



HAL
open science

Etude expérimentale et numérique de surfaces micro-texturées par laser nanoseconde

Laura Convert

► **To cite this version:**

Laura Convert. Etude expérimentale et numérique de surfaces micro-texturées par laser nanoseconde. Autre. Université Bourgogne Franche-Comté, 2023. Français. NNT : 2023UBFCA020 . tel-04523739

HAL Id: tel-04523739

<https://theses.hal.science/tel-04523739>

Submitted on 27 Mar 2024

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'UNIVERSITE DE BOURGOGNE**

Ecole doctorale n°37

Sciences Physiques pour l'Ingénieur et Microtechniques

Doctorat de Matériaux

Par

CONVERT Laura

**Etude expérimentale et numérique de surfaces micro-texturées par
laser nanoseconde**

Thèse présentée et soutenue à Sevenans, le 12 décembre 2023

Composition du Jury :

M., GAUTIER, Brice	Professeur des universités, INSA de Lyon	Président et Examineur
M., BERTHE, Laurent	Directeur de recherche, Arts et Métiers ParisTech	Rapporteur
M., JI, Vincent	Professeur des universités, Université Paris-Saclay	Rapporteur
Mme, HEMERYCK, Anne	Chargé de recherche, Université de Toulouse	Examineur
Mme, COSTIL, Sophie	Professeur des universités, UTBM	Directrice de thèse
Mme, BARAS, Florence	Chargé de recherche, Université de Bourgogne	Co-directrice de thèse
M., BOURILLOT, Eric	Maître de conférences, Université de Bourgogne	Co-directeur de thèse
M., FRANÇOIS, Manuel	Professeur des universités, UTT	Invité
M., POLITANO, Olivier	Maître de conférences, Université de Bourgogne	Invité

Titre : Etude expérimentale et numérique de surfaces micro-texturées par laser nanoseconde

Mots clés : surface métallique, laser nanoseconde impulsionnel, propriétés de surface, contrainte résiduelle, microscopie micro-ondes SMM, dynamique moléculaire

Résumé :

Le traitement de surface par laser est devenu un élément stratégique de l'ingénierie de surface depuis de nombreuses années. En particulier, la texturation laser permet de fonctionnaliser les surfaces sans apport de matière. Ce procédé a d'ores et déjà démontré de nombreux avantages et cas d'emploi. Toutefois les effets induits par le laser au sein des surfaces restent difficilement prédictibles et complexes. Une meilleure compréhension de l'interaction laser – matière est donc essentielle pour connaître précisément les nouvelles propriétés conférées aux surfaces et mieux maîtriser le procédé de traitement. Ainsi dans cette étude, les effets induits par la texturation laser ont été analysés sur des surfaces de titane, d'alliage Ti6Al4V (TA6V) et de nickel. D'un point de vue expérimental, les surfaces micro-texturées ont été caractérisées selon différentes approches. Les travaux réalisés sur l'analyse de la morphologie des surfaces texturées ont révélé que la fluence et le nombre d'impulsions laser sont des paramètres primordiaux à prendre en compte dans un processus industriel étant donné leur impact sur l'évolution des dimensions des cavités créées. La caractérisation de la composition chimique de l'extrême surface a mis en évidence une modification chimique du matériau au niveau des microcavités. De plus, les contraintes résiduelles en surface ont été identifiées à l'aide de deux techniques complémentaires : la diffraction des rayons X (DRX) et la microscopie micro-ondes (SMM). Ces travaux ont montré que des contraintes résiduelles de traction peuvent apparaître globalement après la texturation laser mais avec des profils de contraintes plus complexes à l'échelle des cavités (alternance traction/compression). Pour aller plus loin et approfondir la compréhension du processus de texturation laser, une modélisation par Dynamique Moléculaire a été développée. Les résultats numériques ont permis de mettre en évidence les différents mécanismes qui interviennent à l'échelle nanométrique et de définir des lois d'évolution concernant les dimensions des cavités formées. L'ensemble de ces résultats permet de mieux appréhender les effets induits par la texturation laser, contribuant ainsi à une meilleure maîtrise et une optimisation de ce procédé.

Title: Experimental and numerical study of nanosecond laser microtextured surfaces

Keywords: metal surface, pulsed nanosecond laser, surface properties, residual stress, scanning microwave microscopy SMM, molecular dynamics simulation

Abstract:

Laser surface treatment has become a strategic part of surface engineering for many years. In particular, laser surface texturing is an effective method for functionalizing surfaces without adding material and altering bulk properties. This process offers some distinctive benefits and has already found much applications. However, the effects induced by the laser within surfaces remain difficult to predict and complex. A better understanding of laser – matter interaction is essential to know precisely the new surface properties and control the treatment process. In this work, the effects induced by laser texturing of titanium, Ti6Al4V alloy (TA6V) and nickel surfaces were investigated. From an experimental point of view, the micro-textured surfaces were characterized using different approaches. Morphological analysis of the textured surfaces revealed that the laser fluence and the number of laser pulses are key parameters to be taken into account in an industrial process, considering their impact on the evolution of the dimensions of the created dimples. Then, characterization of the chemical composition of the extreme surface showed a chemical modification of the material at dimple level. In addition, residual surface stresses were identified using two complementary techniques: X-ray diffraction (XRD) and scanning microwave microscopy (SMM). This work revealed that tensile residual stresses can occur globally after laser texturing but with more complex stress profiles at the dimple scale (alternating tension/compression). To better understand the laser texturing process, a molecular dynamics model was developed. The results of molecular dynamics simulations have highlighted the different mechanisms were involved at the nanoscale and defined evolution laws concerning the dimensions of the created dimple. This research work has led to a better understanding of the effects induced by laser texturing, thus contributing to a better control and optimization of this process.

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICB) au sein des départements de recherche Procédés Métallurgiques, Durabilité, Matériaux (PMDM) et Nanosciences, à l'université de Bourgogne (uB) et l'université de technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM) ; et en collaboration avec le Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée (LASMIS) à l'université de technologie de Troyes (UTT).

Ce projet doctoral s'est inscrit dans le cadre du projet TESLA (TExturation de Surfaces par LAser) financé par la région Bourgogne Franche-Comté et du projet RESEM 2019 FONTRALAS (FONctionnalisation et TRAitements de surface par LASer) de l'Institut de Recherche Technologique Matériaux Métallurgie Procédés (IRT M2P) financé par le programme français Plan d'Investissement d'Avenir (PIA).

Je remercie ces différents acteurs d'avoir soutenu les travaux de ce projet.

Avant de commencer l'exposé de mes travaux, je souhaite ici remercier les personnes qui m'ont accompagnée et aidée à mener cette thèse à son terme et sans qui, l'aventure n'aurait pas été si enrichissante.

Je tiens à remercier ma directrice de thèse, Madame Sophie Costil, professeure des universités, de m'avoir accompagnée tout au long de ce travail de recherche. Je la remercie de la confiance qu'elle m'a témoignée tout au long de ces années, de sa disponibilité et pour tous ses conseils scientifiques et son attention particulière à mes travaux.

Je remercie mes deux co-directeur(trice) de thèse Madame Florence Baras, chargée de recherche, et Monsieur Eric Bourillot, maître de conférences, qui ont co-encadré cette thèse. Merci à Florence pour son expertise scientifique et ses nombreux conseils, notamment dans l'analyse des données de dynamique moléculaire. Merci à Eric pour son regard exigeant sur mon travail qui m'a permis de développer mon esprit critique et d'analyse scientifique ; et pour ses échanges constructifs sur les résultats de microscopie micro-ondes. Je remercie Monsieur Olivier Politano, maître de conférences, d'avoir partagé son expertise en modélisation par dynamique moléculaire et de m'avoir aidée lors de mes simulations. Je remercie également Monsieur Manuel François, professeur des universités, pour son expertise sur les contraintes résiduelles, ses conseils et explications toujours très pertinents.

Ce travail de recherche a été mené à bien grâce à l'aide et aux conseils de ces cinq chercheurs. Je tiens à leur exprimer toute ma gratitude pour leur soutien et leurs conseils si précieux. Je remercie également les stagiaires, Messieurs Benjamin Wodey et Youness El Moudden, pour leur aide.

Je souhaite remercier les membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail. Merci à Monsieur Laurent Berthe, directeur de recherche, et Monsieur Vincent Ji, professeur des universités, de m'avoir fait l'honneur d'être rapporteurs de ce manuscrit et à Madame Anne Hemeryck, chargée de recherche, et Monsieur Brice Gautier, professeur des universités, d'avoir accepté d'être examinateur(trice).

Je souhaite également remercier toutes les personnes qui ont partagé leurs expertises et donné de leur temps pour leur assistance technique, ce qui m'a permis de réaliser ma thèse dans les meilleures conditions. Merci aux équipes du laboratoire ICB de Dijon et de Sevenans, du laboratoire LASMIS de Troyes et à l'équipe administrative.

Je remercie également tous mes amis et collègues du laboratoire qui, grâce à leur bonne humeur, ont rendu ces années de recherche plus agréables : Bastien Ravry, Célia Marets, Adrien Fourmont, Mélanie Romain, Quentin Bizot, Lionel Maurizi, Thomas Tricone, Mélanie François, Corentin Siri, Alan Zerrouki, Eduardo Hernando Abad, La Chance Lepemangoye, Victoire Lescure, etc. Je leur exprime ma profonde sympathie et leur souhaite une excellente continuation.

Je voudrais terminer ces remerciements en ayant une pensée particulière pour mes parents et ma sœur qui m'ont encouragée et soutenue durant toutes ces années. Je remercie affectueusement Thibaut qui m'a donné le courage d'aller jusqu'au bout de ce projet.

A tous ceux que je n'ai pas pu citer, je vous remercie sincèrement.

Merci à tous !

Table des matières

Introduction	10
I. Contexte et constats.....	14
1. Apport de la texturation de surface.....	15
1.1. Améliorer les performances tribologiques des contacts	15
1.2. Améliorer la durabilité des assemblages collés.....	15
1.3. Améliorer l'adhérence du substrat avec le revêtement fonctionnel	16
2. L'interaction laser – matière.....	17
2.1. Physique des lasers	17
2.2. Interaction laser – matière en régime nanoseconde.....	22
3. Les contraintes résiduelles.....	32
3.1. Définition et origine des contraintes résiduelles.....	32
3.2. Evaluation des contraintes résiduelles.....	34
4. Modélisation par dynamique moléculaire	38
4.1. Intérêts	38
4.2. Principes	39
4.3. Avantages	41
4.4. Inconvénients.....	42
4.5. Les travaux sur la modélisation des impulsions laser.....	42
5. Conclusion.....	44
II. Matériaux et méthodes expérimentales.....	46
1. Les matériaux étudiés	46
1.1. Les matériaux à base de titane : le titane pur et l'alliage Ti6Al4V	47
1.2. Le nickel pur.....	50
2. Préparation des échantillons	51
3. Traitement laser : texturation laser des surfaces.....	55
4. Les méthodes de caractérisation	61
4.1. Caractérisation morphologique des surfaces	61
4.1.1. Microscopie optique	61
4.1.2. Profilométrie optique.....	62
4.1.3. Microscopie électronique	63
4.2. Caractérisation chimique des surfaces.....	63
4.2.1. Spectroscopie photoélectronique X (XPS).....	64
4.3. Mesures des contraintes résiduelles.....	66

4.3.1. Evaluation par diffraction des rayons X (DRX).....	66
4.3.2. Evaluation par microscopie micro-ondes (SMM).....	71
5. Conclusion.....	79
III. Etude expérimentale des surfaces micro-texturées.....	80
1. Analyse topographique des surfaces texturées.....	80
2. Analyse de la chimie des surfaces texturées.....	99
3. Analyse des contraintes résiduelles.....	105
4. Conclusion.....	117
IV. Simulations numériques de tirs laser par dynamique moléculaire, sur des surfaces de titane ou de nickel.....	120
1. Simulations préliminaires et description des modèles.....	120
1.1. Simulations préliminaires.....	121
1.2. Modèles développés.....	126
2. Résultats des simulations.....	130
2.1. Phénomènes observés au cours d'un tir laser.....	130
2.2. Etude thermique et étude de la cristallisation des atomes.....	134
2.3. Etude de la morphologie des cavités.....	141
3. Conclusion.....	155
V. Conclusion générale.....	158
Annexes.....	161
1. Annexe 1 : Principaux lasers industriels.....	162
2. Annexe 2 : Méthodes de mesure des contraintes résiduelles.....	163
3. Annexe 3 : Datasheet des matériaux étudiés.....	164
3.1. Titane (T40, Ti Grade 2).....	164
3.2. Alliage Ti6Al4V (TA6V, Ti Grade 5).....	166
3.3. Nickel (Ni Grade 200).....	168
4. Annexe 4 : Spectres XPS.....	169
4.1. Titane (T40).....	169
4.2. Ti6Al4V (TA6V).....	173
4.3. Nickel (Ni200).....	177
5. Annexe 5 : Comparaison des mesures réalisées à l'aide du profilomètre et du microscope numérique.....	179
6. Annexe 6 : Champs de température estimés par Dynamique Moléculaire.....	181
Références.....	183

Introduction

Les caractéristiques de surface des matériaux sont très importantes et jouent un rôle essentiel dans la tenue mécanique des pièces ou des composants, la qualité et la durabilité des assemblages. La rupture d'une pièce est en effet souvent provoquée par l'amorçage en surface d'une dégradation lorsque les zones superficielles sont soumises à des concentrations de contraintes mécaniques et/ou thermiques importantes. Pour remédier à de tels événements et garantir l'intégrité des systèmes, il convient de procéder à un traitement de la surface afin d'optimiser ses propriétés physico-chimiques et mécaniques. La combinaison d'un traitement direct de la surface associé à un revêtement protecteur peut devenir par exemple une solution intéressante qui permet de maîtriser à la fois la surface, l'interface et le revêtement lui-même. Afin d'appliquer ce revêtement en surface et aussi d'améliorer son adhérence, il est nécessaire néanmoins de préparer au préalable les surfaces des matériaux. Pour ce faire, divers traitements peuvent être envisagés comme le sablage (procédé conventionnel dans le domaine de la projection thermique par exemple) afin de générer une rugosité de surface favorable à l'ancrage mécanique du revêtement. Néanmoins aujourd'hui, avec le développement des matériaux ductiles ou encore composites (à matrice organique en particulier) voire très durs (céramiques), ce type de procédé présente ses limites tant d'un point de vue fragilisation des surfaces qu'inefficacité (si les surfaces sont trop dures). C'est pourquoi, de nouveaux procédés moins conventionnels ont vu le jour de façon à pallier ces contraintes, tels que les traitements par laser développés pour répondre aux problématiques de nettoyage (ablation) ou encore de structuration des surfaces.

La technologie du traitement par laser est devenue un élément stratégique de l'ingénierie de surface depuis de nombreuses années. Les lasers à impulsions courtes sont en particulier utilisés dans une large gamme d'applications industrielles et quotidiennes, allant du traitement avancé des matériaux, du micro-usinage, de la micro/nano structuration de surface, des dépôts, à la chirurgie laser et à la restauration d'œuvres d'art [1–5]. Le traitement des matériaux par laser continue donc à défier les procédés d'ingénierie conventionnels, les technologies laser ayant déjà montré un intérêt certain en raison de leur grande précision, flexibilité et productivité [6,7]. Les traitements de surface par laser offrent notamment de nombreux avantages par rapport aux autres procédés surfaciques comme :

- une précision d'application, qui permet des traitements et des modifications très précises, notamment sur de très petites épaisseurs ;
- une diversité des traitements (texturation, rugosité, nettoyage, durcissement par choc, etc.) permettant de personnaliser les propriétés surfaciques, telles que la dureté, la friction, la résistance à la fatigue et à l'usure ;
- une énergie déposée en surface, contrôlée, assurant une maîtrise de l'apport de chaleur et de l'effet thermique sur le substrat sous-jacent ;
- une absence d'effluents chimiques [8]. Le traitement de surface par laser est un procédé considéré « propre » qui rejette des fumées et des particules métalliques captées par des filtres.

Au cours des dernières décennies, la texturation de surface par laser a été très largement utilisée par les chercheurs dans de nombreux domaines pour fonctionnaliser les surfaces en générant sur celles-ci des micro/nano structures [9–12]. Peck a initié dès 1967 les premiers traitements laser opérationnels sur des matériaux dentaires et a montré que le laser à rubis pulsé avait des effets remarquables sur la structure dentaire *in vivo* et *in vitro* [13]. Puis dans les années 70, l'étude de l'interaction laser matière a été approfondie plus largement [14–17]. Et c'est à partir des années 90, que la texturation de surface par laser s'est développée, notamment en Amérique, en Allemagne et en Israël, pour améliorer les propriétés tribologiques des composants mécaniques et de l'interface de contact [9,18,19]. Par exemple, des microstructures créées par laser sur des surfaces peuvent améliorer la tribologie du contact entre ces surfaces [20–26]. Grâce à cette technique, il est ainsi possible de créer des motifs simples ou complexes sur les surfaces pour leur conférer des propriétés physico-chimiques, mécaniques ou géométriques spécifiques en fonction d'objectifs esthétiques ou fonctionnels tout en conservant les propriétés de masse du matériau. De plus, ce procédé sans contact permet de traiter des zones difficilement accessibles. Selon les caractéristiques du laser (durée d'impulsion, longueur d'onde) et les paramètres de texturation choisis (fluence laser, taux de répétition, motif), différentes textures de surface peuvent alors être obtenues. En effet, la durée des impulsions laser gouverne la nature des processus déclenchés dans le matériau ce qui affecte différemment la matière [27].

Plus récemment, la texturation de surface par laser a été appliquée pour des problématiques interfaciales d'adhérence de surfaces en contact. Plusieurs auteurs ont effectivement démontré l'impact et les avantages des surfaces texturées pour obtenir une tenue optimale des revêtements en analysant la résistance interfaciale et en évaluant l'adhérence revêtement-substrat [28–34]. Aujourd'hui, la texturation de surface est d'ailleurs une technique de préparation de surface souvent recommandée (en particulier dans le domaine de la projection thermique) avant de réaliser un revêtement. Toutefois, les effets induits par le laser sur les surfaces sont difficilement prédictibles, complexes et de natures différentes (thermique, mécanique, chimique). Ainsi se posent toujours les interrogations suivantes :

- les propriétés de surface sont-elles modifiées par ce type de traitement laser ?
- comment évoluent les propriétés de surface en fonction des paramètres laser ?
- est-il possible d'appréhender les effets induits par le laser sur les surfaces pour minimiser leurs impacts sur la durabilité du système ?

Une meilleure compréhension de l'interaction laser – matière est donc essentielle pour contrôler précisément la modification des matériaux en surface c'est-à-dire à l'échelle micrométrique et nanométrique [17,35–41]. La maîtrise de ces conditions de surface est nécessaire pour appliquer le traitement à des cas industriels et proposer de nouveaux développements. Des études ont été menées sur les modifications de surface induites par le traitement laser en termes de morphologie, d'oxydation, de durcissement et de contraintes thermiques [42–49]. Les contraintes résiduelles générées par le grenailage laser (laser shock peening) ou induites par un laser femtoseconde dans les structures périodiques de surface (LIPPS, ripples) ont déjà été analysées [45,50–52]. Toutefois, les contraintes résiduelles générées par la texturation laser nanoseconde n'ont pas fait l'objet d'analyses connues.

C'est pourquoi, ce travail de recherche a été initié afin d'étudier les effets de la texturation laser induite par un faisceau pulsé nanoseconde sur les propriétés de surface et améliorer ainsi la compréhension de l'interaction laser nanoseconde avec des surfaces métalliques. Pour ce faire, deux approches ont été envisagées alliant les résultats de travaux expérimentaux mais aussi numériques. En effet, par expérimentation, il est possible d'évaluer tout d'abord la topographie des surfaces par microscopie optique, profilométrie confocale et/ou microscopie électronique à balayage (MEB). Pour analyser la composition chimique des surfaces, si la sonde EDX (energy-dispersive X-ray spectroscopy) ne permet d'accéder qu'à une grandeur globale, la spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS) permet quant à elle d'analyser la chimie de l'extrême surface. Une telle technique permet donc une évaluation chimique très locale de la surface. Enfin pour évaluer l'état mécanique des surfaces, plusieurs méthodes peuvent être envisagées. Compte tenu de la localisation en extrême surface (premiers microns) des contraintes résiduelles induites par le laser, deux procédés de mesure seront préférentiellement employés à savoir la diffraction des rayons X (procédé communément utilisé pour explorer une zone millimétrique en profondeur sur plusieurs micromètres) complétée par une nouvelle méthode par microscopie micro-ondes permettant de sonder la surface sur des dimensions sub-microniques. Ensuite, afin d'améliorer la connaissance du traitement laser, une approche numérique complétera les analyses en particulier par modélisation par dynamique moléculaire. Les modèles numériques à l'échelle atomique permettent en effet d'étudier le comportement dynamique des atomes au cours de l'interaction laser. Les résultats issus de ces modélisations atomiques contribuent grandement à l'amélioration de la compréhension des processus d'interaction laser – matière. Ces outils peuvent être également développés pour prédire et optimiser les stratégies de traitement laser.

Dans la présente étude, un laser pulsé nanoseconde a été utilisé pour texturer des surfaces de titane, d'alliage de titane (Ti6Al4V) et de nickel. Les secteurs aéronautique et automobile utilisent en effet couramment de tels matériaux avec ou sans revêtement nécessitant potentiellement un traitement de surface par laser [53]. Néanmoins, les propriétés de surface du substrat, telles que sa topographie, sa composition chimique et ses contraintes résiduelles impactent directement les performances tribologiques et la tenue en service des matériaux. C'est donc pour cette raison qu'il est important de connaître précisément les effets induits par la texturation laser pour bien maîtriser la tenue en service du système considéré. Les effets de la texturation laser sur les propriétés de surface ont été analysés, notamment en faisant varier les paramètres laser (fluence, nombre d'impulsions laser, stratégie de texturation). Plusieurs techniques expérimentales ont ensuite été sélectionnées afin d'évaluer les phénomènes induits par le traitement laser tant à l'échelle micrométrique que nanométrique.

Pour synthétiser l'ensemble de ces travaux, plusieurs chapitres seront déployés. Le premier chapitre est une mise en contexte qui permet en particulier de présenter les apports de la texturation de surface par laser, l'interaction du laser nanoseconde avec la matière, les contraintes résiduelles qui peuvent en découler et de montrer les avantages de la modélisation par dynamique moléculaire pour étudier l'interaction laser – matière et ses effets induits.

Le second chapitre décrit ensuite les matériaux étudiés ; la préparation des surfaces des échantillons avant la texturation laser ; ainsi que les dispositifs expérimentaux utilisés, à savoir l'outil laser nanoseconde de texturation, les différentes techniques de caractérisations topographiques, les techniques d'analyse chimique et les moyens de mesure des contraintes résiduelles.

Le troisième chapitre présente alors les résultats expérimentaux des études morphologiques, des analyses chimiques et des mesures des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X (DRX) et microscopie micro-ondes (SMM), effectuées sur les surfaces texturées. Les effets de la fluence laser, de l'accumulation des impulsions laser et du pas entre les cavités laser créées sont mis alors en évidence et discutés.

Enfin, le quatrième chapitre se focalise sur le modèle de dynamique moléculaire développé pour simuler l'interaction laser matière (titane et nickel). Les résultats numériques sont alors présentés et permettent de mieux comprendre les effets de la texturation laser à l'échelle nanométrique.

Au terme de ce manuscrit, la conclusion générale expose les avancées principales apportées par cette étude mais aussi ses limites, et suggère des perspectives de recherche complémentaires.

I. Contexte et constats

La surface correspond à la partie extérieure d'un corps solide qui le limite en tous sens. Tout corps solide interagit avec le milieu extérieur via sa surface et toutes les interactions avec ce milieu dépendent des propriétés surfaciques du matériau. Ainsi, les propriétés des surfaces des matériaux jouent un rôle prépondérant dans l'utilisation finale des pièces et leur durée de vie.

La compréhension des phénomènes de surface et leur maîtrise sont donc fondamentales pour apprécier le comportement des pièces d'ingénierie. Bruzzone *et al.* (2008) présentent les avancées concernant les propriétés des surfaces fonctionnelles, leurs applications et les technologies d'ingénierie [54]. De plus, une étude du Centre Technique des Industries Mécaniques (CETIM) a mis en évidence que 80% des avaries des pièces mécaniques commencent en surface ; ainsi la **surface est un élément essentiel à considérer pour améliorer la durabilité** des différents systèmes [55]. Pour accroître les performances d'un composant, il est donc nécessaire de connaître ses propriétés de surface, de savoir les maîtriser afin de les contrôler et les améliorer.

Les technologies de fonctionnalisation de surfaces répondent justement à ces objectifs en modifiant et améliorant leurs propriétés et leurs performances ou en leur conférant de nouvelles fonctions, sans toutefois modifier les propriétés de structure du matériau. Un matériau donné peut donc présenter des propriétés de surfaces différentes.

Les procédés de fonctionnalisation peuvent être classés en trois grandes familles :

- techniques par voie liquide : traitements chimiques, procédés électrolytiques, dépôts électrochimiques, greffages de molécules, procédé sol-gel, etc.
- techniques par voie sèche : dépôts par plasma, dépôts en phase vapeur (PVD, CVD, CVI, etc.), rayonnements ionisants, traitements thermiques, traitements thermochimiques (nituration, cémentation, carbonituration), procédés de projection thermique (Plasma, HVOF, Cold Spray), etc.
- techniques par voie physique : texturation et structuration à différentes échelles par laser, grenailage, choc laser, micro-usinage, etc.

La fonctionnalisation de surface est aujourd'hui un procédé couramment utilisé dans de nombreux domaines industriels tels que l'automobile, l'aéronautique, le médical, l'horlogerie, etc. Diverses applications peuvent ainsi être envisagées pour optimiser la tenue à l'usure, à haute température ou à la corrosion, améliorer les aspects tribologiques, adapter les propriétés optiques, thermiques ou simplement modifier l'aspect. La texturation de surface par laser est d'ailleurs un des procédés qui permet de modifier les propriétés de la surface en changeant notamment sa morphologie. Cette technique peut être appliquée sur tous types de matériaux (métal, polymère, composite, céramique, verre, etc.) et se démarque par sa fiabilité, sa robustesse, sa répétabilité, sa rapidité d'exécution, sa facilité de programmation et l'absence de consommables et d'effluents [56].

1. Apport de la texturation de surface

La texturation laser offre une multitude de possibilités de fonctionnalisation des surfaces pour améliorer les performances tribologiques des contacts, les propriétés de surface d'anti-adhérence (mouillabilité) ou encore la durabilité des assemblages collés par l'adhérence substrat-revêtement.

1.1. Améliorer les performances tribologiques des contacts

Dès 1995, la texturation de surface par laser (LST, laser surface texturing) est analysée et approfondie, notamment en Amérique, en Allemagne et en Israël [57–59], afin d'améliorer les propriétés tribologiques des composants mécaniques. Pour ce faire, diverses géométries et structures peuvent être envisagées selon les conditions de sollicitation. Geiger *et al.* (2002) ont par exemple démontré les effets bénéfiques de la micro texturation de la surface des composants revêtus afin d'augmenter la durée de vie des pièces [60]. De même, Etsion, Ryk, Kovalchenko *et al.* (2002, 2005) ont démontré que la texturation laser des surfaces de manière optimisée (création de micro pores en optimisant notamment leurs dimensions, leur disposition et la rugosité entre ces cavités) permet d'améliorer significativement les performances tribologiques de systèmes en mouvement alternatif ou rotatif [61–63].

La texturation laser a été et reste donc encore souvent utilisée pour améliorer les performances tribologiques des surfaces des matériaux [20,21,64–69]. Par exemple, des micro-structures créées par laser sur des surfaces permettent d'optimiser les phénomènes de tribologie des surfaces. Ces motifs en surface peuvent agir tels des micro-roulements hydrodynamiques dans le cas de lubrification complète ou mixte, tels des micro-réservoirs pour le lubrifiant dans le cas de conditions de lubrification insuffisantes ou tels des micro-pièges pour les débris d'usure dans le cas du glissement.

1.2. Améliorer la durabilité des assemblages collés

Face aux exigences environnementales et économiques, les industriels optimisent sans cesse la conception globale des structures afin de réduire la consommation de carburant, les coûts de production, simplifier les processus industriels, augmenter la capacité de charge utile des structures et améliorer leur durée de vie. L'allègement des structures est une solution pour répondre à ces demandes.

Ainsi, les matériaux composites sont de plus en plus utilisés du fait de leur faible densité et de leur performance mécanique qui permet une optimisation significative de la masse des structures. Toutefois, l'utilisation accrue des matériaux composites comme les CFRP (polymère renforcé de fibres de carbone) dans les structures multi-matériaux nécessite des techniques d'assemblage intelligentes. Les techniques traditionnelles d'assemblage mécanique et thermique (rivetage, vissage, soudage, etc.) tendent donc à être remplacées par le collage qui est plus facile d'utilisation, supprime la corrosion galvanique et allège les structures.

Le collage structural, largement utilisé dans de nombreux secteurs tels que l'aviation et l'aérospatiale, le transport (automobile, construction navale), la construction, etc., correspond à l'assemblage de deux pièces par un adhésif (colle structurale). Ce type d'assemblage par collage permet par exemple de combiner les avantages des composites et des matériaux

conventionnels tels que les alliages de titane et les alliages d'aluminium. L'adhérence obtenue lors du collage des surfaces dégraissées peut être satisfaisante, toutefois une modification de la surface s'avère généralement nécessaire pour optimiser la durabilité des joints collés.

Dès 1995, des études ont montré que le traitement des surfaces avant collage est nécessaire pour améliorer la durabilité des joints collés [70,71]. Molitor *et al.* (2001 et 2004) ont entrepris par exemple des pré-traitements par ablation laser et ont démontré la performance de cette méthode [72,73]. Le pré-traitement de la surface est l'une des étapes les plus importantes du processus qui conditionne la qualité d'un joint collé. Dans ce contexte, l'objectif d'un pré-traitement de surface est d'augmenter la force d'adhérence en modifiant la surface du substrat de diverses manières :

- en augmentant la rugosité de la surface par la génération d'une surface macro/micro structurée (aire de contact augmentée, verrouillage mécanique de l'adhésif amélioré)
- en améliorant la mouillabilité de la surface (chimie de surface modifiée, tension superficielle augmentée)

De nombreuses études ont ainsi mis en évidence que le traitement par laser des surfaces (titane, Ti6Al4V, aluminium, acier, etc.) augmente la rugosité et la mouillabilité de la surface, améliorant ainsi ses propriétés d'adhérence [73–87]. Néanmoins, ces études se sont focalisées sur l'influence de la topographie et de la chimie des surfaces vis-à-vis du collage structural. Les propriétés mécaniques des surfaces texturées n'ont quant à elles pas été analysées.

1.3. Améliorer l'adhérence du substrat avec le revêtement fonctionnel

Le titane, l'aluminium ou le nickel ainsi que leurs alliages sont des métaux couramment utilisés dans l'ingénierie aéronautique et des transports, l'industrie chimique, pétrochimique, etc. Toutefois ces matériaux voient leurs surfaces modifiées et altérées lorsqu'ils sont sollicités en frottement et/ou utilisés dans des zones à hautes températures par exemple. Le développement de revêtements protecteurs a donc permis d'utiliser ces matériaux dans des conditions spécifiques en leur conférant des propriétés particulières. En effet, le dépôt de revêtements denses ou de couches minces peut modifier les propriétés des surfaces afin d'améliorer leurs résistances à la chaleur, à l'usure et à la corrosion. Toutefois, les revêtements peuvent remplir pleinement leurs fonctions si et seulement s'ils adhèrent parfaitement au substrat (matériau support du dépôt). Rapidement, l'importance de la propreté et de la rugosité des surfaces a donc été soulignée et la préparation de la surface du substrat est apparue comme une étape clé pour assurer la bonne performance du revêtement. Des revêtements spécifiques de divers matériaux tels que des métaux, des semi-conducteurs, des isolants, des polymères et même des protéines peuvent être déposés sur les surfaces selon différentes méthodes (procédés par voie humide, par voie sèche, par immersion, par projection thermique, etc.) [88].

Plusieurs études, comme celles de Siegman et Brown (1999), de Coddet, Costil *et al.* (dès 1999), de Bahbou *et al.* (2004), de Varacalle *et al.* (2006), de Danlos *et al.* (2011), ont démontré que la rugosité/topographie du substrat joue un rôle prépondérant dans le mécanisme d'adhérence revêtement – substrat [30,89–97]. Les techniques conventionnelles de pré-traitement, utilisées depuis très longtemps, sont le dégraissage et le sablage [98,99]. Le dégraissage permet d'éliminer les graisses et autres contaminants de la surface afin d'améliorer la qualité du contact entre les particules projetées et le substrat. Le sablage de la surface permet

de modifier sa morphologie. La rugosité homogène ainsi créée assure un meilleur ancrage mécanique des particules déposées. Le procédé de sablage présente néanmoins quelques inconvénients. Des résidus de sable peuvent notamment être piégés dans la surface (contamination) affaiblissant par la suite l'adhérence du revêtement. Dans le cas de matériaux ductiles, le sablage peut de plus fragiliser les surfaces et générer de grandes déformations plastiques entraînant des contraintes de compression importantes et de potentielles fissures.

C'est pourquoi de nouveaux procédés palliatifs ont donc été envisagés afin de s'affranchir au mieux de ces contraintes et s'adapter aux matériaux considérés. Pour ce faire, différents traitements peuvent être identifiés répondant plus ou moins bien aux exigences (jet d'eau, projection de pellets ou gaz cryogéniques, laser, etc.) [100–102,8]. Parmi ceux-ci, la technologie laser apparaît particulièrement adaptée et démontre une parfaite adaptabilité tant d'un point de vue matière que technologique. De nos jours, la texturation de surface par laser est employée pour améliorer l'adhérence entre un substrat et son revêtement. Plusieurs auteurs ont démontré l'impact et les avantages de telles surfaces texturées en analysant la résistance interfaciale et en évaluant l'adhérence revêtement-substrat. Leurs études ont prouvé par exemple que des surfaces micro-texturées par laser pulsé nanoseconde avec une morphologie optimisée (dimensions et densité des microcavités) améliorent significativement l'adhérence des revêtements [29,33,103–111]. Kromer *et al.* ont également montré que les microcavités au moyen d'une géométrie contrôlée permettent d'arrêter la propagation des fissures interfaciales améliorant ainsi l'adhérence du revêtement.

Ainsi, il est clair que la texturation des surfaces par laser joue aujourd'hui un rôle important dans l'optimisation des propriétés de surface en améliorant les propriétés interfaciales des couples substrats/revêtements. L'influence de la topographie des surfaces a été largement mise en évidence, toutefois, l'état mécanique de la surface du substrat, texturée par laser, a encore peu été analysé. Les mécanismes d'interaction laser – matière semblent ici particulièrement influents.

2. L'interaction laser – matière

2.1. Physique des lasers

Le laser est une innovation majeure du XX^{ème} siècle. Le terme de LASER, acronyme de « Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation » (amplification de lumière par émission stimulée de rayonnement), est devenu un nom commun.

Dans les années 1950, en exploitant le principe « d'émission stimulée » décrit en 1917 par Albert Einstein, Charles Townes conçoit le principe de fonctionnement du maser, amplification de micro-ondes par émission stimulée de radiations, qui donnera lieu à la création de l'appareil en 1954. Arthur Schawlow et Charles Townes publient alors en 1958 un article établissant les bases théoriques du laser [112]. Le physicien américain Theodore Maiman concrétisera cette idée en 1960 en fabriquant le premier laser à l'aide d'un barreau de rubis [113]. Dès lors, les lasers ne cessèrent de se développer et d'être utilisés pour de multiples applications dans de nombreux domaines tels que la vie quotidienne, l'industrie, la médecine, etc.

Un laser est constitué de trois éléments principaux : un milieu actif (solide, liquide ou gazeux) dans lequel la lumière est amplifiée, un système de pompage qui apporte de l'énergie

aux atomes du milieu actif permettant de réaliser une inversion de population (les atomes amplifient la lumière) et un résonateur optique assurant l'amplification. L'émission laser est monochromatique, unidirectionnelle, cohérente dans le temps et dans l'espace, et présente une faible divergence. Un laser émet donc un rayonnement de longueur d'onde unique, allant de l'ultraviolet à l'infrarouge lointain. Le faisceau laser se propage selon un seul mode longitudinal. Il s'agit du mode fondamental quasi gaussien LP01 qui présente une répartition gaussienne d'intensité sur la section du laser. La théorie des lasers est détaillée dans divers ouvrages [16,114]. D'autre part, les deux principaux modes d'émission laser sont le mode continu et le mode impulsionnel. Le principe du mode continu est de conserver la puissance du rayonnement constante tout au long du temps de l'émission. Dans le mode impulsionnel, la lumière laser est produite de manière discontinue, par impulsions brèves et intenses. Les lasers à impulsions courtes et ultracourtes sont plutôt employés dans l'industrie pour des opérations de micro-usinage. Les durées d'impulsions des lasers peuvent aller de la femtoseconde ($\tau = 10^{-15}$ s) à la milliseconde ($\tau = 10^{-3}$ s). L'utilisation de lasers femtoseconde et picoseconde (impulsions ultracourtes de durée inférieure à une dizaine de picoseconde) pour fonctionnaliser les surfaces permet des « traitements à froid », c'est-à-dire que la matière ne subit pratiquement aucun effet thermique. Cette particularité est très intéressante pour réaliser un usinage laser de précision. Pour les lasers d'impulsions plus longues (impulsions courtes de durée supérieure à une dizaine de picoseconde), une augmentation de la température de la surface est observée et modifie à la fois la topographie, la microstructure et la composition chimique superficielle. Les lasers pulsés nanoseconde font donc partie de cette catégorie puisqu'ils ont une durée d'impulsion de quelques dizaines à quelques centaines de nanosecondes. Ils permettent de réaliser des marquages et des micro-usinages précis sur une large gamme de matériaux. Dans le domaine des traitements de surface, les principales sources laser rencontrées sont les lasers à CO₂, à solide Nd-YAG, à fibre dopée et à excimères. Les caractéristiques et les applications des principaux lasers industriels sont présentées en Annexe 0.

