hauteurs des bourrelets de matière*

Il semblerait par ailleurs que la rugosité générée à l'interface engendre une rugosité similaire à l'extrême surface de la couche céramique. Afin de comparer les microstructures obtenues entre elles, les densités de colonnes, en vue de dessus, ont donc été mesurées sur les différents motifs étudiés. La figure 85 présente les valeurs obtenues.

Il est possible de constater de légères différences entre les motifs. En effet, les motifs des morphologies T4 et T5 donnent des densités de colonnes plus importantes que les autres. Cependant, il n'a pas été possible lors de cette campagne de corréler les valeurs de densités de colonnes obtenues avec la géométrie des motifs. Il est probable que la périodicité ainsi que la géométrie des bourrelets de matière jouent un rôle non négligeable sur la densité du dépôt finale.

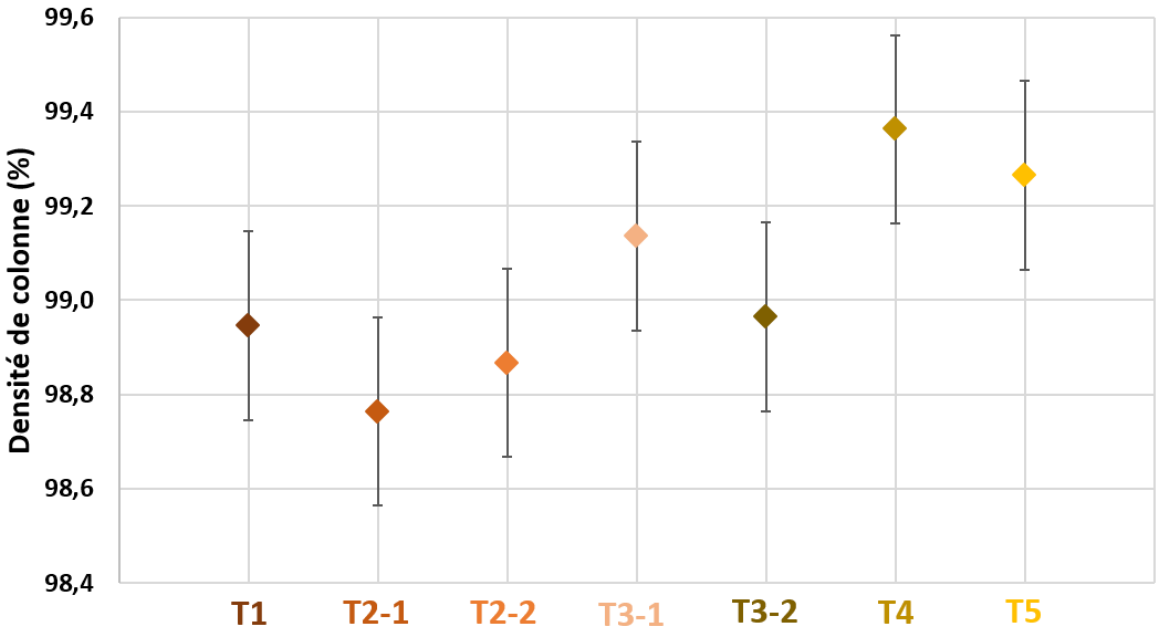


*figure 85 - 1ère campagne de texturation : densités de colonnes obtenues à partie des vues de dessus des différents motifs après dépôt de la couche céramique*

De même, il a été observé sur les vues en coupe que la densité du dépot diverge d'un motif à un autre. Pour quantifier ces différences, le taux de vide intercolonnaire généré au niveau des motifs a donc été mesuré et corrélé avec le diamètre interne du motif considéré. Au regard des résultats présentés sur la figure 86, plus le diamètre interne est petit, c'est-à-dire plus l'espacement des bourrelets de matère au niveau d'un seul trou est petit, moins le taux de vide intercolonaire est important, ce qui conforte les observations prélablement faites.

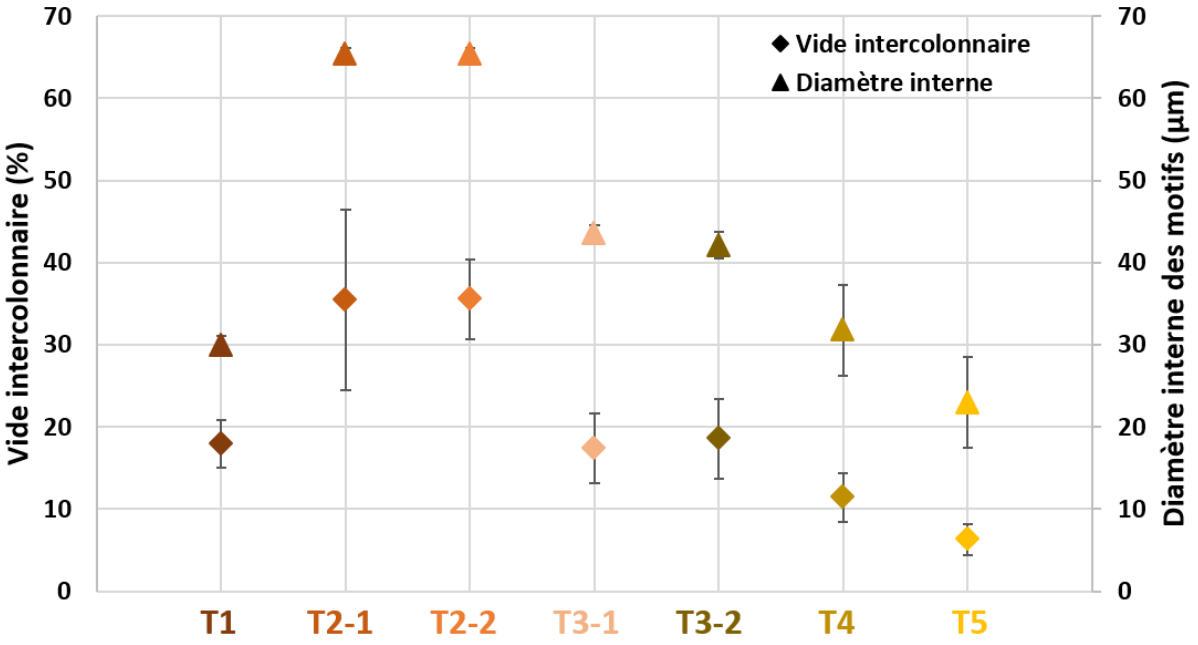


*figure 86 - 1ère campagne de texturation : corrélation entre le vide intercolonnaire et le diamètre interne des motifs considérés*

Il semble pertinent alors de noter que les motifs T2-1 et T2-2, voire T3-1 et T3-2, engendrent un même taux de de vide intercolonnaire dès lors que cette mesure ne prend en compte que le vide généré entre deux bourrelets d'un même motif. Or les motifs mentionnés ont la même géométrie mais leur répartition sur la surface du substrat diverge. La répétition des motifs n'est donc pas prise en compte dans cette mesure. Mais il est alors possible d'imaginer que plus la densité de motifs texturés sur la surface du superalliage est importante, plus la structure globale de la couche peut être impactée. Il est cependant compliqué à l'aide des vues en coupe de définir le taux de vide intercolonnaire généralisé à tout le volume de la couche céramique. En effet, comme les vues en coupe dépendent fortement de l'axe de découpe des échantillons et donc du nombre de motifs interceptés, il n'est pas possible de mesurer de façon pertinente un taux de vide sur tout le volume du dépôt.

Par ailleurs, la répétition des motifs engendre des mécanismes de croissance différents entre ces dits motifs. En effet, comme le montre les flèches blanches de la figure 87, lorsque les motifs sont trop proches, il est possible d'observer des zones de vide intercolonnaire, alors que lorsque les motifs sont suffisamment éloignés, la croissance du dépôt sur la surface est enclenchée.

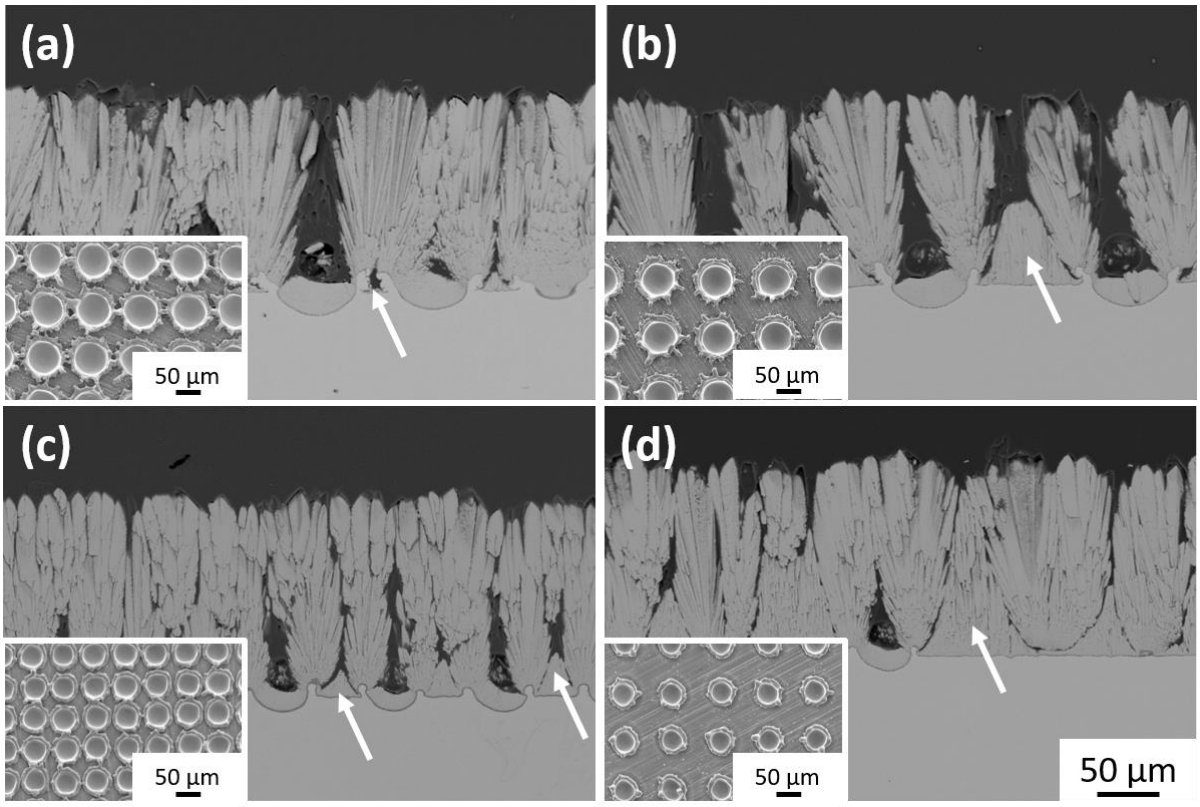


*figure 87 - Croissance des colonnes en fonction de l'espacement entre les motifs – morphologies de surface : (a) T2-1, (b) T2-2, (c) T3-1 et (d) T3-2*

La figure 88 schématise ces différents mécanismes de croissance entre les motifs. Cette campagne de texturation a pu mettre en avant le fait que lorsque les bourrelets de matière entre deux motifs sont espacés de moins de 20 µm, les colonnes ne peuvent pas croître sur la

surface du superalliage. À l'inverse, lorsque l'espacement entre les bourrelets de matière de deux motifs est compris entre 20 et 100 µm, les colonnes se développent sur la surface libre, surface non texturée (« lisse ») du superalliage. Ce développement peut etre néanmoins gêné par les colonnes voisines, la croissance des îlots de BT se developpant préférentiellement sur les bourrelets de matière. Au dela de 100 µm d'espacement, les colonnes peuvent se developper sur la surface libre du matériau jusqu'à la fin du dépôt.

L'espacement entre les aspérités de surface, qu'il soit lié à la répartition spatiale des motifs de texturation ou à l'évasement de ces derniers, joue donc un rôle prédominant sur la porosité globale de la couche céramique. Il aurait été pertinent d'évaluer cette derniere mais il aurait fallu mesurer, pour ce faire, la densité de colonnes en cours du dépôt. Cependant, il n'a pas été possible d'éffectuer de telles expérimentations en raison des difficultés d'accès aux machines industrielles (Céramic Coating Center). De plus, la porosité intercolonnaire est étroitement liée au phénomène d'ombrage. En effet, comme en cours de dépôt, les atomes de zircone yttriée se condensent majoritarement sur les surfaces proéminentes, certaines zones ne sont alors pas accessibles par ces derniers, générant alors des vides intercolonnaires non négligeables.

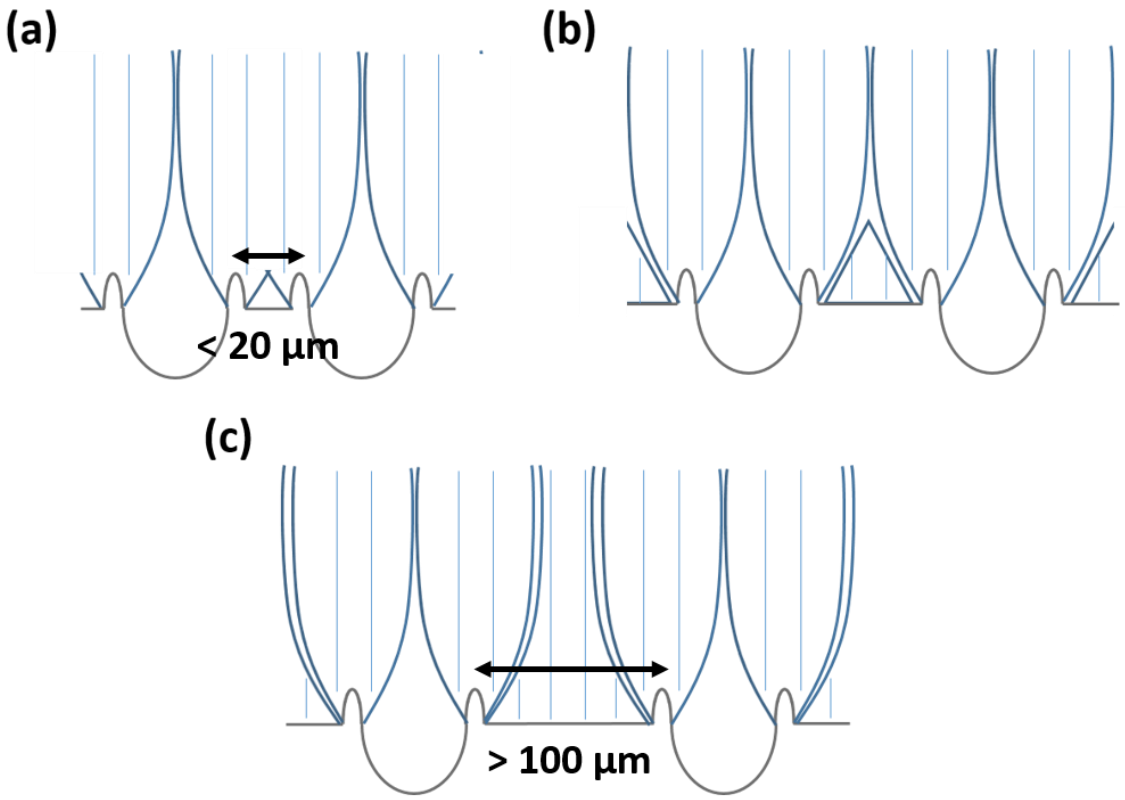


*figure 88 - Schématisation de l'influence de l'espacement entre les motifs sur la croissance des colonnes ; (a) espacement < 20 µm, (b) espacement compris entre 20 et 100 µm et (c) espacement supérieur à 100 µm*

Enfin, lors de cette campagne il a été possible de caractériser l'évasement des îlots de barrière thermique qui s'initient sur les bourrelets de matière. Pour se faire, la largeur des bourrelets de matière, la largeur des îlots de BT à leur base ainsi que la largeur de ces mêmes îlots à 100

µm de la surface du substrat ont été mesurées et sont données sur la figure 89.a. Il s'avère que plus les points correspondant à une même morphologie de surface sont proches, moins les îlots de matière ont tendance à s'évaser.

D'après les résultats présentés sur la figure 89.a il est également possible de constater une certaine corrélation entre tous ces éléments directement tributaires de la géométrie initiale du substrat. En effet, plus les bourrelets de matière sont larges, plus les îlots de barrière thermique le sont également. Ces résultats mettent en avant le fait la couche céramique tend à recouvrir l'intégralité de l'extrême surface du bourrelet de matière. Par conséquent, plus la surface du bourrelet de matière accessible aux atomes d'YSZ est importante, plus la base des îlots de BT est large.

Les écarts entre la largeur des îlots de barrière thermique à 100 µm de la surface du superalliage et celle du bourrelet de matière sont donnés sur la figure 89.b. Ces valeurs sont représentatives de l'évasement de l'îlot de BT et témoignent de leur développement. Ces résultats sont comparés avec les diamètres internes des motifs qui contrôlent la répartition des bourrelets de matière sur la surface du substrat. Effectivement, plus le diamètre interne des motifs est petit, c'est-à-dire, plus les aspérités de surface sont proches, moins les ilots de BT auront tendance à s'évaser car ils auront moins d'espace disponible pour le faire.

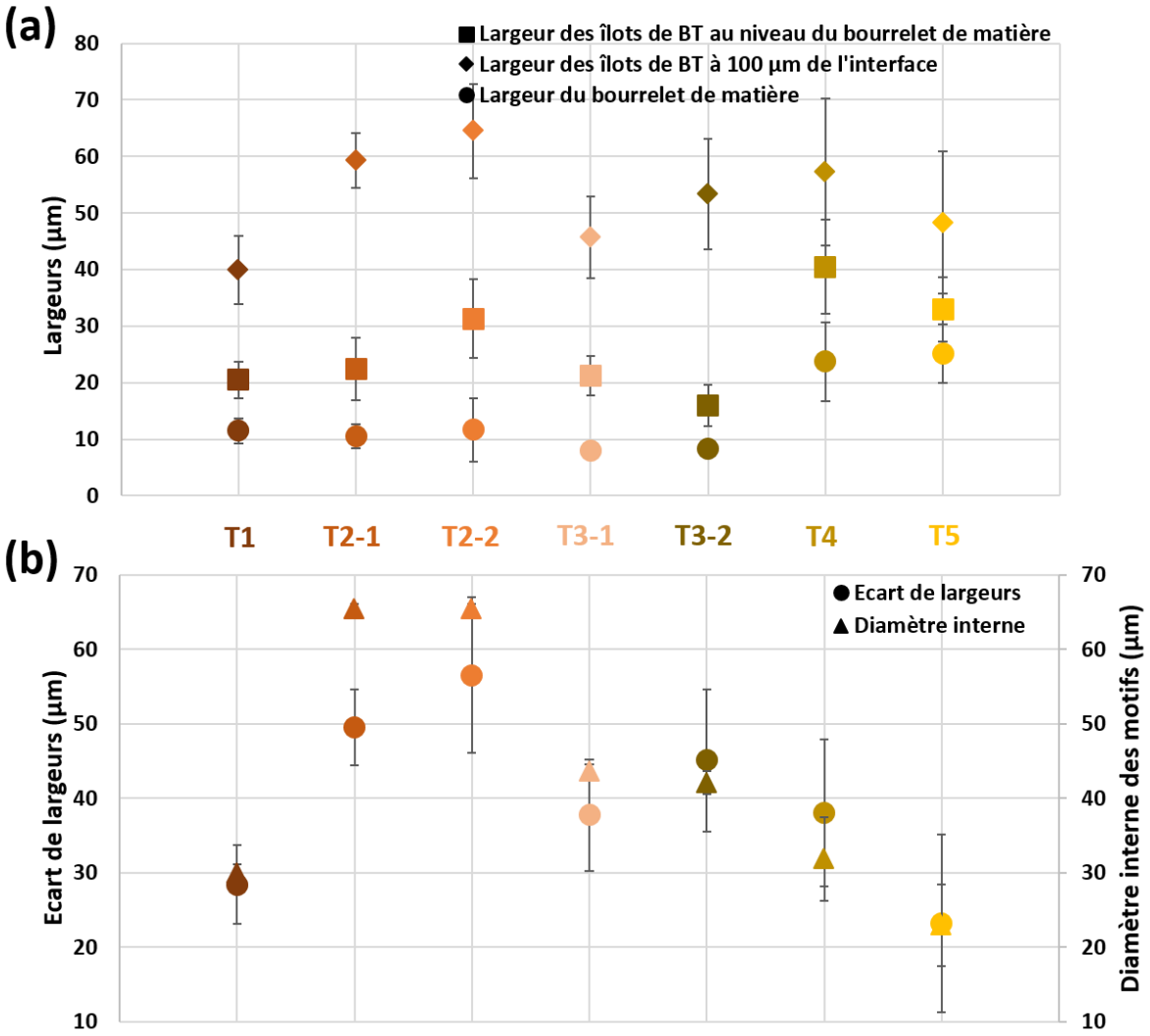


*figure 89 - 1ère campagne de texturation : (a) Largeurs des îlots de BT ; (b) Corrélation entre l'évasement des motifs et le diamètre interne de ces derniers*

Ces résultats mettent donc l'accent sur le fait que plus les îlots de BT vont avoir de l'espace, plus ces derniers vont tendre à s'évaser. La figure 90 schématise d'ailleurs les différents mécanismes de croissance des îlots sur différentes morphologies de bourrelets de matière alors rencontrés. Dans un premiers temps, la largeur des bourrelets de matière conditionne la morphologie à la base des îlots de barrière thermique. Ensuite, la morphologie des îlots va dépendre de l'espace disponible pour que ces derniers puissent se développer. Les îlots de colonnes vont tendre donc à s'évaser dans toutes les directions jusqu'à la rencontre d'un obstacle, c'est-à-dire jusqu'à la rencontre d'autres îlots de BT, les colonnes de barrière thermique vont alors croître perpendiculairement à la surface du substrat.

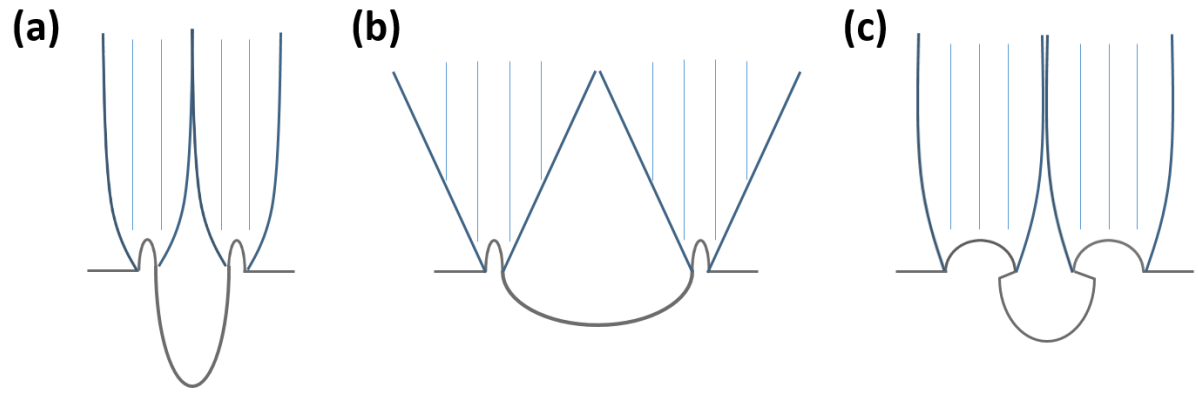


*figure 90 - Schématisation du développement des ilots de BT en fonction de la géométrie des bourrelets de matière - (a) bourrelets peu évasés et peu écartés ; (b) bourrelets peu évasés et écartés ; (c) bourrelets évasés et peu écartés*

Cette première campagne de texturation a permis de mettre en avant le fait que la morphologie de surface du substrat a une influence colossale sur la structure de la couche céramique. Les constats les plus marquants peuvent être résumés par les points suivants :

- une cavité dont la profondeur excède les 25 µm ne sera pas intégralement remplie de barrière thermique
- les colonnes de zircone croissent sous forme d'ilots et ce préférentiellement sur les bourrelets de matière
- ces îlots vont se développer en occupant un maximum d'espace
- la géométrie des bourrelets de matière va jouer une influence majeure sur la largeur à la base de ces dits îlots
- de par de forts phénomènes d'ombrage et en fonction de l'espacement entre les aspérités de surface, les colonnes ne peuvent pas forcément se développer entraînant la présence importante de vides intercolonnaires au sein même du dépôt.

Fort de tous ces éléments et compte tenu des capacités de l'outil laser (paramètres adaptables pour contrôler la morphologie des cavités de surface), il est alors possible d'ajuster la stratégie de texturation laser pour obtenir des structures de dépôt moins chaotiques.

## 2.3 Morphologies de surface développées

Afin d'optimiser la structure colonnaire des barrières thermiques en référence aux revêtements conventionnels (après sablage, figure 91), une optimisation de la morphologie des surfaces s'avère donc nécessaire en tous points. Outre les propriétés de surface du substrat, le contrôle de la géométrie de la sous-couche de diffusion s'impose alors. Pour ce faire, une optimisation des paramètres laser se doit aussi d'être réalisée sur la base des précédents résultats.

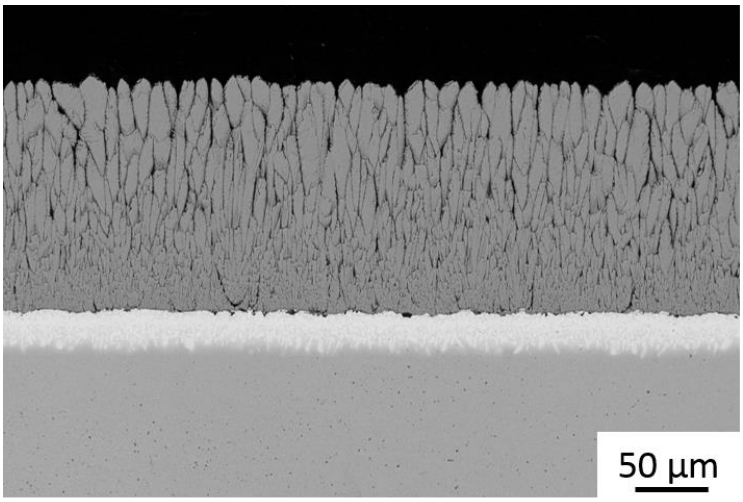


*figure 91 - Système barrière thermique de référence (CMSX4 Plus / SC γ/γ' sablée / BT EB-PV)*

### 2.3.1 Présentation des motifs développées

Différentes morphologies de surface ont donc été générées par texturation laser pour essayer d'obtenir des structures de colonnes proches de celle de référence (figure 91). Il a néanmoins été nécessaire de faire varier les caractéristiques géométriques des motifs ne sachant pas, au préalable, quel serait le paramètre géométrique le plus pertinent pour le renforcement des mécanismes d'adhésion. Le tableau 15 ainsi que la figure 92 présentent donc les différentes morphologies de surface modelées lors de cette deuxième campagne de texturation. Toutes les morphologies de surface ont été générées ici par des motifs de type trou exceptés pour les morphologies M5 et M6 dont les motifs sont de type quadrillage.

Il a été choisi de jouer prioritairement sur la profondeur des motifs afin de remplir ces derniers de barrière thermique et de ne pas drastiquement changer l'isolation thermique du système BT. Il a donc été décidé de générer des motifs ayant une profondeur proche de 10 µm afin donc d'assurer le dépôt de BT dans ces motifs et de ne pas considérablement affecter la structure de la sous-couche d'accroche, d'une trentaine de micromètres d'épaisseur.

Cependant, la morphologie de surface M7 est composée de motifs ayant une profondeur d'environ 40 µm, excédant l'épaisseur de la sous-couche γ/γ'. Les paramètres procédé choisis pour ces motifs (M7) sont les mêmes que ceux des motifs de la morphologie T5, de la première campagne, car ce sont ceux qui permettaient d'obtenir une structure de la couche céramique proche de celle dite de référence. En outre, les géométries obtenues par l'emploi de tels paramètres laser sur la sous-couche d'accroche sont les mêmes que celles obtenues après texturation de la surface du superalliage sans revêtement. Il semblerait donc que les mécanismes d'ablation pour texturer un superalliage nu soient analogues à ceux pour texturer une sous-couche d'accroche diffusée γ/γ'. Cependant, aucune étude n'a été menée lors de ces travaux de thèse pour vérifier ce constat avec d'autres motifs de texturation.

*tableau 15 - Caractéristiques des motifs étudiés lors de la deuxième campagne de texturation laser*

| Motifs | Intensité (GW/cm²) | Nombre d'impulsions | Espacement (µm) | ϕ interne (µm) | ϕ externe (µm) | Profondeur (µm) |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **M1** | $1.8.10^{-1}$ | 10 | 150 | 72 | 53 | 54 |
| **M2** | $1.8.10^{-1}$ | 5 | 150 | 70 | 86 | 20 |
| **M3** | $8.8.10^{-2}$ | 10 | 100 | 40 | 86 | 20 |
| **M4** | $8.8.10^{-2}$ | 10 | 60 | 40 | 60 | 12 |
| **M7** | $7.1.10^{-2}$ | 40 | 70 | 23* | 60 | 40 |

| Motifs | Intensité (GW/cm²) | Nombre de passage laser | Orientation des lignes | Périodicité (µm) | Amplitude max (µm) |
|---|---|---|---|---|---|
| **M5** | $5.9.10^{-2}$ | 5 | 0°/90° | 60 | 10 |
| **M6** | $5.9.10^{-2}$ | 5 | 60°/-60° | 40 | 6 |

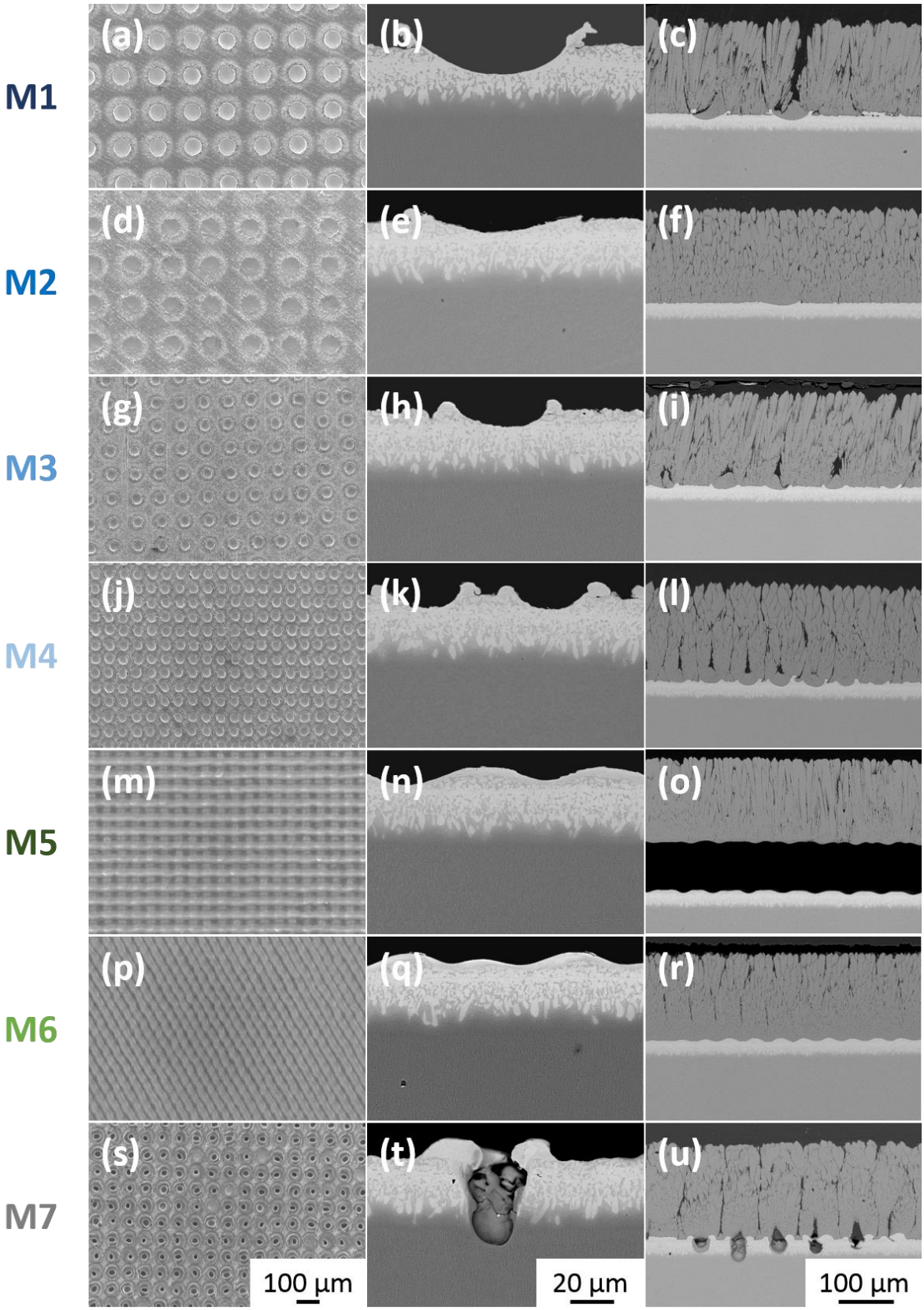


*figure 92 - 2ème campagne de texturation : (a, d, g, j, m, p, s) - motifs en vues de dessus avant dépôt ; (b, e, h, k, n, q, t) - vues du dessus après dépôt des motifs ; (c, f, i, l, o, r, u) - vues en coupe après dépôt de ces motifs*

### 2.3.2 Influence du sablage sur la morphologie de surface

Parce que les sous-couches sont traditionnellement sablées avant élaboration du revêtement final, il a été choisi, dans un second temps, d'évaluer l'impact que pouvait avoir une texturation laser suivi d'un post sablage sur la construction du dépôt et les mécanismes d'adhésion. L'idée ici fut donc de renforcer l'ancrage mécanique plus spécifiquement sur la surface localisée entre les motifs de texturation. Des pions texturés des motifs M1, M6 et M7 ont donc été traités par sablage avant élaboration de la BT. Ces morphologies de surface seront par la suite nommées M1S, M6S et M7S.

La figure 93 présente ces trois morphologies de surface avant et après sablage. À la vue des micrographies, il apparait que le sablage modifie sévèrement l'extrême surface de la sous-couche d'accroche (il est à rappeler néanmoins ici que les paramètres de sablage n'ont pu être modifié étant figés par le protocole d'élaboration industriel). La rugosité entre les motifs semble en effet qualitativement accrue après le procédé de sablage et une variation significative des morphologies de surface peut être notée. Les bourrelets de matière des motifs des morphologies M1 et M7 (figures 93.b et93.k) ont effectivement été totalement supprimés par ce traitement de surface (figures 93.d et 93.l). De même, les ondulations des motifs M6 ont quant à elles quasiment totalement disparu. Le sablage a d'ailleurs dans certains cas, déplacé le surplus de matière des bourrelets de matière rebouchant alors les cavités à proximité (figures 93.j et 93.l).

Enfin, il semblerait que l'épaisseur de la sous-couche mesure approximativement 28 µm après écrouissage de celle-ci par sablage alors qu'elle mesurait une trentaine de micromètres avant ce traitement de surface.

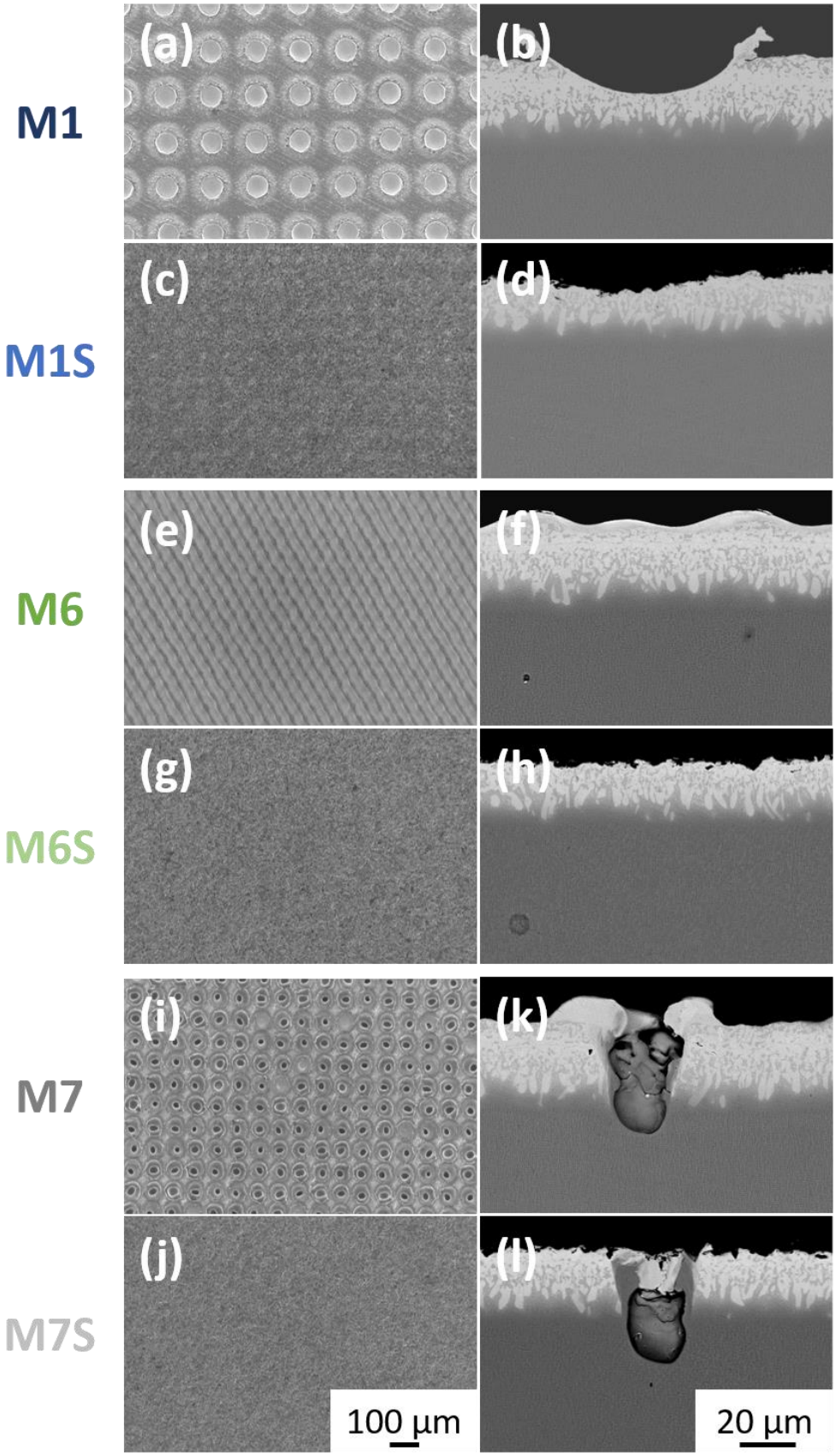


*figure 93 - Différents motifs avant et après sablage en vue de dessus et en coupe*

Les paramètres de sablage (pression de sablage, taille et nature des particules de sablage, temps de traitement, etc…) étant établis par le Ceramic Coating Center, ils n'ont pas pu être modifiés au cours de ces travaux. Il serait peut-être intéressant alors de mener une étude pour optimiser les paramètres de sablage afin de pouvoir traiter la surface sans drastiquement détruire les motifs de texturation.

### 2.3.3 Comparaison des structures de barrière thermique obtenues

Après optimisation des morphologies de surface, il a semblé pertinent d'analyser les structures des dépôts alors engendrés et de les comparer avec le système barrière thermique dit de référence (figure 92).

La figure 94 met en relation les épaisseurs des couches céramiques mesurées avec les hauteurs des bourrelets de matière. Lorsque les morphologies de surface générées ne présentent pas d'aspérités spécifiques, ce qui s'avère être le cas pour les morphologies de surface sablées M1S, M6S, M7S et Ref ainsi que celles de type quadrillage M5 et M6, aucune hauteur de bourrelet a donc été mesurée.

Les corrélations mettant en avant l'influence de la hauteur des bourrelets sur l'épaisseur du dépôt, faites lors de la première campagne, ne sont plus si évidentes. Il est quand même possible de noter que plus les surfaces sont « lisses », c'est-à-dire dépourvues de bourrelets de matière, moins les dépôts sont épais et plus ils sont proches de la valeur de référence.

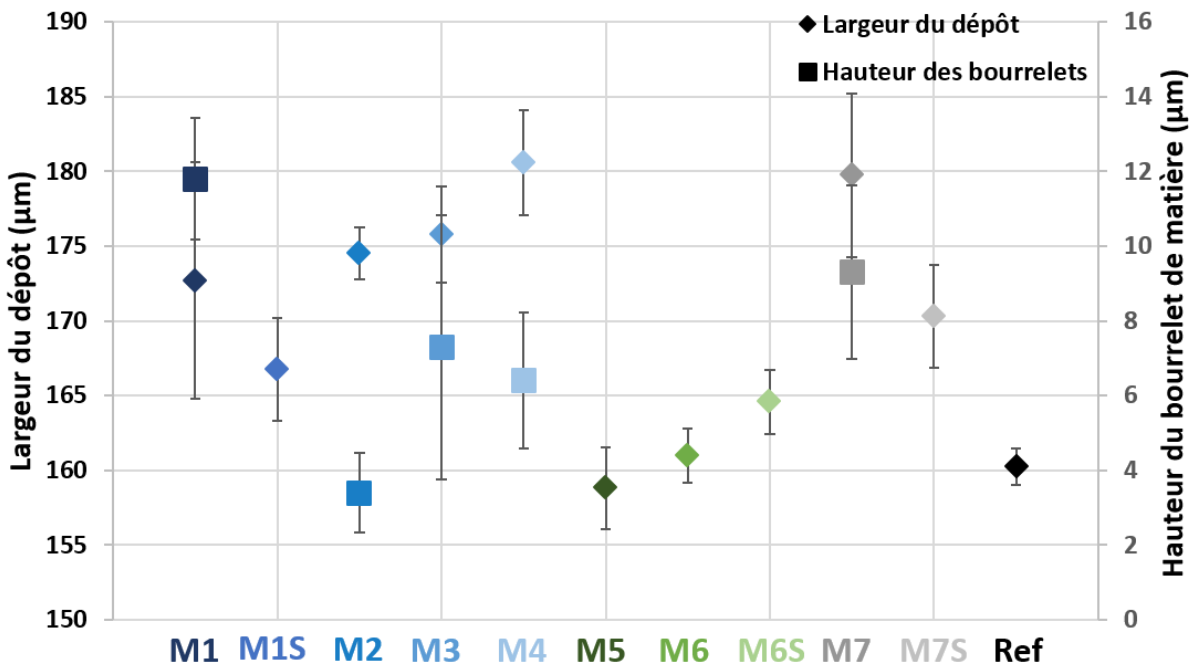


*figure 94 - 2ème campagne de texturation : corrélation entre la largeur du dépôt et la hauteur des bourrelets de matière des motifs considérés*

D'un point de vue compacité de dépôt, la figure 95 rassemble les densités de colonnes mesurées sur l'extrême surface des dépôts. Mis à part les morphologies M1 et M7, les valeurs obtenues sont relativement proches de celles de référence (98,6 +/- 0,2). Il est possible de noter que les morphologies de surface sablées donnent systématiquement des densités de colonnes plus importantes que celles non sablées. Cette tendance est moins flagrante entre les morphologies M6 et M6S, ce qui est peut être représentatif du fait que le changement de rugosité entre ces deux motifs semble moins accru. Encore une fois, aucune corrélation pertinente n'a pu être faite entre les géométries des différents motifs et les densités de colonnes mesurées.

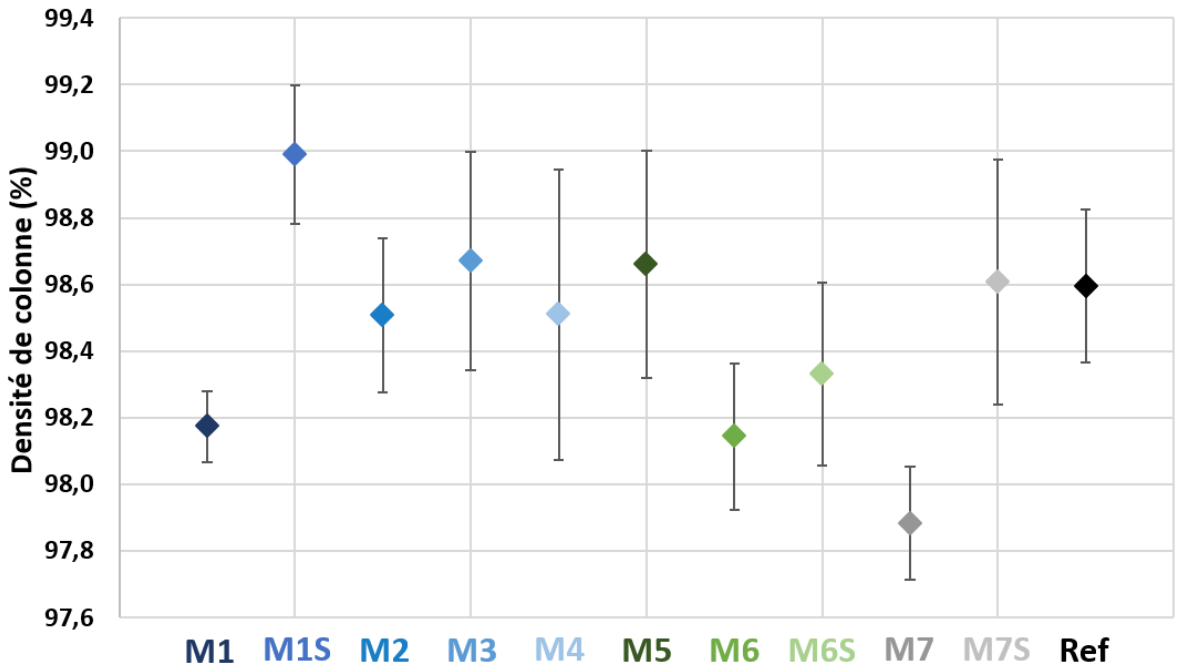


*figure 95 - 2ème campagne de texturation : densités de colonnes obtenues à partie des vues de dessus des différents motifs après dépôt de la couche céramique*

Enfin, le taux de vide intercolonnaire au niveau des motifs de type trou a été mesuré (figure 96). Mis à part pour les motifs de la morphologie M1, il s'avère que l'optimisation des morphologies de surface a permis de réduire la taux de vide intercolonnaire au niveau des motifs de texturation (aux alentours des 10%). Cependant, en comparant les résultats obtenus avec ceux de la première campagne qui mettaient en avant l'influence du diamètre interne des motifs, c'est-à- dire de leur évasement, sur le taux de vide intercolonnaire, il est cette fois ci impossible de vérifier ces constats.

De plus, il s'avère que les morphologies de surface M3 et M4 sont composées de motifs ayant la même géométrie, seule la densité surfacique des cavités diverge. Il serait naturel de s'attendre, comme constaté lors de la première campagne, à ce que les taux de vide intercolonnaire soient similaires. Il semblerait alors, comme le schématise la figure 97, que plus

les motifs sont proches, plus les îlots de BT sont forcés à se développer au-dessus même des cavités, là où ils ont le plus de place, minimisant ainsi le taux de vide intercolonnaire.

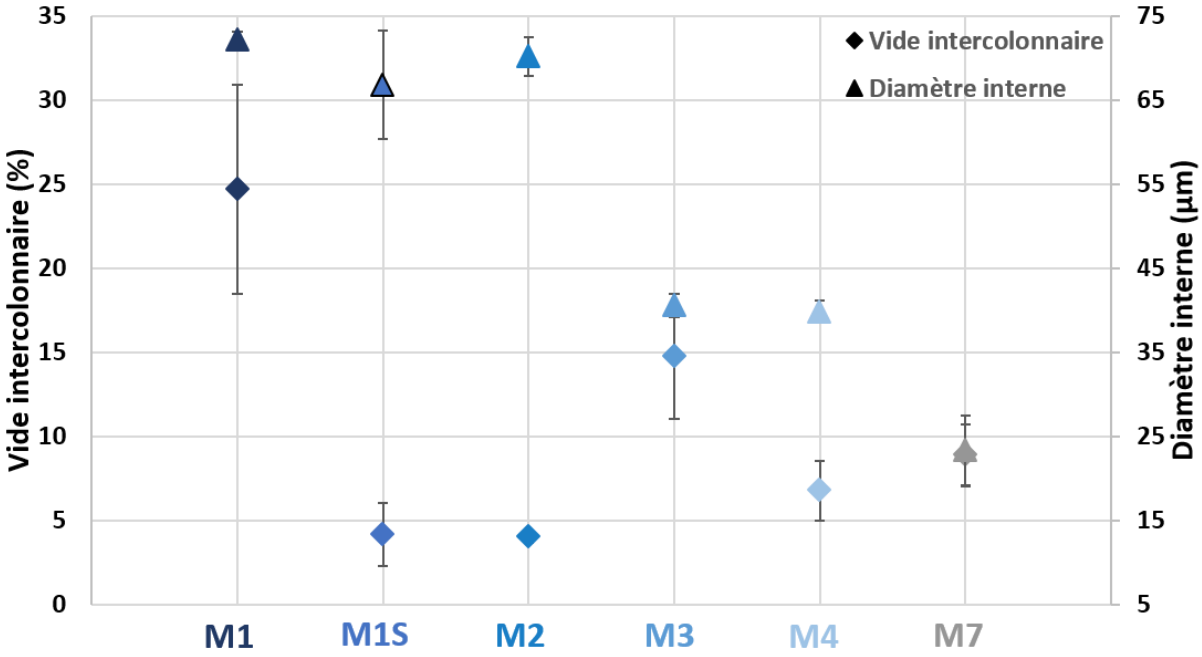


*figure 96 - 2ème campagne : relation entre le vide intercolonnaire et le diamètre interne des motifs considérés*

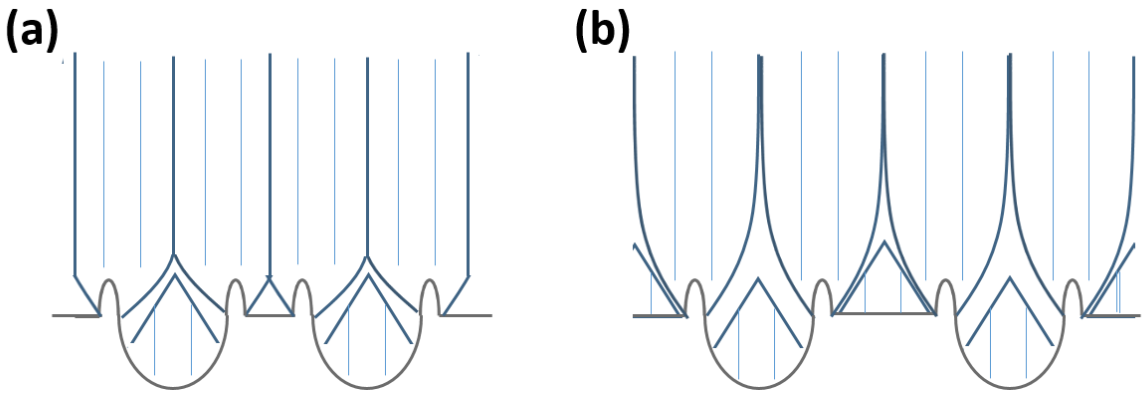


*figure 97 - Schématisation de l'influence de l'espacement entre les motifs sur le taux de vide intercolonnaire*

Les résultats de cette campagne ont montré que l'optimisation des morphologies de surface a permis d'obtenir des structures de dépôts relativement proches de celle de référence. Cependant, de par les mécanismes de croissance des colonnes complexes, il n'est pas évident de mettre en relation les résultats obtenus avec les divergences engendrées au niveau des morphologies de surface. Il devient désormais essentiel de vérifier à quel point ces morphologies ont un impact sur la tenue à l'écaillage des systèmes barrières thermiques en cyclage thermique et thermomécanique.

# 3 Synthèse

Il a été montré dans l'étude bibliographique de ce chapitre que la texturation laser est un procédé utilisé pour renforcer les mécanismes d'adhésion spécifiquement pour des systèmes barrières thermiques dont la couche céramique fut projetée. Il est effectivement possible d'adapter les paramètres de projection, comme par exemple la granulométrie des poudres, pour que les lamelles du dépôt épousent au mieux les géométries générées sur la surface irradiée.

Lors de ces travaux, les colonnes de zircone yttriée ont été déposées par le procédé EB-PVD, avec des paramètres immuables, établis par le Ceramic Coating Center. Il a donc fallu analyser comment se développent les colonnes de BT sur des morphologies de surface spécifiques afin d'adapter les motifs de texturation au procédé de dépôt.

Suivant les paramètres laser, différentes morphologies de motifs, en termes de profondeur, d'évasement et de reliefs en surface (bourrelets de matière) ont été envisagées. Il est connu aujourd'hui que les conditions énergétiques avec lesquelles les traitements de surface sont réalisés (fluence, nombre d'impulsions) sont des paramètres clés dans la formation des motifs. Néanmoins, la densité ou l'espacement entre les cavités semblent jouer aussi un rôle prépondérant sur la topographie de surface. En effet, dès lors que les impacts laser sont suffisamment proches spatialement, le phénomène d'accumulation thermique étant amplifié, mène à la formation de cavités plus profondes et donne lieu à un relief plus chaotique.

Une première campagne d'évaluation a par la suite été menée sur un substrat non revêtu, pour révéler l'impact significatif de la morphologie de surface sur la structure des dépôts. Dans un premier temps, il a pu être constaté que les motifs, dont la profondeur excède 25 µm, ne peuvent être recouverts de barrière thermique. De plus, il est apparu que les îlots de colonnes de BT tendent principalement à se développer sur les reliefs de la surface (au niveau des bourrelets de matière) pour se développer ensuite en occupant un maximum d'espace. En effet, les îlots de barrière thermique s'expandent en premier lieu dans toutes les directions de l'espace jusqu'à la rencontre d'un îlot voisin forçant ces derniers à croître verticalement. La morphologie du relief surfacique conditionnée par l'espacement entre les bourrelets de matière semble donc être d'une importance cruciale pour les mécanismes de croissance de la couche céramique élaborée par EB-PVD. En effet, outre l'initiation et le développement des colonnes, le taux de vides intercolonnaires, lié au phénomène d'ombrage, est fortement dépendant de la répartition spatiale des aspérités de surface. En effet, lors du dépôt EB-PVD, certaines zones sont difficiles d'accès par les atomes d'YSZ (cas par exemple d'anfractuosités trop profondes) car ils sont interceptés en amont par des bourrelets de matière ou des îlots de BT en cours de développement.

À partir de tels constats, les morphologies de surface ont donc ensuite pu être optimisées afin d'obtenir des structures de dépôt proches de celle de référence. L'influence du sablage après texturation des surfaces a aussi été étudiée afin de renforcer l'ancrage mécanique par une augmentation de la rugosité globale de la surface, en particulier entre deux motifs de texturation. Malheureusement, les paramètres de sablage utilisés (processus industriel du

Ceramic Coating Center) se sont avérés trop sévères et annihilent les bénéfices apportés par la texturation laser. Il serait intéressant donc aujourd'hui d'optimiser ces paramètres de sablage et d'analyser l'apport de cette solution technologique sur les mécanismes d'adhésion.

Néanmoins, une question essentielle subsiste encore : est-ce que les morphologies de surface développées ici favorisent l'ancrage mécanique et renforcent les mécanismes d'adhésion entre les couches du système barrière thermique ? Pour répondre à une telle interrogation, il est nécessaire d'évaluer la durabilité des systèmes barrières thermiques texturés sous diverses sollicitations à hautes températures.

# Chapitre 4

# Durabilité à haute températures des systèmes barrières thermiques texturés

# 1 Etude bibliographique

## 1.1 Mécanismes d'endommagement des systèmes barrières thermiques

En service, les aubes de turbines sont soumises à de fortes sollicitations thermomécaniques et environnementales qui mènent à l'écaillage du système barrière thermique. À ce jour, la ruine du système est principalement due à différents mécanismes d'endommagement classés en deux catégories distinctes : les mécanismes dits extrinsèques qui sont étroitement liés à l'interaction entre le revêtement et son milieu environnant et les mécanismes intrinsèques induits par les contrastes de propriétés thermomécaniques des différentes couches du système barrière thermique (voir figure 98) [20].

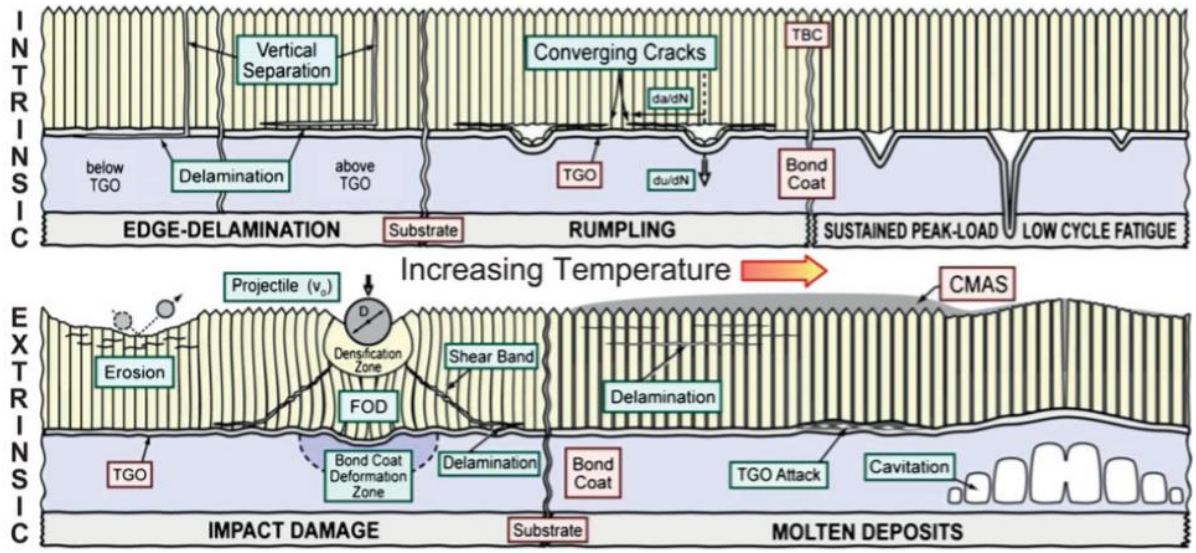


*figure 98 - Mécanismes d'endommagement des systèmes barrières thermiques* [20]

### 1.1.1 Les mécanismes extrinsèques

Les mécanismes extrinsèques sont donc liés à l'interaction entre des particules ingérées dans les turboréacteurs (sable par exemple) et le système barrière thermique pouvant conduire à la ruine de la couche céramique.

Il est aujourd'hui connu que la couche céramique s'érode graduellement lors de l'impact de petites particules à grandes vitesses sur le revêtement [122], [123]. Ces impacts peuvent induire des fissures inter-lamellaires et intra-colonnaires pour des BT APS et EB-PVD, respectivement [124].

Lors de l'impact à vitesses intermédiaires de particules plus larges, les colonnes des BT EB-PVD ne se fissurent pas mais se compactent du fait du grand nombre de nano-porosités intra-colonnaires. En effet, les contraintes locales imposées au niveau de chaque colonne restent plus faibles que les contraintes à rupture de la céramique [122].

Enfin, lors de la collision entre la BT et de larges particules à de faibles vitesses, différents mécanismes d'endommagement peuvent survenir. Des phénomènes de flambage des colonnes des BT EB-PVD ainsi que des phénomènes de densification menant à l'apparition de fissures transverses dans la céramique et des déformations plastiques de la sous-couche d'accroche, ont été observés [122], [125].

De plus, de nombreux efforts de conception des systèmes barrières thermiques sont encore menés aujourd'hui pour répondre à la problématique des attaques CMAS. Les CMAS sont des particules de sable, de cendre ou de poussière de type calcium (CaO), magnésium (Mg0) et alumino-silicates ($Al_2O_3$ et $SiO_2$), ingérées pas le moteur et ayant une température de fusion variable en fonction de la composition du sable en question. Outre, l'impact dû au choc, lorsque la température au sein des turbines haute pression dépasse le point de fusion, les particules fondent et adhèrent au revêtement. Ces particules fondues peuvent donc s'infiltrer dans le revêtement jusqu'à la couche d'oxyde naturel (TGO) grâce aux vides intercolonnaires des BT EB-PVD. Lors des phases d'extinction du moteur, le mélange CMAS se resolidifie, rigidifiant la partie infiltrée de la BT. La différence des coefficients de dilation thermique alors engendrée au sein même de la couche céramique mène de fait à l'apparition de fissures horizontales et à l'écaillage brutal de celle-ci [126].

Par ailleurs, ces infiltrations CMAS peuvent conduire à d'autres endommagements du système [20], [127]. Un phénomène de corrosion peut survenir en haut des colonnes BT lors de l'interaction entre le mélange de CMAS fondu et la zircone partiellement stabilisée à l'yttrum. En effet, il s'avère que l'yttrium réagit  dans le mélange fondu favorisant la transformation de la phase tétragonal t' « non-transformable » en phase monoclinique, susceptible d'engendrer des changements de volume au sein de la céramique [128], [129]. C'est pourquoi, pour éviter la ruine de tels systèmes par ces attaques CMAS, de nombreuses stratégies sont actuellement développées comme par exemple l'utilisation d'une couche de céramique dense sacrificielle enrichie en gadolinium (ou autres terres rares), empêchant l'infiltration des particules fondues [127], [130]–[133].

### 1.1.2 Les mécanismes intrinsèques

Lors de l'exposition à hautes températures du système barrière thermique, deux phénomènes principaux peuvent survenir : la croissance de la couche d'oxyde à l'interface sous-couche/BT et le phénomène d'interdiffusion des espèces chimiques. Ces deux phénomènes mènent inéluctablement à l'appauvrissement progressif de l'aluminium au sein de la sous-couche d'accroche et au niveau de l'extrême surface du superalliage. L'appauvrissement du réservoir d'aluminium peut alors devenir dramatique pour la tenue du système BT.

Les différents mécanismes induisant des endommagements du système barrière thermique lors de l'exposition à haute température vont être décrits dans les paragraphes suivants.

⇨ Les phénomènes d'interdiffusion des espèces chimiques

La diffusion des espèces chimiques est un processus irréversible, thermiquement activé qui réside dans le mouvement des espèces afin de minimiser le gradient de potentiel chimique induit par la différence de composition entre deux milieux en contact. Ce processus au niveau atomistique est permis grâce à la présence de défauts dans les réseaux cristallins, tels que les lacunes ou les interstitiels. En effet, les atomes peuvent se déplacer aisément en présence de sites vacants tels que les lacunes. Ce processus est également accéléré par les défauts de plasticité (dislocations, etc…).

Concernant le couple superalliage/sous-couche γ/γ' riche en platine, les matériaux sont composés des mêmes phases mais présentent des compositions chimiques différentes, générant nécessairement un gradient de potentiel chimique. Les phénomènes d'interdiffusion deviennent alors inévitables. La zone d'interdiffusion se situe à l'intersection entre le superalliage, où le précipités γ' sont relativement fins, et la sous-couche d'accroche pourvue de précipités bien plus volumineux. Les éléments du superalliage tels que le nickel, le chrome, le cobalt, le titane et le tantale vont diffuser alors vers la sous-couche tandis qu'à l'inverse, l'aluminium et le platine migrent plus facilement de la sous-couche vers le superalliage. En effet, sous l'influence d'un gradient de concentration, les espèces chimiques vont se mouvoir d'une zone dite riche vers une zone dite pauvre (loi de Fick) [134].

Mais de tels mouvements atomiques ne se limitent pas aux phénomènes d'interdiffusion. En effet, lors de la mise sous température du système barrière thermique, une couche d'oxyde d'aluminium dense et protectrice croit généralement à l'interface entre la sous-couche d'accroche et la BT. La sous-couche s'appauvrie donc en aluminium par un processus d'oxydation.

⇨ La croissance de la couche d'oxyde

Lors de la mise en température d'un système barrière thermique, une couche d'oxyde dense et protectrice croît. L'alumine, sous sa forme allotropique α est l'oxyde désiré pour répondre à de telles attentes.

Pour assurer une croissance lente de la couche d'oxyde et ainsi minimiser les contraintes liées à cette croissance, la diffusion à travers la couche d'oxyde doit être le mécanisme limitant la croissance de cette couche.

La cinétique de croissance de la couche doit alors suivre une loi parabolique décrite par l'équation suivante :

$$\left(\frac{\Delta m}{S}\right)^2 = k_p.t \quad \text{Eq 11}$$

avec Δm la variation de masse, S la surface développée de l'échantillon, $k_p$ la constante de cinétique parabolique et t le temps.

Cette équation simplifiée ne prend pas en compte les régimes transitoires et les processus interfaciaux indispensables pour décrire les cinétiques d'oxydation liées à la croissance de plusieurs oxydes tels que les différentes formes allotropiques de l'alumine alpha.

Monceau et al. ont donc proposé une loi parabolique complète qui permet de prendre en compte ces paramètres supplémentaires [135] :

$$t = A + B(\frac{\Delta m}{S}) + \frac{1}{kp}(\frac{\Delta m}{S})^2 \quad Eq\ 12$$

avec Δm la variation de masse, S la surface développée de l'échantillon, $k_p$ la constante de cinétique parabolique, t le temps et A et B des constantes dépendante des conditions initiales du régime parabolique, de la nature de la couche d'oxyde et des processus interfaciaux pouvant intervenir dans la croissance de la couche.

Lorsque la croissance de l'alumine alpha n'est plus possible, due par exemple à l'appauvrissement progressif de l'aluminium au sein de la sous-couche, d'autres oxydes moins stables ou plus poreux sont susceptibles de se former dont leur nature dépend fortement des éléments composants la sous-couche d'accroche ou le superalliage à base nickel.

Par exemple, Izumi et al. ont étudié, lors d'essais d'oxydation isotherme et cyclique à 1150°C, le comportement d'alliages de type γ/γ' dopés en platine et en hafnium. À cette occasion, ils ont pu mettre en évidence (figure 99), le fait que les teneurs en éléments chimiques, surtout celle en platine, jouent un rôle majeur sur la nature des couches d'oxydes formées. Ils ont pu observer que des couches d'oxyde de nickel NiO et de spinelles $NiAl_2O_4$ étaient susceptibles de se former sur une couche d'alumine $Al_2O_3$ lors de l'exposition à haute température de ce type d'alliages. De même des particules d'oxyde d'hafnium sont promptes à précipiter [13].

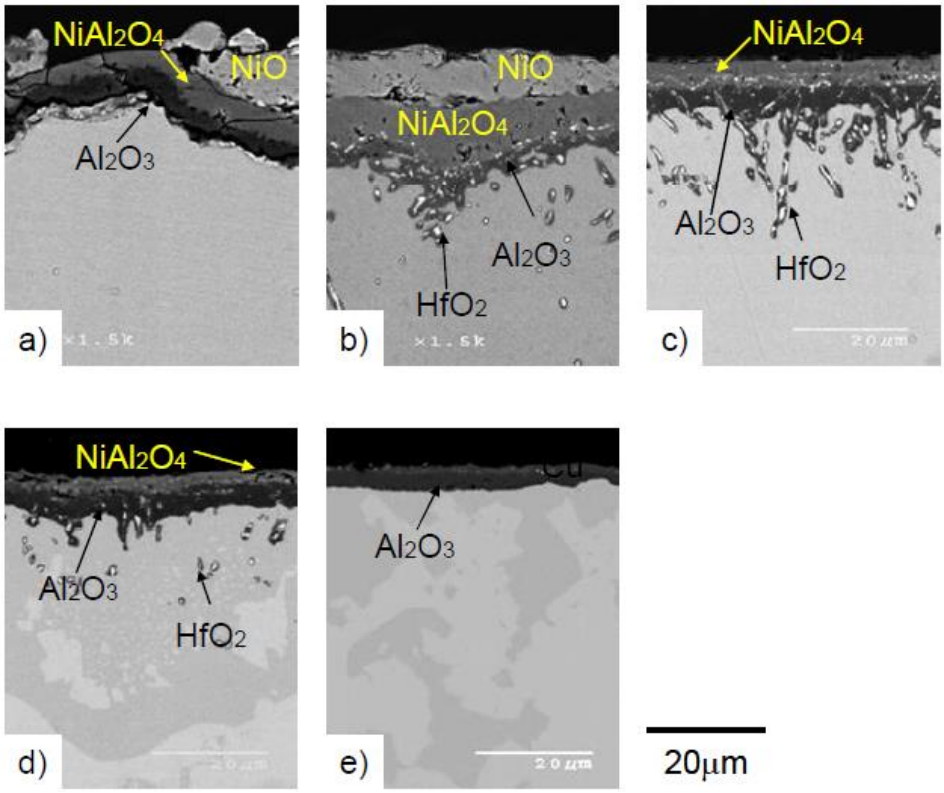


*figure 99 - Nature des couches d'oxydes après 500 cycles d'une heure à 1150°C d'alliages NiAl dopés en Pt et Hf : (a) Ni-20%Al, (b) Ni-20%Al-0.3%Hf, (c) Ni-20%Al-5%Pt-0.3%Hf, (c) Ni-20%Al-10%Pt-0.4%Hf, (d) Ni-20%Al-10%Pt-0.3%Hf et (e) Ni-20%Al-20%Pt-0.3%Hf* [13]

De même, P. Audigié a pu observer lors de sa thèse, la formation de spinelles de type $NiAl_2O_4$ ou de rutiles $TiTaO_4$ lors d'essais de cyclage thermique à 1100°C d'une sous-couche de type γ/γ' déposée sur de l'AM1 [136].

Ainsi, de nombreux mouvements atomiques et structuraux peuvent survenir au sein des matériaux lors de leur exposition à de hauts flux thermiques. À cette occasion, la formation de pores peut être observée en particulier de type Kirkendal.

⇨ La formation de pores de type Kirkendall

L'effet Kirkendall réside dans le déplacement de l'interface entre deux milieux en contact, de compositions différentes et dont le processus de diffusion des espèces chimiques entre ces deux milieux est prédominant [137], [138]. Les flux des atomes s'opèrent généralement à des vitesses et des directions différentes conduisant à la formation de lacunes susceptibles de coalescer et de générer des pores de type Kirkendall. L'effet Kirkendall reflète donc le fait qu'un plus grand nombre d'atomes « légers » migrent dans une direction privilégiée par rapport au nombre d'atomes « lourds » se déplaçant dans une autre direction.

De nombreux auteurs ont pu observer la formation de ces pores, relativement sphéroïdaux, dans la zone d'interdiffusion entre la sous-couche γ/γ' et le superalliage [12], [139], [140]. P. Audigié par exemple, lors de ses travaux de thèse, a essayé de comprendre les causes de la germination de pores dans la zone d'interdiffusion entre la sous-couche γ/γ' riche en platine et le superalliage à base nickel. Elle a pu mettre en évidence le fait que seule la présence de platine dans la sous-couche d'accroche semble jouer un rôle prédominant [136]. Par tomographie X au synchrotron, il a pu d'ailleurs être révélé que ces pores étaient systémiquement localisés au niveau du front de diffusion du platine. Les analyses statistiques, couplées à des simulations numériques, semblent confirmer le fait que l'effet Kirkendall soit le processus dominant dans la germination de tels pores.

⇨ L'accommodation des contraintes mécaniques

Lors de l'exposition cyclée à haute température, le système barrière thermique est soumis à des contraintes mécaniques. La croissance de la TGO par oxydation et la différence de coefficients de dilatation thermique entre les couches du système BT entrainent effectivement de fortes contraintes de compression au sein de la TGO spécifiquement lors des phases de refroidissement du cycle. Ces contraintes de compression au sein de la TGO peuvent être relaxées par trois mécanismes distincts : le cloquage, la fissuration et la déformation plastique de la couche d'oxyde et de son substrat (figure 100) [141]–[145].

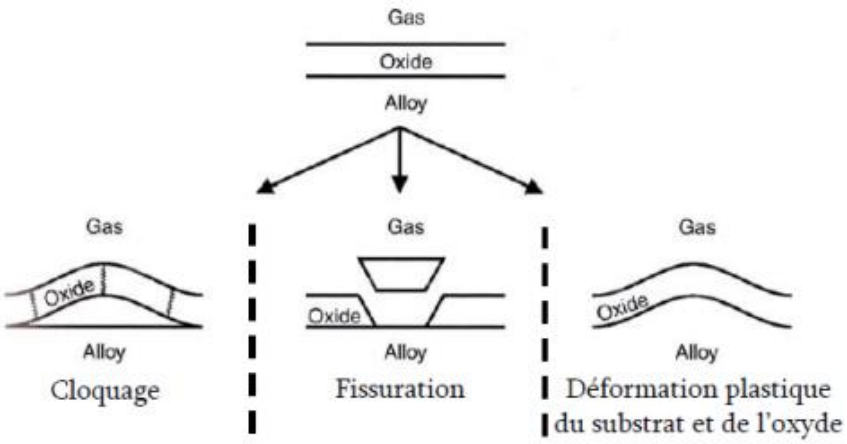


*figure 100 - Mécanismes d'endommagement menant à l'écaillage d'une couche d'oxyde déposée sur un substrat métallique* [144]

Lors de sollicitations cycliques d'un système BT, le couple TGO/sous-couche va avoir tendance à se déformer plastiquement par ratcheting (fluage cyclique) ou par rumpling. Le ratcheting traduit le fait que la sous-couche d'accroche s'affaisse, induisant un déplacement de l'interface SC/TGO vers cette dernière [146]. Le rumpling quant à lui désigne le comportement de la sous-couche lorsque celle-ci ondule autour de son interface d'origine (SC/TGO) et ce de façon relativement périodique [147]. Ces phénomènes peuvent tous les deux conduire à l'écaillage de la couche céramique [145], [148]–[150]. Certains auteurs ont montré d'ailleurs que ces mécanismes d'endommagement s'amplifient avec le nombre de cycles et lorsque la surface de la sous-couche est rugueuse ou pourvue d'imperfections [151], [152].

Les déformations plastiques, ainsi générées et accentuées par la croissance de la couche d'oxyde, induisent donc des contraintes de traction au sein de la couche céramique, pouvant conduire à la formation de fissures parallèles à l'interface TGO/SC [153]. La coalescence de ces fissures mène, in-fine, à l'écaillage de la barrière thermique (figure 101).

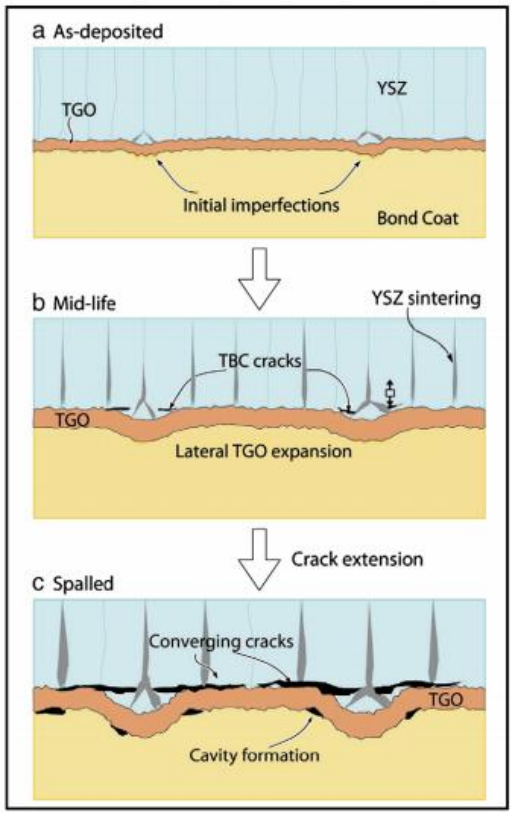


*figure 101 - Mécanismes d'écaillage des barrières thermiques sous oxydation cyclique à haute température*

Cependant les sous-couches de type γ/γ' semblent limiter ces phénomènes de déformation contrairement aux sous-couches de type aluminure de nickel, de par leur meilleure résistance intrinsèque au fluage et de par le fait que les phénomènes d'interdiffusion entre ces sous-couches et les superalliages sont réduits grâce à une chimie plus proche de celle du substrat [11], [154], [155].

## 1.2 La fatigue thermomécanique

### 1.2.1 Les essais de fatigue thermomécanique

Les essais de fatigue thermomécanique (TMF – *Thermo-Mechanical Fatigue*) sur des superalliages monogranulaires revêtus ou non du système barrière thermique sont développés pour caractériser leur tenue face à des sollicitations proches de celles rencontrées par les aubes de turbine HP en service, notamment au niveau des zones critiques.

Les aubes de turbine haute pression sont régulièrement soumises à des gradients de températures induits par les extinctions et démarrages répétés des turboréacteurs ainsi qu'à leur canaux de refroidissement internes. Pendant ces temps transitoires où les paliers isothermes ne sont pas encore atteints, la température ressentie par ces composants n'est ni constante, ni homogène. Les essais de fatigue thermomécanique sont donc nécessaires et à coupler avec des essais de fatigue isotherme pour comprendre le comportement des matériaux

lors de toutes les phases subies par les aubes en service, et spécifiquement lorsque ces composants sont soumis à de forts gradients de température.

La fatigue thermomécanique consiste à déformer un matériau par des sollicitations thermiques et mécaniques couplées et ce de façon cyclique. De nombreux cycles de fatigue thermomécanique sont à ce jour utilisés comme par exemple les cycles horaires, antihoraires, en phase et hors phase. Ces deux derniers sont les plus couramment étudiés :

- La fatigue thermomécanique en phase : les matériaux sont soumis à des sollicitations de traction à haute température et de compression à basse température
- La fatigue thermomécanique hors phase : Les matériaux sont contraints à des sollicitations de compression à haute température, et de traction à basse température

Des temps de maintien en température peuvent être ajoutés à ces cycles pour être plus représentatifs des sollicitations rencontrées en service.

La température au sein d'une aube n'est pas répartie de façon homogène, il existe des zones plus chaudes, entourées de zones plus froides, appelées points chauds. Au niveau de ces points chauds, le matériau aurait tendance à se dilater mais est contraint par les zones froides qui ne sont pas soumises à ces phénomènes de dilatation thermique. Le matériau, au niveau du point chaud, est alors soumis à de fortes contraintes de compression. Comparativement, les points froids sont, eux, soumis à des contraintes de traction liées à ces forts gradients thermiques.

Les cycles de fatigue thermomécanique hors phase et en phase simulent le comportement de ces points chauds et froids, respectivement. En effet, lors du cycle hors phase, les matériaux sont soumis à des contraintes de compression à hautes températures alors qu'ils subissent plutôt des contraintes de traction à basses températures.

Il a été choisi, lors de ces travaux de thèse, d'effectuer uniquement des cycles hors phase pour simuler le comportement des points chauds des aubes de turbines qui s'avèrent être les zones où les endommagements sont les plus significatifs pour les superalliages monogranulaires orientés selon l'axe <001>.

D'ailleurs, Han et al. ont étudié le comportement d'un superalliage monogranulaire de première génération (SRR99) orienté selon la direction <001> lors de sollicitations de fatigue thermomécanique, hors phase et en phase, sans temps de maintien à haute température. Ils ont mis en évidence le fait que les contraintes de traction appliquées lors des phases froides du cycle étaient dramatiques pour la durabilité de l'alliage qui s'avère d'ailleurs être plus courte lors des essais hors phase [156].

De plus lors de cette étude, toutes les éprouvettes ont été refroidies via un canal interne (éprouvettes tubulaires). Il est alors possible de parler d'essais de fatigue thermomécanique avec gradient pariétal de températures (TGMF – *Thermo-Gradient-Mechanical Fatigue*).

De nombreux essais de fatigue thermomécanique sont donc possibles. Les chargements thermiques et mécaniques dépendent des capacités du banc d'essai, des matériaux à évaluer et des sollicitations à simuler. Il serait d'ailleurs envisageable de complexifier ces essais en ajoutant par exemple l'injection de CMAS dans le banc pour étudier l'impact de l'infiltration de

telles particules au niveau de la couche céramique et pour se rapprocher au plus près des divers mécanismes d'endommagement rencontrés en service [157].

Par la suite, il est pertinent de s'intéresser aux mécanismes d'endommagement des superalliages revêtus ou non, induits par de telles sollicitations thermomécaniques, le substrat pouvant, dans de nombreux cas, être source de développement de fissures critiques de TMF.

### 1.2.2 Le comportement des superalliages non revêtus face à des sollicitations de fatigue thermomécanique

Moverare et al. ont étudié le comportement d'un alliage de 1ère génération (STAL 15) et d'un alliage de 2ème génération (CMSX4). La principale différence entre ces deux alliages réside dans la teneur en rhénium qui s'avère être plus importante pour l'alliage de 2ème génération. Ils ont pu montrer alors que les alliages avaient la même durée de vie lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase mais que les mécanismes de déformation des alliages diffèrent. Dans le STAL 15, le cisaillement des précipités γ' est favorisé alors que le CMSX4 est plus sujet à la formation de macles [158].

Lors d'essais de fatigue thermomécanique, effectués sur des superalliages dépourvus de quelconque revêtement, le maclage est effectivement l'un des mécanismes de déformation prédominants [159]–[164]. Le maclage est un mode de déformation rencontré au sein des superalliages, caractérisé par une désorientation de 60° du réseau cristallin. La structure cristallographique de ces dernières reste alors identique à celle du superalliage, cependant le matériau n'est alors plus monogranulaire.

Segersäll et al. ont d'ailleurs mis en avant à travers des travaux effectués sur un superalliage monogranulaire (MD2) le fait que ces mécanismes de déformation ont majoritairement lieu lorsque l'alliage est soumis à de la fatigue thermomécanique hors phase (contrairement à de la fatigue thermomécanique en phase). Il semblerait en outre que la précipitation de phases TCP, couplée à des phénomènes de recristallisation, soient favorisés aux intersections de ces bandes de maclage [165], [166]. Les intersections des bandes de maclage peuvent alors être des sites préférentiels d'amorçage de fissures. Ce mécanisme de déformation semble donc contrôler la durée de vie en OP-TMF (OP-TMF – *Out of Phase ThermoMechanical Fatigue*) des superalliages non revêtus, du fait que les fissures se forment préférentiellement le long des macles.

Ces mêmes auteurs ont également montré qu'un superalliage monogranulaire de 2ème génération (CMSX4) se déforme majoritairement par maclage et cisaillement, tout en étant peu sensible à l'oxydation à haute température lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase (100°C – 850°C) [167].

De plus, certains auteurs ont étudié l'influence que pouvait avoir un temps de maintien en compression lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase. Ils ont pu mettre en évidence le fait que les mécanismes de propagation des fissures varient en fonction de l'application ou non de ce temps de maintien à haute température. Lorsque les superalliages sont cyclés sans temps de maintien, les fissures fatales, assistées par oxydation, se propagent perpendiculairement à l'axe de sollicitation jusqu'à la rencontre d'une macle qui dévie la

direction de propagation des fissures dans le plan de maclage. Lors de l'application d'un temps de maintien en compression, les fissures se propagent de la surface vers le cœur du superalliage directement selon un plan de maclage [168], [169].

Au regard des travaux tirés de la littérature, il semblerait donc que les mécanismes de déformation des superalliages monogranulaires, lors de sollicitation de fatigue thermomécanique, sont bien connus. Mais qu'en est-il lorsque de tels alliages sont soumis à de la fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal ? Il est également intéressant de s'interroger sur le comportement des systèmes revêtus lors de tels essais de fatigue thermomécanique.

### 1.2.3 Le comportement des systèmes barrières thermiques face à des sollicitations de fatigue thermomécanique

Peichl et al. ont étudié le comportement en fatigue thermomécanique hors phase du système barrière thermique suivant : IN 617/CoNiCrAlY/YSZ EB-PVD. Lors de ces essais, ils ont pu observer la présence de fissures de segmentation au sein même de la couche céramique ainsi que des fissures de fatigue (figure 102) qui s'amorcent à l'interface BT/SC. Ces fissures, perpendiculaires à l'axe de sollicitation et qui s'avèrent être plus nombreuses lorsque les éprouvettes sont pré-vieillies pendant 100h à 1050°C, se propagent lorsque les éprouvettes sont soumises à de la traction à basse température (température inférieure à la température de transition ductile-fragile de la sous-couche). Ils ont également pu constater qu'un pré-vieillissement des éprouvettes n'entraine pas nécessairement un abattement de la durée de vie de ces dernières. De plus, malgré les forts chargements mécaniques appliqués, aucun écaillage de la barrière thermique n'a pu être observé [170].

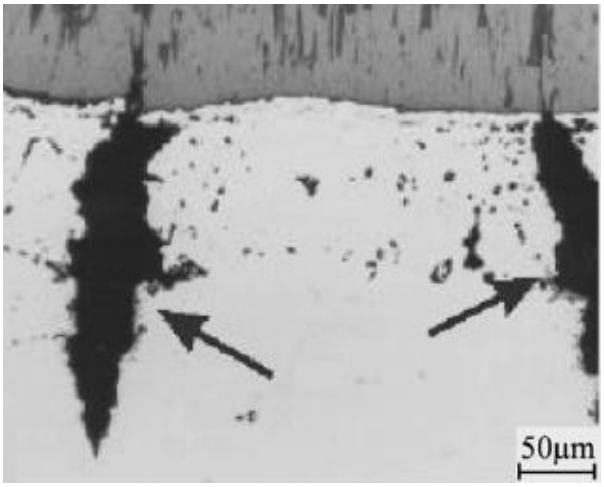


*figure 102 - Fissures de fatigue observées après des essais de fatigue thermomécanique hors phase* [170]

A. Bickard a également observé lors de sa thèse la formation de fissures à l'interface BT/SC, qui se propagent au sein la sous-couche. Il semblerait que la formation de telles fissures réside dans la coalescence de cavités situées au sein même de la TGO [171].

Subramanian et al. ont mis en évidence le fait que les mécanismes d'endommagement d'un système barrière thermique IN 738/CoNiCrAlY/YSZ APS dépendent fortement du chargement mécanique appliqué. Ils ont effectivement montré que la propagation des fissures vers le cœur de l'éprouvette était amplifiée lors d'essais de fatigue à des températures inférieures à la température de transition ductile-fragile de la sous-couche et également lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase (figure 103) [172]. Les propriétés intrinsèques de la sous-couche d'accroche semblent donc jouer un rôle majeur sur la tenue des systèmes barrières thermiques lors de tels essais [173].

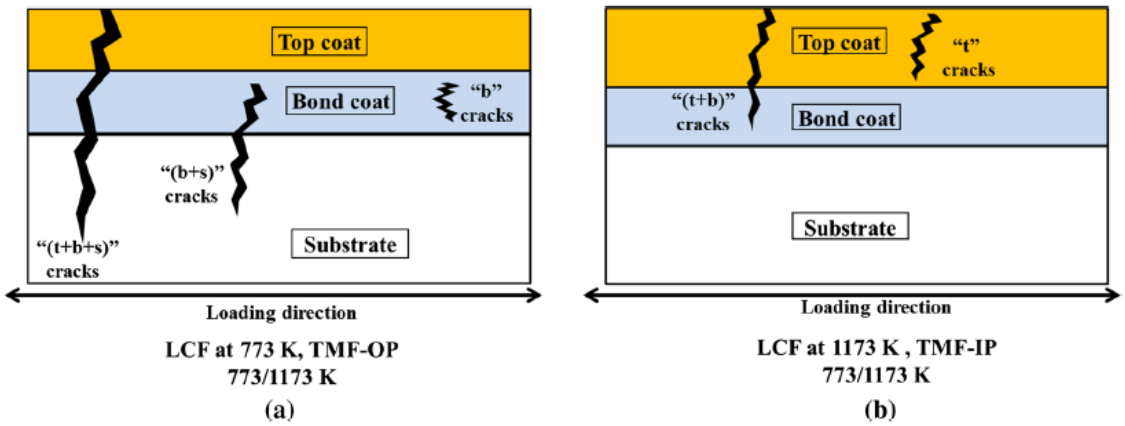


*figure 103 - Schématisation des mécanismes d'endommagement induits lors d'essais de : (a) fatigue à 500°C et de fatigue thermomécanique hors phase ; (b) fatigue à 900°C et de fatigue thermomécanique en phase* [172]

Bartsch et al. ont dégagé un mode d'endommagement atypique lors d'essais de fatigue thermomécanique avec gradient thermique pariétal. La figure 104 présente une fissure de type « smiley » qui s'amorce dans la couche de zircone yttriée et qui se propage perpendiculairement à l'interface BT/SC jusqu'à dévier parallèlement à cette interface au sein même de la sous-couche déposée. Lors de tels essais de TGMF, la ruine du système a donc été engendrée par l'écaillage de la couche céramique [174].

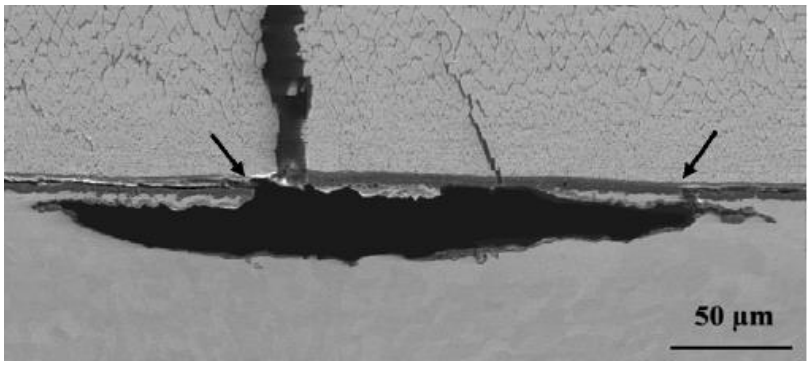


*figure 104 - Fissure de type "smiley"* [174]

Mauget et al. ont étudié les mécanismes d'endommagement d'un système barrière thermique AM1/NiAlPt/YSZ EB-PVD lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase (1h/1100°C/-120 MPa + 30s/500°C/700 ou 800 MPa), effectués sur le banc MAATRE. Ils ont dans un premier

temps étudié l'influence de la valeur de la contrainte de traction lors des paliers froids du cycle puis, l'effet d'un pré-vieillissement de 100h à 1100°C sur la tenue du système BT. Enfin, ils ont étudié l'impact d'un gradient pariétal de températures, induit par le refroidissement interne des éprouvettes revêtues sur le comportement de ces dernières en fatigue thermomécanique.

À travers ces essais, ils ont d'abord pu mettre en avant le fait que l'abaissement de la contrainte de traction lors des paliers froids du cycle de TMF, améliore la durée de vie du système barrière thermique et change les mécanismes d'endommagement alors induits. En effet, il est possible d'observer, sur la figure 105, une décohésion à l'interface BT/TGO lorsque l'éprouvette a été sollicitée à 700 MPa alors que les fissures amorcées dans la BT se sont propagées à travers la sous-couche jusqu'au superalliage pour les éprouvettes sollicitées à 800 MPa.

De plus, ils ont pu souligner le fait que les pré-vieillissements thermiques appliqués aux éprouvettes n'induisent pas forcément un abattement de la durée de vie mais engendrent des déformations en compression plus conséquentes.

Enfin, Ils ont montré que le refroidissement interne des éprouvettes de TGMF, qui génère un gradient de températures sur toute l'éprouvette tubulaire, entraine une augmentation de la durée de vie du système BT et un ralentissement des cinétiques d'endommagement [175].

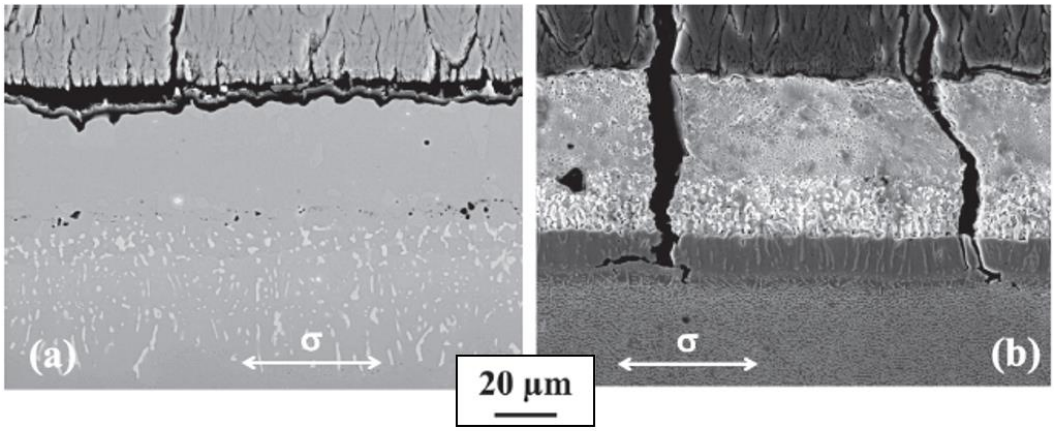


*figure 105 - Mécanismes d'endommagement des éprouvettes sollicitées par : (a) 700 MPa et (b) 800 MPa lors des paliers froids du cycle de TMF* [175]

En fonction du chargement appliqué et du système BT considéré, différents mécanismes d'endommagement peuvent être rencontrés lorsque ces systèmes sont sollicités en fatigue thermomécanique. Il est à présent utile de se demander à quel point les cavités générées par texturation laser sur le substrat de la couche céramique ont un impact sur la tenue des systèmes BT en fatigue thermomécanique et sur les mécanismes d'endommagement associés.

### 1.2.4 Le comportement des systèmes barrières thermiques texturés face à des sollicitations de fatigue thermomécanique

R. Kromer pendant sa thèse a étudié le comportement d'un système barrière thermique texturé (AM1/sans sous-couche/BT APS) lors de sollicitations en fatigue thermomécanique avec un palier chaud d'une heure à 1100°C et 120 MPa et un palier froid de trente secondes à 500°C et 700 MPa, sur le banc MAATRE. Il a mis en évidence les différents mécanismes d'écaillage rencontrés entre un système barrière thermique texturé et son homologue sablé. En effet, comme le montre la figure 106, les cavités générées sur la surface du superalliage dévient les fissures au-dessus de l'interface TGO/superalliage, renforçant ainsi la tenue à l'écaillage des systèmes texturés. Il a d'ailleurs montré à l'aide de ces essais couplés à des essais de fluage à haute température, que les cavités générées à la surface d'un superalliage de première génération (AM1), en plus de renforcer l'ancrage mécanique directement entre le superalliage et une couche d'YSZ déposée par projection plasma sous air, ne sont pas des zones préférentielles d'amorçage de fissures [21], [109].

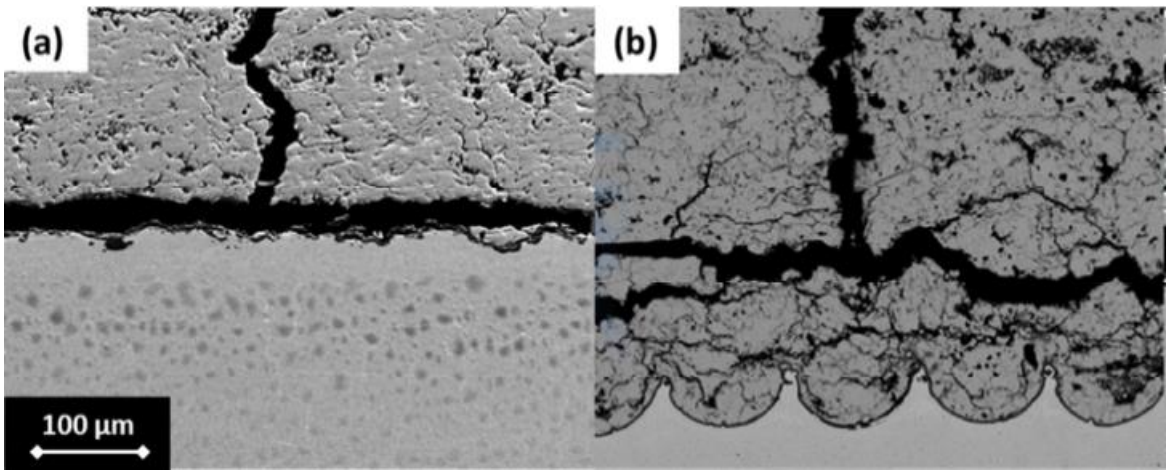


*figure 106 - Propagation de fissures au sein d'un système barrière thermique : (a) sablé, (b) texturé* [109]

Ainsi, en considérant tous ces résultats tirés de la littérature, il semblerait que les mécanismes d'endommagement des systèmes barrières thermiques soient fortement dépendants du chargement appliqué lors des essais de fatigue thermomécanique mais aussi de la composition du système considéré.

De plus, lorsque la couche de zircone yttriée est déposée par projection directement sur la surface d'un superalliage monogranulaire texturé, la durée de vie à l'écaillage, évaluée par des essais de fluage et de TMF, est alors renforcée par ancrage mécanique. Malgré le fait que les mécanismes d'écaillage diffèrent entre une surface sablée et une surface texturée, les motifs de texturation ne semblent pas être des sites préférentiels d'amorçage de fissures malgré leur caractère de concentrateurs de contraintes. Mais est-ce toujours le cas lorsque ces motifs sont texturés non plus sur un superalliage monogranulaire mais sur une sous-couche de type γ/γ', ou lorsque la couche céramique passe d'une microstructure lamellaire à colonnaire ?

Par conséquent, l'objectif principal de ce chapitre est d'observer l'impact de la texturation laser appliquée à la sous-couche d'accroche d'un système CMSX4 Plus / SC γ/γ'/ BT EB-PVD, pour évaluer son effet quant à l'écaillage de la couche céramique lorsque ce dernier est sollicité thermiquement et mécaniquement.

# 2 Durabilité des systèmes barrières thermiques texturés lors d'essais d'oxydation à haute température

Après optimisation des morphologies de surface (cf. chapitre 3), il a donc été fondamental de vérifier si les morphologies générées avaient une influence sur les mécanismes d'adhésion et par conséquent sur la tenue à l'écaillage des systèmes barrières thermiques.

## 2.1 Evaluation de la durabilité des systèmes barrières thermiques texturés lors d'essais d'oxydation cyclique à 1150°C

Des essais d'oxydation cyclique ont donc été menés sur les systèmes barrières thermiques considérés pour cette étude (celui dit de référence et ceux texturés) afin d'évaluer leur tenue à l'écaillage. Par comparaison des durées de vie, il va être possible de vérifier si les morphologies d'interface optimisées renforcent ou non l'adhésion de la couche céramique sur la sous-couche γ/γ'. Il faut savoir également que si un système BT donne de mauvais résultats en oxydation cyclique, il donnera forcément de mauvais résultats en fatigue thermomécanique hors phase (où les échantillons sont cyclés à la fois mécaniquement et thermiquement).

Pour rappel, le cycle thermique appliqué sur les échantillons revêtus de la zircone yttriée est le suivant :

- Montée en température (1150°C) pendant 15 minutes
- Maintien en température (1150°C) pendant 60 minutes (moins le temps de montée en température)
- Trempe à l'air plus maintien des échantillons à température ambiante pendant 15 min

### 2.1.1 Evaluation de la durée de vie à l'écaillage

Après texturation de la sous-couche d'accroche, les pions ont été envoyés au Ceramic Coating Center pour y effectuer les dépôts EB-PVD. Or, lors de la réception des pions revêtus, il s'est avéré que deux pions étaient préalablement écaillés (figure 107), tous les deux de motifs quadrillage (M5 et M6). Au regard de la figure 107 qui présente les vues en surface de la couche céramique de ces deux pions, il semblerait que les fissures se propagent suivant les motifs texturés en extrême surface de la sous-couche. Il serait à cet instant possible de croire que les motifs de type lignes ou quadrillages facilitent la propagation des fissures. De plus, lors de la

préparation des échantillons texturés du motif M5, l'écaillage de la couche céramique semble systématique.

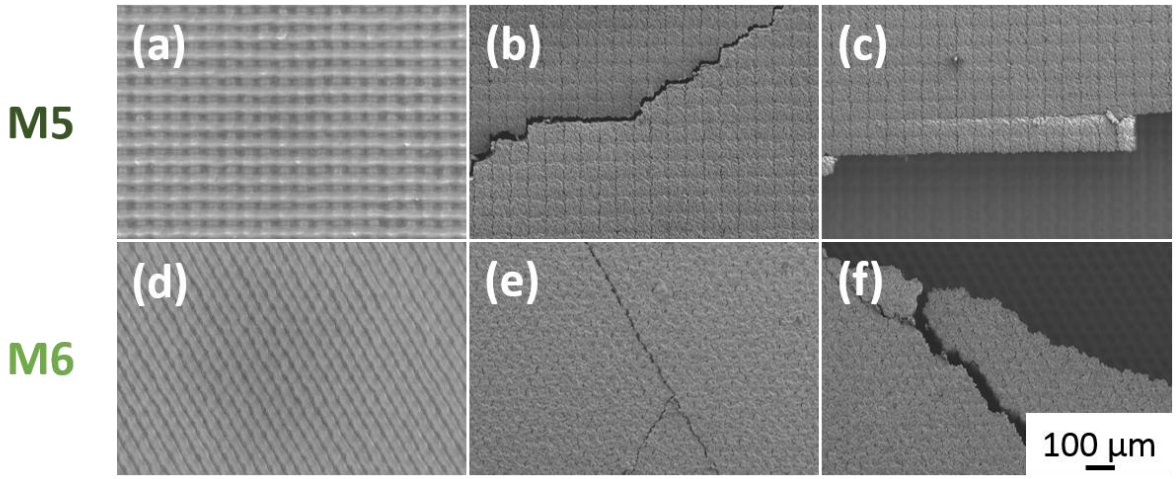


*figure 107 - Ecaillages prématurés des morphologies M5 : (a) motifs texturés sur la SC avant dépôt de la BT, (b et c) propagation de fissures au niveau de la couche céramique ; et M6 (d) motifs texturés sur la SC avant dépôt de la BT, (e et f) propagation de fissures au niveau de la couche céramique*

Des analyses supplémentaires sont indispensables donc pour comprendre à quel point l'adhésion entre un dépôt EB-PVD et de telles morphologies de surface est faible.

Pour évaluer alors la tenue des revêtements EB-PVD sur les surfaces de morphologies spécifiques, des essais d'oxydation cyclique à 1150°C ont donc été réalisés. Pour rappel, les essais ont été interrompus lorsque 20 % de la surface revêtue par la couche de zircone yttriée est écaillée. Le tableau 16 donne les durées de vie atteintes par les différentes configurations, qui sont comparées à celles du système dit de référence (CMSX4 Plus/SC γ/γ'/BT EB-PVD).

Excepté pour le système barrière thermique texturé de la morphologie de surface M7, tous les systèmes BT texturés ont engendré un écaillage prématuré vis-à-vis du système dit de référence (non texturé) qui a atteint des durées de vie proches de 900 cycles. Les durées de vie du système barrière thermique texturé du motif M7 lors de ces essais d'oxydation cyclique semblent être équivalentes, voire supérieures à celles du système de référence sablé.

En mettant de côté le motif M7S qui malgré une surface dite « lisse » a une morphologie différente de par la profondeur impactée par l'ablation laser, il est inattendu d'observer des différences en terme de durée de vie à l'écaillage entre les motifs sablés et celui de référence, car l'ancrage mécanique aurait dû être similaire.

*tableau 16 - Résultats des essais d'oxydation cyclique à 1150°C*

| Motifs | Nombre de cycles jusqu'à l'écaillage | Ecart type |
|---|---|---|
| M1 | 129 | 80 |
| M1S | 123 | 42 |
| M2 | 115 | 39 |
| M3 | 128 | 41 |
| M4 | 194 | 80 |
| M5 | 171 | 104 |
| M6 | 110 | 43 |
| M6S | 241 | 43 |
| M7 | **928** | 196 |
| M7S | 142 | 44 |
| Ref | **882** | 253 |

L'influence de la morphologie de surface semble donc indéniable pour justifier la tenue sous cyclage thermique de tels systèmes BT. Avec de tels résultats, il est cependant normal de se demander pourquoi certaines morphologies de surface favorisent un écaillage prématuré de la couche céramique et pourquoi d'autres donnent des durées de vie en oxydation cyclique proches de celles de référence malgré des rugosités interfaciales totalement différentes. Il est donc tout à fait pertinent de s'intéresser aux mécanismes d'endommagement qui ont pu mener à l'écaillage du revêtement.

Il est connu dans la littérature que lors de sollicitations thermiques cycliques, l'écaillage de la couche céramique est étroitement lié aux déformations couplées de la couche d'oxyde et de la sous-couche d'accroche. Il semble donc nécessaire d'observer ces évolutions au cours des différents essais.

### 2.1.2 Evolutions de la couche d'oxyde

La figure 108 présente les différents systèmes BT après observations post mortem. Malheureusement, seulement un seul échantillon par configuration a pu être analysé. Il semblerait qu'il y ait différents mécanismes de croissance d'oxydes mis en jeu. En effet, certaines morphologies de surface semblent privilégier la croissance d'une seule couche d'oxyde tandis que d'autres favorisent des oxydes de natures différentes. Des contrastes de phases, soulignés par des gradients de gris au niveau de la TGO, révèlent d'ailleurs plusieurs oxydes. Effectivement, les surfaces quadrillées M5, M6 et M6S (figures 108.e, 108.f et 108.i) semblent avoir formé une TGO monocontraste alors que les surfaces sablées, excepté pour la morphologie M6S (figures 108.h, 108.j et 108.k) présentent systématiquement plusieurs phases au sein de la TGO.

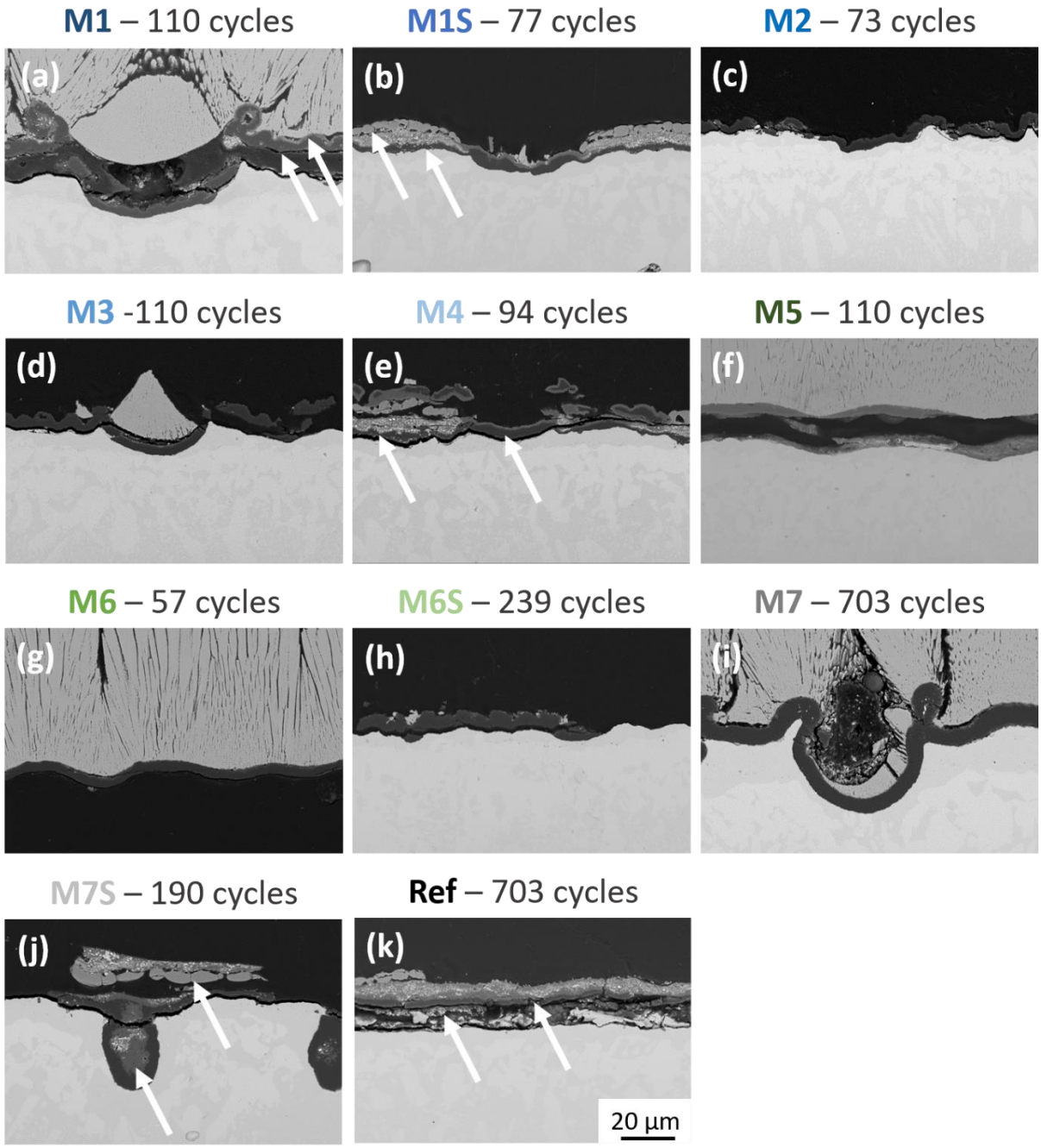


*figure 108 - Oxydes formés sur les surfaces texturées des motifs (a) M1, (b) M2, (c) M3, (d) M4, (e) M5, (f) M6, (g) M7, (h) M1S, (i) M6S, (j) M7S et (k) sur la surface sablée de référence*

Des cartographies EDS, présentées sur la figure 109, ont permis de mettre en avant le fait que la phase la plus sombre semble être de l'alumine car elle composée essentiellement d'aluminium et d'oxygène. Malheureusement, il est difficile d'identifier la nature des autres oxydes alors formés, qui semble malgré tout en accord avec les résultats obtenus dans la littérature [136], tels que des spinelles de type $NiAl_2O_4$, voire du rutile $TiTaO_4$. Toutefois, au vu de ces résultats, il est possible de se demander si des spinelles de type $NiCr_2O_4$ peuvent également croître.

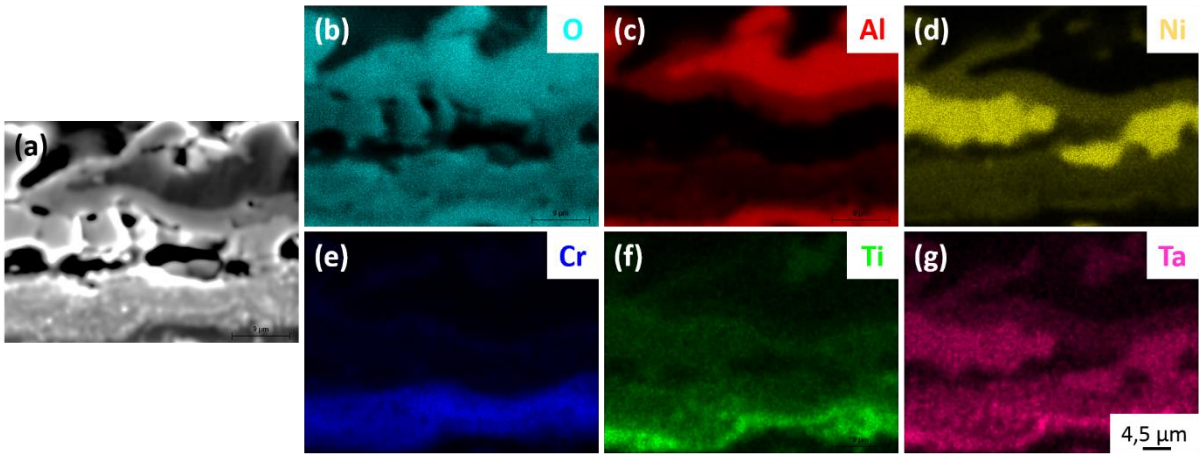


*figure 109 - Cartographie EDS des couches d'oxydes formées sur la surface texturée de motifs M4*

Comme le montre la figure 110, il semblerait que les TGO formées d'une seule phase soient essentiellement composées d'oxygène et d'aluminium. Il y a donc fort à parier que cette couche soit de l'alumine $Al_2O_3$. Cependant, aucune analyse n'a été effectuée pour vérifier si cette couche d'alumine se présente sous sa forme allotropique α.

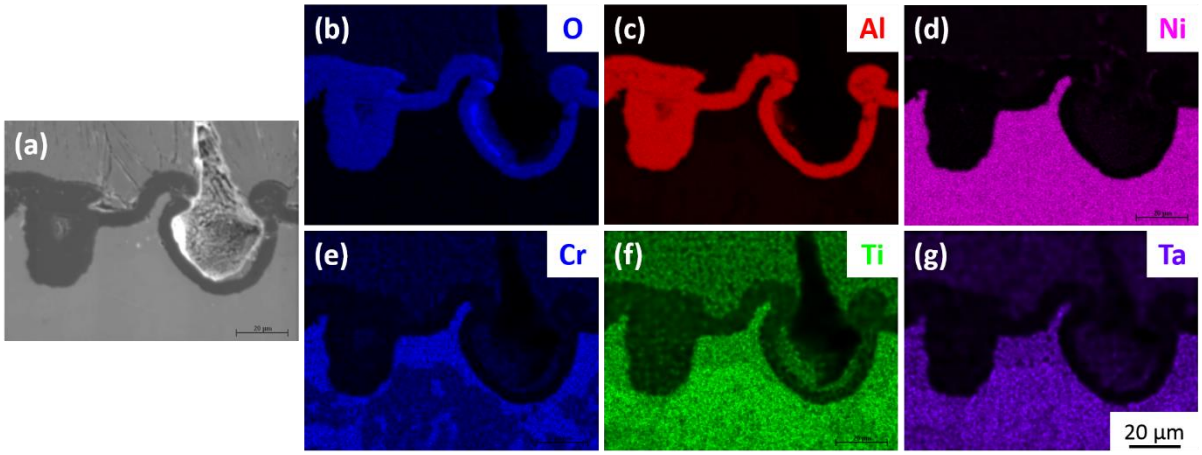


*figure 110 - Cartographie EDS d'une couche d'oxyde dense, formée sur la surface texturée de motif M7*

Pour compléter l'étude, les couches d'oxydes des échantillons observés ont ensuite été mesurées. Comme mentionné dans le tableau 17, il apparaît que les couches d'oxydes différentes de l'alumine sont systématiquement plus épaisses que cette dernière. Il est cependant impossible à ce jour de corréler l'épaisseur des couches d'oxydes avec la durée de vie à l'écaillage des différents systèmes BT. De même, aucune corrélation n'a pu être effectuée entre la durée de vie et la nature des oxydes formés. Il est d'ailleurs délicat de comprendre pourquoi certaines morphologies favorisent la croissance de plusieurs oxydes alors que pour d'autres configurations, seule une couche d'alumine dense se développe. Se pourrait-il que ces couches d'oxydes indésirées se forment lors des premières étapes de décohésion de la couche céramique ? Se pourrait-il également que les morphologies favorables à la formation d'une monocouche (M2, M3 et M6 et M6S) aient, tout de même formé, des oxydes complexes (en

plus de l'alumine alpha) mais qu'ils se soient écaillés en cours d'essais ou lors de la préparation des échantillons ?

Pour répondre à de telles questions, il aurait été intéressant d'étudier l'ensemble des échantillons cyclés avant que la barrière thermique ne se soit écaillée. Malheureusement, par manque de temps et de matière première, de telles analyses n'ont pu être effectuées.

*tableau 17 - Épaisseurs des couches d'oxydes en fonction de la durée de vie à l'écaillage des différentes configurations testées*

| Motifs | Nombre de cycles de l'échantillon | Epaisseur de la couche d'alumine (µm) | Epaisseur des couches d'oxydes supplémentaires (µm) | Interface de décohésion |
|---|---|---|---|---|
| **M1** | 110 | 5,8 +/- 1,0 | 6,4 +/- 0,9 | TGO / BT |
| **M1S** | 77 | 3,3 +/- 1,3 | 7,2 +/- 2,6 | TGO / BT |
| **M2** | 73 | 3,4 +/- 0,8 | X | TGO / BT |
| **M3** | 110 | 3,9 +/- 0,7 | x | TGO / BT |
| **M4** | 94 | 4,0 +/- 0,9 | 9,1 +/- 1,2 | TGO / BT |
| **M5** | 110 | 4,1 +/- 0,3 | X | SC / TGO |
| **M6** | 57 | 4,0 +/- 0,0 | X | SC / TGO |
| **M6S** | 239 | 5,2 +/- 0,5 | X | TGO / BT |
| **M7** | 703 | 7,2 +/- 1,3 | X | TGO / BT |
| **M7S** | 190 | 4,1 +/- 1,0 | 8,7 +/- 3,9 | TGO / BT |
| **Ref** | 703 | 6,6 +/- 0,7 | 12,1 +/- 2,1 | TGO / BT |

Ces premières observations ont également permis d'identifier l'interface où se situe la décohésion entre les diverses couches des systèmes BT (tableau 17). D'une façon systématique, la décohésion se situe toujours à l'interface TGO/BT, excepté dans le cas des morphologies de surfaces quadrillées, localisée à l'interface SC/TGO. De telles observations semblent relativement cohérentes face aux mécanismes d'écaillage des systèmes quadrillés dès lors que les ondulations générées sur l'extrême surface reproduisent par avance le phénomène de rumpling avant même les essais de cyclage thermique.