Les paramètres fondamentaux d'un système laser pulsé sont :

■ *Pour le système laser*

- **sa longueur d'onde λ [m]** (fréquence spatiale, généralement en nm ou μm)
- **sa durée d'impulsion laser τ [s]** (de la fs à la ms), correspondant à la largeur à mi-hauteur (ou FWHM Full Width at Half-Maximum) de la puissance optique du laser en fonction du temps
- **son taux de répétition ν [Hz]**, correspondant au nombre d'impulsions laser émises chaque seconde
- **son énergie par impulsion E_P [J]**, définie par le rapport de la puissance moyenne et le taux de répétition du laser

- **sa puissance maximale P_{Max} [W]**, correspondant à la puissance maximale atteinte lors d'une impulsion, définie par le rapport de l'énergie par impulsion et la durée de l'impulsion laser :

$$P_{Max} = \frac{E_p}{\tau} \quad (1)$$

- **sa puissance moyenne P_{moy} [W]**, correspondant à la puissance moyenne du laser, définie en multipliant l'énergie par impulsion et le taux de répétition du laser :

$$P_{moy} = E_p \nu \quad (2)$$

■ *Pour le faisceau laser*

- **son diamètre de faisceau d_0 [m]**, correspondant à la dimension du faisceau laser dans un plan perpendiculaire à sa propagation. Le plus petit diamètre du faisceau est atteint au col du faisceau (« waist ») et diverge à partir de ce plan (Figure 1). On appelle « waist » (noté w_0) le rayon minimal du faisceau, le diamètre vaut donc $d_0 = 2w_0$. Ici, ce rayon est par définition la distance entre l'axe optique et l'endroit où l'intensité atteint $1/e^2$ ($\approx 13,5\%$) de sa valeur maximale. Au niveau du col (waist), le rayon de courbure du front d'onde est infini, le faisceau est alors caractérisé par un front d'onde plan. 86% de l'énergie du faisceau laser est contenu dans un cercle de rayon w_0 .
- **son profil d'intensité transverse**, qui correspond à la distribution d'intensité dans le plan perpendiculaire à la direction de propagation du faisceau laser. Le profil du faisceau laser utilisé dans le cadre de cette étude a par exemple une répartition gaussienne en tout point de l'axe optique (axe de propagation z). En fait, cette répartition est une idéalisation de la répartition réelle d'intensité. La qualité du profil spatial du faisceau laser est caractérisée par le facteur de qualité M^2 qui décrit la différence entre le profil réel du faisceau et celui d'un faisceau idéal. M^2 est égal à 1 pour un faisceau gaussien idéal d'ordre 0 (mode fondamental). La qualité du faisceau laser décroît au fur et à mesure que M^2 augmente. L'intensité d'un faisceau de profil gaussien est axialement symétrique et diminue lorsque la distance transversale du centre du faisceau (perpendiculaire à la direction de la propagation) augmente (Figure 1). Le profil gaussien d'intensité $I(r, z)$ a pour expression :

$$I(r, z) = I_0(z) \exp\left(\frac{-2r^2}{(w(z))^2}\right) \quad (3)$$

Avec le rayon r défini par la relation suivante :

$$r = \sqrt{x^2 + y^2} \quad (4)$$

$w(z)$ le rayon du profil gaussien transversal à l'axe optique z pour lequel l'intensité est égale à $1/e^2$ fois sa valeur maximale I_0 (intensité pour $(x, y) = (0, 0)$) tel que :

$$w(z) = w_0 \sqrt{1 + \left(\frac{\lambda z}{\pi w_0^2}\right)^2} \quad (5)$$

En pratique, le rayon réel d'un faisceau est utilisé et est défini par :

$$w_{\text{reel}}(z) = w_{0,\text{idéal}} \sqrt{M^2 + M^2 \left(\frac{\lambda z}{\pi(w_{0,\text{idéal}})^2}\right)^2} \quad (6)$$

La distance de Rayleigh z_R est une grandeur caractéristique d'un faisceau laser gaussien. A cette distance, l'intensité maximale est deux fois plus petite et la largeur du faisceau est $\sqrt{2}$ fois plus grande par rapport à la largeur au col :

$$I(0, z_R) = \frac{1}{2} I_0 \quad \text{et} \quad w(z_R) = \sqrt{2} w_0 \quad \text{avec} \quad z_R = \frac{\pi w_0^2}{\lambda}$$

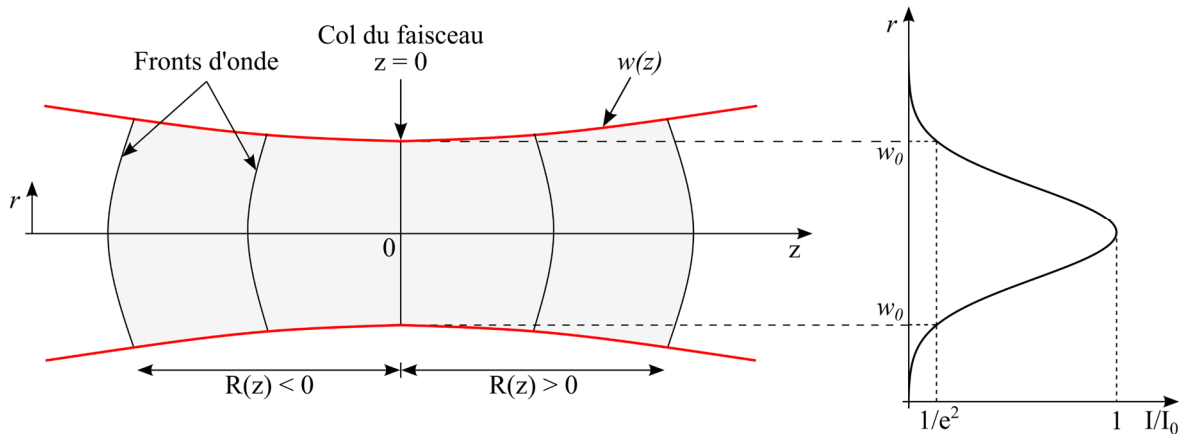


Figure 1. Enveloppe d'un faisceau gaussien autour du col (waist) et distribution de l'intensité transverse dans le plan du col. L'enveloppe du faisceau correspond au rayon $w(z)$. Des fronts d'onde de rayon de courbure $R(z)$ sont représentés. [115]

■ *Pour le faisceau laser focalisé*

- **son diamètre de spot focalisé d_f [m]** qui est égal à $2w_f$, où w_f est le rayon théorique du spot laser après focalisation à travers une lentille mince convergente de longueur focale f (Figure 2). Le faisceau laser de rayon w_0 (valeur idéale) est donc focalisé afin d'obtenir une tâche focale de diamètre réduit vers le foyer de la lentille. Le rayon réel théorique w_f (resp. le diamètre d_f) du spot laser focalisé est calculé à l'aide de l'expression (7) (resp. (8)) :

$$w_f = \frac{M^2 \lambda f}{\pi w_0} \quad (7)$$

$$d_f = \frac{4M^2 \lambda f}{\pi d_0} \quad (8)$$

où w_f (resp. d_f) est le rayon (resp. le diamètre) de la tache focale (ou spot laser) au niveau du col après focalisation [m], M^2 le facteur de qualité du laser, λ la longueur d'onde du faisceau [m], f la distance focale de la lentille [m] et w_0 (resp. d_0) est le rayon (resp. le diamètre) idéal du faisceau laser au niveau du col avant focalisation [m]. Ce diamètre comprend 86% de l'énergie du spot laser.

- **sa distance de travail D** [m] correspond généralement à la distance physique entre l'élément optique final (par exemple une lentille de focalisation) et l'objet ou la surface sur lequel est focalisé le faisceau laser.
- **sa fluence F (densité d'énergie)** [J.cm^{-2}] ou son **intensité** appelée également irradiance (**densité de puissance**) [W.cm^{-2}], correspond à l'énergie/puissance optique par unité de surface, d'un faisceau laser. Ainsi pour une énergie/puissance optique constante, plus le diamètre du faisceau est faible, plus la densité d'énergie/puissance est importante. La fluence F d'une impulsion laser décrit donc l'énergie optique délivrée par unité de surface et est définie par la relation :

$$F = \frac{4P_{moy}}{\pi \nu d_f^2} \quad (9)$$

où P_{moy} est la puissance laser moyenne [W], ν le taux de répétition des impulsions [Hz] et d_f le diamètre du spot laser focalisé [m].

La fluence laser cumulée, F_C [J.cm^{-2}], correspondant à l'énergie totale du traitement laser par unité de surface, est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$F_C = FN \quad (10)$$

où F est la fluence d'une impulsion laser [J.cm^{-2}] et N le nombre d'impulsions laser reçu par la surface.

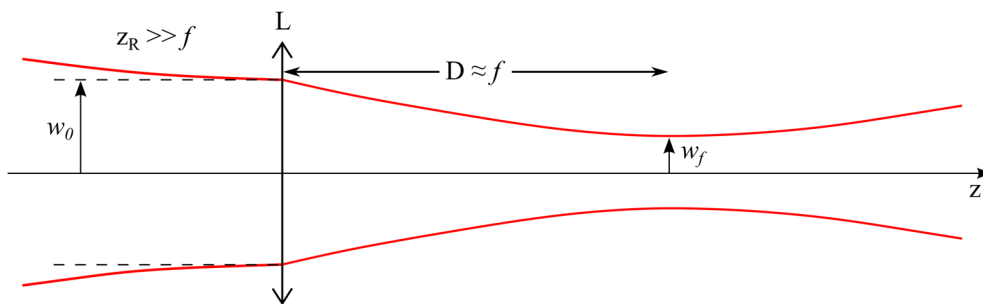


Figure 2. Focalisation d'un faisceau gaussien par une lentille mince convergente L de longueur focale f . w_0 est la largeur du faisceau laser au col avant focalisation et w_f la largeur de la tache focale au col. [115]

2.2. Interaction laser – matière en régime nanoseconde

Lorsqu'un matériau est irradié par un faisceau laser, plusieurs phénomènes doivent être considérés, à commencer par l'énergie transportée par le rayonnement photonique, les processus d'absorption de l'énergie rayonnante par le matériau, le transport de cette énergie en son sein et les effets induits.

Les rayonnements électromagnétiques suivent les lois de la physique quantique et sont décrits soit par un modèle ondulatoire soit par un modèle corpusculaire. D'un point de vue ondulatoire, le rayonnement électromagnétique provient de la propagation d'une onde électromagnétique caractérisée par sa fréquence ν . L'onde électromagnétique transporte une certaine quantité d'énergie liée à l'intensité du champ électrique. D'un point de vue corpusculaire, le rayonnement électromagnétique est constitué de quanta d'énergie : les photons. Chaque photon possède l'énergie ε définie par :

$$\varepsilon = h \cdot \nu \quad (11)$$

où ε est l'énergie d'un photon [eV], h la constante de Planck ($6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J.Hz}^{-1}$) [116], ν la fréquence [Hz] telle que :

$$\nu = \frac{c}{\lambda} \quad (12)$$

avec c la célérité de la lumière dans le vide ($2,998 \cdot 10^8 \text{ m.s}^{-1}$) [116] et λ la longueur d'onde [m].

Lorsque l'onde électromagnétique traverse un milieu absorbant, l'absorption provoque la décroissance de l'intensité de la lumière avec la distance parcourue dans ce milieu. Si le faisceau laser se propage suivant la direction z (axe perpendiculaire à la surface du matériau) ; d'après la loi de Beer-Lambert, l'intensité I décroît de façon exponentielle avec la profondeur z suivant la relation suivante :

$$I(z) = (1 - R)I_0 e^{-\alpha z} \quad [\text{W.m}^{-2}] \quad (13)$$

où R est le coefficient de réflexion de la surface, α le coefficient d'absorption linéaire [m^{-1}] et z la profondeur dans le matériau [m]. I_0 est l'intensité du rayonnement en surface du matériau de coefficient de réflexion R et de coefficient d'absorption α par unité de longueur [W.m^{-2}].

Comme le montre la loi de Beer-Lambert, lors de l'irradiation laser d'une surface solide, une partie du rayonnement incident est réfléchi par la surface tandis que l'autre partie est absorbée par le matériau (Figure 3a). L'absorptivité A , appelée également coefficient d'absorption α , conditionne le rendement énergétique de l'interaction et dépend de plusieurs facteurs (la nature du matériau, l'état de surface, la température, la longueur d'onde λ et l'angle d'incidence du rayonnement du laser, etc.). Le coefficient de réflexion R est défini par le rapport de l'énergie optique réfléchi et de l'énergie optique incidente. Le coefficient de réflexion R et le coefficient

d'absorption α [cm^{-1}] peuvent être calculés à l'aide des indices optiques n_λ et k_λ [117] suivant les relations suivantes :

$$R = \frac{(n_\lambda - 1)^2 + k_\lambda^2}{(n_\lambda + 1)^2 + k_\lambda^2} \quad (14)$$

$$\alpha = \frac{4\pi k_\lambda}{\lambda} \quad (15)$$

avec n_λ l'indice de réfraction et k_λ l'indice d'atténuation du matériau à la longueur d'onde λ [cm]. Etant donné que l'indice de réfraction n'est pas constant et dépend de la température, par conséquent α est également fonction de la température.

La profondeur de pénétration optique l_α [cm] ou profondeur d'absorption est couramment utilisée et correspond à l'inverse du coefficient d'absorption [117] :

$$l_\alpha = \alpha^{-1} \quad (16)$$

Il s'agit donc de la profondeur à laquelle l'intensité de la lumière transmise a diminué de e^{-1} par rapport à I_0 , l'intensité initiale au niveau de la surface.

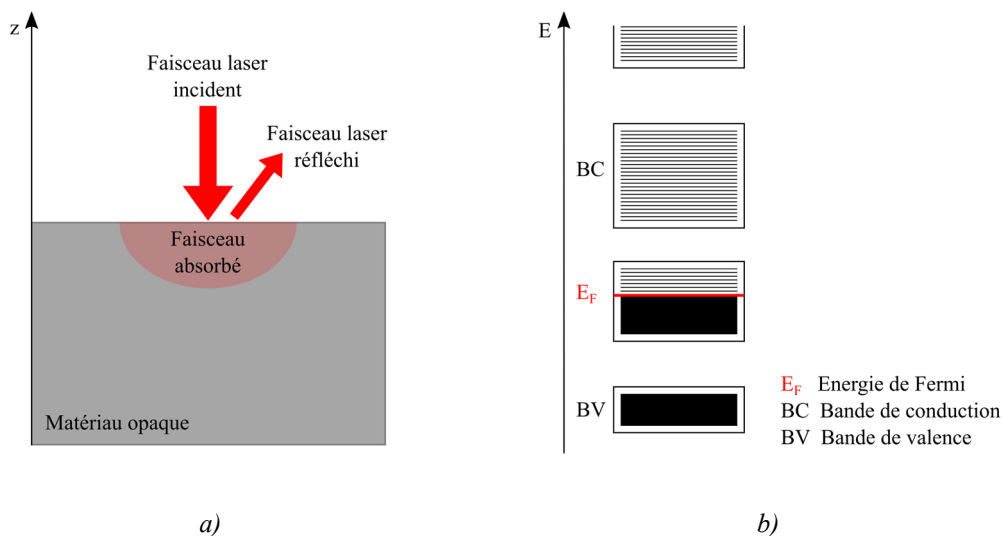


Figure 3. a) Parcours du faisceau laser ; b) Théorie des bandes pour un matériau conducteur.

La vision atomique utilisée ici est similaire au modèle proposé par Drude en 1900 : un métal est constitué d'un gaz d'électrons mobiles (électrons « libres ») qui peuvent se déplacer à travers un ensemble d'ions positifs stationnaires. Deux effets sont à l'origine du transfert de l'énergie thermique dans un solide : la migration des électrons libres et les ondes de vibration dans le cristal. Les quanta de vibration du réseau sont appelés phonons. Dans les métaux, la contribution des électrons au transfert de chaleur par conduction domine, alors que dans les non-conducteurs et les semi-conducteurs, la contribution des phonons est dominante.

Dans le cas des conducteurs (semi-métaux et métaux), le niveau de Fermi se situe dans la bande de conduction. En effet, la bande de valence et la bande de conduction se chevauchent

(Figure 3b). Les photons sont donc absorbés par les électrons de la bande de conduction et peuvent alors se déplacer librement à travers le réseau cristallin. Dans le cas d'une excitation laser, l'énergie des électrons est approximativement égale à l'énergie de Fermi. Cette excitation des électrons engendre alors des collisions électron-électron et des collisions électron-ion (électron-phonon) très rapides. Le temps entre les collisions électron-électron τ_{ee} est très court de l'ordre de 10^{-14} s à 10^{-12} s (soit de 10 fs à 1 ps). Le temps de relaxation électron-phonon τ_{e-ph} est quant à lui plus long du fait de la différence de masse importante entre les électrons et les ions du réseau. En fonction du couplage électron phonon du matériau considéré, τ_{e-ph} est généralement compris entre 10^{-12} s à 10^{-10} s (soit de 1 ps à 100 ps) [117]. Ces durées sont essentielles, elles permettent de déterminer le type de processus d'interaction mis en jeu : thermique, photochimique ou non linéaire. Pour de courtes durées d'impulsion τ de laser (de l'ordre de la nanoseconde par exemple), l'impulsion reste plus longue par rapport au temps de relaxation électron-phonon τ_{e-ph} ($\tau = 10^{-9}$ s \gg $\tau_{e-ph} = 10^{-12}$ s). Par conséquent, à l'échelle d'une impulsion nanoseconde, un équilibre thermodynamique apparaît entre électrons et phonons, la température électronique T_e et la température du réseau T_i (= température ionique) sont au même point d'équilibre thermique : $T_e = T_i = T$. Le processus d'interaction laser – matière est donc purement thermique [27,118]. L'interaction des électrons avec le faisceau laser et l'interaction électron-ion correspondent à un processus important dans l'interaction laser – matière appelé chauffage par Bremsstrahlung Inverse (IB, Inverse Bremsstrahlung) [119]. Après l'excitation des électrons par le laser, la thermalisation des électrons est observée du fait des collisions électrons-électrons. Une température T_e peut donc être attribuée aux électrons selon la distribution de Fermi-Dirac. En raison de leur inertie, les ions ne peuvent pas suivre les oscillations rapides du champ électromagnétique du laser. Toutefois, les électrons se heurtent continuellement aux ions métalliques positifs. Au cours de ces collisions, les ions gagnent de l'énergie cinétique, il en découle un échauffement du milieu. Il se produit alors un équilibre entre l'énergie absorbée par les électrons et celle transmise sous forme de chaleur au reste de la cible. Cette énergie se répartit uniformément en profondeur par conduction thermique (= diffusion thermique), ce qui induit une augmentation de la température locale du matériau. **L'impulsion laser nanoseconde sur une cible solide agit donc telle une source de chaleur qui induit une élévation de la température dans le réseau.** Le transport d'énergie thermique dans le matériau est déterminé par l'équation de la chaleur :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \kappa \left(\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + P_v(z) \quad (17)$$

avec ρ la masse volumique du matériau [kg.m^{-3}], C_p la capacité thermique massique (= chaleur spécifique) [$\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$], T la température d'équilibre du système [K], κ la conductivité thermique du matériau [$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$] et $P_v(z)$ la puissance volumique déposée par le faisceau laser [W.m^{-3}] définie par (18).

$P_v(z)$ est la puissance absorbée par unité de longueur et par unité de section à une distance z de la surface. Cette puissance est déterminée à partir de la puissance absorbée par unité de surface $P_a(z)$.

A une distance z de la surface, la puissance absorbée par unité de surface est donnée par :

$$P_a(z) = (1 - R)I_0(1 - e^{-\alpha z})$$

A une distance z de la surface, la puissance absorbée par unité de longueur et par unité de section est donnée par :

$$P_v(z) = \frac{dP_a(z)}{dz} = \frac{d}{dz}((1 - R)I_0(1 - e^{-\alpha z})) = (1 - R) I_0 \alpha e^{-\alpha z}$$

$$P_v(z) = (1 - R) I_0 \alpha e^{-\alpha z} \quad [\text{W.m}^{-3}] \quad (18)$$

où R est le coefficient de réflexion de la surface, α le coefficient d'absorption linéaire [m^{-1}], z la profondeur dans le matériau [m] et I_0 l'intensité initiale en surface [W.m^{-2}].

Ainsi, lors de l'interaction d'un laser pulsé nanoseconde sur un matériau, une zone est affectée thermiquement. La profondeur affectée thermiquement δ_{th} , correspondant à la longueur de diffusion thermique, est définie par la relation suivante [36,117] :

$$\delta_{th} \approx \sqrt{4D\tau} \quad (19)$$

avec δ_{th} l'épaisseur du matériau affectée thermiquement [m], $D = \kappa/\rho C_p$ la diffusivité thermique du matériau [$\text{m}^2.\text{s}^{-1}$] et τ la durée d'impulsion du laser [s].

La variation de température ΔT d'une surface irradiée par un faisceau laser pulsé, dont l'intensité est gaussienne, peut être évaluée à l'aide des expressions suivantes [117] (pages 139-140) :

- Chauffage :

$$\text{Pour } 0 < t < \tau, \Delta T(0,0,t) = \frac{2}{\pi}\theta_c \arctan(2t^{1/2}) \quad (20)$$

- Refroidissement :

$$\text{Pour } t > \tau, \Delta T(0,0,t) = \frac{2}{\pi}\theta_c \{\arctan(2t^{1/2}) - \arctan(2(t - \tau)^{1/2})\} \quad (21)$$

$$\text{Pour } t \gg \tau, \Delta T(0,0,t) = \frac{\theta_c \tau}{2\pi t^{3/2}} \quad (22)$$

L'hypothèse suivante $\alpha \rightarrow \infty$ (absorption accrue lors du chauffage) peut être considérée.

Avec τ la durée d'une impulsion laser [s] ;

et $\theta_c = \frac{\sqrt{\pi}I_0\omega_0}{2\kappa}$, où I_0 est l'intensité du faisceau laser en surface [W.m^{-2}], ω_0 le rayon du faisceau laser [m] et κ la conductivité thermique du matériau [$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$].

Lorsque la fluence laser est suffisante, l'apport de chaleur intense et localisé en surface induit donc la fusion puis la vaporisation de la matière. En effet, une ablation du matériau est observée seulement si la fluence laser F dépasse une fluence seuil spécifique F_{th} qui dépend du matériau, du laser et de l'environnement (l'indice « th » fait référence à « threshold »). Lorsqu'une surface métallique est irradiée par un faisceau laser de fluence suffisante, une couche de métal fondu (appelée bain de fusion) puis de la vapeur et, éventuellement, du plasma, apparaissent.

Tout d'abord, la température de la surface augmente rapidement jusqu'à atteindre la température de fusion du matériau, ce qui conduit à la formation d'une couche de métal fondu (appelée bain de fusion). Le bain de fusion est le siège de forts gradients de température. La température de la surface continue d'augmenter jusqu'à atteindre la température de vaporisation à pression ambiante. De la vapeur apparaît en surface et contribue à l'augmentation de la pression locale. Cette pression appelée pression de recul contribue à l'expulsion de la matière liquide. La matière peut être expulsée sous forme de vapeur, de gouttelettes de liquide ou de fragments solides, selon la température et la pression en surface.

Etant donné la conservation de la quantité de mouvement, les espèces évaporées de la surface provoquent une pression de recul sur le matériau non ablaté. La pression de recul est de l'ordre de la pression de vapeur saturante [117] (page 217) :

$$p_{rec} \approx p_s(T_s) \approx 10^{-5} I_a \quad (23)$$

où p_{rec} est la pression de recul [atm] et I_a l'intensité laser absorbée [W.cm^{-2}]

D'autre part, lorsqu'un rayonnement électromagnétique d'intensité I est incident sur une surface, une pression, appelée pression de rayonnement, est exercée sur cette surface. La pression de rayonnement p_{ra} est définie par :

$$p_{ra} \cong (1 + R) \frac{I}{c} \ll p_{rec} \quad (24)$$

avec I l'intensité du rayonnement [W.m^{-2}] et c la vitesse de la lumière ($c = 3 \cdot 10^8 \text{ m.s}^{-1}$). La pression de rayonnement est négligeable par rapport à la pression de recul exercée par la vapeur sur la surface.

La vapeur formée au-dessus de la surface évolue différemment en fonction de la fluence du faisceau laser. En effet, deux régimes d'ablation laser différents peuvent être distingués, une valeur seuil de fluence laser F_p les sépare (l'indice « P » fait référence à « Plasma »).

- Pour des fluences laser inférieures à F_p ($F < F_p$), la vapeur formée au-dessus de la surface du matériau cible, composée essentiellement d'atomes, est transparente au rayonnement laser, c'est-à-dire que l'absorption du faisceau laser par la vapeur est insignifiante. Ainsi, le faisceau laser est peu atténué lorsqu'il atteint la surface du matériau.
- Pour des fluences laser supérieures à F_p ($F > F_p$), la vapeur métallique absorbe une partie de l'énergie du faisceau laser et lorsque le gain en énergie dans le volume de vapeur est supérieur à la perte d'énergie, un plasma est créé. Le gain en énergie est lié à la production massive d'électrons primaires dans la vapeur (émission thermoélectronique, ionisation multiphonique et photoionisation) [120]. Les collisions entre ces électrons et les particules lourdes (atomes et ions) provoquent ainsi l'ionisation de la vapeur et la formation d'un plasma. Ce plasma dense est opaque au rayonnement laser « effet d'écrantage / shielding effect », il absorbe donc l'énergie du faisceau laser. Par conséquent, le rayonnement laser atteint la surface du matériau extrêmement atténué, ce qui affaiblit l'intensité des processus physiques se produisant à la surface du matériau cible.

De nombreuses recherches, en régime laser nanoseconde, ont été menées sur la formation du plasma, son expansion, l'interaction du faisceau laser avec le plasma et l'interaction panache-surface [42,121–125]. Toutefois, les durées d'impulsions des lasers utilisés dans ces études sont inférieures à 30 ns. Zhou *et al.* (2010, 2011 et 2012) ont quant à eux étudié le plasma formé par un laser nanoseconde de 100 ns et 200 ns [126–128]. Dans ces conditions d'irradiation laser (IR, nanoseconde), leurs travaux ont montré que le mécanisme d'enlèvement de matière est la vaporisation de surface suivie de l'éjection de matière liquide. La vaporisation de surface conduit à un panache de vapeur/plasma au-dessus de la cible présentant deux zones de haute intensité de rayonnement (HRI, High Radiation Intensity) pendant l'impulsion laser. La zone HRI située immédiatement au-dessus de la cible irradiée est due au flux important de vaporisation du matériau. L'autre zone, située juste derrière le front d'expansion du panache, est quant à elle due à l'accumulation et la compression de la vapeur induite par l'effet de confinement de l'air ambiant.

Pour la majorité des métaux, la limite d'intensité I_p séparant les deux régimes d'ablation est de l'ordre de 10^9 - 10^{10} W.cm⁻² [129]. Pour les conditions de traitement laser utilisées dans cette présente étude, le premier régime d'ablation est observé, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de panache plasma (Figure 5). La vapeur métallique présente au-dessus de la surface est supposée ne pas interagir avec le faisceau laser. Tous les atomes/molécules évaporés quittent le substrat avec une température élevée et une distribution non-équilibrée de la vitesse. La vitesse est initialement dans la direction normale à la surface du liquide. Puis en raison des collisions avec d'autres atomes/molécules, la distribution de la vitesse devient maxwellienne c'est-à-dire en équilibre thermodynamique [130]. La vapeur se propage alors dans le demi-espace au-dessus de la surface (expansion hémisphérique). La fine couche de quelques libres parcours moyens (parcours moyen entre deux collisions) adjacente à la surface fondue où la vitesse des molécules de vapeur passe d'une distribution de non-équilibre à l'équilibre est appelée couche de Knudsen (« Knudsen Layer »). Au-delà de la couche de Knudsen, la température T_v de la vapeur diminue et devient inférieure à la température de la surface T_s en raison de l'expansion du panache de vapeur [36]. Dans cette présente étude, la pression du gaz ambiant est beaucoup plus faible que la pression de la vapeur saturée près du front de vaporisation, l'expansion de la vapeur sous condition atmosphérique peut donc être considérée comme l'expansion de la vapeur dans le vide [131,132]. Par conséquent, l'effet de l'atmosphère ambiante n'a pas été étudié. La vapeur en expansion peut être schématisée par un écoulement unidimensionnel, la vapeur traverse successivement [130] (Figure 4) :

- 1) une couche de Knudsen, où la distribution de la vitesse des atomes évaporés acquiert une forme Maxwellienne d'équilibre
- 2) une discontinuité de condensation, dans laquelle la vapeur sursaturée est partiellement condensée
- 3) une onde de raréfaction
- 4) une région d'écoulement uniforme, dont la limite extérieure est appelée surface de contact. Cette surface sépare la vapeur et l'environnement ambiant.
- 5) La vapeur agit sur le gaz environnant comme un piston, générant une onde de choc dans le gaz ambiant. Le gaz comprimé par le choc occupe une région d'écoulement uniforme entre l'onde de choc et la surface de contact.

Ho et Grigoropoulos ont modélisé l'évolution du panache de vapeur lors de l'interaction d'un laser nanoseconde avec des surfaces métalliques et mettent en évidence les différents phénomènes énoncés précédemment [133].

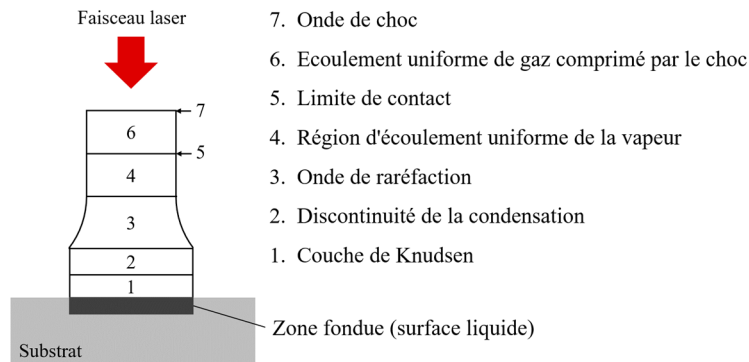
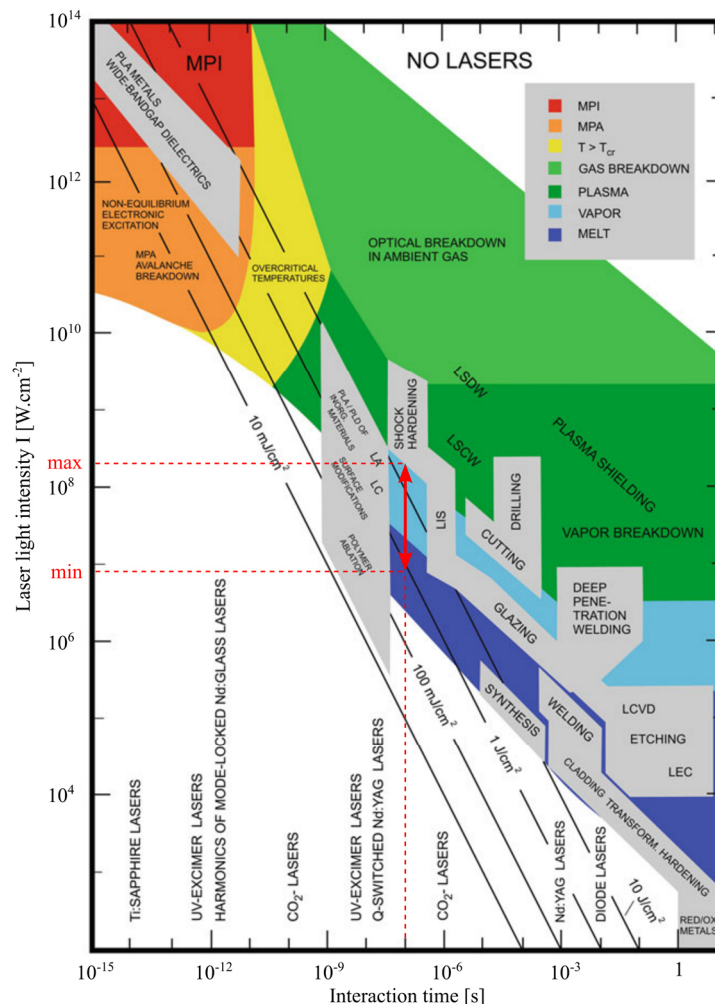


Figure 4. Schématisation de l'écoulement de la vapeur dans une atmosphère gazeuse (d'après [130])



MPA/MPI: multiphoton absorption/ionization, LA: laser annealing, LEC: laser-induced electrochemical plating/etching, LC: laser cleaning, LCVD: laser-induced CVD, LIS: laser-induced isotope separation/IR-laser photochemistry, LSDW/LSCW: laser-supported detonation/combustion waves, PLA/PLD: pulsed-laser ablation/deposition RED/OX: long pulse or cw CO₂-laser-induced reduction/oxidation

Figure 5. Applications des lasers dans le traitement des matériaux. [117]
La plage d'application du laser utilisé est indiquée à l'aide d'une double flèche rouge.

Le bain de fusion superficielle créé par le faisceau laser focalisé est le siège d'un fort gradient de température. En effet, les températures au milieu de ce bain sont très élevées tandis que les températures à la frontière du bain de fusion sont plus faibles. Ce gradient de température génère des flux convectifs, qui sont à l'origine du transport de la matière dans le bain de fusion. L'écoulement du fluide dans le bain de fusion conditionne la morphologie de la surface finale. La masse volumique du métal liquide, dépendante de la température, est donc variable dans le volume fondu. Des forces de flottabilité, causées par les différences de densité, entraînent un flux ascendant dans le fluide (convection naturelle, mise en mouvement du fluide causée par un gradient de température). Cependant, les forces de flottabilité, définies à partir de l'approximation de Boussinesq, sont généralement très faibles par rapport aux autres forces présentes dans le bain de fusion. En effet, les mouvements dus aux forces de flottabilité ont des vitesses de quelques millimètres par seconde et sont, par conséquent, souvent négligés [134]. Ainsi, le gradient de tension superficielle est la principale force motrice de l'écoulement du fluide [135]. La tension superficielle γ est la force cohésive existante au niveau de la surface libre d'un liquide (interface liquide/gaz). Elle peut être présentée comme la force par unité de longueur qu'exerce la surface liquide sur la paroi qui la limite et qui tend à minimiser cette surface. Dans un système axisymétrique, la force de tension de surface F_{TS} (cisaillement), produit par un gradient de tension superficielle et agissant sur un élément de surface, peut être décrite par l'équation (25) :

$$F_{TS} = -\frac{\partial U}{\partial r} = \frac{\partial \gamma}{\partial r} = \frac{\partial \gamma}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial \gamma}{\partial C} \frac{\partial C}{\partial r} \quad (25)$$

où U est l'énergie potentielle [N.m] qui, par définition, est la négative de l'énergie libre de Helmholtz (ainsi $\frac{\partial U}{\partial r} = -\frac{\partial \gamma}{\partial r}$), r l'écartement par rapport à l'axe central du bain de fusion [m], γ la tension de surface [N.m⁻¹], T la température [K] et C la concentration en éléments tensioactifs [mol.L⁻¹].

Cette équation met en évidence qu'une force de tension de surface apparaît sur une surface lorsqu'il existe un gradient de température. Comme la tension superficielle varie avec la température, tout gradient de température présent à la surface du liquide induit un gradient de tension superficielle. La tension de surface d'un liquide diminue avec l'augmentation de la température. En effet, les régions plus chaudes sont caractérisées par une tension superficielle plus faible que les régions froides. La variation de la tension superficielle par rapport à la température est donc négative $\frac{\partial \gamma}{\partial T} < 0$. Puisque la température au centre du bain de fusion est plus élevée qu'en périphérie, alors $\frac{\partial \gamma}{\partial T} < 0$ et $\frac{\partial \gamma}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial r} > 0$. Les éléments tensioactifs se dirigent spontanément à la surface du bain de fusion et ont la capacité de diminuer la tension superficielle. L'oxygène par exemple est un élément tensioactif et a une forte influence sur l'énergie de surface des métaux [136]. Plus la concentration en éléments tensioactifs est élevée plus la tension de surface diminue, $\frac{\partial \gamma}{\partial C} < 0$. Pour un tensioactif non soluble dans le métal fondu (oxygène, soufre, etc), le gradient de concentration de cet élément est positif, $\frac{\partial C}{\partial r} > 0$. Ainsi $\frac{\partial \gamma}{\partial C} \frac{\partial C}{\partial r} < 0$ donc $\frac{\partial \gamma}{\partial r} > 0$. Les éléments tensioactifs peuvent donc provoquer l'inversion de

l'écoulement du fluide dans le bain de fusion. Le sens des mouvements fluides dans le bain de fusion dépend du signe de la force de tension de surface F_{TS} . Si un gradient de tension superficielle existe à la surface d'un liquide (forces cohésives non équilibrées) alors le fluide s'écoulera des régions de tension superficielle inférieure vers les régions de tension superficielle supérieure. Lorsque les éléments tensioactifs sont négligeables ($\frac{\partial\gamma}{\partial T} < 0$), le liquide fondu à la surface libre s'écoule donc du centre vers l'extérieur jusqu'à l'interface solide-liquide et forme deux vortex dans le bain de fusion (courant mouillant, écoulement vers l'extérieur). Ces deux zones de recirculation modifient la forme du bain de fusion qui devient plus large et moins profond (Figure 6a). Avec la présence élevée d'éléments tensioactifs, le gradient de tension de surface devient alors positif ($\frac{\partial\gamma}{\partial T} > 0$), la tension de surface est donc plus élevée dans les zones à haute température, c'est-à-dire au centre du bain. Des courants centripètes (courant pénétrant, écoulement vers l'intérieur) sont observés conduisant à un bain de fusion profond et étroit (Figure 6b). Une autre situation peut être rencontrée lorsque le gradient de tension de surface est positif ($\frac{\partial\gamma}{\partial T} > 0$). Le maximum du gradient de tension de surface est dans ce cas situé entre le centre du bain de fusion et le bord, par conséquent un flux complexe apparaît comme indiqué dans la Figure 6c.