Afin de comprendre pourquoi certaines morphologies de surface entrainent des écaillages prématurés de la couche céramique, il est nécessaire d'investiguer l'ensemble des endommagements induits lors des essais d'oxydation cyclique.

### 2.1.3 Evolutions de la sous-couche

L'évolution de la morphologie de la sous-couche d'accroche est essentielle pour comprendre les phénomènes menant à l'écaillage de la couche céramique.

Dans un premier temps, comme le montre la figure 111, il est possible de constater, que les précipités γ' au sein de la sous-couche tendent à grossir et à coalescer. De même, il apparaît que le front de diffusion de la sous-couche γ/γ' évolue nettement après les essais de cyclage thermique. Par ailleurs, quel que soit l'échantillon observé, une zone dite de « déplétion », c'est-à-dire dépourvue de précipités γ', est systématiquement observée en extrême surface de la sous-couche d'accroche.

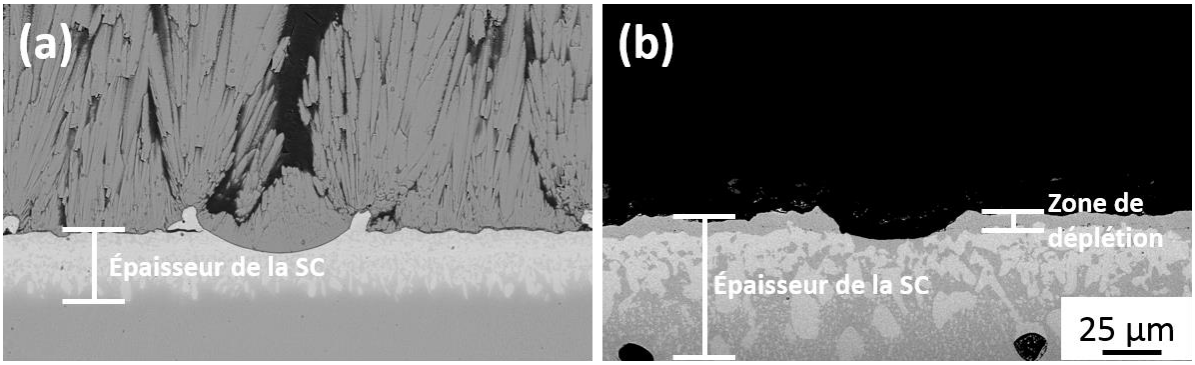


*figure 111 - Epaisseurs de la sous-couche mesurées sur les pions (a) avant et (b) après 110 cycles à 1150°C*

Les épaisseurs de cette zone de déplétion ainsi que celles de l'intégralité de la sous-couche γ/γ' ont alors été mesurées. En s'intéressant à la colonne du tableau 18 qui donne les épaisseurs de la zone de déplétion et celle qui montre l'évolution de l'épaisseur de la sous-couche, il est possible de remarquer que ces évolutions semblent indépendantes du nombre de cycles à 1150°C et que les sous-couches des morphologies M7 et M7S sont celles qui ont le plus varié lors de ces essais.

*tableau 18 - Epaisseurs de la sous-couche et de la zone de déplétion en fonction de la durée de vie à l'écaillage des différentes configurations testées*

| Motifs | Nombre de cycles de l'échantillon | Augmentation de l'épaisseur de la sous-couche par rapport à l'état initial | Epaisseur zone de déplétion (µm) |
|---|---|---|---|
| M1 | 110 | x 1,9 | 5,6 +/- 0,7 |
| M1S | 77 | x 1,9 | 4,0 +/- 0,6 |
| M2 | 73 | x 1,8 | 4,9 +/- 0,8 |
| M3 | 110 | x 1,8 | 4,9 +/- 0,8 |
| M4 | 94 | x 1,8 | 5,2 +/- 0,8 |
| M5 | 110 | x 1,8 | 4,0 +/- 1,0 |
| M6 | 57 | x 2.0 | 3,8 +/- 0,9 |
| M6S | 239 | x 1,9 | 4,1 +/- 0,7 |
| M7 | 703 | **x 2.5** | **10,7 +/- 1,7** |
| M7S | 190 | **x 2.3** | **7,7 +/- 1,1** |
| Ref | 703 | x 1.8 | 5,5 +/- 1,2 |

Au regard de la figure 112, il est possible de constater une certaine déformation plastique de la sous-couche après ces essais de cyclage thermique. Il est cependant difficile à ce stade de remarquer un quelconque phénomène de rumpling dès lors qu'il est impossible d'observer une ondulation périodique de la sous-couche et ce quelle que soit la morphologie initiale étudiée. Ces résultats semblent être en adéquation avec le fait que ce type de sous-couche est moins sujet à se déformer par rumpling de par entre autres leur meilleur résistance au fluage [11], [154].

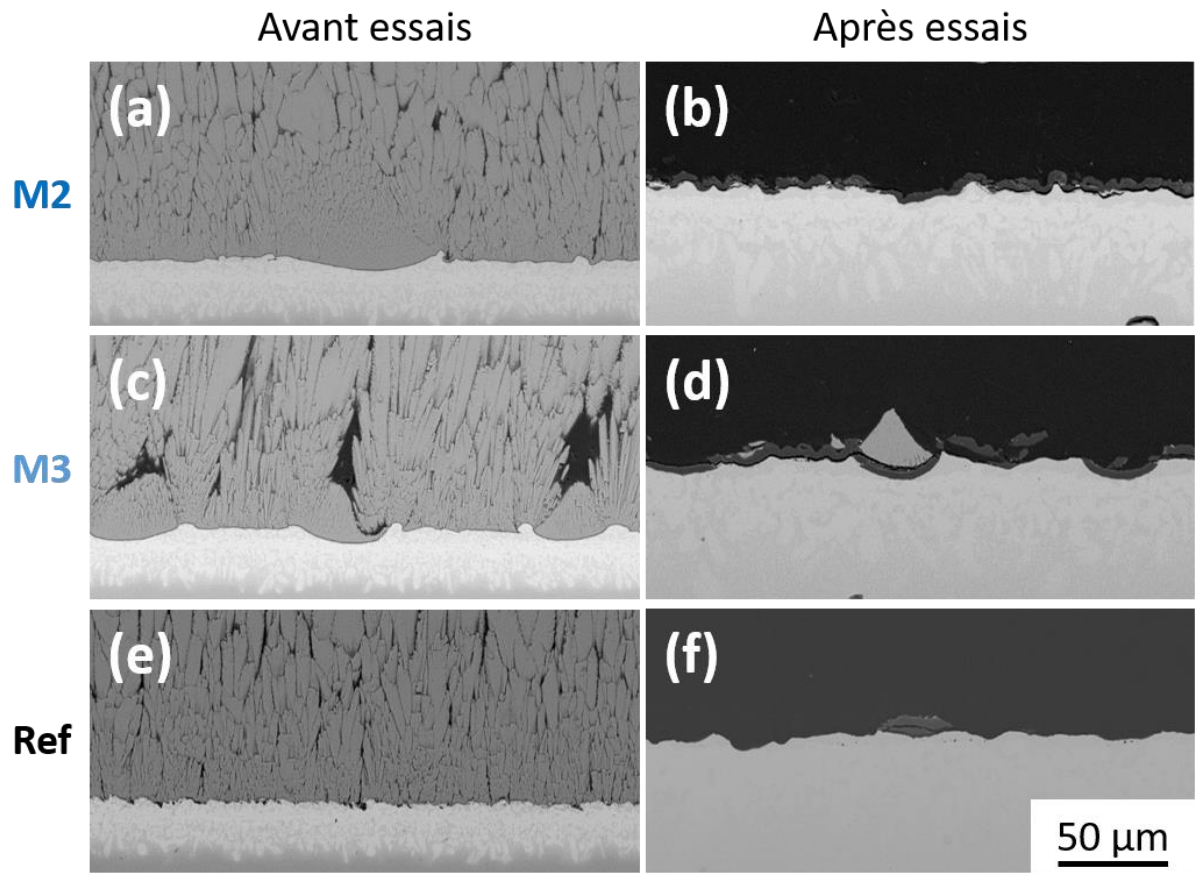


*figure 112 - Surfaces exemptes de toutes sollicitations (a) M2, (c) M3 et (e) de référence, comparés aux surfaces déformées après cyclage thermique (b) M2, (d) M3 et (f) de référence*

En outre, la géométrie des bourrelets de matière est aussi un autre marqueur du fait que la sous-couche d'accroche flue au cours des essais, se déformant ainsi plastiquement. En effet, comme l'illustre la figure 113 pour certains motifs, il s'avère que les bourrelets de matière peuvent quasiment disparaître (cas des morphologies M1 et M4). Il semblerait même que la surface devienne lisse en cours de cyclage. A l'inverse, bien que leur géométrie ait évolué, les bourrelets de matière de la morphologie M7 subsistent encore malgré les sept cents cycles effectués par l'échantillon.

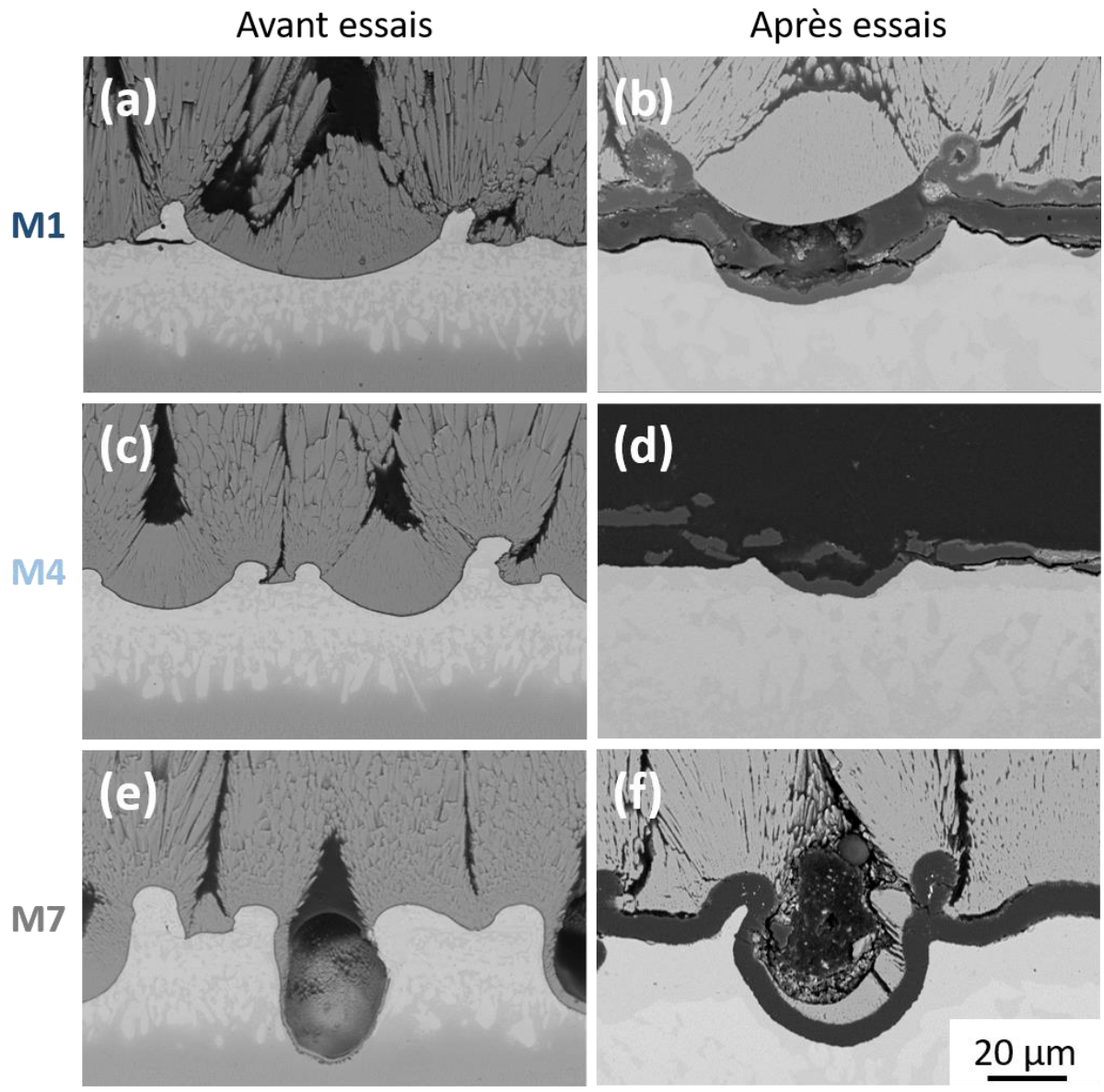


*figure 113 - Bourrelets de matière intacts avant essais (a) M1, (c) M4 et (e) M7, comparés aux bourrelets de matière dégradés après cyclage thermique (b) M1, (d) M4 et (f) M7*

À travers ces observations, il est possible de remarquer que seule la morphologie de type M7 tend à se distinguer des autres cas de par l'interdiffusion marquée de la sous-couche vers le substrat et du fait que seuls les bourrelets de matière demeurent présents après cyclage thermique.

### 2.1.4 Porosité de type Kirkendall

Des pores de type Kirkendall, localisés dans la zone d'interdiffusion entre la sous-couche et le superalliage, ont systématiquement pu être observés (figure 114).

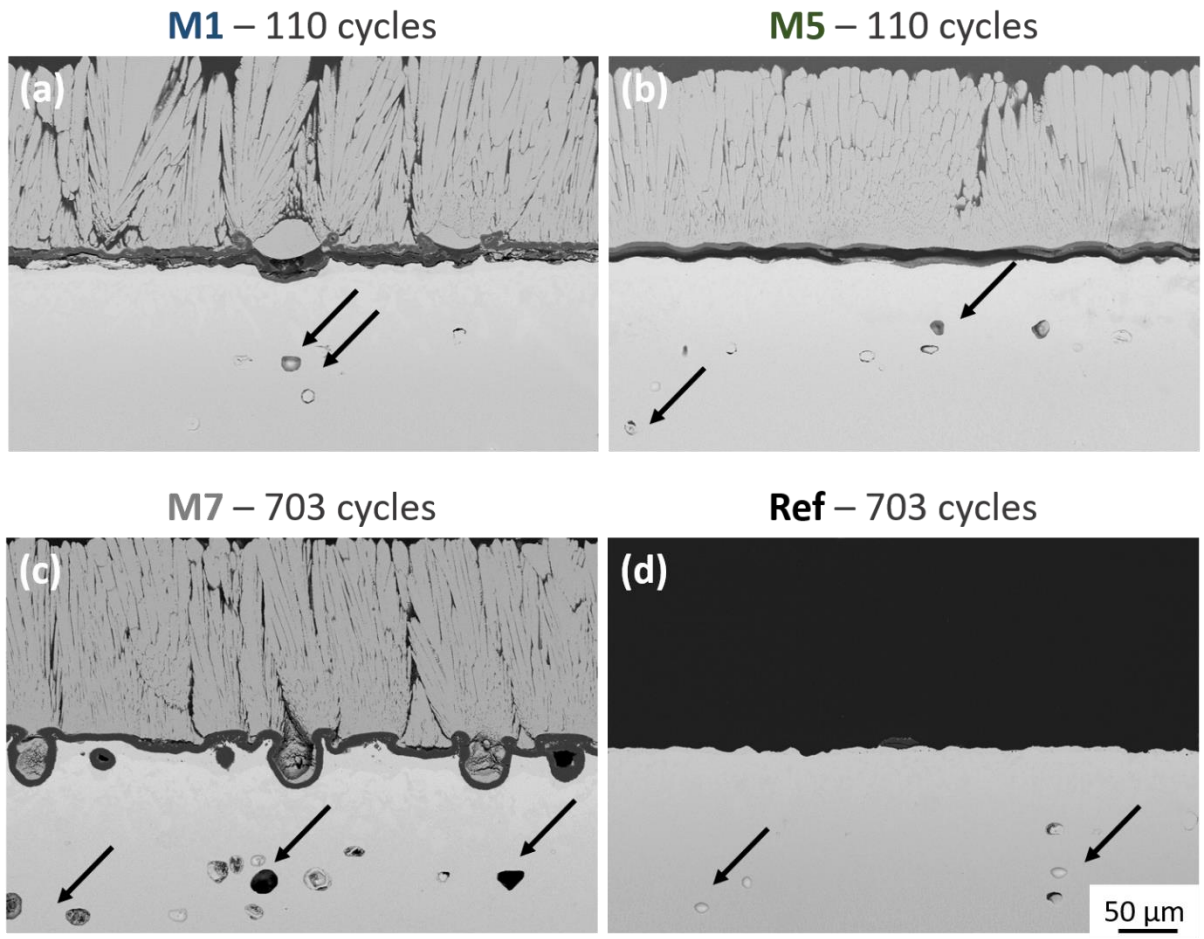


*figure 114 - Pores de type Kirkendall mis en évidence par les flèches noires et observés au niveau de la zone d'interdiffusion des configurations (a) M1, (b) M5, (c) M7 et (d) de référence*

Le tableau 19 présente la densité surfacique estimée de ces pores en fonction de la durée de vie à l'écaillage des différentes configurations considérées. Ces estimations ont été effectuées à partir d'au moins six micrographies MEB et la surface prise en compte s'étend de plus de 200 µm de l'interface TGO/SC vers le cœur du superalliage. Un des premiers résultats flagrant est que pour une même tenue à l'écaillage, le taux de pores de la morphologie M7 est deux fois supérieur à celui du système BT de référence. De plus, les configurations alliant à la fois des surfaces texturées et sablées (M1S, M6S et M7S) présentent un taux de pores relativement élevé pour des durées de vie proches des autres configurations écaillées prématurément.

*tableau 19 - Densité surfacique de pores de type Kirkendall estimée en fonction de la durée de vie à l'écaillage des différentes configurations évaluées*

| Motifs | Nombre de cycles de l'échantillon | Densité surfacique de pores ($mm^{-2}$) |
|---|---|---|
| **M1** | 110 | 48 +/- 12 |
| **M1S** | 77 | 63 +/- 7 |
| **M2** | 73 | 34 +/- 14 |
| **M3** | 110 | 51 +/- 28 |
| **M4** | 94 | 64 +/- 21 |
| **M5** | 110 | 50 +/- 15 |
| **M6** | 57 | 51 +/- 19 |
| **M6S** | 239 | 76 +/- 10 |
| **M7** | 703 | **96 +/- 21** |
| **M7S** | 190 | 71 +/- 17 |
| **Ref** | 703 | **48 +/- 19** |

Pour compléter de telles analyses, la distribution en taille des pores a également été soigneusement mesurée (figure 115). Dans la quasi-totalité des cas, les pores mesurent entre 5 et 20 µm de diamètre avec un maximum compris entre 10 et 15 µm. Des pores plus volumineux ont surtout été observés pour trois morphologies de surface : M7, M7S et Ref.

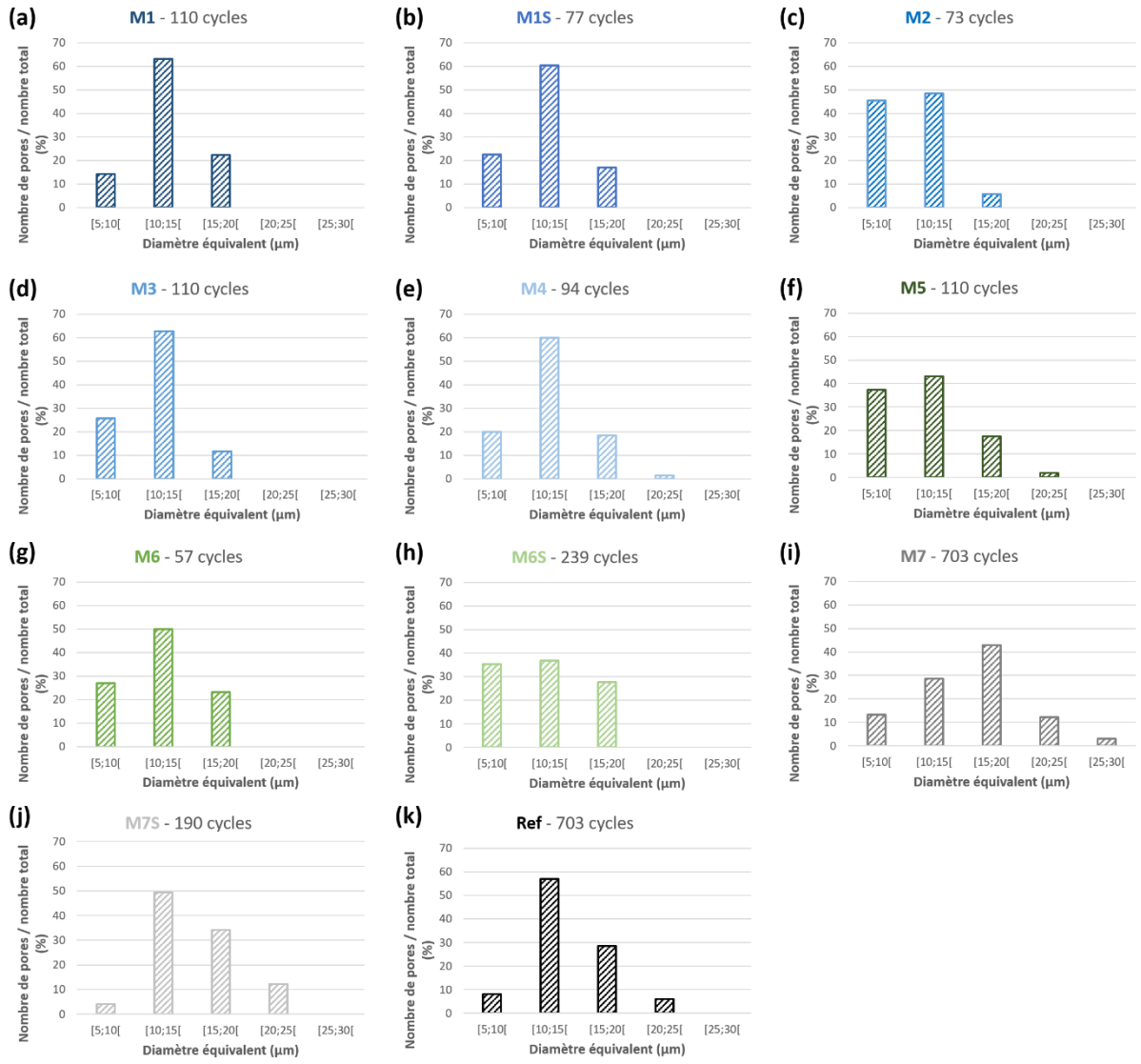


*figure 115 - Distribution de la quantité de pores de type Kirkendall en fonction de leur diamètre équivalent mesuré pour toutes les morphologies testées : (a) M1, (b) M2, (c) M1S, (d) M3, (e) M4, (f) M5, (g) M6, (h) M6S, (i) M7, (j) M7S et (k) référence*

Il est légitime de s'attendre alors à ce que le nombre de pores ainsi que leur taille augmentent avec le nombre de cycles passés à 1150°C. En effet, plus un échantillon est exposé à haute température, plus les mécanismes couplés d'interdiffusion et d'oxydation ont le temps de se mettre en place, laissant ainsi aux lacunes le temps de se condenser pour former plus de pores plus volumineux dans la zone d'interdiffusion. Ceci est en bon accord avec les résultats de thèse de P. Audigié qui montrent que la localisation de ces pores suit le front de diffusion du platine [136].

Ainsi, au regard des différentes évolutions notifiées, tels que la croissance d'oxydes de natures différentes, la taille de ces différentes couches d'oxydes, l'avancement de l'interdiffusion de la sous-couche γ/γ' vers le superalliage ou encore la proportion de pores de type Kirkendall, il est pertinent de croire que les cinétiques d'oxydation entre les divers systèmes barrières thermiques étudiés diffèrent. Pour vérifier ces hypothèses, des analyses thermogravimétriques apparaissent alors nécessaires.

## 2.2 Evaluation des cinétiques d'oxydation lors d'expositions isothermes

Dans l'optique d'expliquer pourquoi telles ou telles morphologies de surface ont engendré des écaillages prématurés lors des essais d'oxydation cyclique, des analyses thermogravimétriques ont donc été réalisées.

De par la complexité de la morphologie de surface après texturation, il a d'abord été choisi d'analyser les données de prises de masse brutes, sans correction des surfaces oxydées. L'évolution de la masse de quatre échantillons différents exposés pendant 100h à 1150°C est présentée figure 116. Il est possible de remarquer qu'indépendamment de la prise en compte de la morphologie de surface, les prises de masse des échantillons M1, M7 et Ref sont similaires. À contrario, celle de l'échantillon M5 est divisée par un facteur 2. Ceci est révélateur du fait que la couche d'oxyde se développe moins rapidement sur la morphologie de surface M5. Or, il s'avère que cette morphologie est composée de motifs de type quadrillage, l'intégralité de la surface a donc été impactée, affectée par la texturation laser. En effet, la totalité de l'extrême surface de ce pion est composée de matière fondue qui s'est re-solidifiée.

Ces résultats mettent en avant le fait que le traitement laser altère probablement la chimie en extrême surface des matériaux (et ce d'autant plus dans les zones dites fondues), ce qui modifie les cinétiques de croissance et la nature des oxydes. En effet, bien que la surface développée du motif M5 soit plus grande que celle de l'échantillon de référence, sa prise de masse est plus faible.

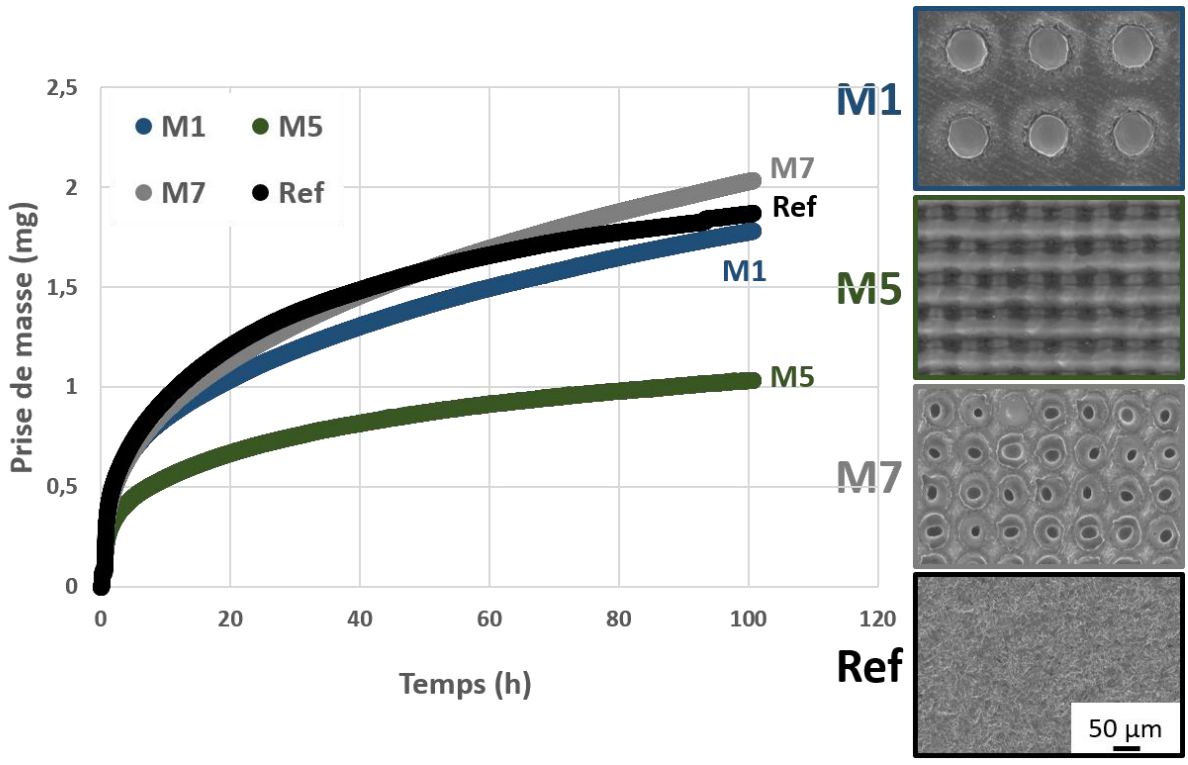


*figure 116 - Evolution de la prise de masse des échantillons analysés en fonction du temps*

La figure 117 présente la prise de masse relative qui prend en compte la topographie de surface, en fonction du temps. Les coefficients de cinétique parabolique $k_p$, mesurés à partir de ces courbes, sont donnés dans le tableau 20. Or, ces résultats sont à prendre avec prudence car ils sont fortement dépendants de la manière d'estimer la surface développée des échantillons (calcul décrit dans l'annexe 4) [176]. Pour le cas des morphologies de type trous, les surfaces déployées au niveau des motifs ont pu être approximées à l'aide de géométries simples (parties d'ellipses). En revanche, l'approximation des morphologies de type quadrillage s'avère être plus délicate et des erreurs peuvent davantage être commises. Cependant en prenant compte l'incertitude sur la détermination de la surface déployée, la prise de masse relative de cet échantillon (M5) est comprise entre la courbe M5 pointillée (surface supposée plane comme pour l'échantillon de référence) et la courbe pleine (surface approximée).

Par ailleurs, les écarts types au niveau des coefficients de cinétique parabolique $k_p$ des morphologies texturées, donnés dans le tableau 20, prennent donc en compte les valeurs obtenues pour des surfaces supposées planes et celles approximées. De plus, la rugosité de la surface de référence, contrôlée par sablage, n'a pas été prise en compte dans cette étude. Les surfaces de cet échantillon sont supposées planes. Etant donné donc des forts écarts types, il n'est pas pertinent d'exploiter ces résultats plus en avant, pour apporter des réponses quant aux mécanismes d'oxydation intrinsèques mis en jeux.

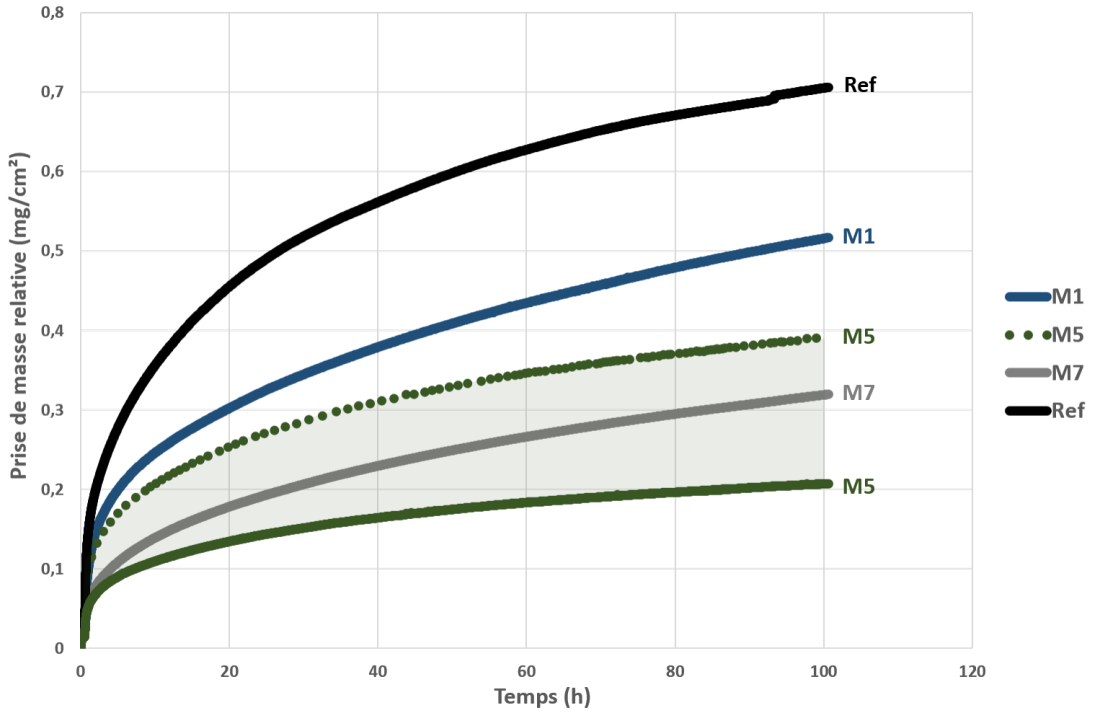


*figure 117 - Prises de masse relatives des pions texturés des motifs M1, M5, M7 et du pion de référence en fonction du temps*

*tableau 20 - Coefficients de cinétique parabolique*

| Motifs | $k_p$ moyen ($mg^2/cm^4$) | Ecarts types ($mg^2/cm^4$) |
|---|---|---|
| M1 | $1{,}73.10^{-3}$ | $+/- 6{,}30.10^{-4}$ |
| M5 | $2{,}76.10^{-4}$ | $+/- 2{,}19.10^{-4}$ |
| M7 | $1{,}81.10^{-3}$ | $+/- 1{,}80.10^{-3}$ |
| Ref | $1{,}83.10^{-3}$ | x |

Malgré ces réserves, il semblerait donc d'après ces résultats que le système barrière thermique de référence (surfaces sablées) s'oxyde bien plus rapidement que les motifs texturés. Ceci s'avère particulièrement vrai pour la morphologie M7 et celle quadrillée. De plus, il se pourrait que la durée de vie à l'écaillage des pions M7, lors des essais d'oxydation cyclique, soit liée au fait que la couche d'oxyde croît de façon relativement lente. Les contraintes de compression au sein de la TGO sont ainsi minimisées, ralentissant alors l'écaillage de la barrière thermique lors de la relaxation de ces contraintes [146]. Cependant, malgré les cinétiques d'oxydation lentes, la couche céramique déposée sur la morphologie quadrillée s'écaille de façon prématurée (cf. figure 107 et tableau 16). Il semblerait donc que la morphologie de surface contrôle à l'ordre 1, la tenue à l'écaillage lors de l'exposition à 1150°C des systèmes BT. Il en résulte ici deux principales conclusions : la texturation laser modifie les cinétiques d'oxydation des systèmes BT et une cinétique d'oxydation lente ne mène pas nécessairement à un ralentissement de l'écaillage.

Il est maintenant nécessaire de coupler l'ensemble des résultats afin de pouvoir émettre des hypothèses expliquant la propension de certaines morphologies à entrainer un écaillage des systèmes barrière thermique lors des essais d'oxydation cyclique à 1150°C.

## 2.3 Discrimination des morphologies de surface

Afin d'évaluer l'impact des morphologies de surface sur la tenue à l'écaillage des systèmes BT, des essais d'oxydation cyclique ont été effectués. Pour cela, les échantillons furent portés à 1150°C pendant une heure avant d'être refroidis pendant quinze minutes par une trempe à l'air. Ces sollicitations répétées entrainent nécessairement l'écaillage du revêtement. En effet, lors de l'exposition à haute température, l'ensemble des couches du système BT est soumis à de fortes contraintes induites par la croissance de la couche d'oxyde et la différence de coefficients de dilation thermique des différentes matériaux. L'accommodation de telles contraintes mène alors à la déformation plastique de la sous-couche et de la TGO entrainant ainsi l'écaillage progressif de la couche céramique.

Les durées de vie à l'écaillage des systèmes BT texturés et de référence ont donc été évaluées lors de ces essais. Mise à part la morphologie M7, toutes les configurations de surfaces texturées ont entrainé un écaillage prématuré du revêtement vis-à-vis du système barrière thermique dit de référence. Des durées de vie de l'ordre de 900 cycles ont dont pu être relevées dans les meilleurs des cas (configuration M7 et de référence).

Il est difficile néanmoins de comprendre de tels résultats. En effet, il était possible d'imaginer que la texturation laser renforcerait de façon significative l'ancrage mécanique des systèmes BT comme montré lors de travaux précédents, focalisés sur une BT déposée par projection plasma sur un substrat texturé [21], [106], [109]. Cependant, il est connu que l'ancrage mécanique est favorisé lorsque le contact intime entre un adhésif et son substrat est optimal, c'est-à-dire lorsque les anfractuosités du substrat sont entièrement remplies par l'adhésif. Or, comme constaté dans le chapitre 3, le dépôt d'une couche céramique par EB-PVD sur une surface texturée entraine l'apparition de plusieurs défauts induits par le phénomène d'ombrage dans la structure de la couche céramique, tels que des vides intercolonnaires importants. Il s'avère, de même que lorsque les trous sont trop profonds, les atomes de zircone peinent à les remplir. Or, la seule morphologie se trouvant avec des motifs non remplis de BT, s'avère être la morphologie M7 celle qui justement présente la durée de vie à l'écaillage la plus élevée. De même, il est légitime de se demander pourquoi les motifs sablés dont les motifs de texturation ont été annihilés par le traitement de sablage, n'ont pas les mêmes durées de vie que celles de références alors que l'ancrage mécanique devrait être similaire. Est-ce lié aux modifications chimiques induite par le traitement laser ?

Il fut alors fort intéressant de regarder à quel point les mécanismes d'endommagement, induits lors des essais de cyclage thermique, étaient similaires pour essayer de comprendre pourquoi dans certain cas l'écaillage de la couche céramique est favorisé. Pour ce faire, les évolutions de la couche d'oxyde, de la sous-couche d'accroche, de la porosité située au niveau des zones d'interdiffusion ont alors attentivement été étudiées. Des différences majeures ont été observées vis-à-vis de la croissance et de la nature des oxydes formés. Cependant par manque de données et d'analyses, il n'a pas été possible de déterminer la nature précise de ces oxydes formés ni même de comprendre pourquoi de telles dissemblances entre les configurations étudiées, existent.

La morphologie M7 est composée de motifs dont leur profondeur excède l'épaisseur initiale de la sous-couche γ/γ'. Il est cohérent alors d'observer une propension plus importante à la formation de pores de type Kirkendall ainsi qu'une aptitude accrue de la sous-couche à diffuser vers le superalliage. Ces résultats semblent en effet suggérer que pour pouvoir former une couche d'oxyde stable sur l'ensemble de la surface libre de la sous-couche, c'est-à-dire y compris au fond des motifs, il est nécessaire que l'interdiffusion des espèces chimiques, essentiellement celle de l'aluminium, soit accentuée. La contribution du superalliage va alors nécessairement être accentuée pour permettre la croissance d'une couche dense d'alumine en fond de motif. La figure 118 schématise d'ailleurs la diffusion supposée de l'aluminium au voisinage d'un motif M7. Le réservoir d'aluminium se trouve donc appauvri de façon plus importante lors de l'oxydation de telles morphologies de surface. Ce scénario explique les différences remarquées en terme d'épaisseur de la zone de déplétion, pour un même nombre de cycle, entre la morphologie M7 (et M7S) et celle de référence.

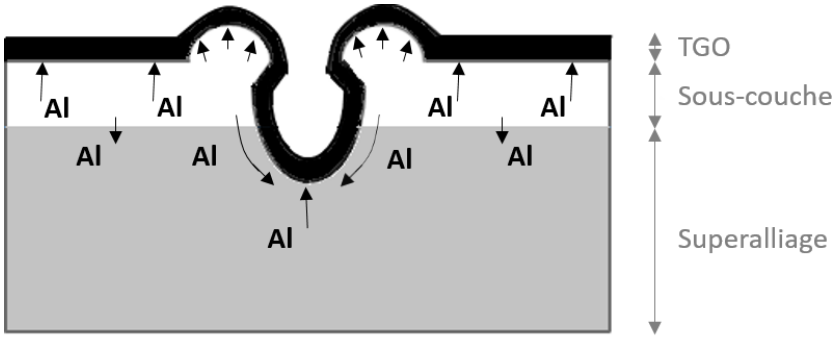


*figure 118 - Schématisation de la diffusion hypothétique de l'aluminium entre les couches du système BT dans le cas de la configuration M7*

De plus, il se pourrait également que la composition chimique des bourrelets de matière, en particulier la teneur en aluminium contenue dans les zones dites fondues, ait une influence sur les phénomènes d'interdiffusion et d'oxydation. En effet, les analyses thermogravimétriques ont mis en avant le fait que la texturation laser modifie probablement la chimie aux alentours des impacts laser (zones fondues), ralentissant la croissance de la couche d'oxyde. Il se pourrait donc que les paramètres énergétiques du laser influent sur la teneur finale en aluminium des bourrelets de matière et que ces compositions spécifiques jouent un rôle sur la croissance préférentielle de tels ou tels oxydes. Toutefois, la croissance de la TGO ne semble pas contrôler à l'ordre 1 la durée de vie à l'écaillage des systèmes BT lors des essais d'oxydation cyclique.

Cependant, ces observations et hypothèses n'expliquent toujours pas pourquoi la morphologie de surface M7 semble augmenter la durée de vie à l'écaillage du système BT. Serait-ce dû à la géométrie des bourrelets de matières de ce type de motif qui ne disparaissent pas totalement lors du fluage de la sous-couche en cours d'essais ? Les bourrelets de matière formeraient-ils des obstacles à la propagation de fissures amorcées aux interfaces ? Est-ce que les géométries formées sur les surfaces de la sous-couche imposent des contraintes trop importantes dans le revêtement qui abaisseraient les ténacités interfaciales ? Est-ce que la structure colonnaire de la couche céramique, qui s'avère être atypique due à la croissance de cette dernière sur de telles morphologies de surface, aurait plus de difficultés à accommoder les contraintes de dilatation thermique ?

Ces essais d'oxydation ont donc amené une plus grande difficulté dans la compréhension des mécanismes d'endommagement menant à l'écaillage préférentiel de certains systèmes barrières thermiques. Cependant, ils ont permis de dégager une morphologie de surface prometteuse vis-à-vis de l'augmentation de la durée de vie à l'écaillage des systèmes barrières thermiques : la morphologie M7. Afin de vérifier la pertinence de la solution technologique développée dans cette thèse, des systèmes barrières thermiques texturés suivant la morphologie M7 vont donc être testés par fatigue thermomécanique hors phase. De tels essais sont réalisés afin de se rapprocher des sollicitations vues localement par les aubes de turbines HP, en service. De plus, compte tenu des résultats obtenus, il a été choisi de développer une morphologie proche de la structure M7 mais avec des cavités de profondeur moindre (morphologie M8) afin de minimiser la formation des pores de type Kirkendal tout en gardant

des bourrelets de matière relativement similaires. Cette morphologie de surface, présentée figure 119, sera elle aussi étudiée en fatigue thermomécanique.

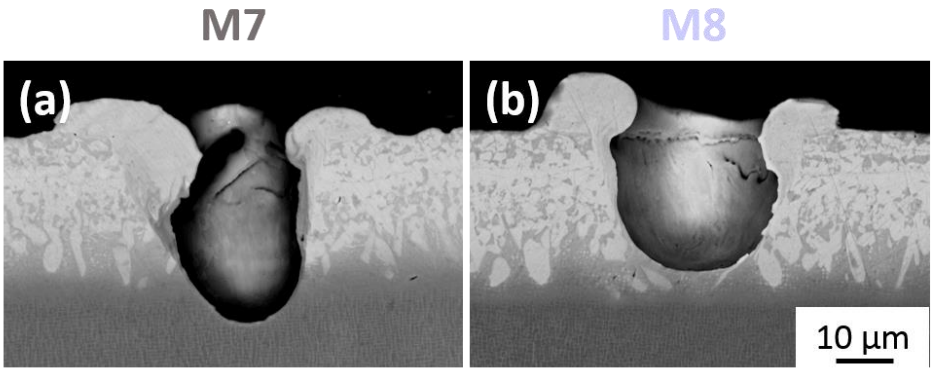


*figure 119 - Motifs texturés sur les éprouvettes testées en fatigue thermomécanique hors phase*

# 3 Durabilité des systèmes barrières thermiques texturés lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase

Des essais de fatigue thermomécanique hors phase sur des éprouvettes tubulaires refroidies ont été effectués sur le banc MAATRE avec pour objectif d'évaluer la tenue des systèmes barrières thermiques (texturés ou non) lors de sollicitations complexes proches de celles rencontrées en service. Ces essais ont pour particularité d'être à mi-chemin entre des essais standards effectués en laboratoire et des essais moteurs car les échantillons sont sollicités dans un environnement de combustion sévère. Le refroidissement interne des éprouvettes génère des gradients thermiques multiaxiaux au sein de l'éprouvette qui peuvent avoir un impact majeur sur la tenue des éprouvettes lors de tels essais ainsi que sur les mécanismes d'endommagement associés.

Pour rappel, les conditions de chargement appliquées sur les éprouvettes tubulaires lors de ces essais sont les suivantes :

- Montée en température : 60s/20°C.$s^{-1}$
- Palier chaud : 1h/-100 MPa/Tmax
- Descente en température : 60s/20°C.$s^{-1}$
- Palier froid : 30s/700 MPa/500°C

Par la suite, le terme « face amont » sera utilisé pour désigner la partie de l'éprouvette faisant face à la flamme lors des essais. À contrario, la partie opposée de l'éprouvette tubulaire sera nommée « face aval » (figure 120).

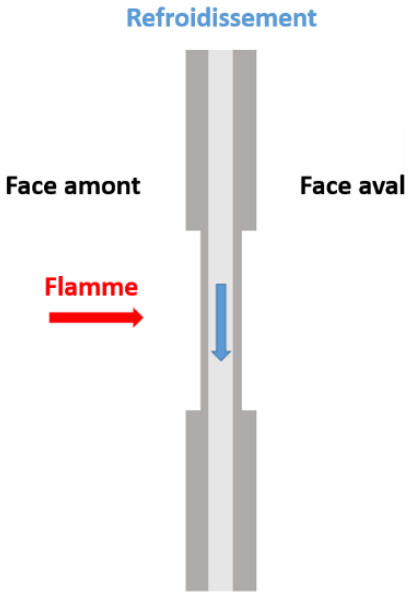


*figure 120 - Désignation des faces de l'éprouvette tubulaire en fonction de sa position dans la veine d'essais du banc MAATRE*

## 3.1 Durabilité des systèmes BT en fatigue thermomécanique sous gradients thermiques

Différentes configurations ont donc été cyclées en fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal (TGMF – *Thermal Gradient Mechanical Fatigue*), dont les durées de vie obtenues, correspondant à la rupture des éprouvettes, sont données sur le tableau 21. Dans un premier temps, il est possible de constater que la durée de vie de l'AM1 non revêtu est considérablement plus élevée que celles de tous les autres échantillons. Or dès lors que l'AM1 est revêtu, sa durée de vie chute de façon drastique en passant de 342 cycles à seulement 114 cycles. Concernant l'éprouvette de CMSX4 Plus, revêtue du système barrière thermique dit de référence, et celle dépourvue d'un quelconque revêtement, les durées de vie en TGMF sont relativement similaires. En revanche, Il semblerait que dès lors que les éprouvettes sont texturées, la durée de vie chute légèrement et ce d'autant plus pour l'éprouvette texturée de la morphologie M8. Il est essentiel néanmoins ici de noter, qu'un seul essai par configuration a été effectué lors de cette étude. Il aurait été intéressant de connaitre les dispersions associées à de tels essais afin d'évaluer à quel point la texturation laser dégrade les propriétés en TGMF. Enfin, il est surprenant de constater que l'éprouvette revêtue uniquement de la sous-couche γ/γ' ait rompue prématurément au bout d'à peine 44 cycles de fatigue thermomécanique.

*tableau 21 - Durées de vie obtenues en TGMF*

| Eprouvette | Nombre de cycles à rupture | Zone de rupture |
|---|---|---|
| CMSX4 Plus sans revêtement | 100 | Bas |
| CMSX4 Plus / SC | 44 | Bas |
| CMSX4 Plus / SC / BT – référence | 107 | Haut |
| CMSX4 Plus / SC / BT - motif M7 | 89 | Bas |
| CMSX4 Plus / SC / BT - motif M8 | 67 | Bas |
| AM1 sans revêtement | 342 | Bas - bourrelet |
| AM1 / NiAlPt / BT | 114 | Milieu |

Pour poursuivre de telles analyses, il est nécessaire de regarder comment se sont déformées les éprouvettes en cours d'essais. Dans un premier temps, la déformation plastique de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC / BT – référence » lors des trois premiers cycles de TGMF est donnée en guise d'exemple sur la figure 121. Les éprouvettes tubulaires se déforment en compression lors des paliers chauds des cycles de TGMF. Malheureusement, seule la déformation plastique, lors de ces paliers de température stabilisée, a pu être mesurée. Il s'avère effectivement compliqué de déterminer les déformations plastiques induites par les passages en traction imposés à basse température (500°C) de par les vitesses élevées de transition thermique, fixées lors des étapes transitoires.

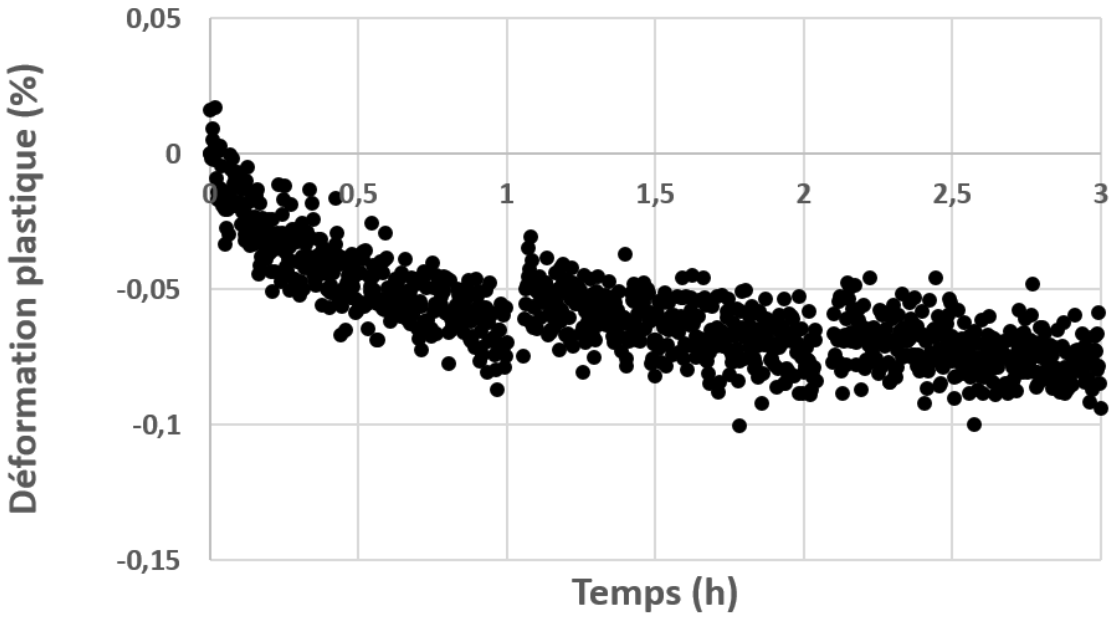


*figure 121 - Déformation plastique à Tmax de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC / BT – référence » lors des trois premiers cycles des essais de TGMF*

Ensuite, les déformations plastiques mesurées en fonction du temps de cyclage sont exposées sur la figure 122. Lors de ces essais, la mesure de déformation par suivi de marqueurs fut délicate. En effet, les marqueurs, essentiellement les disques platines déposés sur les éprouvettes dépourvues de la couche céramique, se sont détériorés en cours d'essais. Les déformations plastiques mesurées sont donc à prendre avec précaution mais vont permettre de comparer les éprouvettes entre elles. Dès lors que la mesure de déformation plastique par suivi de marqueurs fut impossible, par la perte précoce des marqueurs, la déformation plastique fut estimée par les déplacements du vérin, ce qui s'avère être le cas ici pour les éprouvettes « CMSX4 Plus / SC » et « AM1 sans revêtement ».

Au regard de la figure 122, il s'avère donc que les éprouvettes d'AM1 fluent lors des paliers de compression à chaud, de façon bien plus rapide que les éprouvettes en CMSX4 Plus. En effet, ces dernières se déforment plastiquement de moins de 0,5% à la fin des essais. Le fait que l'AM1 fluent davantage que le CMSX4 Plus dans ces conditions de chargement était attendu. En effet, la tenue au fluage est contrôlée, entre autre, par la stabilité des précipités γ' à haute température (capacité de l'alliage à garder un fort taux de précipités) et la température de solvus. Il s'avère que le CMSX4 Plus, doté d'un fort taux de rhénium (élément renforçant la matrice) et un fort taux de Al+Ti+Ta, est pourvu d'une plus grande fraction volumique de précipités (voir étude annexe 3) et que ce dernier présente une microstructure plus stable à haute température [11], [177], [178].

En outre, mise à part l'éprouvette revêtue seulement de la sous-couche γ/γ', il est difficile de comparer les éprouvettes en CMSX4 Plus entre elles car elles semblent toutes se déformer de façon similaire. La courbe de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC » est néanmoins surprenante car elle semble se déformer en traction contrairement à toutes les autres qui se déforment en compression. Il est donc délicat ici de définir précisément si cette courbe correspond réellement au comportement de l'éprouvette ou si elle souligne les difficultés rencontrées dans la mesure des déformations plastiques lors des essais de TGMF.

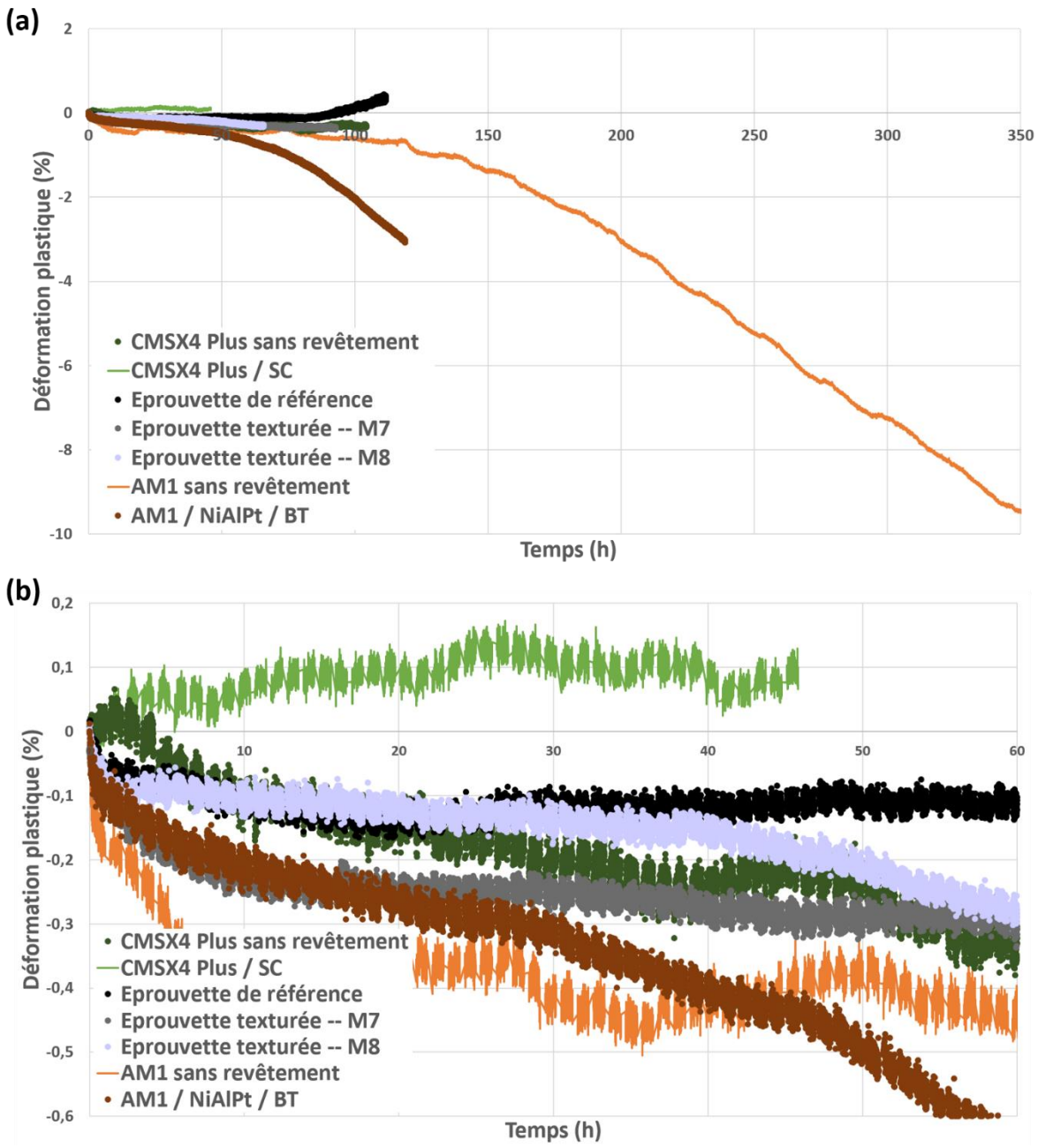


*figure 122 - Déformations plastiques des éprouvettes tubulaires en fonction du temps d'essai*

Il est à présent nécessaire d'étudier les mécanismes d'endommagement induits par de telles sollicitations pour comprendre les propriétés en TGMF des différentes configurations.

## 3.2 Mécanismes d'endommagement lors des essais de TGMF

### 3.2.1 Déformations macroscopiques des éprouvettes tubulaires

Dans un premier temps, il est important de s'intéresser aux déformations macroscopiques des éprouvettes de TGMF. Au regard de la figure 123, des comportements totalement différents ont pu être notés entre les éprouvettes composées d'AM1 et celles en CMSX4 Plus. En effet,

les éprouvettes en AM1, se sont déformées considérablement par fluage lors des paliers chauds des cycles de TGMF, ce qui a engendré une concentration de la déformation de compression (bourrelet, collerette, mise en tonneau) au niveau du point chaud des éprouvettes (flèches noires sur les figures 123.c et 123.d). D'ailleurs, il s'avère que l'éprouvette en AM1 non revêtue s'est rompue au niveau de cette zone fortement déformée. En revanche, les éprouvettes de CMSX4 Plus ne semblent pas, quant à elles, avoir flué de façon significative car la géométrie des éprouvettes, quelle que soit la configuration considérée, reste proche de son état initial. Pour résumer, la figure 124 illustre la différence de comportement macroscopique en TGMF, avec localisation de la déformation pour l'AM1, alors que la déformation reste plus homogène pour le CMSX4 plus, de par sa meilleure résistance au fluage dans ces conditions.