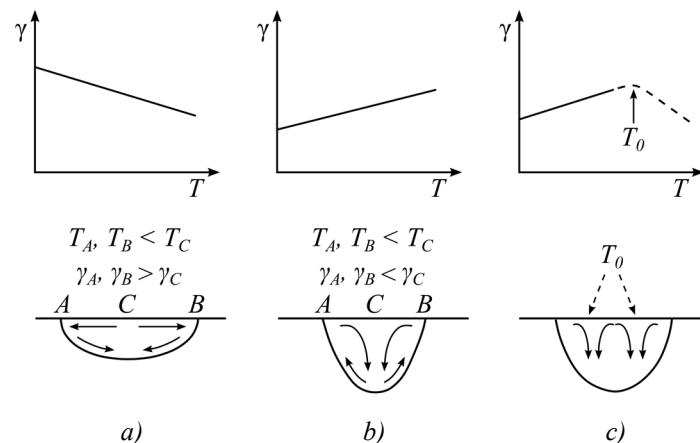


Figure 6. Schématisation des différents flux liquides causés par un gradient de tension de surface dans le bain de fusion. [134]

Comme indiqué précédemment, la tension de surface dépend de la température. Mills et Su (2006) ont synthétisé les travaux de plusieurs auteurs et ont fourni des valeurs de tension superficielle pour les métaux purs [137].

Dans un système fluide, les mouvements hydrodynamiques et leurs interactions mutuelles peuvent entraîner le développement d'instabilités. Les instabilités de type Kelvin-Helmholtz et Rayleigh-Taylor sont les instabilités hydrodynamiques les plus importantes [117]. Lorsque deux différentes couches de fluide sont en mouvement tangentiel relatif et que ce cisaillement est suffisamment important, des instabilités de Kelvin-Helmholtz apparaissent (Figure 7). Lors du traitement laser, l'apparition des instabilités de Kelvin-Helmholtz peuvent être liée à l'expansion latérale ou à la pression de recul du panache de vapeur/plasma voire aux effets de la tension superficielle, etc. (Figure 8). D'autre part, les ondes capillaires de surface peuvent être excitées par la pression de recul du laser mais aussi par les forces thermocapillaires

qui interviennent dès lors que la surface libre d'un liquide n'est pas à une température uniforme. L'excitation des ondes capillaires de surface peut donc entraîner un enlèvement de matière important [138].

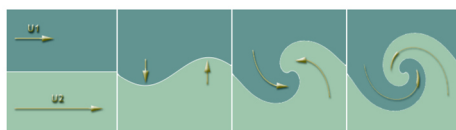


Figure 7. Structure des instabilités de Kelvin-Helmholtz

Source : <http://www.brockmann-consult.de/CloudStructures/images/kelvin-helmholtz-instab/k-w-system.gif>

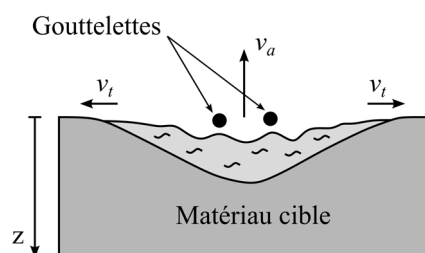


Figure 8. Formation de gouttelettes due aux instabilités hydrodynamiques générées pendant la fusion et l'ablation induites par laser. Pour simplifier, le faisceau laser et le panache de vapeur ne sont pas dessinés. La vitesse d'expansion v_t du panache de vapeur/plasma excite des ondes capillaires en surface. [117]

Dans des conditions d'ablation laser, le mécanisme d'enlèvement de matière se traduit tout d'abord par une montée en température de la surface (fusion, vaporisation) suivie d'une éjection du liquide en raison de la pression de recul, des mouvements hydrodynamiques présents dans le bain de fusion et des ondes capillaires de surface. Le métal liquide expulsé se redépose alors sous forme d'agglomérats pour se solidifier dans la région affectée par le faisceau laser. Ces agglomérats solides se localisent sur la surface principalement en périphérie de la cavité créée et également à l'intérieur de celle-ci.

Lors d'un traitement de surface par laser, l'important apport d'énergie produit par le faisceau laser engendre des vitesses de chauffage élevées. Cette rapide augmentation de la température peut induire de nombreux effets dans la matière qui reste après traitement : dilatation thermique, plastification, génération de défauts, fissuration, etc. L'hétérogénéité des phases métallurgiques après transformation, associée au gradient de température, crée un champ de contraintes résiduelles. Concernant l'endommagement du substrat, peu d'informations sont présentes dans la littérature. En effet l'endommagement du substrat est difficilement prédictible et ne peut être généralisé car cela dépend du système laser/matériau. Toutefois, des modifications de la matière existent après la texturation laser et des questionnements persistent : Comment se dissipe la chaleur dans le matériau non ablaté ? Quels sont les gradients de température, les vitesses de refroidissement, les transformations de phase éventuelles à l'état solide ? De quels types sont les contraintes résiduelles ?

3. Les contraintes résiduelles

3.1. Définition et origine des contraintes résiduelles

Par définition, les contraintes résiduelles subsistent dans les matériaux, en l'absence d'efforts extérieurs ou gradients thermiques, après leur fabrication et les traitements/sollicitations qu'ils ont subis. Tous les matériaux solides, métalliques ou non (céramiques, polymères, verres, bois, etc.) présentent des contraintes résiduelles. Celles-ci reflètent l'histoire métallurgique et mécanique de la pièce au cours de son élaboration (usinage, forgeage, traitement thermique, traitement de surface, etc.) et de son utilisation résultant d'hétérogénéités micro et/ou macrostructurales. Le champ de contraintes résiduelles est auto-équilibré, cela signifie que les régions en traction compensent les zones en compression et réciproquement.

Les contraintes résiduelles peuvent être des contraintes macroscopiques, microscopiques ou submicroscopiques, ces trois types de contraintes pouvant coexister au sein d'un même composant (Figure 9). Elles sont appelées respectivement contraintes résiduelles de type I, de type II et de type III. Les contraintes de type I ou contraintes résiduelles de premier ordre font référence aux contraintes résiduelles qui sont homogènes le long d'au moins une direction à l'échelle macroscopique (échelle d'un grand nombre de grains du matériau, de l'ordre du millimètre). Ces contraintes résiduelles de type I sont liées en général à la mise en forme et/ou à l'histoire thermique du matériau (gradients de déformation plastique, assemblage, dilatations thermiques, transformations de phases). Quant aux contraintes résiduelles microscopiques (de type II) et submicroscopiques (de type III), elles résultent généralement de variations au sein de la microstructure du matériau en particulier la présence de différentes phases ou constituants (incompatibilités de déformations plastiques entre grains, anisotropie de dilatation thermique du cristal, anisotropie élastique du cristal, plasticité de transformation). Les contraintes résiduelles de type II, ou contraintes résiduelles de second ordre, proviennent de différences d'orientation et de nature cristalline entre grains voisins. Les efforts engendrés par les contraintes du second ordre et les moments associés s'équilibrent ensuite sur un nombre suffisant de grains (quelques centaines à quelques milliers). Par conséquent, les contraintes résiduelles du second ordre sont parfois appelées contraintes résiduelles microscopiques homogènes. Enfin, les contraintes résiduelles de type III, ou contraintes résiduelles de troisième ordre, sont hétérogènes au sein d'un grain. Les forces résultantes des contraintes du troisième ordre et les moments associés s'équilibrent dans des régions très réduites au sein d'un même grain. Elles sont créées par tous les types de défauts cristallins dans les grains (défauts ponctuels : lacunes, atomes interstitiels, atomes en substitution ; défauts linéaires : dislocations ; défauts planaires : joints de grains, macles, joints de macle ; et défauts volumiques (3D) : pores, inclusions, précipités) [139].

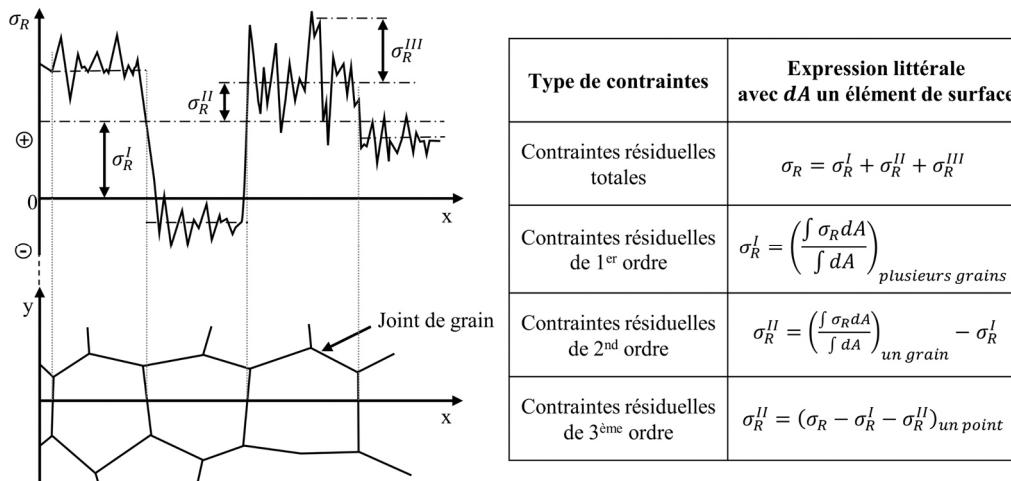


Figure 9. Définition schématique des contraintes résiduelles d'ordre I, II et III dans un domaine couvrant plusieurs grains [47]

Ainsi, les contraintes résiduelles peuvent être d'origine mécanique, thermique et/ou métallurgique. Ces divers effets sont le plus souvent interdépendants comme le montre la Figure 10, ce qui rend difficile leur prévision en fonction des divers traitements qui peuvent être appliqués à un même matériau [47].

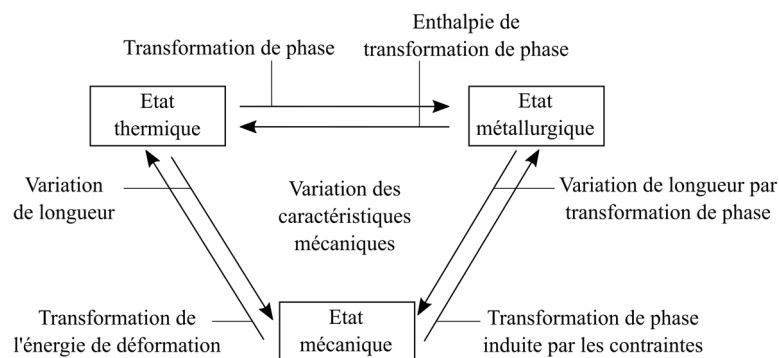


Figure 10. Origine des contraintes résiduelles et interdépendance entre les différents états du matériau [47]

Ainsi, les contraintes résiduelles influent donc sur la tenue en service des pièces mécaniques en accélérant ou en retardant l'apparition de défauts. Elles peuvent aussi améliorer les performances d'un composant, en particulier, lorsque de fortes contraintes de compression sont présentes en surface, la durée de vie en fatigue de la pièce mécanique peut être améliorée (Figure 11).

Les contraintes résiduelles peuvent ainsi être introduites de manière volontaire (grenailage de précontrainte) ou apparaître involontairement à la suite de procédés de fabrication. Par exemple, des contraintes résiduelles peuvent apparaître après des opérations d'usinage, de soudage, de traitements de relaxation (thermique, vibratoire), de traitements mécaniques de surface (grenailage, galetage, martelage), de dépôts et revêtements (nickelage, chromage, stellite), de traitements thermochimiques (nituration, carbonitruration, cémentation) et de nettoyage par grenailage (« sablage »).

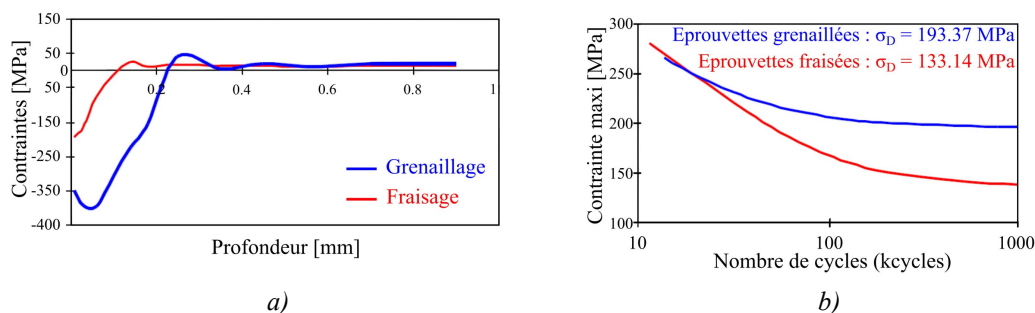


Figure 11. a) Evolution des contraintes résiduelles pour deux configurations de traitement de surface ;
 b) Amélioration de la durée de vie en fatigue par l'introduction de fortes contraintes de compression par grenailage (σ_D : limite d'endurance) (d'après [140])

Ainsi, le comportement mécanique et la durée de vie des pièces mécaniques soumises à des chargements variés (mécanique, thermique ou chimique) dépendent de l'état des contraintes résiduelles induites dans le matériau. Dans le cas de traitements laser de surface (texturation, décapage, etc.), des contraintes résiduelles surfaciques peuvent être modifiées en raison des mécanismes physiques induits. Toutefois, les effets induits sur la modification des contraintes résiduelles n'ont pas fait l'objet d'études. Seuls les traitements de surface par choc laser ont été analysés d'un point de vue des contraintes résiduelles et les résultats sont disponibles dans la littérature [141–145].

3.2. Evaluation des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles ne peuvent pas être mesurées directement. Seuls des indicateurs de contraintes sont mesurés, puis les contraintes résiduelles sont déterminées à l'aide de calculs plus ou moins complexes. Les études sur les états de contrainte utilisent généralement plusieurs méthodes afin d'évaluer des états complexes et/ ou de calibrer les méthodes les unes par rapport aux autres. Selon leur nature, les contraintes résiduelles peuvent être déterminées à partir [146–149] :

- des déformations macroscopiques générées lors de l'enlèvement de matière sur des pièces ayant des contraintes résiduelles → Principe de toutes les méthodes mécaniques qui permet d'identifier les contraintes résiduelles de type I.
- des distributions de contraintes résiduelles homogènes → Principe des méthodes de diffraction des rayons X et des neutrons, qui déterminent les contraintes résiduelles de type I et II.
- des vitesses de propagation et de la biréfringence des ondes ultrasonores influencées par les contraintes résiduelles de type I.
- des propriétés et phénomènes magnétiques qui sont influencés par tous les types de contraintes résiduelles.

Deux catégories de méthodes permettent d'évaluer les contraintes résiduelles : les méthodes destructives et les méthodes non-destructives. Les principales méthodes sont listées ci-dessous [146–149] :

- Méthodes destructives ou mécaniques de détermination des contraintes résiduelles par relaxation :
 - Méthode du trou et trou incrémental (cf. norme ASTM E837-20 [150])
 - Méthode de Sachs (perçage interne)
 - Méthode du trépan (gorge annulaire)
 - Méthode de la flèche (enlèvement de couches successives)
 - Méthode du contour (découpe selon le plan d'intérêt)

- Méthodes non destructives :
 - Diffraction de rayonnement : rayons X, synchrotron, neutrons
 - Propagation d'ondes ultrasonores
 - Propagation d'ondes magnétiques

L'approche indirecte de l'évaluation des contraintes résiduelles imposée par leur caractère verrouillé et auto-équilibré rend les mesures des contraintes résiduelles moins précises que les mesures de contraintes induites par la charge (mesures directes). L'acquisition de nombreuses mesures et l'utilisation de techniques de calcul de moyenne et de lissage permettent néanmoins d'améliorer la précision de la mesure et la résolution spatiale. Ainsi, les méthodes non destructives présentent un avantage car les mesures peuvent être répétées en quantité. Les caractéristiques de différentes méthodes de mesure sont présentées en Annexe 2 (méthodes du trou, par diffraction, par ultrasons et ondes magnétiques). Ces méthodes permettent des profondeurs d'analyse et ont des sensibilités différentes. La Figure 12 présente les ordres de grandeurs des valeurs de pénétration et de résolution spatiale de chacune d'entre elles. La diffraction des rayons X (DRX) se démarque des autres techniques de mesure car elle permet d'évaluer les contraintes résiduelles proches de la surface, à une profondeur de quelques microns.

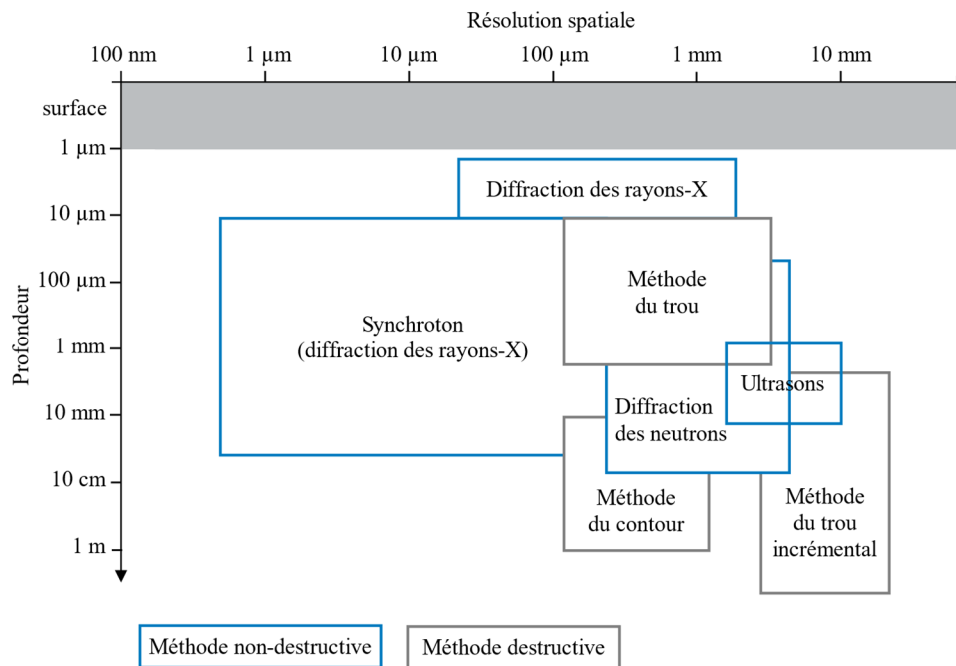


Figure 12. Profondeur et résolution spatiale de mesure pour différentes méthodes de mesure des contraintes résiduelles (à partir de [146])

La Figure 12 met également en évidence qu'aucune méthode largement connue permet l'analyse des contraintes résiduelles pour des résolutions inférieures à 20 μm et des profondeurs d'investigations allant jusqu'à une vingtaine de micromètres. Cependant, l'analyse des contraintes résiduelles dans des zones ayant ces ordres de grandeurs serait nécessaire pour évaluer l'état mécanique au sein des microstructures et ainsi analyser les effets induits par la texturation laser sur les propriétés mécaniques des surfaces. Pour répondre à ce besoin, la microscopie micro-ondes à balayage (SMM, Scanning Microwave Microscopy) est proposée. Il s'agit d'une nouvelle technique d'investigation couplant les micro-ondes et la microscopie à force atomique (AFM, Atomic Force Microscopy). La SMM est un moyen efficace pour étudier les propriétés électromagnétiques à haute fréquence de la surface de l'échantillon. Cette technique permet notamment la détection de défauts à des profondeurs submicroniques pour une variété de matériaux différents. Elle est capable de cartographier la variation d'impédance de la surface dont l'amplitude semble refléter son état de contraintes résiduelles.

En effet, cette technique non destructive a été récemment utilisée pour évaluer les contraintes résiduelles induites par le grenailage sur une surface métallique en zirconium (Zr) [151]. Pour cette étude, le grenailage a été réalisé pendant 10 minutes sur des plaques rectangulaires de zirconium de 80 x 40 x 2 mm. Les paramètres ont été choisis pour introduire des contraintes résiduelles dans une strate d'environ 400 μm d'épaisseur sous la surface métallique. Le procédé utilise des billes de carbure de tungstène de 2 mm de diamètre et une sonotrode vibrant à 20 kHz avec une amplitude de 24 μm. Pour caractériser de manière conventionnelle les contraintes résiduelles dans le matériau, la méthode du trou incrémental (MTI) a été utilisée. Considérée comme une méthode semi-destructive et indirecte, la distribution des contraintes résiduelles est mesurée suivant une direction, un sens et une grandeur dépendant de la profondeur du trou. Parallèlement, l'état mécanique de l'échantillon

a été évalué par microscopie micro-ondes (SMM). Pour ce faire, des points de mesure ont été réalisés tous les 50 μm selon un axe perpendiculaire à la surface (Figure 13a). Ensuite, la variation d’amplitude du signal micro-ondes en fonction de la distance le long de l’épaisseur de l’échantillon a été étudiée pour une fréquence fixe égale à 9,6 GHz, correspondant à une profondeur d’investigation de l’ordre de 3,5 μm dans le zirconium. Ce signal est relié directement aux propriétés élasto-résistives du matériau. La Figure 13b présente les profils de contraintes résiduelles, de l’échantillon de Zr grenailé pendant 10 minutes, obtenus à l’aide de la méthode du trou incrémental (MTI) et de la microscopie micro-ondes (SMM). Les mesures montrent une forme particulière de la distribution des contraintes : les couches les plus superficielles sont légèrement comprimées puis, plus profondément, le gradient de contraintes négatif (contrainte de compression) conduit à une valeur algébrique minimale située à environ 110 μm de profondeur (ligne pointillée), suivie d’une inversion du signe du gradient conduisant à des valeurs positives (contrainte de traction). Ce type de profil est bien connu dans la littérature. Une excellente corrélation entre le profil du signal d’amplitude obtenu par SMM et celui obtenu par la méthode du trou incrémental est constatée.

Ainsi, la microscopie à micro-ondes à balayage (SMM, Scanning Microwave Microscopy) peut être employée pour analyser plus localement les contraintes résiduelles induites par la texturation laser. La microscopie à micro-ondes a une résolution spatiale extrêmement élevée et se prête à une analyse latérale et en profondeur plus approfondie des contraintes résiduelles superficielles. De plus, le point intéressant à noter est que la SMM donne directement le profil des contraintes résiduelles sans aucun calcul intermédiaire, uniquement en comparant, pour chaque point de mesure, la variation d’amplitude du signal micro-onde à une fréquence fixe. Il est à noter que le signal de phase associé est complètement différent et en aucun cas corrélé à la contrainte, élément qui sera explicité dans ce présent travail lors de l’étude des cavités laser par SMM.

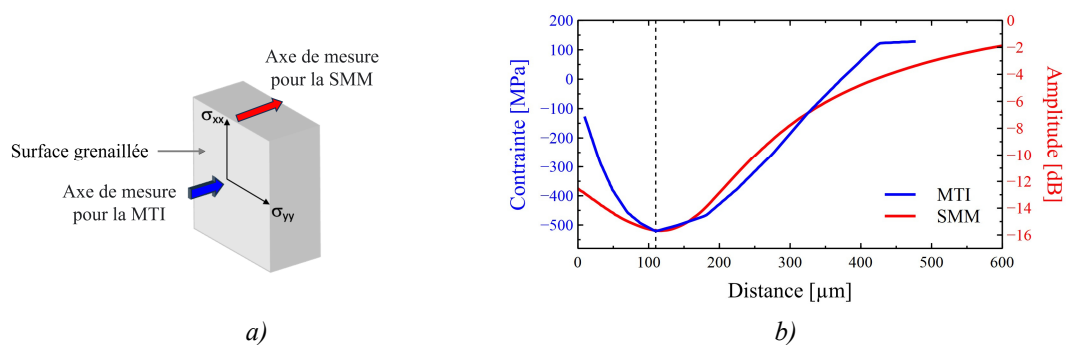


Figure 13. Comparaison des mesures obtenues à l’aide de la méthode du trou incrémental (MTI) et de la microscopie micro-ondes (SMM) sur une surface de Zr grenailée pendant 10 min – a) Représentation des axes de mesure ; b) Superposition du profil de contraintes résiduelles du Zr grenailé obtenu par la méthode du trou incrémental et de la variation de l’amplitude du signal micro-ondes mesurée sur le Zr grenailé par SMM

Pour comprendre plus finement les mécanismes mis en jeu lors de l'interaction laser – matière et en complément des études expérimentales, des analyses numériques peuvent aussi être envisagées. Des simulations de dynamique moléculaire ont en particulier été menées pour explorer le comportement des atomes. La partie suivante présente ainsi les applications, le principe, les avantages et les limites de cette technique de simulation atomistique. Les travaux numériques de modélisation des impulsions laser, présents dans la littérature, sont ensuite exposés.

4. Modélisation par dynamique moléculaire

En raison de la durée extrêmement courte de l'interaction laser – matière et de la rapidité à laquelle les phénomènes induits apparaissent, il est très difficile d'étudier expérimentalement ces phénomènes et notamment le développement des modifications à l'intérieur du matériau (changement d'état de la matière, évolution de la température, évolution de la structure cristalline avec de potentielles apparitions de contraintes, défauts, fissures, etc.). Ainsi, la simulation numérique, plus particulièrement la dynamique moléculaire, peut être utilisée pour analyser le traitement laser de surfaces métalliques à l'échelle nanométrique.

4.1. Intérêts

La simulation numérique consiste à mettre en évidence de phénomènes physiques ou autres (chimiques, biologiques, économiques, etc.) à l'aide de modèles mathématiques. Elle permet de comprendre précisément de nombreux phénomènes et de prévoir les performances des systèmes modélisés. Ainsi, elle peut devenir un outil d'aide à la conception et à l'optimisation des systèmes. La méthode des éléments finis (FEM, Finite Element Method) est très développée et connue pour l'analyse à l'échelle macroscopique, mais peu adaptée pour traiter des problèmes à l'échelle atomique. La dynamique moléculaire (Molecular Dynamics) est, quant à elle, une méthode adaptée pour étudier le comportement à cette échelle, mais reste limitée aux dimensions nanométriques (temps et espace). En effet, les simulations atomistiques sont très gourmandes en ressources informatiques. En conséquence, les développements dans ce domaine sont allés de pair avec les progrès du calcul de haute performance, qui a connu une croissance exponentielle au cours des dernières décennies. Les méthodes de modélisation atomistique et les ressources des superordinateurs ont contribué de manière décisive à faire du calcul scientifique et des simulations le troisième pilier de la science, avec les expériences et la théorie. Les simulations atomistiques, en atteignant des résolutions spatiales et temporelles difficiles à atteindre avec les techniques expérimentales actuelles et en assurant un contrôle précis du système simulé et de ses conditions environnementales, permettent d'étudier le comportement potentiellement complexe des matériaux à l'échelle nanométrique.

Il existe différentes méthodes de dynamique moléculaire dont la dynamique moléculaire *ab initio* (AIMD, Ab Initio Molecular Dynamics). Dans cette méthode, les électrons sont modélisés explicitement et l'énergie du système et les forces interatomiques sont calculées à l'aide de méthodes de structure électronique, telles que la théorie de la fonctionnelle de la densité (DFT, Density Functional Theory). La dynamique moléculaire *ab initio* est employée pour décrire la structure électronique d'un système ou pour étudier un système dont les

paramètres du champ de forces (ou potentiel interatomique) ne sont pas connus. L'AIMD permet de simuler des systèmes avec quelques centaines d'atomes pour des temps inférieurs à une nanoseconde.

Lorsque les électrons du système ne sont pas traités explicitement, les méthodes de champ de forces (ou potentiel interatomique) doivent alors être utilisées. Dans le système modélisé, les véritables interactions de la mécanique quantique sont approximées, par morceaux et de manière additive, par un ensemble de fonctions et de paramètres mathématiques empiriques, qui sont ajustés à l'aide de données provenant d'expériences et de calculs de la structure électronique.

Il existe principalement deux approches d'échantillonnage qualitativement distinctes : la méthode de Monte-Carlo (MC) et la dynamique moléculaire (DM). Dans la méthode de Monte-Carlo, le temps n'est pas bien défini et les forces entre les atomes n'ont pas besoin d'être calculées. Des nouvelles configurations du système sont alors générées en introduisant des petites perturbations stochastiques (petits déplacements) dans le système. Par dynamique moléculaire, les configurations du système sont générées en intégrant dans le temps les équations classiques du mouvement des noyaux atomiques. La principale distinction entre les méthodes de Monte-Carlo et de dynamique moléculaire est donc l'absence de dynamique dans la méthode de Monte-Carlo. La dynamique moléculaire permet d'étudier un très grand nombre de phénomènes. D'autre part, l'accès à la dynamique du système dans les simulations de DM permet l'étude des propriétés de transport, telles que la diffusion, et le calcul des fonctions de corrélation temporelle.

La dynamique moléculaire a été conçue et développée par Alder et Wainwright à la fin des années 50 [152–155]. En raison des limitations de vitesse et de mémoire des ordinateurs à cette époque, son application était limitée aux études des propriétés thermomécaniques collectives ou moyennées de la thermodynamique et de la physicochimie pour certains systèmes physiques [152,156,153,157]. La dynamique moléculaire (DM), dite classique, est aujourd'hui très largement utilisée pour décrire, à l'échelle atomique, l'évolution de systèmes (matériaux, molécules organiques, protéines, etc). Cette technique basée sur les équations de la mécanique newtonienne peut donc être utilisée pour prédire par exemple les phases cristallines, leur stabilité thermique et le comportement local du matériau (mouvements, déformations, contraintes des atomes).

4.2. Principes

La dynamique moléculaire classique est une technique de simulation numérique qui permet de prédire l'évolution temporelle d'un système de particules en interaction (atomes, molécules, agrégats). Elle permet de suivre l'évolution temporelle d'un système de N atomes en interaction en résolvant numériquement les équations de la mécanique classique newtonienne. Le système simulé peut être constitué de quelques milliers d'atomes voire quelques milliards d'atomes. Ce système est soumis à certaines contraintes thermodynamiques ou grandeurs de contrôle (température, volume, nombre de particules du système) ainsi qu'à des conditions aux limites. Une fois les conditions initiales (positions et vitesses initiales de tous les atomes du système) et le potentiel interatomique définis, l'équation de la seconde loi de Newton (26) est résolue afin de déterminer la position et la vitesse de chaque atome dans le

système modélisé.

$$\vec{F}_i = m_i \frac{d^2 \vec{r}_i}{dt^2} \quad \text{avec } i = 1, 2, \dots, N \quad (26)$$

où \vec{F}_i est la force qui agit sur l'atome i du fait de l'interaction avec les autres atomes du système, m_i et \vec{r}_i sont la masse et le vecteur position d'un atome i . La force agissant sur le $i^{\text{ème}}$ atome à un instant donné est obtenue à partir du potentiel interatomique. Les atomes sont composés d'électrons, de protons et de neutrons. Dans la dynamique moléculaire classique, la structure de l'atome n'est pas prise en compte et est remplacée par un seul point de masse. Les atomes sont autorisés à se déplacer pendant un court laps de temps avec les vitesses initiales et les accélérations calculées, conformément à la deuxième loi de Newton sur le mouvement des particules. Ensuite, les forces sont à nouveau calculées avec les nouvelles positions des atomes et l'étape est répétée. Ce processus d'analyse numérique est effectué sur un pas de temps dt et pour un nombre de pas n , ainsi le temps de simulation correspond à $t = n dt$. La durée du pas de temps est un paramètre essentiel. Pour un même nombre de pas, plus le pas de temps est petit, plus la durée de simulation du système est longue. Idéalement, il faudrait utiliser un pas de temps suffisamment petit pour assurer la stabilité du système mais pas trop petit pour ne pas allonger le temps de simulation. Le pas de temps dans les simulations de dynamique moléculaire varie généralement de 0,5 à 2 fs en fonction du modèle utilisé.

En résumé, dans les simulations de DM, les forces entre les atomes/particules (forces interatomiques) sont calculées à partir des potentiels empiriques des atomes (potentiels interatomiques) ; la position et la vitesse des atomes /particules sont calculées à chaque pas de temps selon la deuxième loi de Newton, par intégration numérique.

Le potentiel interatomique est un élément clé des simulations. Il décrit l'interaction (attraction/répulsion) entre atomes. Les potentiels interatomiques peuvent être établis à l'aide de la mécanique quantique par des calculs de structure électronique. Cependant, ces méthodes de calcul Ab Initio sont très coûteuses en temps et sont adaptées seulement pour des systèmes de petites tailles (quelques dizaines d'atomes). Afin de simuler des systèmes contenant plus de particules, des solutions approchées de ces potentiels (potentiels empiriques ou semi-empiriques) sont généralement utilisées, elles sont ajustées sur des propriétés physiques du matériau étudié. Des informations intéressantes sur les potentiels interatomiques sont d'ailleurs disponibles dans la littérature [158,159]. Néanmoins, la formulation de ces potentiels est complexe et doit faire l'objet d'études spécifiques encore largement incomplètes à ce jour. Parmi les différentes formulations existantes, les modèles de dynamique moléculaire utilisent généralement soit la méthode de l'atome « immergé » (EAM, Embedded Atom Method), soit l'approximation du potentiel de paire. La méthode de l'atome « immergé » (EAM) développée par Baskes et Daw est très largement utilisée et permet notamment de décrire des liaisons métalliques [160]. Dans la méthode EAM, l'énergie totale du système est calculée à partir de l'expression suivante :

$$E = \frac{1}{2} \sum_{i,j \neq i} \phi_{ij}(r_{ij}) + \sum_i F_i(\rho_i) \quad (27)$$

où ϕ_{ij} est l'énergie de paires entre les atomes i et j séparés d'une distance r_{ij} et F_i est l'énergie

d'immersion correspondant à l'insertion d'un atome i dans un site de la maille avec une densité d'électron ρ_i . De manière schématique, le premier terme correspondrait à la répulsion entre les atomes (répulsion de Pauli) alors que le second terme assure la cohésion du système. Un potentiel EAM est donc un potentiel semi-empirique à plusieurs corps (« Many-body potentials ») permettant de calculer l'énergie totale d'un système métallique [122].

Les simulations sont effectuées pour un ensemble thermodynamique défini. Plusieurs ensembles thermodynamiques peuvent être employés. L'ensemble NPT (le nombre d'atomes N , la pression P et température T sont constants) permet de contrôler à la fois la température et la pression. Le volume de la cellule peut changer en maintenant la pression et la température constantes. Cet ensemble est généralement utilisé pendant la relaxation pour obtenir la température et la pression souhaitées ou pour étudier des systèmes sous contrainte imposée. L'ensemble NVT (le nombre d'atomes N , le volume V et la température T sont constants) permet de contrôler la température en agissant sur les vitesses des atomes pour ramener la température à une valeur de consigne. Le volume est maintenu constant tout au long du cycle. Cet ensemble est principalement utilisé pour collecter des données telles que le déplacement des atomes à température constante. Lorsque l'ensemble NVE (le nombre d'atomes N , le volume V et l'énergie E sont constants) est employé, l'énergie totale est conservée (système adiabatique).

Enfin, il est important de considérer les éléments suivants pour obtenir une simulation de dynamique moléculaire correcte :

- des conditions initiales réalistes pour les vecteurs de position et de vitesse du système simulé. L'obtention de l'état d'équilibre du système avant toute sollicitation/excitation est essentielle. Pour atteindre cet état d'équilibre, le système doit entreprendre un processus de relaxation dans un ensemble thermodynamique spécifique tel que l'ensemble dit NPT ou NVT ;
- une conception appropriée du modèle de simulation et de ses conditions limites ;
- et une fonction potentielle précise pour calculer justement la force interatomique.

4.3. Avantages

Comme énoncé précédemment, la dynamique moléculaire présente de nombreux intérêts et avantages pour l'étude des phénomènes à l'échelle atomique, en particulier sa faculté de prédire les performances des systèmes modélisés et son large champ d'applications qui offre de nombreuses opportunités, telles que l'étude des défauts et de la structure des matériaux [161,162]. Il est possible de simuler et d'étudier une grande variété de systèmes allant des métaux aux protéines, ainsi qu'un large éventail de phénomènes allant de l'organisation des systèmes au transfert de chaleur. La DM permet également de mieux comprendre les mécanismes de rupture [163–165], les phénomènes de surfaces et d'interface [166,167] et d'étudier des agrégats composés de différents types d'atomes [168,169]. Par ailleurs, avec l'émergence du microscope à force atomique (AFM), se développe l'analyse par dynamique moléculaire du frottement et de l'adhérence entre deux objets [170,171].

La dynamique moléculaire (DM) classique est la méthode la plus rigoureuse pour explorer l'évolution temporelle d'un système d'atomes. La DM est donc très adaptée pour

analyser les effets d'un faisceau laser appliqué sur la surface d'un matériau. Cette méthode de simulation permet d'étudier, à intervalles de temps réguliers de quelques picosecondes, l'évolution du déplacement des atomes, de la température moyenne de la cible, de la profondeur maximale du cratère formé à la suite de l'application du faisceau, etc. Cette technique joue donc un rôle important pour améliorer la compréhension et la prédiction du comportement de la structure et de la dynamique des systèmes complexes. Les simulations de dynamique moléculaire offrent aussi, et surtout, l'avantage d'étudier des processus hors d'équilibre, tels que l'évolution microstructurale, les transferts thermiques, les dislocations, etc.

La DM fournit donc des informations de haute résolution qui ne peuvent être obtenues par des travaux expérimentaux et qui sont hors de portée des approches de modélisation des milieux continus. Dans les simulations de dynamique moléculaire, les conditions environnementales peuvent d'ailleurs être contrôlées avec précision. Il est donc possible de simuler des systèmes qui n'ont encore jamais été fabriqués/synthétisés. Ainsi, ces simulations contribuent grandement à la recherche en permettant la découverte et la conception de matériaux ; la compréhension des comportements de systèmes dans des conditions extrêmes qui sont difficiles voire impossibles à réaliser expérimentalement.

4.4. Inconvénients

Cette méthode présente de nombreux avantages mais sa mise en place est onéreuse. En effet, les simulations de dynamique moléculaire ont un coût de calcul élevé car elles ont besoin d'une puissance de calcul supérieure aux techniques de simulation des milieux continus. De plus, la durée de la simulation est limitée par le petit pas de temps nécessaire pour intégrer numériquement la dynamique du système. La puissance de calcul disponible est donc un paramètre critique qui impose des limites aux échelles de temps et de dimensions accessibles dans les simulations. Le plus grand système simulé en 2020 sur le supercalculateur Fugaku (Japon) avec une performance de 8,30 ns/jour contenait 1.6 milliard d'atomes [172].