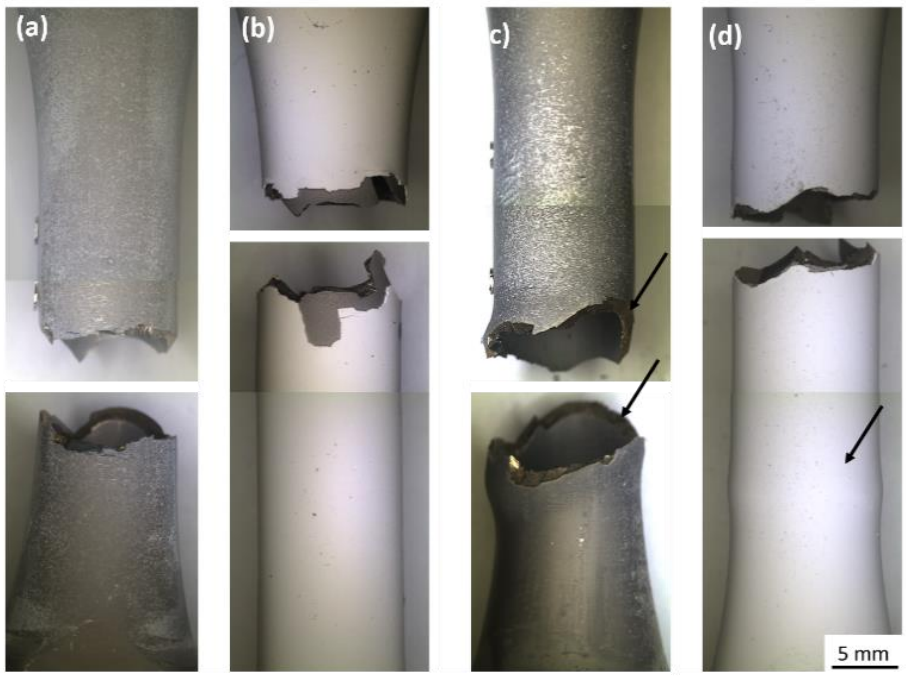


*figure 123 - Eprouvettes tubulaires rompues après essais de fatigue thermomécanique : (a) « CMSX4 Plus sans revêtement », (b) « CMSX4 Plus / SC / BT », (c) « AM1 sans revêtement » et (d) « AM1 / NiAlPt / BT ». Les flèches indiquent les zones avec une concentration de la déformation de compression*

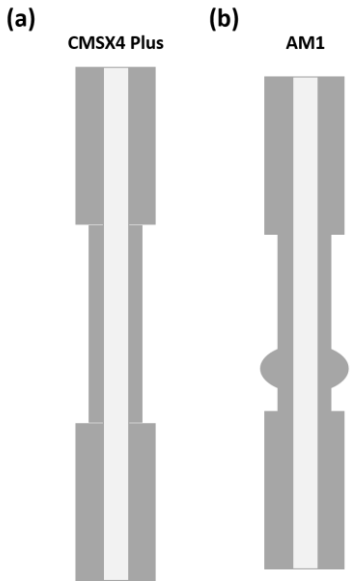


*figure 124 - Déformées macroscopiques typiques des éprouvettes en fonction des superalliages considérés : (a) CMSX4 Plus, (b) AM1*

Il est à présent intéressant de s'intéresser aux évolutions microstructurales induites lors de ces sollicitations complexes sous environnement sévère, afin de comparer les éprouvettes entre elles, toujours dans l'idée de comprendre les durées de vie obtenues en TGMF.

### 3.2.2 Evolutions microstructurales au sein des éprouvettes tubulaires

Une des principales caractéristiques de ces essais de fatigue thermomécanique avec gradient thermique pariétal réside dans les différences de mécanismes d'endommagement rencontrés au niveau des faces amont et aval des éprouvettes tubulaires.

En effet, des dégradations microstructurales au cœur du superalliage franchement différentes sont observées, entre ces deux parties de l'éprouvette. La figure 125 donne en exemple les dégradations microstructurales observées au sein de l'éprouvette de référence (CMSX4 Plus / SC / BT) induites par les sollicitations de fatigue thermomécanique. La face amont de cette éprouvette est marquée par le grossissement et la coalescence des précipités γ' couplés avec un élargissement des couloirs de matrice. Les précipités en face aval, ont, quant à eux, gardé une forme cuboïdale relativement régulière. Des réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' sont également observés au niveau de la face amont de l'éprouvette. Il est possible également de noter une tendance à former des radeaux verticaux sur la face amont de l'éprouvette dans la zone observée, ce qui semble, à priori, en accord avec le fait qu'une sollicitation de compression soit appliquée à Tmax.

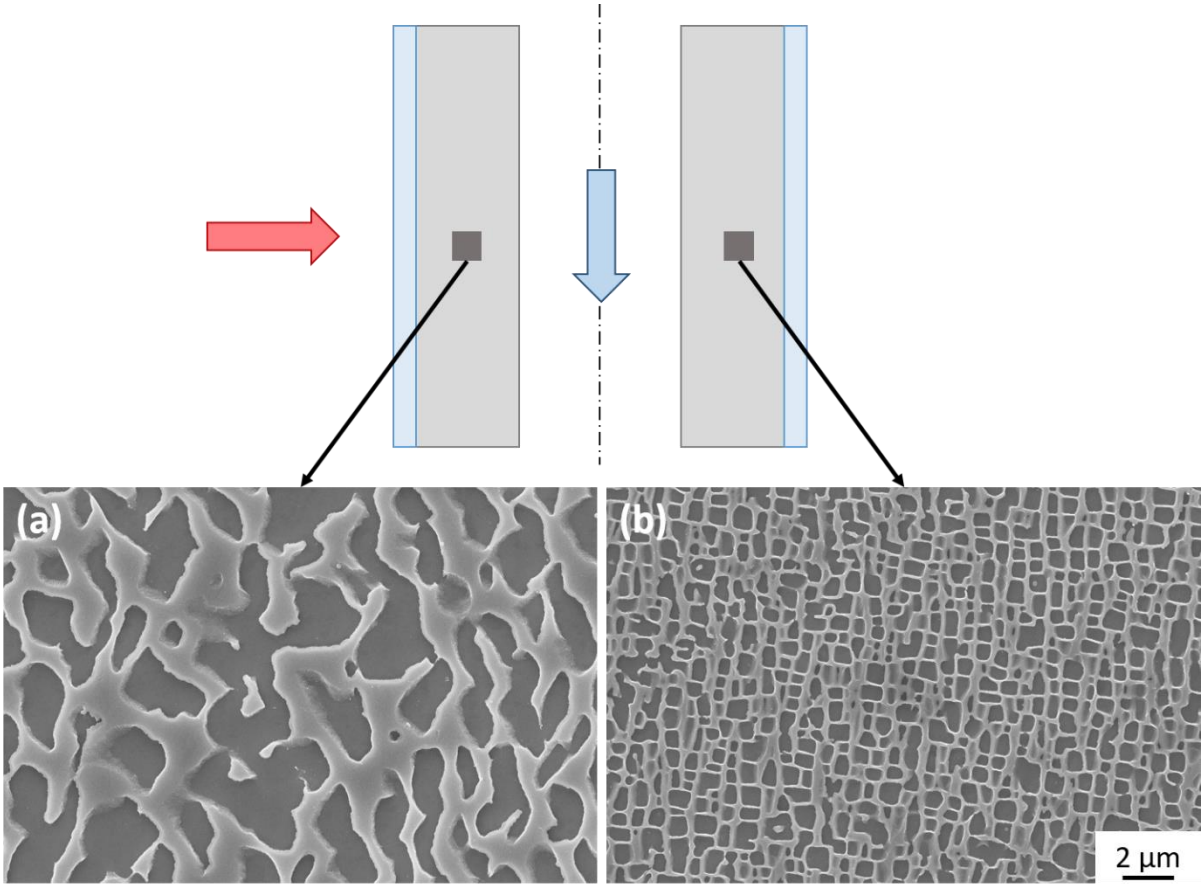


*figure 125 - Microstructure de CMSX4 Plus observée sur (a) la face amont et (b) la face aval de l'éprouvette sablée de référence*

Ces différences microstructurales reflètent bien le fait que les sollicitations thermiques appliquées diffèrent sur tout le diamètre de l'éprouvette et que ces essais sont donc bel et bien des essais sur « structure » de par les gradients thermiques rencontrés. D'ailleurs, lors des étapes de calibration thermique effectuées sur une éprouvette revêtue, étapes expliquées dans l'annexe 2, des différences de microstructures au sein de l'alliage, entre le haut et le bas de l'éprouvette, ont également été constatées. Le refroidissement interne de l'éprouvette (se faisant du haut vers le bas) génère alors nécessairement un gradient thermique le long de la partie utile de l'éprouvette en plus du gradient pariétal. Ces gradients thermiques engendrent alors un gradient de microstructures sur toute l'éprouvette de par l'hétérogénéité des champs mécaniques locaux, pouvant avoir une influence sur les propriétés mécaniques de cette dernière.

Nécessairement, le gradient de contraintes thermiques au niveau de l'éprouvette entraine également des différences de cinétiques de croissance de la couche d'oxyde et de mécanismes d'interdiffusion, entre la sous-couche et le superalliage (qui diffèrent entre l'amont et l'aval). Les différences observées en termes d'épaisseur de la couche d'oxyde et de microstructure de la sous-couche γ/γ', entre les faces amont et aval, de l'éprouvette M7 sont données en guise d'exemple sur la figure 126. La couche d'alumine α est clairement plus épaisse en face amont (~4,5 µm) qu'en face aval (~2,1 µm). Les cinétiques de diffusion des espèces chimiques sont alors favorisées pour alimenter cette couche d'oxyde en aluminium à l'amont, de par les plus

hautes températures vues localement. Par conséquent, la zone de déplétion, caractérisée par une microstructure monophasée γ, au sein de la sous-couche d'accroche est également plus importante en face amont (figure 126.c à comparer avec la figure 126.d). Le tableau 22 présente les épaisseurs des couches d'oxydes mesurées sur les faces amont et aval de toutes les éprouvettes revêtues d'un système BT complet. Comme attendu, l'épaisseur de la TGO en amont est systématiquement plus grande qu'en face aval. Néanmoins, malgré le nombre de cycles plus important supporté par l'éprouvette «  AM1 / NiAlPt / BT », les couches d'oxydes restent les moins épaisses, ce qui pourrait refléter le fait que les cinétiques de croissance de la TGO sont plus lentes lors de l'oxydation d'une sous-couche NiAlPt comparativement à une sous-couche γ/γ'.

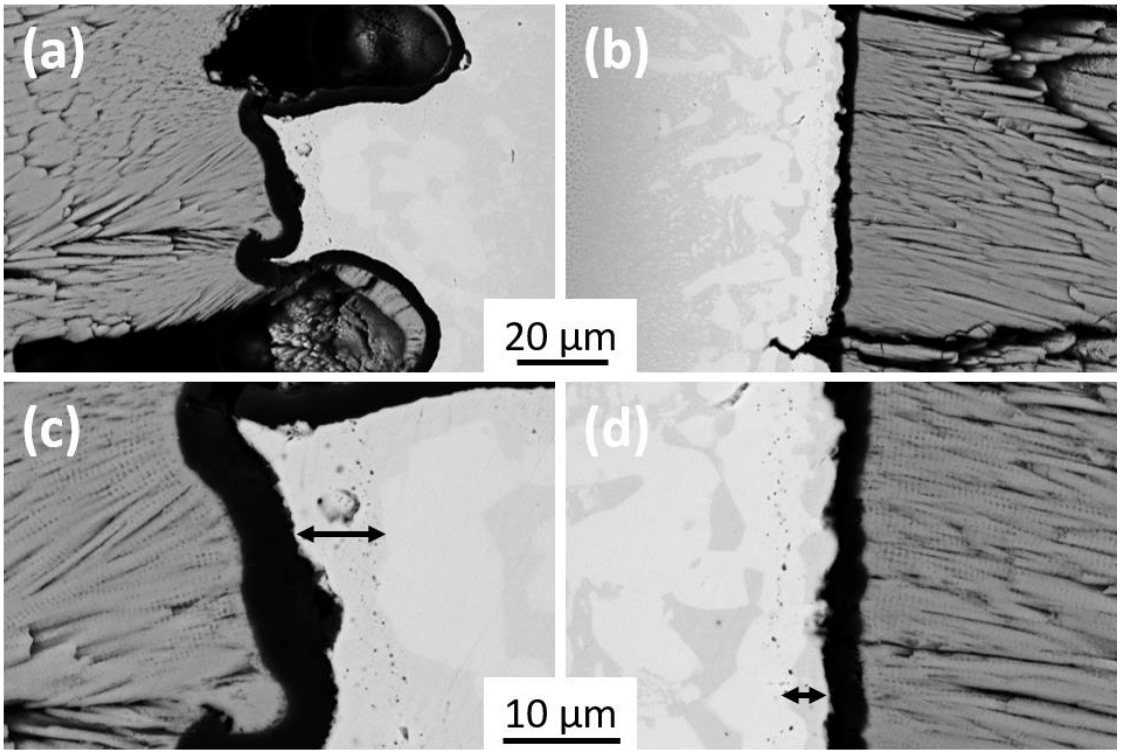


*figure 126 - TGO observée à plusieurs grossissements sur les faces amont ((a) et (c)) et aval ((b) et (d)) de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC / BT – motif M7 ». Les flèches noires marquent les zones de déplétion en précipités γ'*

*tableau 22 - Epaisseurs de TGO mesurées en face amont et aval des éprouvettes tubulaires*

| Eprouvette | Nombre de cycles | Epaisseur TGO (µm) | |
|---|---|---|---|
| | | Amont | Aval |
| CMSX4 Plus / SC / BT - référence | 107 | écaillé | 2,4 +/- 0,6 |
| CMSX4 Plus / SC / BT - motif M7 | 89 | 4,5 +/- 0,8 | 2,1 +/- 0,5 |
| CMSX4 Plus / SC / BT - motif M8 | 67 | 4,7 +/- 0,8 | 1,4 +/- 0,4 |
| AM1 / NiAlPt / BT | 114 | 3,4 +/- 0,9 | 1,3 +/- 0,2 |

La figure 127 présente, à plusieurs grossissements, la face amont et aval de l'éprouvette seulement revêtue de la sous-couche γ/γ'. Il semblerait qu'en face aval, des mécanismes de recristallisation (flèches blanches sur les figures 127.b et 127.c), au niveau de la zone d'interdiffusion entre la sous-couche d'accroche et le superalliage, soient amorcés. En revanche, de tels mécanismes n'ont pas été observés en face amont. A partir de ces constats, il est pertinent alors de se demander pourquoi ces mécanismes apparaissent seulement en face aval, là où la température est la plus faible ? Cette recristallisation serait-elle favorisée par les contraintes appliquées dans cette partie de l'éprouvette et ce à de plus basses températures ?

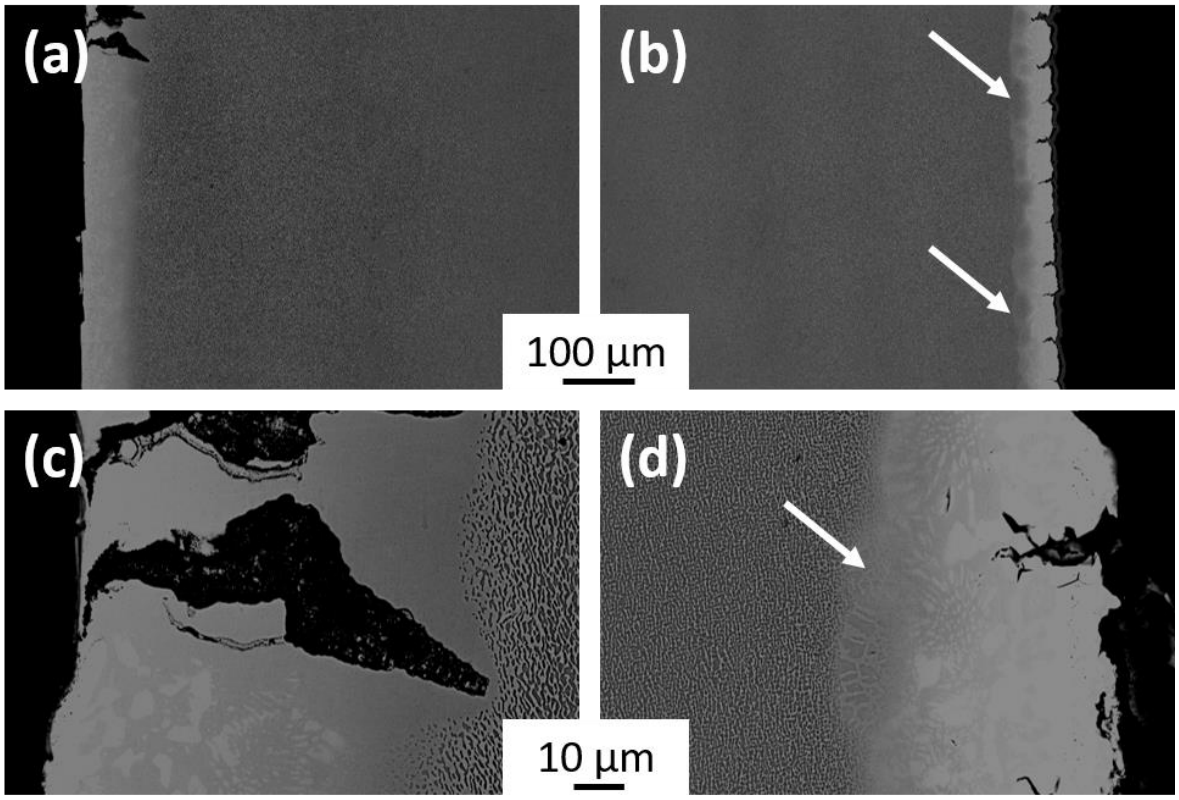


*figure 127 - Sous-couche γ/γ' observée à plusieurs grossissements sur les faces amont ((a) et (c)) et aval ((b) et (d)) de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC »*

Enfin toujours au regard de la figure 127, il est possible d'observer des mécanismes de fissurations (fissures amorcées depuis les surfaces externes) différents entre les faces amont et aval de l'éprouvette considérée. Il est judicieux de se demander alors si de telles disparités de contraintes appliquées en face amont et aval peuvent avoir une influence sur les mécanismes de fissurations des éprouvettes.

### 3.2.3 Mécanismes de fissuration

Il semble assez clairement établi d'après la partie précédente que les mécanismes de fissuration diffèrent entre les faces amont et aval des éprouvettes tubulaires. Il est possible au regard des faciès de rupture donnés figure 128, de vérifier cette tendance. En effet, il est facile

dans un premier temps de distinguer, quelle que soit la configuration considérée, la face de l'éprouvette qui fut exposée à la flamme car elle présente une zone oxydée marquée par sa couleur bleue, résultant d'un amorçage de fissures systématique.

Deux scénarios de fissuration différents (illustrés par la figure 129) se dégagent ici. Dans un premier temps, il est possible de constater sur les éprouvettes non revêtues ainsi que sur celle en AM1 revêtue, que les fissures amorcées en face amont, qui s'avèrent donc être assistées par oxydation, se sont propagées sur toute l'épaisseur des éprouvettes (figures 128.e, 128.f et 128.g). À contrario, pour les éprouvettes en CMSX4 Plus revêtues, il semblerait que ces fissures ne se soient pas propagées sur toute l'épaisseur des éprouvettes, elles présentent, en revanche, une longueur déployée plus grande. Ces résultats suggèrent que le revêtement γ/γ' modifie le mode d'endommagement, avec probablement un endommagement plus distribué sur la longueur de la partie utile.

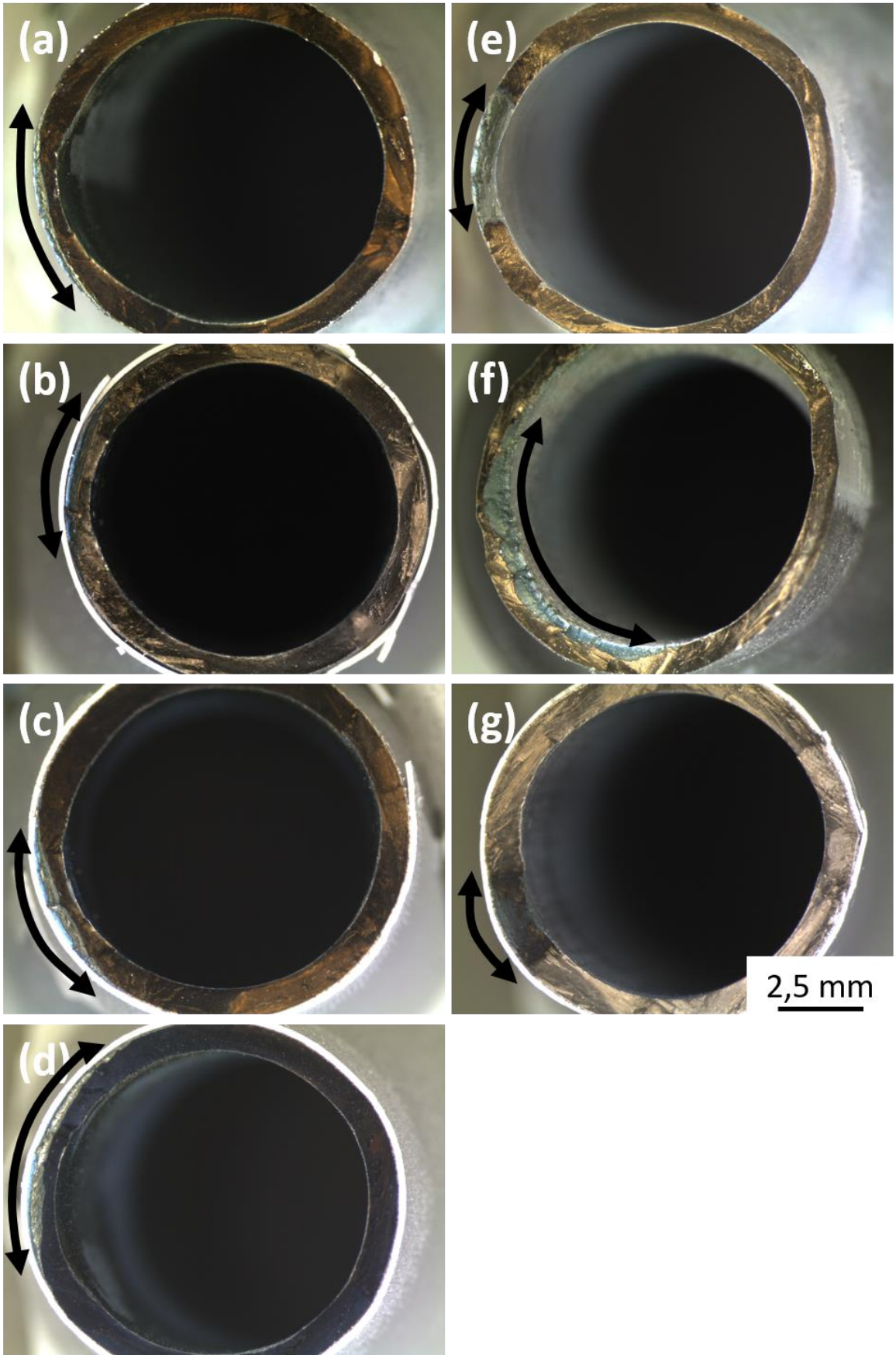


*figure 128 - Faciès de rupture des éprouvettes de TGMF : (a) « CMSX4 Plus / SC », (b) « CMSX4 Plus / SC / BT », (c) « CMSX4 Plus / SC / BT – motif M7 », (d) « CMSX4 Plus / SC / BT – motif M8 », (e) « CMSX4 Plus sans revêtement », (f) « AM1 sans revêtement » et (g) « AM1 / NiAlPt / BT » - Les flèches noires soulignent les zones fissurées en face amont*

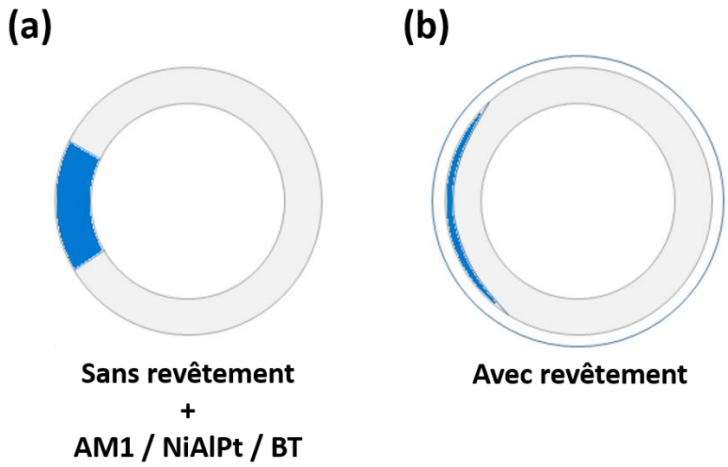


*figure 129 - Schématisation des mécanismes d'oxydation en fonction du fait que les éprouvettes soient revêtues ou non*

Les fissures menant à la rupture des éprouvettes en TGMF semblent donc systématiquement être amorcées en face amont depuis la surface extérieure de l'éprouvette et sont assistées par oxydation. Ceci est vrai sauf pour l'éprouvette en AM1 non revêtue où les fissures sont parties de la surface interne du tube au niveau même du bourrelet de matière généré par le fluage du superalliage (figures 130.g et 130.h). Le fluage de l'éprouvette en AM1 a d'ailleurs entrainé une perte de coaxialité conséquente de cette dernière (figure 130.f).

Enfin, lors de ces expertises, il a été constaté dans le cas du CMSX4 Plus sans revêtement que les fissures menant à la rupture de l'éprouvette s'amorcent au niveau de pores proches de l'extrême surface externe de l'éprouvette (figures 130.c et 130figure 130.e).

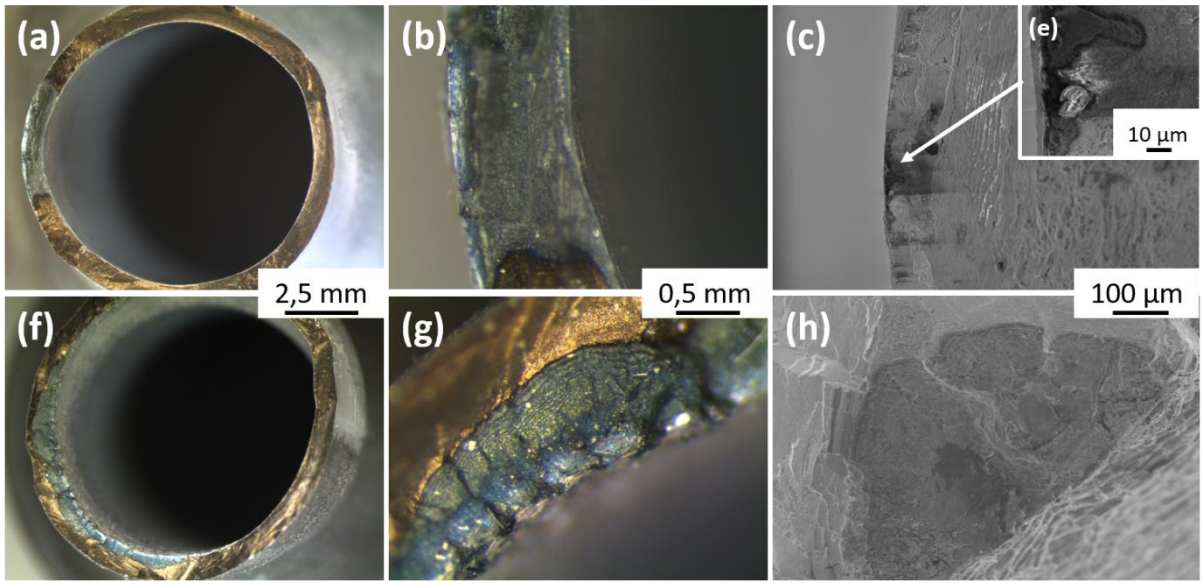


*figure 130 - Faciès de rupture à plusieurs grossissements des éprouvettes non revêtues en CMSX4 Plus ((a) et (b)) et en AM1 ((f) et (g)) et micrographies MEB des zones d'amorçage sur les éprouvettes non revêtues en CMSX4 Plus ((c) et (e)) et en AM1 ((h))*

Au regard de la figure 131 qui présente, en guise d'exemples des fissures en face amont, proches des zones de rupture des éprouvettes en CMSX4 Plus (avec ou sans revêtement), il est possible d'intuiter que ces fissures s'amorcent en mode I, s'ouvrent de façon cycliques lors des phases de traction et s'oxydent lors des paliers chauds des cycles de TGMF. En effet, ces fissures semblent dans un premier temps s'ouvrir perpendiculairement à l'axe de sollicitation avant de bifurquer vers le cœur du superalliage (figures 131.a et 131.c). De plus, les multiples fissures secondaires (flèches blanches sur la figure 131.d) reflètent, par leur changement de direction (bifurcation) et leur oxydation, le fait qu'elles se sont nécessairement amorcées lors de différentes phases de traction.

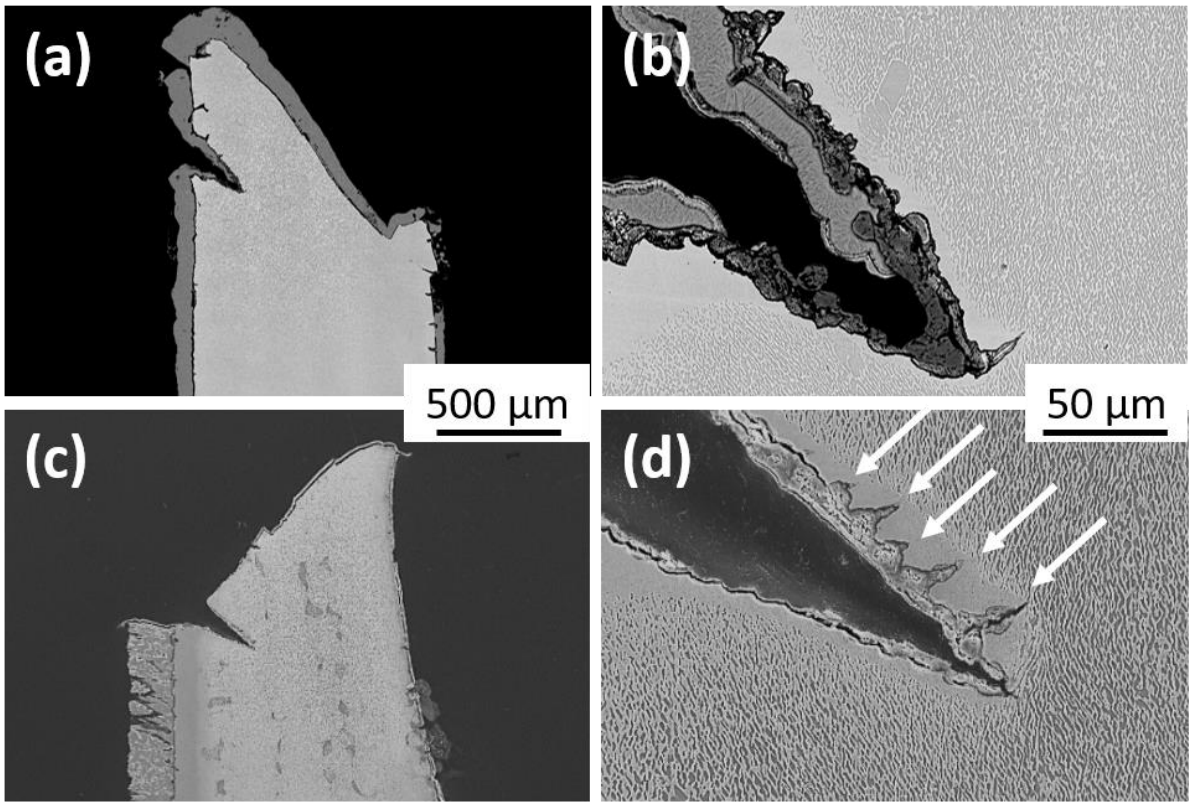


*figure 131 - Fissures observées à plusieurs grossissements, se propageant de la surface externe de l'éprouvette vers le superalliage : (a) et (b) dans le cas de l'éprouvette « CMSX4 Plus sans revêtement » ; (c) et (d) dans le cas de l'éprouvette « CMSX4 plus / SC / BT – motif M7 »*

Par ailleurs, les différences de mécanismes de fissuration rencontrés entre les faces amont et aval peuvent être révélées par les densités de fissures mesurées sur ces deux faces. Ces estimations ont été effectuées à partir de plusieurs images MEB prises le long de la partie utile des éprouvettes, sur environ 6 mm. La figure 132 présente un exemple de reconstitution des faces amont et aval de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC », qui marque bien les disparités décrites, entre ces deux parties de l'éprouvette. En effet, il est évident, dans ce cas, que la densité de fissures en face aval est bien plus importante que celle en face amont pour l'éprouvette revêtue uniquement de la sous-couche γ/γ'. Il est aussi intéressant de remarquer ici que la sous-couche γ/γ' semble peu sujette au phénomène de rumpling, ce qui semble cohérent avec une meilleure résistance intrinsèque au fluage de ce type de sous-couche.

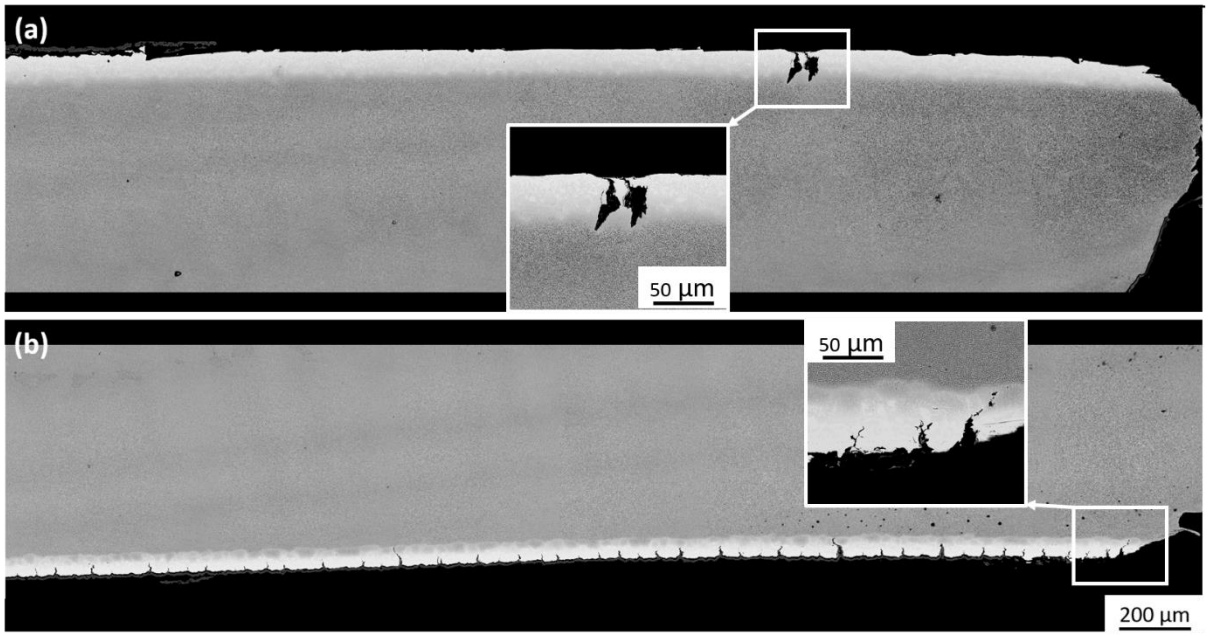


*figure 132 - Reconstitution d'une partie de la face (a) amont et (b) aval de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC »*

Les densités linéiques de fissures mesurées sur chaque éprouvette sont donc recensées dans le tableau 23. Dans un premier temps, il est possible de remarquer pour toutes les éprouvettes, sauf les deux éprouvettes composées uniquement du superalliage et l'éprouvette M8, que la densité linéique de fissures est plus élevée en face aval qu'en face amont. La densité de fissures s'avère d'ailleurs plus élevée pour toutes les éprouvettes revêtues.

Ces résultats semblent suggérer le fait que la température vue par le superalliage en face aval, est en deçà de la température de transition ductile-fragile des sous-couches d'accroche (γ/γ' et NiAlPt), favorisant l'amorçage de multiples fissures lors des phases de traction à 500°C du cycle de TGMF.

Enfin, les éprouvettes en AM1 s'avèrent être plus fissurées que leurs homologues en CMSX4 Plus ce qui est probablement révélateur du fait que ces éprouvettes cumulent davantage de déformation plastique lors des essais de TGMF.

*tableau 23 - Densités linéiques de fissures estimées en fonction du nombre de cycles effectués par les diverses configurations*

| Eprouvette | Nombre de cycles | Densité linéique de fissures ($mm^{-1}$) | |
|---|---|---|---|
| | | Amont | Aval |
| CMSX4 Plus sans revêtement | 100 | 1,5 | 0,6 |
| CMSX4 Plus / SC | 44 | 0,5 | 11,5 |
| CMSX4 Plus / SC / BT - référence | 107 | 4,0 | 5,9 |
| CMSX4 Plus / SC / BT - motif M7 | 89 | 2,8 | 4,7 |
| CMSX4 Plus / SC / BT - motif M8 | 67 | 4,5 | 2,4 |
| AM1 sans revêtement | 342 | 6,7 | 0,1 |
| AM1 / NiAlPt / BT | 114 | 7,3 | 9,2 |

En outre, des différences considérables vis à vis des mécanismes de fissuration entre les deux faces des éprouvettes revêtues d'un système barrière thermique complet sont mises en évidence par la figure 133. En effet, il semblerait que les fissures en face amont se développent à l'interface BT/SC, et ne se propagent pas au-delà de la sous-couche d'accroche. Ces fissures de fatigue perpendiculaires à l'axe de sollicitation, ont été observées par de nombreux auteurs lors de la sollicitation de système BT en fatigue thermomécanique [170], [171], [175]. Cependant en face aval, les fissures partent de la couche céramique et se propagent au sein de la sous-couche (figures 133.d, 133.e et 133.f). Contrairement aux autres éprouvettes revêtues, certaines fissures de l'éprouvette revêtue d'une sous-couche de diffusion NiAlPt se propagent même au-delà de la sous-couche vers le cœur de l'alliage (figure 133.f), comme observé par Mauget et al, lors de travaux similaires [175]. Cela tend à suggérer une meilleure résistance à la propagation de fissures des sous-couches γ/γ'.

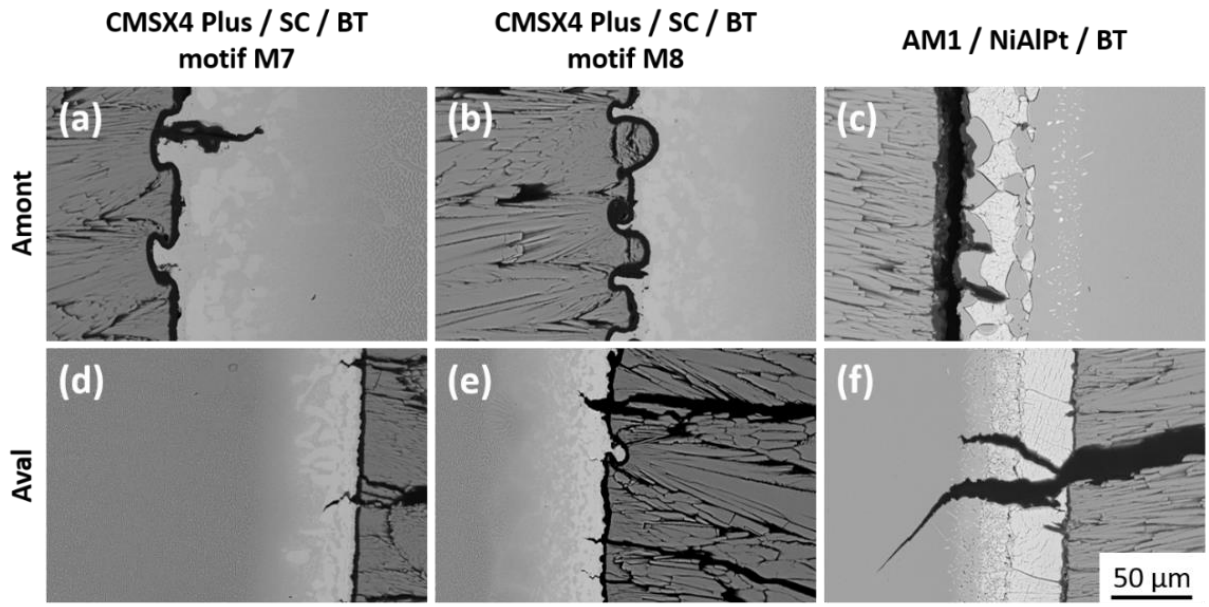


*figure 133 - Fissures surfaciques observées sur : (a) face amont de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC / BT – motif M7», (b) face amont de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC / BT – motif M8 », (c) face amont de l'éprouvette « AM1 / NiAlPt / BT », (d) face aval de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC / BT – motif M7», (e) face aval de l'éprouvette « CMSX4 Plus / SC / BT – motif M8 » et (f) face aval de l'éprouvette « AM1 / NiAlPt / BT »*

Enfin, il semblerait que les motifs de texturation ne soient pas des zones préférentielles d'amorçage de fissures malgré leur rôle de concentrateur de contraintes. En effet, comme le montre la figure 134, des fissures de fatigue s'initiant à l'interface SC/BT ont été observées aussi bien en fonds de motifs que dans les zones non impactées par le traitement laser. De plus, au regard de la figure 134.d, il se pourrait même que les cavités générées stoppent la propagation des fissures qui s'amorcent dans la couche céramique au niveau de la face aval de l'éprouvette tubulaire.

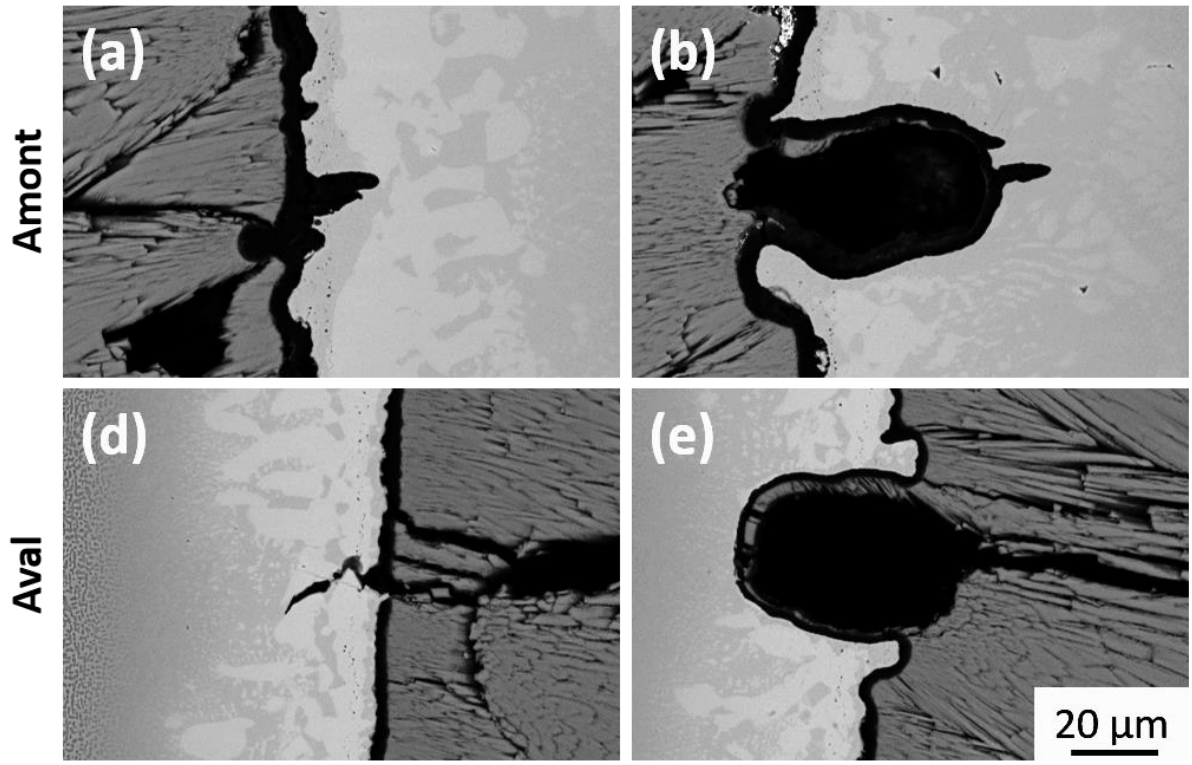


*figure 134 - Fissures observées dans des zones non impactées par le traitement laser (a) en face amont et (b) en face aval et au niveau des motifs de texturation (d) en face amont et (e) en face aval*

Il est à présent nécessaire de corréler les mécanismes d'endommagement aux durées de vie en fatigue thermomécanique obtenues pour les différentes configurations étudiées.

## 3.3 Comportement des systèmes barrières thermiques en TGMF

Plusieurs configurations ont donc été testées en fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal sur le banc MAATRE.

Dans un premier temps, deux éprouvettes non revêtues ont été cyclées afin d'évaluer la tenue des superalliages lors de sollicitations proches de celles vues par les aubes de turbine HP en service. L'éprouvette en AM1, qui s'est déformée plastiquement de façon considérable lors des paliers chauds du cycle de TGMF, a présenté une durée de vie trois fois plus élevée que son homologue en CMSX4 Plus. Le fluage de l'éprouvette en AM1 a généré la formation d'un amas de matière dans la zone la plus chaude de l'éprouvette. À contrario, il semblerait que l'éprouvette en CMSX4 Plus, dont la déformation macroscopique est bien plus faible (<0,5%), soit bien plus sensible au développement de l'endommagement (i.e. moins tolérant aux défauts, fissures). Ceci peut provenir aussi bien d'une plus faible résistance mécanique du CMSX4 Plus dans le voisinage des pores (figure 130.e) à basse température, que d'une plus faible tenue environnementale.

En outre, au regard de la littérature [159]–[164], il était attendu que les éprouvettes tubulaires, au moins celles non revêtues, se déforment par maclage. Or, comme le montre la figure 135,

seule l'échantillon de CMSX4 Plus non revêtu présente des bandes qui peuvent s'apparenter à du maclage au niveau de la face aval et ce très proche de la zone de rupture. Il aurait été judicieux de vérifier l'orientation cristallographique de ces bandes par EBSD, afin de confirmer la présence ou non de bandes de maclage.

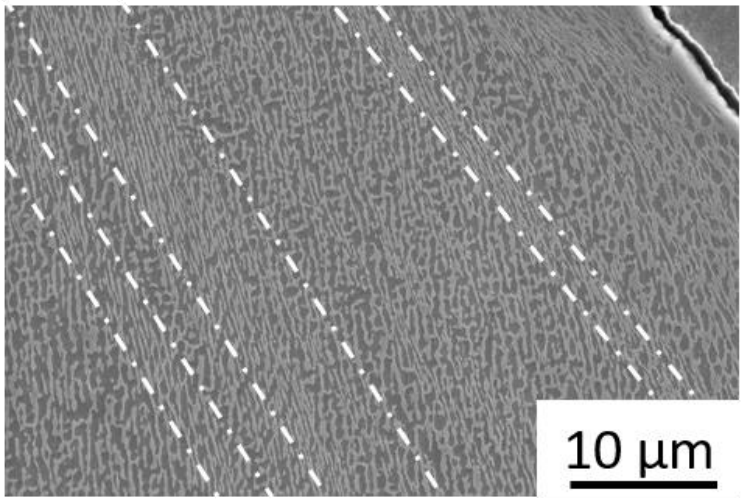


*figure 135 - Bandes, qui s'apparentent à du maclage, observées sur la face aval de l'éprouvette « CMSX4 Plus sans revêtement »*

Les mécanismes de déformation entre l'AM1 et le CMSX4 Plus divergent donc de façon considérable. Toutefois, quelle que soit la configuration évaluée (éprouvettes revêtues ou non), Les fissures menant à la rupture des éprouvettes s'amorcent en face amont et leur 0ation est assistée par oxydation. Les fissures semblent s'amorcer en mode I puis se propagent et s'oxydent de façon répétée, lors des phases de traction et de compression des cycles de TGMF, respectivement.

Ensuite, il semblerait que la durée de vie en TGMF soit réduite dès lors que les éprouvettes en AM1 ou CMSX4 Plus sont revêtues d'une sous-couche d'accroche ou d'un système barrière thermique complet (cf. tableau 21). Il apparait effectivement que les éprouvettes revêtues soient plus sujettes à l'amorçage de multiples fissures perpendiculairement à l'axe de sollicitation.

Il est difficile de comprendre pourquoi les éprouvettes revêtues ont des durées de vie en TGMF proches, voire plus faibles, que leurs homologues vierges de tout revêtement. Serait-ce dû aux contraintes de croissance et de relaxation de la couche d'alumine α ? Serait-ce dû aux phénomènes d'interdiffusion des espèces chimiques, qui dans le cas des sous-couches γ/γ' appauvrissent ces dernières en éléments γ'-gènes, facilitant ainsi la propagation de fissures ? Serait-ce lié aux gradients de contraintes thermiques rencontrés au sein même des éprouvettes, alliés au refroidissement internes de ces dernières, qui induisent des mécanismes d'endommagement différents entre les deux faces des éprouvettes ?

Il semblerait effectivement que la face aval des éprouvettes revêtues soit davantage endommagée (densité linéique de fissures plus importante, recristallisation, fissuration de la

couche céramique). Lors des phases de traction, la température ressentie en face aval peut se trouver en effet en deçà de la température de transition ductile-fragile des sous-couches, ce qui pourrait expliquer la détérioration privilégiée de la face aval. Il se pourrait donc que ces disparités thermiques amont/aval soient à l'origine de la diminution des durées de vie en TGMF. Toutefois, à travers ces résultats, il est possible d'intuiter que la durée de vie en TGMF des éprouvettes revêtues ne soit pas contrôlée par les dégradations microstructurales du superalliage monogranulaire.

Les éprouvettes texturées présentent une durée de vie en TGMF légèrement plus faible que celle de référence sablée. Il apparait, par ailleurs, que le taux de fissures rencontrées sur les éprouvettes traitées par laser soit plus important. Pour autant les motifs de texturation ne semblent pas être des sites préférentiels d'amorçage de fissures malgré leur géométrie générant une concentration de contraintes. Il se pourrait même que ces derniers stoppent la propagation de fissures initiées au sein de la couche céramique. Est-ce la répartition des contraintes locales modifiées par les motifs de texturation laser qui peut être à l'origine de cette réduction de durée de vie ? Il aurait été intéressant d'évaluer ces dernières par simulation numérique. De plus, est ce que les modifications microstructurales de la couche céramique induites par les motifs de texturation laser ont une influence sur la conductivité thermique de ces dernières, modifiant alors les températures ressenties aux interfaces des systèmes BT texturés ? Il aurait effectivement été pertinent de mesurer les conductivités thermiques des éprouvettes texturées pour comprendre les durées de vie obtenues en TGMF. Enfin, la durée de vie en TGMF de l'éprouvette texturée du motif M7 est supérieure à celle texturée du motif M8. Or, il n'a pas été possible de déterminer pourquoi il existe un tel écart entre ces durées de vie. Est-ce lié aux différentes géométries des motifs considérés ?

Il a été choisi par la suite de vieillir thermiquement certaines éprouvettes tubulaires au préalable (pendant 100h à 1150°C) afin de simuler une dégradation longue du système BT et d'évaluer son influence sur la durée de vie en fatigue thermomécanique. Cette durée a également été choisie car elle représente la durée moyenne des essais de TGMF obtenue sur les systèmes non pré-vieillis thermiquement (cf. tableau 21).

## 3.4 Impact du vieillissement thermique sur la durée de vie des systèmes BT

Dans un premier temps, il a été choisi d'étudier l'influence du vieillissement thermique sur le comportement du superalliage (CMSX4 Plus) lors des paliers froids du cycle de fatigue thermomécanique hors phase afin de comprendre les durées de vie alors obtenues lors de tels essais.

### 3.4.1 Dégradations microstructurales du superalliage induites par l'exposition à hautes températures

Des éprouvettes ont donc été vieillies à 1150°C jusqu'à 1000h, afin de dégrader thermiquement la microstructure du superalliage. Il s'avère que lors de l'exposition à haute température, l'évolution de la microstructure au sein de l'alliage se caractérise par le grossissement et la

coalescence des précipités γ', accompagnés nécessairement d'un élargissement des couloirs de matrice γ. En effet, la figure 136 présente les évolutions microstructurales du CMSX4 Plus, en cœur de dendrite, au cours du vieillissement thermique. Les précipités γ' sont manifestement bien plus gros et ont une forme plus irrégulière lorsque les échantillons ont été maintenus à 1150°C (figures 136.b, 136.c et 136.d).

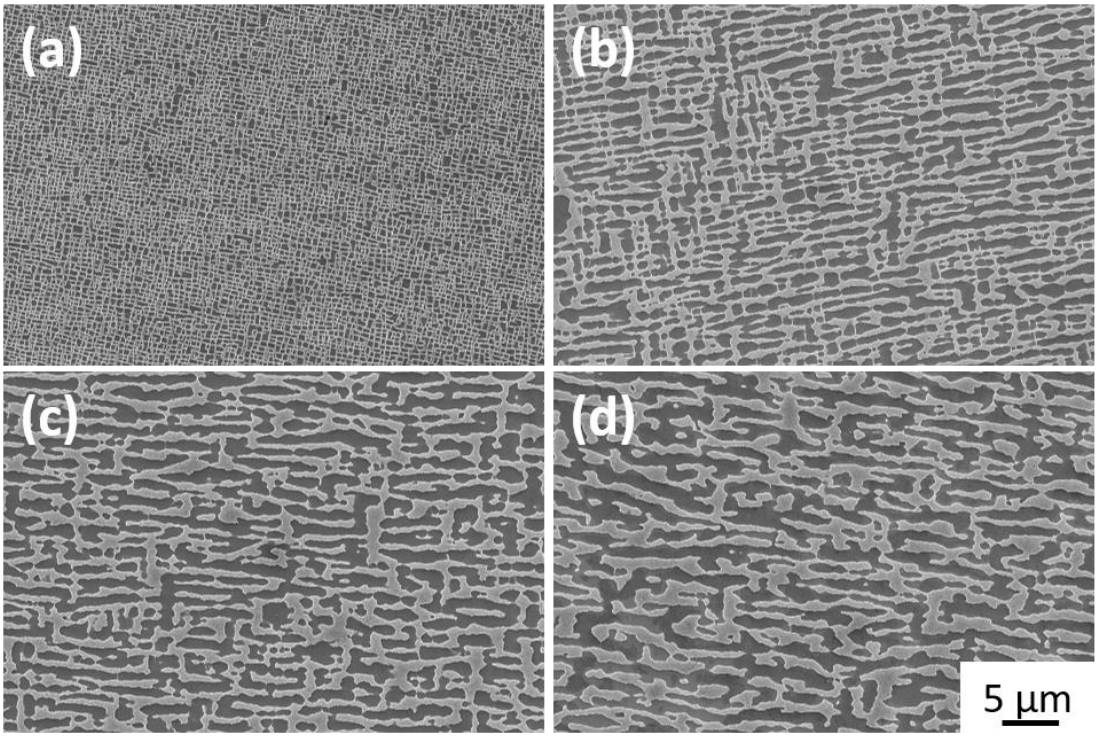


*figure 136 - Evolution de la microstructure γ/γ' du CMSX4 Plus en cœur de dendrite en fonction du temps d'exposition à 1150°C : (a) 0h, (b) 100h, (c) 300h et (d) 1000h*

Comme présenté sur les figures 137 et 138, la taille des précipités γ' ainsi que la largeur des couloirs de matrice ont pu être estimées par analyse d'images. Il est possible alors de noter que ces deux grandeurs, mesurées au cœur des dendrites et dans les zones interdendritiques, croissent avec le temps passé à 1150°C. Il semblerait toutefois, à cette température (1150°C), que la taille des précipités se stabilise à une valeur seuil aux environs de 500h. De plus, les divergences microstructurales observées entre les zones interdendritiques et les dendrites (taille de précipités et largeur des couloirs) s'accentuent avec le temps de vieillissement, probablement dû aux différences locales de désaccord paramétrique de maille γ/γ'.

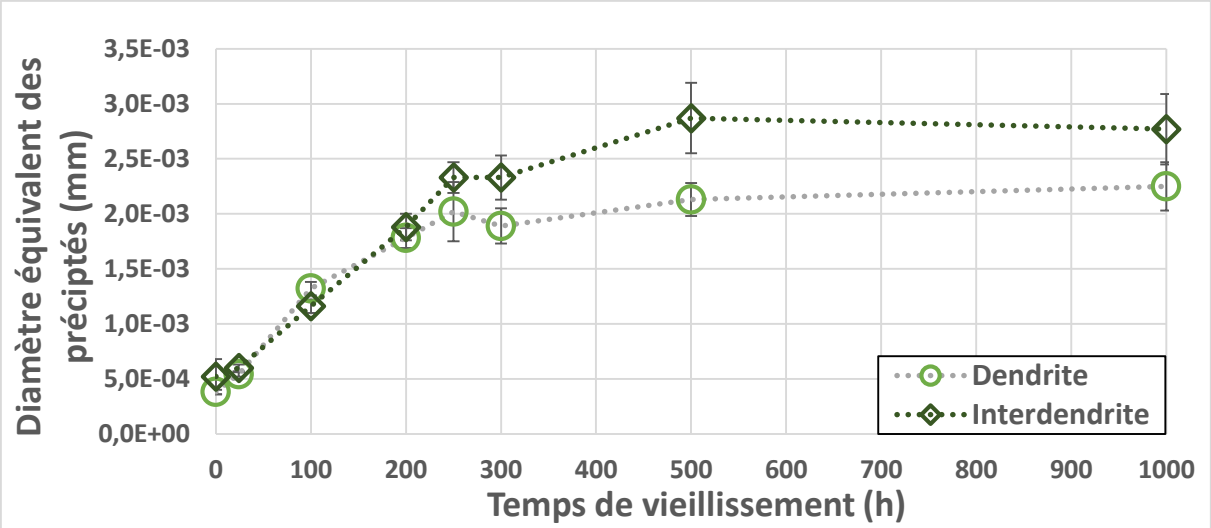


*figure 137 - Evolutions du diamètre équivalent des précipités γ' en fonction du temps de vieillissement à 1150°C*

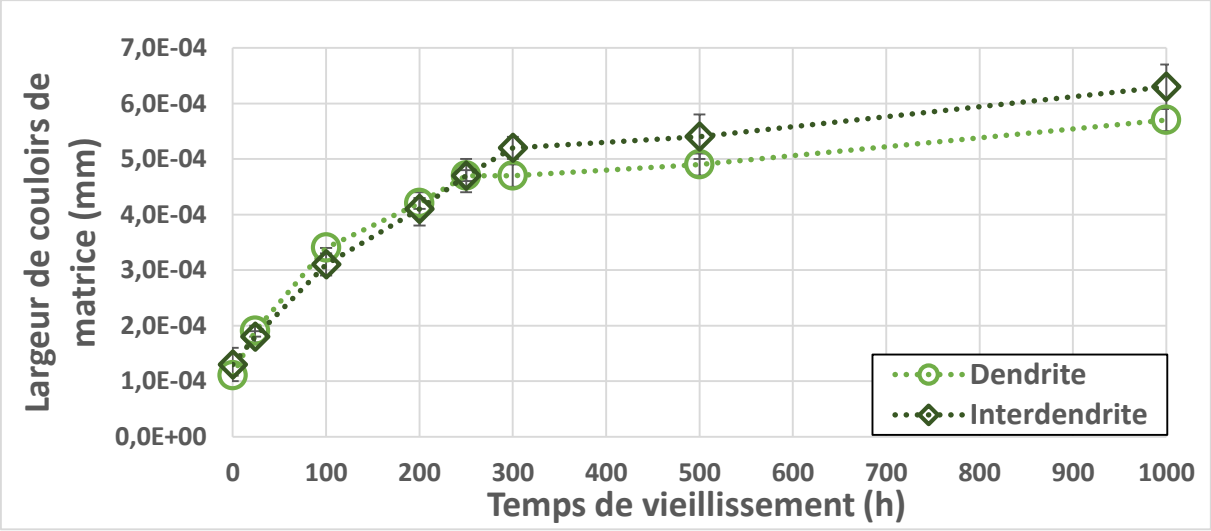


*figure 138 - Evolutions de la largeur des couloirs de matrice γ en fonction du temps de vieillissement à 1150°C*

L'exposition à haute température du superalliage monogranulaire entraine également une densification du réseau de dislocations aux interfaces γ/γ'. En effet, avant vieillissement thermique les échantillons sont dépourvus de réseau de dislocations (figure 139.a), cependant il est possible d'observer, à de forts grossissements, des empreintes de dislocations aux interfaces γ/γ' qui semblent se multiplier avec le temps d'exposition à 1150°C (figures 139.b, 139.c et 139.d). Ces dislocations se développent pour relaxer les contraintes de cohérence γ/γ'. De tels résultats sont en accord avec ceux obtenus par divers auteurs [34], [179], [180].