Dans le cadre de l'interaction laser-matière et plus spécifiquement dans le cas de traitement des métaux, le mécanisme principal est l'interaction photon/électron. Or la dynamique moléculaire classique ne permet pas de modéliser ce mécanisme d'interaction photon/électron. Dans une approche de DM classique, la simulation commence donc au moment où les électrons ont transmis leur énergie cinétique (leur chaleur) aux atomes. La dynamique moléculaire fera également l'impasse sur la notion de pression de radiation et de pression de recul du panache de vapeur.

Certes, les simulations de DM ne permettent pas de reproduire l'entière des phénomènes mis en jeu au cours de l'interaction laser-métal mais permettent d'approfondir la compréhension des mécanismes opérant lors d'impulsions laser.

4.5. Les travaux sur la modélisation des impulsions laser

Des travaux numériques à l'échelle atomique ont été développés afin d'étudier l'interaction du laser sur la matière.

Dans les années 90, les travaux de Zhigilei, Garrison *et al.* (1997-1999) ont été menés sur l'ablation laser et la désorption de solides organiques à l'aide de simulations par dynamique moléculaire, plus particulièrement, en utilisant un « breathing sphere model » (modèle de la

sphère respirante) [173–175]. En 1999, leurs simulations ont mis en évidence la présence de deux régimes différents d'ablation séparés pour une fluence seuil ; et la forte dépendance de la durée de l'impulsion laser sur le mécanisme d'enlèvement de matière présent dans le régime d'ablation d'un cristal d'argon [176]. Dès 1997, Ohmura et Fukumoto ont développé une nouvelle méthode de dynamique moléculaire pour les métaux, appelée « dynamique moléculaire modifiée », afin d'étudier le processus d'ablation par impulsion laser ultracourte (quelques picosecondes) [177–179]. Dans cette méthode, l'effet de la conduction thermique par les électrons libres est compensé et actualisé à chaque pas de temps de calcul.

Selon les caractéristiques du laser simulé, les phénomènes physiques étudiés sont différents. Dans le cas d'application d'un laser à impulsions longues (de l'ordre de la nanoseconde), le temps de thermalisation entre les électrons libres et le réseau est court par rapport aux échelles de temps propres à la simulation. Les électrons et les ions métalliques sont donc considérés comme étant constamment en équilibre thermique et les effets liés à l'ionisation sont négligeables. Des études ont mis d'ailleurs en avant l'idée que les mécanismes thermiques d'ablation sont dominants dans ces conditions [27,180]. Ainsi, les impulsions laser nanoseconde peuvent être modélisées par un modèle de dynamique moléculaire classique avec un apport de chaleur localisé. Quelques résultats d'études modélisant le laser par un modèle thermique sont présentés. Wang et Xu (2002, 2003) ont étudié par dynamique moléculaire l'ablation, le transfert de chaleur, les changements structurels d'un cristal d'argon irradié par un laser pulsé picoseconde ainsi que la propagation thermique et thermomécanique induite par ce chauffage laser [181,182]. Yingling *et al.* (2004) confirment que la durée de l'impulsion laser (150 ps et 1 ns) n'influence pas, voire peu, le mécanisme d'éjection atomique, dans le cas d'un modèle thermique [183]. Les simulations révèlent cependant des différences dans la composition du panache de vapeur et la valeur de la fluence seuil d'ablation. Bouilly *et al.* (2007) ont voulu étudier dans le régime thermique l'ablation laser femtoseconde et picoseconde. Leurs travaux ont été réalisés sur deux échantillons métalliques différents, à l'aide d'un modèle 2D de dynamique moléculaire utilisant le potentiel de Lennard-Jones [184]. Ils ont examiné la formation des cratères et la distribution de défauts autour de ceux-ci. Pour des impulsions femtosecondes, les cratères formés sont très nets et présentent une fine zone affectée par la chaleur. Les simulations montrent également la création de dislocations au cours du processus d'ablation. Dans le cas des impulsions picosecondes, les zones affectées thermiquement sont beaucoup plus épaisses. Ces zones affectées subissent un cycle de fusion/recristallisation, qui mène à une concentration relativement faible de défauts. D'autres analyses de l'ablation laser femtoseconde et picoseconde ont été conduites sur des surfaces de silicium par des simulations de dynamique moléculaire obtenues à l'aide d'un algorithme prédicteur-correcteur de Gear du cinquième ordre et de la dynamique de Langevin [185]. Les simulations montrent que dans le cas d'énergie d'impulsion faible, c'est-à-dire juste au-dessus du seuil d'ablation, les trous résultants sont plus petits et présentent un rapport de forme plus élevé pour des impulsions répétitives, par rapport à une impulsion unique avec la même énergie totale.

L'interaction entre un métal et une impulsion laser ultra-courte (durée inférieure à la dizaine de picosecondes) génère une perturbation du gaz d'électrons libres. Cet échange d'énergie entre les électrons et le réseau peut être décrit avec le modèle à deux températures (TTM, Two-Temperature Model) [186–190]. Ce modèle à deux températures permet de prédire

les distributions de température des électrons et des phonons dans le traitement laser ultra-court des métaux. Ainsi, les modèles combinés associant un modèle de dynamique moléculaire et un modèle TTM ont été largement utilisés et appliqués à l'étude de l'interaction entre un faisceau laser ultracourt et un corps métallique. De nombreuses études ont étudié la fusion, la génération de défauts, la spallation et l'ablation de systèmes métalliques [191–199]. En 2006, la dynamique moléculaire classique est appliquée pour la première fois à l'étude de l'ablation d'un métal de transition (le fer) par des impulsions laser ultracourtes dans des conditions de trou profond [200]. Les simulations montrent bien que le changement de la forme du trou est lié aux interactions du matériau ablaté avec les parois du trou. Lorsque l'ablation a lieu dans un environnement gazeux, un nuage de vapeur stable se forme dans le trou entraînant une diminution du taux d'ablation.

En conclusion, la dynamique moléculaire est une méthode efficace pour comprendre les mécanismes à l'échelle atomique comme le démontrent les travaux réalisés et décrits ci-dessus. Toutefois, aucuns travaux n'ont été conduits pour étudier les propriétés des surfaces de titane ou de nickel après des impulsions laser modélisées par un modèle thermique.

5. Conclusion

La texturation laser permet de modifier les propriétés physiques et/ou chimiques des surfaces. La fonctionnalisation des surfaces par laser peut être utilisée par exemple pour optimiser les performances tribologiques des contacts, les propriétés de surface, la durabilité des assemblages collés et l'adhérence substrat-revêtement. La texturation laser est le résultat de l'interaction laser – matière. Pour un laser impulsif, différents mécanismes d'interaction entre le faisceau et la matière sont prédominants selon la durée des impulsions laser. Pour les impulsions laser de l'ordre de la nanoseconde ou supérieure, la durée d'impulsion est bien plus élevée que le temps de relaxation électron-phonon des matériaux. Dans ce cas, l'interaction entre le faisceau laser et la matière est considérée comme étant un processus purement thermique. Ainsi, le rayonnement laser est absorbé par le matériau, par conséquent la surface chauffe jusqu'à la fusion puis de la matière peut s'évaporer ou être éjectée. Au niveau de la zone d'interaction laser – matière, un bain de fusion se forme et donne lieu à la création de cavités en surface. La géométrie de ces cavités dépend à la fois de la pression de recul induite par le rayonnement laser, des forces thermocapillaires et des flux hydrodynamiques présents au sein du bain de métal liquide. La texturation laser induit également des mécanismes physiques qui modifient les propriétés mécaniques des surfaces. En effet, des contraintes résiduelles résultent du traitement laser de texturation. Il s'agit de contraintes autoéquilibrées présentes dans les matériaux sans charge externe, pouvant être macroscopiques, microscopiques ou submicroscopiques (Type I, II ou III). Différentes techniques (destructrices ou non-destructrices) permettent de déterminer les états de contrainte et de déformation résiduelles localisées. Toutefois, les contraintes résiduelles induites par la texturation laser sont situées en extrême surface, ce qui restreint les méthodes de mesure. Pour déterminer la nature de ces contraintes résiduelles (compression et/ou traction ?), l'état mécanique des surfaces texturées peut alors être analysé par diffraction des rayons X et plus localement à l'aide d'une nouvelle technique, la microscopie micro-ondes (SMM).

Afin de compléter l'étude du comportement du matériau au cours du traitement laser, la modélisation numérique apparaît aussi comme un outil intéressant et complémentaire aux travaux expérimentaux. La modélisation par dynamique moléculaire présente d'ailleurs de nombreux avantages pour l'étude de l'interaction laser – matière à l'échelle atomique. Les effets induits par la texturation laser doivent encore être approfondis étant donné qu'ils modifient les propriétés des surfaces. Ces changements doivent en effet être connus et compris afin de maîtriser complètement le procédé de texturation laser et d'anticiper les tenues en service des systèmes.

Le chapitre II présente les matériaux étudiés et les différentes méthodes expérimentales employées, à savoir les techniques de préparation des surfaces, le traitement laser appliqué, les méthodes d'analyse de la morphologie, de caractérisation chimique des surfaces et d'évaluation des contraintes résiduelles sont détaillés.

II. Matériaux et méthodes expérimentales

Ce chapitre présente tout d’abord les différents matériaux utilisés et analysés dans cette étude. Puis, la méthode de préparation des surfaces, réalisée avant le traitement laser, est détaillée. Ensuite, le traitement de texturation laser des surfaces est présenté (système laser, conditions/paramètres de texturation laser). Pour finir, les différentes méthodes utilisées pour caractériser expérimentalement les surfaces micro-texturées sont expliquées.

1. Les matériaux étudiés

Les travaux de cette étude ont été menés sur trois matériaux différents :

- un titane commercialement pur (T40 (AFNOR), Ti Grade 2 (ASTM))
- un alliage de titane Ti6Al4V (TA6V (selon l’ancienne norme AFNOR), Ti Grade 5 (ASTM))
- un nickel commercialement pur (Ni Grade 200)

Ces matériaux ont été choisis en raison de leurs nombreuses applications industrielles, notamment dans les secteurs de l’aéronautique et de l’automobile. En effet, le titane et ses différents alliages offrent une gamme de propriétés intéressantes : une faible densité, une grande résistance à la fatigue, une résistance à la corrosion et amagnétique. Les matériaux à base de nickel sont quant à eux couramment utilisés dans l’ingénierie aéronautique. Dans ce domaine, ces matériaux sont généralement sélectionnés pour leur bonne résistance aux températures extrêmes, à la corrosion, à l’usure et pour leurs propriétés magnétiques. Ce sont également de bons conducteurs électriques et ils font partie des matériaux les plus résistants connus.

Dans le cadre de cette thèse, les matériaux purs ont été plus particulièrement analysés. Ainsi, ces matériaux ont pu être à la fois étudiés expérimentalement et numériquement. La composition chimique et les principales caractéristiques des trois matériaux étudiés sont présentées dans le Tableau 1 et le Tableau 2. L’ensemble des caractéristiques sont disponibles dans les datasheets en Annexe 3.

Tableau 1. Composition chimique nominale des matériaux étudiés exprimée en pourcentage massique [201–203]

Matériaux	Eléments (% massique) - Elément de base : Ti								
	C	Fe	H	N	O	Ti	Autres		
Titane commercialement pur (T40 (AFNOR), Ti Grade 2 (ASTM))	0-0,08	0-0,3	0-0,015	0-0,03	0-0,25	98,9-100	0-0,4		
Alliage Ti6Al4V (TA6V (AFNOR), Ti Grade 5 (ASTM))	Eléments (% massique) - Elément de base : Ti								
	Al	C	Fe	H	N	O	Ti	V	Autres
	5,5-6,75	0-0,1	0-0,4	0-0,0125	0-0,05	0-0,2	88-91	3,5-4,5	0-0,4
Nickel commercialement pur (Ni Grade 200)	Eléments (% massique) - Elément de base : Ni								
	C	Cu	Fe	Mn	Ni	S	Si		
	0-0,15	0-0,25	0-0,4	0-0,35	99-100	0-0,01	0-0,35		

Tableau 2. Propriétés principales du titane T40, de l'alliage Ti6Al4V et du nickel [201–204]

	Titane (T40)	Ti6Al4V (TA6V)	Nickel (Ni 200)
Propriétés	Valeurs		
Transus Beta	915 ±10 °C	995 ±10 °C	
Point de fusion (liquidus)	1943 K ≈ 1670 °C	1908 K ≈ 1635 °C	1713 K ≈ 1440 °C
Propriétés	Valeurs à 20 °C		
Densité	4,51 g.cm ⁻³	4,42 g.cm ⁻³	8,89 g.cm ⁻³
Conductivité thermique	21,79 W.m ⁻¹ .K ⁻¹	6,6 W.m ⁻¹ .K ⁻¹	70,3 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Chaleur spécifique C _p	540 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	565 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹	456 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
Conductivité électrique σ	1,778 ×10 ⁶ S.m	5,92 ×10 ⁵ S.m	1,05 ×10 ⁷ S.m
Perméabilité magnétique μ _r	Non magnétique 1,00005 H.m ⁻¹	Non magnétique 1,00005 H.m ⁻¹	Magnétique 600 H.m ⁻¹
Module d'élasticité E	105-120 GPa, à 20-25 °C	107-122 GPa	205 GPa, à 26 °C
Module de cisaillement G	36-39 GPa	41-45 GPa	79,6 GPa, à 26 °C
Coefficient de poisson ν	0,31-0,37	0,31	0,29
Résistance à la traction	485 MPa	931-1130 MPa	380-520 MPa

1.1. Les matériaux à base de titane : le titane pur et l'alliage Ti6Al4V

Le titane (Ti) est le 9^{ème} élément le plus répandu de la croûte terrestre et le 4^{ème} pour les matériaux de structure [205–209]. Il est extrait de deux minerais, le rutile (forme naturelle du dioxyde de titane 97 à 98.5% TiO₂) et l'ilménite (FeTiO₃ mélange de titanate et d'oxydes de fer, teneur maximale en Ti 30%). Le titane est essentiellement utilisé sous sa forme oxydée TiO₂ en tant que pigment blanc. Le titane métallique possède des propriétés intéressantes et variées : il a une grande ductilité, ne se fragilise pas pour des températures inférieures à 600°C et il est relativement léger. Sa résistance à l'érosion et au feu est très bonne. Le titane résiste également à la corrosion dans des environnements naturels et chimiques (eau de mer, atmosphère, chlore, acide nitrique, acides « oxydants », etc.) en raison de la formation d'une couche d'oxyde passive protectrice (TiO₂) superficielle de quelques nanomètres.

Doté de propriétés très intéressantes, le titane est largement utilisé dans de nombreux secteurs industriels à haute valeur ajoutée tels que l'aéronautique, l'aérospatial, le transport, le militaire, l'industrie chimique, les articles de sport et le domaine biomédical (Figure 14). Le titane est en effet utilisé pour les implants chirurgicaux du fait de sa biocompatibilité, de son caractère non toxique et de son inertie biologique. Toutefois, il présente un comportement tribologique limité et son prix reste élevé.

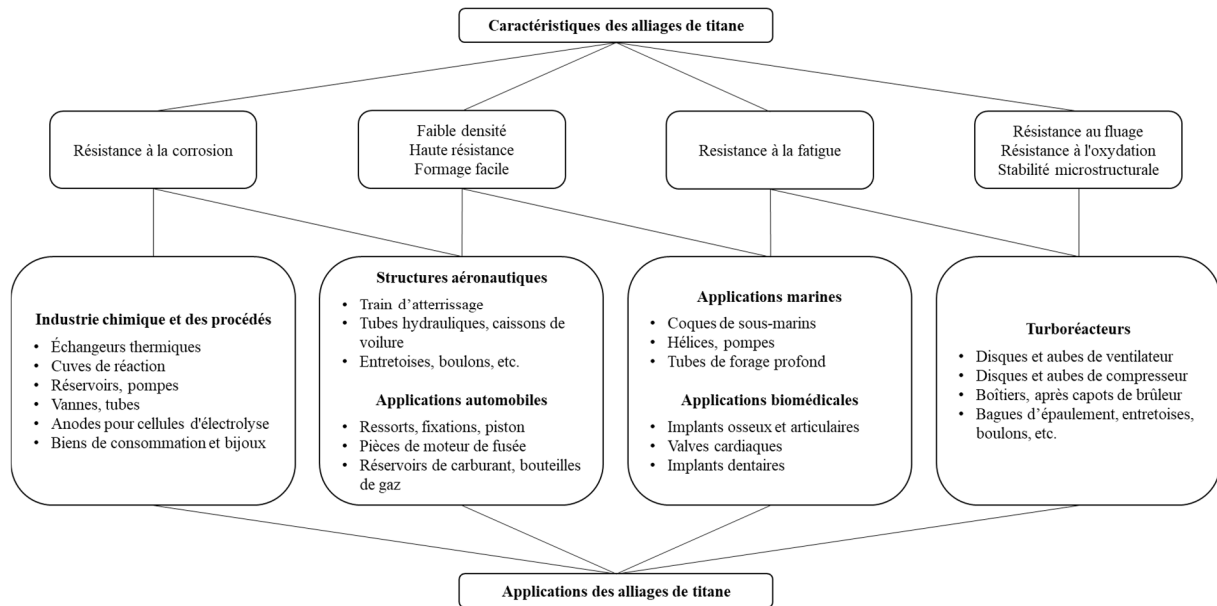


Figure 14. Caractéristiques générales et applications des alliages de titane (d'après [207])

D'un point de vue structural, le titane pur subit une transformation allotropique solide/solide $\alpha \rightleftharpoons \beta$ au voisinage de 882°C (température du transus- β , notée T_β). A basse température, c'est-à-dire en dessous de 882°C , la structure stable est la phase α Hexagonale Pseudo-Compacte (Hexagonal Close Packed, HCP). Au-dessus de la température T_β , le titane est composé exclusivement d'une phase solide β de structure cristalline Cubique Centrée (Body Centered Cubic, BCC). La Figure 15 illustre les deux structures cristallines du titane : Hexagonale Pseudo-Compacte (HCP) pour la phase α et Cubique Centrée (BCC) pour la phase β .

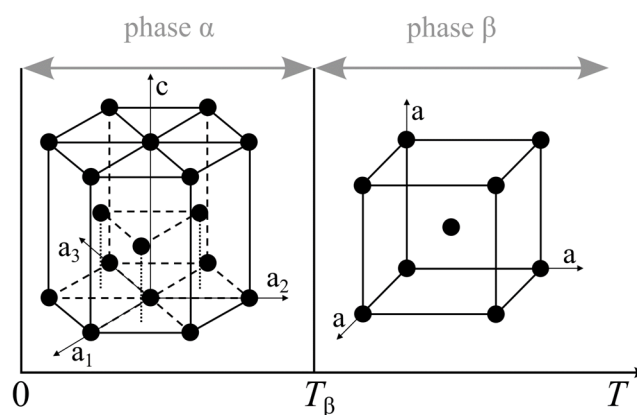


Figure 15. Représentation des structures cristallines du titane en fonction de la température T

Toutefois, le titane pur est généralement associé à des éléments d'alliage pour améliorer ses propriétés. Les éléments d'addition permettent en effet d'agir sur les propriétés chimiques, physiques et mécaniques du matériau en élargissant la plage de stabilité de l'une ou l'autre des phases α et β . Les éléments neutres ne stabilisent aucune des phases α et β , et n'ont pas d'effet sur le transus β . Les alliages de titane sont classés en trois catégories α , $\alpha+\beta$ et β selon la nature des phases présentes à température ambiante. Les trois classes d'alliages présentent des

propriétés physiques, mécaniques et technologiques différentes. Le Tableau 3 montre ces différences [206].

Tableau 3. Propriétés des alliages de titane α , $\alpha + \beta$ et β [206]

Propriétés	α	$\alpha + \beta$	β
Densité	+	+	-
Résistance	-	+	++
Ductilité	-/+	+	+/-
Tenue à la rupture	+	-/+	+/-
Résistance au fluage	+	+/-	-
Comportement à la corrosion	++	+	+/-
Comportement à l'oxydation	++	+/-	-
Soudabilité	+	+/-	-
Formabilité à froid	--	-	-/+

Dans le cadre de cette étude, deux matériaux à base de titane ont été étudiés : le titane (T40) et son alliage Ti6Al4V. Le titane Grade 2 (T40) est un alliage monophasique (titane α pur). Il possède une microstructure homogène alpha avec un grain fin. La Figure 16 illustre la surface des échantillons en T40 étudiés.



Figure 16. Surface brute d'un échantillon de titane (T40) étudié

Le Ti6Al4V est, quant à lui, un alliage $\alpha + \beta$. Cet alliage biphasé est l'un des premiers alliages à avoir été fabriqué, il a été développé au début des années 1950 aux États-Unis au sein de l'Illinois Institute of Technology. Il est aujourd'hui largement utilisé représentant plus de la moitié des alliages de titane utilisés. Le large domaine de stabilité de ces alliages permet une grande diversité de microstructures et de propriétés mécaniques en particulier obtenues par traitement thermique. Le Ti6Al4V est un alliage de titane composé de 6% d'aluminium et de 4% de vanadium (% massique) doté de très bonnes propriétés de résistance et ténacité avec une excellente résistance à la corrosion. La transformation allotropique solide/solide $\alpha \rightleftharpoons \beta$ du Ti6Al4V se produit au voisinage de 980-995°C (température du transus- β , notée T_β) [205,206]. Plusieurs ouvrages présentent d'ailleurs les différents types de microstructures possibles pour le Ti6Al4V ; notamment Donachie dans son ouvrage « Titanium: A Technical Guide »

(Chapitre 3) [205] et Leyens & Peters dans leur ouvrage « Titanium and Titanium Alloys » (Chapitre 1) [206]. La microstructure de l'alliage Ti6Al4V présente une structure à grains fins résultant d'un processus de recristallisation dans le domaine $\alpha + \beta$ (Figure 17).

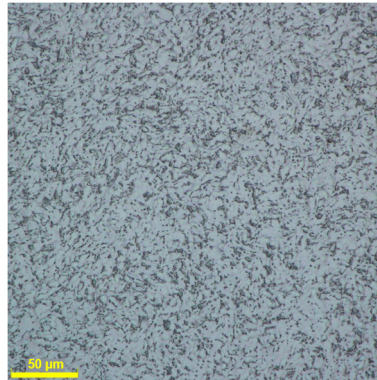
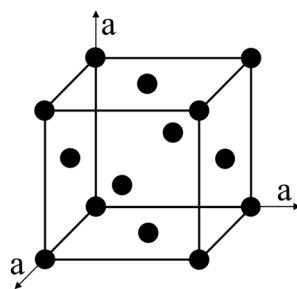


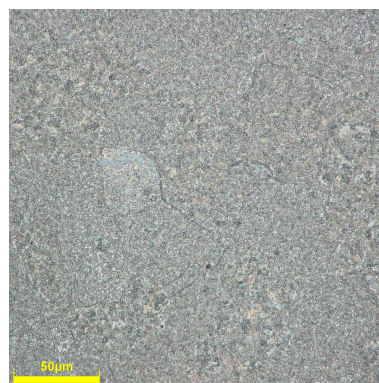
Figure 17. Surface brute d'un échantillon de Ti6Al4V (TA6V) étudié

1.2. Le nickel pur

Le nickel est principalement utilisé dans les aciers inoxydables représentant environ 70% de l'utilisation de nickel au niveau mondial, et dans une moindre mesure dans la fabrication d'alliages (8%), d'aciers spéciaux (8%), de revêtements (8%) et dans les batteries électriques (5%), usage qui s'intensifie par ailleurs. Le nickel est donc un matériau très polyvalent pouvant supporter de multiples conditions difficiles : environnements corrosifs, températures élevées et/ou contraintes élevées. Il est connu pour sa ductilité et sa malléabilité. D'un point de vue cristallographique, le nickel pur cristallise selon une structure cubique à faces centrées (Face Centered Cubic, FCC) (Figure 18a). La microstructure du nickel Grade 200 contient généralement des inclusions non métalliques, principalement des oxydes. Une surface d'un échantillon de nickel étudié est présentée Figure 18b.



a)



b)

Figure 18. a) Structure cristalline du nickel ; b) Surface brute d'un échantillon de nickel (Ni200) étudié

2. Préparation des échantillons

Les échantillons étudiés sont cylindriques de \varnothing 25 mm ou \varnothing 20 mm (épaisseur \approx 15 mm). La Figure 19 schématise un échantillon et met en évidence la surface d'intérêt (région hachurée).

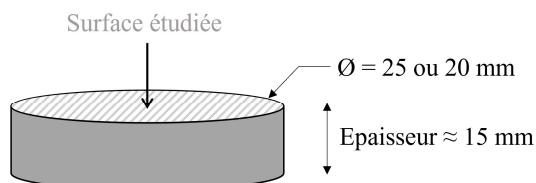


Figure 19. Schéma d'un échantillon

Afin de pouvoir analyser les contraintes résiduelles (notées CR) induites par le traitement laser, il est important de s'assurer que les contraintes résiduelles initiales (notées CRI) présentes en surface des échantillons bruts soient homogènes. En effet, la présence de CRI non contrôlées perturbe et rend impossible les analyses des CR induites par le traitement laser. Un protocole de préparation de surface a donc dû être mis au point pour obtenir des surfaces avec des CRI homogènes, reproductibles et minimisées. Pour cela, différentes techniques ont été testées, telles que le polissage mécanique, le polissage électrolytique et le polissage chimique. Afin de définir les bons protocoles de préparation de surface, l'état de contraintes des surfaces a été évalué à l'aide de la microscopie micro-ondes (SMM) avant et après chaque préparation. Cette nouvelle technique, présentée §4.3.2, permet notamment de caractériser les contraintes résiduelles à différentes profondeurs dans la surface des matériaux (Figure 20). Les mesures SMM représentent ici l'état des contraintes résiduelles selon leur position sur l'échantillon et pour des profondeurs différentes, correspondant à la variation d'amplitude du coefficient de réflexion S_{11} . La Figure 21 montre les mesures SMM obtenues sur des échantillons bruts (après usinage) de titane (T40) ou d'alliage Ti6Al4V (TA6V). Elle met en évidence que les contraintes résiduelles ne sont pas homogènes et présentent un niveau trop élevé dans la plage de profondeur analysée.

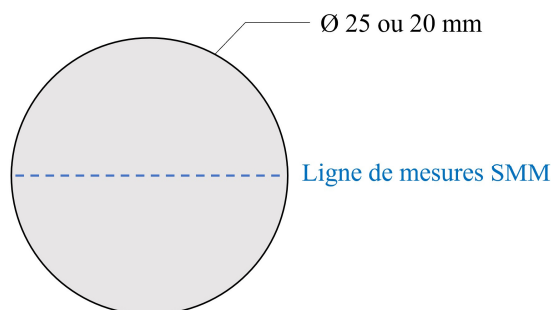


Figure 20. Schéma de la surface d'un échantillon et localisation des mesures par SMM

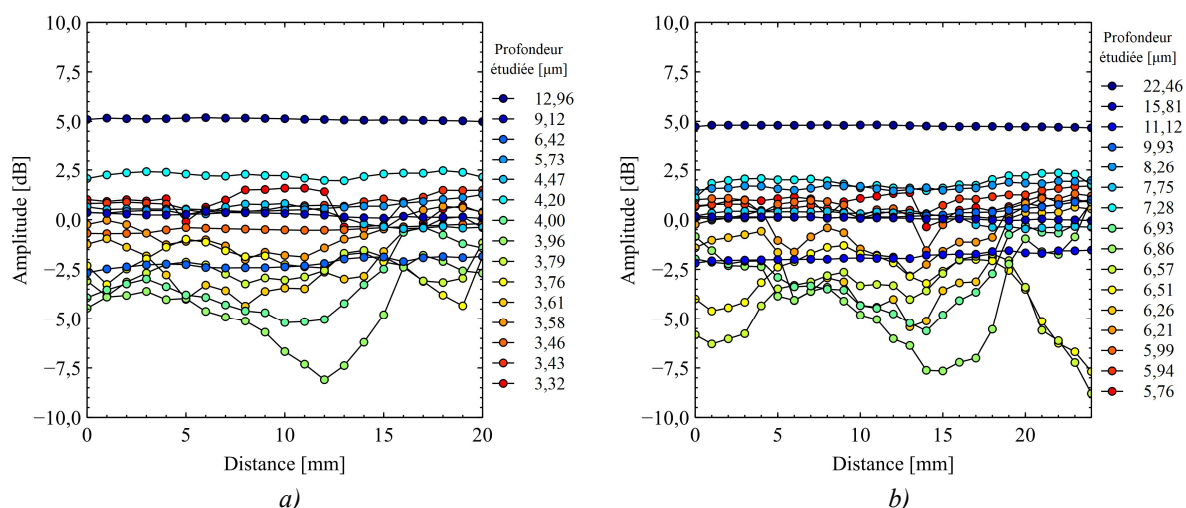


Figure 21. Evolution de l'amplitude du coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la position sur l'échantillon (déplacement sur le diamètre), pour différentes profondeurs. Le signal de la pointe libre dans l'air a été soustrait aux mesures des échantillons. – a) Surface d'un échantillon brut de titane (T40) ; b) Surface d'un échantillon brut d'alliage Ti6Al4V (TA6V)

Le polissage chimique a donc été testé dans un premier temps sur les échantillons de titane (T40) et de Ti6Al4V (TA6V) mais s'est avéré non concluant. En effet, les surfaces comportaient de nombreux petits trous (porosités) et les contraintes de surface étaient encore non négligeables (Figure 22).

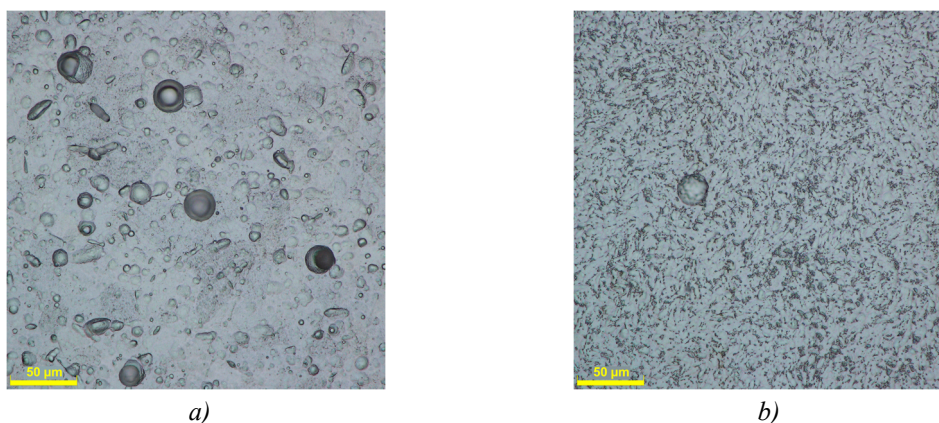


Figure 22. Surfaces après polissage chimique – a) Surface de titane (T40) après polissage chimique de 40 min ; b) Surface de Ti6Al4V (TA6V) après polissage chimique de 65 min

Le polissage électrolytique a été complexe à mettre en œuvre et n'a pas apporté de résultats probants en termes de minimisation des contraintes résiduelles initiales des surfaces.

Un travail conséquent a donc été entrepris sur le protocole de polissage mécanique afin de définir les paramètres de polissage adéquats (le type de support, les vitesses et le sens de rotation de la table et de la tourelle, la pression par échantillon, la durée, etc) et obtenir ainsi des surfaces optimales pour cette étude, avec des contraintes résiduelles initiales, réduites et homogènes. Le polissage des échantillons a été effectué au moyen d'une polisseuse PRESI Mecatech 234. Après de nombreux essais, un protocole spécifique de préparation de surfaces a pu être déterminé pour chaque matériau (Tableau 4). D'autre part, pour permettre a posteriori le traitement laser, les surfaces ne doivent pas être trop réfléchissantes afin d'éviter de trop fortes réflexions du faisceau. Les surfaces ont donc été matifiées par attaque chimique après le polissage (Tableau 5). Ainsi, la préparation de surface sélectionnée pour l'ensemble des échantillons combine une procédure de polissage mécanique puis une attaque chimique des surfaces. Avant la texturation laser, les surfaces ont été systématiquement nettoyées à l'acétone.

Tableau 4. Protocoles de polissage mécanique utilisés

Titane (T40)						
Support	Vitesse table	Vitesse tourelle	Sens de rotation	Pression / échantillon	Durée	Remarque
Feuille SiC P400 (grain 35 µm)	300 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter jusqu'à planéité
Feuille SiC P800 (grain 21,8 µm)	300 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter 2 fois
Feuille SiC P1200 (grain 15,3 µm)	300 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter 2 fois
Silice colloïdale OPS (0.03 µm) - drap SUPRA embossé	125 t/m	100 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	0,4 daN	1200s (20min) + 300s (5min) si besoin	Silice 0,5mL toutes les 10s

Ti6Al4V (TA6V)						
Support	Vitesse table	Vitesse tourelle	Sens de rotation	Pression / échantillon	Durée	Remarque
Feuille SiC P400 (grain 35 µm)	300 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter jusqu'à planéité
Feuille SiC P800 (grain 21,8 µm)	200 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter 2 fois
Feuille SiC P1200 (grain 15,3 µm)	250 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter 2 fois
Silice colloïdale OPS (0.03 µm) - drap SUPRA embossé	125 t/m	100 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	0,4 daN	900s (15min)	Silice 0,5mL toutes les 10s

Nickel (Ni Grade 200)						
Support	Vitesse table	Vitesse tourelle	Sens de rotation	Pression / échantillon	Durée	Remarque
Feuille SiC P400 (grain 35 µm)	300 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter jusqu'à planéité
Feuille SiC P800 (grain 21,8 µm)	300 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter 2 fois
Feuille SiC P1200 (grain 15,3 µm)	300 t/m	150 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1,5 daN	90s	Etape à répéter 2 fois
Suspension diamantée, Gel 2+, polycristalline, 3µm - drap ADRII	150 t/m	135 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	1 daN	300s	Suspension diamantée 0,5mL toutes les 10s
Silice colloïdale OPS (0.03 µm) - drap SUPRA embossé	120 t/m	100 t/m	sens inverse ⤵ rot. table ⤴ rot. tourelle	0,4 daN	600s	Silice 0,5mL toutes les 10s

Tableau 5. Solutions d'attaque chimique utilisées pour chacun des matériaux étudiés

Titane (T40)	Ti6Al4V (TA6V)	Nickel (Ni Grade 200)
Réactif de Kroll dilué	Réactif de Kroll dilué	Eau régale
Composition : 60 mL H ₂ O, 0,5 mL HNO ₃ (conc. à 69%), 1 mL HF (conc. à 40%)	Composition : 40 mL H ₂ O, 0,5 mL HNO ₃ (conc. à 69%), 1 mL HF (conc. à 40%)	Composition : 1 volume de HNO ₃ pour 3 volumes de HCl aux mêmes concentrations
Protocole : Immersion de l'échantillon dans la solution pendant 40s à 100s	Protocole : Immersion de l'échantillon dans la solution pendant 40s	Protocole : Immersion de l'échantillon dans la solution pendant 7min

La Figure 23 illustre alors les mesures SMM obtenues sur les surfaces préparées selon ces protocoles. Les surfaces préparées présentent bien un état de contraintes homogène et contrôlé. La préparation de surface a également diminué le niveau des contraintes résiduelles superficielles (Figure 21 et Figure 23). Toutefois, des variations sont constatées sur les bords des surfaces. De ce fait, les texturations laser destinées aux analyses chimiques et mécaniques ont été réalisées dans la région centrale des échantillons (Figure 24).

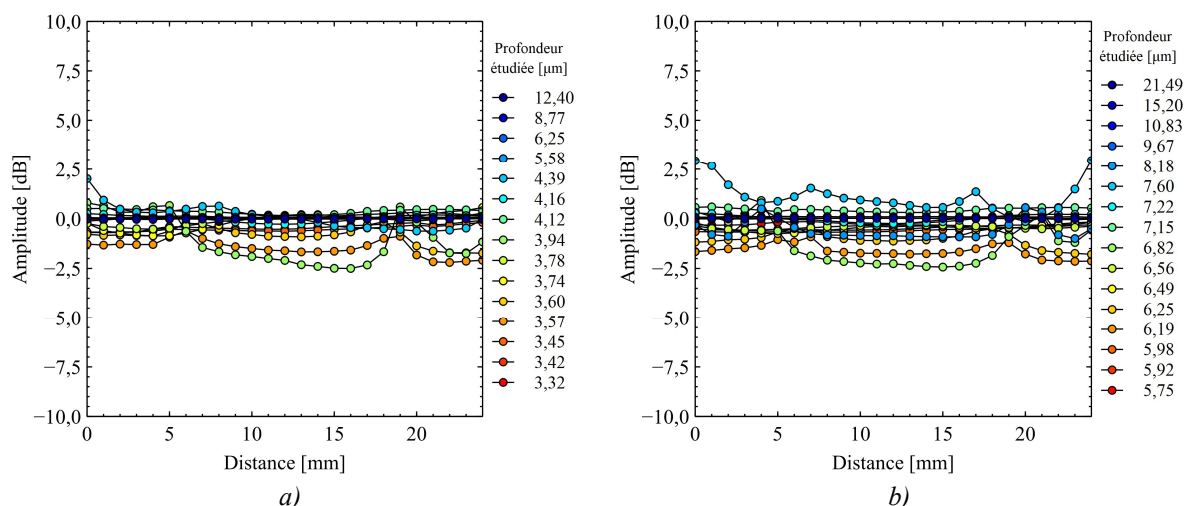


Figure 23 . Evolution de l'amplitude du coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la position sur l'échantillon (déplacement sur le diamètre), pour différentes profondeurs. Le signal de la pointe libre dans l'air a été soustrait aux mesures des échantillons. – a) Surface de titane (T40) préparée (polissage mécanique et attaque chimique) ; b) Surface de Ti6Al4V (TA6V) préparée (polissage mécanique et attaque chimique)

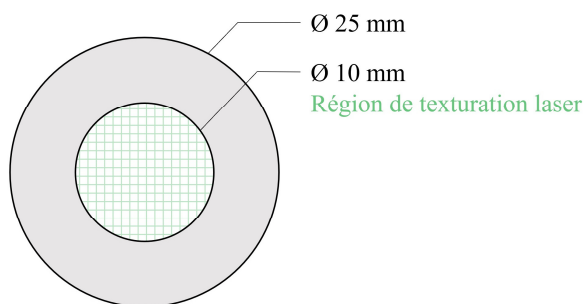


Figure 24. Schéma de la surface d'un échantillon de Ø 25 mm et localisation de la région définie pour la texturation laser

3. Traitement laser : texturation laser des surfaces

Le traitement laser des surfaces a été réalisé à l'aide d'un laser à fibre dopée aux ions ytterbium. Ce type de laser combine une forte puissance moyenne et une bonne qualité de faisceau. Les lasers à fibre présentent de multiples avantages en termes de coûts, taille, flexibilité, robustesse, durée de vie et simplicité d'utilisation. Les lasers à fibre sont efficaces sur les métaux, les métaux revêtus et les plastiques. La longueur d'onde de pompage des ions Yb^{3+} est généralement de 976 nm alors que la longueur d'onde d'émission de Yb^{3+} se situe dans le domaine infrarouge entre 1030 et 1100 nm. Le laser à fibre utilisé émet ici un faisceau laser infrarouge de longueur d'onde 1064 nm (Figure 25).

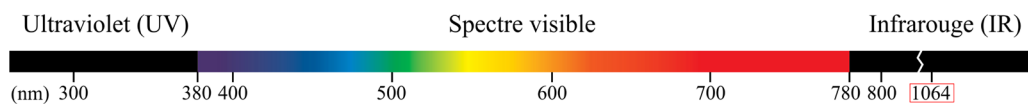


Figure 25. Classement des rayonnements optiques

Le milieu actif d'un laser à fibre est une fibre optique de verre de silice avec un cœur dopé avec des éléments de terres rares tels que l'ytterbium (ions Yb^{3+}) ou l'erbium (ions Er^{3+}) essentiellement (Figure 26). Les fibres dopées à double gaine sont donc couramment utilisées dans les lasers à fibre. Une fibre dopée est un module actif nécessitant impérativement de recevoir de la puissance pour fonctionner et qui se sert des propriétés d'amplification des ions de terres rares. Le composant de pompe est très souvent une diode laser fibrée.

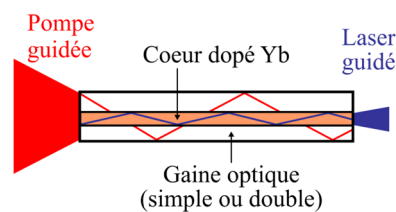


Figure 26. Structure d'une fibre dopée Ytterbium, la lumière est piégée entre deux diélectriques par réflexion totale dans deux directions de l'espace (confinement 2D)

Le recours à une fibre monomode (SMF Single Mode Fiber) permet une très bonne efficacité laser et des gains élevés. Dans ce type de fibre, un seul mode longitudinal se propage qui est appelé le mode fondamental quasi-gaussien LP01.

Comme introduit dans § 2.2, une onde électromagnétique transporte une certaine quantité d'énergie via les photons. La longueur d'onde de la lumière émise par le dispositif laser utilisé étant de 1064 nm, cela correspond donc à une fréquence de $2,82 \times 10^{14}$ Hz et à une énergie de photons d'environ 1,165 eV, d'après la relation (11).

$$\varepsilon = h \times \frac{c}{\lambda} = \frac{6,626 \times 10^{-34}}{1,602 \times 10^{-19}} \times \frac{2,998 \times 10^8}{1064 \times 10^{-9}} = 1,165 \text{ eV}$$

où ε est l'énergie d'un photon [eV], h la constante de Planck ($6,626 \times 10^{-34}$ J.Hz⁻¹) [116], c la célérité de la lumière dans le vide ($2,998 \times 10^8$ m.s⁻¹) [116] et λ la longueur d'onde [m].

NB : 1 eV = $1,602 \times 10^{-19}$ J [116]

Les propriétés optiques des surfaces de titane et de nickel sont présentées dans le Tableau 6. Les coefficients de réflexion R , d'absorption α et les profondeurs de pénétration optique l_α ont été calculés à l'aide des équations (14), (15) et (16).

Tableau 6. Indices de réfraction et d'atténuation, coefficients de réflexion et d'absorption, et profondeur d'absorption l_α pour le titane et le nickel à la longueur d'onde $\lambda = 1064 \text{ nm}$ et à $T = 300 \text{ K}$ [210]
(Valeurs des indices optiques pour des photons d'énergie 1.2 eV)

Matériaux	Indice de réfraction n_λ	Indice d'atténuation k_λ	Coefficient de réflexion R	Coefficient d'absorption α [cm^{-1}]	Profondeur d'absorption l_α [nm]
Titane	3,316	3,270	0,548	$3,86 \times 10^5$	25,89
Nickel	2,85	5,10	0,721	$6,02 \times 10^5$	16,60

Les valeurs ci-dessus mettent en évidence qu'un même faisceau laser pénètre davantage dans une surface de titane que dans une surface de nickel.

Le système laser utilisé pour les texturations est illustré dans la Figure 27. Un outil de focalisation est employé pour placer l'échantillon à la distance de travail adéquate.

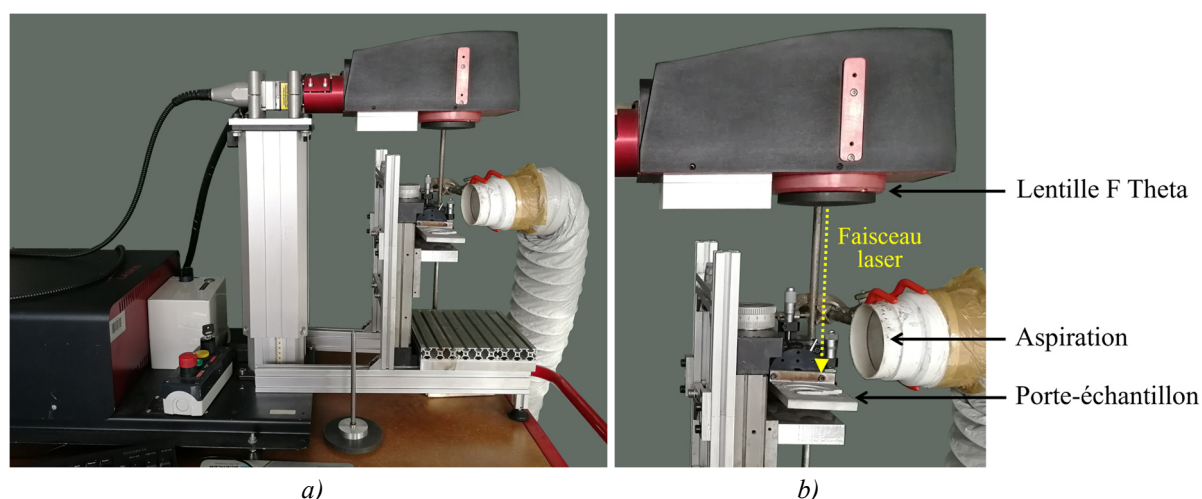


Figure 27. Système laser LASEO, Laboratoire ICB Sevenans – a) Installation ; b) Zone de traitement laser

Il s'agit d'un laser industriel « Laser LASEO, LASER BOX 20 », de classe 4, destiné au marquage et à la gravure. Il intègre un laser à fibre « Quantel YLIA M20 » dont le faisceau présente les caractéristiques suivantes : une qualité (4sigma) M^2 égale à 2,3, un diamètre D (99%) de 8 mm et une divergence $< 1 \text{ mrad}$. La tête de marquage est équipée d'une lentille F Theta de focale 160 mm, ce qui permet un diamètre moyen expérimental du spot laser focalisé d_f (équation (8)) égale à $60 \mu\text{m}$. Le laser émet des impulsions de longueur d'onde λ égale à 1064 nm. Les impulsions ont une durée τ de 100 ns et une fréquence (taux de répétition ν) pouvant varier de 20 kHz à 100 kHz. L'énergie théorique par impulsion E_p est donc estimée à 1,0 mJ à 20 kHz avec une puissance crête jusqu'à 10 kW. La puissance moyenne théorique P_{moy} du faisceau laser est modulable de 0 à 20 W. Afin de déterminer les grandeurs énergétiques réelles reçues par les surfaces, la puissance moyenne expérimentale a été mesurée à l'aide d'un calorimètre (GENTEC MP310 ; modèle TPM 310B) (Figure 28).

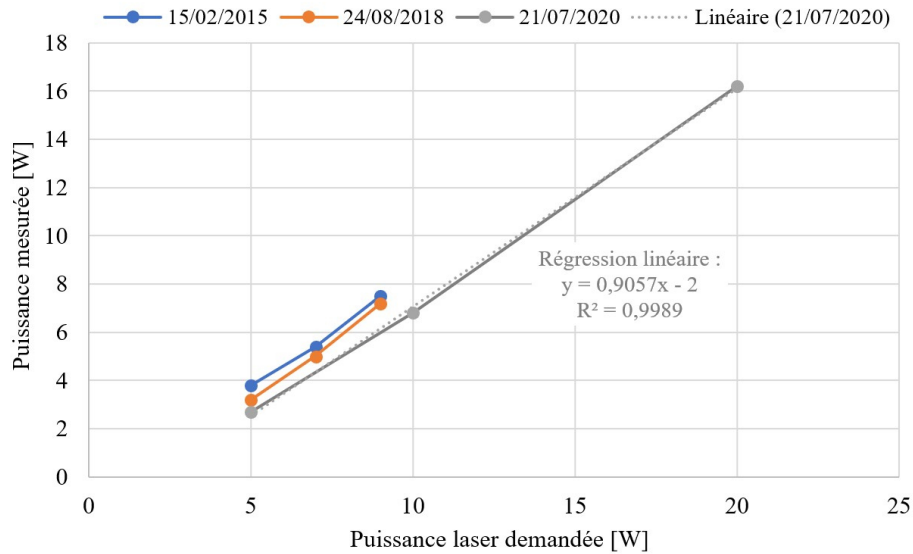


Figure 28. Contrôle de la puissance moyenne réelle du faisceau laser focalisé, mesurée à l'aide d'un calorimètre. La puissance laser demandée correspond à la puissance moyenne renseignée dans le logiciel de programmation du laser.

Différents paramètres laser et de texturation, tels que la puissance moyenne du faisceau, la fréquence des impulsions, le nombre d'impulsions, le pas entre les impacts, ont été utilisés pour texturer les surfaces. Ainsi, l'influence de la fluence, du nombre d'impulsions laser et du pas entre les impacts ont été étudiés afin d'analyser leurs effets sur les propriétés des surfaces lors de la texturation laser. Les paramètres laser étudiés sont indiqués dans le Tableau 7.

Tableau 7. Paramètres laser appliqués pour les différentes texturations de surface réalisées

Puissance moyenne théorique [W]	5	10	15	20			
Puissance moyenne mesurée [W]	2,5	7,1	11,6	16,1			
Fréquence ν [kHz]	20	30	40	50	60	80	100
Nombre d'impulsions par cycle N	5	10	15	20	30	40	50

En considérant ces paramètres laser, la densité d'énergie du faisceau (fluence) a pu être calculée à l'aide de l'équation (9), rappelée ci-après :

$$F = \frac{4P_{moy}}{\pi\nu d_f^2}$$

où d_f est le diamètre du faisceau laser focalisé ($d_f = 60 \mu\text{m}$), P_{moy} sa puissance réelle (puissance moyenne mesurée) et ν la fréquence des impulsions.

La fluence varie donc entre $0,9 \text{ J.cm}^{-2}$ et $29,1 \text{ J.cm}^{-2}$ (soit une intensité de $9,12 \times 10^6 \text{ W.cm}^{-2}$ à $2,91 \times 10^8 \text{ W.cm}^{-2}$). Toutes les fluences F utilisées pour réaliser les texturations laser des surfaces métalliques étudiées dans cette étude, sont listées dans le Tableau 8.

Tableau 8. Fluences du faisceau laser utilisées pour les différents traitements de texturation laser
 Attention : La chronologie de la notation ne suit pas la chronologie des fluences

Notation	P[W] F[kHz]				Fluence [J.cm ⁻²]	Densité de puissance [w.cm ⁻²]
	a	b	c	d		
I1	P5 F100				0,9	9,12 × 10 ⁶
I2	P5 F80				1,1	1,14 × 10 ⁷
I3	P5 F60				1,5	1,52 × 10 ⁷
I4	P5 F50	P10 F100			1,8	1,82 × 10 ⁷
I5	P5 F40	P10 F80			2,3	2,28 × 10 ⁷
I7	P5 F30	P10 F60			3,0	3,04 × 10 ⁷
I6	P15 F100				4,2	4,18 × 10 ⁷
I10	P5 F20	P10 F40	P15 F60	P20 F80	4,6	4,56 × 10 ⁷
I9	P10 F50	P20 F100			5,1	5,09 × 10 ⁷
I8	P15 F80				5,2	5,23 × 10 ⁷
I11	P15 F50				8,4	8,36 × 10 ⁷
I12	P10 F30	P20 F60			8,5	9,69 × 10 ⁷
I13	P15 F40				10,5	1,05 × 10 ⁸
I14	P20 F50				11,6	1,16 × 10 ⁸
I15	P10 F20	P15 F30	P20 F40		12,7	1,27 × 10 ⁸
I16	P20 F30				19,4	1,94 × 10 ⁸
I17	P15 F20				20,9	2,09 × 10 ⁸
I18	P20 F20				29,1	2,91 × 10 ⁸
Notation	a	b	c	d		

En complément, il est également usuel de considérer la fluence laser cumulée F_C [J.cm⁻²]. Cette grandeur correspond à l'énergie totale du traitement laser par unité de surface et peut être calculée à l'aide de l'équation (10) : $F_C = FN$

Toutes les fluences laser cumulées, appliquées pour les différentes texturations de surface, sont alors présentées dans le Tableau 9.

Tableau 9. Fluences cumulées [$J.cm^{-2}$] des différents traitements laser

Notation \ Nombre d'impulsions N	5	10	15	20	30	40	50
I1	4,6	9,1	13,7	18,2	27,4	36,5	45,6
I2	5,7	11,4	17,1	22,8	34,2	45,6	57,0
I3	7,6	15,2	22,8	30,4	45,6	60,8	76,0
I4a, I4b	9,1	18,2	27,4	36,5	54,7	73,0	91,2
I5a, I5b	11,4	22,8	34,2	45,6	68,4	91,2	114,1
I7a, I7b	15,2	30,4	45,6	60,8	91,2	121,7	152,1
I6	20,9	41,8	62,7	83,6	125,4	167,2	209,0
I10a, I10b, I10c, I10d	22,8	45,6	68,4	91,2	136,9	182,5	228,1
I9a, I9b	25,5	50,9	76,4	101,9	152,8	203,7	254,7
I8	26,1	52,3	78,4	104,5	156,8	209,0	261,3
I11	41,8	83,6	125,4	167,2	250,8	334,5	418,1
I12a, I12b	42,4	84,9	127,3	169,8	254,7	339,5	424,4
I13	52,3	104,5	156,8	209,0	313,6	418,1	522,6
I14	58,1	116,3	174,4	232,6	348,9	465,2	581,5
I15a, I15b, I15c	63,7	127,3	191,0	254,7	382,0	509,3	636,6
I16	96,9	193,8	290,7	387,7	581,5	775,3	969,1
I17	104,5	209,0	313,6	418,1	627,1	836,1	1045,2
I18	145,4	290,7	436,1	581,5	872,2	1163,0	1453,7

Le paramétrage des traitements laser est réalisé avec le logiciel WinLase. Certains paramètres tels que la vitesse du saut, le délai du saut, etc., sont restés inchangés pour l'ensemble des traitements laser. La puissance laser, la fréquence, le nombre d'impulsions par point (ou par impact), le nombre de lignes et de colonnes sont renseignés dans le logiciel. La Figure 29 illustre les paramètres qui ont été modifiés (paramètres soulignés et champs de saisie, en vert). Puis les dimensions 2D de la matrice de texturation sont révisées afin de fixer les pas entre les impacts (en X et Y). Des impacts isolés ou groupés ont été analysés dans le but d'étudier les interactions entre les impacts. De plus, l'influence du pas inter-impact a été étudiée. Ainsi, les motifs suivants ont été texturés sur les échantillons de titane, d'alliage Ti6Al4V et de nickel :

- Impacts isolés (Figure 30a) : ligne de 5 impacts espacés de 1 mm.
- Impacts groupés (Figure 30b) : matrice de 2 x 2 mm, impacts espacés de 200 μm , 100 μm ou 50 μm .

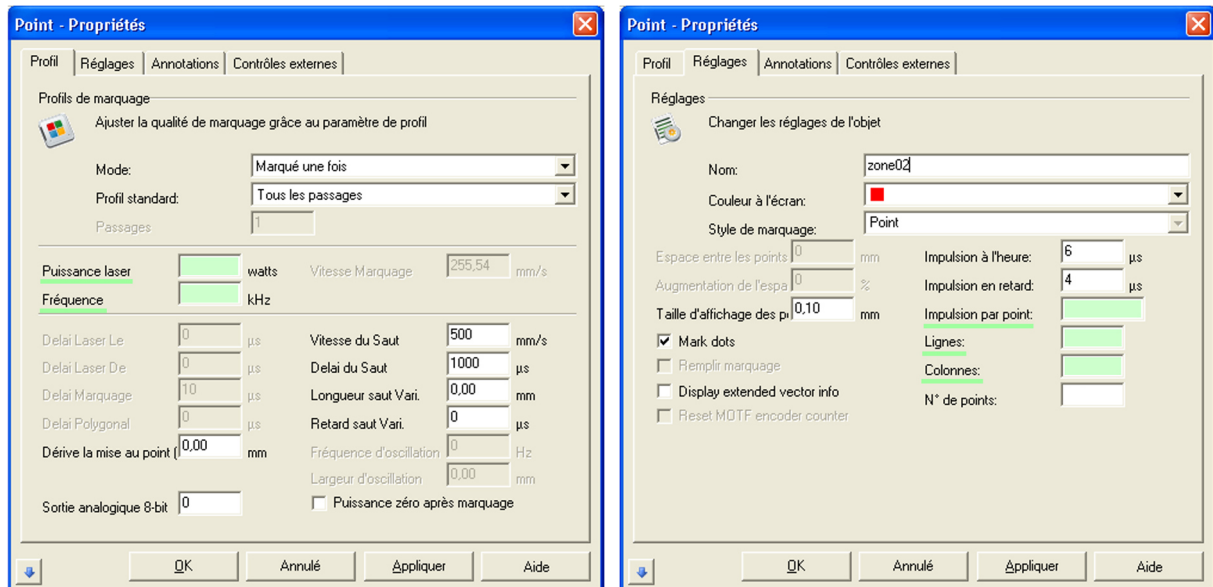
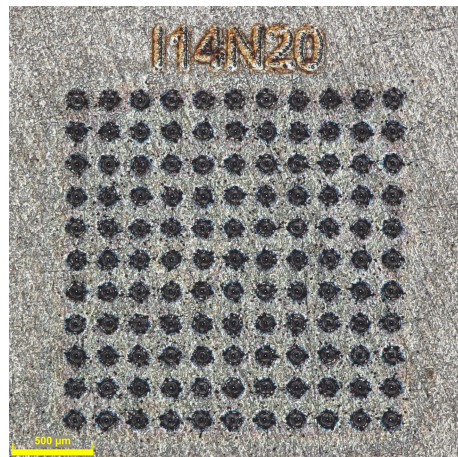


Figure 29. Fenêtres de paramétrage WinLase pour modifier les paramètres laser, le nombre d'impacts et le nombre d'impulsions par impact



a)



b)

Figure 30. Surface de titane (T40) texturée avec une fluence laser de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$, 20 impulsions par impact
 a) Trois cavités espacées de 1 mm ; b) Matrice de $2 \times 2 \text{ mm}$, cavités espacées de $200 \mu\text{m}$

Ainsi, les surfaces ayant pu être texturées par laser suivant les différents paramètres répertoriés, leur caractérisation et leur analyse s'imposent donc au moyen de différents outils.

4. Les méthodes de caractérisation

Les surfaces micro-texturées ont été caractérisées à divers niveaux :

- la topographie des surfaces a été évaluée par microscopies optique et électronique, ainsi que par profilométrie ;
- la composition chimique des surfaces a été analysée par spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS) ;
- les contraintes résiduelles superficielles ont été étudiées par diffraction des rayons X (DRX) et par microscopie micro-ondes.

4.1. Caractérisation morphologique des surfaces

La caractérisation topographique des surfaces permet d'analyser précisément la morphologie engendrée par la texturation laser. Pour cela, différentes techniques ont été utilisées : la microscopie optique, la profilométrie optique et la microscopie électronique.

4.1.1. Microscopie optique

Un microscope optique numérique a été utilisé pour étudier la morphologie des surfaces texturées. Le microscope numérique DSX510 OLYMPUS a permis d'obtenir des images de haute résolution, des images 3D et de mesurer les cavités des surfaces texturées (Figure 31). Les images 3D ont été réalisées grâce à la fonction EFI (Extended Focal Image). La fonction d'imagerie à profondeur de champ étendue (EFI) capture plusieurs images alors que le point de focalisation est déplacé vers le haut et vers le bas. À partir de ces images, les zones dans lesquelles l'échantillon a été mis au point sont combinées en une seule image afin de créer une image entièrement nette. Ce type d'image 3D permet une observation précise des surfaces irrégulières.

Le microscope utilisé dispose de trois objectifs différents x5, x20 ou x50. Bien évidemment, les incertitudes de mesures varient selon l'objectif et le grossissement numérique utilisés. Ces incertitudes sont présentées dans le Tableau 10 pour chaque objectif et grossissement retenu.

Tableau 10. Incertitudes de mesures du microscope optique DSX510 OLYMPUS

Modèle de l'objectif	Grossissement optique	Grossissement numérique utilisé	Incertitudes de mesures
MPLFLN5xBD	x5	x97	$\pm 26,8 \mu\text{m}$
MPLFLN20xBD	x20	x277	$\pm 3,02 \mu\text{m}$
		x388	$\pm 1,67 \mu\text{m}$
		x555	$\pm 1,08 \mu\text{m}$
MPLFLN50xBD	x50	x693	$\pm 0,483 \mu\text{m}$
		x1248	$\pm 0,245 \mu\text{m}$

Le diamètre et la profondeur des cavités, générées par le laser, ont été mesurés. Le diamètre a été mesuré en faisant la mise au point sur la surface autour de la cavité laser. L'objectif x50 avec un grossissement numérique de x1248 (très bonne précision selon Z, $\pm 0,245 \mu\text{m}$) a ensuite été utilisé pour étudier la profondeur des cavités, en faisant une mise au point sur la surface autour de la cavité et au fond de la cavité. La profondeur a été mesurée en calculant la hauteur entre ces deux surfaces. Les texturations ont été mesurées pour chaque

matériau et pour chaque condition de texturation laser. Afin d’avoir des mesures représentatives, chaque valeur présentée dans le chapitre suivant correspond à la moyenne de trois mesures effectuées sur le même type de cavité différente (même matériau et mêmes conditions laser).

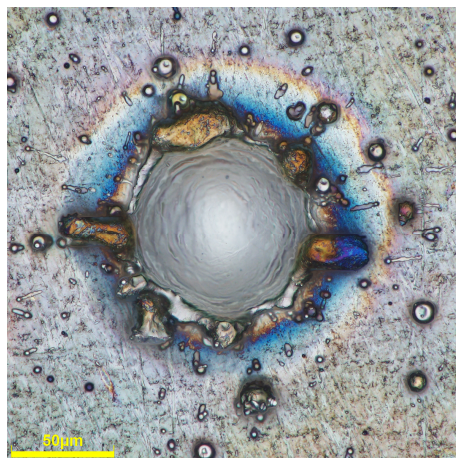


Figure 31. Cavité laser sur une surface de titane T40 traitée avec 20 impulsions laser de fluence $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$

4.1.2. Profilométrie optique

La profilométrie optique est une méthode de mesure sans contact utilisée principalement pour évaluer avec une très grande précision l'état de surface et la rugosité d'une surface donnée. Pour cette étude, un profilomètre confocal à lumière chromatique, ALTIMET Altisurf© 500, a été utilisé. Il s'agit d'un système de mesure de topographie de surface 3D sans contact. Ce système est équipé d'un capteur AltiProbe Optique utilisant le principe optique d'aberration chromatique avec une source halogène. Cet instrument optique mesure la distance entre une référence interne et les points de la surface. La mesure est évaluée à l'aide d'un codage chromatique de l'espace de mesure. Une sonde de $300 \mu\text{m}$ a donc été utilisée et ses caractéristiques principales sont indiquées dans le Tableau 11. Ainsi, les caractéristiques dimensionnelles des texturations et les paramètres de rugosité des zones non-texturées ont pu être déterminés. Une reconstitution 3D d'une surface micro-texturée de titane est présentée dans la Figure 32.

Tableau 11. Caractéristiques de la sonde AltiProbe utilisée

Plage de mesure	Résolution	Distance de travail
0 – 300 μm	10 nm	4.5 mm

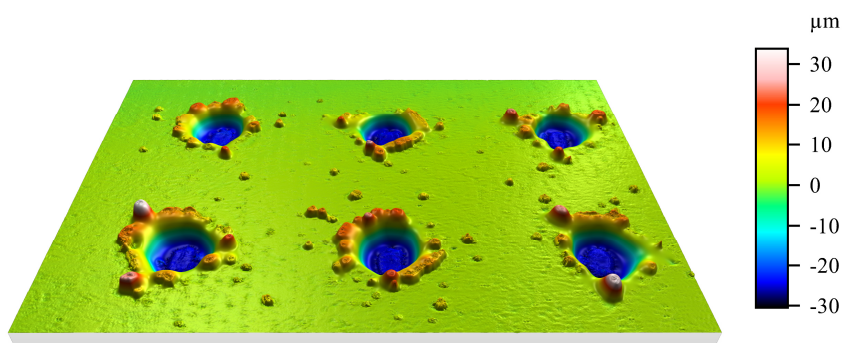


Figure 32. Image 3D d'un profil de surface de titane T40 texturée par laser, fluence laser de $11,6 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$, 20 impulsions par impact et impacts espacés de $200 \text{ }\mu\text{m}$

4.1.3. Microscopie électronique

Pour compléter ces analyses et affiner les observations des surfaces texturées, la microscopie électronique à balayage a été utilisée. Un microscope électronique à balayage (MEB ; ou Scanning Electron Microscope (SEM), en anglais) est composé d'un faisceau d'électrons incidents qui balaie la surface de l'échantillon. L'interaction entre ces électrons et l'échantillon va émettre de nouveaux électrons (électrons secondaires, électrons rétrodiffusés et électrons Auger) et des photons, qui vont être captés par des détecteurs spécifiques disposés autour de l'échantillon. La microscopie électronique à balayage a permis d'observer avec précision les surfaces et la microstructure des échantillons. Deux MEB, Jeol JSM-7800F et Hitachi SU1510, ont été utilisés. Les caractéristiques de ces deux microscopes ainsi que les réglages utilisés pour les observations sont présentés dans le Tableau 12.

Tableau 12. Caractéristiques des microscopes électroniques à balayage et réglages utilisés

Modèle du MEB	Tension d'accélération	Distance de travail
Jeol JSM-7800F	5 kV	10 mm
Hitachi SU1510	10 kV	10 – 15 mm

Ainsi, à l'aide des trois techniques introduites, la morphologie des surfaces texturées a pu être observée et étudiée. Toutefois, le traitement laser modifie également la chimie des surfaces. La partie suivante expose donc la technique retenue (spectroscopie XPS) pour analyser la chimie des surfaces texturées.

4.2. Caractérisation chimique des surfaces

En raison des effets thermiques du traitement laser (dans le cas de faisceaux laser nanosecondes pulsés), des phénomènes d'oxydation localisés peuvent survenir sur les matériaux métalliques. Ces modifications affectent quelques nanomètres de la surface. La microanalyse à rayons X dispersive en énergie (Energy Dispersive X-ray (EDX), en anglais), technique couramment employée pour déterminer la composition chimique d'un échantillon, montre donc ses limites pour cette application. En effet, la microanalyse par EDX délivre une analyse élémentaire mais ne permet pas d'analyser l'extrême surface des échantillons puisque la profondeur d'analyse est de l'ordre du micromètre. D'autre part, les texturations de surface

peuvent entraîner des effets d'absorption rendant les analyses quantitatives et même qualitatives inexactes. D'autres techniques d'analyse chimique existent telles que la spectrométrie optique à décharge lumineuse (GDOES = Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy), la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD = Electron Backscatter Diffraction) et la spectroscopie Raman, par exemple. Toutefois elles ne sont pas adaptées pour cette étude. La technique GDOES pulvérise les atomes du matériau et fournit des profils de concentration élémentaires. La méthode EBSD requiert un échantillon ayant une surface plane et polie. Et la spectroscopie Raman n'est pas compatible pour des surfaces métalliques. Ainsi, la spectroscopie de photoélectrons X (XPS) a été retenue car cette technique est idéale pour déterminer la structure électronique et l'environnement chimique des atomes présents dans les échantillons étudiés.

4.2.1. Spectroscopie photoélectronique X (XPS)

La spectroscopie de photoélectrons induits par rayons X (XPS, X-Ray Photoelectron Spectroscopy), également appelée spectroscopie électronique pour l'analyse chimique (ESCA, Electron Spectroscopy for Chemical Analysis), est une technique d'analyse non destructive qui détermine précisément la nature chimique des couches superficielles d'un matériau. Le volume échantillonné s'étend de la surface jusqu'à une profondeur d'environ 5-10 nm. Dans cette technique, la matière est excitée par une source de rayons X et l'énergie cinétique des photoélectrons émis est analysée afin de déterminer les énergies de liaison (Figure 33). Cette méthode spectroscopique permet d'identifier les atomes présents en surface (sauf l'hydrogène et l'hélium), de connaître les proportions relatives de chacun des constituants et leur état d'oxydation.

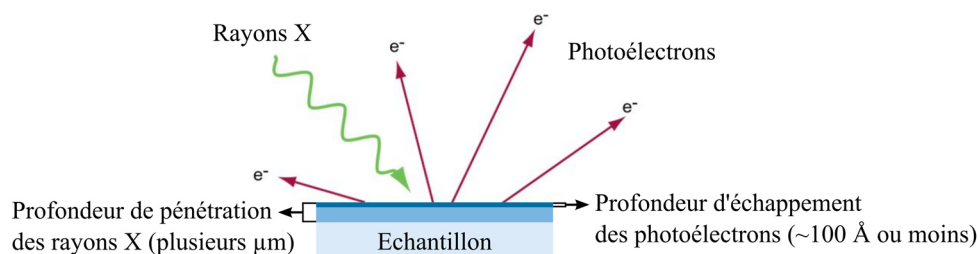


Figure 33. Principe de fonctionnement de la spectroscopie électronique des rayons X [211]

Un spectromètre PHI 5000 VersaProbe a été employé pour analyser les échantillons étudiés (Figure 34). Une source de rayons X avec anode en aluminium, source Al K α 1 (1486,6 eV), a été utilisée comme source d'excitation des photoélectrons de la surface. Le diamètre du faisceau à la surface de l'échantillon est de l'ordre de 20 μm et la profondeur analysée ne dépasse pas 10 nm. Les photoélectrons sont ensuite collectés par un analyseur d'énergie. La résolution d'acquisition est définie par l'énergie de passage (« pass energy »). Dans cette étude, l'énergie de passage est de 187 eV pour le spectre général et de 58,7 eV pour les fenêtres (spectres localisés sur un ou peu de pics). Un exemple de spectre général, obtenu sur une zone non-texturée d'un échantillon de titane, est présenté Figure 35.

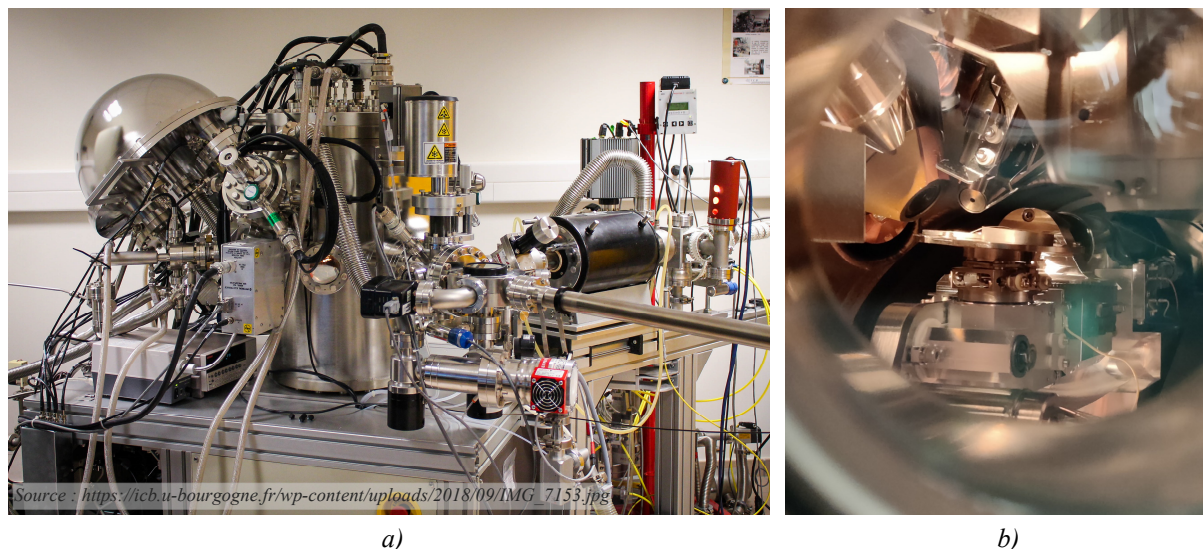


Figure 34. Instrument XPS-Auger PHI 5000 VersaProbe, Laboratoire ICB Dijon –
 a) Installation ; b) Chambre d’analyses

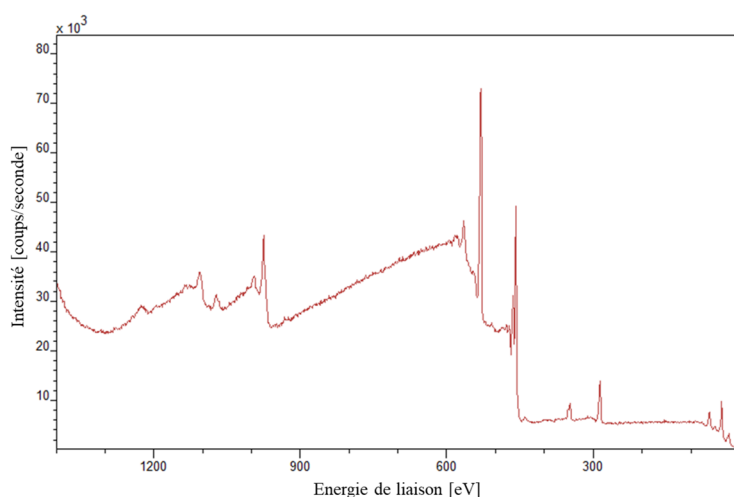


Figure 35. Spectre XPS mesuré sur une surface non-texturée de titane (T40), énergie de passage = 187,85 eV

Les intervalles d’énergies de liaison analysés, pour le titane (T40), l’alliage Ti6Al4V (TA6V) et le nickel (Ni200), sont indiqués dans le Tableau 13. Pour chaque mesure, la moyenne de 20 spectres a été enregistrée. Le logiciel CasaXPS a ensuite été utilisé pour le traitement des données (Version 2.3.24, www.casaxps.com, Teignmouth, Royaume-Uni) [44]. Le carbone accidentel « adventitious carbon » (C 1s) situé à 284,8 eV a été utilisé pour calibrer l’échelle d’énergie de liaison.

Tableau 13. Energies de liaison étudiées pour les trois matériaux analysés

	Titane (T40)	Ti6Al4V (TA6V)	Nickel (Ni200)
Intervalles d’énergies de liaison étudié pour chaque fenêtre [eV]	C 1s : [278, 298] O 1s : [523, 543] Ti 2p : [449, 469] Ca 2p : [341, 361] N 1s : [391, 411]	C 1s : [278, 298] Ti 2p : [449, 469] V 2p : [511, 541] Al 2p : [68, 88] Ca 2p : [341, 361] N 1s : [391, 411]	C 1s : [278, 298] O 1s : [523, 543] Ni 2p : [844, 894] Cl 2p : [193, 213] Ca 2p : [341, 361]

Ainsi, la texturation par laser modifie la topographie de surface, la chimie des surfaces mais aussi leur état mécanique. La diffraction par rayons X et la microscopie micro-ondes ont donc été utilisées pour évaluer les contraintes résiduelles induites par le traitement laser.

4.3. Mesures des contraintes résiduelles

4.3.1. Evaluation par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (notée DRX) est une technique très utilisée pour déterminer les contraintes résiduelles. Cette technique permet de caractériser les matériaux cristallins et notamment de mesurer la déformation élastique du cristal.

Bragg a démontré que si un faisceau de longueur d'onde λ arrive sous incidence θ sur une famille de plans réticulaires (hkl) de distance interréticulaire d_{hkl} , alors les faisceaux diffractés sont observés seulement pour un angle d'émergence θ (déviation 2θ) et si l'équation (28) est vérifiée (Figure 36) [212].

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad \text{Loi de Bragg, 1912} \quad (28)$$

où λ est la longueur d'onde, n l'ordre de diffraction (entier positif), d_{hkl} la distance interréticulaire des plans atomiques et θ l'angle de diffraction.

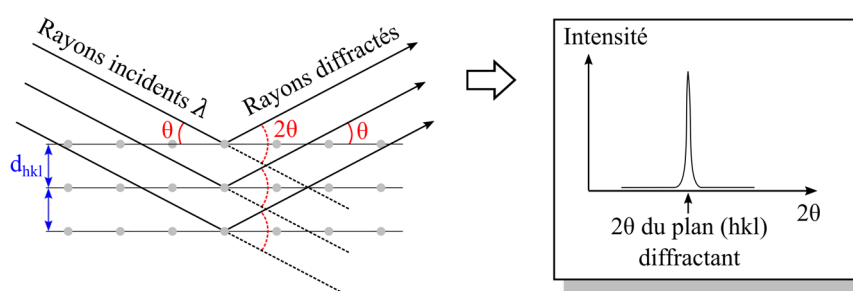


Figure 36. Schématisation de la loi de Bragg

Par conséquent, lorsqu'un matériau cristallin est exposé à un faisceau collimaté de rayons X de longueur d'onde λ et d'angle d'incidence θ , un motif de diffraction est observé à l'angle 2θ . Connaissant θ , n et λ , la distance interréticulaire d_{hkl} peut être déterminée en utilisant la loi de Bragg (28). La variation de la distance interréticulaire d_{hkl} traduit une déformation ε du cristal dans la direction normale au plan (hkl). Le matériau non contraint est choisi comme état de référence (d_0^{hkl} , θ_0).