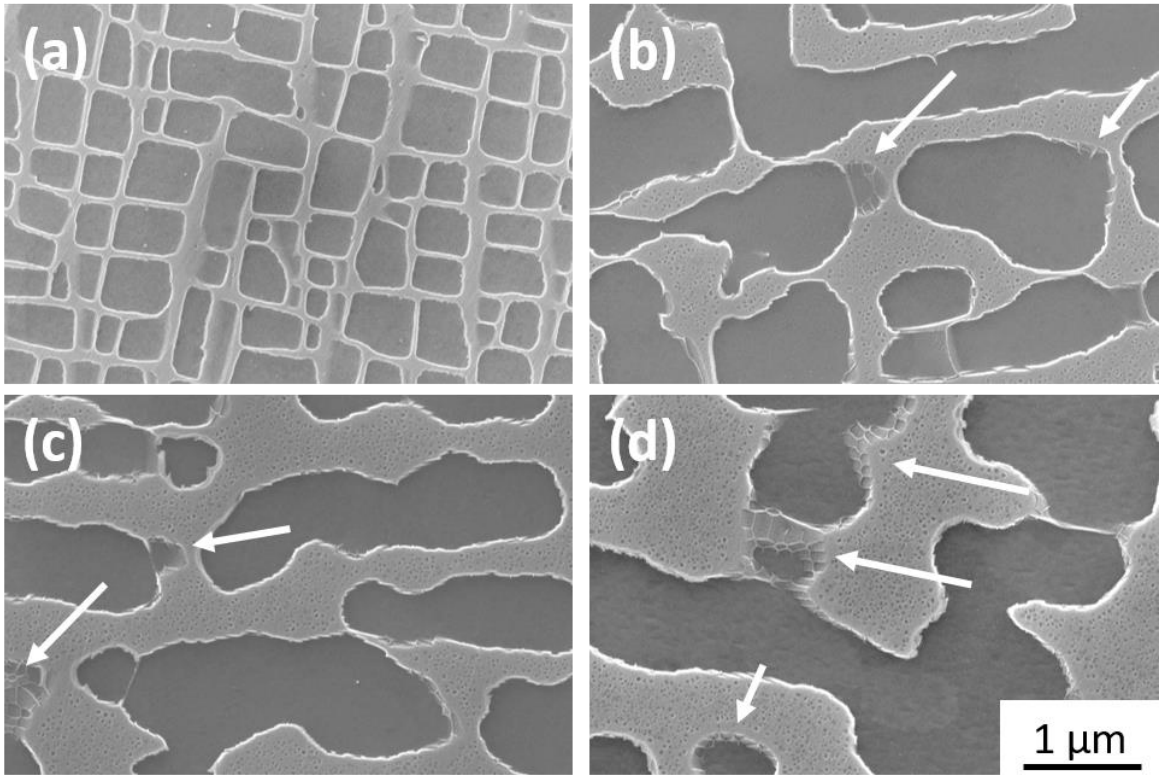


*figure 139 - Réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' en fonction de temps d'exposition à 1150°C : (a) 0h, (b) 100h, (c) 300h et (d) 1000h*

Enfin, le CMSX4 Plus est un superalliage de 3$^{ème}$ génération pourvu d'un fort taux de rhénium en son sein (~4.8 %). Ces alliages contenant un fort taux d'éléments réfractaires sont sujets à former des phases TCP. Aucune de ces phases n'a pu être identifiée pour l'échantillon de référence et celui vieilli pendant seulement 24h à 1150°C. Cependant, comme montré sur la figure 140, ces phases aiguillées ont été observées sur tous les échantillons exposés pendant au moins 100h à 1150°C. Or, la quantité de phases TCP observées en cœur de dendrites, ainsi que leur taille, augmentent avec le temps d'exposition à hautes températures (figure 140). Enfin, il est possible de constater ici que ces phases sont entourées d'une zone monophasée dont la composition serait probablement proche de celle des précipités γ', en raison d'une consommation des éléments γ-gènes lors de la formation de ces phases TCP.

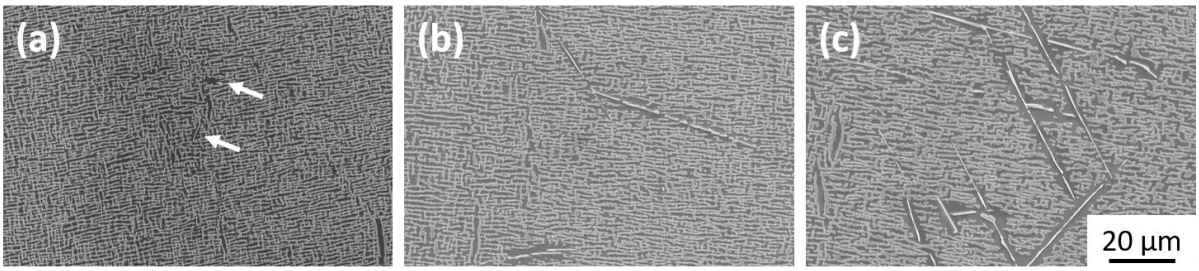


*figure 140 - Formation de phases TCP en cœur de dendrite sur les éprouvettes exposées à 1150°C pendant : (a) 100h, (b) 300h et (c) 1000h*

D'après la littérature, ces dégradations microstructurales, que ce soit la coalescence des précipités ou la formation de phases TCP dites fragiles, peuvent avoir des effets néfastes sur les propriétés en fluage des superalliages [27], [30], [32], [181]–[183]. Il est toutefois pertinent de se demander à quel point ces endommagements détérioreront les propriétés en traction à température intermédiaire (500°C) du superalliage monogranulaire. En effet, aucune donnée n'est disponible dans la littérature relativement à cette question.

### 3.4.2 Impact du sur-vieillissement thermique sur la tenue du superalliage lors des phases de traction à 500°C

Des essais de traction ont donc été effectués sur l'ensemble des éprouvettes dégradées thermiquement (parties utiles des éprouvettes polies après usinage d'un barreau de CMSX4 Plus traité thermiquement). Dans l'idée de corréler ces résultats d'essais avec les durées de vie obtenues lors des essais de TGMF qui semblent être contrôlées par la tenue de l'alliage lors des paliers froids du cycle appliqué, ces essais de traction ont été conduits à 500°C. Il est cependant important de noter qu'un seul essai par configuration a pu être effectué lors de ces travaux.

D'après les courbes présentées figure 141, il est évident que le vieillissement thermique des éprouvettes abaisse les propriétés en traction du CMSX4 Plus. En effet, au regard de la figure 142 qui reporte les limites d'élasticité conventionnelles à 0,2% mesurées, il est possible de remarquer que cette grandeur chute de façon considérable (baisse d'environ 180 MPa) dès l'exposition du superalliage à 1150°C pendant 24h. Passé 24h, il semblerait que le temps de vieillissement à 1150°C n'ait plus une influence significative sur les propriétés en traction de l'alliage considéré.

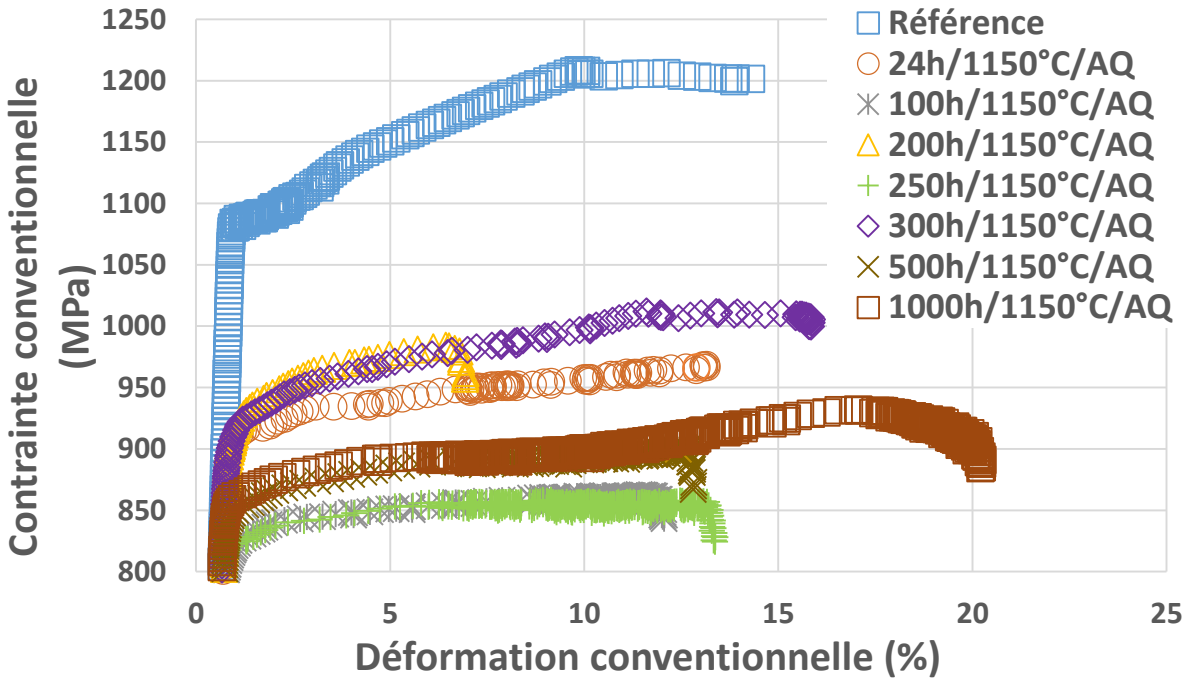


*figure 141 - Courbes de traction en fonction du temps d'exposition à 1150°C*

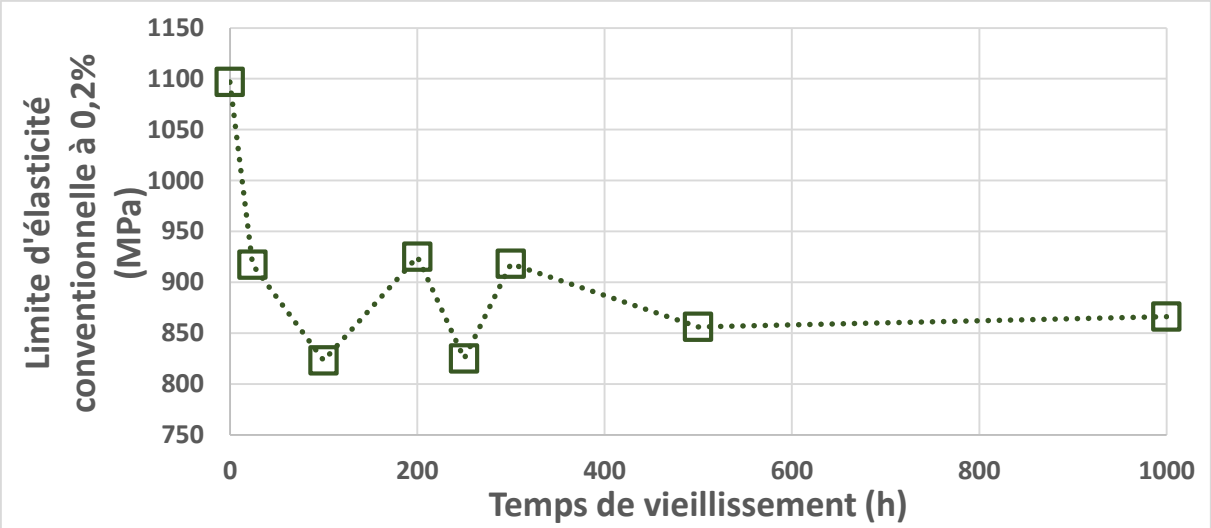


*figure 142 - Evolution de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% et 500°C/$10^{-3}s^{-1}$ en fonction du temps d'exposition à 1150°C*

Le maintien en température à 1150°C détériore donc les propriétés en traction à 500°C du CMSX4 Plus. En effet, sa limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% baisse drastiquement dès lors que l'alliage est vieilli pendant 24h. Il semble pertinent de corréler cette détérioration avec les endommagements microstructuraux de l'alliage induits par la température. En effet, le grossissement couplé à la coalescence des précipités γ', traduisent la tendance du système à minimiser l'énergie globale aux interfaces et mènent à la perte de cohérence entre la matrice et les précipités [30], [31]. De plus, l'élargissement des couloirs de matrice est propice aux mouvements des dislocations pouvant causer l'abattement de la limite d'élasticité de l'alliage. Il se pourrait également que ce soit lié à la formation de phases TCP, connues pour leur nature fragile [184]. Il est d'ailleurs connu dans la littérature que la formation de phases TCP abaisse la ductilité et la tenue des superalliages lors d'essais de fluage [30]. Cependant, les résultats obtenus ne semblent pas confirmer cela car l'allongement à la rupture du superalliage ne semble pas être affecté par la formation de telles phases.

Néanmoins, une étude parallèle donnée dans l'annexe 1, a été menée pour évaluer l'influence d'un maintien à 1100°C sur les propriétés en traction à 500°C de trois superalliages monogranulaires, l'AM1, le CMSX4 et le CMSX4 Plus. Lors de cette étude, il a été possible de corréler la diminution de la ductilité des alliages contenant un fort taux d'éléments réfractaires (CMSX4 et CMSX4 Plus) avec la précipitation de phases TCP dont la quantité au sein de l'alliage croît avec le temps d'exposition en température. Néanmoins cette étude a surtout mis en avant le fait que quel que soit l'alliage considéré, l'abattement de la limite d'élasticité semble principalement résulter du grossissement et de la coalescence des précipités γ', l'AM1 ne formant pas de phases TCP.

Enfin, il est important de noter ici que malgré la réduction de la limite d'élasticité induite par le vieillissement thermique, les valeurs obtenues restent systématiquement au-dessus de la contrainte de traction appliquée lors des paliers froids du cycle de fatigue thermomécanique hors phase, pour toute la durée des essais.

### 3.4.3 Durée de vie en fatigue thermomécanique des systèmes BT vieillis thermiquement

Lors du vieillissement thermique des systèmes BT complets, les dégradations microstructurales de l'alliage vont nécessairement être couplées aux endommagements rencontrés lors des essais d'oxydation cyclique liés essentiellement aux phénomènes d'oxydation et d'interdiffusion des espèces chimiques. En effet, la croissance de la TGO est inévitable lors de ce pré-vieillissement. Elle passe d'environ 500 nm pour l'échantillon sablé de référence à environ 5,6 µm pour celui vieilli thermiquement pendant une centaine d'heures. De même, l'interdiffusion entre la sous-couche et le substrat s'est accentuée lors du pré-vieillissement thermique de l'éprouvette. La quantité de pores de type Kirkendall générés lors du traitement thermique n'a malheureusement pas pu être estimée ici.

Le tableau 24 compare les durées de vie obtenues sur les éprouvettes vieillies thermiquement à leurs homologues non préalablement affectés thermiquement. Concernant les éprouvettes de CMSX4 Plus non revêtues, il semblerait que le vieillissement thermique induise une légère baisse de la durée de vie en TGMF. Cette diminution de durée de vie serait-elle liée à la perte de cohérence entre les précipités et la matrice, favorisée par le vieillissement thermique à 1150°C ? L'éprouvette revêtue uniquement de la sous-couche γ/γ' vieillie thermiquement a, quant à elle, plus que doublé sa durée de vie en fatigue thermomécanique. Enfin, concernant les éprouvettes texturées, la durée de vie de l'éprouvette M7 vieillie diminue alors que celle de la M8 vieillie augmente, comparativement à leurs homologues respectifs. Il semblerait donc que les phases de traction à 500°C ne contrôlent pas, à l'ordre 1, la durée de vie des systèmes en TGMF

*tableau 24 - Influence d'un pré-vieillissement thermique sur les durées de vie en TGMF*

| Eprouvette | Non vieilli thermiquement | Vieilli 100h/1150°C |
|---|---|---|
| CMSX4 Plus sans revêtement | 100 | 79 |
| CMSX4 Plus / SC | 44 | 111 |
| CMSX4 Plus / SC / BT - motif M7 | 89 | 46 |
| CMSX4 Plus / SC / BT - motif M8 | 67 | 81 |

La figure 143 présente les déformations plastiques mesurées sur les différentes éprouvettes considérées ici. Il semblerait que pour les éprouvettes non revêtues, le vieillissement thermique ne présente pas d'influence significative sur les déformations plastiques de l'éprouvette. Cependant, au regard de ces courbes, il se pourrait que le vieillissement thermique appliquée aux éprouvettes avant essais de fatigue thermomécanique ait un impact sur les déformations plastiques de ces dernières. En effet, concernant les éprouvettes revêtues uniquement de la sous-couche d'accroche et celles texturées de la morphologie M8, il est possible de remarquer de ces dernières fluent bien davantage lorsqu'elles ont été pré-dégradées thermiquement.

Concernant les éprouvettes texturées de la morphologie M7, les déformations plastiques semblent similaires, quel que soit le traitement thermique appliqué.

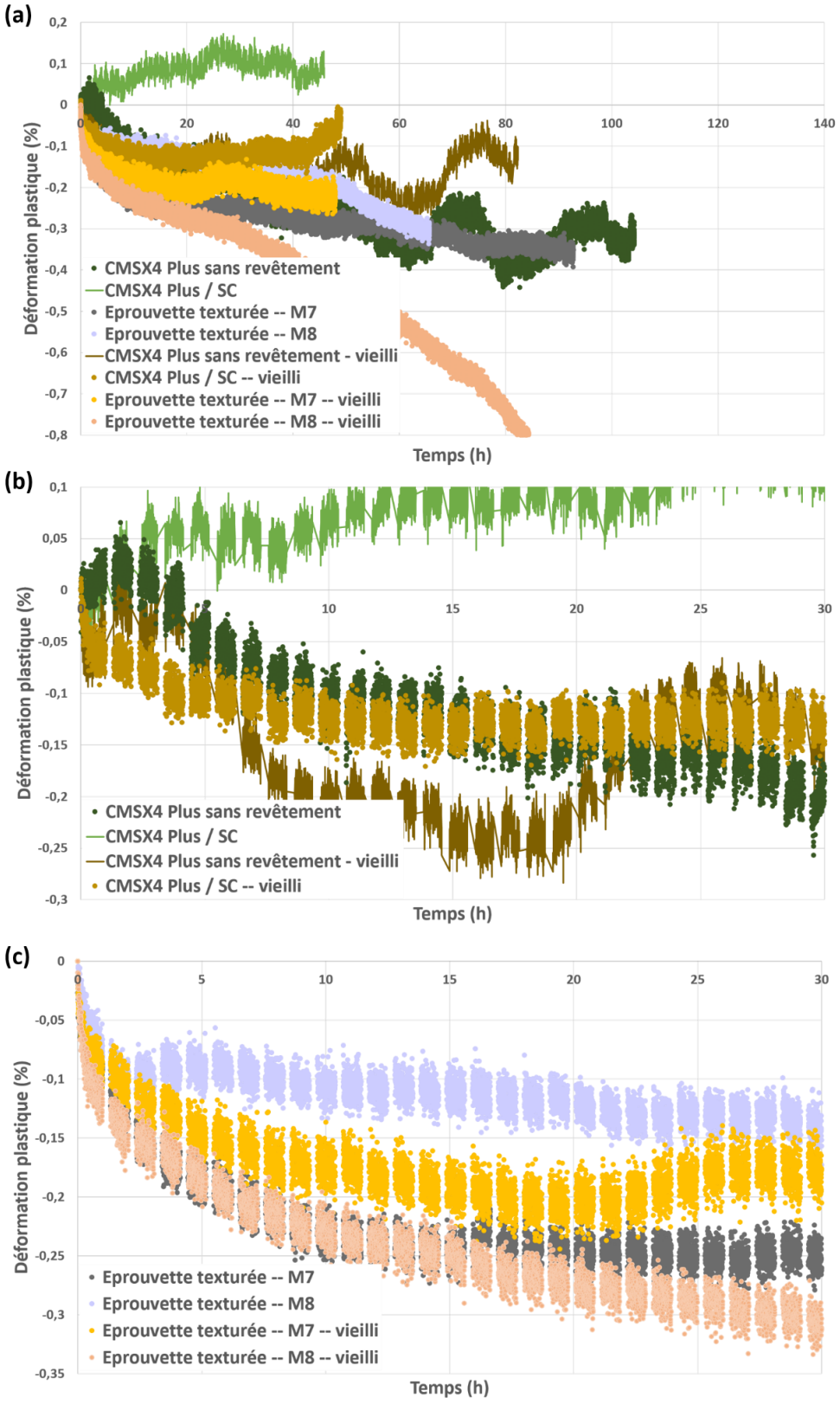


*Figure 143 - Comparaison des déformations plastiques mesurées en cours d'essais de TGMF entre les éprouvettes traitées thermiquement et leurs homologues*

### 3.4.4 Analyses de l'impact du vieillissement thermique à 1150°C sur les propriétés en TGMF

Avant d'essayer de comprendre ces résultats de fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal, il est crucial de rappeler que pour une question de coût, un seul essai par configuration a pu être effectué lors de ces travaux. Il est donc impossible d'évaluer la dispersion de tels essais.

Concernant, les éprouvettes composées uniquement du superalliage à base nickel, il est pertinent de penser que la détérioration des propriétés en TGMF de l'éprouvette pré-vieillie soit due aux endommagements microstructuraux de l'alliage. Dans un premier temps, ces endommagements abaissent de façon conséquente la limite d'élasticité du superalliage, même si cette valeur reste supérieure à la contrainte appliquée lors des phases de traction à 500°C du cycle de TGMF. Lors de tels essais, il se pourrait d'ailleurs, en considérant les effets liés à la thermique, que très localement, la contrainte dépasse cette valeur seuil entrainant la plastification localisée de l'éprouvette. La simulation numérique aurait permis dans ce cas d'estimer les contraintes locales appliquées sur l'éprouvette lors des différentes phases du cycle de TGMF. De plus, de nombreux auteurs ont montré qu'une microstructure dégradée, caractérisée par le grossissement et la coalescence des précipités γ', abaisse les propriétés en fluage [27], [30], [32], [181]–[183]. Les couloirs de matrice, alors élargis, favorisent le mouvement des dislocations au sein du superalliage monogranulaire, conduisant à une plus forte vitesse de déformation en compression.

Par ailleurs, il était attendu que la durée de vie de l'éprouvette M7 vieillie soit sensiblement plus faible que son homologue. En effet, lors du vieillissement thermique des éprouvettes texturées, il s'est avéré que les deux congés de l'éprouvette M7 vieillie se sont écaillés lors du refroidissement (figure 144.a). Or, cette éprouvette a été testée sur le banc MAATRE dans les mêmes conditions thermiques que celle entièrement revêtue. Or d'après la cartographie thermique effectuée sur les éprouvettes revêtues, rappelée sur la figure 145, le point le plus chaud s'avère être proche du congé bas de l'éprouvette. La température vue par l'alliage dans cette zone alors non revêtue est nettement plus élevée, c'est-à-dire supérieure à 1180°C, ce qui pourrait expliquer l'abattement de la durée de vie. Au regard de la figure 144.b, un des congés de l'éprouvette M8 s'est également écaillé lors du traitement thermique à 1150°C. Cependant cette éprouvette a été placée dans la veine d'essais de façon à ce que le point chaud de l'éprouvette en cours d'essais se situe au niveau d'une zone revêtue, limitant ainsi la différence de durées de vie observée dans le tableau 24 entre les éprouvettes vieillies et non vieillies.

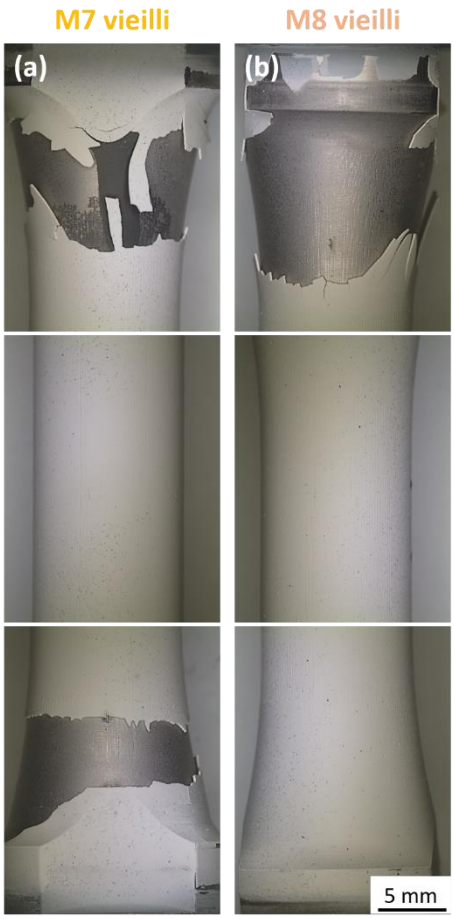


*figure 144 - Eprouvettes texturées écaillées après traitement thermique de 100h à 1150°C : éprouvettes (a) M7 et (b) M8*

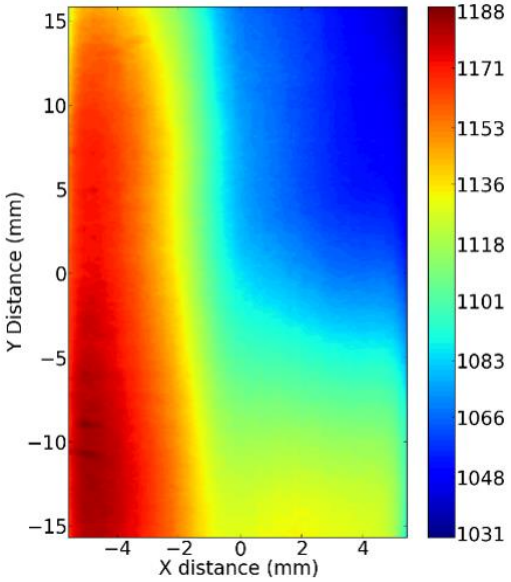


*figure 145 - Cartographie thermique obtenue après calibration thermique d'une éprouvette revêtue*

Il est intéressant à présent de se demander pourquoi la durée de vie de l'éprouvette revêtue de la sous-couche γ/γ' et celle texturée du motif M8 sont plus élevées lorsque ces dernières ont été préalablement traitées thermiquement. De tels résultats ont d'ailleurs déjà été constatés par Mauget et al. dans le cas d'un système BT composé d'une barrière thermique EB-PVD et d'une sous-couche NiAlPt déposée sur de l'AM1. En effet, ils ont pu montrer que la durée de vie d'éprouvettes non refroidies, lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase (-120MPa/1100°C/1h -- 700MPa/500°C/30s), était au moins deux fois plus élevée pour l'éprouvette préalablement vieillie 100h à 1100°C, bien que cette dernière se déforme davantage. Il s'avère que les cinétiques de déformation sont étroitement liées à la microstructure γ/γ' du substrat. Par ailleurs, il semblerait que le vieillissement thermique de ce type de système BT favoriserait les changements de phases privilégiant la précipitation de la phase γ' au sein de la sous-couche diffusée. Cette précipitation serait à l'origine de l'amélioration des propriétés en TMF du système BT vieilli et semble ralentir la propagation de fissures dans la sous-couche [175].

De plus, F. Riallant pendant sa thèse a pu confirmer le fait que la transformation β ➔ γ + γ', qui a lieu lors du vieillissement thermique d'une sous-couche β-NiAlPt, augmente les propriétés mécaniques de cette dernière en fluage et fatigue LCF (LCF – *Low Cycle Fatigue*) à 950°C. Le durcissement par la précipitation de la phase γ' ralentit l'amorçage des fissures qui s'avère être généralement (sub)surfacique en fatigue [183].

Cependant, pour les systèmes BT dépourvus de sous-couches d'accroche, comme a pu l'étudier R. Kromer lors de ses travaux de thèse, le vieillissement thermique peut présenter des effets néfastes sur la durée de vie en fatigue thermomécanique (120MPa/1100°C/1h – 700MPa/500°C/30s) du système BT étudié (BT APS / texturation / AM1). Pour un tel système, la microstructure de l'alliage contrôle donc sa durée de vie en TMF [21].

Il est compliqué de comprendre pourquoi, alors qu'il n'y a pas de transformation de phases au sein de la sous-couche γ/γ', l'éprouvette vieillie a une durée de vie bien plus élevée. Il est possible d'imaginer que pour l'éprouvette revêtue uniquement de la sous-couche γ/γ', un pré-vieillissement thermique favorise la formation d'une couche d'oxyde dense α-$Al_2O_3$. Cette couche d'oxyde, dont est dépourvue l'éprouvette non préalablement traitée thermiquement, pourrait être favorable pour la tenue à l'oxydation de l'éprouvette et donc aux essais de TGMF. De même, est-ce la croissance de la TGO, favorisée lors du pré-vieillissement thermique, qui confère à l'éprouvette M8 vieillie une meilleure durée de vie en TGMF ? Serait-ce dû au fait que les contraintes liées à la croissance de la TGO au sein du système BT pourraient être plus importantes et dommageables lors du cyclage d'une éprouvette non vieillie ? Il aurait été pertinent de vérifier cette tendance avec l'éprouvette de référence ou celle texturée du motif M7 si seulement ces deux dernières ne s'étaient pas écaillées lors du traitement thermique de 100h à 1150°C.

Enfin, au regard de ces résultats, il est pertinent de penser que l'endommagement du superalliage, lié au vieillissement thermique, ne contrôle pas au premier ordre la durée de vie en TGMF des éprouvettes revêtues.

## 3.5 Etude des mécanismes d'écaillage

La texturation laser a été développée dans le but de ralentir l'écaillage de la barrière thermique afin, in fine, d'augmenter la durée de vie des éprouvettes revêtues, voir celle des aubes de turbines HP en service. Il est donc pertinent d'évaluer la tenue à l'écaillage des différents systèmes BT lorsqu'ils sont sollicités par des contraintes mécaniques et thermiques proches de celles rencontrées en service, c'est à dire lors d'essais de fatigue thermomécanique hors phase, avec gradients thermiques pariétaux, effectués sur le banc MAATRE.

En considérant dans un premier temps les éprouvettes non préalablement vieillies thermiquement, il s'est avéré qu'aucun écaillage n'est survenu en cours du cyclage, lors des essais de TGMF. En effet, ces systèmes BT se sont écaillés après la rupture de l'éprouvette, c'est-à-dire lors de l'extinction du brûleur. Les éprouvettes tubulaires sont alors soumises à de fortes contraintes induites par leur refroidissement forcé (trempe à l'air), ce qui s'avère être fatal pour la tenue de la couche céramique.

Les mécanismes d'écaillage diffèrent de façon drastique entre le système barrière thermique de référence et ceux texturés. En effet, au regard de la figure 146, il s'avère que toute la partie utile de la face amont de l'éprouvette, s'est écaillée pour l'échantillon de référence (figure 146.a) alors que dans le cas d'échantillons texturés, seule la zone localisée dans les congés au bas des éprouvettes s'est écaillée (figure 146.b, figure 146.d et figure 146.e). Il est important de noter ici que les congés des éprouvettes tubulaires sont des zones non texturées. En effet, lors du traitement de surface des éprouvettes, il n'a pas été possible de focaliser le faisceau laser sur ces dites zones de par leur courbure. Aucun ancrage mécanique n'est alors assuré dans cette partie de l'éprouvette, ni par texturation, ni par sablage.

*figure 146 - Zones d'écaillage des éprouvettes revêtues non vieillies : (a) référence, face amont ; (b) référence, face aval ; (c) éprouvette M7, face amont ; (d) éprouvette M7, face aval ; (e) éprouvette M8, face amont ; (f) éprouvette M8, face aval*

Les parties écaillées des éprouvettes texturées restent donc cantonnées aux congés et aucune propagation de l'écaillage le long de la partie utile n'a pu être observée. Serait-ce lié à la préparation de surface qui favorisait, sur la partie utile de l'éprouvette, un ancrage mécanique fonctionnel entre les couches du système BT ?

Dans l'idée d'accélérer l'écaillage des systèmes barrières thermique, par croissance prématurée de la couche d'oxyde naturel, les éprouvettes revêtues ont été vieillies cent heures à 1150°C, sous air, comme observé précédemment. Il s'est avéré que lors du refroidissement, pourtant relativement lent (inférieur à 10°C/min), toutes les éprouvettes se sont écaillées dans le four (figure 147).

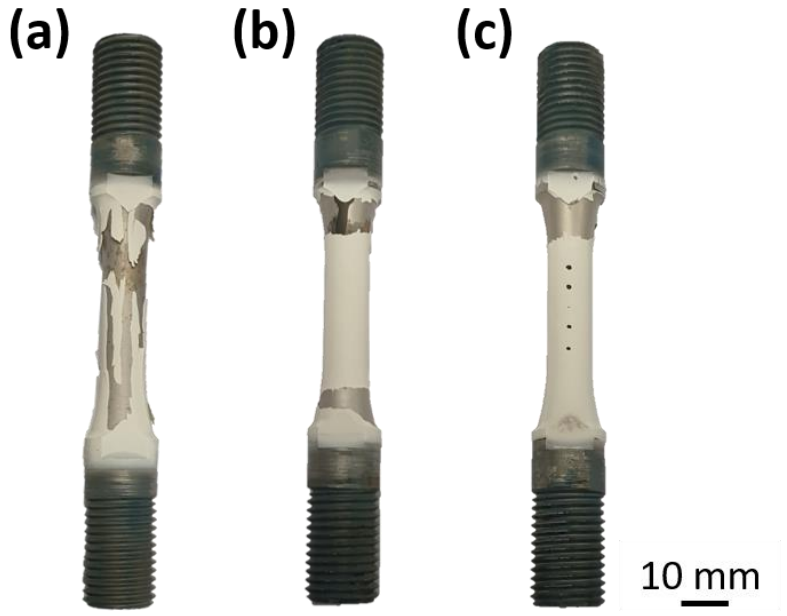


*figure 147 - Etats des éprouvettes après traitement thermique de 100h à 1150°C, sous air : (a) éprouvette de référence, (b) éprouvette texturée du motif M7 et (c) éprouvette texturée du motif M8*

Encore une fois, les mécanismes d'écaillage différent entre les échantillons texturés et celui sablé. En effet, comme observé sur la figure 147.a, toute la partie utile de l'éprouvette de référence, après avoir été traitée thermiquement, est quasiment dépourvue de zircone yttriée. La décohésion apparaît d'ailleurs à l'interface SC/TGO (figure 148, flèches blanches).

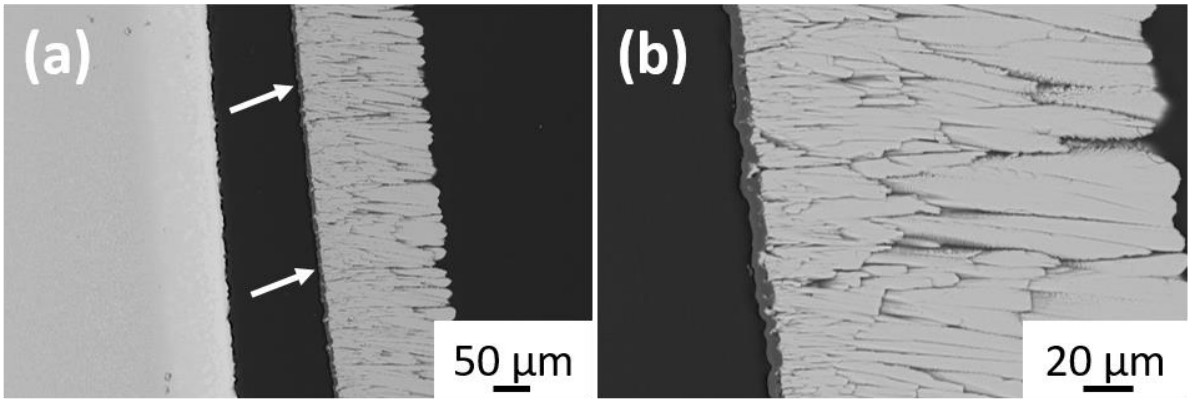


*figure 148 - Décohésion observée sur l'éprouvette de référence vieillie thermiquement*

Concernant les éprouvettes texturées, la zone écaillée se limite aux congés, zone dépourvue des anfractuosités générées par la texturation laser (voir figures 147.b et 147.c). Il est cependant difficile de comprendre pourquoi les deux congés de l'éprouvette M7 se sont écaillés alors qu'un seul des deux congés de l'éprouvette M8 fut impacté.

Afin d'étudier la propagation de l'écaillage lors d'essais de TGMF, les éprouvettes vieillies et texturées ont ensuite été cyclées. Comme en témoigne la figure 149, il est possible de

constater, que pour aucune des deux éprouvettes, l'écaillage ne s'est pas propagé le long de leur partie utile. Cependant, certaines écailles de barrière thermique au niveau des congés préalablement écaillés, ont été arrachées lors des essais de TGMF et le congé au bas de l'éprouvette M8, s'est également légèrement écaillé.

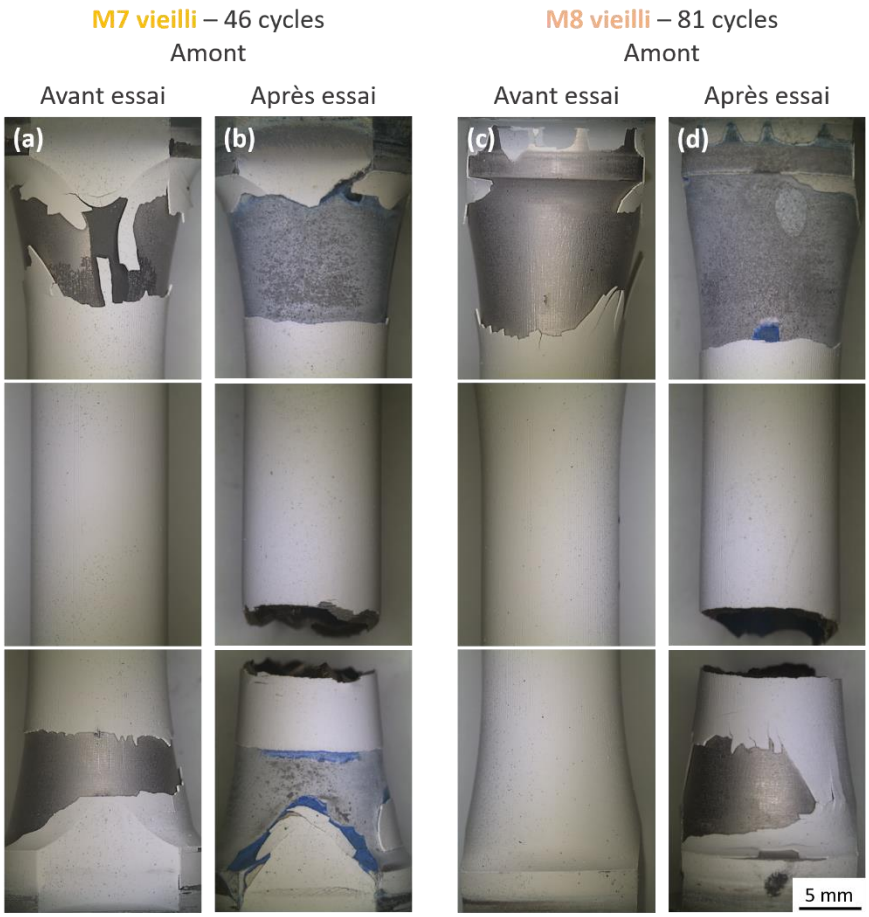


*figure 149 - Zones d'écaillage des éprouvettes revêtues et vieillies thermiquement : (a) éprouvette M7 vieillie, face amont ; (b) éprouvette M7 vieillie, face aval ; (c) éprouvette M8 vieillie, face amont ; (f) éprouvette M8 vieillie, face aval*

Pour confirmation, la figure 150 présente d'ailleurs une légère propagation de l'écaillage au niveau du congé haut de l'éprouvette M8. Au départ (figure 150.a), l'éprouvette était donc écaillée au niveau du congé. Certaines écailles étaient d'ailleurs encore accrochées au reste de la couche céramique malgré la décohésion évidente de celles-ci avec la sous-couche. Or, lors du tout premier cycle de TGMF sur le banc MAATRE, les écailles commencent à se dissocier du reste de l'éprouvette. Néanmoins, aucune propagation supplémentaire de l'écaillage n'a pu être observée après huit heures d'essais et ce même après la rupture de l'éprouvette et le refroidissement brutal de cette dernière, lors de l'extinction du brûleur.

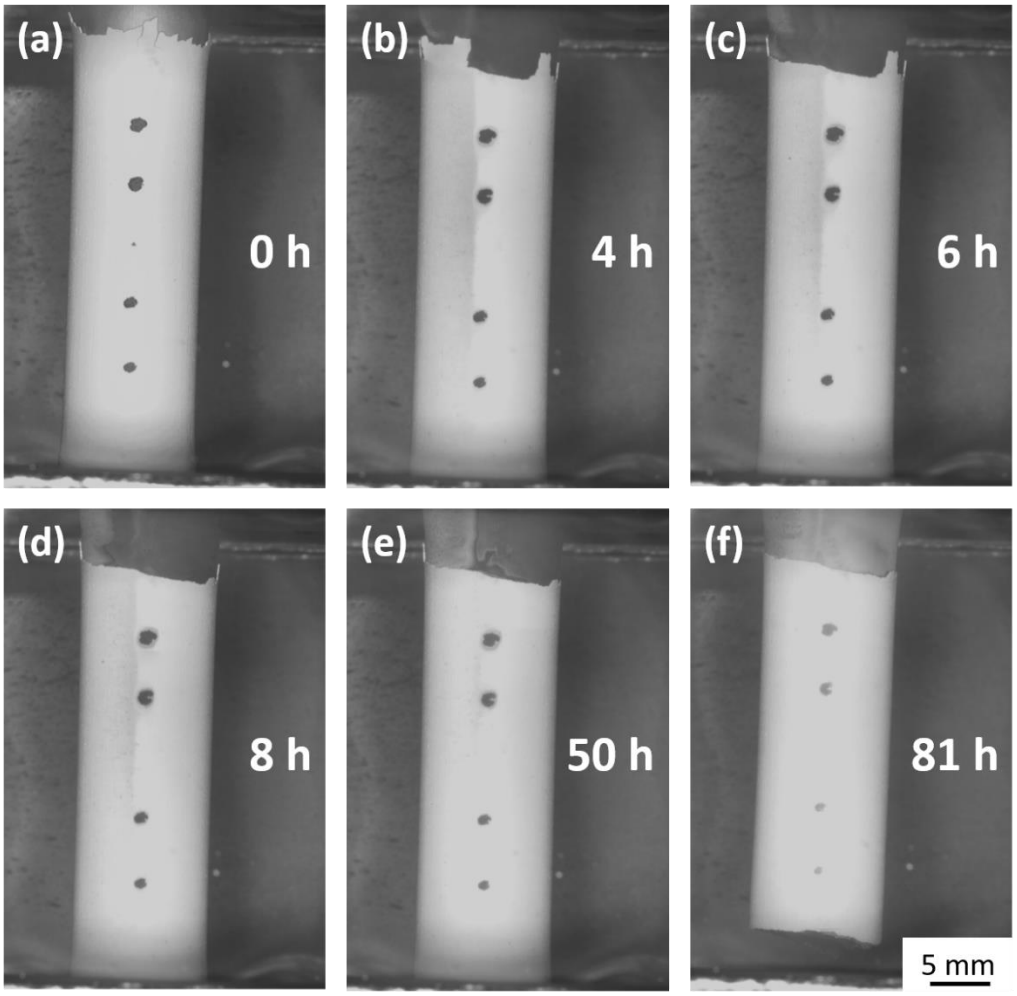


*figure 150 - Evolution de l'écaillage en cours d'essai de fatigue thermomécanique sur le banc MAATRE*

Pour comprendre pourquoi l'écaillage ne se propage pas le long de la partie utile des éprouvettes texturées, qu'elles soient préalablement vieillies thermiquement ou non, il a été nécessaire d'observer les interfaces entre les couches des systèmes BT, à travers les coupes longitudinales de ces éprouvettes tubulaires.

Lors de l'analyse des échantillons texturés, il s'est avéré que les mécanismes d'écaillage et de propagation de fissures aux interfaces étaient similaires quel que soit l'éprouvette considérée. La figure 151 présente le cas de l'éprouvette M7 après découpe de cette dernière au niveau d'une intersection entre une zone intacte et une zone écaillée (figure 151.c). Comme le montre la figure 151.a, la fissure menant à l'écaillage de la couche céramique semble s'être amorcée au sein même de la TGO. La fissure se propage dans l'oxyde jusqu'à la rencontre d'un obstacle, qui ici sont les bourrelets de matière des motifs de texturation laser. La fissure continue légèrement à se propager ensuite le long de l'interface TGO/SC jusqu'à être définitivement stoppée par un bourrelet de matière.

Pour illustrer cela, la figure 152 schématise la propagation de fissures aux interfaces des systèmes BT lors d'essais de TGMF. Il semblerait donc que dans les zones dépourvues d'ancrage mécanique (cf. les congés des éprouvettes de TGMF), la fissure se propage dans l'oxyde

majoritairement en mode I. Dès lors que la fissure arrive au niveau de la zone texturée, la fissure se propage selon un mode mixte (modes I et II), ralentissant alors sa propagation.

Ces essais ont clairement mis en évidence le fait que les motifs générés par texturation laser ralentissent considérablement l'écaillage du système barrière thermique considéré dans cette étude composé d'une couche céramique déposée par EB-PVD, d'une couche $\alpha$-$Al_2O_3$ et d'une sous-couche de type $\gamma/\gamma'$ diffusée avec un superalliage de troisième génération de type CMSX4 Plus.

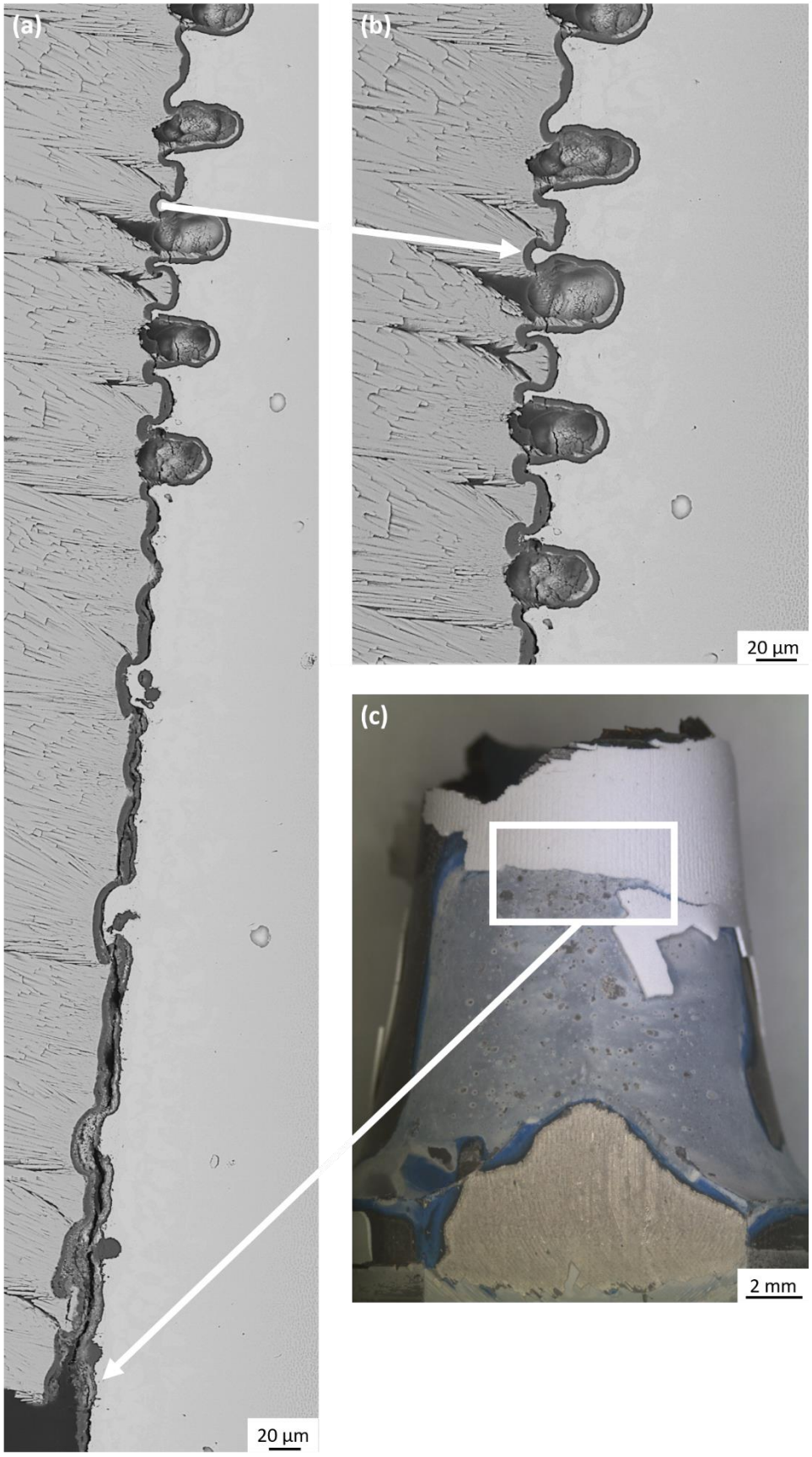


*figure 151 - (a) Propagation d'une fissure menant à l'écaillage de l'éprouvette M7 ; (b) zoom sur l'arrêt de la propagation de la fissure lorsque celle-ci rencontre un n-ième bourrelet de matière ; (c) zone concernée sur les micrographies MEB*

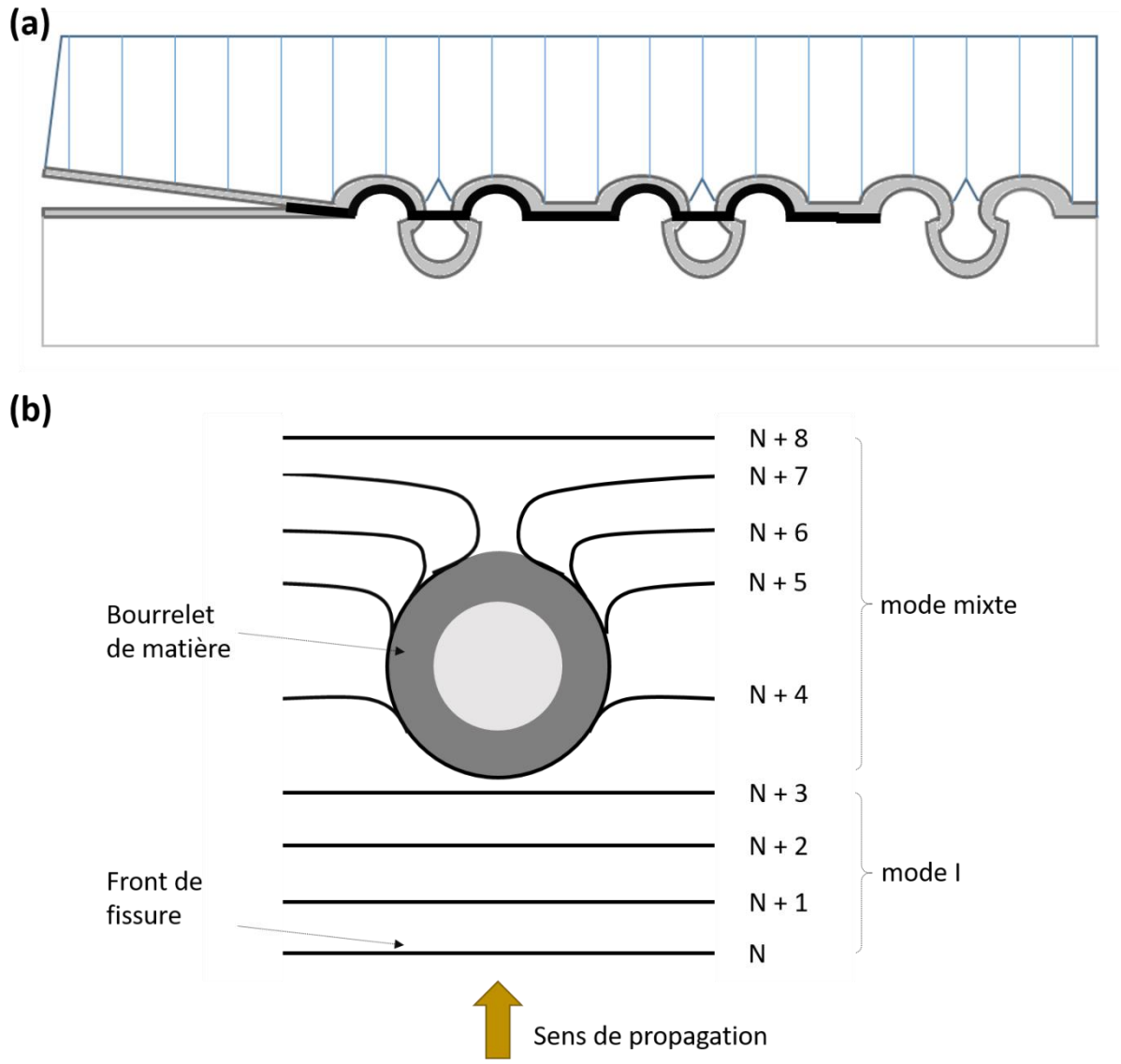


*figure 152 - Schématisation de la propagation de fissure sur des éprouvettes texturées – (a) vue en coupe de la propagation de surface et (b) Vue de dessus dans le plan SC/TGO*

# 4 Synthèse

Ce chapitre a constitué la plus grande plus-value de ce travail de thèse, via la réalisation d'essais complexes et uniques sur des échantillons structuraux avec ou sans texturation laser.

Diverses morphologies de surface générées par texturation laser ont donc été développées dans l'optique d'améliorer la durée de vie à l'écaillage des systèmes barrières thermiques. Afin de vérifier la pertinence de la solution technologique choisie lors de ces travaux de thèse, il fut nécessaire d'**évaluer la durabilité des systèmes barrières thermiques texturés** et de comparer les résultats obtenus avec un système BT de référence.

Dans un premier temps, il a été défini d'étudier le comportement des systèmes barrières thermiques texturés des motifs optimisés lors d'essais d'oxydation cyclique à 1150°C. Les dilatations thermiques différentielles des diverses couches des systèmes BT, lors de la répétition des cycles à haute température, endommagent l'ensemble du système et mènent nécessairement à l'écaillage de la barrière thermique.

Lors de tels essais, toutes les configurations testées, sauf une, ont entrainé un écaillage prématuré de la couche céramique par rapport au système sablé de référence. Seule la configuration M7 pourvue de motifs dont la profondeur excède l'épaisseur de la sous-couche γ/γ', a obtenue des durées de vie proches de celles de référence (environ 900 cycles).

Les échantillons cyclés ont par la suite été analysés dans l'optique de comprendre pourquoi, avec certaines configurations, l'écaillage de la couche céramique est favorisé. De légères différences ont alors été constatées en termes de mécanismes d'endommagement. En particulier, la nature et les épaisseurs de la couche d'oxyde peuvent différer d'un échantillon à l'autre. Cependant, les différences observées n'ont pas permis de comprendre les durées de vie à l'écaillage relevées lors des essais d'oxydation cyclique.

Il se pourrait finalement que la tenue à l'écaillage des systèmes BT texturés, lors d'essais d'oxydation cyclique, soit fortement dépendante de la morphologie de surface et plus spécifiquement de la géométrie des bourrelets de matière générés sur la surface de la sous-couche d'accroche. En effet, lors de l'exposition à haute température, la sous-couche se déforme plastiquement (par fluage) pour accommoder les contraintes induites par la croissance de la TGO et les différences de coefficients de dilation thermique des différentes couches du système BT. Les bourrelets de matière vont donc également se déformer et tendre à être lissés, en cours d'essais. La configuration M7 est la seule qui présente des morphologies de bourrelets de matière qui ne disparaissent pas lors du fluage de la sous-couche γ/γ'.

Ainsi, ces essais d'oxydation cycliques à 1150°C ont eu pour mérite de dégager une morphologie de surface prometteuse, la morphologie M7, vis-à-vis de l'augmentation de la durée de vie des systèmes barrières thermiques.

Par la suite, des essais de fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal ont été effectués. La particularité de ces essais réside dans le fait que la répartition des contraintes n'est pas homogène tout au long de l'éprouvette. Le gradient de contraintes a d'ailleurs entrainé des divergences dans les mécanismes d'endommagement entre les faces amont et aval des éprouvettes tubulaires. La microstructure du superalliage est davantage endommagée sur la face amont, avec un grossissement et une coalescence des précipités γ' accentués, alors que davantage de fissures se sont amorcées sur la surface externe en face aval des éprouvettes tubulaires.

Dans un premier temps, les durées de vie en TGMF de deux superalliages non revêtus ont été évaluées. L'éprouvette en AM1 a donné une durée de vie trois fois plus élevée que celle en CMSX4 Plus. Il s'avère en revanche que l'éprouvette en AM1 s'est considérablement déformée plastiquement lors des paliers chauds en compression du cycle de TGMF. Il se pourrait que l'éprouvette en CMSX4 Plus soit plus sujette à se déformer par maclage et à être plus sensible

aux défauts (sub)surfaciques (pores), sites préférentiels d'amorçage de fissures, observations qui nécessitent confirmation.

De plus, il semblerait que quelles que soit les configurations en CMSX4 Plus testées (revêtues et texturées comprises), les fissures menant à la rupture des éprouvettes se sont amorcées en face amont sur la surface extérieure, s'ouvrent lors des phases de traction à 500°C et se referment lors des phases de compression à chaud, favorisant alors l'oxydation de ces dernières.

Dès lors que les éprouvettes sont revêtues des différentes couches du système BT, la durée de vie en TGMF chute légèrement alors que la tenue à l'oxydation est renforcée. Il est difficile d'expliquer ces résultats qui résultent probablement d'une faible ductilité au niveau de la sous-couche d'accroche qui aurait tendance à fissurer davantage. La durée de vie des systèmes revêtus ne semble donc pas être contrôlée par les endommagements microstructuraux des superalliages monogranulaires.

En outre, deux éprouvettes texturées ont été testées en fatigue thermomécanique hors phase. La configuration M7 ainsi qu'une configuration similaire avec des motifs moins profonds (M8) ont été évaluées. Or, il semblerait que la texturation de la surface de la sous-couche d'accroche entraine une faible réduction de la durée de vie en TGMF des éprouvettes revêtues. Cependant, les motifs de texturation n'ont pas été identifiés comme étant des sites préférentiels d'amorçage de fissures.

Une étude supplémentaire a été conduite pour évaluer l'influence d'un pré-vieillissement thermique de 100h à 1150°C qui simulerait une dégradation longue des aubes de turbine HP, sur les durées de vie en TGMF. Bien évidemment, l'exposition à haute température entraine le grossissement et la coalescence des précipités γ' couplés à l'élargissement des couloirs de matrice, au sein du superalliage. Il s'avère que ces dégradations microstructurales abaissent la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% en traction à 500°C ainsi que la durée de vie en TGMF du CMSX4 Plus non revêtu. Cependant, la durée de vie des éprouvettes revêtues en TGMF semble augmenter lorsque les éprouvettes ont été préalablement vieillies thermiquement. Ces résultats, dont les causes sont à ce jour incomprises, montrent donc que la tenue en TGMF des éprouvettes revêtues et préalablement vieillies n'est pas contrôlée par celle du superalliage monogranulaire.

Finalement, il semblerait que les morphologies de surface développées au cours de ces travaux, renforcent la tenue à l'écaillage des systèmes barrières thermiques. En effet, quelles que soient les configurations évaluées, les parties utiles texturées ne se sont jamais écaillées lors des essais de TGMF et ce même lors de la rupture de l'éprouvette. Il semblerait effectivement que les bourrelets de matière, générés sur la surface, ralentissent voire stoppent la propagation des fissures amorcées dans la couche d'oxyde.

Malheureusement, lors de cette étude il n'a pas été possible de déterminer quelle morphologie de surface entre M7 et M8 est réellement la plus efficiente pour améliorer la tenue à l'écaillage des systèmes BT. Néanmoins, la durée de vie de l'éprouvette M7 non vieillies en TGMF est légèrement plus élevée que celle de son homologue M8. Il aurait été intéressant alors de comparer ces deux morphologies en oxydation cyclique à 1150°C ou d'évaluer leur pertinence par d'autres critères que celui de la tenue à l'écaillage.

# Conclusion générale

Ces travaux de thèse avaient pour objectif principal de ralentir l'écaillage des systèmes barrières thermiques (CMSX4 Plus / SC γ/γ'/ BT EB-PVD) lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations thermomécaniques complexes. Il a été choisi, pour ce faire, de renforcer l'ancrage mécanique à l'interface sous-couche/barrière thermique par texturation laser. En effet, ce procédé de traitement de surface permet, par le principe de l'ablation laser, de modeler l'extrême surface irradiée et de contrôler ainsi la rugosité interfaciale.

Dans un premier temps, afin de maîtriser ce procédé et d'anticiper le comportement de la sous-couche d'accroche (de composition chimique proche de celles des superalliages à base nickel monogranulaires), lors de son ablation par un laser nanoseconde, il a été défini d'étudier les interactions laser-matière. Pour ce faire, les mécanismes d'endommagement aux alentours des cavités ablatées ont été étudiés sur divers superalliages monogranulaires. Cette étude a d'abord permis de mettre en avant le fait que lorsque les régimes d'ablation sont bien établis, les paramètres laser n'ont pas besoin d'être modifiés pour obtenir le même motif sur les différents superalliages considérés. De plus, par des analyses EBSD, il a été possible de constater que la formation des bourrelets de matière ne mène pas forcément à la recristallisation de ces derniers. En effet, lorsque la jonction entre ces amas de matière et le substrat est suffisamment large, une solidification en épitaxie est obtenue. Des réponses supplémentaires quant aux mécanismes régissant l'interaction entre un laser nanoseconde et les superalliages à base nickel, ont donc été apportées dans ces travaux. Cependant, étant donné la complexité des phénomènes mis en jeux, il est nécessaire de continuer les investigations à ce sujet.

Le procédé de texturation laser permet donc d'atteindre une infinité de surfaces de morphologies bien différentes. Ne sachant pas au préalable, quelle morphologie de surface serait la plus pertinente pour répondre à la problématique fixée pour cette thèse, il fut nécessaire de définir un premier critère permettant de discriminer les surfaces entre elles. D'après les travaux tirés de la littérature, la microstructure des revêtements EB-PVD est fortement dépendante de la morphologie de surface du substrat, il a donc été choisi de développer des surfaces dont la rugosité, certes accrue par la texturation, ne modifie pas sévèrement la microstructure du dépôt par rapport à une rugosité de surface obtenue par sablage.

Ainsi, après optimisation des morphologies de surface, le cœur des travaux s'est focalisé sur l'évaluation de la tenue à l'écaillage des systèmes barrières thermiques pour vérifier la pertinence de la solution technologique adoptée dans cette étude. Pour ce faire, les durées de vie à l'écaillage des nouveaux systèmes BT furent donc comparées à celles d'un système sablé lors d'essais d'oxydation cyclique à 1150°C. Ces essais ont permis de dégager une seule morphologie de surface prometteuse. En effet, toutes les autres configurations testées ont engendré un écaillage prématuré de la couche céramique par rapport au système sablé de référence. Des investigations supplémentaires seraient utiles pour comprendre les mécanismes d'endommagement des systèmes BT lors de ces sollicitations d'oxydation cyclique. Il se pourrait notamment, que la morphologie des bourrelets de matière, qui fluent en cours d'essais, ait un impact significatif sur la durée de vie à l'écaillage des systèmes BT.

Toujours dans l'optique de vérifier si la texturation laser pouvait ralentir l'écaillage de la couche céramique, des essais de fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal ont ensuite été effectués sur le banc MAATRE. Ces essais si particuliers de par leur caractère exceptionnel, simulent le comportement des points chauds rencontrés au niveau des aubes de turbines HP.

Au regard des résultats obtenus, il semblerait effectivement que les morphologies développées par texturation laser renforcent la tenue à l'écaillage des systèmes barrières thermiques. En effet, aucune propagation de l'écaillage n'a pu être observée dans les parties utiles des éprouvettes tubulaires texturées. Les fissures menant à l'écaillage de la couche céramique, qui s'amorcent dans la couche d'oxyde naturel et se propagent le long de l'interface TGO/SC, sont stoppées par les bourrelets de matière des motifs texturés sur la sous-couche γ/γ'. De plus, les motifs de texturation ne semblent pas être des zones préférentielles d'amorçage de fissures malgré leur caractère de concentrateur de contraintes.

Toutefois, les durées de vie des éprouvettes texturées lors des essais de TGMF semblent légèrement moins élevées que celles des systèmes sablés. Or, il s'avère que les durées de vie des éprouvettes pré-vieillies thermiquement ou non ainsi que les mécanismes d'endommagement associés de ce type d'essais (fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal, induisant une répartition inhomogène des contraintes thermiques et mécaniques au sein des éprouvettes) ne sont à ce jour pas totalement assimilés. Pour pallier ces incompréhensions, il serait intéressant d'estimer par simulation numérique les gradients de contraintes au sein des éprouvettes et de corréler ces résultats avec les mécanismes d'endommagement. De plus, il serait très intéressant de déterminer, en multipliant les essais de TGMF, la dispersion des durées de vie. De même, des essais plus simples sous gradient thermique pariétal pourraient être effectués pour comprendre le comportement des systèmes étudiés face aux sollicitations complexes induites par les essais de TGMF.

Avant ces travaux de thèse, la texturation laser avait déjà fait ses preuves vis-à-vis du renforcement de l'ancrage mécanique entre un substrat et une barrière thermique projetée. Il n'était cependant pas évident que cette solution technologique soit pertinente dans le cas d'une barrière thermique déposée par EB-PVD de par la nature colonnaire de ce type de revêtement. En effet, contrairement aux procédés de projection thermique où des travaux considérables ont préalablement montré qu'il est possible d'adapter la taille des particules pour qu'elles épousent parfaitement les anfractuosités générées par texturation laser, les dépôts EB-PVD sont fortement dépendants des phénomènes d'ombrage et la microstructure colonnaire de ces derniers pouvait en être grandement fragilisée. Cependant au regard des résultats obtenus, il est possible d'affirmer que le procédé de texturation laser choisi répond à la problématique fixée, en ralentissant la propagation de l'écaillage aux interfaces du système BT considéré.

Des simulations numériques seraient bénéfiques à plusieurs niveaux pour compléter les travaux menés dans cette thèse. En effet, il serait intéressant dans un premier temps de pouvoir simuler l'influence des paramètres énergétiques du laser sur la morphologie des cavités générées en fonction des propriétés propres aux matériaux irradiés. De plus, il serait essentiel de pouvoir simuler la croissance des colonnes EB-PVD sur les aspérités de surface. Les simulations

numériques des deux procédés permettraient ainsi d'optimiser les morphologies de surface pour obtenir une microstructure de la couche céramique optimale, tout en gagnant du temps et en économisant de la matière première. Il serait ainsi effectivement possible de faire varier un grand nombre de paramètres procédés avant de valider les surfaces définies par simulation, par l'expérience.

Enfin, pour anticiper les comportements que pourraient avoir les aubes de turbine HP texturées, il serait pertinent d'évaluer l'impact de la texturation laser appliquée sur ce type de systèmes BT lors de diverses sollicitations thermomécaniques (fluage, fatigue isotherme, etc…). De même, il faudrait également évaluer l'influence que pourrait avoir les modifications microstructurales alors engendrées par la texturation laser, au sein de la couche céramique sur ses propriétés intrinsèques (coefficient de dilation thermique, conductivité thermique, etc…). Des études supplémentaires sont donc nécessaires pour trouver la morphologie de surface optimale permettant d'obtenir de bonnes propriétés thermomécaniques couplées à une excellente tenue à l'écaillage. Il sera alors tout à fait envisageable d'appliquer ce procédé largement automatisable, sur la surface de pièces industrielles telles que les aubes de turbine HP.

# Références

[1] O. Delcourt, “Les défits matériaux et procédés pour les équipements aéronautiques, » Conférence A3TS, 2016.

[2] R.C. Reed, “The Superalloys: Fundamentals and Applications,“ Cambridge University Press, 2008.

[3] J. B. Wahl and K. Harris, “Improved 3rd Generation Single Crystal Superalloy CMSX-4® Plus (SLS)-a study of evolutionary alloy development,” Cannon-Muskegon Corporation, MI 49441-0506, 1984.

[4] S. Tin and T. M. Pollock, “Phase instabilities and carbon additions in single-crystal nickel-base superalloys,” Materials Science ang Engineering A, vol. 348, no. 1–2, p. 111–121, 2003.

[5] J. Rame, S. Utada, L. Bortoluci Ormastroni, L. Mataveli Suave, E. Menou, L. Despres, P. Kontis, and J. Cormier “Platinum containing new generation nickel-based superalloy for single crystalline applications,” Superalloys 2020, p. 71–81. TMS, 2020.

[6] S. Paquin and R. Cariou, Brevet, “Turbine blade having an improved structure,” n° WO 2018/189434 A2, 2018.

[7] A. Rollinger, R. Cariou, T. Flamme, S. Paquin, Brevet, “Turbine blade comprising a cooling circuit,” n° WO 2018/060627 A1, 2017.

[8] B. Gleeson, W. Wang, S. Hayashi, and D. Sordelet, “Effects of Platinum on the Interdiffusion and Oxidation Behavior of Ni-Al-Based Alloys,” Materials Science Forum vol. 464, p. 213–222, 2004.

[9] Y. Matsuoka, Y. Aoki, A. Satou, T. Suzuki, K. Chikugo, and K. Murakami, “The formation of SRZ on a fourth generation single crystal superalloy applied with aluminide coating,” Superalloys 2004, p. 637–642, TMS, 2004.

[10] W. S. Walston, J. C. Schaeffer, and W. H. Murphy, “A new type of microstructural instability in superalloys - SRZ,” Superalloys 1996, p. 9–18, TMS, 1996.

[11] A. Saboundji, V. Jaquet, L. M. Suave, and J. Rame, “Development of new coating compatible with third-generation nickel based superalloys and thermal barrier coating,” Superalloys 2020, p. 804–812, TMS, 2020.

[12] M. Boidot, Thèse de doctorat, “Élaboration de revêtements γ-γ’ et de systèmes barrière thermique par Spark Plasma Sintering,” Université de Toulouse, 2010.

[13] T. Izumi and B. Gleeson, “Oxidation Behavior of Pt + Hf-modified γ -Ni + γ ′ - $Ni_3Al$ Alloys,” Materials Science Forum, vol. 522–523, p. 221–228, 2006.

[14] D. R. Clarke and C. G. Levi, “Materials design for the next generation thermal barrier coatings,”Annual Review of Materials Research, vol. 33, p. 383–417, 2003.

[15] J. R. Brandont and R. Taylor, “Phase stabifity of zirconia-based thermal barrier coatings Part I. Zirconia-yttria alloys,” Surface and Coatings Technology, vol. 46, p. 75–90, 1991.

[16] T. N. Rhys-Jones and F. C. Toriz, “Thermal barrier coatings for turbine applications in aero engines,” High Temperature Technology, vol. 7, no. 2, p 73–81, 2016.

[17] T. K. Gupta, J. H. Bechtold, R. C. Kuznicki, L. H. Cadoff, and B. R. Rossing, “Stabilization of

tetragonal phase in polycrystalline zirconia," Journal of Materials Science, vol. 12, p. 2421–2422, 1977.

[18] S. Stecura, "Effects of compositional changes on the performance of a thermal barrier coating system," Third Annual Conference on Composite and Advanced Materials, Nasa Technical Memorandum 78976, 1979.

[19] B. Bernard, L. Bianchi, A. Malié, A. Joulia, and B. Rémy, "Columnar suspension plasma sprayed coating microstructural control for thermal barrier coating application," Journal of the European Ceramic Society, vol. 36, p. 1081–1089, 2016.

[20] C. G. Levi, J. W. Hutchinson, M. H. Vidal-Sétif, and C. A. Johnson, "Environmental degradation of thermal-barrier coatings by molten deposits," MRS Bulletin, vol. 37, p. 932–941, 2012.

[21] R. Kromer, Thèse de doctorat, "Etude des effets des préparations de surface avant projection thermique - Application à un système barrière thermique," Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2016.

[22] R. Barrault and F. Mauget, "Banc d'essai MAATRE," 2017, [Online]. Available: https://www.youtube.com/watch?v=cbzZ0UneEp4.

[23] F. L. Versnyder and M. E. Shank, "The Development of Columnar Grain and Single Crystal High Temperature Materials Through Directional Solidification," Materials Science and Engineering, vol. 6, no. 4, p9 213–247, 1970.

[24] P. N. Quested and S. Osgerby, "Mechanical properties of conventionally cast, directionally solidified, and single-crystal superalloys," Materials Science and Technology, vol. 2, p. 461–475, 1986.

[25] M. Gell, D. N. Dhul and A. F. Giamei, "The development of single crystal superalloy turbine blades," Superalloys 1980, vol.41, p. 205–214, TMS, 1974.

[26] P. Carter, D. C. Cox, C. A. Gandin, and R. C. Reed, "Process modelling of grain selection during the solidification of single crystal superalloy castings," Materials Science and Engineering A, vol. 280, p. 233–246, 2000.

[27] N. Wang, L. Liu, S. Gao, X. Zhao, T. Huang, J. Zhang, and H. Fu, "Simulation of grain selection during single crystal casting of a Ni-base superalloy," Journal of Alloys and Compounds, vol. 586, p. 220–229, 2014.

[28] G. Cailletaud, J. Cormier, V. Maurel, L. Naze, E. Eggeler and C. A. Gandin, "Processing of directionally cast nickel based superalloys solidification and heat treatments," chapitre du prochain livre de G. Cailletaud intitulé "Ni-Based Single Crystal Superalloys Across the Scales", Elsevier, courant 2021.

[29] A. Cervellon, Thèse de doctorat, "Propriétés en fatigue à grand et très grand nombre de cycles et à haute température des superalliages base nickel monogranulaires," Ecole Nationale de Mécanique et d'Aerotechnique, 2016.

[30] M. V. Acharya and G. E. Fuchs, "The effect of long-term thermal exposures on the microstructure and properties of CMSX-10 single crystal Ni-base superalloys," Materials Science ang Engineering A, vol. *381*, p. 143–153, 2004.

[31] I. L. Svetlov, B. A. Golovko, A. I. Epishin, and N. P. Abalakin, “Diffusional mechanism of γ’-phase particules coalescence in single crystals of nickel-base superalloys,” Scripta Metallurgica et Materialia, vol. 26, no. c, p. 1353–1358, 1992.

[32] Z. Shi, J. Li, and S. Liu, “Effect of long term aging on microstructure and stress rupture properties of a nickel based single crystal superalloy,” Progress in Natural Science Materials International, vol. 22, p.426–432, 2012.

[33] A. Epishin, T. Link, and G. Nolze, “SEM investigation of interfacial dislocations in nickel-base superalloys,” Journal of Microscopy, vol. 228, p. 110–117, 2007.

[34] T. Link, A. Epishin, M. Paulisch, and T. May, “Topography of semicoherent γ/γ′-interfaces in superalloys: Investigation of the formation mechanism,” Materials Science and Angineering A, vol. 528, p. 6225–6234, 2011.

[35] J. K. Tien and S. M. Copley, “The effect of uniaxial stress on the periodic morphology of coherent gamma prime precipitates in nickel-base superalloy crystals,” Metallurgical Transactions, vol. 2, p. 215–219, 1971.

[36] M. Veron, Y. Brechet, and F. Louchet, “Directional Coarsening of Nickel Based Superalloys: Driving Force and Kinetics,” Superalloys 1996, p. 181–190, TMS, 2012.

[37] T. M. Pollock and A. S. Argon, “Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates,” Acta Metallurgica et Materialia, vol. 42, no. 6, p. 1859–1874, 1994.

[38] B. Fedelich, G. Künecke, A. Epishin, T. Link, and P. Portella, “Constitutive modelling of creep degradation due to rafting in single-crystalline Ni-base superalloys,” Materials Science and Engineering A, vol. 510–511, p. 273–277, 2009.

[39] M. Nazmy, A. Epishin, T. Link, and M. Staubli, “A review of degradation in single crystal nickel based superalloys,” Energy Materials, vol. 1, no. 4, p. 263–268, 2006.

[40] M. Kamaraj, “Rafting in single crystal nickel-base superalloys - An overview,” Sadhana, vol. 28, no. 1–2, p. 115–128, 2003.

[41] R. Giraud, J. Cormier, Z. Hervier, D. Bertheau, K. Harris, J. Wahl, X. Milhet, J. Mendez, and A. Organista, “Effect of the prior microstructure degradation on the high temperature/low stress non-isothermal creep behavior of CMSX-4 Ni-based single crystal superalloy,” Superalloys 2012, p. 265–274, TMS, 2012.

[42] C. Langlade-bomba, B. Vannes, P. Sallamand, and D. Grevey, “Lasers de puissance et traitements superficiels Lasers de puissance et traitements superficiels,” Techniques de l’ingénieur, M1642, 2002.

[43] C. Subran, J. Sagaut, and S. Lapointe, “Lasers : principes, applications et mesures énergétiques,” R6280 V1, 2009.

[44] P. Laurens, C. Dubouchet, and D. Kechemair, “Application des lasers aux traitements de surface,” M1643 V1, 1996.

[45] D. Bäuerle, “Laser Processing and Chemistry,” Springer, Fourth Edition, 2011

[46] M. von Allmen and A. Blatter, “Laser-Beam Interactions with Materials,” Springer,

Second, Updated Edition, 1998

[47] J. Lopez, “Interaction laser-matière. Marché du laser,” Laser’ApE, 2017

[48] B.N.Chichkov, C.Momma, S.Nolte, F. von Alvensleben, and A.Tünnermann, “Femtosecond, picosecond and nanosecond laser abaltion of solids,” Applied Physics A, vol. 63, p. 109–115, 1996.

[49] 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, vol. 20, p. 719–735, 2011.

[50] M. Decup, Thèse de doctorat, “Impact des procédés industriels de traitement sur les propriétés diélectriques des substrats d’Alumine utilisés dans les modules de commutation haute tension,” Université de Toulouse, 2011.

[51] T. Kato, T. Kobayashi, R. G. Nikov, N. N. Nedyalkov, and P. A. Atanasov, “Surface modification of Ti6Al4V by nanosecond laser ablation for biomedical applications,” Journal of Physics: Conference Series, vol. 605, 2015.

[52] S. Costil, A. Lamraoui, C. Langlade, O. Heintz, and R. Oltra, “Surface modifications induced by pulsed-laser texturing — Influence of laser impact on the surface properties,” Applied Surface Science, vol. 288, p. 542–549, 2014.

[53] A. Kurella and N. B. Dahotre, “Review paper: Surface Modification for Bioimplants: The Role of Laser Surface,” Journal of Biomaterials applications, vol. 20, p1–25, 2005.

[54] J. M. Jouvard, A. Soveja, N. Pierron, D. Fonderie, and L. Creusot, “Thermal modelling of metal surface texturing by pulsed laser,” Proceedings of the COMSOL Users Conference, 2006.

[55] V. V Semak, J. A. Hopkins, M. H. Mccay, and T. D. Mccay, “A concept for a hydrodynamic model of keyhole formation and support during laser welding,”ICALEO 1994, p. 641–650, 1994.

[56] V. Semak and A. Matsunawa, “The role of recoil pressure in energy balance during laser materials processing,” Journal of Physics D Applied Physics, vol. 30, p. 2541–2552, 1997.

[57] M. Schneider, Thèse de doctorat, “Perçage profond par laser : Analyse des processus physiques,” Université de Paris VI, 2008.

[58] K. Verhoeven, "Modelling Laser Percussion Drilling,” Eindhoven University Press, 2004.

[59] M. Mostafa, Thèse de doctorat, “Etude du perçage et du soudage laser : dynamique du capillaire,” Université de Bourgogne, 2011.

[60] N. Revuz, Thèse de doctorat “Étude de l’endommagement d’un superalliage monocristallin à base de nickel induit par microperçage laser milliseconde,” Ecole nationale supérieure des mines de Paris, 2010.

[61] M. Medale, C. Xhaard, and R. Fabbro, “A thermo-hydraulic numerical model to study psot laser welding,” Comptes Rendus Mécanique, vol. 335, no. 5–6, p. 280–286, 2007.

[62] A. Soveja, J. M. Jouvard, and D. Grevey, “Metal Surface Laser Texturing: Multiphysics

Modelling of a Single Impact Effect," Proceedings of the COMSOL Users Conference, 2007.

[63] K. Leitz, B. Redlingshöfer, Y. Reg, A. Otto, and M. Schmidt, "Metal Ablation with Short and Ultrashort Laser Pulses," Physics Procedia, vol. 12, p. 230–238, 2011.

[64] Q. Feng, Y. N. Picard, J. P. McDonald, P. A. Van Rompay, S. M. Yalisove, and T. M. Pollock, "Femtosecond laser machining of single-crystal superalloys through thermal barrier coatings," Materials Science and Engineering A, vol. 430, p. 203–207, 2006.

[65] D. Moskal, J. Martan, M. Kucera, S. Houdkova, R. Kromer, "Picosecond laser surface cleaning af AM1 superalloy," Physics Procedia, vol. 83, p. 249–257, 2016.

[66] W. Zhang, G. Cheng, Q. Feng, and L. Cao, "Picosecond laser-induced formation of spikes in a single crystal superalloy," Applied Surface Science, vol. 258, p. 9452–9456, 2012.

[67] N. G. Semaltianos, W. Perris, J. Cheng, P. French, M. Sharp, G. Dearden, and K. G. Watkins, "Picosecond laser ablation of nickel-based superalloy C263," Applied Physics A, vol. 98, p. 345–355, 2010.

[68] N. G. Semaltianos, W. Perris, P. French, M. Sharp, G. Dearden, S. Logothetidis, and K. G. Watkins, "Femtosecond laser ablation characteristics of nickel-based superalloy C263," Applied Physics A, vol. 94, p. 999–1009, 2009.

[69] J. P. McDonald, S. Ma, T. M. Pollock, S. M. Yalisove, and J. A. Nees, "Femtosecond pulsed laser ablation dynamics and ablation morphology of nickel based superalloy CMSX-4," Journal of Applied Physics, vol. 103, no. 09311, p. 1–8, 2008.

[70] Q. Feng, Y. N. Picard, H. Liu, S. M. Yalisove, G. Mourou, and T. M. Pollock, "Femtosecond laser micromachining of single-crystal superalloys," Superalloys 2004, p. 687–696, 2004.

[71] S. Petronic, S. Drecun-Nesic, A. Milosavljevic, A. Sedmak, M. Popovic, and A. Kovacevic, "Microstructure changes of nickel-base superalloys induced by Interaction with femtosecond laser beam," Acta Physica Polonica A, vol. 116, no. 4, p. 550–552, 2009.

[72] S. Ma, J. P. McDonald, B. Tryon, S. M. Yalisove, and T. M. Pollock, "Femtosecond laser ablation regimes in a single-crystal superalloy," Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 38, no. p. 2349–2357, 2007.

[73] Q. Wu, J. Jie, Q. Yu, B. Miao, G. Wang, Y. Liao, R. Fang, X. Chen, and K. Wang., "Study of superalloy topography during ultrahigh intensity nanosecond ultraviolet laser ablation," Journal of Applied Physics, vol. 91, no. 10, p. 6761–6764, 2002.

[74] L. Mataveli Suave, Thèse de doctorat, "High temperature durability of DS200+Hf alloy," Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aeronautique, 2017.

[75] S. Tang, L. K. Ning, T. Z. Xin, and Z. Zheng, "Coarsening Behavior of Gamma Prime Precipitates in a Nickel Based Single Crystal Superalloy," Journal of Materials Science and Technology, vol. 32, p. 172–176, 2016.

[76] K. Zhao, Y. H. Ma, L. H. Lou, and Z. Q. Hu, "Directional coarsening of γ′ phase induced by phase transformation stress," Journal of Materials Research, vol. 20, no. 9, p. 2314–2321, 2005.

[77] T. Grosdidier, A. Hazotte, and A. Simon, “Precipitation and dissolution processes in γ/γ′ single crystal nickel-based superalloys,” Materials Science and Engineering A, vol. 256, p. 183–196, 1998.

[78] S. Steuer, Z. Hervier, S. Thabart, C. Castaing, T. M. Pollock, and J. Cormier, “Creep behavior under isothermal and non-isothermal conditions of AM3 single crystal superalloy for different solutioning cooling rates,” Materials Science and Engineering A, vol. 601, p. 145–152, 2014.

[79] N. Pierron, P. Sallamand, and S. Matteı, “Study of magnesium and aluminum alloys absorption coefficient during Nd : YAG laser interaction,” Applied Surface Science, vol. 253, p. 3208–3214, 2007.

[80] N. Kouraytem, X. Li, R. Cunningham, C. Zhao, N. Parab, T. Sun, A. D. Rollett, A. D. Spear, and W. Tan, “Effect of laser-matter interaction on molten pool flow and keyhole dynamics,” Physical Review Applied, vol. 11, 064054, 2019.

[81] S. Selezneff, Thèse de doctorat “Etude et développement de revêtements gamma-gamma’ riches en platine, élaborés par Spark Plasma Sintering (SPS). Application au système barrière thermique,” Université de Toulouse, 2011.

[82] M. Durrand-Charre, “The microstructure of superalloys,” CRC Press, 2000.

[83] R. F. Brenton, C. R. Saunder, and C. P. Kemper, “Elastic properties and thermal expansion of Niobium mono-carbide to high temperatures,” Journal of the Less-Common Metals, vol. 19, p. 273–278, 1969.

[84] D. M. Mattox, “Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing,” William Andrew, Second Edition. 2010.

[85] J. Fan, I. D. Boyd, and C. Shelton, “Monte Carlo modeling of electron beam physical vapor deposition of yttrium,” Journal of Vacuum Science and Technology A, vol. 18, no. 6, p. 2937–2945, 2000.

[86] J. Balakrishnan, I. D. Boyd, and D. G. Braun, “Monte Carlo simulation of vapor transport in physical vapor deposition of titanium,” Journal of Vacuum Science and Technology A, vol. 18, no. 3, p. 907–916, 2000.

[87] A. Besnard, Thèse de doctorat, “Relations structure - conductivité électrique dans des films de chrome architecturés,” Université Franche-Comté, 2010.

[88] A. Marty and S. Andrieu, “Croissance et structure des couches minces,” Journal de Physique IV Colloque, vol. 6, C7, p. 3–11, 1996.

[89] S. Mahieu, P. Ghekiere, D. Depla, and R. De Gryse, “Biaxial alignment in sputter deposited thin films,” Thin Solid Films, vol. 515, p. 1229–1249 2006.

[90] M. Desjonquères, D. Spanjaard, and M. C. Desjonquères, “Étude théorique de divers processus atomiques de croissance sur les surfaces métalliques,” Journal de Physique IV Colloque, vol. 6, C7, p. 19–30, 1996.

[91] A. Anders, “A structure zone diagram including plasma-based deposition and ion etching,” Thin Solid Films, vol. 518, p. 4087–4090, 2010.

[92] J. A. Thornton, “High rate thick film growth,” Annual Review of Materials Research, vol. 7, p. 239–260, 1977.

[93] M. Aufray, “Fascicule : Adhésion et Adhérence des Matériaux,” 2009, [Online]. Available: http://maelenn.aufray.free.fr/cours/fascicule-cours-adhesion-site-web.pdf.

[94] J. W. McBain and D. G. Hopkins, “On Adhesives and Adhesive Action,” Journal of Physical Chemistry, vol. 29, no. 2, p. 188–204 1925.

[95] M. R. Tchoquessi-Diodjo, Thèse de doctorat, “Amélioration de l’adhésion de revêtements épais sur acier : étude expérimentale et numérique,” Université de Toulon, 2013

[96] E. Rio and C. Poulard, “Adhesion,” Département Matériaux Polytech Paris-Sud, 2017, [Online]. Available: http://www.msc.univ-paris-diderot.fr/~cgay/documents/2016-05-formation-physique-lycee/cours-rio-poulard-adhesion-2017-04.pdf

[97] I. Etsion, “State of the Art in Laser Surface Texturing,” Journal of Tribology, vol. 127, p. 248–253, 2005.

[98] L. M. Vilhena, M. Sedlaček, B. Podgornik, J. Vižintin, A. Babnik, and J. Možina, “Surface texturing by pulsed Nd:YAG laser,” Tribology International, vol. 42, p. 1496–1504, 2009.

[99] Y. Xing, J. Deng, X. Feng, and S. Yu, “Effect of laser surface texturing on Si3N4/TiC ceramic sliding against steel under dry friction,” Materials and Design, vol. 52, p. 234–245, 2013.

[100] D. He, S. Zheng, J. Pu, G. Zhang, and L. Hu, “Improving tribological properties of titanium alloys by combining laser surface texturing and diamond-like carbon film,” Tribology International, vol. 82, p. 20–27, 2015.

[101] Z. Yang, Y. L. Tian, C. J. Yang, F. J. Wang, and X. P. Liu, “Modification of wetting property of Inconel 718 surface by nanosecond laser texturing,” Applied Surface Science, vol. 414, p. 313–324, 2017.

[102] C. Ma, S. Bai, X. Peng, and Y. Meng, “Applied Surface Science Improving hydrophobicity of laser textured SiC surface with micro-square convexes,” Applied Surface Science, vol. 266, p. 51–56, 2013.

[103] J. Zha *et al.*, “Superhydrophobicity of polymer fi lms via fl uorine atoms covalent attachment and surface nano-texturing,” Journal of Fluorine Chemistry, vol. 200, p. 123–132, 2017.

[104] K. Shikimoto, S. Ishida, W. Jinnouchi, Y. Ogawa, H. Akebono, and A. Sugeta, “Effect of Laser Patterning Preprocessing on Fatigue Strength of Adhesive Bonded Joints Using Thin Steel Plate,” Materials Transactions, vol. 61, no. 3, p. 469–474, 2020.

[105] D. Neves, A. E. Diniz, and M. S. F. de Lima, “Efficiency of the laser texturing on the adhesion of the coated twist drills,” Journal of Materials Processing Technology, vol. 179, p. 139–145, 2006.

[106] 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, vol. 278, no. 2, p. 171–182, 2015.

[107] D. Courapied, R. Kromer, L. Berthe, P. Peyre, S. Costil, J. Cormier, M. Boustie, and X. Milhet, “Laser adhesion test for thermal sprayed coatings on textured surface by laser,” Journal of Laser Applications, vol. 28, no. 2, p. 022509, 2016.

[108] R. Kromer, 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, vol. 25, no. 3, p. 401–410, 2016.

[109] R. Kromer, F. Mauget, L. Despres, S. Costil, and J. Cormier, “Thermo-mechanical fatigue evaluation of a thermal barrier coating bond-coatless system,” Materials Science and Engineering A, vol. 756, p. 130–141, 2019.

[110] R. Kromer, J. Cormier, S. Costil, D. Courapied, L. Berthe, and P. Peyre, “High temperature durability of a bond-coatless plasma-sprayed thermal barrier coating system with laser textured Ni-based single crystal substrate,” Surface and Coatings Technology, vol. 337, p. 168–176, 2018.

[111] R. Kromer, Y. Danlos, E. Aubignat, C. Verdy, and S. Costil, “Coating deposition and adhesion enhancements by laser surface texturing—metallic particles on different classes of substrates in cold spraying process,” Materials and manufacturing Processes, vol. 32, no. 14, p. 1642–1652, 2017.

[112] R. Kromer, P. Sokołowski, R. T. Candidato, S. Costil, and L. Pawłowski, “Control of the Mesostructure of Suspension Plasma-Sprayed Coating with Laser Surface Texturing: Application to TBC,” Journal of thermal Spray Technology, vol. 28, no. 3, p. 405–416, 2019.

[113] P. Sokolowski, S. Kozerski, L. Pawlowski, and A. Ambroziak, “The key process parameters influencing formation of columnar microstructure in suspension plasma sprayed zirconia coatings,” Surface and Coatings technology, vol. 260, p. 97–106, 2014.

[114] W. S. Walston, “Coating and Surface Technologies for Turbine Airfoils,” Superalloys 2004, p. 579–588, TMS,2004.

[115] B. Bernard, A. Quet, L. Bianchi, V. Schick, A. Joulia, A. Malié, and B. Rémy, “Effect of Suspension Plasma-Sprayed YSZ Columnar Microstructure and Bond Coat Surface Preparation on Thermal Barrier Coating Properties,” Journal of Thermal Spray Technology, vol. 26, p. 1025–1037, 2017.

[116] N. Curry, Z. Tang, N. Markocsan, and P. Nylén, “Influence of bond coat surface roughness on the structure of axial suspension plasma spray thermal barrier coatings - Thermal and lifetime performance,” Surface and Coatings Technology vol. 268, p. 15–23, 2015.

[117] H. Rahmani, S. Rastegari, and S. Mirdamadi, “Effective parameters on microstructure and properties of EB-PVD NiCrAlY coating,” surface Engineering, vol. 31, no. 2, p. 156–165, 2015.

[118] S. Guo, Y. Tanaka, and Y. Kagawa, “Effect of interface roughness and coating thickness on interfacial shear mechanical properties of EB-PVD yttria-partially stabilized zirconia thermal barrier coating systems,” Journal of the European Ceramic Society, vol. 27, p. 3425–3431, 2007.

[119] T. V Kononenko, V. Konov, S. V. Garnov, R. Dnielius, A. Piskarskas, G; Tamosauskas, and F. Dausinger, “Comparative study of the ablation of materials by femtosecond and pico- or nanosecond laser pulses,” Quantum Electronics, vol. 29, no. 8, p. 724–728, 1999.

[120] A. Semerok, C. Chaléard, V. Detalle, J. L. Lacour, P. Mauchien, P. Meynadier, C. Nouvellon, B. Sallé, P. Palianov, M. Perdrix, and G. Petite, “Experimental investigations of laser ablation efficiency of pure metals with femto, pico and nanosecond pulses,” Applied Surface Science, vol. 138–139, p. 311–314, 1999.

[121] A. Semerok, B. Sallé, J. F. Wagner, and G. Petite, “Femtosecond, picosecond, and nanosecond laser microablation: Laser plasma and crater investigation,” Laser and Particle Beams, vol. 20, p. 67–72, 2002.

[122] J. R. Nicholls, Y. Jaslier, and D. S. Rickerby, “Erosion and Foreign Object Damage of Thermal Barrier Coatings," Materials Science Forum, vol. 251–254, p. 935–948, 1997.

[123] R. G. Wellman, M. J. Deakin, and J. R. Nicholls, “The effect of TBC morphology and aging on the erosion rate of EB-PVD TBCs,” Tribology International, vol. 38, p. 798–804, 2005.

[124] J. R. Nicholls, M. J. Deakin, and D. S. Rickerby, “A comparison between the erosion behaviour of thermal spray and electron beam physical vapour deposition thermal barrier coatings,” *Wear,* vol. 233–235, p. 352–361, 1999.

[125] 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, vol. 352, p. 221–231, 2003.

[126] S. Krämer, S. Faulhaber, M. Chambers, D. R. Clarke, C. G. Levi, J. W. Hutchinson, and A. G Evans, “Mechanisms of cracking and delamination within thick thermal barrier systems in aero-engines subject to calcium-magnesium-alumino-silicate (CMAS) penetration,” Materials Science and Engineering A, vol. 490, p. 26–35, 2008.

[127] D. L. Poerschke, R. W. Jackson, and C. G. Levi, “Silicate Deposit Degradation of Engineered Coatings in Gas Turbines: Progress Toward Models and Materials Solutions" Annual Review of Materials Research, vol. 47, p. 297–330, 2017.

[128] H. Peng, L. Wang, L. Guo, W. Miao, H. Guo, and S. Gong, “Degradation of EB-PVD thermal barrier coatings caused by CMAS deposits,” Progress in Natural Science: Materials International, vol. 22, no. 5, p. 461–467, 2012.

[129] R. Wellman, G. Whitman, and J. R. Nicholls, “CMAS corrosion of EB PVD TBCs: Identifying the minimum level to initiate damage,” International Journal of Refractory Metals and Hards Materials, vol. 28, p. 124–132, 2010.

[130] S. Krämer, J. Yang, and C. G. Levi, “Infiltration-inhibiting reaction of gadolinium zirconate thermal barrier coatings with CMAS melts,” Journal of the American Ceramic Society, vol. 91, no. 2, p. 576–583, 2008.

[131] D. L. Poerschke, J. S. Van Sluytman, K. B. Wong, and C. G. Levi, “Thermochemical compatibility of ytterbia-(hafnia/silica) multilayers for environmental barrier coatings," Acta Materialia, vol. 61, p. 6743–6755, 2013.

[132] K. M. Grant, S. Krämer, J. P. A. Löfvander, and C. G. Levi, “CMAS Degradation of

Environmental Barrier Coatings," Surface and Coatings Technology, vol. 202, no. 4–7, p. 653–657, 2007.

[133] Y. Xu, X. Hu, F. Xu, and K. Li, "Rare earth silicate environmental barrier coatings: Present status and prospective," Ceramics International; vol. 43, p. 5847–5855, 2017.

[134] P. Lours and F. Baillon, "Au coeur des matériaux cristallins," 2020, [Online]. Available: https://nte.mines-albi.fr/SciMat/co/SM5uc1-2.html.

[135] D. Monceau and B. Pieraggi, "Determination of parabolic rate constants from a local analysis of mass-gain curves," Oxidation of Metals, vol. 50, no. 5–6, p. 477–493, 1998.

[136] P. Audigie, Thèse de doctorat, "Modélisation de l'interdiffusion et du comportement en oxydation cyclique de superalliages monocristallins à base nickel revetus d'une sous-couche gamma-gamma' riche en platine. Extension aux systèmes barrières thermiques," Université de Toulouse, 2016.

[137] D. L. E. Kirkendall, C. Monty, A. Zemskoff, and Y. Adda, "Flux de lacunes et phenomenes de precipitation dans l'effet kirkendall," Commissariat à l'énergie atomique, Rapport CEA-R-3839, 1969.

[138] C. Remy, M. Dupuy, and D. Calais, "Diffusion chimique et effet kirkendall dans la phase cubique centree du systeme plutonium zirconium," Journal of Nuclear Materials, vol. 34, p. 46–58, 1970.

[139] J. A. Haynes, B. A. Pint, Y. Zhang, and I. G. Wright, "Comparison of the oxidation behavior of β and γ-γ′ NiPtAl coatings," Surface and Coatings Technology, vol. 204, p. 816–819, 2009.

[140] M. Elsaß, M. Frommherz, A. Scholz, and M. Oechsner, "Interdiffusion in MCrAlY coated nickel-base superalloys," Surface and Coatings Technology, vol. 307, no. Part A, p. 565–573, 2016.

[141] C. S. Giggins, B. H. Kear, F. S. Pettit, and J. K. Tien, "Factors Affecting Adhesion of Oxide Scales on Alloys.," Metallurgical Transactions, vol. 5, p. 1685–1688, 1974.

[142] H. E. Evans, "Modelling oxide spallation," Materials at High Temperatures, vol. 12, no. 2–3, p. 219–227, 1994.

[143] N. Birks, G. H. Meier, and F. S. Pettit, "Introduction to the high-temperature oxidation of metals," Cambridge Université Press, Second Edition, 2006.

[144] H. E. Evans, G. P. Mitchell, R. C. Lobb, and D. R. J. Owen, "A Numerical Analysis of Oxide Spallation," Proceedings of the Royal Society A, vol. 440, no. 1908, pp. 1–22, 1993.

[145] H. E. Evans, "Oxidation failure of TBC systems: An assessment of mechanisms," Surface and coatings Technology, vol. 206, p. 1512–1521, 2011.

[146] 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, vol. 46, p. 505–553, 2001.

[147] S. Dryepondt, J. R. Porter, and D. R. Clarke, "On the initiation of cyclic oxidation-induced rumpling of platinum-modified nickel aluminide coatings," Acta Materialia, vol. 57, p.

1717–1723, 2009.

[148] V. K. Tolpygo and D. R. Clarke, “On the rumpling mechanism in nickel-aluminide coatings part II: Characterization of surface undulations and bond coat swelling,” Acta Materialia, vol. 52, p. 5129–5141, 2004.

[149] V. K. Tolpygo and D. R. Clarke, “Surface rumpling of a (Ni, Pt)Al bond coat induced by cyclic oxidation," Acta Materialia, vol. 48, p. 3283–3293, 2000.

[150] V. K. Tolpygo, D. R. Clarke, and K. S. Murphy, “Oxidation-induced failure of EB-PVD thermal barrier coatings," Surface and Coatings Technology, vol. 146–147, p. 124–131, 2001.

[151] I. T. Spitsberg, D. R. Mumm, and A. G. Evans, “On the failure mechanisms of thermal barrier coatings with diffusion aluminide bond coatings,” Materials Science and Engineering A, vol. 394, p. 176–191, 2005.

[152] H. Zhao, Z. Yu, and H. N. G. Wadley, “The influence of coating compliance on the delamination of thermal barrier coatings," Surface and Coatings Technoloogy, vol. 204, p. 2432–2441, 2010.

[153] E. P. Busso, Z. Q. Qian, M. P. Taylor, and H. E. Evans, “The influence of bondcoat and topcoat mechanical properties on stress development in thermal barrier coating systems,” Acta Materialia, vol. 57, p. 2349–2361, 2009.

[154] S. Selezneff, M. Boidot, J. Hugot, D. Oquab, C. Estournès, and D. Monceau, “Thermal cycling behavior of EBPVD TBC systems deposited on doped Pt-rich γ-γ’ bond coatings made by Spark Plasma Sintering (SPS),” Surface and Coatings Technology, vol. 206, p. 1558–1565, 2011.

[155] A. Sato, H. Harada, and K. Kawagishi, “Development of a new bond coat ‘EQ coating’ system,” Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 37, p. 789–790, 2006.

[156] G. M. Han, J. J. Yu, X. F. Sun, and Z. Q. Hu, “Thermo-mechanical fatigue behavior of a single crystal nickel-based superalloy,” Materials Science and Engineering A, vol. 528, p. 6217–6224, 2011.

[157] D. E. Mack, T. Wobst, M. O. D. Jarligo, D. Sebold, and R. Vaßen, “Lifetime and failure modes of plasma sprayed thermal barrier coatings in thermal gradient rig tests with simultaneous CMAS injection,” Surface and Coatings Technology, vol. 324, p. 36–47, 2017.

[158] J. Moverare, M. Segersäll, A. Sato, S. Johansson, and R. Reed, “Thermomechanical Fatigue of Single-crystal Superalloys - Influence of Composition and Microstructure,” Superalloys 2012, p. 369–377, TMS, 2012.

[159] M. Segersäll, D. Leidermark, and J. J. Moverare, “Influence of crystal orientation on the thermomechanical fatigue behaviour in a single-crystal superalloy,” Materials Science and Engineering A, vol. 623, no. 19, p. 68–77, 2015.

[160] X. Z. Lv, J. X. Zhang, and H. Harada, “Twinning behaviors during thermomechanical fatigue cycling of a nickel-base single-crystal TMS-82 superalloy,” Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 23, no. 3, p. 766–771, 2014.

[161] J. X. Zhang, Y. Ro, H. Zhou, and H. Harada, “Deformation twins and failure due to thermo-mechanical cycling in TMS-75 superalloy," Scirpta Materialia, vol. 54, p. 655–660, 2006.

[162] H. U. Hong, J. G. Yoon, B. G. Choi, I. S. Kim, Y. S. Yoo, and C. Y. Jo, “Localized microtwin formation and failure during out-of-phase thermomechanical fatigue of a single crystal nickel-based superalloy," International Journal of fatigue, vol. 69, p. 22–27, 2014.

[163] B. Fu, J. Zhang, and H. Harada, “Interaction between crack and twins in TMS-82 superalloy during thermomechanical fatigue process,” Progress in Natural Science Materials International, vol. 23, no. 5, p. 508–513, 2013.

[164] B. D. Fu, J. X. Zhang, and H. Harada, “Significant thinning of deformation twins and its effect on thermomechanical fatigue fracture in nickel base single crystal superalloys,” Materials Science and Engineering A, vol. 605, p. 253–259, 2014.

[165] M. Segersäll, J. J. Moverare, D. Leidermark, and S. Johansson, “In- and out-of-phase thermomechanical fatigue of a Ni-based single-crystal superalloy," MATEC Web of Conferences, vol. 14, p. 19003, 2014.

[166] J. J. Moverare, S. Johansson, and R. C. Reed, “Deformation and damage mechanisms during thermal-mechanical fatigue of a single-crystal superalloy,” Acta Materialia, vol. 57, p. 2266–2276, 2009.

[167] M. Segers, J. J. Moverare, K. Simonsson, and S. Johansson, “Deformation and damage mechanisms during thermomechanical fatigue of a single-crystal superalloy in the <001> ans <011> directions,” Superalloys 2012, p. 215–223, TMS, 2012.

[168] F. Sun, J. Zhang, and H. Harada, “Deformation twinning and twinning-related fracture in nickel-base single-crystal superalloys during thermomechanical fatigue cycling,” Acta Materialia, vol. 67, p. 45–57, 2014.

[169] J. X. Zhang, H. Harada, Y. Ro, Y. Koizumi, and T. Kobayashi, “Thermomechanical fatigue mechanism in a modern single crystal nickel base superalloy TMS-82,” Acta Materialia, vol. 56, no. 13, p. 2975–2987, 2008.

[170] A. Peichl, T. Beck, and O. Vöhringer, “Behaviour of an EB-PVD thermal barrier coating system under thermal-mechanical fatigue loading,” Surface and Coatings Technology, vol. 162, p. 113–118, 2003.

[171] A. Bickard, Thèse de doctorat “Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'une barrière thermique et d'un aluminiure de nickel déposés sur un superalliage monocristallin,” Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1998.

[172] R. Subramanian, Y. Mori, S. Yamagishi, and M. Okazaki, “Thermo-mechanical Fatigue Failure of Thermal Barrier Coated Superalloy Specimen,”Metallurgica and Materials Transactions A, vol. 46, p. 3999–4012, 2015.

[173] A. Suzuki, M. F. X. Gigliotti, B. T. Hazel, D. G. Konitzer, and T. M. Pollock, “Crack progression during sustained-peak low-cycle fatigue in single-crystal Ni-base superalloy rené N5," Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 41, p. 947–956, 2010.

[174] M. Bartsch, B. Baufeld, S. Dalkiliç, L. Chernova, and M. Heinzelmann, “Fatigue cracks in a thermal barrier coating system on a superalloy in multiaxial thermomechanical testing,”

International Journal of Fatigue, vol. 30, p. 211–218, 2008.

[175] F. Mauget, F. Hamon, M. Morisset, J. Cormier, F. Riallant, 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, vol. 99, no. 2, p. 225–234, 2017.

[176] T. Sanviemvongsak, D. Monceau, and B. Macquaire, “High temperature oxidation of IN 718 manufactured by laser beam melting and electron beam melting: Effect of surface topography,” Corrosion Science, vol. 141, p. 127–145, 2018.

[177] J. Cormier, “Thermal cycling creep resistance of Ni-based single crystal superalloys,” Superalloys 2016, p. 385–394, TMS,2016.

[178] S. Utada, J. Rame, S. Hamadi, J. Delautre, L. Mataveli Suave, P. Villechaise, and J. Cormier, “High-Temperature Pre-deformation and Rejuvenation Treatment on the Microstructure and Creep Properties of Ni-Based Single-Crystal Superalloys,” Superalloys 2020, p. 240–252, TMS, 2020.

[179] L. J. Carroll, Q. Feng, and T. M. Pollock, “Interfacial Dislocation Networks and Creep in Directional Coarsened Ru-Containing Nickel-Base Single-Crystal Superalloys,” Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 39, p. 1290–1307, 2008.

[180] L. Dirand, J. Cormier, A. Jacques, J. Chateau-Cornu, T. Schenk, O. ferry, and P. Bastie, “Measurement of the effective γ/γ′ lattice mismatch during high temperature creep of Ni-based single crystal superalloy," Materials Characterization, vol. 77, p. 32–46, 2013.

[181] M. Aghaie-Khafri and M. Hajjavady, “The effect of thermal exposure on the properties of a Ni-base superalloy," Materials Science and Engineering A, vol. 487, p. 388–393, 2008.

[182] X. W. Jiang, D. Wang, G. Xie, H. Li, L. H. Lou, and J. Zhang, “The Effect of Long-Term Thermal Exposure on the Microstructure and Stress Rupture Property of a Directionally Solidified Ni-Based Superalloy," Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 45, p. 6016–6026, 2014.

[183] F. Riallant, Thèse de doctorat, “Modes d’endommagement à chaud du système AM1 / NiAlPt / BT EBPVD : impact de la plasticité et interactions revêtement – substrat,” Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aeronautique, 2014.

[184] M. Simonetti and P. Caron, “Role and behaviour of v phase during deformation of a nickel-based single crystal superalloy,” Materials Science and Engineering A, vol. 254, p. 1–12, 1998.

[185] J. L. Liu, T. Jin, J. J. Yu, X. F. Sun, H. R. Guan, and Z. Q. Hu, “Effect of thermal exposure on stress rupture properties of a Re bearing Ni base single crystal superalloy,” Materials Science and Engineering A, vol. 527, p. 890–897, 2010.

[186] J. Cormier, X. Milhet, and J. Mendez, “Effect of very high temperature short exposures on the dissolution of the γ′ phase in single crystal MC2 superalloy," Journal of Materials Science, vol. 42, p. 7780–7786, 2007.

[187] J. X. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, T. Kobayashi, H. Harada, and S. Masaki, “Interfacial dislocation networks strengthening a fourth-generation single-crystal TMS-138

superalloy," Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 33, p. 3741–3746, 2002.

[188] M. Bensch, J. Preussner, R. Hüttner, G. Obigodi, S. Virtanen, J. Gabel, and U. Glatzel, "Modelling and analysis of the oxidation influence on creep behaviour of thin-walled structures of the single-crystal nickel-base superalloy René N5 at 980 °C," Acta Materialia, vol. 58, p. 1607–1617, 2010.

[189] N. Matan, D. C. Cox, C. M. F. Rae, and R. C. Reed, "On the kinetics of rafting in CMSX-4 superalloy single crystals," Acta Materialia, vol. 47, no. 7, p. 2031–2045, 1999.

# Annexes

# Annexe 1

## Etude de l'influence d'un pré-vieillissement thermique sur la tenue des superalliages monogranulaires lors d'essais de traction à 500°C

L'objectif de ces travaux est d'étudier l'influence d'un pré-vieillissement thermique à 1100°C appliqué sur des superalliages à base nickel monogranulaires, simulant une dégradation thermique de longue durée, sur leurs propriétés en traction à 500°C (température appliquée lors des paliers en traction du cycle de TGMF).

Trois superalliages monogranulaires de générations différentes, dont les compositions sont données dans le tableau 25, ont été vieillis de 24 à 1000 heures à 1100°C (+/- 2°C). Les traitements thermiques standards appliqués sur ces alliages, avant ceux de vieillissements thermiques, sont présentés dans le tableau 26

*tableau 25 - Compositions des superalliages à base nickel monogranulaires*

| Alliage | Solvus (°C) | Densité (g/cm³) | Composition (wt %) | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Ni | Co | Cr | Mo | W | Ta | Al | Ti | Re | Hf |
| AM1 | 1268 +/- 5 | 8,59 | Bal. | 6,5 | 7,8 | 2 | 5,7 | 7,9 | 5,2 | 1,1 | / | / |
| CMSX4 | 1293 +/- 7 | 8,7 | Bal. | 9,7 | 6,4 | 0,6 | 6,4 | 6,5 | 5,6 | 1,1 | 2,9 | 0,1 |
| CMSX4 Plus | 1334 +/- 5 | 8,93 | Bal. | 10 | 3,5 | 0,6 | 6 | 8 | 5,7 | 0,9 | 4,8 | 0,1 |

*tableau 26 - Traitements thermiques appliqués aux superalliages – états de référence*

| Alliage | Traitement de mise en solution | Traitements supplémentaires |
|---|---|---|
| AM1 | 1300°C/3h/AQ | 1100°C/5h/AQ + 870°C/16h/AQ |
| CMSX4 | 1277°C/2h + 1288°C/2h + 1296°C/3h + 1304°C/3h + 1313°C/2h + 1316°C/2h + 1318°C/2h + 1321°C/2h/GFC | 1140°C/6h/AQ + 871°C/20h/AQ |
| CMSX4 Plus | 1313°C/2h + 1318°C/2h + 1324°C/6h + 1335°C/6h/GFC | 1163°C/6h/AQ + 871°C/20h/AQ |

Des essais de traction à 500°C ont donc été effectués sur des éprouvettes de longueur utile 14 mm et de diamètre 4 mm, à l'aide d'une machine électromécanique Instron 8562, à une vitesse de déformation égale à $10^{-3}$ $s^{-1}$. Un seul essai par configuration a pu être effectué.

# 4 Evolutions microstructurales

La figure 153 présente pour les trois superalliages considérés, les évolutions microstructurales observées en cœur de dendrites. Avant traitements de vieillissement thermique, la microstructure des alliages a une morphologie cuboïdale régulière, ne présentant alors aucune empreinte de dislocations aux interfaces γ/γ'. Dès le moment où les alliages, sont exposés à 1100°C, un grossissement et une coalescence des précipités γ', couplés à un élargissement des couloirs de matrice γ, sont systématiquement observés (figure 153).

Ces tendances sont clairement illustrées par les figures 155 et 156 qui donnent respectivement les évolutions de la largeur des couloirs de matrice et la taille des précipités γ' (diamètre équivalent) en fonction du temps d'exposition à 1100°C. Quel que soit le superalliage considéré, plus le temps d'exposition est long, plus les couloirs de matrice sont larges. Il est d'ailleurs possible de constater ici que les largeurs de couloir de matrice de l'AM1 sont toujours plus élevées que celles du CMSX4, également plus élevées que celles du CMSX4 Plus. La taille des précipités semble augmenter jusqu'à atteindre un certain palier, à partir de 500h d'exposition à 1100°C.

De plus, dès 24h d'exposition à 1100°C, il est possible d'observer la présence d'empreintes de dislocations aux interfaces γ/γ' (voir les flèches blanches sur la figure 154). Ces réseaux de dislocations se densifient avec le temps d'exposition à 1100°C.

Des observations similaires ont pu être faites dans les espaces interdentriques, espaces caractérisés par des morphologies de précipités γ' plus irrégulières et la présence de pores et d'eutectiques.