La méthode la plus répandue pour la détermination des contraintes par DRX est la méthode des $\sin^2 \psi$. Elle relie la déformation mesurée suivant une direction $\vec{n}_{\phi\psi}$ (bissectrice du faisceau incident et du faisceau diffracté) à la variable $\sin^2 \psi$, où ϕ est l'angle d'azimut (angle de rotation) de l'échantillon autour de sa normale et ψ l'angle d'inclinaison entre la normale à l'échantillon et la direction $\vec{n}_{\phi\psi}$ (Figure 37).

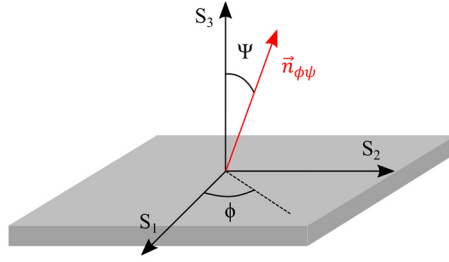


Figure 37. Définition de la direction de mesure $\vec{n}_{\phi\psi}$ avec $(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ le repère de l'échantillon mesuré

Lorsque les pics de diffraction ont été ajustés par une fonction analytique (pseudo-Voigt ou Pearson VII, par exemple) et les angles de Bragg correspondants déterminés, la distance interréticulaire $d_{\phi\psi}^{hkl}$ peut être calculée en utilisant la loi de Bragg (28). La déformation mesurée est alors obtenue à l'aide de l'équation suivante :

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{hkl} = \frac{d_{\phi\psi}^{hkl} - d_0^{hkl}}{d_0^{hkl}} \quad (29)$$

où $\varepsilon_{\phi\psi}^{hkl}$ est la déformation mesurée pour les plans $\{hkl\}$ pour une orientation de l'échantillon référencée par les angles ϕ et ψ , et d_0^{hkl} la distance interréticulaire pour le matériau non contraint (en général, cette distance est mesurée sur de la poudre).

La loi des $\sin^2 \psi$ (Equation (32)) apparaît lorsque le tenseur de déformation élastique $\bar{\varepsilon}$ (relation (30)) est projeté sur la direction de mesure $\vec{n}_{\phi\psi}$ (relation (31)).

$$\bar{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} & \varepsilon_{23} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix} \quad (30)$$

$$\vec{n}_{\phi\psi} = \begin{pmatrix} \sin \psi \cos \phi \\ \sin \psi \sin \phi \\ \cos \psi \end{pmatrix} \quad (31)$$

$$\begin{aligned} & (\vec{n}_{\phi\psi})^T \cdot \bar{\varepsilon} \cdot \vec{n}_{\phi\psi} = \varepsilon_{\phi\psi} \\ & = (\varepsilon_{11} \cos^2 \phi + \varepsilon_{22} \sin^2 \phi + \varepsilon_{12} \sin 2\phi - \varepsilon_{33}) \sin^2 \psi \\ & + (\varepsilon_{13} \cos \phi + \varepsilon_{23} \sin \phi) \sin 2\psi + \varepsilon_{33} \end{aligned} \quad (32)$$

La relation entre le tenseur des déformations ε_{ij} et celui des contraintes σ_{kl} est donnée par la loi de Hooke généralisée (Cauchy) s'écrivant sous la forme :

$$\varepsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{kl} \quad (33)$$

avec S_{ijkl} représentant le tenseur d'ordre 4 de souplesse du matériau.

Pour un matériau isotrope, ce tenseur de souplesse peut être écrit à l'aide de deux constantes seulement, le module d'Young E et le coefficient de Poisson ν ou bien $\frac{1}{2}S_2 = \frac{1+\nu}{E}$ et $S_1 = \frac{-\nu}{E}$.

La relation (32) peut alors être écrite sous la forme :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2}S_2(\sigma_{\phi} - \sigma_{33})\sin^2\psi + \frac{1}{2}S_2\tau_{\phi}\sin 2\psi + \frac{1}{2}S_2\sigma_{33} + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (34)$$

avec σ_{ϕ} la contrainte normale et τ_{ϕ} le cisaillement dans la direction ϕ définis par :

$$\sigma_{\phi} = \sigma_{11}\cos^2\phi + \sigma_{22}\sin^2\phi + \tau_{12}\sin 2\phi \quad (35)$$

$$\tau_{\phi} = \tau_{13}\cos\phi + \tau_{23}\sin\phi \quad (36)$$

En supposant $\sigma_{33} = 0$, l'équation des déformations devient :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2}S_2\sigma_{\phi}\sin^2\psi + \frac{1}{2}S_2\tau_{\phi}\sin 2\psi + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (37)$$

En réalité, un matériau polycristallin, même homogène et isotrope (sans texture cristallographique) à l'échelle macroscopique, est constitué de cristallites qui sont élastiquement anisotropes. Dans ce cas, il faut utiliser, dans la relation (34), des constantes $\frac{1}{2}S_2$ et S_1 qui dépendent de la famille de plans cristallins choisie pour faire les mesures. Ces constantes sont appelées constantes d'élasticité radio-cristallographiques (XEC, X-ray Elasticity Constant). Pour les matériaux courants, des valeurs sont données dans la littérature. Les valeurs des constantes élastiques, $\frac{1}{2}S_2$ et S_1 , des matériaux étudiés sont indiquées dans le Tableau 14.

Tableau 14. Valeurs des constantes d'élasticité utilisées [212,213]

Constantes d'élasticité pour les plans utilisés	Titane	Nickel
S_1	$-2,9 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$	$-1,17 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$
$\frac{1}{2}S_2$	$11,9 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$	$5,68 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$

Les mesures DRX sont effectuées à différentes inclinaisons ψ . En connaissant les constantes d'élasticité du matériau, la représentation graphique de $\varepsilon_{\phi\psi}$ en fonction de $\sin^2\psi$ permet alors d'évaluer les contraintes. Une fonction $\varepsilon_{\phi\psi} = f(\sin^2\psi)$ est ajustée sur la courbe de mesures. A l'aide des paramètres de cette fonction, la contrainte normale σ_{ϕ} peut donc être déterminée. D'autre part, l'analyse des pics du diffractogramme conduit à la caractérisation des cristallites. Un exemple de diffractogramme obtenu par DRX est présenté dans la Figure 38. En effet, la position, la largeur et l'intensité des pics sont dépendantes des propriétés du matériau. La position des pics traduit l'identification des phases cristallines et ses variations sont liées aux contraintes résiduelles macroscopiques. La largeur des pics informe sur la taille, la forme des

crystallites et les contraintes résiduelles inter et intracrystallines. Enfin l'intensité des pics reflète l'analyse quantitative des fractions volumiques des phases, l'estimation de la composition chimique et des orientations préférentielles (texture cristallographique).

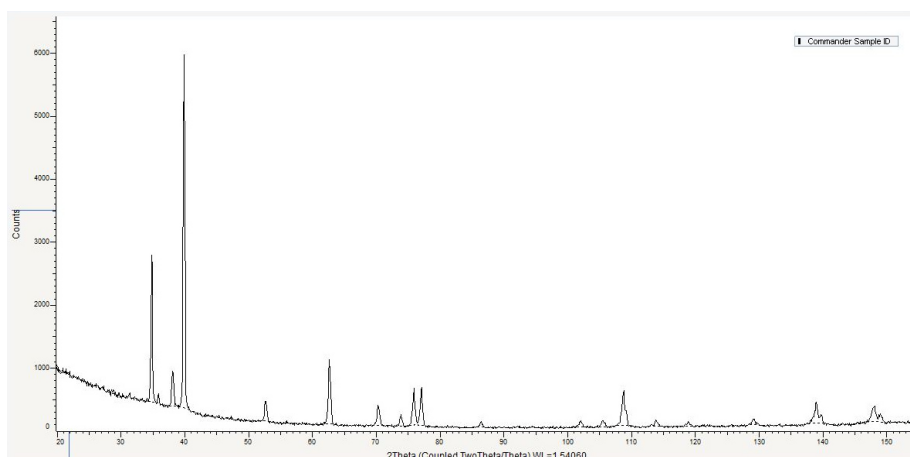


Figure 38. Diffractogramme DRX - Surface non-texturée de titane (T40)

Pour cette étude, les analyses de diffraction des rayons X ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre à quatre cercles Bruker D8 Discover disponible au sein du laboratoire LASMIS de Troyes (Université de Technologie de Troyes, UTT) (Figure 39). Les essais ont été réalisés à l'aide d'une anode en cuivre équipée d'un filtre K_{β} en nickel. Les radiations $Cu-K_{\alpha}$ de longueur d'onde $\lambda = 0,154184$ nm sont exploitées. Un collimateur de 1 mm de diamètre, précédé d'une optique polycapillaire, a été utilisé. Les photons diffractés ont été collectés avec un détecteur 1D LynxEye XE^T, monté en PSD (Position Sensitive Detector), à un rayon goniométrique de 440 mm (taille d'un canal en 2θ égale à environ $0,02^{\circ}$). L'acquisition des mesures a été faite en balayant des petites plages d'angle 2θ , pour différentes orientations de l'angle χ (montage χ , avec $\chi = \psi$) et de l'angle ϕ . Les paramètres expérimentaux d'acquisition des différentes séries de mesures DRX sont spécifiés dans le Tableau 15.

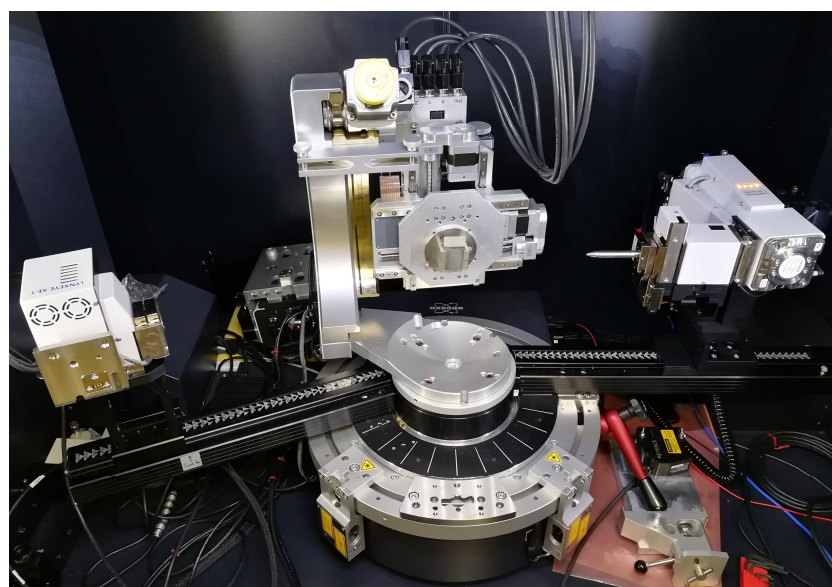


Figure 39. Diffractomètre Bruker D8 Discover - LASMIS UTT Troyes

Tableau 15. Paramètres d'acquisition des mesures DRX pour les matériaux étudiés

Série de mesures	Titane (phase α)		Nickel
	Série 1	Série 2	Série 1
Angle 2θ	$\approx 129^\circ$	$\approx 139^\circ$	$\approx 144^\circ$
Angles $\chi (= \psi)$	13 valeurs de χ , de -4 à 62° par pas de $5,5^\circ$	11 valeurs de χ , de 0 à 60° par pas de 6°	13 valeurs de χ , de -4 à 62° par pas de $5,5^\circ$
Angle ϕ	8 valeurs de ϕ , de 0 à 315° par pas de 45°	$\phi = 0$	8 valeurs de ϕ , de 0 à 315° par pas de 45°
Famille de plans mesurée	{300}	{213}	{331}

Les données ont ensuite été traitées avec un script Mathematica développé au laboratoire LASMIS de Troyes. Des corrections angulaires (facteur d'absorption et facteur de Lorentz-polarisation) ont été appliquées et le bruit de fond linéaire a été soustrait sur 30 points de chaque côté du pic. Les pics de diffraction ont été modélisés à l'aide de fonctions pseudo-Voigt en considérant le doublet $K\alpha_1$ - $K\alpha_2$ selon les hypothèses de Rachinger [214].

Le faisceau diffracté et analysé provient d'une fine couche de la surface de l'échantillon. Toutefois, les rayons X pénètrent dans le matériau sur une certaine profondeur limitée par le processus d'absorption. En effet, l'atténuation des faisceaux incident et diffracté dépend de manière exponentielle de l'épaisseur du matériau qu'ils traversent (loi de Beer-Lambert). La part du faisceau diffracté provenant des couches du matériau les plus profondes du volume irradié est donc moindre. Par conséquent, la contribution des couches les plus profondes du volume irradié est minimale. La profondeur moyenne de pénétration des rayons X dépend de plusieurs facteurs, tels que la nature de l'anode, le coefficient d'absorption du matériau analysé, l'angle d'incidence, l'angle d'inclinaison ψ , etc. Dans ce travail, la profondeur moyenne de pénétration des rayons X peut être calculée à l'aide de l'équation [212] :

$$z = \frac{1}{2\mu} \sin \theta \cos \psi \quad (38)$$

avec μ [cm^{-1}] le coefficient d'atténuation du matériau pour une longueur d'onde donnée, où pour un rayonnement Cu- $K\alpha$: $\mu_{Ti} = 927,5 \text{ cm}^{-1}$ et $\mu_{Ni} = 411,6 \text{ cm}^{-1}$ [212].

Les profondeurs de pénétration, des rayons X utilisés, dans les surfaces de titane et de nickel étudiées sont présentées dans la Figure 40.

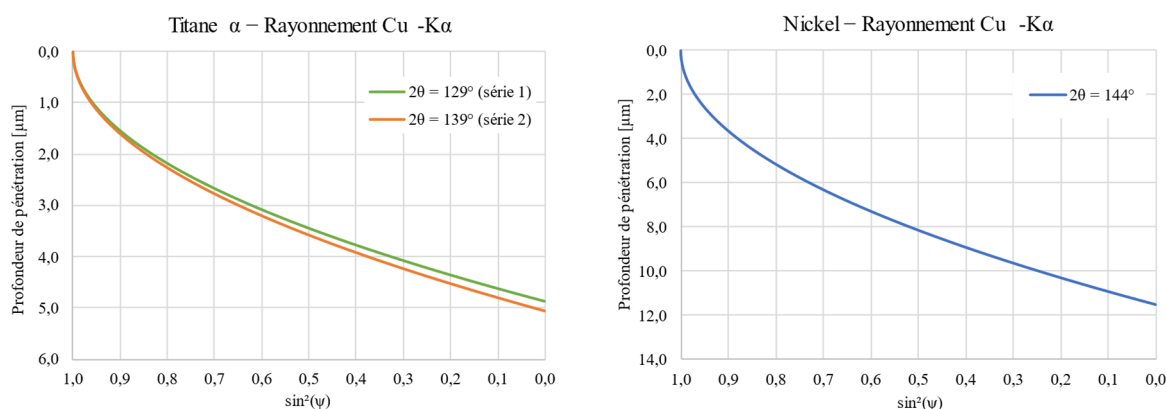


Figure 40. Profondeur de pénétration des rayons X (rayonnement Cu- $K\alpha$) en fonction de $\sin^2(\psi)$, pour le titane ($2\theta = 129^\circ$ et $2\theta = 139^\circ$) et le nickel ($2\theta = 144^\circ$)

La profondeur de pénétration effective est généralement utilisée. Elle correspond à la profondeur calculée pour $\sin^2(\psi) = 0,3$ (soit $\psi = 33,21^\circ$) à partir de l'équation (38) [149,212]. Les déformations moyennes mesurées correspondent donc aux déformations à la profondeur z : un volume d'épaisseur $\approx 4,15 \mu\text{m}$ pour le titane et de $9,7 \mu\text{m}$ pour le nickel.

Ainsi, les contraintes résiduelles mesurées par DRX représentent les contraintes résiduelles globales induites par la texturation laser intégrant les surfaces comportant des cavités texturées et des zones non-texturées. Afin d'évaluer plus localement ces contraintes résiduelles, la microscopie micro-ondes a donc été utilisée et a permis de compléter les mesures DRX. La partie suivante détaille la technique de microscopie micro-ondes et le traitement des données de mesure.

4.3.2. Evaluation par microscopie micro-ondes (SMM)

Afin d'analyser plus localement les contraintes résiduelles de surface, un microscope à micro-ondes (Scanning Microwave Microscope (SMM), en anglais) a été utilisé. Ce microscope innovant, développé au laboratoire ICB de Dijon, combine les capacités de résolution spatiale d'un microscope à force atomique (AFM) et les capacités d'analyse des variations du champ électromagnétique micro-onde en interaction avec la matière par un analyseur de réseau vectoriel (VNA) [215]. L'AFM 5600LS d'Agilent Technologies et le VNA R180 de Copper Mountain Technologies ayant une gamme de fréquence de 1 à 18 GHz ont donc été utilisés (Figure 41) [216,217].



Figure 41. Microscope micro-ondes (SMM), Laboratoire ICB Dijon – a) Installation ; b) Zone de mesures

Le levier conducteur et la sonde AFM agissent comme une antenne rayonnante locale pour l'émission et la réception du champ électromagnétique en interaction avec l'échantillon (Figure 42). L'asservissement AFM en mode contact permet de conserver l'interaction pointe-échantillon constante et donc de maintenir la pointe AFM en contact avec la surface quelle que soit la rugosité de la surface. Ainsi, l'interaction micro-onde-échantillon mesurée, pour une fréquence donnée, est représentative du même volume d'investigation peu importe la topographie de surface de l'échantillon. Les leviers utilisés sont des leviers Rocky Mountain Nanotechnology (modèle : 12PT400B) en platine ayant un rayon de pointe inférieur à 20 nm, une constante de rappel de $0,3 \text{ N.m}^{-1}$ ($\pm 40\%$) et une fréquence de résonance de 4,5 kHz ($\pm 30\%$) [218]. La hauteur de ces leviers est de l'ordre de 100 μm , ce qui a permis de sonder l'intérieur des cavités.

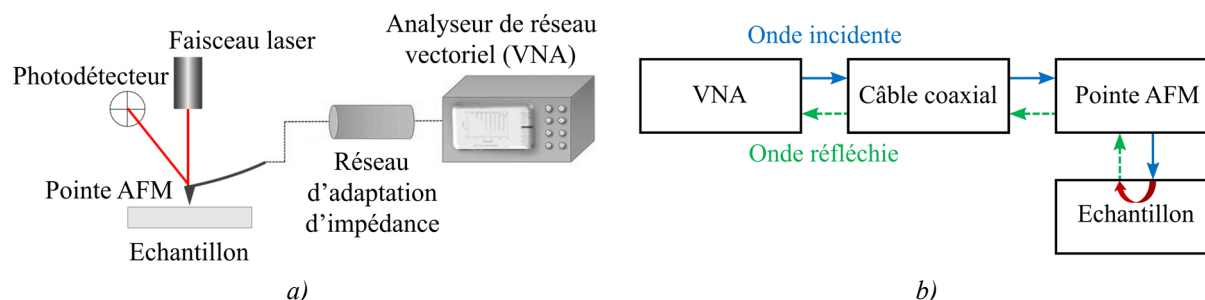


Figure 42. Schémas de principe d'un microscope micro-ondes (SMM)
 a) Architecture ; b) Schéma fonctionnel

Ainsi, un analyseur de réseaux vectoriel mesure à la fois le module et la phase du signal transmis ou réfléchi en fonction de la fréquence du signal incident. Il fournit des informations sur les changements d'impédance dus aux interactions pointe/échantillon par le biais des paramètres de diffusion (scattering parameters ou S-parameters, en anglais) [219]. Les paramètres S sont des quantités vectorielles complexes qui représentent le rapport entre la tension réfléchie ou transmise et la tension incidente. Ces paramètres ont une amplitude et une phase, ou sous forme cartésienne des termes réels et imaginaires. Les paramètres S sont notés S_{xy} , où x représente le port de sortie de l'échantillon qui est mesuré et y désigne le port d'entrée de l'échantillon qui est stimulé par l'onde incidente (Figure 43). Dans cette étude, le paramètre S_{11} a été analysé, il s'agit du rapport entre la tension du signal réfléchi et la tension du signal incident. Il correspond au coefficient de réflexion direct. Toutes les analyses ont été menées sur la partie réelle du coefficient S_{11} , soit $\text{Re}(S_{11})$. L'amplitude du paramètre S_{11} , correspondant à la partie réelle de S_{11} notée $\text{Re}(S_{11})$, a donc été étudiée.

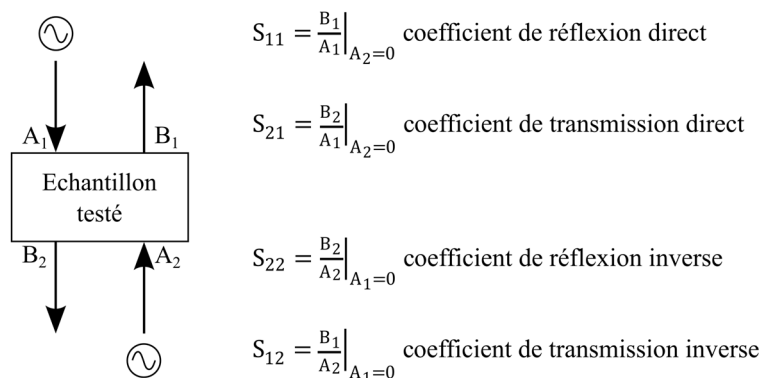


Figure 43. Schématisation des paramètres S

Le microscope utilisé émet des fréquences micro-ondes variant de 1 à 18 GHz. Aux fréquences micro-ondes et dans le cas d'échantillons métalliques, un champ électromagnétique pénètre alors le conducteur sur une petite distance. Une onde électromagnétique est composée à la fois d'un champ électrique \vec{E} et d'un champ magnétique \vec{B} oscillant à la même fréquence. Ces deux champs perpendiculaires entre eux se propagent donc dans un milieu selon une direction orthogonale. Or, la résolution de l'équation de propagation du champ électrique montre que ce champ est une onde évanescente. Cela signifie que son amplitude décroît exponentiellement avec la profondeur dans le métal. Une longueur caractéristique est alors

identifiée, elle correspond à la profondeur de pénétration de l'onde dans la matière, appelée également épaisseur de peau δ et définie par l'équation(39) suivante :

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\omega\mu\sigma}} = \sqrt{\frac{1}{\pi f\mu_r\mu_0\sigma}} \quad \text{Epaisseur de peau} \quad (39)$$

où δ est la profondeur de pénétration de l'onde [m], μ la perméabilité du milieu [H.m^{-1}], μ_r la perméabilité relative du matériau [H.m^{-1}], μ_0 la perméabilité du vide ($4\pi \times 10^{-7} \text{ H.m}^{-1}$), σ la conductivité électrique du matériau [S.m^{-1}] et f la fréquence de l'onde [Hz].

L'épaisseur de peau est d'autant plus faible que la fréquence est élevée et que la conductivité est grande (Figure 44). Généralement, les champs électromagnétiques de haute fréquence ne peuvent entrer à l'intérieur des conducteurs et restent confinés au voisinage de la surface. Ce phénomène est appelé « Effet de peau ».

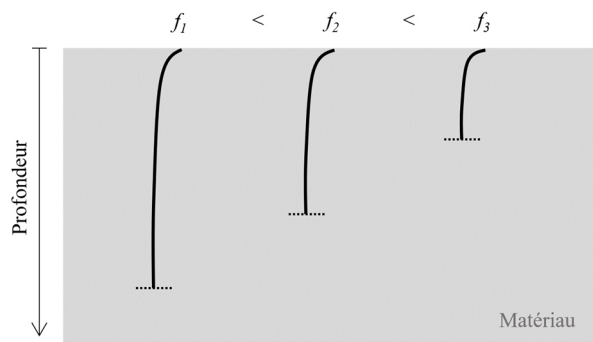


Figure 44. Tendance d'évolution des micro-ondes en profondeur, en fonction de leur fréquence

Pour chaque matériau, les profondeurs de pénétration ont été calculées pour les différentes fréquences d'ondes à l'aide de l'équation (39). Le Tableau 16 présente les valeurs des propriétés des matériaux étudiés et les épaisseurs de pénétration moyenne des micro-ondes. Ce tableau met également en évidence que les micro-ondes ne pénètrent quasiment pas dans le nickel. Cela provient du fait que la perméabilité magnétique du nickel est élevée. Ainsi, les échantillons de nickel n'ont pas pu être analysés par microscopie micro-ondes. En effet, l'échelle des variations des contraintes, induit par l'impact laser sur une surface de nickel, s'étend sur quelques micromètres de profondeur tandis que l'analyse SMM ne peut aller au-delà de 0,2 μm .

Tableau 16. Propriétés électriques et épaisseurs de peau des matériaux étudiés. ρ est la résistivité électrique [$\Omega.\text{m}$], $\sigma = 1/\rho$ la conductivité électrique [S.m^{-1}] et μ_r la perméabilité relative du matériau [H.m^{-1}] [204]

	Titane (T40)	Ti6Al4V (TA6V)	Nickel (Ni200)
ρ [$\Omega.\text{m}$]	$5,625 \times 10^{-7}$	$1,690 \times 10^{-6}$	$9,500 \times 10^{-8}$
σ [S.m^{-1}]	$1,778 \times 10^6$	$5,917 \times 10^5$	$1,053 \times 10^7$
μ_r [H.m^{-1}]	1,00005	1,00005	600
Epaisseurs de peau	de 2,8 à 12,6 μm	de 4,9 à 21,9 μm	de 0,05 à 0,2 μm

D'autre part, la résolution latérale de mesure est nanométrique ; en effet la pointe AFM a un rayon de contact avec l'échantillon d'environ 20 nm. Ainsi, la taille de la zone de mesure est beaucoup plus petite qu'un impact laser. Les mesures par microscopie micro-onde (SMM) peuvent donc fournir des informations très locales sur l'état de contrainte. Pour évaluer les contraintes par SMM, il est donc nécessaire d'effectuer de nombreux points de mesures. Cette méthode de mesures est différente de la DRX du fait de la technologie utilisée et de l'échelle de mesure. La diffraction par rayons X mesure des contraintes résiduelles micrométriques/millimétriques alors que la microscopie micro-ondes évalue le niveau de contraintes résiduelles à l'échelle nanométrique/micrométriques. Ces deux techniques sont donc très complémentaires.

Comme évoqué précédemment, le coefficient S_{11} est une quantité complexe et est en quelque sorte une mesure de perte. L'amplitude et la phase de cette grandeur sont respectivement liées au matériau analysé par sa composante résistive (ou conductivité du matériau) et sa composante réactive (ou composition via les pertes diélectriques du matériau) [220]. Les variations d'amplitude du coefficient de réflexion S_{11} traduisent les variations de contraintes résiduelles au sein du matériau. En effet, des travaux de recherche antérieurs ont mis en évidence une similitude entre les profils de contraintes issus de mesures par microscopie micro-ondes et ceux obtenus à l'aide de techniques conventionnelles de mesure de contraintes sur des échantillons de Zirconium grenailés. Les contraintes mécaniques pourraient induire des modifications de conductivité, ce qui impliquerait une modification des spectres SMM en amplitude et en fréquence [151]. Néanmoins, il est utile de connaître le sens de variation du signal d'amplitude micro-ondes en fonction de la contrainte appliquée. Pour cela, une micro-platine de traction « DEBEN 1000 N » adaptée à l'AFM a été utilisée (Figure 45a). Dans la région centrale d'une éprouvette profilée de titane (T40), un impact laser isolé a été généré par 20 impulsions de fluence $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ (Figure 45b).

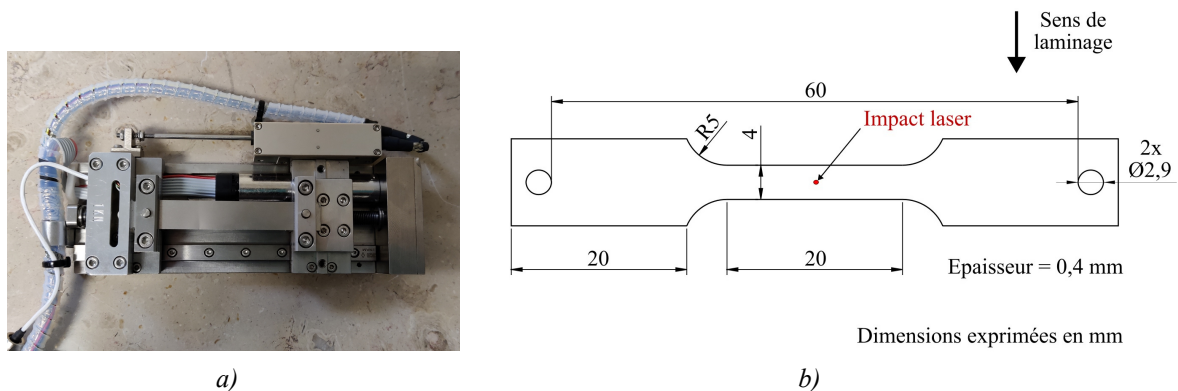


Figure 45. a) Micro-platine DEBEN 1000 N ; b) Dessin de définition de l'éprouvette de titane

Différentes forces, donc différentes déformations, ont été appliquées sur l'éprouvette à l'aide de la micro-platine. Simultanément, des mesures SMM ont été effectuées au niveau de la cavité laser, ce qui a permis d'évaluer l'effet de la contrainte appliquée sur le signal micro-ondes. Les résultats de cette étude ont mis en évidence que le signal d'amplitude micro-ondes varie en fonction de la profondeur tandis que le signal de phase ne présente aucune variation en lien avec l'impact. Il s'est avéré que plus la contrainte de traction appliquée est élevée alors plus le niveau de base autour de l'impact (signal d'amplitude micro-ondes) augmente et inversement

pour la compression. De ce fait, plus la perte du signal d'amplitude est grande, plus la région analysée est en compression et à l'inverse plus la perte est faible plus cette région est en traction. Ceci s'est révélé exact pour l'ensemble des fréquences micro-ondes.

Ainsi, dans ce travail, seule la partie réelle du coefficient S_{11} , soit l'amplitude du coefficient S_{11} , a été analysée. L'amplitude du coefficient S_{11} est représentée en fonction de la fréquence de l'onde, cette représentation graphique est appelée « Spectre de fréquence » ou plus simplement « Spectre ». Un exemple de spectre est exposé Figure 46a. Un spectre de référence est nécessaire pour pouvoir mettre en évidence les variations dans la zone analysée de l'échantillon. Un spectre de référence est donc acquis pour chaque série de mesures sur un échantillon et il peut être acquis de deux manières différentes :

- dans l'air : le spectre de référence est le spectre propre de la pointe AFM libre dans l'air (sans contact) loin de l'échantillon ;
- dans une zone non-texturée de l'échantillon : le spectre de référence est le spectre moyen d'une surface non-texturée de l'échantillon analysé. Dans ce cas, 21 spectres (21 points de mesure espacés de 10 μm) sont enregistrés sur une zone non-texturée suffisamment éloignée des texturations. Les 21 spectres mesurés sont ensuite moyennés pour obtenir un spectre moyen, défini comme spectre de référence.

Si le spectre de référence est pris dans l'air, les variations d'amplitude de $\text{Re}(S_{11})$ obtenues après traitement des données sont associées à la fois au matériau de l'échantillon (contraintes potentielles présentes initialement et/ou introduites lors des traitements de préparation) et au traitement laser ; ce qui rend les analyses plus difficiles. L'objectif étant la caractérisation des variations induites par la texturation laser, le spectre de référence choisi pour cette étude est donc le spectre moyen d'une surface non-texturée de l'échantillon analysé. Cette méthode de mesure est plus adaptée et plus précise. Ainsi, seules les variations induites par le traitement laser peuvent être analysées.

Les spectres acquis sur une surface texturée (surface d'intérêt dans cette étude) sont appelés spectres de l'échantillon. Les changements dans l'échantillon provoquent une variation de l'amplitude de $\text{Re}(S_{11})$ mais également une variation de la fréquence de résonance, entre le spectre de référence et le spectre de l'échantillon (Figure 46b).

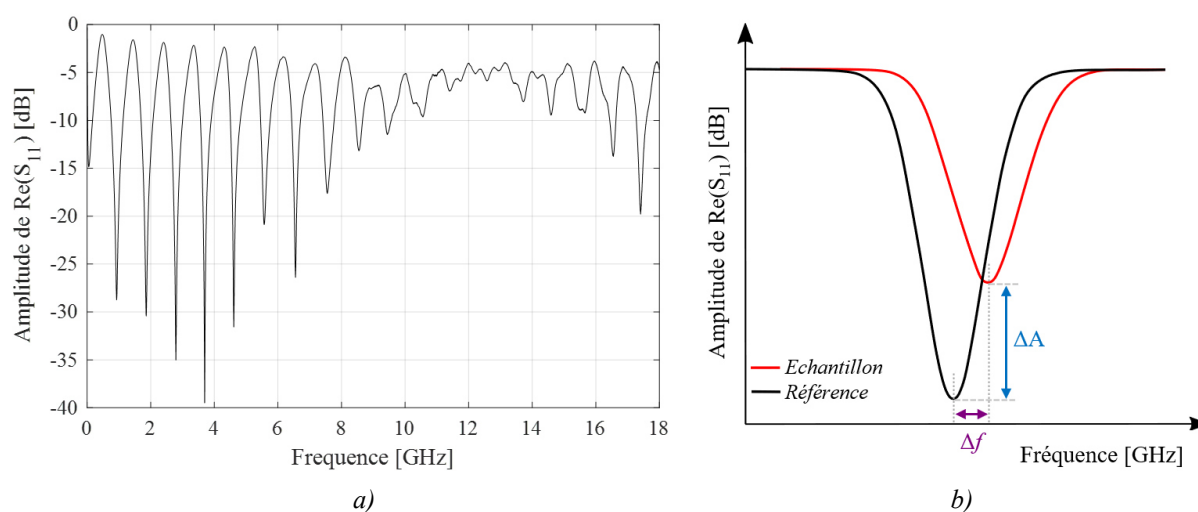


Figure 46. Amplitude du coefficient de réflexion S_{11} en fonction de la fréquence
a) Exemple de spectre de fréquence ; b) Variations en fréquence et en amplitude entre la référence et l'échantillon

Concernant le traitement des données de sortie du SMM, deux stratégies d'analyse sont possibles pour analyser les variations d'amplitude du coefficient S_{11} entre le spectre de référence et les spectres de l'échantillon :

1. Analyse de la variation d'amplitude pour des fréquences fixes
Dans ce cas, les fréquences fixes correspondent aux fréquences de résonance du spectre de référence. Puis les amplitudes du coefficient S_{11} sont extraites à ces fréquences définies (Figure 47a).
2. Analyse de la variation d'amplitude aux fréquences de résonance de chaque spectre
Dans ce cas, les amplitudes du coefficient S_{11} sont extraites pour chaque fréquence de résonance de chaque spectre (Figure 47b).

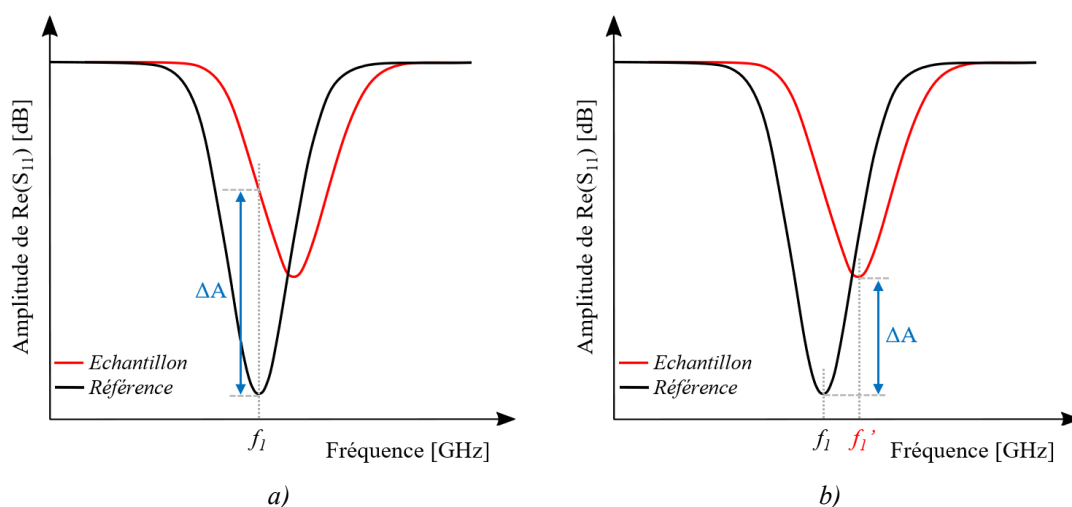


Figure 47. Variations analysées entre le spectre de référence et un spectre de l'échantillon
a) Variation d'amplitude en considérant une fréquence fixe f_1 , f_1 est la fréquence de résonance du spectre de référence ; b) Variation d'amplitude aux fréquences de résonance, f_1 est la fréquence de résonance du spectre de référence et f_1' est la fréquence de résonance du spectre de l'échantillon.

La méthode d'analyse de la variation d'amplitude aux fréquences de résonance de chaque spectre a été privilégiée, lors de cette présente étude, afin de considérer les réponses propres à l'échantillon. Toutefois les écarts entre les deux méthodes sont minimes voire inexistantes. Ainsi, les amplitudes du coefficient S_{11} aux fréquences de résonances sont identifiées pour l'ensemble des spectres acquis. Puis, les différences entre les amplitudes issues des spectres de l'échantillon et celles du spectre de référence sont déterminées pour chaque fréquence de résonance. Les scripts de calculs pour traiter les données ont été développés sous OCTAVE [221]. La méthode de mesure et le traitement des données sont résumés ci-dessous :

1. Mesures
 - a. Démarrage de l'ensemble des instruments de mesures et attente pendant 30 min.
 - b. Etalonnage de l'équipement
L'étalonnage du SMM permet d'améliorer considérablement la précision de la mesure. Un kit d'étalonnage automatique (Anritsu TOSLKF50A-20 pour Copper Mountain Technologies) a été utilisé. Au cours d'un étalonnage complet, les données d'étalonnage sont mesurées en connectant un étalon « OPEN », un étalon « SHORT »

puis un étalon « LOAD » au port du VNA. L'analyseur compare les paramètres mesurés des étalons à leurs valeurs prédéfinies et calcule donc les coefficients d'étalonnage pour chaque fréquence de mesure (erreurs systématiques). Cette méthode d'étalonnage permet de compenser les trois termes d'erreur systématique suivants : E_{d1} erreur liée à la directivité (« directivity »), E_{s1} erreur liée à la désadaptation de la source (« source match ») et E_{r1} erreur liée la réponse fréquentielle du système pour la mesure de réflexion A/R (« reflection tracking »). La liste des coefficients d'étalonnage est sauvegardée dans le logiciel du SMM et utilisée lors des mesures pour calculer la valeur réelle du coefficient de réflexion S_{11} . En d'autres termes, l'étalonnage se fait à l'extrémité du câble coaxial afin d'enlever les perturbations/influences induites par ce même câble sur le signal micro-ondes, de sorte que toutes mesures ensuite seront liées à l'échantillon testé et dans une moindre mesure à l'adaptateur d'impédance 50 ohms et au levier AFM.

Un étalonnage complet a été réalisé avant chaque série de mesures, excepté lorsque des séries de mesures ont été acquises successivement le même jour. Après une non-utilisation de plus de 8 heures, le SMM a été étalonné avant de débiter les mesures.

- c. Acquisition du spectre de référence : mesure d'une zone non-texturée
21 points de mesures (21 spectres), espacés de 10 μm , sont réalisés.
- d. Acquisition des spectres de l'échantillon : mesure d'une zone texturée
Des séries de points de mesures, espacés de 10 μm ou 15 μm , ont été menées. Un point de mesure correspond à un spectre contenant 30000 valeurs. Dans un premier temps, des lignes de points de mesure (1D) au travers de plusieurs impacts laser (80 à 100 spectres/série) ont été effectuées (mode de mesure manuel). Dans un second temps, un mode de mesure automatique a été mis en place, cela a permis de réaliser des séries comportant davantage de points de mesure. En effet, les mesures faites manuellement demandent beaucoup de temps et une grande rigueur. Grâce à l'acquisition automatique des spectres, des cartographies d'impact laser (2D) ont été réalisées (\approx 450 spectres/série).

2. Traitement des données

- a. Extraction de l'amplitude aux fréquences de résonance dans le spectre de référence (Figure 48).
- b. Extraction des amplitudes aux fréquences de résonance pour chaque spectre de l'échantillon.
- c. Détermination des variations d'amplitude pour chaque fréquence (chaque profondeur d'analyse)
Pour l'ensemble des spectres de l'échantillon enregistrés, la différence entre les amplitudes de résonance de l'échantillon et les amplitudes de résonance de référence est déterminée pour chaque fréquence.
- d. Redressement des courbes de variation d'amplitude
Pour chaque fréquence (ou profondeur d'analyse), une régression linéaire est ajustée sur les premiers points de mesures de la série non affectés par le traitement laser (du 1^{er} au 10^{ème} point de mesure voire jusqu'au 15^{ème} point). Ensuite, les variations d'amplitude calculées précédemment sont redressées (Figure 49).

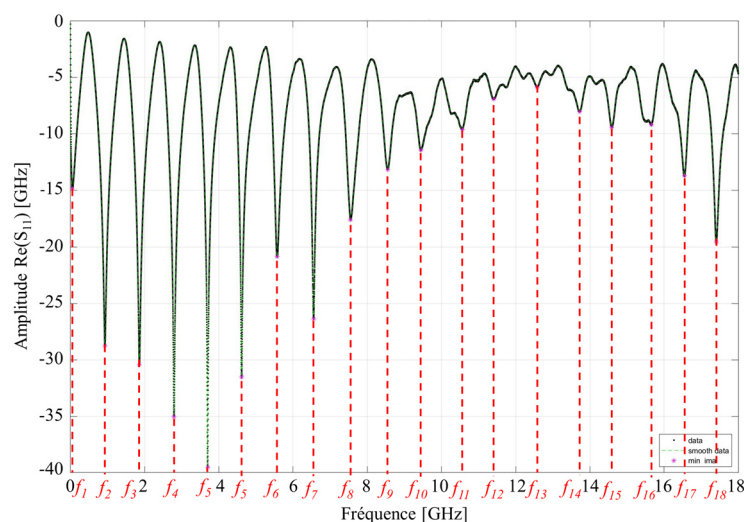


Figure 48. Exemple de détection des fréquences de résonance dans un spectre

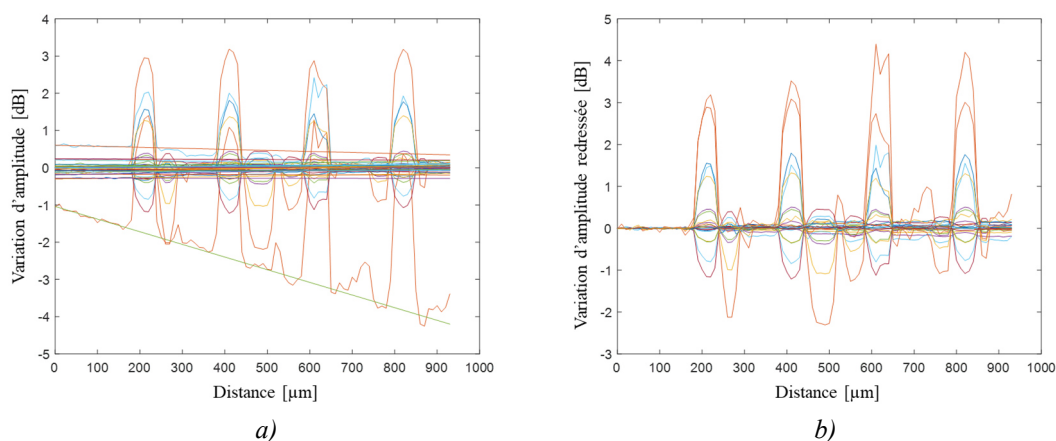


Figure 49. Exemple de courbes de variations d'amplitude en fonction de la distance mesurée sur un échantillon texturé de titane – a) Variations d'amplitude en fonction de la distance pour différente profondeur d'analyse, au travers de quatre cavités laser ; b) Variations d'amplitude redressées

Les amplitudes et les variations d'amplitude sont exprimées en décibel. Ces grandeurs ne correspondent pas directement aux valeurs des contraintes résiduelles, couramment exprimées en MPa. Des travaux pour établir la correspondance entre les amplitudes du coefficient S_{11} et les contraintes résiduelles sont en cours au laboratoire ICB de Dijon. Dans le cadre de cette présente étude, les états de contraintes résiduelles des surfaces analysées ont donc été évalués de manière comparative.

5. Conclusion

Dans cette étude, trois matériaux ont été étudiés : le titane (T40), l'alliage Ti6Al4V (TA6V) et le nickel (Ni200). Ces matériaux ont été sélectionnés en raison de leurs nombreuses applications industrielles. Les propriétés des trois matériaux ont été détaillées. Les échantillons se présentent sous forme de pions de diamètre 20 ou 25 mm et d'épaisseur d'environ 15 mm. Afin d'homogénéiser et minimiser les contraintes résiduelles initiales, présentes dans les surfaces d'étude, les échantillons ont été polis mécaniquement à l'aide d'un protocole minutieusement défini. Puis les surfaces polies ont été matifiées à l'aide d'une attaque chimique. Les surfaces préparées ont ensuite été texturées à l'aide d'un laser à fibre. Ce laser impulsionnel nanoseconde délivre des impulsions laser de durée 100 ns et de longueur d'onde 1064 nm. La puissance moyenne du laser et la fréquence de répétition du laser sont modulables. Dans cette étude, la fluence est comprise entre $0,9 \text{ J.cm}^{-2}$ et $29,1 \text{ J.cm}^{-2}$. L'interaction entre les impacts laser a aussi été étudiée. Ainsi, deux types de motifs ont été texturés, des impacts isolés ou des impacts groupés (matrice $2 \times 2 \text{ mm}$). Afin de caractériser les effets induits par le traitement laser, différentes techniques expérimentales ont été utilisées et sont détaillées dans ce chapitre. La morphologie des textures a été analysée par microscopie optique, profilométrie optique et microscopie électronique. La chimie de l'extrême surface a été identifiée à l'aide de la spectroscopie XPS. D'autre part, l'état mécanique des surfaces texturées a été exploré au moyen de la diffraction par rayons X et de la microscopie micro-ondes. Au cours de ce travail, la diffraction par rayons X a permis de déterminer macroscopiquement les contraintes résiduelles induites par la texturation laser. En parallèle, une nouvelle technique, la microscopie micro-ondes (SMM), a permis d'estimer plus localement ces contraintes résiduelles.

Ainsi, les moyens d'analyses ont été exposés, les résultats de l'ensemble des travaux expérimentaux peuvent donc être présentés. Tout d'abord, l'évolution de la topographie des surfaces texturées est analysée en fonction des paramètres laser (fluence, nombre d'impulsions). Ensuite, les modifications chimiques induites par le traitement à l'échelle des cavités sont présentées. Enfin, les résultats des mesures par DRX et par microscopie micro-ondes sont détaillés. Les effets du traitement laser sur les contraintes résiduelles sont alors discutés.

III. Etude expérimentale des surfaces micro-texturées

Ce chapitre détaille les résultats des caractérisations expérimentales des surfaces texturées. L'influence des paramètres laser sur la morphologie des textures, créées sur des échantillons de titane (T40), d'alliage Ti6Al4V (TA6V) et de nickel (Ni200), est alors mise en évidence. L'effet du traitement laser sur la composition chimique des surfaces a été investigué et les éléments chimiques détectés au sein des surfaces texturées sont présentés. Le traitement laser provoque une augmentation de la température, la fusion et l'évaporation du métal modifiant ainsi simultanément la topographie, la composition chimique et la microstructure superficielles. Des modifications structurelles susceptibles de générer des contraintes très localisées sur l'extrême surface peuvent alors apparaître [222]. Néanmoins, au niveau de l'extrême surface, l'état mécanique final de la surface traitée est encore mal connu en profondeur et latéralement. Etant donné que les contraintes résiduelles peuvent affecter les performances de la surface, il convient donc d'étudier les propriétés mécaniques des surfaces texturées. La modification de l'état mécanique des surfaces, induite par la texturation laser, a été évaluée à l'aide de la DRX et de la microscopie micro-ondes. Les mesures par DRX ont été effectuées sur des échantillons de titane (T40) et de nickel (Ni200). De nombreuses mesures ont été réalisées par microscopie micro-ondes, toutefois, seuls les résultats les plus intéressants obtenus au cours de ces travaux de recherche sont présentés. Ainsi, l'analyse des contraintes résiduelles par microscopie micro-ondes se focalise principalement sur des échantillons de titane (T40). En effet, le nickel étant ferromagnétique (perméabilité magnétique relative de l'ordre de 600 H.m^{-1}), la profondeur de pénétration des micro-ondes utilisées est très faible dans ce matériau.

1. Analyse topographique des surfaces texturées

Les échantillons de titane (T40), Ti6Al4V (TA6V) et nickel (Ni200) ont été traités à l'aide d'un laser impulsionnel nanoseconde pour générer en surface des microstructures. La morphologie des microstructures a été modifiée en modulant différents paramètres laser (fluence, nombre d'impulsions) et différents paramètres de texturation (pas entre les cavités). Par exemple, la Figure 50 montre des régions de matrices de cavités générées avec une fluence de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ (F12) sur une surface de titane T40, 10 (N10), 20 (N20) ou 40 (N40) impulsions laser par cavité et un pas de $200 \mu\text{m}$ ou $50 \mu\text{m}$ entre les cavités.

Comme expliqué dans les chapitres précédents, le flux d'énergie délivré par le faisceau laser est caractérisé par la fluence F (Equation (9)). Par la suite, la fluence est notée F_x où x correspond à la valeur arrondie de la fluence en J.cm^{-2} (par exemple F12 signifie une fluence de 12 J.cm^{-2}). De même, le nombre d'impulsions laser est noté N_y où y correspond au nombre d'impulsions laser programmé par cavité (par exemple N5 signifie 5 impulsions laser par cavité). D'autre part, les termes cavité et impact sont utilisés sans distinction pour désigner les texturations créées sur les échantillons.

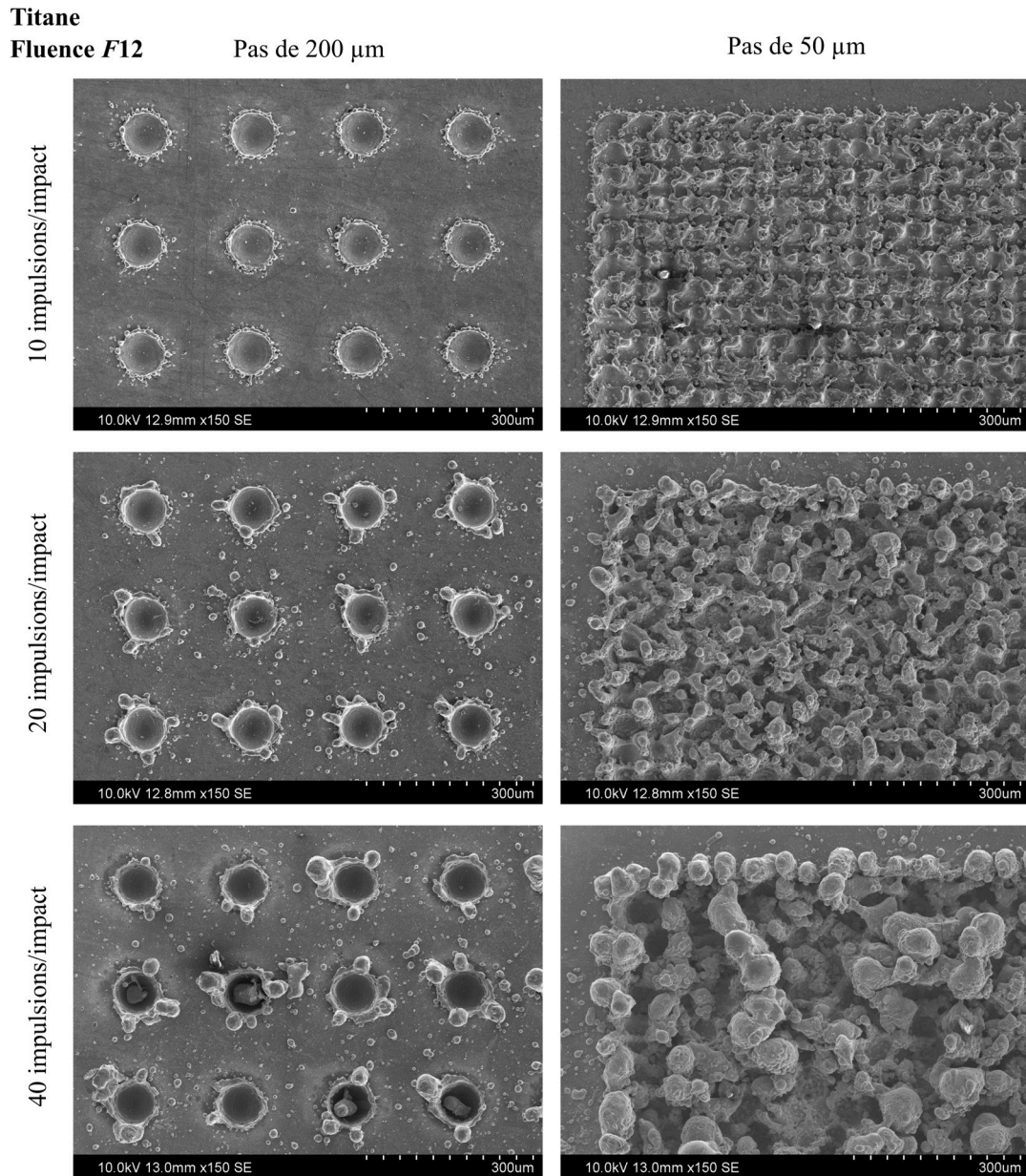


Figure 50. Images électroniques, en mode électrons secondaires, de zones de matrices de texturation laser sur une surface de titane (T40). Les impacts sont obtenus avec 10, 20 ou 40 impulsions laser de fluence $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ et sont espacés de 200 μm ou 50 μm .

Pour un pas de 200 μm , les cavités sont clairement visibles, bien distinctes les unes par rapport aux autres et uniformément espacées (Figure 50, images de gauche). Le matériau éjecté est accumulé en périphérie des cavités (gouttes/billes de matière resolidifiée). Des particules de matière sont présentes sur toute la surface autour des cavités et certaines sont également à l'intérieur de celles-ci. A l'inverse, pour un pas de 50 μm , la surface texturée est très irrégulière et les cavités ne sont pas identifiables (Figure 50, images de droite). Les structures formées ne sont pas périodiques et sont entremêlées de façon aléatoire. Le pas entre les impacts modifie donc significativement la topographie de la surface texturée. Les texturations créées par des matrices d'impacts espacés de 50 μm présentent donc des morphologies très complexes qui ne peuvent pas être mesurées précisément. Ainsi, seules les morphologies des impacts isolés ou en

matrice espacés de 200 μm ont été analysées et mesurées par microscopie optique et profilométrie optique.

Quatre critères géométriques ont été analysés : la profondeur du trou, le diamètre du trou, la hauteur du bourrelet de matière créée en périphérie du trou et le diamètre de la zone affectée thermiquement. Les mesures de la hauteur du bourrelet et du diamètre de la zone affectée thermiquement se sont avérées difficiles. En effet les bourrelets en périphérie des cavités sont très irréguliers (Figure 50, images de gauche). Les zones affectées thermiquement (ZAT) sont caractérisées par un anneau coloré autour de la cavité, correspondant à l'oxydation de la surface. Les ZAT ont donc été évaluées en observant la variation de couleur des surfaces. Toutefois, les limites sont incertaines, ce qui ne permet pas de déterminer précisément ces zones. L'évolution des dommages thermiques peut être appréciée en comparant les micrographies des cavités produites à l'aide d'une fluence laser fixe et un nombre croissant d'impulsions laser. Plus le nombre d'impulsions laser est élevé, plus la couleur des particules éjectées est sombre et particulière (Figure 51 et Figure 52). D'autre part, pour des paramètres laser identiques (fluence et nombre d'impulsions), les effets thermiques sont plus importants lorsque les cavités sont groupées. La Figure 51 et la Figure 52 montrent en effet une coloration surfacique plus intense ainsi que des bourrelets et des particules plus sombres en périphérie des cavités groupées. Pour ces cavités, les modifications thermiques semblent effectivement se superposer, ce qui entraîne une oxydation de surface plus importante. Globalement, les morphologies et les dimensions des cavités générées sur le titane (T40) ou l'alliage Ti6Al4V (TA6V) semblent très proches. Toutefois, comme illustré dans la Figure 53, les dimensions des cavités créées sur le nickel sont inférieures à celles obtenues sur le titane (T40) ou l'alliage Ti6Al4V (TA6V). De plus, pour des conditions de texturation laser identiques (fluence, nombre d'impulsions et pas entre les impacts), la surface de titane semble présenter une plus grande région oxydée. Cette observation peut s'expliquer par la différence de conductivité thermique entre les deux matériaux. En effet, la conductivité thermique du nickel est nettement supérieure à celle du titane. Or, il est connu que plus la conductivité thermique est élevée, plus la chaleur est évacuée rapidement. La chaleur se dissipe donc plus rapidement dans le nickel que dans le titane et ses alliages, la région affectée thermiquement par le laser est donc plus limitée sur ce matériau.

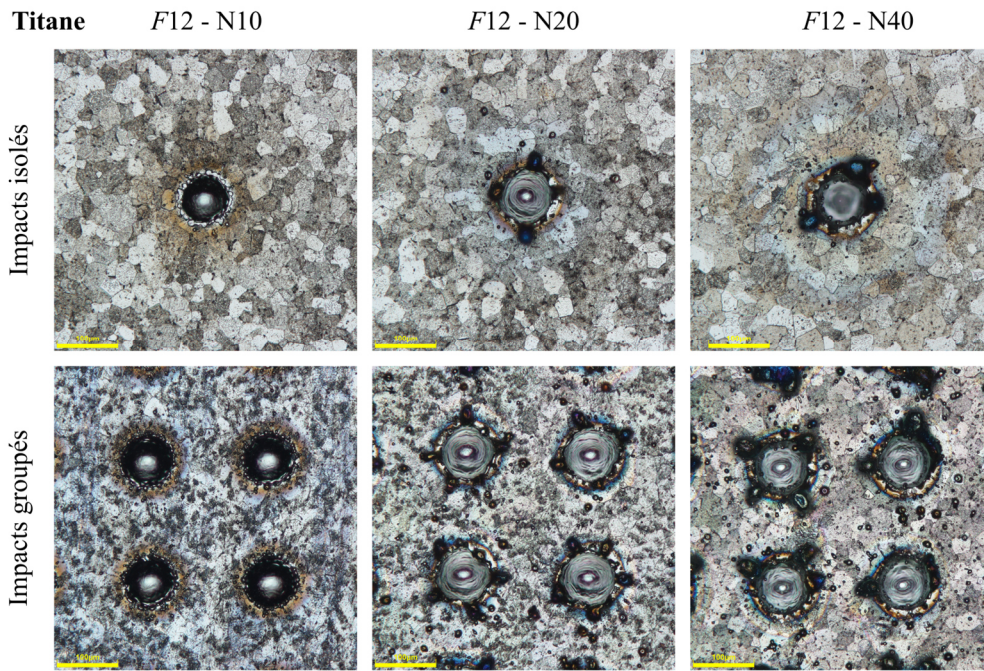


Figure 51. Micrographies optiques d'impacts isolés ou groupés espacés de 200 μm , texturés sur une surface de titane (T40) avec 10, 20 ou 40 impulsions laser (N10, N20 ou N40) de fluence $11,6 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ (F12)

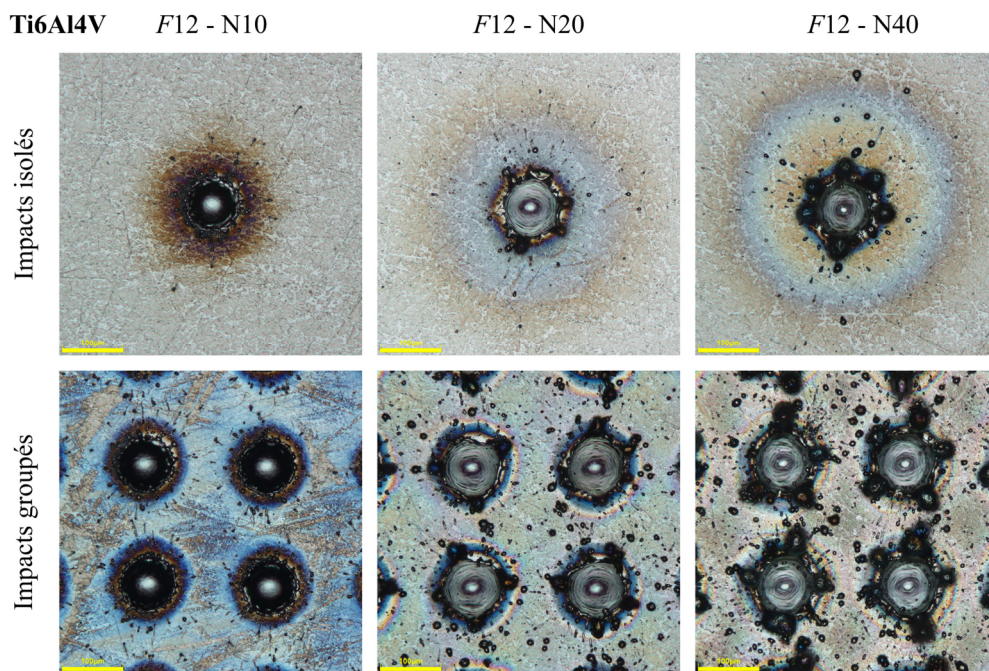


Figure 52. Micrographies optiques d'impacts isolés ou groupés espacés de 200 μm , texturés sur une surface d'alliage Ti6Al4V (TA6V) avec 10, 20 ou 40 impulsions laser (N10, N20 ou N40) de fluence $11,6 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ (F12)

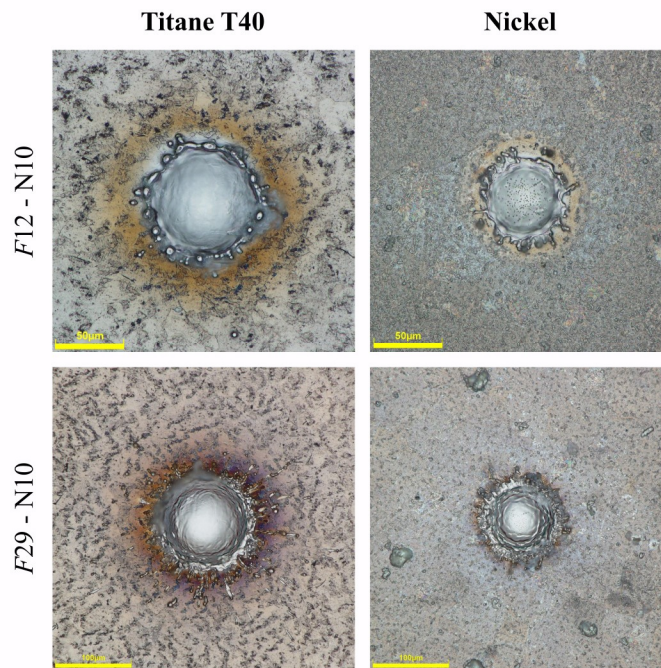


Figure 53. Micrographies optiques d'impacts isolés, texturés sur une surface de titane (T40) ou de nickel (Ni200) avec 10 impulsions laser (N10) de fluence $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ (F12) ou $29,1 \text{ J.cm}^{-2}$ (F29)

Les vues en coupe des cavités mettent en évidence une étroite zone à l'intérieur des cavités, où la microstructure apparaît plus fine (Figure 54, ligne pointillée bleue). Le bourrelet de matière autour des cavités présente d'ailleurs ce même type de microstructure. Ce type de changement est induit par la fusion et la resolidification du métal très localisée en surface du matériau. Pour le titane, par exemple, l'épaisseur de la zone modifiée est estimée à $3 \mu\text{m}$ pour une cavité produite avec 20 ou 40 impulsions laser de fluence $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$.

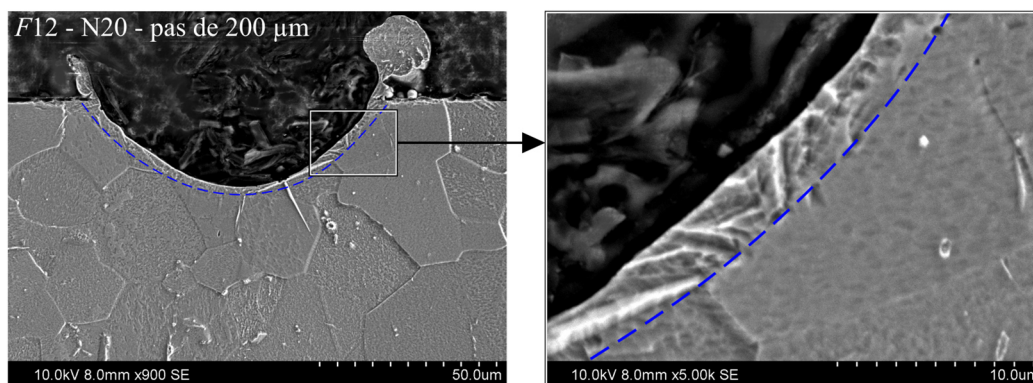


Figure 54. Images électroniques, en mode électrons secondaires, vue en coupe d'une cavité de titane obtenue avec une fluence laser de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ et 20 impulsions laser. La cavité appartient à une matrice de cavités espacées de $200 \mu\text{m}$. La ligne pointillée bleue définit la zone ayant une microstructure modifiée et plus fine.

Comme annoncé, l'évolution de la profondeur et du diamètre des cavités a également été analysée en fonction des paramètres de texturation. Les mesures effectuées au profilomètre et au microscope ont été comparées pour confirmer les mesures. Le profilomètre a permis de comparer la morphologie des impacts isolés et des impacts groupés, pour trois fluences laser

(F8, F12 et F29) et trois nombres d'impulsions laser différents (N10, N20 et N40). Néanmoins, les acquisitions menées par le profilomètre étant longues ($400\ \mu\text{m} \times 400\ \mu\text{m} \approx 1\text{h}30$; $1,25\ \text{mm} \times 1,25\ \text{mm} \approx 10\text{h}30$), le microscope optique a été employé pour déterminer la morphologie des cavités pour l'ensemble des fluences laser, pour le titane T40 et l'alliage Ti6Al4V (matrice de cavités espacées de $200\ \mu\text{m}$). Les impacts groupés texturés sur le nickel ont été étudiés seulement pour quelques fluences laser. Le profilomètre est un outil de mesure tridimensionnel tandis que le microscope numérique est un moyen de mesure 2D (dans le plan de l'échantillon). Les mesures des profondeurs avec le microscope ont donc été réalisées selon la direction hors plan, par conséquent la précision de ces mesures est limitée. En effet, comme illustré en Annexe 5, l'analyse comparative des diamètres et des profondeurs d'impacts montre une légère surévaluation des grandeurs obtenues avec le microscope numérique par rapport au profilomètre, mais qui reste acceptable (soit en moyenne 15% de plus pour les diamètres et 10% pour les profondeurs).

Afin d'estimer l'influence des cavités voisines et de la stratégie de traitement, la même procédure d'analyse a été appliquée sur des cavités isolées et groupées (Figure 55). Les mesures des impacts isolés sont les moyennes des mesures de quatre impacts isolés. Et les mesures des impacts groupés (cavités espacées de $200\ \mu\text{m}$) sont les moyennes des mesures de six impacts groupés. Les mesures des diamètres d'impacts sont présentées dans la Figure 56, tandis que les mesures des profondeurs des cavités sont exposées Figure 57. Ces mesures par profilométrie montrent que le diamètre est peu influencé par le nombre d'impulsions car il est essentiellement contrôlé par la répartition d'intensité lumineuse dans le faisceau laser. De ce fait, le diamètre augmente donc avec la fluence, probablement parce que la partie du spot laser dans laquelle la fluence locale dépasse le seuil d'ablation est d'autant plus grande que la fluence moyenne est grande. Toutefois, la différence entre les diamètres des impacts isolés et groupés semble peu significative. En effet, la majorité (plus de 80%) des variations des diamètres entre ces différents impacts sont inférieures à trois écarts-types.

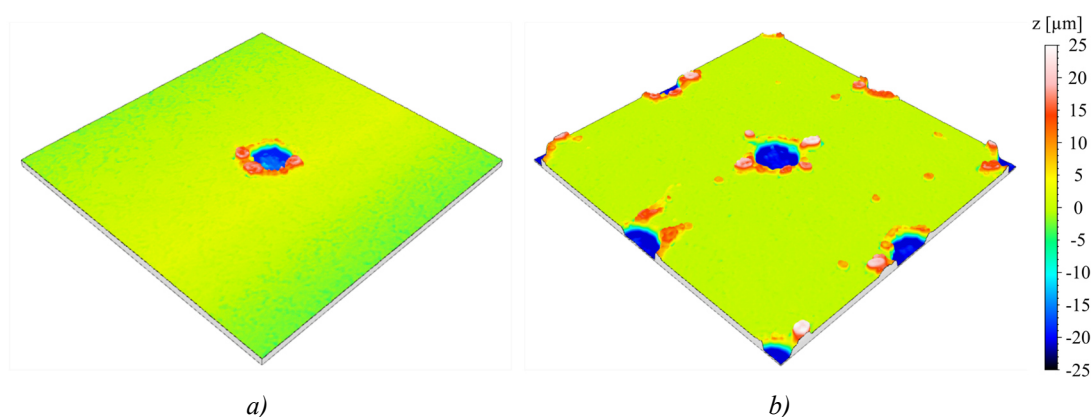


Figure 55. Reconstitutions 3D de cavités texturées avec une fluence laser de $8,4\ \text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$ et 20 impulsions laser (surfaces de $400 \times 400\ \mu\text{m}$) – a) Cavité isolée ; b) Cavité groupée d'une matrice de cavités espacées de $200\ \mu\text{m}$

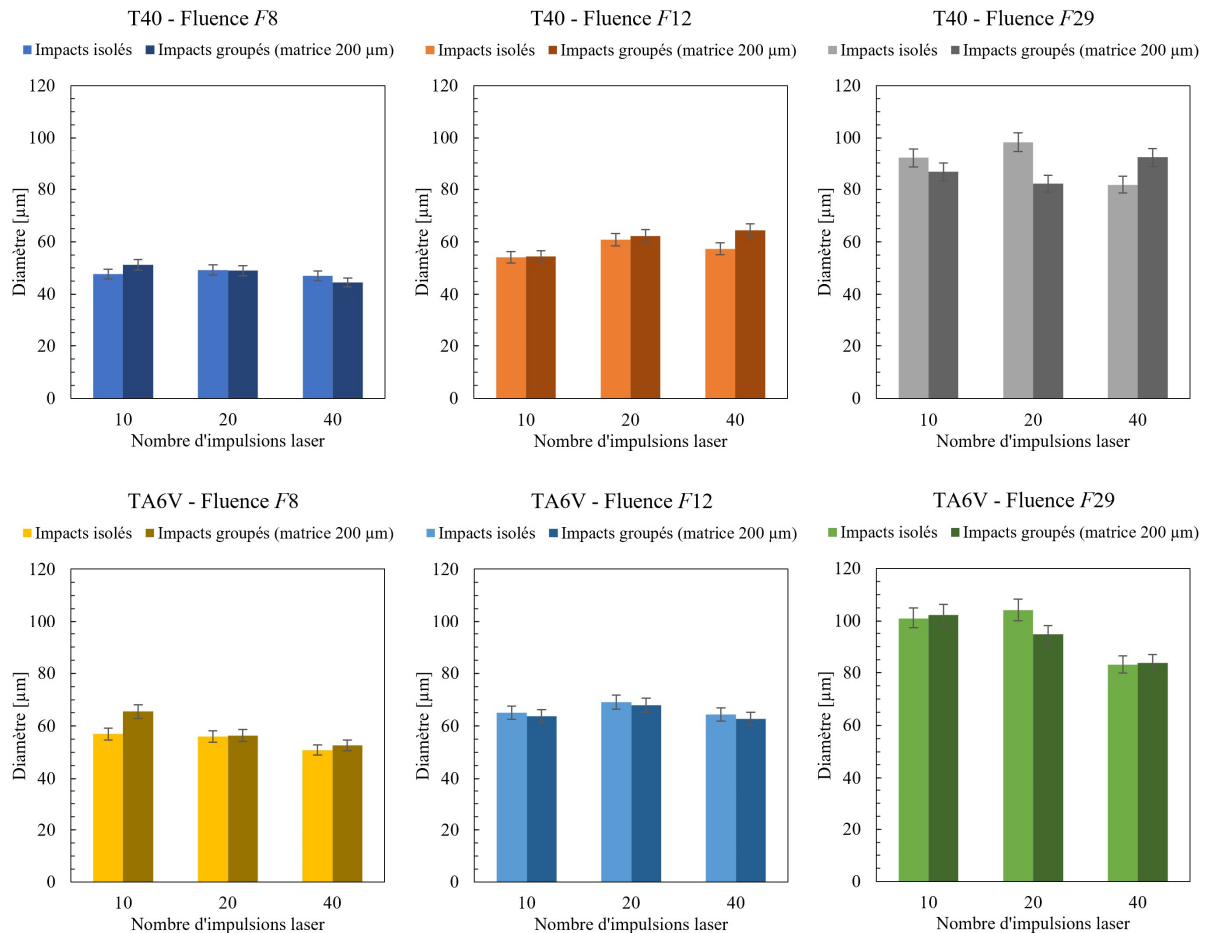


Figure 56. Comparaison des mesures des diamètres des impacts isolés ou groupés (cavités espacées de 200 μm), impacts texturés sur une surface de titane (T40) ou de Ti6Al4V (TA6V), mesures réalisées par profilométrie

Le nombre d'impulsions a bien évidemment aussi une influence importante sur l'évolution de la profondeur, car à chaque impulsion répétée au même endroit, de la matière est ablatée. En revanche, tel que présenté pour l'évolution des diamètres, l'évolution des profondeurs est quasi semblable entre les cavités isolées et groupées. Enfin à paramètres de texturation identiques, les variations de diamètres et de profondeurs sont très similaires entre le titane (T40) et le Ti6Al4V (TA6V). Cela montre que la réflectivité de la surface et les propriétés d'absorption du faisceau par le matériau (loi de Beer-Lambert) sont relativement comparables pour les deux matériaux. Ces résultats démontrent d'ailleurs que le diamètre et la profondeur sont peu affectés par les éléments d'alliage et la microstructure. Cela pose la question suivante : Ces résultats sont-ils spécifiques aux alliages de titane ou peuvent-ils être extrapolés à un panel de matériaux plus large (aciers, base nickel, laiton, céramiques, etc.) ?