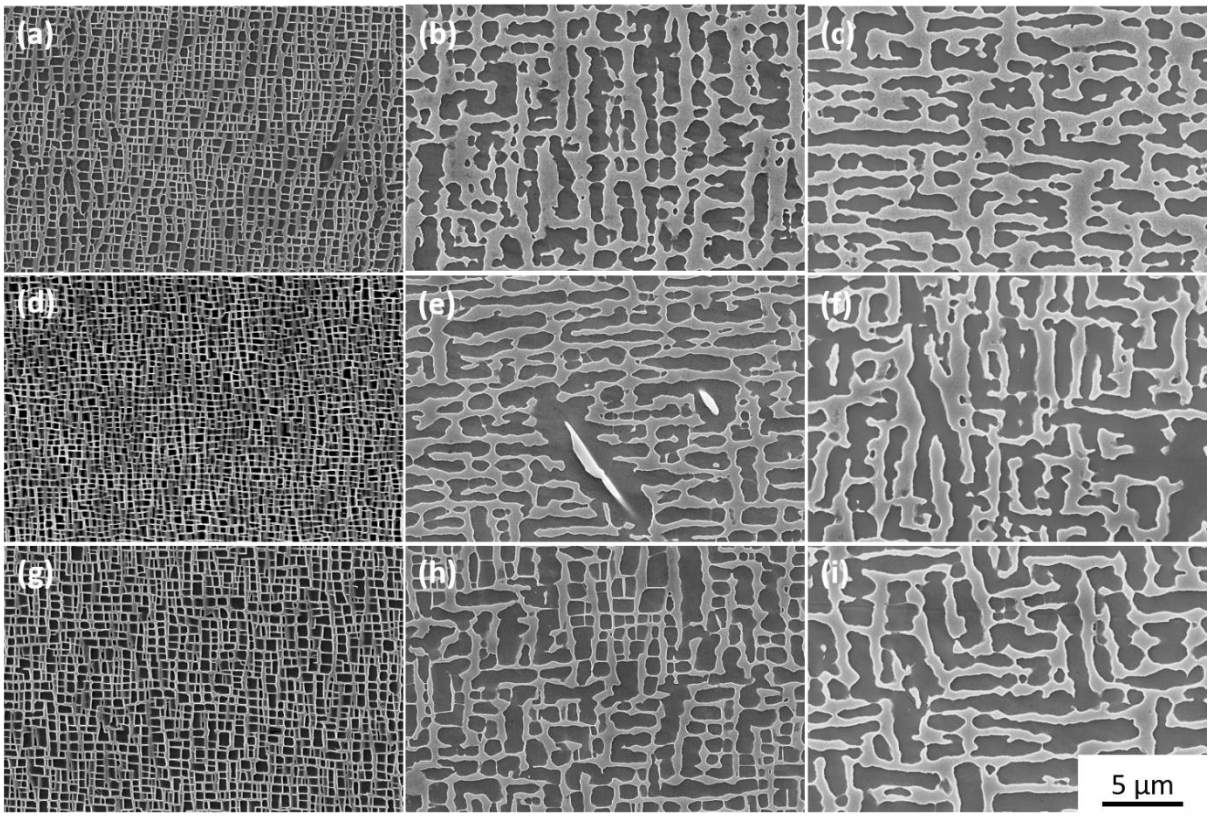


*figure 153 - Evolutions microstructurales en cœur de dendrites: (a) AM1 avant traitement de vieillissement thermique, (b) AM1 après 200h à 1100°C, (c) AM1 après 1000h à 1100°C, (d) CMSX4 avant traitements de vieillissement thermique, (e) CMSX4 après 200h à 1100°C, (f) CMSX4 après 1000h à 1100°C, (g) CMSX4 Plus avant traitements de vieillissement thermique, (h) CMSX4 Plus après 500h à 1100°C, (i) CMSX4 Plus après 1000h à 1100°C*

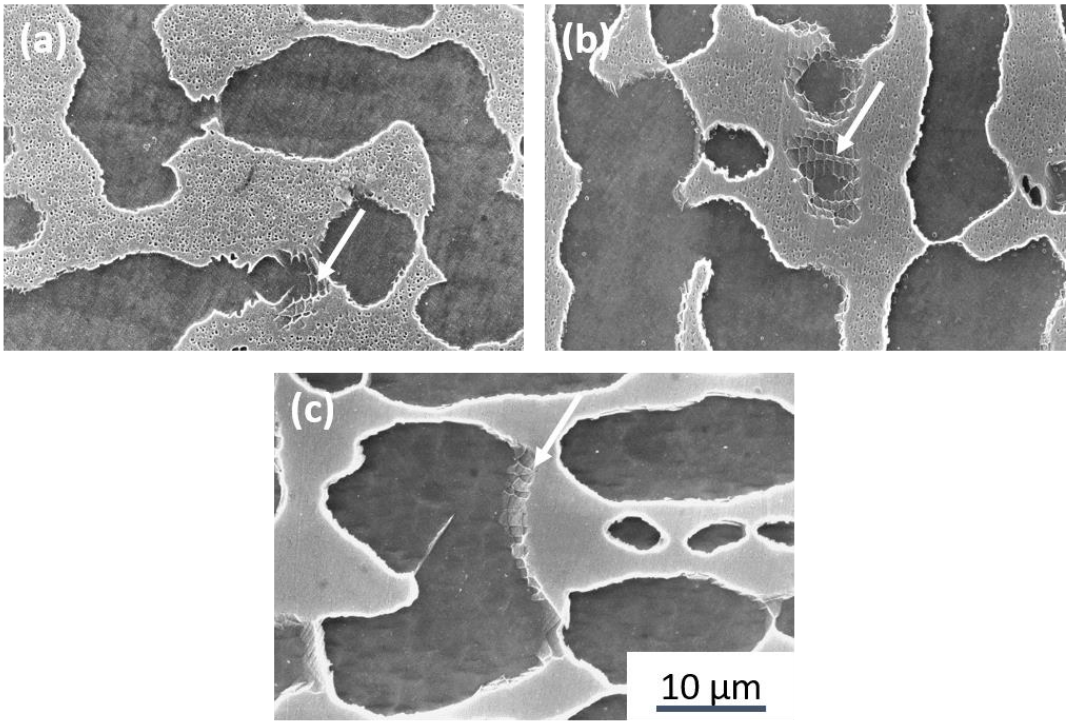


*figure 154 - Réseaux de dislocations aux interfaces γ/γ' (flèches blanches) observés, après 500h à 1100°C : (a) AM1, (b) CMSX4 et (c) CMX4 Plus*

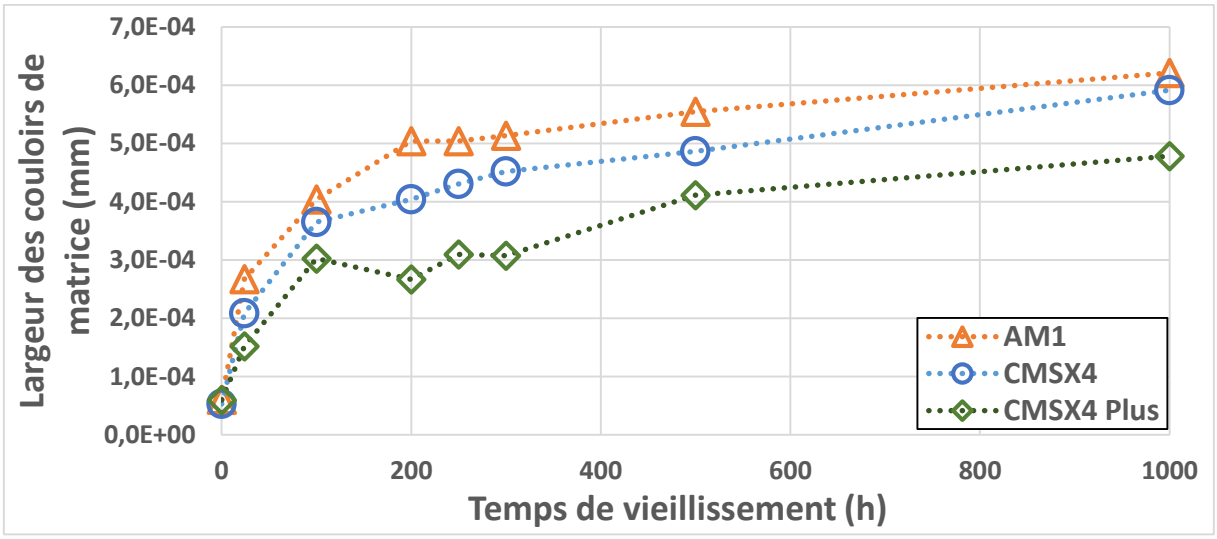


*figure 155 - Largeurs de couloir de matrice γ en fonction du temps d'exposition à 1100°C*

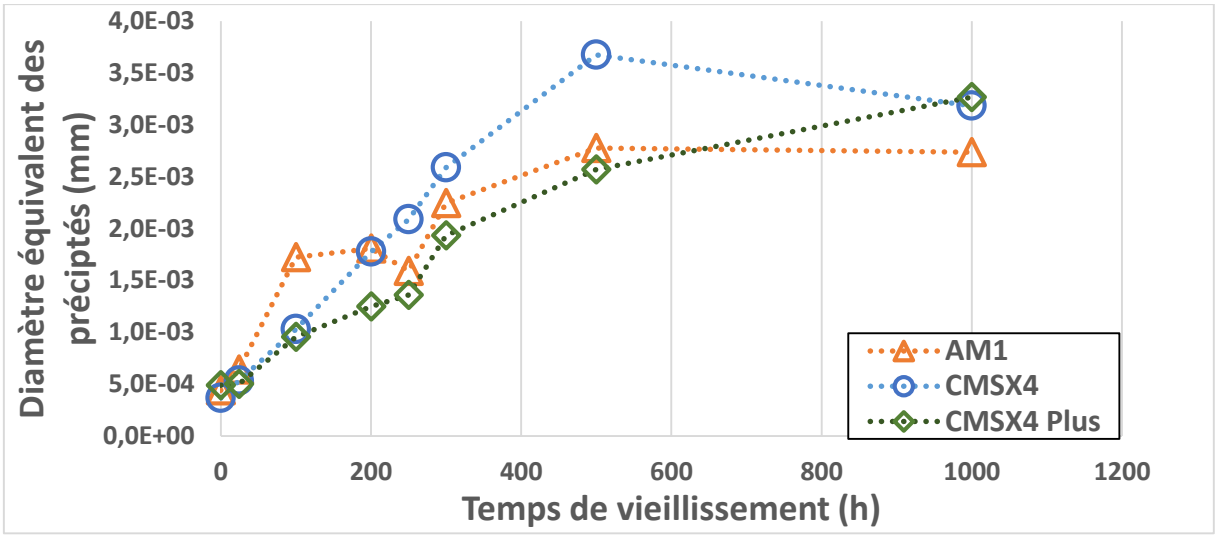


*figure 156 - Diamètres équivalents des précipités γ' en fonction du temps d'exposition à 1100°C*

Concernant le CMSX4 et le CMSX4 Plus, superalliages contenant un plus fort taux d'éléments réfractaires (Re, W, Mo), dès leur exposition pendant 24h, la précipitation, principalement en cœur de dendrites, de phases TCP a pu être observée. Comme le montre la figure 157, ces phases, généralement de forme aiguillée, sont alignées suivant les directions <110> et semblent être entourées d'une zone monophasée de composition probablement proche de celle des précipités γ'.

La répartition de telles phases au sein des alliages étant très hétérogène, il s'avère compliqué d'obtenir une estimation pertinente de la fraction volumique de ces dernières. Qualitativement, il semblerait toutefois que la quantité de phase TCP augmente avec le temps d'exposition à 1100°C.

Dans l'optique d'apporter plus d'informations quant aux mécanismes de précipitation des phases TCP, la distribution, au sein de CMSX4 et du CMSX4 Plus, de la quantité de phases TCP

en fonction de leur longueur et du temps d'exposition à 1100°C est donnée sur les figures 158 et 159, respectivement. Au regard de ces résultats, il semblerait que la taille de ces phases aiguillées, qui semble plus élevée au sein du CMSX4 Plus, augmente avec le temps d'exposition à 1100°C.

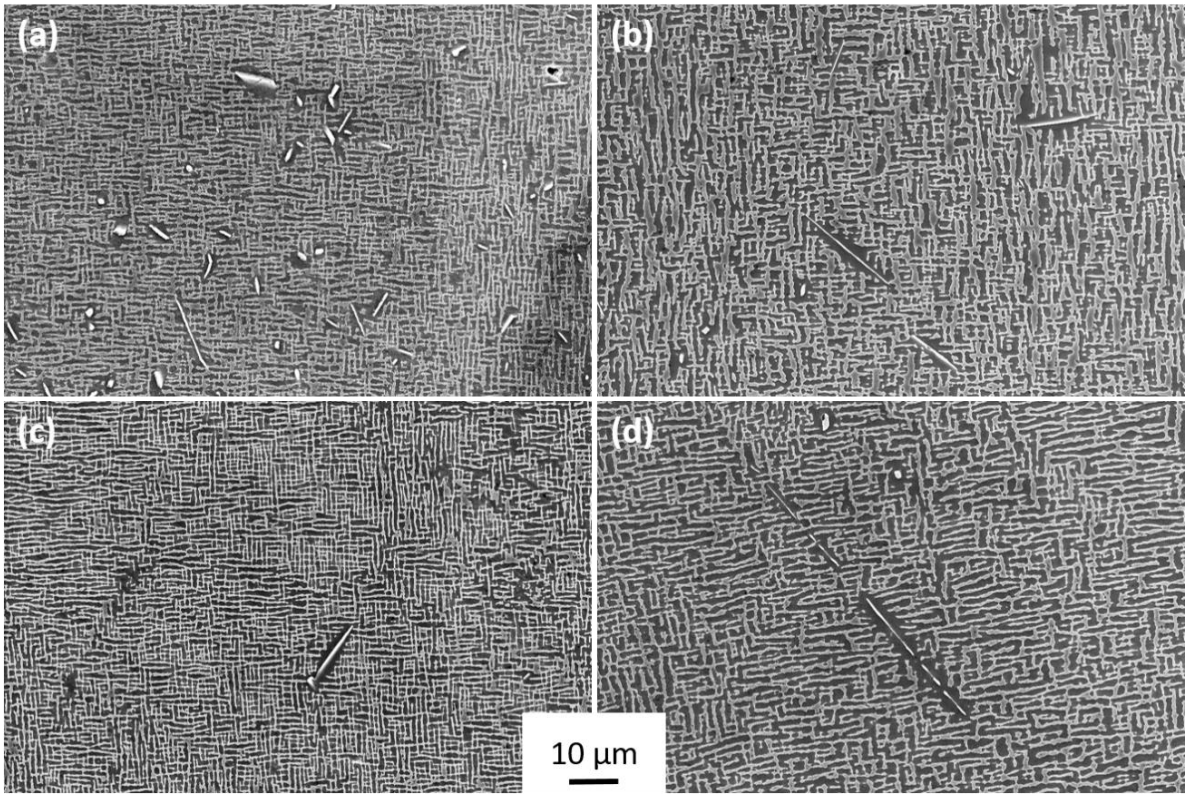


*figure 157 - Phases TCP situées en cœur de dendrite: (a) CMSX4 après 300h à 1100°C, (b) CMSX4 après 1000h à 1100°C, (c) CMSX4 Plus après 300h à 1100°C, (d) CMSX4 Plus après 1000h à 1100°C*

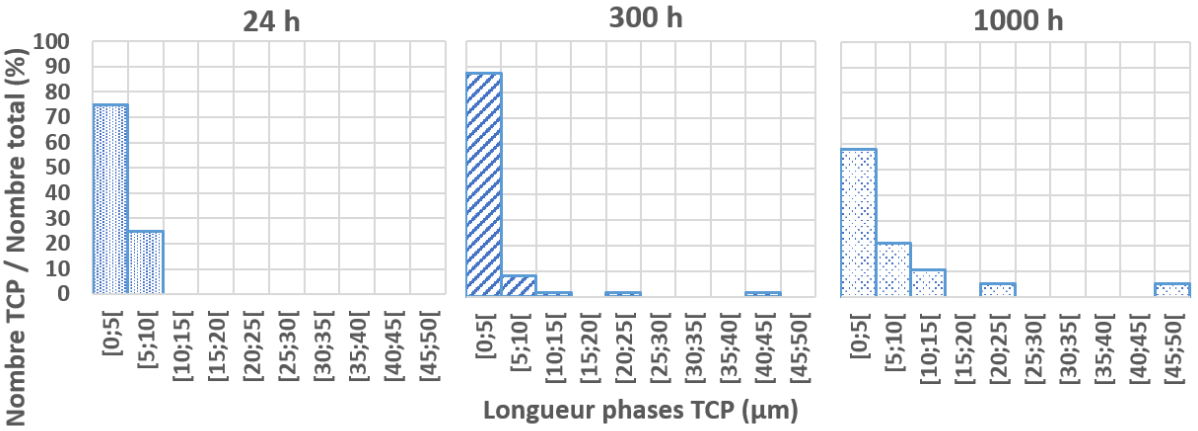


*figure 158 - Distribution au sein du CMSX4 de la quantité de phases TCP en fonction de leur longueur et du temps d'exposition à 1100°C*

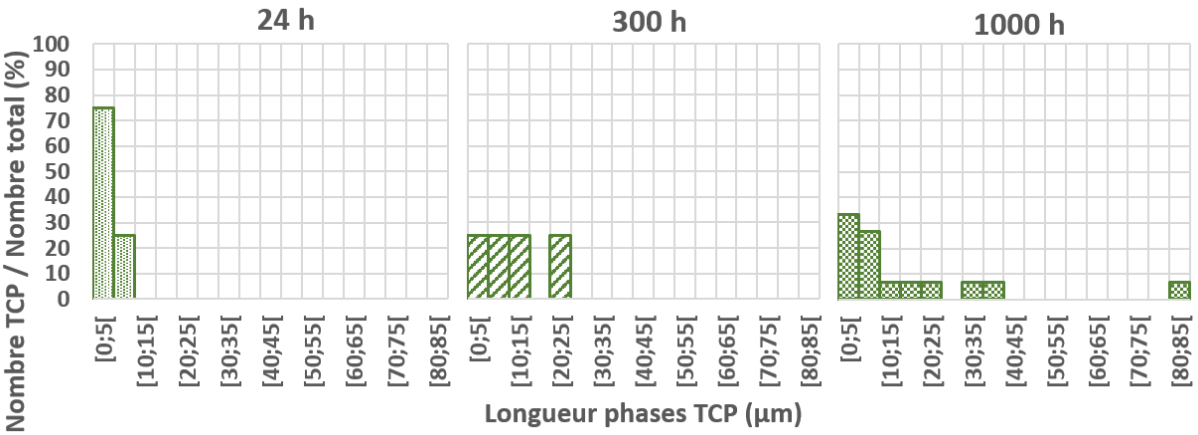


*figure 159 - Distribution au sein du CMSX4 Plus de la quantité de phases TCP en fonction de leur longueur et du temps d'exposition à 1100°C*

# 5 Propriétés en traction à 500°C

Les figures 160, 161 et 162 présentent les courbes de traction à 500°C obtenues en fonction du temps d'exposition à 1100°C de l'AM1, le CMSX4 et le CMSX4 Plus, respectivement. Il est évident ici que pour les trois alliages étudiés, la limite d'élasticité ainsi que la contrainte à la rupture diminuent lorsque le temps d'exposition à 1100°C augmente.

La figure 163 présente l'évolution de la limite d'élasticité à 0,2% en fonction du temps d'exposition à 1100°C. Il semblerait que les propriétés de traction se dégradent bien plus vite lorsque les éprouvettes ont été préalablement exposées à 1100°C pendant peu de temps (<200h). En effet, les limites d'élasticité de l'AM1, du CMSX4 et du CMSX4 Plus diminuent d'environ 100 MPa, 170 MPa et 140 MPa, respectivement, entre les échantillons non vieillis et ceux vieillis pendant 200h. Les limites d'élasticité du CMSX4 et du CMSX4 Plus, des échantillons vieillis pendant 250h augmentent légèrement alors que celle de l'AM1 reste relativement constante. Enfin, cette grandeur diminue seulement d'environ 15 MPa, 60 MPa et 65 MPa, pour l'AM1, le CMSX4 et le CMSX4 Plus, respectivement, entre les échantillons vieillis 500h et ceux vieillis 1000h.

En outre, il est possible de constater sur la figure 163 que les propriétés en traction à 500°C de l'AM1, un superalliage de 1$^{ère}$ génération, semblent moins affectées par le pré-traitement de vieillissement thermique à 1100°C. En effet, dès 500h d'exposition la limite d'élasticité de l'AM1 devient plus élevée que celle du CMSX4, également plus élevée que celle du CMSX4 Plus.

La figure 164 présente les évolutions de la ductilité des trois superalliages en fonction du temps du traitement thermique à 1100°C appliqué. Il semblerait que cette grandeur augmente dans un premier temps avec le temps d'exposition pour chuter ensuite drastiquement, surtout pour les échantillons de CMSX4 et CMSX4 Plus exposés pendant plus de 500h à 1100°C.

Enfin, un mécanisme de plastification atypique semble apparaitre pour les échantillons vieillis thermiquement pendant plus de 250h à 1100°C. En effet, les changements de pente rencontrés sur les courbes de traction (figures 160, 161 et 162) signifient que les éprouvettes vieillies pendant plus de 250h, présentent un comportement à l'écrouissage différent.

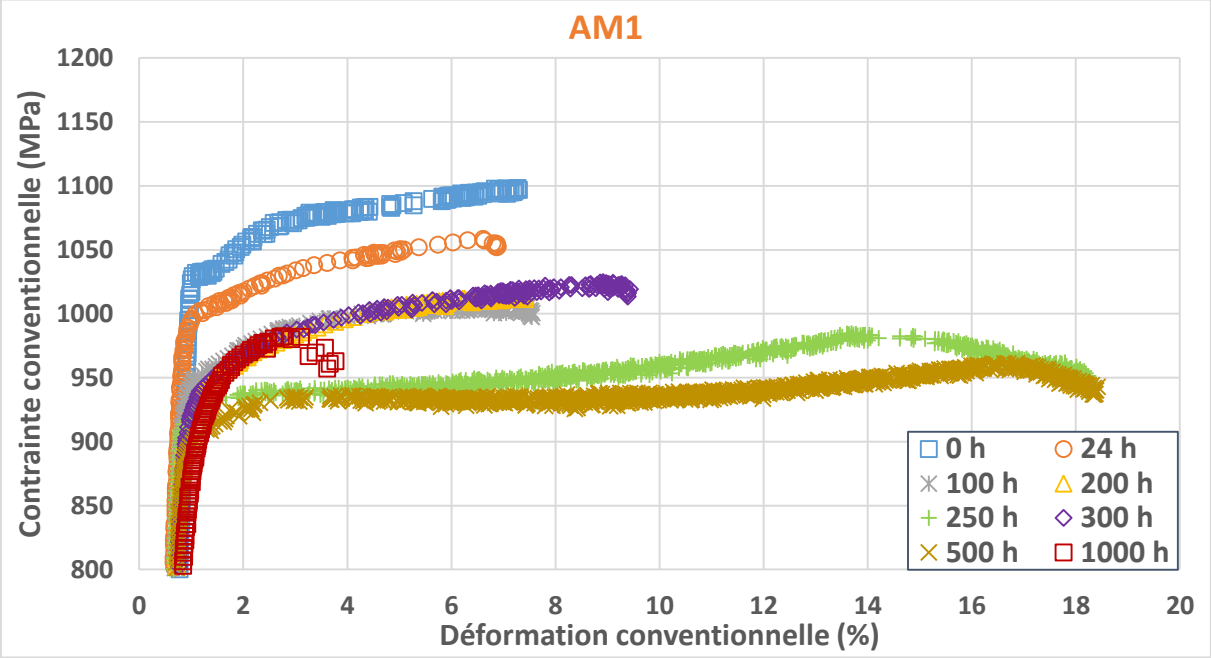


*figure 160 - Courbes de traction à 500°C/$10^{-3}$ $s^{-1}$ de l'AM1 en fonction du temps d'exposition à 1100°C*

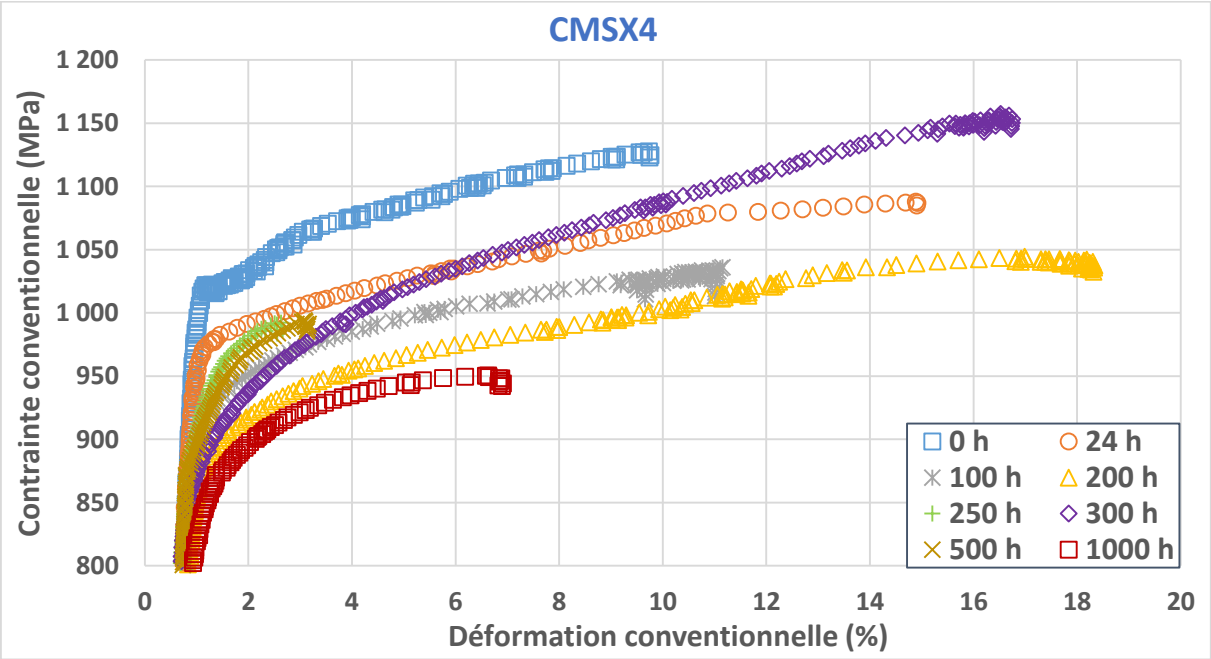


*figure 161 - Courbes de traction à 500°C/$10^{-3}$ $s^{-1}$ du CMSX4 en fonction du temps d'exposition à 1100°C*

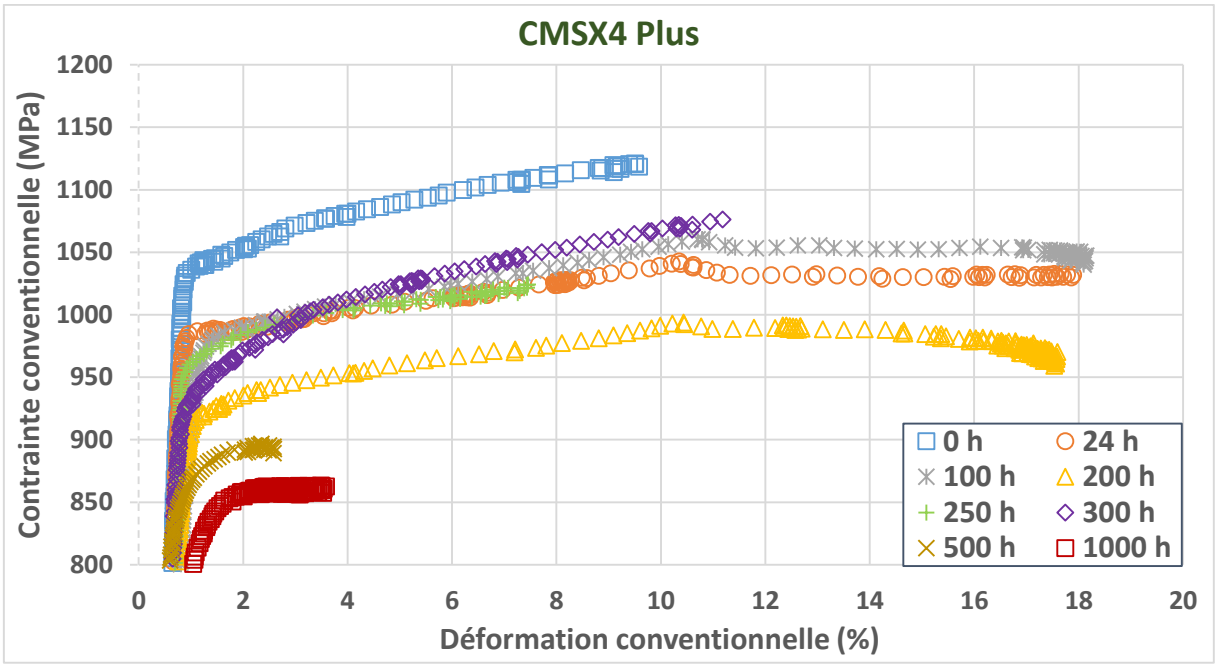


*figure 162 - Courbes de traction à 500°C/$10^{-3}$ $s^{-1}$ du CMSX4 Plus en fonction du temps d'exposition à 1100°C*

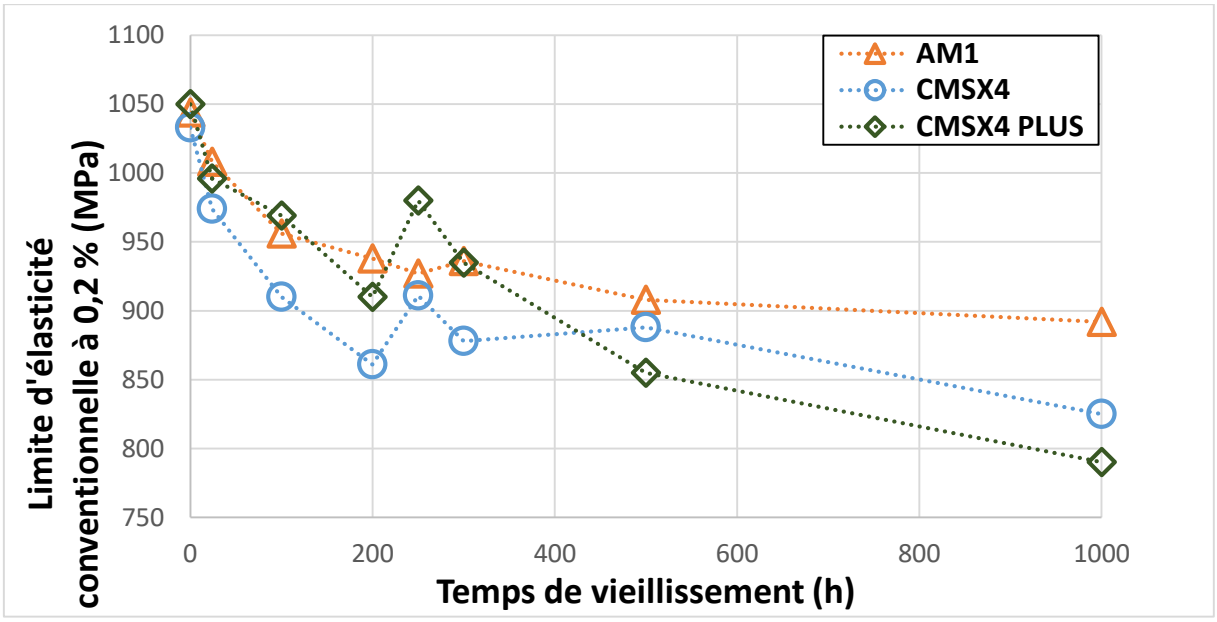


*figure 163 - Evolution de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% en fonction du temps d'exposition à 1100°C*

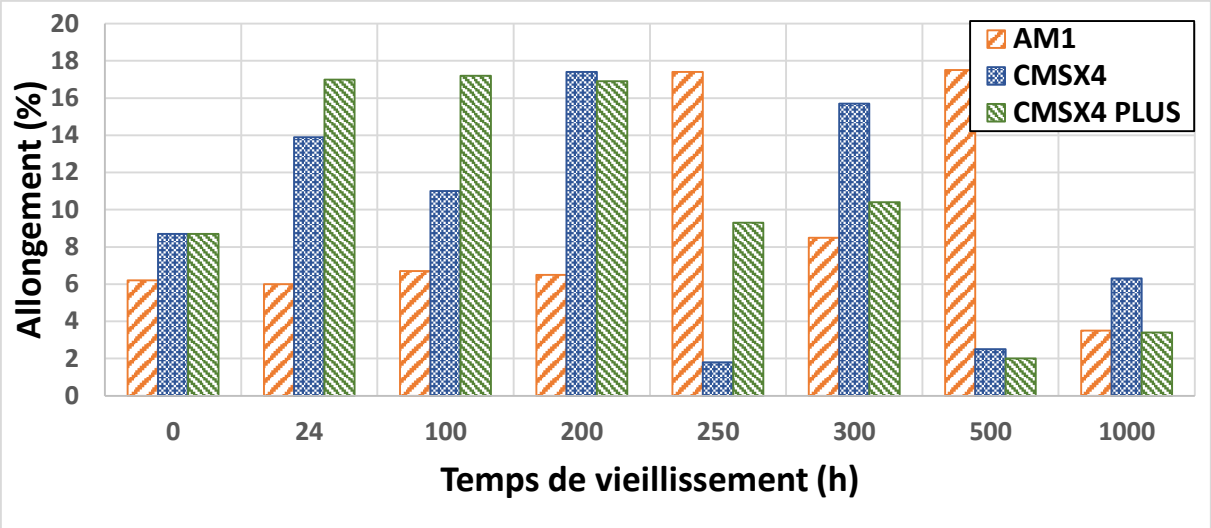


*figure 164 - Evolution de l'allongement à rupture en fonction du temps d'exposition à 1100°C*

# 6 Discussion

Avant d'analyser ces résultats, il est nécessaire de savoir, qu'en raison d'un manque de matière première, un seul essai par condition a pu être effectué lors de cette étude.

Ces travaux ont pu mettre en avant le fait que les propriétés en traction à 500°C, notamment la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% et la contrainte la rupture, chutent considérablement lorsque les superalliages monogranulaires sont préalablement exposés pendant plusieurs heures à 1100°C. Ces résultats peuvent clairement être corrélés aux dégradations microstructurales observées au sein des superalliages monogranulaires, marquées par l'élargissement des couloirs de matrice, la coalescence et le grossissement des précipités γ'. Les changements morphologiques des précipités, largement connus dans la littérature, mènent à la perte de cohérence entre ces derniers et la matrice, facilitent la mobilité des dislocations affectant ainsi les propriétés mécaniques des superalliages monogranulaires qui s'en retrouvent alors détériorées [30]–[32], [77], [158], [181], [185], [186]. De plus, le mouvement des dislocations au cœur du matériau est facilité par l'élargissement des couloirs de matrice γ.

Il se pourrait cependant que la densification du réseau de dislocations aux interfaces γ/γ', empêche la pénétration des dislocations au sein de la phase γ' [187], pouvant ainsi améliorer la tenue des superalliages [33]. Les changements rencontrés au niveau des mécanismes de plastification des éprouvettes vieillies plus de 300h peuvent donc être liés à la densification du réseau de dislocations interfaciales.

La précipitation de phases TCP, observée sur les éprouvettes de CMSX4 et CMSX4 Plus prétraitées thermiquement, semble avoir un effet néfaste sur leurs propriétés en traction à 500°C. Les éléments réfractaires tels que le rhénium, le tungstène ou le molybdène ont été ajoutés au sein des superalliages à base nickel de 2$^{ème}$, 3$^{ème}$ et 4$^{ème}$ génération, afin d'améliorer

leurs tenues au fluage à haute température, en renforçant la matrice γ. La précipitation de ces phases riches en éléments réfractaires appauvrit alors cette dernière.

De plus, ces phases sont connues pour abaisser la ductilité et la tenue des superalliages au fluage [30]. La nature fragile de ces phases est clairement observable sur la figure 165, où une de ces phases, marquée par la flèche blanche, est fragmentée par le passage de bandes de glissement après essai de traction à 500°C. Simonetti et al. ont déjà observé la segmentation de phases TCP aiguillées et longues de plus de 2 µm, après avoir effectué des essais de traction à température ambiante sur du MC2. Ils ont relié ces résultats à la nature fragile des phases TCP [184]. Il se pourrait par conséquent que la chute de ductilité observée pour les échantillons de CMSX4 et de CMSX4 Plus vieillis plus de 300h heures à 1100°C soit liée à une précipitation accentuée de ces phases et par l'augmentation de leur taille. De plus, il a été montré que le CMSX4 et le CMSX4 Plus présentent une limite d'élasticité plus faible que l'AM1, pour de long temps d'exposition à 1100°C (cf. figure 163), ce qui pourrait être expliqué par la formation de ces phases TCP.

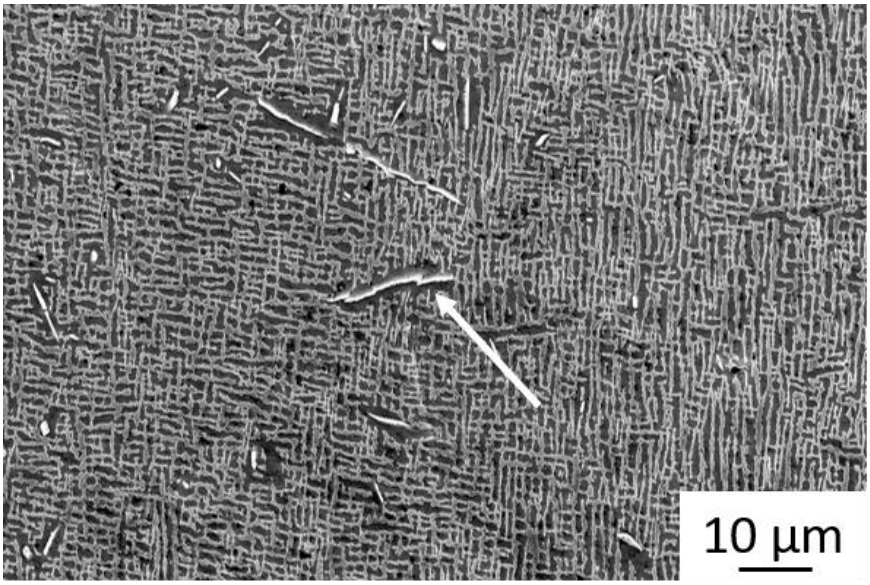


*figure 165 - Phase TCP fragmentée par une bande de glissement, observée sur l'échantillon de CMSX4 vieilli 200h à 1100°C après essai de traction à 500°C/$10^{-3}s^{-1}$*

# 7 Conclusions

Cette étude a permis de mettre en avant les points suivants :

- Les essais de traction à 500°C ont été effectués pour étudier le comportement des superalliages lors des paliers froids des cycles de TGMF
- Plus un superalliage est exposé pendant une longue période à 1100°C, plus ses propriétés en traction à 500°C diminuent.

- L’exposition à 1100°C des superalliages monogranulaires entraine systématiquement le grossissement et la coalescence des précipités γ’, un élargissement des couloirs de matrice γ et une densification du réseau de dislocations aux interfaces γ/γ’.
- La précipitation de phases TCP fragiles, pour les superalliages contenant un fort taux d’éléments réfractaires, abaisse la ductilité de ces derniers lors d’essais de traction à 500°C.

# Annexe 2

## Calibration thermique des essais de fatigue thermomécanique

Une des problématiques majeures rencontrées lors de la réalisation des essais de TGMF sur le banc MAATRE, fut d'estimer la température à la surface des éprouvettes tubulaires revêtues pour obtenir 1150°C au niveau de la sous-couche γ/γ'. En effet, lors de tels essais la température en surface des éprouvettes est mesurée par caméra thermique. Il est d'ailleurs impossible de mesurer par une quelconque autre instrumentation fiable et durable la température imposée à l'interface sous-couche/superalliage.

Pour pallier ce problème, une méthodologie, illustrée par la figure 166, a été établie. Des conditions thermiques théoriques ont été dans un premier temps définies à l'aide de calculs analytiques simplifiés couplés à des essais de calibration thermique effectués sur une éprouvette instrumentée spécifique. Suite à ces premières étapes, un essai de fluage a été effectué aux conditions thermiques théoriques définies afin d'étudier la microstructure du superalliage (CMSX4 Plus) et de confirmer la température ressentie par ce dernier. L'ensemble de ces étapes a donc permis de déterminer les conditions thermiques appliquées lors des essais de TGMF sur l'ensemble des éprouvettes revêtues.

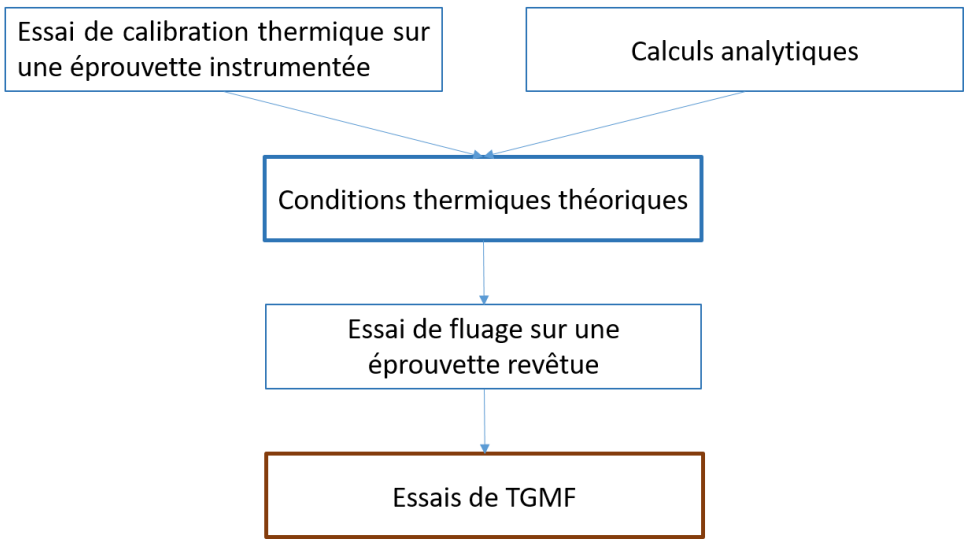


*figure 166 - Méthodologie appliquée pour déterminer les conditions thermiques des essais de TGMF*

Les différentes étapes de cette méthodologie, mise en œuvre lors de ces travaux de thèse, vont être présentées dans cette annexe.

# 1 Détermination des conditions thermiques théoriques

## Essai de calibration thermique sur éprouvette instrumentée

Dans un premier temps, afin de connaitre la température ressentie par le superalliage en cours d'essai, une éprouvette tubulaire en CMSX4 Plus constituée de 8 perçages de 2 mm de diamètre, partant de la tête de l'éprouvette jusqu'au milieu de la partie utile, a été usinée. La géométrie de cette éprouvette spécifique est présentée sur la figure 167.

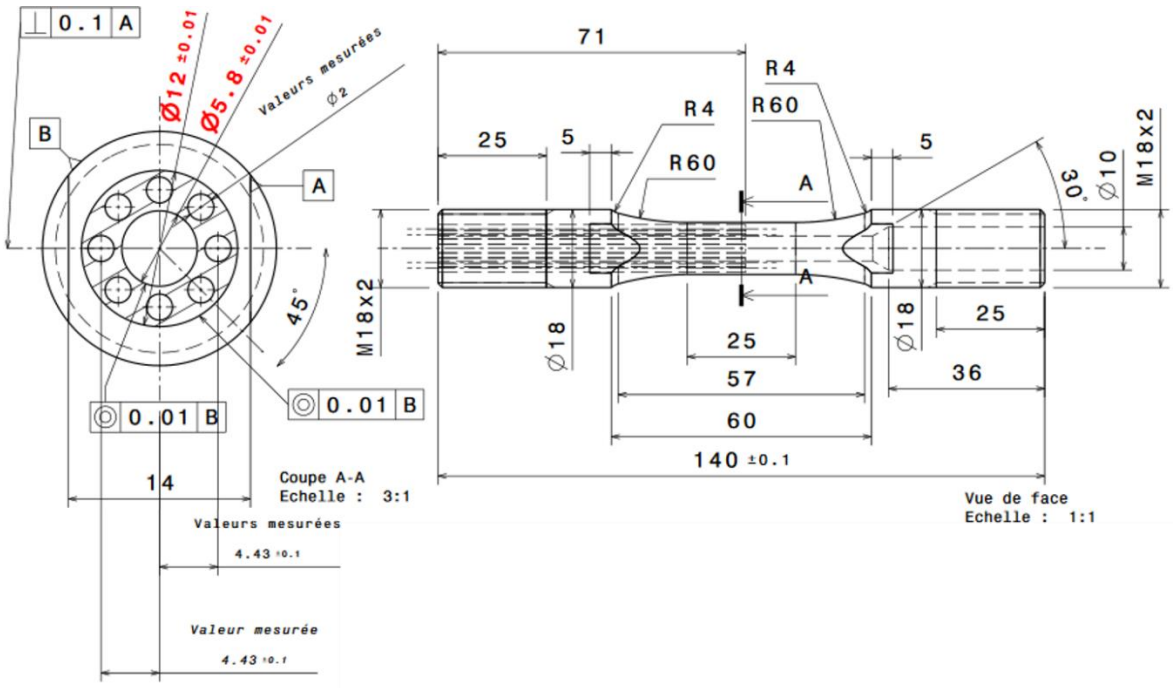


*figure 167 - Géométrie de l'éprouvette instrumentée*

Par la suite, cette éprouvette a été revêtue du système barrière thermique de référence, composé donc d'une sous-couche γ/γ' sablée et d'une couche de zircone yttriée déposée par EB-PVD.

Comme illustré sur la figure 168, cette éprouvette a été instrumentée de huit thermocouples de type K. Un montage spécifique a dû être conçu et usiné, au sein de l'institut Pprime, pour cet essai particulier.

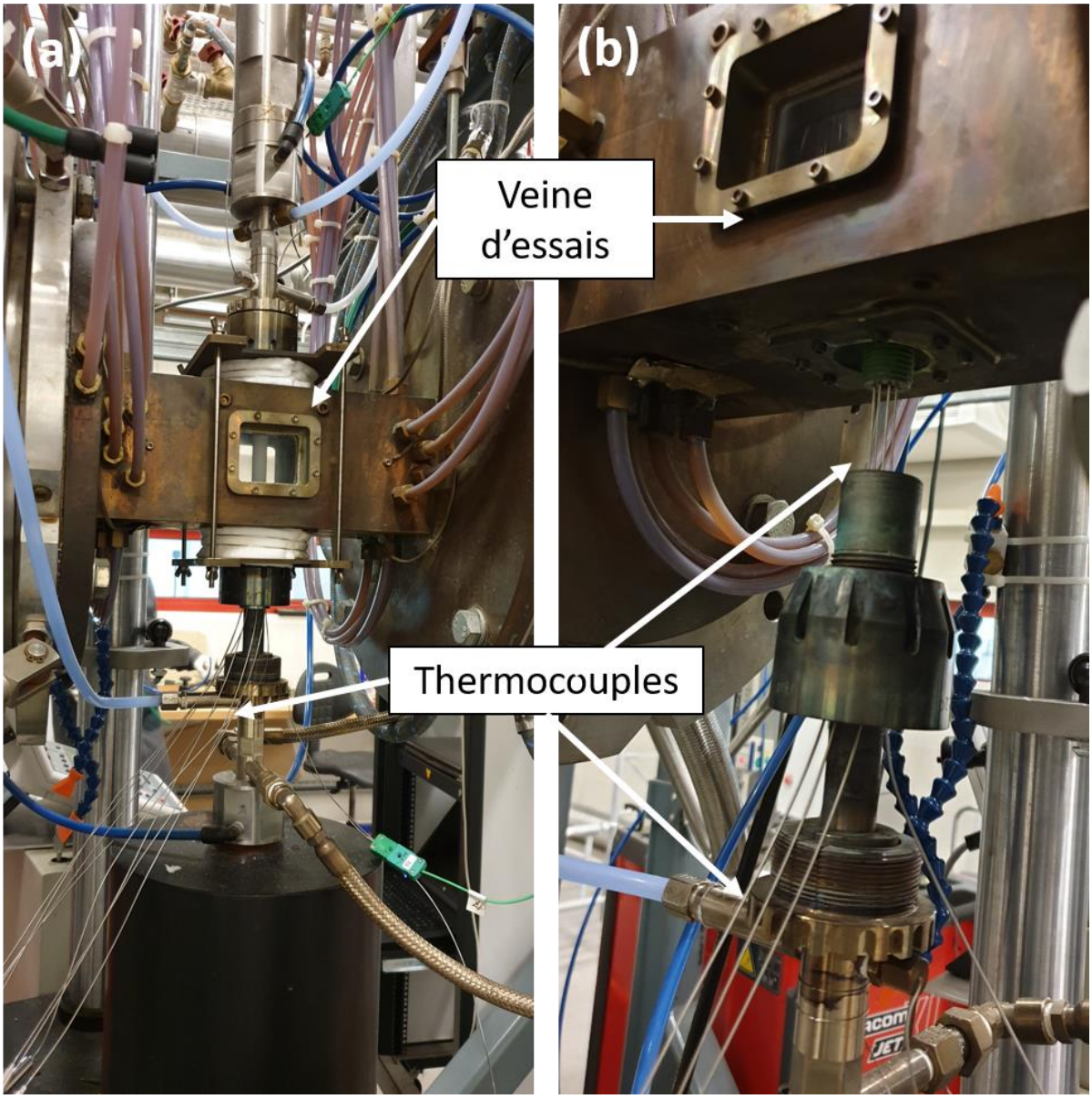


*figure 168 - Montage de l'éprouvette instrumentée - (a) éprouvette montée, (b) éprouvette en cours d'installation*

Les thermocouples ont donc été positionnés comme montré sur la figure 169. Dans, cet essai de calibration, seule la température $T_{tc\text{-}7}$ du thermocouple se trouvant en face de la caméra thermique, est prise en compte.

Différentes mesures de la température prises par caméra thermique et celles du thermocouple $T_{tc\text{-}7}$, résumées dans le tableau 27, ont été effectuées en faisant varier le débit de refroidissement interne tout en conservant une température de flamme constante. Chaque mesure a systématiquement été prise sur un palier de température stabilisée. Le gradient thermique, entre la température imposée à la surface et celle ressentie au sein de l'éprouvette, a donc ainsi pu être estimé, expérimentalement.

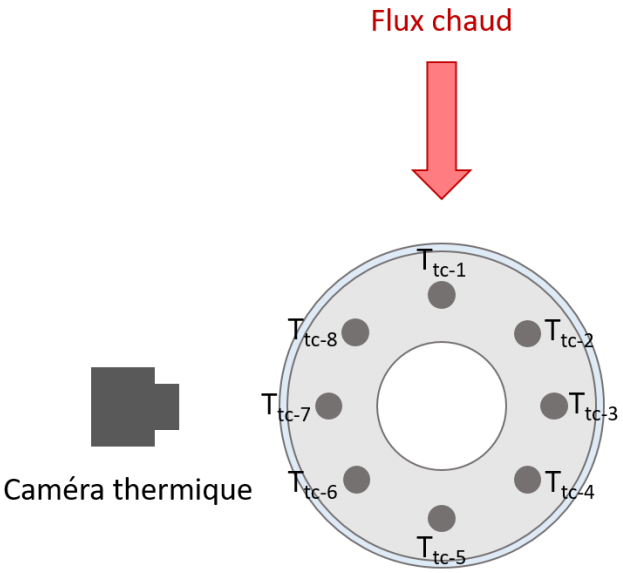


*figure 169 - Positionnement des thermocouples au sein de l'éprouvette instrumentée*

*tableau 27 - Mesures de températures effectuées lors de l'essai de calibration thermique sur l'éprouvette instrumentée*

| | % $CH_4$ | $Q_{ref}$ ($Nm^3/h$) | $T_{caméra}$ (°C) | $T_{tc-7}$ (°C) | $\Delta T_{mesuré}$ (°C) |
|---|---|---|---|---|---|
| Palier 1 | 10 | 30 | 962 | 867 | 95 |
| Palier 2 | 10 | 22 | 1018 | 936 | 82 |
| Palier 3 | 10 | 15 | 1071 | 1017 | 54 |

## Calculs analytiques

En parallèle de cette étude expérimentale, un calcul thermique simplifié a été effectué. En effet, en considérant un modèle 1D axisymétrique (figure 170) et en supposant être sur des paliers de température stabilisée, il est possible d'écrire l'équilibre des flux thermiques. Il est ainsi possible d'estimer les températures Ttc de chaque palier, en utilisant les équations suivantes qui décrivent les flux liés à la convection et à la conduction thermique :

$$\Phi_{convection} = h.S.(Ti - Tj) \quad Eq\ 13$$

et

$$\Phi_{conduction} = \frac{2.\pi.\lambda.(Ti-Tj)}{ln(\frac{Ri}{Rj})} \quad Eq\ 14$$

Avec $\Phi_{convection}$ et $\Phi_{conduction}$ les flux de convection et conduction (W), respectivement, h le coefficient de convection ($W.m^{-2}.K^{-1}$), S la surface considérée ($m^2$), et Ti,j les températures considérées (K), λ la conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$) et Ri,j les distances entre les surfaces et l'axe de symétrie (m).

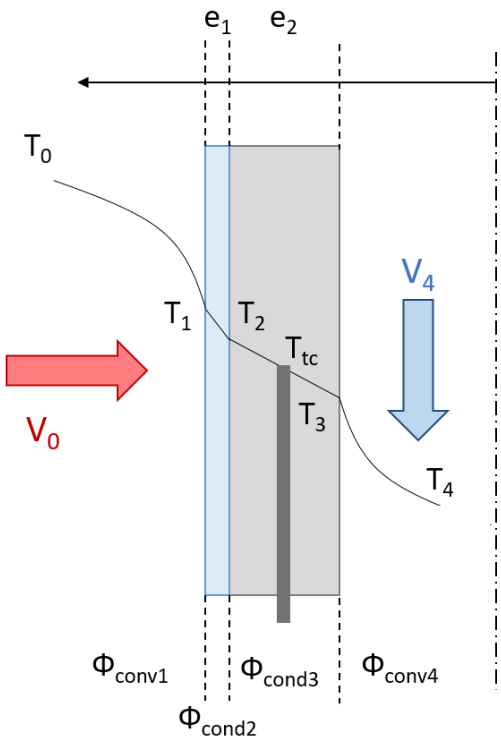


*figure 170 - Modèle 1D axisymétrique envisagé*

Il est alors possible de calculer le gradient de température obtenu entre les températures $T_1$ et $T_{tc}$ (voir tableau 28).

*tableau 28 - Gradients de températures calculés*

| | % $CH_4$ | $Q_{ref}$ ($Nm^3/h$) | $\Delta T_{calculé}$ (°C)) |
|---|---|---|---|
| Palier 1 | 10 | 30 | 80 |
| Palier 2 | 10 | 22 | 67 |
| Palier 3 | 10 | 15 | 53 |

## Détermination des conditions thermiques théoriques

Les résultats obtenus ont par la suite été comparés (figure 171). Il existe une bonne corrélation entre les valeurs obtenues théoriquement et expérimentalement pour des faibles débits de refroidissement (~ 15 $Nm^3/h$). Lorsque le débit de refroidissement interne augmente, des écarts entre les valeurs théoriques et pratiques apparaissent.

Le modèle de calcul utilisé semble donc donner des résultats pertinents pour de faibles débits de refroidissement interne et dès lors que ces derniers augmentent, c'est-à-dire que le flux devient de plus en plus turbulent, le modèle montre ses limites.

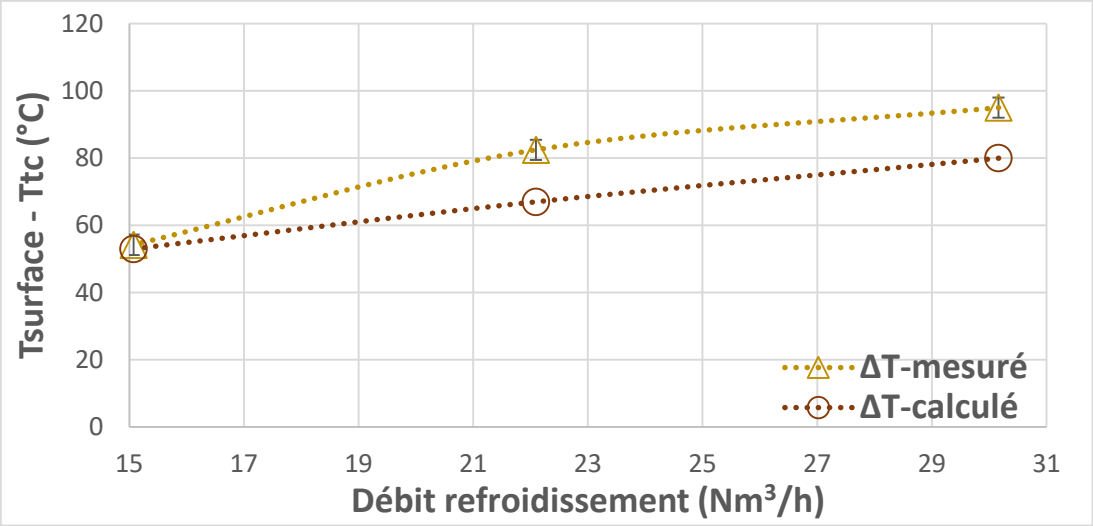


*figure 171 - Comparaison entre les données expérimentales et théoriques*

En appliquant donc le modèle de calcul thermique, il a été défini la nécessité d'imposer, en face amont, 1180°C sur la surface de la couche céramique, avec un débit de refroidissement égal à 13 $Nm^3/h$ pour obtenir 1150°C au niveau de la sous-couche d'accroche.

# 2 Validation des conditions thermiques théoriques

Les conditions thermiques théoriques, préalablement établies, ont été appliquées sur la surface d'une éprouvette revêtue du système BT de référence. Au regard de la cartographie thermique alors obtenue par caméra thermique (figure 172), l'application d'un débit de refroidissement interne entraine un gradient thermique entre le haut et le bas de l'éprouvette ainsi que sur tout le diamètre de cette dernière, avec une température maximale proche des 1180°C en face amont, et température minimale d'environ 1030°C, en face aval.

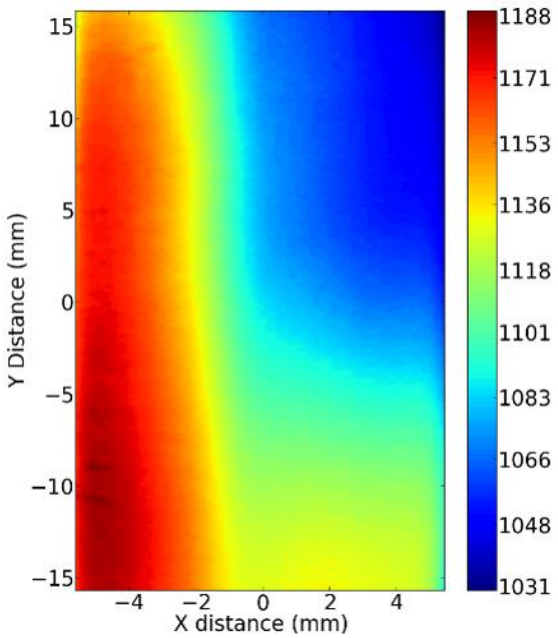


*figure 172 - Cartographie thermique obtenue après calibration thermique d'une éprouvette revêtue*

Dans un second temps, une analyse de la microstructure du superalliage, a permis d'estimer la température vue par ce dernier, lorsque les conditions thermiques théoriques sont appliquées.

Pour ce faire, un essai de fluage de 24h à 100 MPa sur une éprouvette tubulaire revêtue du système BT de référence (CMSX4 Plus / SC γ/γ' / BT EB-PVD) a été effectué, sur le banc MAATRE, dans les conditions thermiques établies par calculs (température à la surface de la couche céramique et débit de refroidissement interne égaux à 1180°C et 13 $Nm^3/h$, respectivement). L'objectif de cet essai fut donc de favoriser la mise en radeaux des précipités γ' pour estimer la fraction volumique de ces derniers au sein du CMSX4 Plus, qui s'approxime à la fraction surfacique dans le cas présent. Afin de fixer la microstructure de l'alliage, l'essai a été interrompu par une trempe à l'air (qui a d'ailleurs mené à l'écaillage de la couche céramique sur la face amont de l'éprouvette (figure 173).

*figure 173 - Ecaillage de l'éprouvette fluée*

Après avoir effectué les étapes de préparation standards (enrobage, découpe longitudinale, polissage et attaque chimique), les faces amont et aval de l'éprouvette fluée ont ensuite été observées par microscopie électronique à balayage. Comme illustré sur la figure 174, des micrographies MEB ont été prises au milieu de l'éprouvette, à 2 mm du milieu vers la partie basse de l'éprouvette, puis à 6 mm et 16 mm. Au niveau de chaque palier, des micrographies ont été effectuées à intervalles réguliers (environ tous les 200 µm) pour balayer toute l'épaisseur de l'éprouvette.

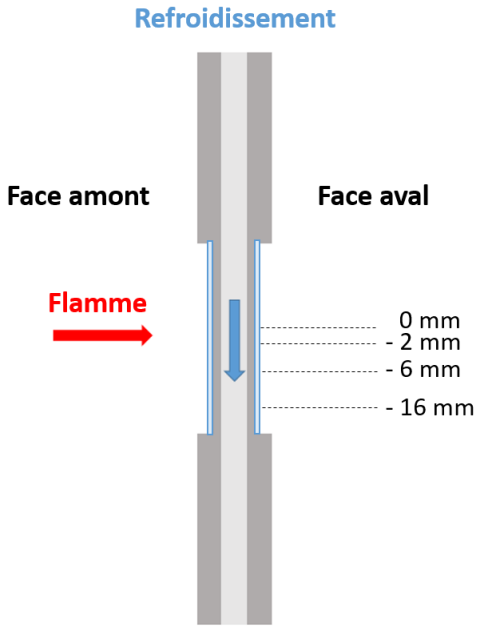


*figure 174 - Zones d'observation de l'éprouvette fluée*

Les figures 175 et 176 donnent les évolutions microstructurales rencontrées au sein du CMSX4 Plus en face amont et aval, respectivement. Quelle que soit la face considérée, il est possible d'observer, en premier lieu, des évolutions microstructurales dans l'épaisseur ainsi que le long de l'éprouvette, caractéristique des gradients thermiques induits (figure 172). En raison d'un niveau de température en face amont bien plus élevé, les précipités γ' sont nécessairement plus gros et coalescés.

Il est intéressant ici de remarquer que les contraintes de fluage appliquées ne sont pas suffisantes pour entrainer une mise en radeaux homogène le long de l'éprouvette. D'ailleurs, il est assez inattendu d'obtenir, en face amont, une mise en radeaux parallèle à l'axe de sollicitation alors de l'éprouvette a été testé en fluage traction. En effet, il serait plus cohérent d'obtenir, comme observé en face aval, une mise en radeaux perpendiculaire à l'axe de sollicitation.

Ce résultat atypique permet d'affirmer que le champ thermique appliqué en face amont, de par le gradient thermique pariétal et global de l'éprouvette, entraine un état de compression du superalliage. Il semblerait même que ces contraintes de compression soient localement plus

importantes que la contrainte de fluage macroscopique appliquée sur l'ensemble de l'éprouvette.

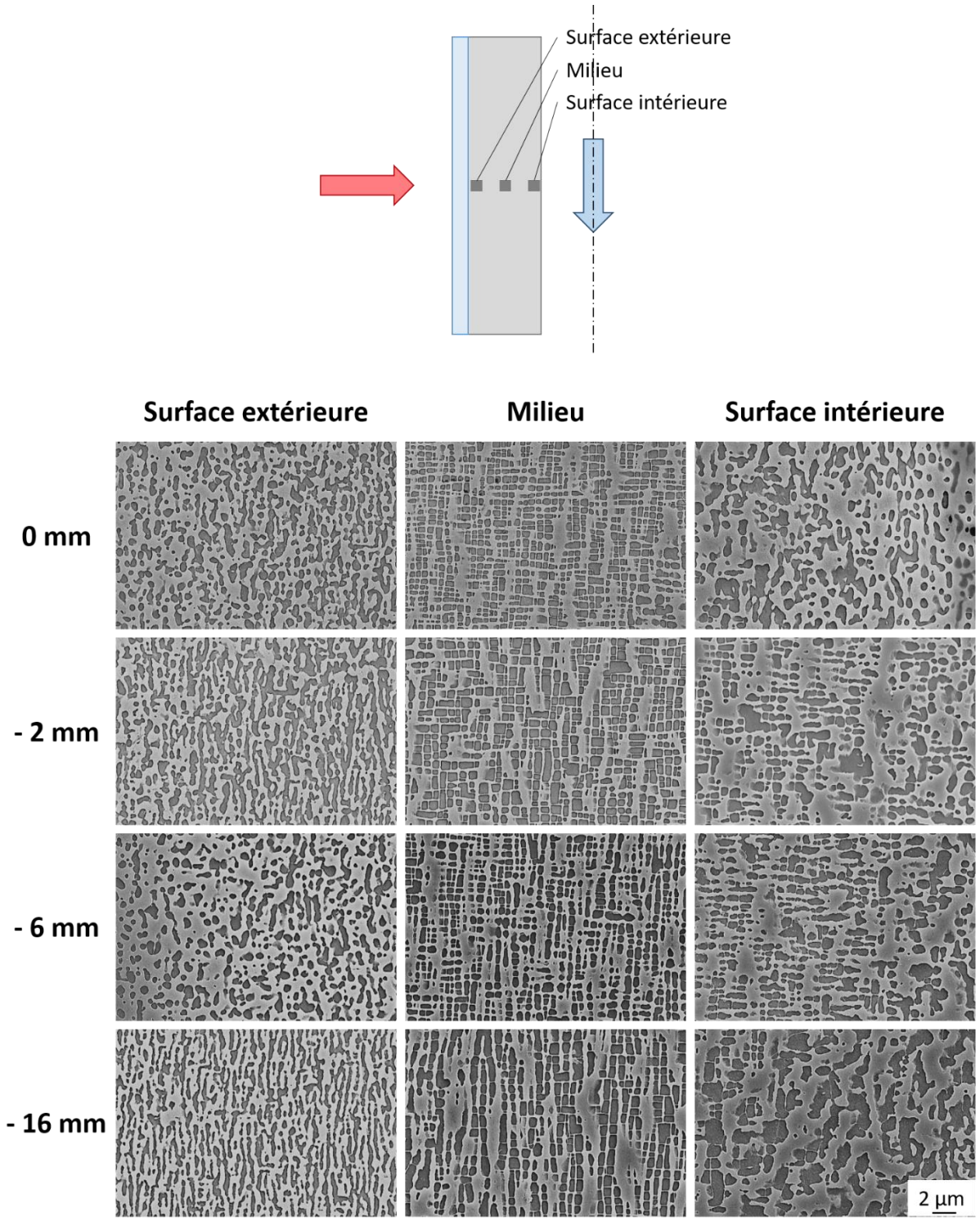


*figure 175 - Evolutions microstructurales rencontrées au niveau de la face amont de l'éprouvette fluée*

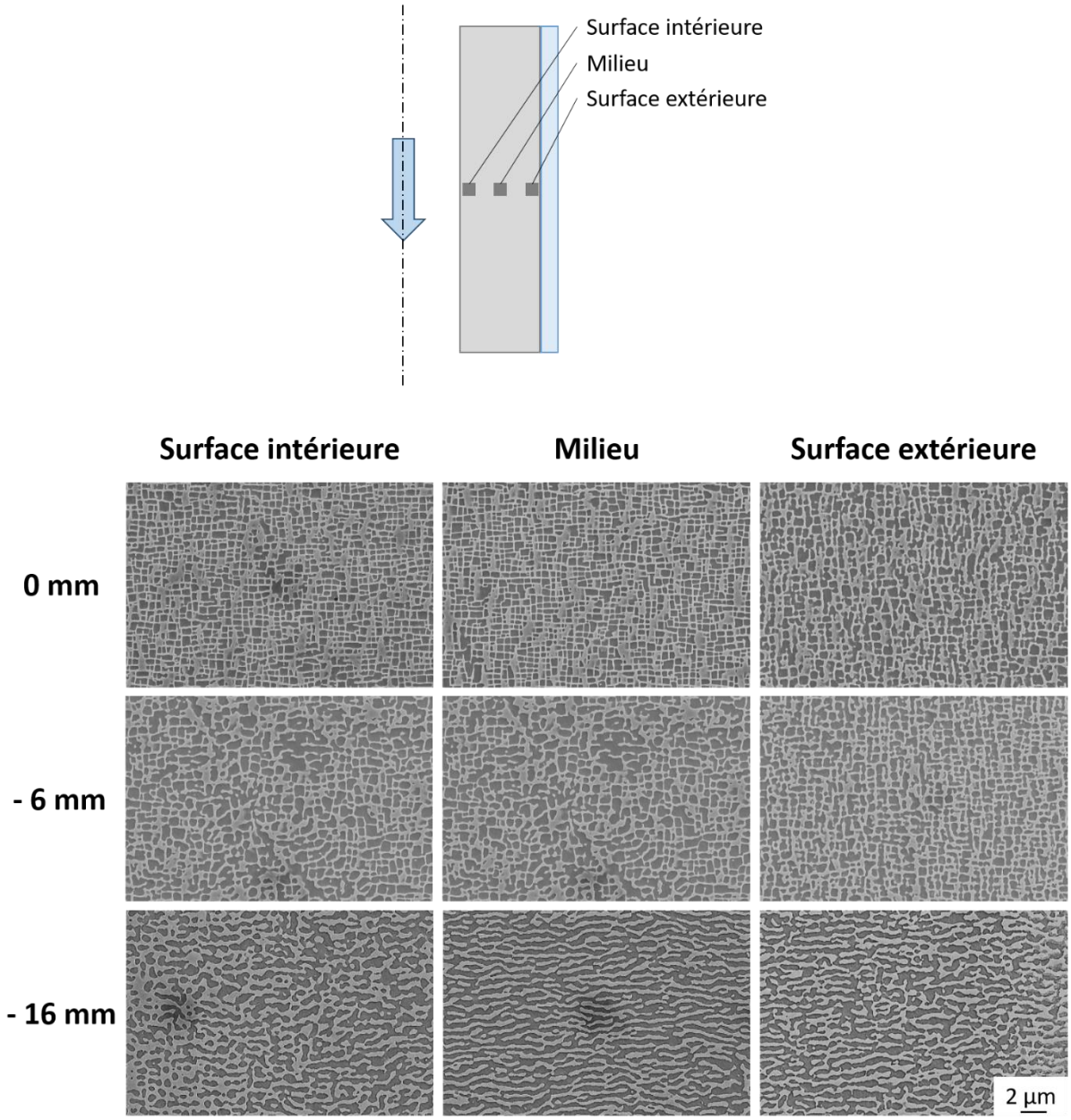


*figure 176 - Evolutions microstructurales rencontrées au niveau de la face aval de l'éprouvette fluée*

Par analyse d'images, il a été possible de mesurer la fraction surfacique, considérée ici égale à la fraction volumique, des précipités γ'. Or d'après une étude parallèle, décrite dans l'annexe 3, il est possible en connaissant cette grandeur d'estimer la température ressentie par le superalliage.

Les figures 177, 178, 179 et 180 donnent les mesures de fractions surfaciques dans toute l'épaisseur de la face amont et ce à différents niveaux de l'éprouvette (0 mm, -2 mm, - 6 mm, - 4 mm, respectivement). Les points situés dans les zones grisées ne sont pas à prendre en compte car les morphologies des précipités aux extrêmes surfaces de l'éprouvette, peuvent être impactées par l'oxydation de surface qui induit une couche de déplétion en précipités γ' [188].

Ces résultats corrélés avec ceux obtenus dans l'étude décrite en annexe 3, met en avant le fait que le gradient thermique imposé le long de l'éprouvette tubulaire se retrouve bien au niveau de la microstructure du superalliage. En effet, comme attendu, les fractions surfaciques des précipités γ' diminuent vers le bas de l'éprouvette, ce qui signifie bien que la température appliquée dans cette zone est plus élevée.

Enfin, au regard des valeurs obtenues proches de la surface exposée à la flamme, il semblerait qu'en milieu d'éprouvette la température ressentie par l'alliage s'avère proche des 1150°C attendus.

La méthodologie appliquée, ayant certes des limites en termes de précision au niveau des températures ressenties au sein des éprouvettes revêtues, permet néanmoins d'établir des conditions thermiques valables pour les essais de fatigue thermomécanique avec gradient thermique pariétal, c'est-à-dire permettant d'obtenir des températures proches des 1150°C au niveau de la sous-couche γ/γ'.

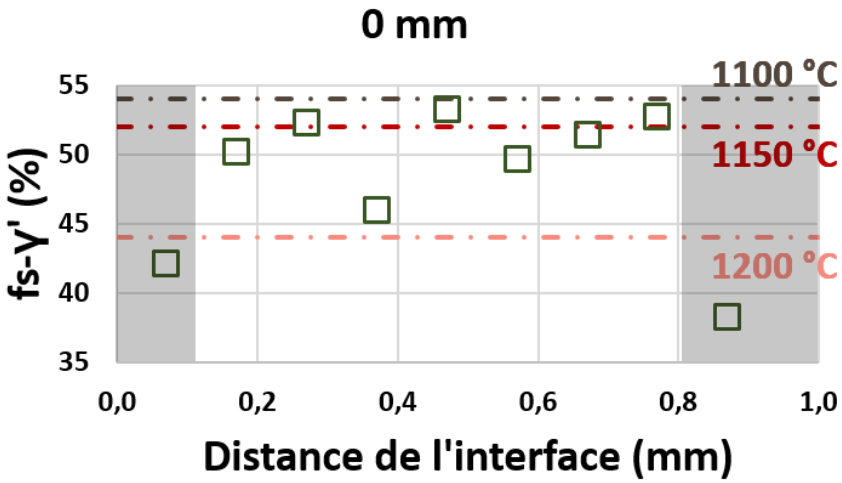


*figure 177 - Evolution de la fraction surfacique des précipités γ' dans l'épaisseur, au milieu de la face amont*

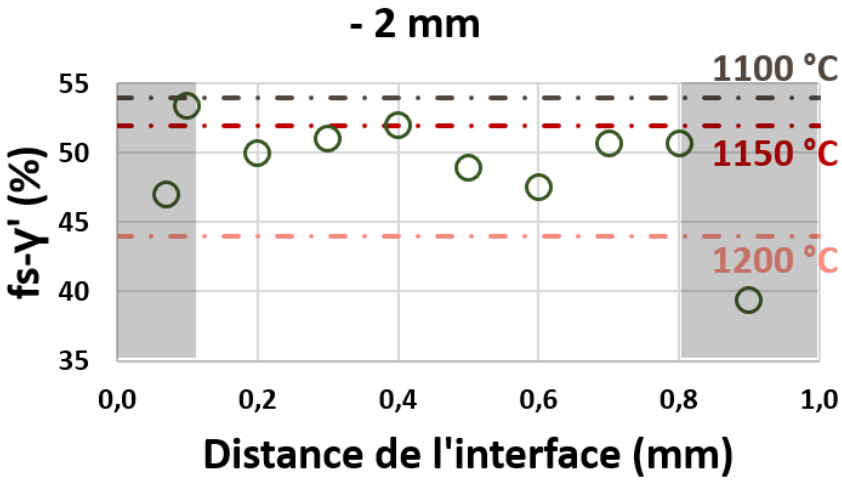


*figure 178 - Evolution de la fraction surfacique des précipités γ' dans l'épaisseur, à - 2 mm du milieu de la face amont*

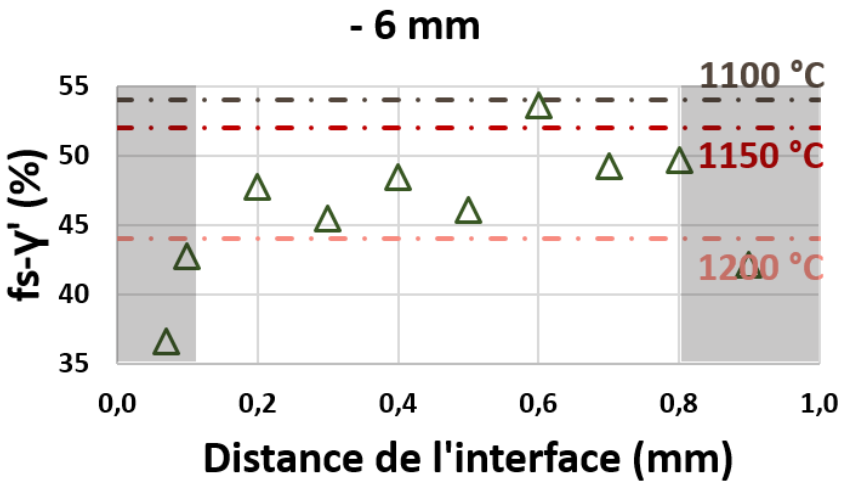


*figure 179 - Evolution de la fraction surfacique des précipités γ' dans l'épaisseur, à - 6 mm du milieu de la face amont*

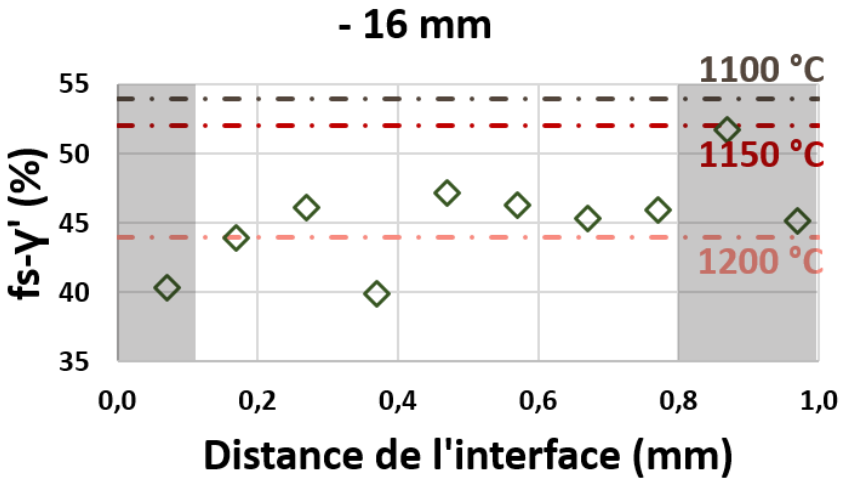


*figure 180 - Evolution de la fraction surfacique des précipités γ' dans l'épaisseur, à - 16 mm du milieu de la face amont*

# Annexe 3

## Etude de l'impact de la température sur la fraction volumique de précipités γ' pour trois superalliages monogranulaires

### 1. Procédure expérimentale

L'objectif principal de ces travaux est d'étudier l'influence que peut avoir la température sur la fraction surfacique volumique des précipités γ' de trois superalliages de générations différentes dont les compositions sont données tableau 29.

*tableau 29 - Compositions des superalliages à base nickel monogranulaires*

| Alliage | Solvus (°C) | Densité (g/cm³) | Composition (wt %) | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Ni | Co | Cr | Mo | W | Ta | Al | Ti | Re | Hf |
| AM1 | 1268 +/- 5 | 8,59 | Bal. | 6,5 | 7,8 | 2 | 5,7 | 7,9 | 5,2 | 1,1 | / | / |
| CMSX4 | 1293 +/- 7 | 8,7 | Bal. | 9,7 | 6,4 | 0,6 | 6,4 | 6,5 | 5,6 | 1,1 | 2,9 | 0,1 |
| CMSX4 Plus | 1334 +/- 5 | 8,93 | Bal. | 10 | 3,5 | 0,6 | 6 | 8 | 5,7 | 0,9 | 4,8 | 0,1 |

L'aspect tridimensionnel des précipités cuboïdaux standards ne permet pas d'obtenir une estimation fiable de la fraction volumique des précipités ayant cette morphologie. Il est, certes, possible de remonter à la fraction volumique des précipités en connaissant la fraction surfacique et en utilisant la formule suivante : $f_s = f_v^{3/2}$ (pour des observations faites dans un plan de coupe de type [100]) Cependant, la fraction surfacique des précipités cuboïdaux est étroitement liée au plan de coupe de l'éprouvette ainsi qu'à la qualité de l'attaque chimique réalisée.

Afin d'estimer de manière plus précise la fraction volumique des précipités, une mise en radeaux engendrée par un essai de fluage, est nécessaire. L'aspect bidimensionnel des précipités ainsi obtenu, facilite l'analyse d'images. La fraction surfacique mesurée peut alors s'apparenter à la fraction volumique.

Des essais de fluage ont donc été effectués sur des éprouvettes cylindriques préalablement polies jusqu'au papier 4000 SiC, dont la géométrie est présentée figure 181.

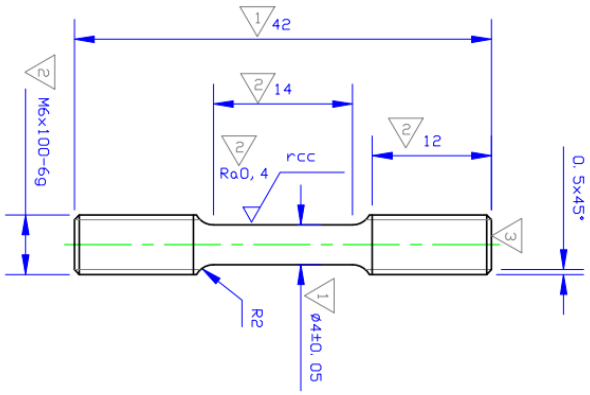


*figure 181 - Plan des éprouvettes de fluage*

Les paramètres d'essais présentés sur le tableau 30, ont été choisis de façon à s'adapter aux différents matériaux tout en assurant une mise en radeaux bien développée, sans endommager les matériaux et sans atteindre l'inversion topologique de phase γ-γ'.

Afin d'assurer une mise en radeaux suffisamment développée, le CMSX4 Plus étant enrichi, pour optimiser sa tenue au fluage, en éléments réfractaires tel que le Rhénium, nécessite une contrainte de fluage plus importante.

*tableau 30 - Paramètres des essais de fluage*

| Matériaux | Température (°C) | Contrainte initiale (MPa) | Temps (h) |
|---|---|---|---|
| AM1 | 1050 | 120 | 100 |
| CMSX4 | 1050 | 120 | 100 |
| CMSX4 Plus | 1050 | 140 | 100 |

Les essais effectués à force constante, ont été réalisés sur une machine de fluage couplée avec un four à résistances assurant une homogénéité thermique à +/- 1°C. Le refroidissement des éprouvettes s'est effectué à l'intérieur même du four.

Après essais de fluage, les éprouvettes ont été découpées afin de prélever une quinzaine de demi tronçons.

Chaque tronçon a ensuite été inséré dans un four Nabertherm pendant une heure, durée comptée à partir du moment où l'échantillon a atteint la température cible. Ils ont ensuite subi une trempe à l'eau pour figer la microstructure des matériaux.

Le tableau 31 donne les températures étudiées pour chaque matériau.

*tableau 31 - Températures testées par matériaux*

| | 950 °C | 1000 °C | 1050 °C | 1075 °C | 1100 °C | 1125 °C | 1150 °C | 1200 °C |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| CMSX4 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| CMSX4+ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| AM1 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| | 1225 °C | 1250 °C | 1265 °C | 1280 °C | 1300 °C | 1315 °C | 1330 °C | 1350 °C |
| CMSX4 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✘ | ✘ | ✘ |
| CMSX4+ | ✓ | ✓ | ✘ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |
| AM1 | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✘ | ✘ | ✘ | ✘ |

Une fois les vieillissements thermiques effectués, les tronçons d'éprouvettes ont été enrobés, polis miroir et attaqués chimiquement à l'eau régale (1/3 $HNO_3$ + 2/3 HCl) pour révéler la microstructure par dissolution de la phase γ'.

Les microstructures de tous les tronçons d'éprouvettes ont ensuite été caractérisées par un microscope électronique à balayage JEOL JSM 7000F, à une tension d'accélération égale à 25 kV. Afin d'obtenir une fraction volumique des précipités γ' moyennée par analyse d'images, trois clichés au grossissement x5000 ont été faits dans les cœurs de dendrites ainsi que dans les espaces interdendritiques, à toutes les températures étudiées et pour les trois matériaux.

Enfin, les analyses d'images ont été réalisées sous le logiciel Visilog. La macro ne sera pas présentée ici, le principe étant de séparer, sur une image contrastée, les précipités, des couloirs de matrice afin d'extraire la fraction surfacique de précipités qui s'apparente à la fraction volumique.

# 2. Résultats

Les figures 182, 183 et 184 présentent les évolutions microstructurales en fonction de la température d'exposition, obtenues en cœurs de dendrites et dans les espaces interdendritiques de l'AM1, le CMSX4 et le CMSX4 Plus, respectivement.

Au regard des microstructures obtenues, plusieurs constats peuvent être faits :

- L'augmentation de la température mène à la dissolution des précipités γ' et par conséquent à l'élargissement des couloirs de matrice.
- A partir d'une certaine température, la quantité de précipités γ' est significativement plus élevée dans les espaces interdendritiques. Ceci est représentatif d'une mise en solution non optimale.
- L'essai de fluage (1050°C – 100h – 140 MPa) sur le CMSX4 Plus, n'a pas été suffisant pour entrainer une mise en radeaux bien développée dans les espaces

interdendritiques (voir figure 184.e). Le vieillissement à température élevée va néanmoins permettre à la mise en radeaux de se développer au cours des maintiens en température (voir figure 184.g) [189].

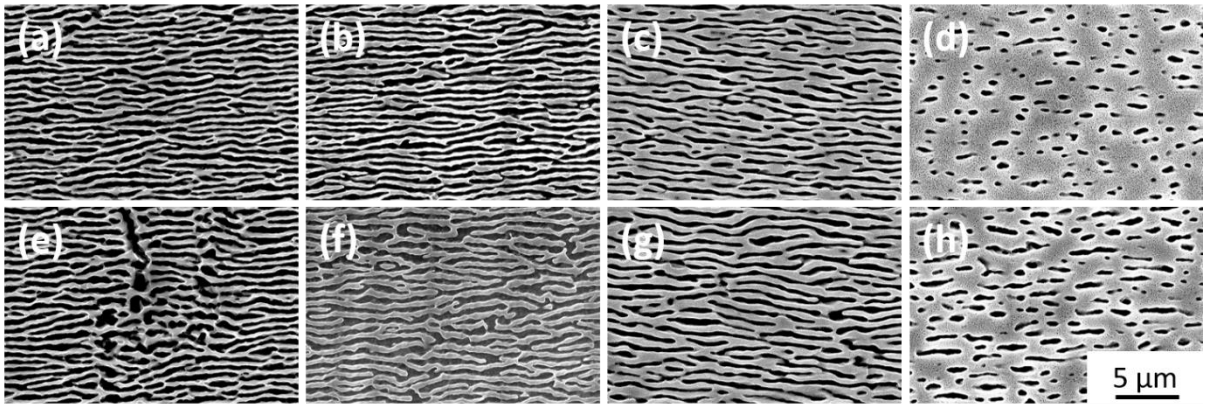


*figure 182 - Evolution de la microstructure de l'AM1 : (a) cœur de dendrite à 950°C, (b) cœur de dendrite à 1100°C, (c) cœur de dendrite à 1200°C, (d) cœur de dendrite à 1250°C, (e) espace interdendritique à 950°C, (f) espace interdendritique à 1100°C, (g) espace interdendritique à 1200°C, (h) espace interdendritique à 1250°C.*

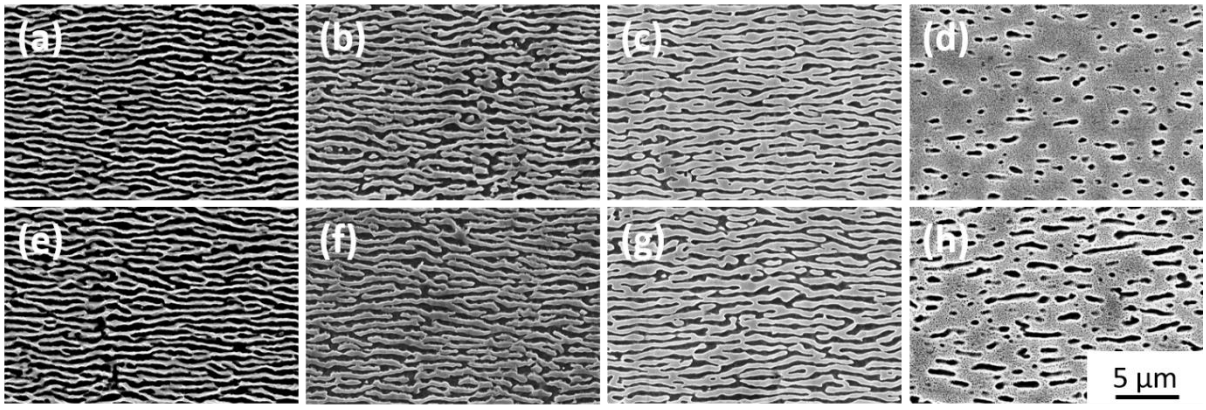


*figure 183 - Evolution de la microstructure du CMSX4 : (a) cœur de dendrite à 950°C, (b) cœur de dendrite à 1100°C, (c) cœur de dendrite à 1200°C, (d) cœur de dendrite à 1250°C, (e) espace interdendritique à 950°C, (f) espace interdendritique à 1100°C, (g) espace interdendritique à 1200°C, (h) espace interdendritique à 1250°C.*

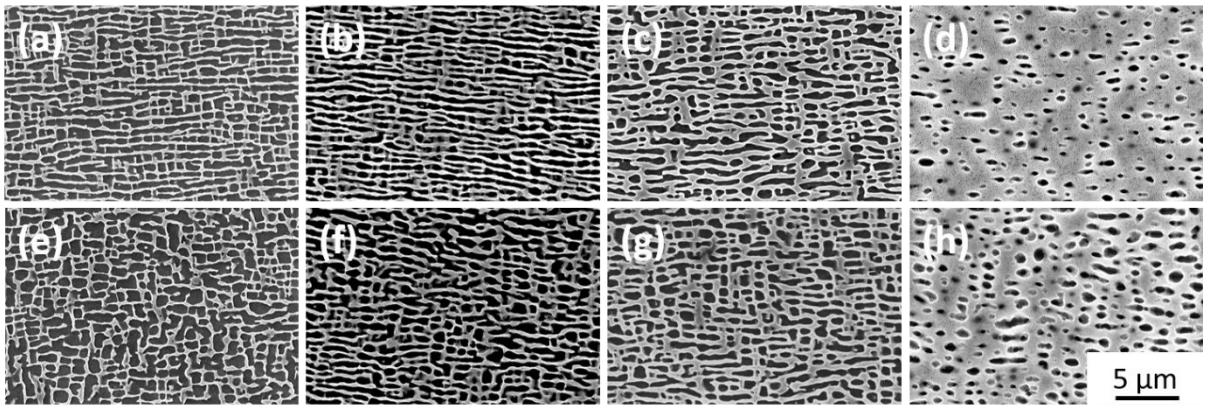


*figure 184 - Evolution de la microstructure du CMSX4 Plus : (a) cœur de dendrite à 950°C, (b) cœur de dendrite à 1100°C, (c) cœur de dendrite à 1200°C, (d) cœur de dendrite à 1300°C, (e) espace interdendritique à 950°C, (f) espace interdendritique à 1100°C, (g) espace interdendritique à 1200°C, (h) espace interdendritique à 1300°C.*

Les analyses d'images dont les résultats sont présentés sur les figures 185, 186 et 187, ont été répétables pour les trois matériaux considérés. Ces résultats confirment les constats effectués lors de l'analyse des microstructures. En effet, la fraction volumique de précipités est plus importante dans les espaces interdendritiques, quel que soit le matériau considéré.

Au regard de la figure 188 qui compare les résultats obtenus, la dissolution des précipités dans le CMSX4 Plus nécessite une température plus élevée. Ceci est cohérent avec le fait que ce superalliage base Nickel est enrichi en éléments réfractaires et γ'-gènes (en effet, le CMSX4 Plus présente le plus fort taux Ta+Ti+Al).

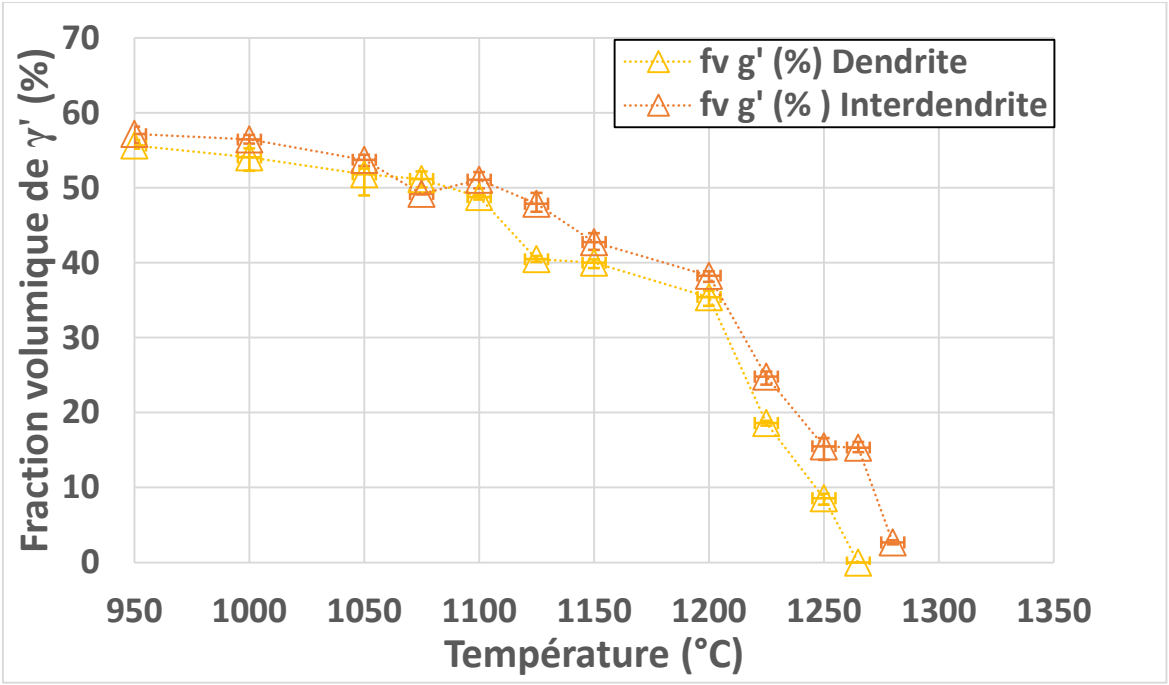


*figure 185 - Influence de la température sur la fraction volumique de précipités γ' de l'AM1*

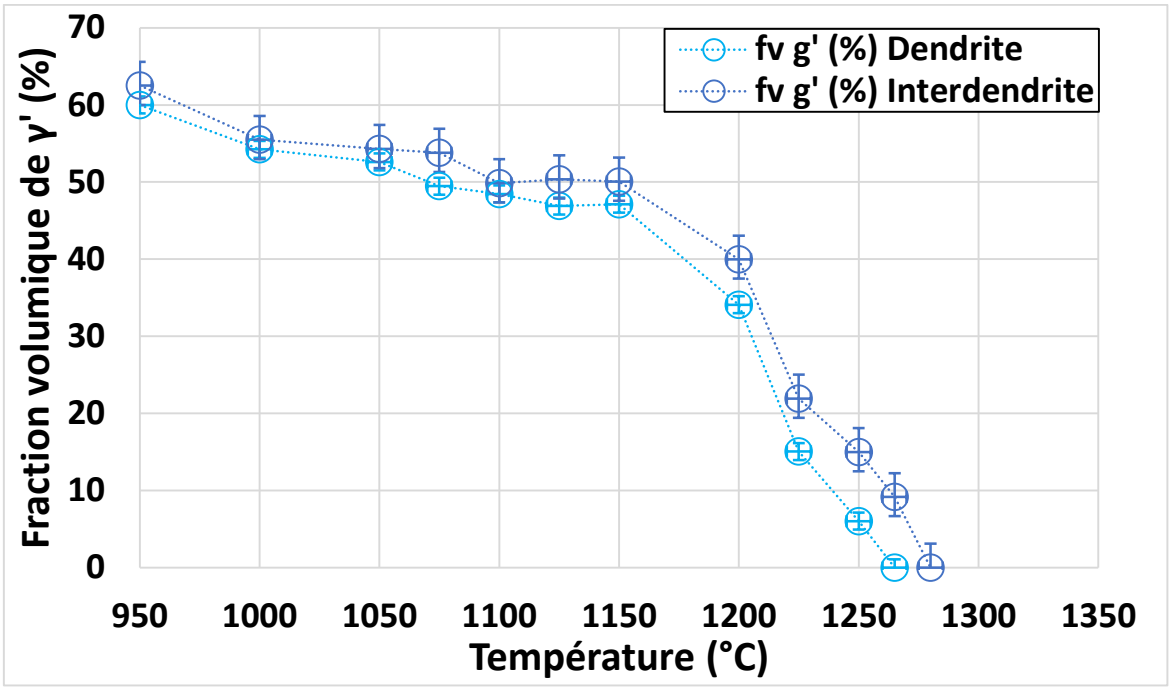


*figure 186 - Influence de la température sur la fraction volumique de précipités γ' du CMSX4*

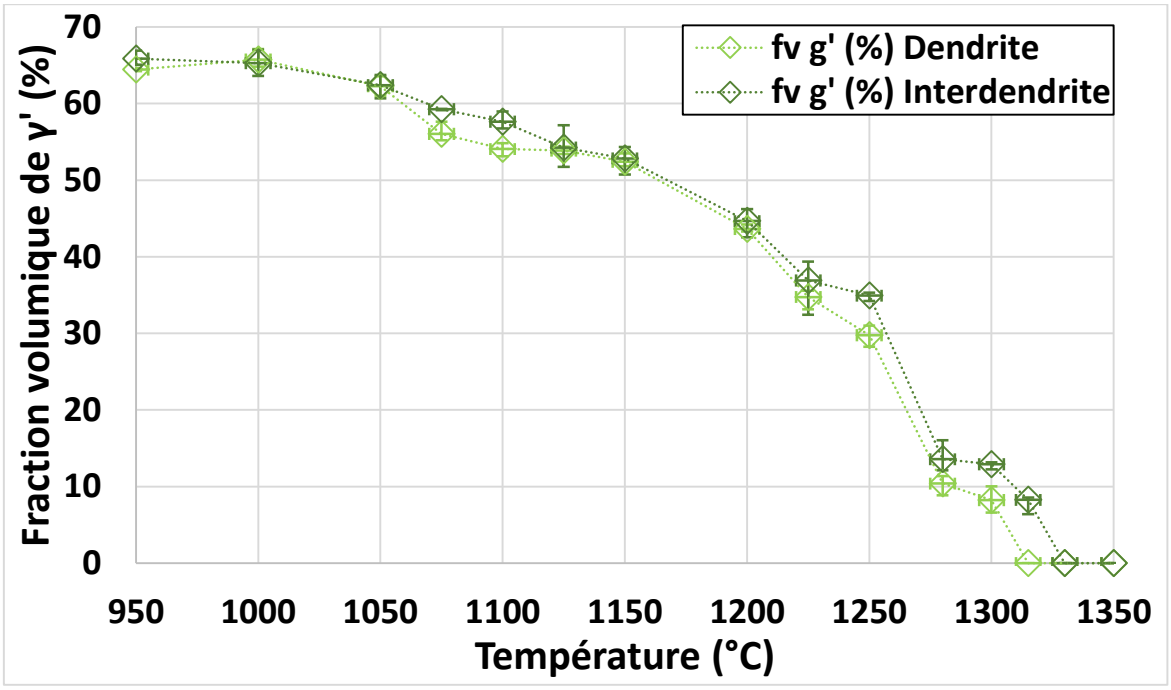


*figure 187 - Influence de la température sur la fraction volumique de précipités γ' du CMSX4 Plus*

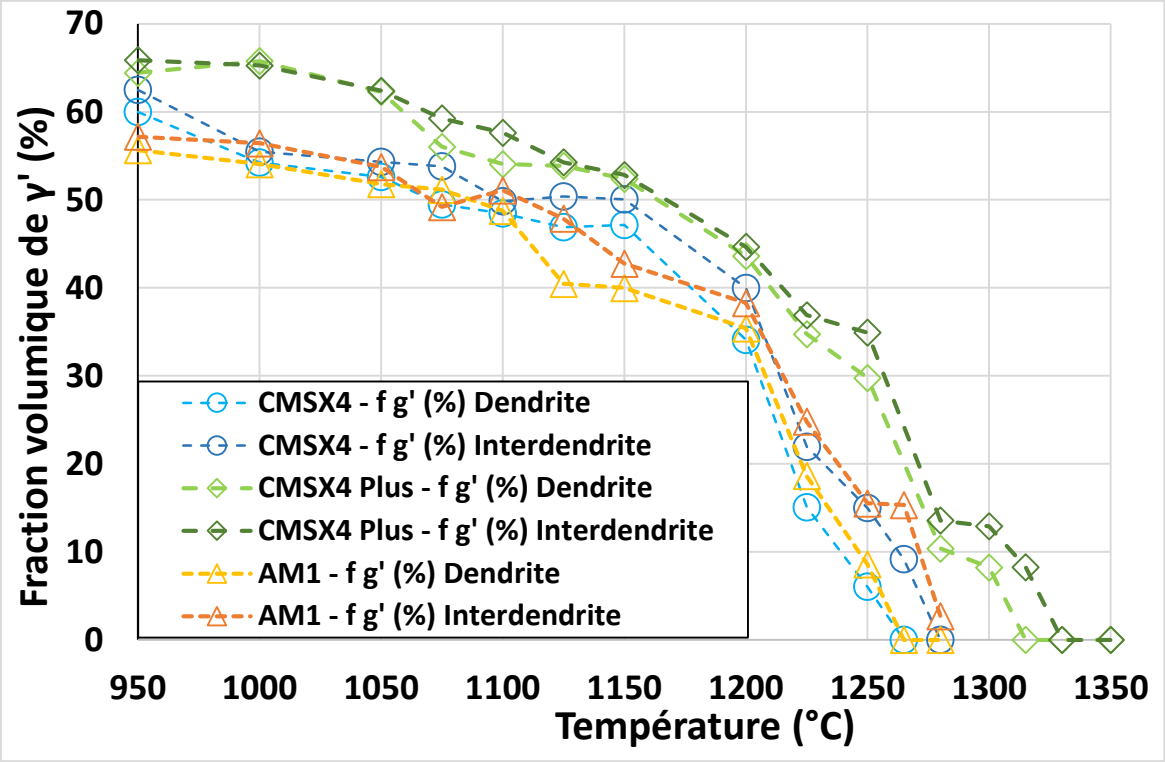


*figure 188 - Comparaison des résultats*

Il s'avère par ailleurs que les températures de solvus extraites expérimentalement sont en relativement bon accord avec celles trouvées dans la littérature (tableau 32) [177].

*tableau 32 - Températures de solvus* [177]

| Matériaux | Tsolvus théorique (°C) | Tsolvus experimental (°C) | |
|---|---|---|---|
| | | Dendrite | Interdendrite |
| AM1 | 1268 +/-5 | ~ 1265 | ~ 1290 |
| CMSX4 | 1293 +/-7 | ~ 1265 | ~ 1280 |
| CMSX4 Plus | 1334 +/-5 | ~ 1315 | ~ 1330 |

# 3. Conclusions

Cette étude a permis de mettre en avant les points suivants :

- L'augmentation de la température engendre la dissolution des précipités γ'.
- La dissolution des précipités dans le CMSX4 Plus ainsi que sa mise en radeaux nécessitent des températures de vieillissements plus élevées, de par le fait que ce matériau soit enrichi en éléments réfractaires.

- La fraction volumique de précipités est plus importante dans les espaces interdendritiques.

# Annexe 4

## Approximations des surfaces développées au niveau de motifs de texturation

Un des verrous principaux rencontrés lors de ces travaux de thèse fut d'estimer la surface développée, spécifiquement lorsque celle-ci fut modelée par texturation laser. En effet, il est nécessaire d'évaluer cette dernière, en particulier pour interpréter les résultats des analyses thermogravimétriques. Or, de par les fortes profondeurs générées, il est délicat de faire des mesures de rugosité de surface par des méthodes conventionnelles.

Afin donc d'estimer la surface développée au niveau d'un motif de texturation laser, le théorème de Guldin qui permet de déterminer la surface décrite par la rotation d'une courbe autour d'un axe, a été utilisée. Pour ce faire, il faut faire l'hypothèse que le motif est symétrique. L'équation appliquée est la suivante :

$$A = \alpha . r_s . s \quad \textit{Eq 15}$$

avec A la surface dévelopée, α l'angle décrit par la rotation, ici égal à 2π, $r_s$ la distance entre le centre de gravité et l'axe de rotation et s la longueur de l'arc.

Afin de pouvoir estimer la longueur de l'arc et son centre de gravité, il a été choisi de dissocier l'arc en deux parties : la partie bourrelet et celle de la cavité sont représentées respectivement par une demi-ellipse et un quart d'ellipse (voir figure 189).

Or à l'aide de la formule de Ramanujan, il est possible d'approximer le périmètre d'une ellipse :

$$P \approx \pi(3(a+b) - \sqrt{(3a+b)(a+3b)}) \quad \textit{Eq 16}$$

avec P le périmètre de l'ellipse, a et b les longueurs des demi axes.

À partir de ces calculs simplifiés, il est alors possible d'approximer la surface développée par un seul motif de texturation et donc de décrire par extension toute la surface des échantillons texturés.

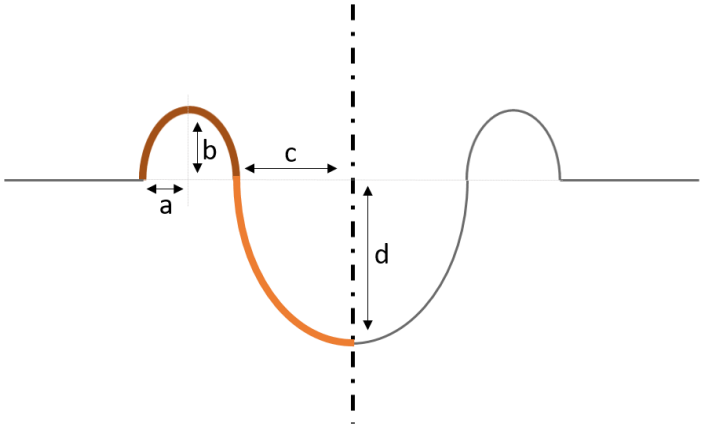


*figure 189 - Arc de courbe, séparés en géométries simples, décrivant les motifs de texturation*

Au cours de ces travaux, une autre méthode avait été envisagée pour estimer la surface développée par un motif de texturation. L'arc précédemment décrit par deux géométries simples (parties d'ellipses) pourrait être décrit à l'aide d'un polynôme interpolateur. Cependant, malgré des estimations certainement plus pertinentes, cette méthode a été abandonnée pour une question de simplification. En effet, les calculs pour intégrer ce polynôme interpolateur étaient trop lourds pour le logiciel utilisé.

Toutefois, la méthodologie développée pour décrire les motifs de type trous ne s'avère pas efficace pour les motifs de type quadrillage. En effet, le théorème de Guldin ne peut pas être appliqué dans ce cas de figure.

La surface quadrillée a alors été segmentée en différentes zones et ce en fonction du nombre de passage du laser. Lors du traitement de la surface, le laser est passé de façon non homogène sur toute la surface (voir figure 190). Nécessairement, là où le laser est passé deux fois plus, la zone sera alors plus profonde. À contrario, certaines zones ne sont pas impactées par le passage du laser, à condition d'émettre l'hypothèse qu'aucun amas de matière fondue ne se soit re-solidifié aux abords des rainures générées.

La surface développée, dans une telle configuration, au niveau des zones impactées, a donc été approximée à l'aide de cinq faces d'un parallélépipède rectangle dont les dimensions ont été obtenues à l'aide de vues en coupe et en surface de ces morphologies quadrillées. En faisant de telles approximations, l'aire de la surface obtenue est nécessairement surestimée.

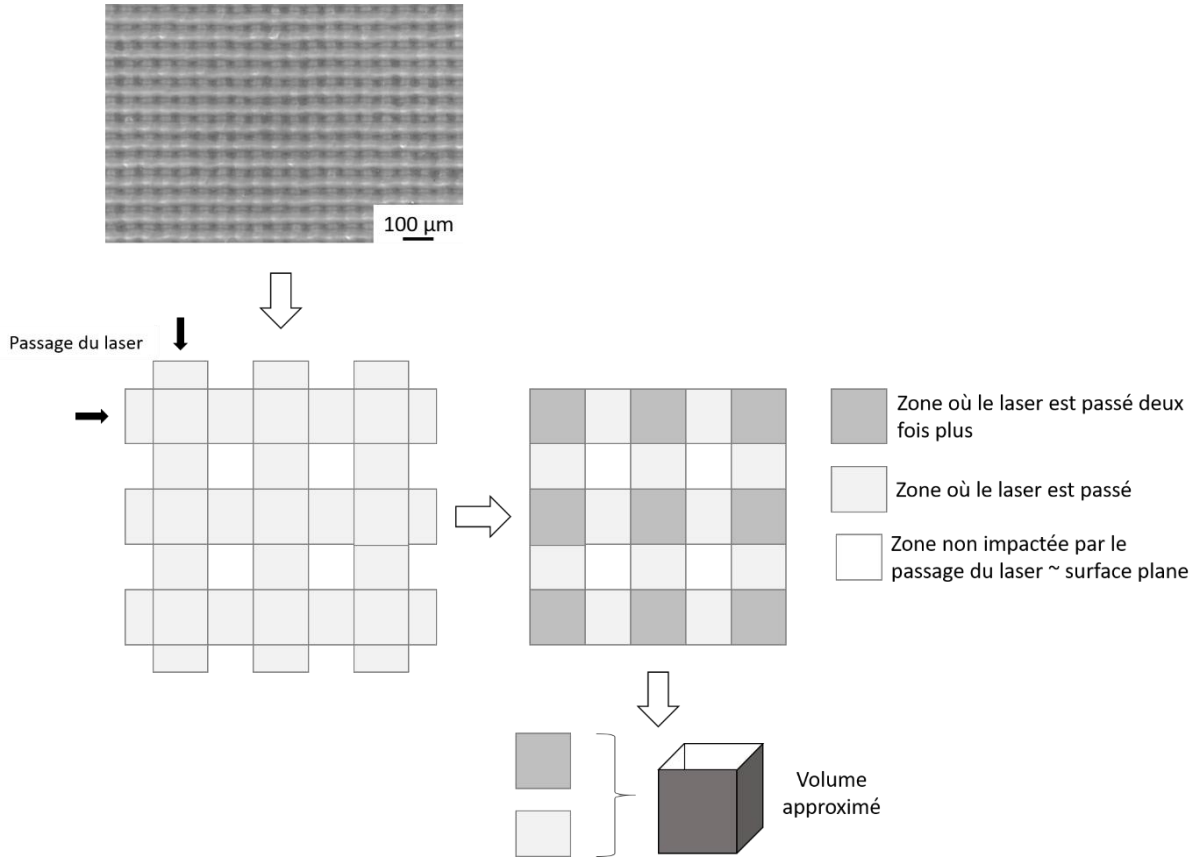


*figure 190 - Estimation de la surface développée par un motif de type quadrillage*

De fortes approximations et hypothèses ont donc été faites pour estimer les surfaces développées des morphologies texturées. C'est pour cette raison que les analyses effectuées sur les cinétiques d'oxydation à partir des résultats d'ATG sont à prendre avec une grande précaution. En effet, les coefficients de cinétique d'oxydation sont fortement dépendants de la rugosité de surface [176].

# Valorisation des travaux de recherche

- 2018 : L. Despres, J. Cormier, S. Costil, R. Cariou – Mécanismes d'endommagement des barrières thermiques sous environnement riche en CMAS – Poster présenté à la journée des doctorants de l'institut Pprime 2018 (Poitiers, France)

- 2018 : L. Despres, J. Cormier, S. Costil, R. Cariou – Mécanismes d'endommagement des barrières thermiques sous environnement riche en CMAS – Poster présenté à IngéDoc 2018 (Sévenans, France)

- 2018 : L. Despres, J. Cormier, S. Costil, R. Cariou – Behaviors of thermal barrier coating against CMAS attacks – Poster présenté à la journée des doctorants Safran Tech 2018 (Châteaufort, France)

- 2018 : L. Despres, J. Cormier, S. Costil, R. Cariou – Tensile properties at intermediate temperature of Ni-base superalloys after microstructure degradation – Poster présenté à Eurosuperalloys 2018 (Oxford, Angleterre)

- 2018 : Participation au concours ma thèse en 180s : lauréate de la finale régionale, participation à la demie finale nationale

- 2019 : L. Despres, J. Cormier, S. Costil, R. Cariou – Enhancement of EBPVD thermal barrier coating strength by laser surface texturing – Poster présenté à la journée des doctorants Safran Tech 2019 (Châteaufort, France)

- 2019 : R. Kromer, F. Mauget, L. Despres, S. Costil, and J. Cormier – Thermo-mechanical fatigue evaluation of a thermal barrier coating bond-coatless system – Materials Science and Engineering A, vol. 756, p. 130–141, 2019.

- 2020 : L. Despres, J. Comier, S. Costil, R. Cariou, A. Joulia, A. Saboundji – Enhancement of EB-PVD thermal barrier coating adhesion strength by laser surface texturing – Présentation orale à la conférence TMS 2020 (San Diego, USA)

- 2020 : J. Rame, S. Utada, L. Bortoluci Ormastroni, L. Mataveli Suave, E. Menou, L. Despres, P. Kontis, and J. Cormier – Platinum containing new generation nickel-based superalloy for single crystalline applications – Superalloys 2020, p. 71–81. TMS, 2020.

**Titre :** Comportement en fatigue thermomécanique à haute température d'un système barrière thermique texturé par laser

**Mots clés :** barrière thermique, texturation laser, fatigue thermomécanique, ancrage mécanique, superalliage, durabilité

**Résumé :** La durée de vie en service d'un système barrière thermique (BT) pour aubes de turbines peut être limitée par l'écaillage de la BT sous sollicitations thermomécaniques. Afin d'améliorer la durabilité dans ces conditions, la texturation laser à l'interface sous-couche/barrière thermique du système CMSX-4 Plus / SC γ-γ'/ BT EB-PVD a été étudiée.
Par l'étude de l'interaction laser-matière, il a été montré que les superalliages monogranulaires à base nickel présentent des comportements similaires face à l'ablation laser et semblent peu endommagés par ce traitement de surface. Néanmoins, la formation de zones de matière fondue au niveau des cavités générées, susceptibles de recristalliser, est récurrente. Diverses morphologies de surface (trous, lignes, quadrillages) ont donc été développées au cours de ce travail dans l'idée de renforcer l'ancrage mécanique sans modifier considérablement la microstructure de la couche céramique. Afin de discriminer les morphologies de surface en évaluant la tenue à l'écaillage des systèmes BT texturés, des essais d'oxydation cyclique à 1150°C ont été effectués. Ensuite, pour valider la pertinence de la solution technologique développée, des essais de fatigue thermomécanique hors phase avec gradient thermique pariétal (TGMF) sur des systèmes texturés ou non, ont été réalisés en environnement brûleur (banc MAATRE). Les résultats témoignent alors que les motifs de texturation ralentissent l'écaillage du système BT, sans être des sites préférentiels d'amorçage de fissures.

**Title : High temperature thermomechanical fatigue behavior of laser-textured thermal barrier coating systems**

**Keywords :** thermal barrier coating, laser texturing, thermomechanical fatigue, mechanical anchoring, superalloy, durability

**Abstract :** In service life of thermal barrier coating (TBC) systems for blade applications can be limited by the top-coat (TC) spallation under thermo-mechanical fatigue (TMF) loadings. To improve its TMF life, laser texturing at the bond-coat/top coat interface in the CMSX-4 Plus / γ-γ' BC/ EB-PVD TC system has been investigated.
Thanks to the study of the laser-matter interaction, it seems that the different Ni-based single crystal superalloys have similar laser ablation behaviors and they present almost no sub-surface damage after ablation. Nevertheless, the formation of melted matter near created cavities, possibly recrystallized, is often observed.
Different patterns (holes, lines, grids) have been developed at the BC surface, in order to increase the mechanical anchoring without modifying the TC microstructure. To discriminate the surface morphologies by the evaluation of the spallation lifetime of textured TBC systems, 1150°C thermal cycling tests have been carried out. Furthermore, to validate the developed technological solution, thermal gradient mechanical fatigue (TGMF) tests in engine simulated environment have been performed using samples with and without textured surfaces (MAATRE test bench). The results show that laser textured patterns slow down the spallation of the TC, without promoting crack initiation.

Université Bourgogne Franche-Comté
32, avenue de l'Observatoire
25000 Besançon