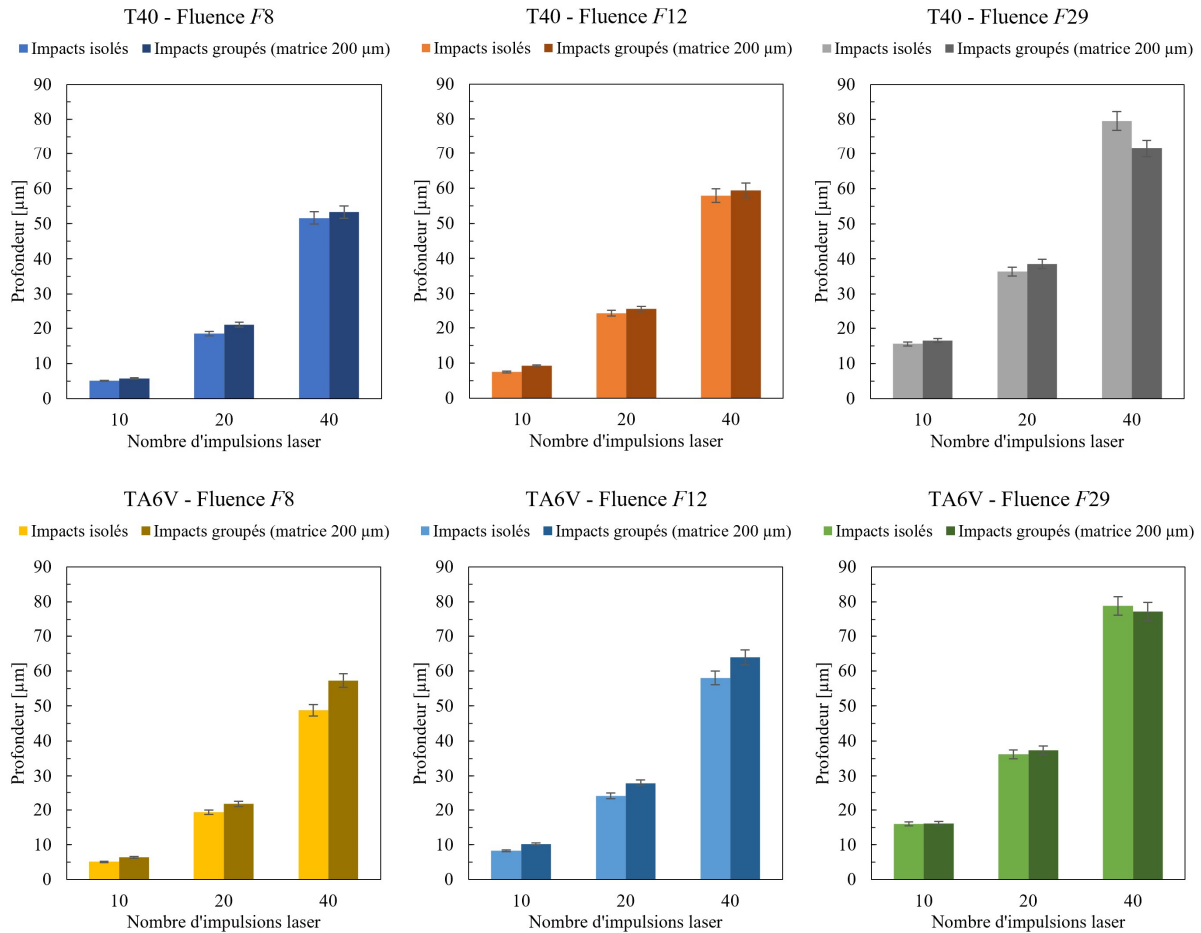


Figure 57. Comparaison des mesures des profondeurs des impacts isolés ou groupés (cavités espacées de 200 μm), impacts texturés sur une surface de titane (T40) ou de Ti6Al4V (TA6V), mesures réalisées par profilométrie

Afin d'approfondir l'évolution de la morphologie des impacts texturés sur les trois matériaux étudiés (titane (T40), alliage Ti6Al4V (TA6V) et nickel), des mesures par microscopie numérique ont donc été réalisées.

Les impacts mesurés appartiennent à des matrices de cavités espacées de 200 μm. Avec une telle disposition des cavités, la topographie des cavités individuelles peut être analysée précisément. Les graphiques présentés Figure 58, Figure 60 et Figure 62 mettent en évidence l'évolution de la profondeur des cavités en fonction de la fluence laser et du nombre d'impulsions laser. Une fluence seuil, fluence en dessous de laquelle les cavités créées ont une profondeur négligeable, peut être définie pour chacun des matériaux texturés et pour un nombre d'impulsions laser donné. Cet effet de seuil a déjà été observé dans la littérature [45]. Il est intéressant de noter que la fluence seuil est significativement plus élevée pour un nombre d'impulsions laser faible et qu'elle sature ensuite, à partir d'environ 20 impulsions laser pour le titane (T40) et l'alliage Ti6Al4V (TA6V). Malheureusement, les données expérimentales pour le nickel sont insuffisantes pour déterminer le nombre d'impulsions laser à partir duquel la fluence seuil n'évolue plus (Figure 63a). Au-delà de la fluence seuil, la profondeur des cavités augmente rapidement puis ralentit. Ceci peut être expliqué par un effet purement géométrique. Lorsque la profondeur de la cavité augmente, une fraction croissante de métal fondu et vaporisé ne peut alors plus quitter la cavité et se solidifie à l'intérieur de celle-ci. La matière affectée par

le traitement laser n'est donc plus expulsée de la cavité, ainsi la profondeur de la cavité évolue peu. Pour décrire l'effet de seuil et le comportement asymptotique de la profondeur z , un modèle mathématique simple est proposé. Ce modèle est décrit par l'équation (40) :

$$z_N = a (F - F_0)^m \quad (40)$$

F désigne la fluence et F_0 un seuil de fluence. Les paramètres a , F_0 et m sont ajustés par la méthode des moindres carrés pour un nombre d'impulsions laser fixe. Dans cette équation, l'augmentation de la profondeur avec l'augmentation du nombre d'impulsions laser n'apparaît pas explicitement. En complément et en s'appuyant sur les travaux de Jee et al. [33], un modèle cumulatif de l'effet du nombre d'impulsions laser N est formalisé à l'aide de l'équation (41) :

$$F_0 = A + B N^p \quad (41)$$

où F_0 est la fluence seuil, A , B et p sont des constantes ajustées par la méthode des moindres carrés. Ce modèle est présenté Figure 58a dans le cas du titane (T40), Figure 60a pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V) et Figure 62a pour le nickel (Ni200). Plusieurs différences entre ces modèles et le modèle proposé par Jee *et al.* peuvent être mise en évidence. Dans les cas présentés ici, un terme constant A est introduit pour considérer le fait que, lorsque la fluence est trop faible, la chaleur déposée dans le matériau se dissipe entre deux impulsions laser. En dessous d'une fluence seuil, il n'y a pas d'ablation quel que soit le nombre d'impulsions laser. Ce terme n'apparaît pas dans l'étude de Jee *et al.* car ils observent les modifications de surface, du cuivre ou de l'aluminium, induites par des mécanismes d'ablation nuls ou limités. Les résultats exposés dans la présente étude montrent qu'en dessous de 2 J.cm^{-2} pour le titane (T40) et le Ti6Al4V (TA6V), et en dessous de 4 J.cm^{-2} pour le nickel (Ni200), seules des ondulations ou une fusion superficielles se produisent et le métal n'est pas éjecté par le faisceau laser. La valeur de l'exposant p est également très différente dans cette étude, $-2,31$ pour le titane, $-1,80$ pour l'alliage Ti6Al4V et $-0,97$ pour le nickel, tandis que p est égal à $-0,08$ dans l'étude de Jee *et al.* Ceci peut être expliqué par la différence de conductivité thermique entre les matériaux. En effet la conductivité thermique est très élevée pour le cuivre ($390 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et l'aluminium ($185 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), relativement élevée pour le nickel ($70 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$), moyenne pour le titane ($22 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et faible pour l'alliage Ti6Al4V ($7 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Plus la conductivité thermique du matériau traité par laser est élevée plus le coefficient p de l'équation (41) semble donc faible. Toutefois, pour l'alliage Ti6Al4V cette hypothèse n'est pas vérifiée. La Figure 59a, la Figure 61a et la Figure 63a montrent également que, pour un faible nombre d'impulsions laser (< 5), une fluence très élevée est nécessaire pour initier l'ablation de matière. L'effet cumulatif des impulsions laser est donc très important pour obtenir une texturation de surface efficace. Cependant, cet effet cumulatif sature rapidement après 15-20 impulsions laser pouvant être expliqué par l'apparition d'un état d'équilibre thermique. Ce changement de régime peut être observé au travers des paramètres a et m de l'équation (40). Les évolutions de ces deux paramètres en fonction du nombre d'impulsions laser N sont présentées pour les trois matériaux étudiés dans les Figure 59b,c, Figure 61b,c et Figure 63b,c. Dans le cas du titane (T40) et du Ti6Al4V (TA6V), un changement de comportement est en effet constaté dans l'évolution des paramètres a et m , entre 20 et 30 impulsions laser et entre 10 et 15 impulsions pour le nickel.

Ce changement peut matérialiser deux régimes d'ablation distincts selon le nombre d'impulsions laser. Pour le premier régime (nombre d'impulsions faible), chaque impulsion est potentiellement appliquée sur une surface solide de plus en plus chaude ; tandis que pour le deuxième régime (nombre d'impulsions élevé), il est probable qu'une partie des impulsions laser interagissent directement avec une surface métallique liquide. L'existence de ces deux régimes pourrait donc éventuellement être liée à l'état et à la température de la surface irradiée.

Titane (T40) – Evolution de la profondeur des cavités

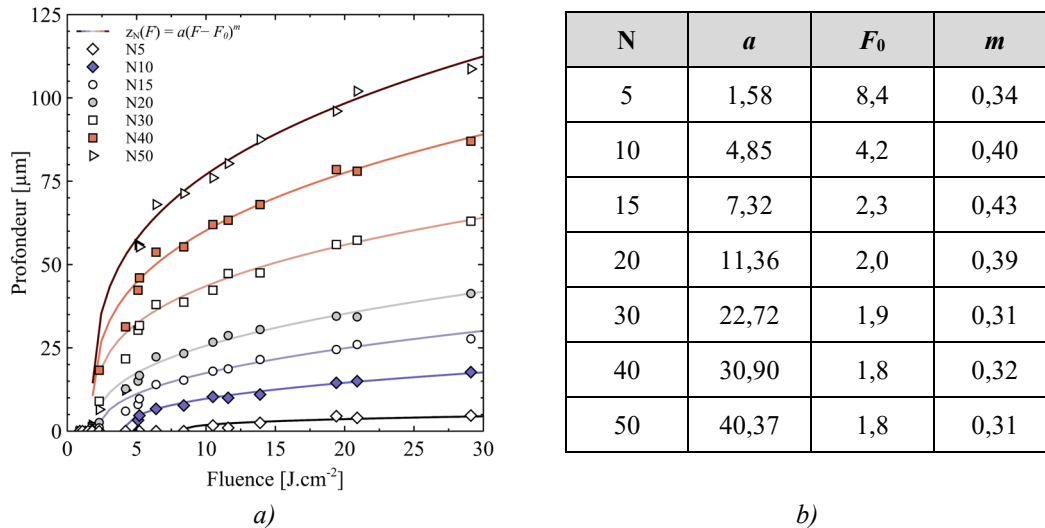


Figure 58. Évolution de la profondeur des cavités texturées sur le titane (T40) – a) Évolution de la profondeur des cavités en fonction de la fluence pour différents nombres d'impulsions laser. Les points représentent les valeurs mesurées et les lignes représentent l'équation ajustée (40) ; b) Tableaux listant les coefficients de l'équation (40) ajustés par la méthode des moindres carrés pour différents nombres d'impulsions laser

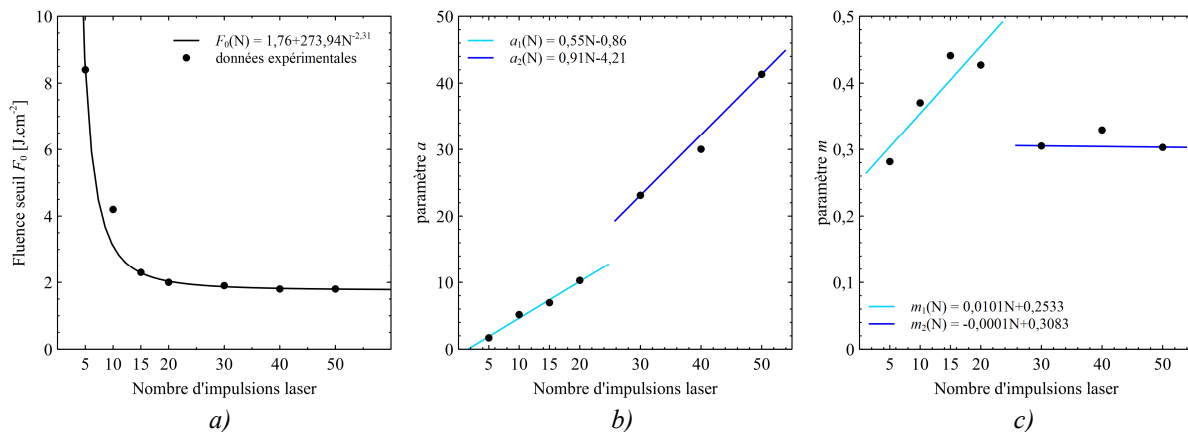


Figure 59. Evolution des paramètres de l'équation (40) modélisant l'évolution de la profondeur des cavités texturées sur le titane (T40) – a) Evolution de la fluence seuil en fonction du nombre d'impulsions (points : données expérimentales, ligne : équation ajustée (41)) ; b) et c) Evolution des paramètres a et m de l'équation (40) (points : coefficients ajustés (40) , lignes : régressions linéaires)

Ti6Al4V (TA6V) – Evolution de la profondeur des cavités

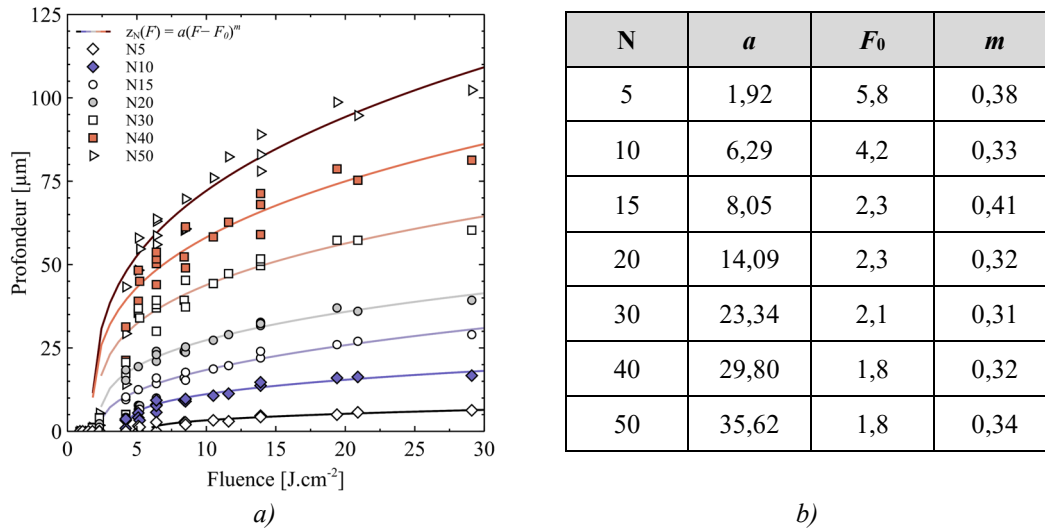


Figure 60. Évolution de la profondeur des cavités texturées sur l’alliage Ti6Al4V (TA6V) – a) Évolution de la profondeur des cavités en fonction de la fluence pour différents nombres d’impulsions laser. Les points représentent les valeurs mesurées et les lignes représentent l’équation ajustée (40) ; b) Tableaux listant les coefficients de l’équation (40) ajustés par la méthode des moindres carrés pour différents nombres d’impulsions

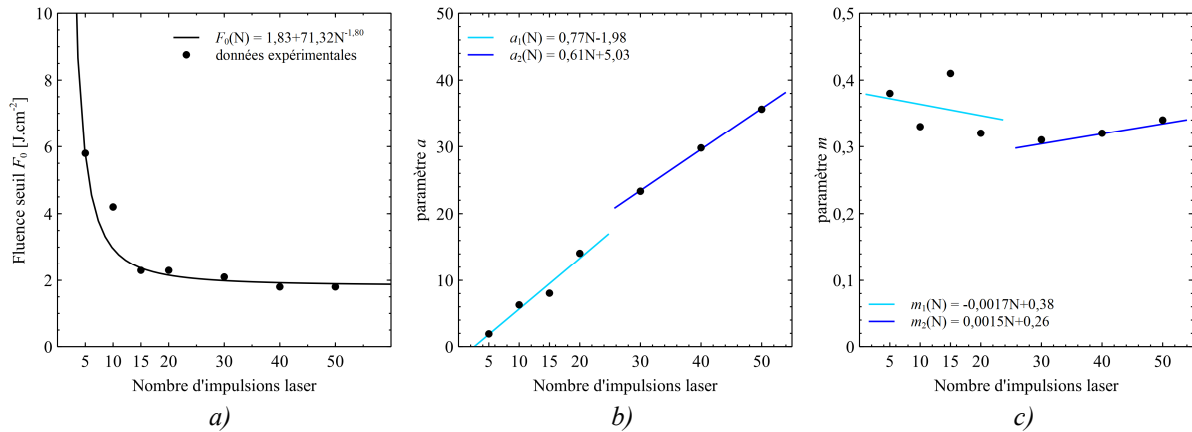


Figure 61. Evolution des paramètres de l’équation (40) modélisant l’évolution de la profondeur des cavités texturées sur l’alliage Ti6Al4V (TA6V) – a) Evolution de la fluence seuil en fonction du nombre d’impulsions laser (points : données expérimentales, ligne : équation ajustée (41)) ; b) et c) Evolution des paramètres a et m de l’équation (40) (points : coefficients ajustés (40), lignes : régressions linéaires)

Nickel (Ni200) – Evolution de la profondeur des cavités

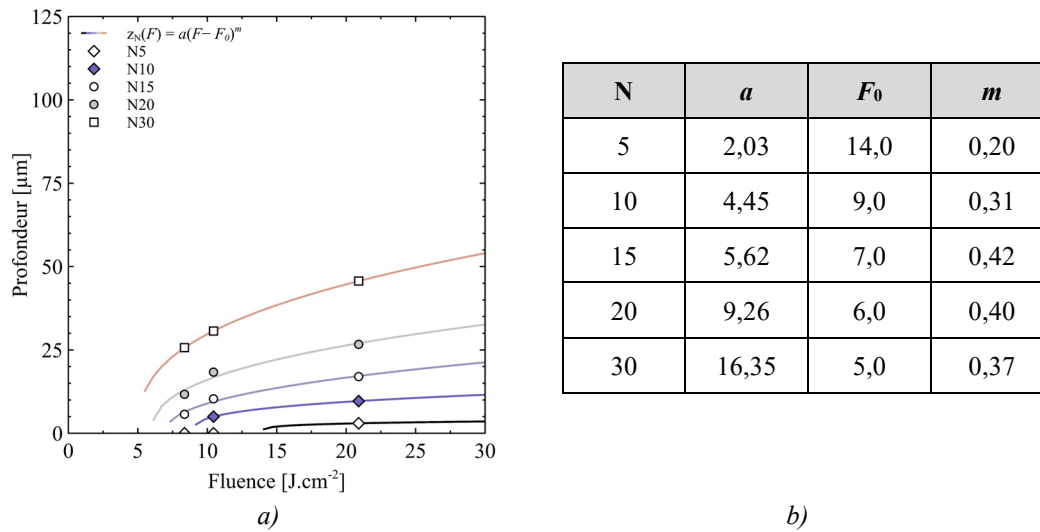


Figure 62. Évolution de la profondeur des cavités texturées sur le nickel (Ni200) – a) Évolution de la profondeur des cavités en fonction de la fluence pour différents nombres d'impulsions laser. Les points représentent les valeurs mesurées et les lignes représentent l'équation ajustée (40) ; b) Tableaux listant les coefficients de l'équation (40) ajustés par la méthode des moindres carrés pour différents nombres d'impulsions

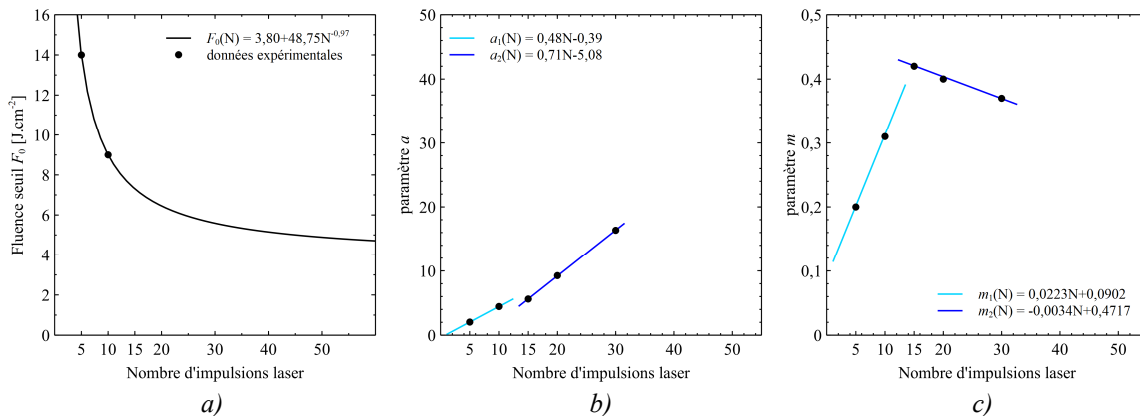


Figure 63. Evolution des paramètres de l'équation (40) modélisant l'évolution de la profondeur des cavités texturées sur le nickel (Ni200) – a) Evolution de la fluence seuil en fonction du nombre d'impulsions laser (points : données expérimentales, ligne : équation ajustée (41)) ; b) et c) Evolution des paramètres a et m de l'équation (40) (points : coefficients ajustés (40), lignes : régressions linéaires)

L'évolution du diamètre des cavités en fonction de la fluence et du nombre d'impulsions laser est illustrée Figure 64, Figure 66 et Figure 68. Comme l'illustrent ces figures et en excluant la série de 5 impulsions laser, il apparaît qu'il **n'y a pas d'effet cumulatif du nombre d'impulsions**. Les diamètres évoluent effectivement très peu en fonction du nombre d'impulsions laser. **Il semble alors que le diamètre des cavités soit principalement contrôlé par le diamètre du faisceau laser gaussien**. L'augmentation du diamètre des cavités avec la fluence peut être attribuée au profil gaussien de la section transversale du faisceau laser. En effet, lorsque la fluence augmente, le diamètre de la partie centrale du faisceau, où l'intensité est supérieure à un seuil d'ablation, augmente et représente une plus grande fraction de la

section transversale du faisceau. Ainsi, l'évolution du diamètre des cavités peut être décrite par une loi exponentielle selon la relation (42) :

$$D_N(F) = k_1 - k_2 e^{qF} \quad (42)$$

F désigne la fluence. Les paramètres k_1 , k_2 et q sont ajustés par la méthode des moindres carrés pour un nombre d'impulsions laser fixe. Les évolutions de ces paramètres ajustés pour chacun des trois matériaux d'étude sont présentées dans la Figure 65, la Figure 67 et la Figure 69. Ces figures mettent en évidence un changement notable dans l'évolution de ces paramètres, similaire à celui constaté lors de l'analyse des profondeurs des cavités. En effet, un changement de régime (changement de pente) est observé pour chacun des matériaux avec des seuils différents (20 impulsions laser pour le titane (T40), 30 impulsions laser pour le Ti6Al4V (TA6V) et autour de 15 impulsions pour le nickel (Ni200)). D'autre part, lorsque la fluence est supérieure à 10 J.cm^{-2} , le diamètre maximal des cavités est atteint après 40 impulsions laser pour le titane et l'alliage Ti6Al4V, et après 15 impulsions laser pour le nickel. Puis au-delà de 40 impulsions pour le titane et l'alliage Ti6Al4V, ou 15 impulsions pour le titane, le diamètre des cavités texturées diminue légèrement.

Ainsi, ces résultats ont démontré que les profondeurs et les diamètres des cavités augmentent avec la fluence laser en suivant une tendance asymptotique pour les fluences élevées. Les analyses ont également mis en évidence une rupture dans le comportement des paramètres mathématiques traduisant un changement de régime d'ablation atteint pour un nombre d'impulsions laser spécifique selon le matériau considéré.

Titane (T40) – Evolution du diamètre des cavités

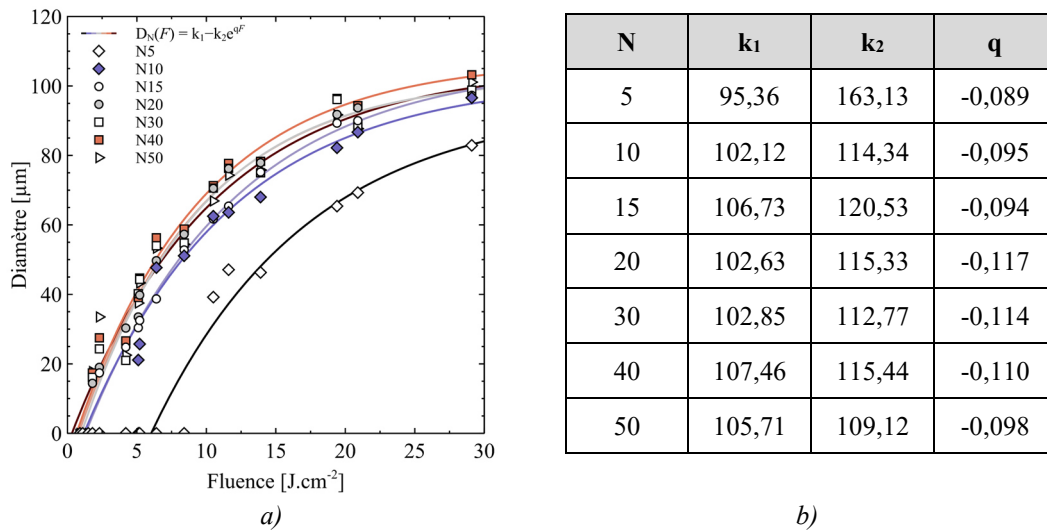


Figure 64. Evolution du diamètre des cavités texturées sur le titane (T40) – a) Évolution du diamètre des cavités en fonction de la fluence pour différents nombres d’impulsions laser. Les points représentent les valeurs mesurées et les lignes représentent l’équation ajustée (42) ; b) Tableaux listant les coefficients de l’équation (42) ajustés par la méthode des moindres carrés pour différents nombres d’impulsions

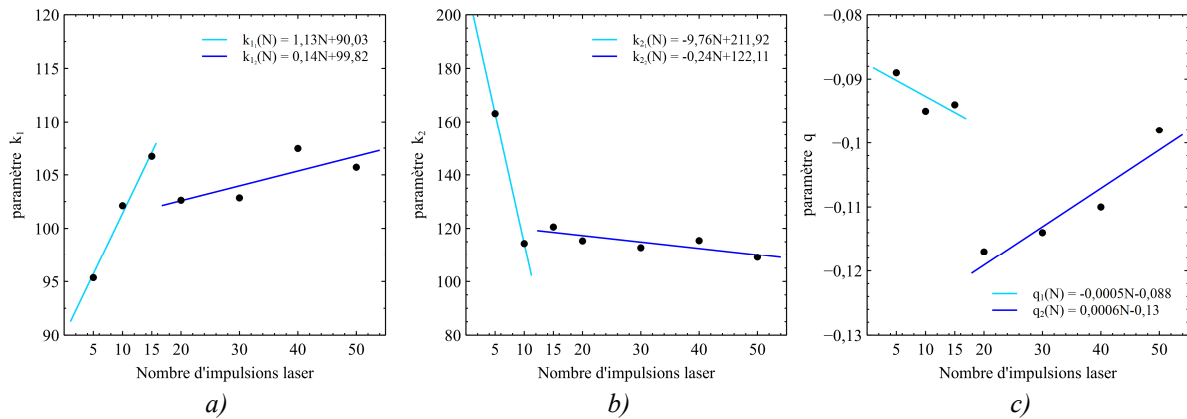


Figure 65. Evolution des paramètres de l’équation (42), modélisant l’évolution du diamètre des cavités texturées sur le titane (T40), en fonction du nombre d’impulsions laser – a) Evolution du paramètre k₁ de l’équation (42) ; b) Evolution du paramètre k₂ de l’équation (42) ; c) Evolution du paramètre q de l’équation (42). (points : coefficients ajustés (42), lignes : régressions linéaires)

Ti6Al4V (TA6V) – Evolution du diamètre des cavités

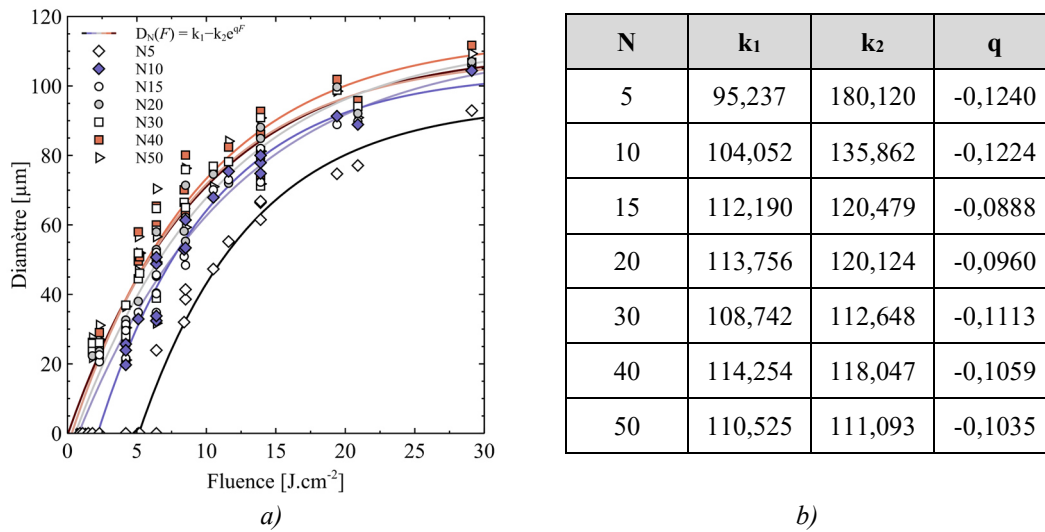


Figure 66. Evolution du diamètre des cavités texturées sur l'alliage Ti6Al4V (TA6V) – a) Évolution du diamètre des cavités en fonction de la fluence pour différents nombres d'impulsions laser. Les points représentent les valeurs mesurées et les lignes représentent l'équation ajustée (42) ; b) Tableaux listant les coefficients de l'équation (42) ajustés par la méthode des moindres carrés pour différents nombres d'impulsions

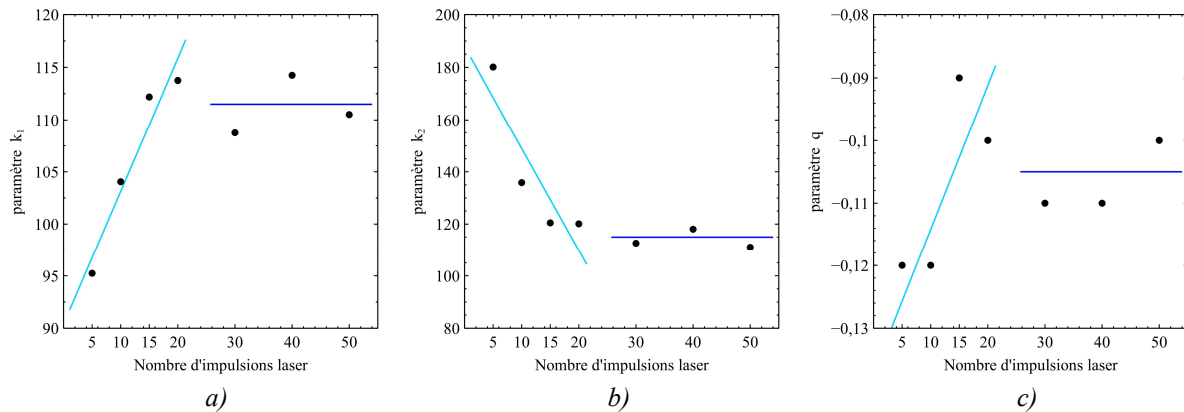


Figure 67. Evolution des paramètres de l'équation (42), modélisant l'évolution du diamètre des cavités texturées sur l'alliage Ti6Al4V (TA6V), en fonction du nombre d'impulsions laser – a) Evolution du paramètre k₁ de l'équation (42) ; b) Evolution du paramètre k₂ de l'équation (42) ; c) Evolution du paramètre q de l'équation (42). (points : coefficients ajustés (42), lignes : tendance)

Nickel (Ni200) – Evolution du diamètre des cavités

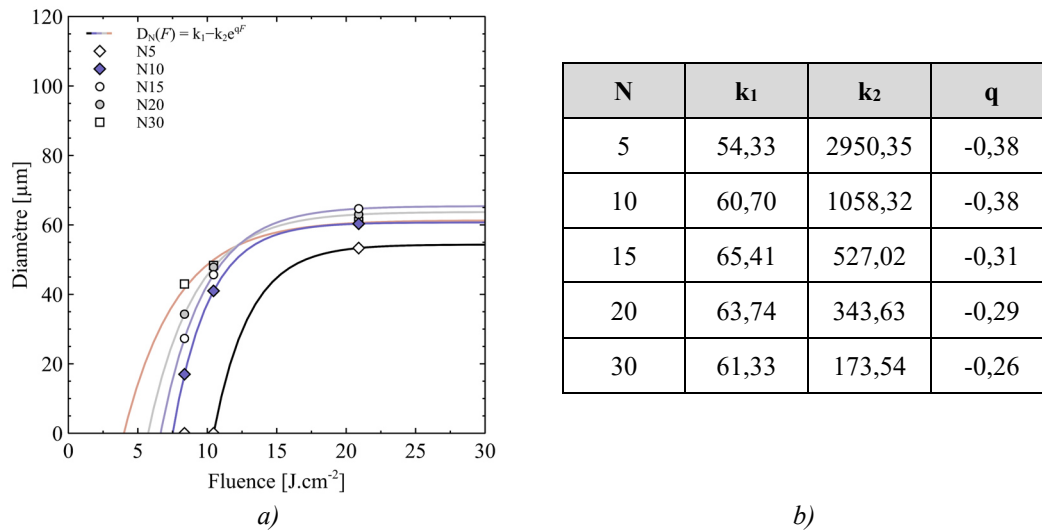


Figure 68. Evolution du diamètre des cavités texturées sur le nickel (Ni200) – a) Évolution du diamètre des cavités en fonction de la fluence pour différents nombres d'impulsions laser. Les points représentent les valeurs mesurées et les lignes représentent l'équation ajustée (42) ; b) Tableaux listant les coefficients de l'équation (42) ajustés par la méthode des moindres carrés pour différents nombres d'impulsions

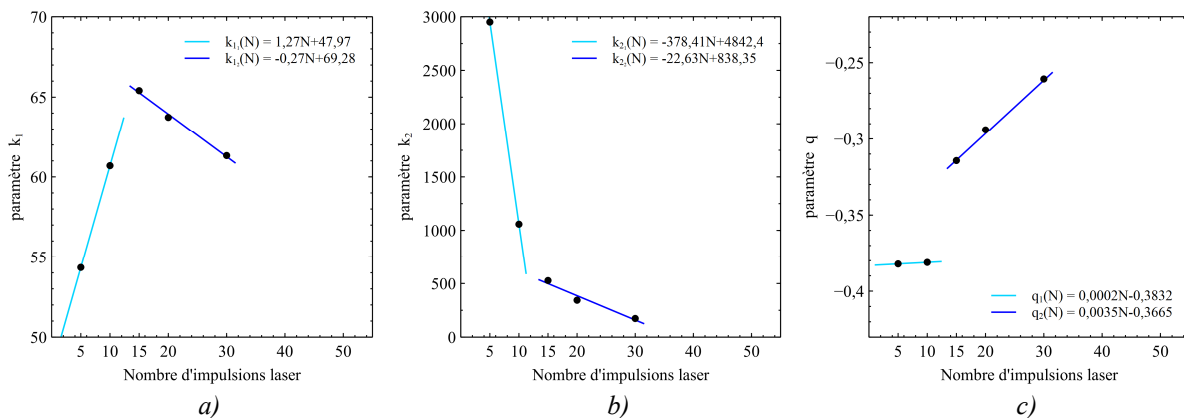
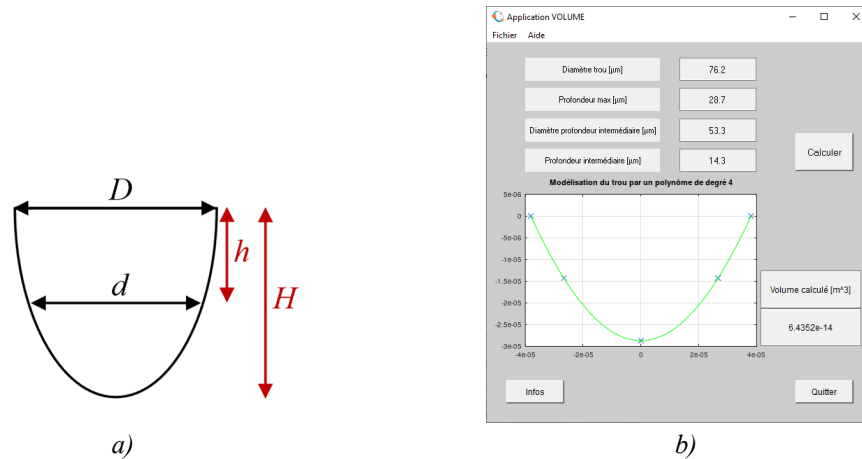


Figure 69. Evolution des paramètres de l'équation (42), modélisant l'évolution du diamètre des cavités texturées sur le nickel (Ni200), en fonction du nombre d'impulsions laser – a) Evolution du paramètre k_1 de l'équation (42) ; b) Evolution du paramètre k_2 de l'équation (42) ; c) Evolution du paramètre q de l'équation (42). (points : coefficients ajustés (42), lignes : régressions linéaires)

En complément, l'évolution du volume de la cavité (appelé également volume ablaté) a été estimé à l'aide d'un modèle mathématique développé sous le logiciel OCTAVE. Ce modèle utilise quatre grandeurs d'entrée (Figure 70) : le diamètre de la cavité (D), le diamètre à mi-profondeur (d), la mi-profondeur (h) et la profondeur maximale (H). Grâce à ces quatre données, un polynôme de degré 4 correspondant à l'enveloppe de la cavité est défini. Puis, le volume est calculé par intégration. Le volume calculé est une approximation du volume ablaté. Les quatre grandeurs d'entrée ont été mesurées expérimentalement pour une sélection d'impacts texturés sur le titane (T40) (Fluences : $F4, F5, F6, F8$ et $F21$, Nombre d'impulsions : 5, 10, 15, 20, 30, 40 et 50). Pour chaque condition laser sélectionnée et chaque grandeur, la moyenne des mesures de trois impacts a été déterminée. L'ensemble de ces mesures a mis en évidence que le diamètre à mi-hauteur d était en moyenne égale à $d = 0,7D$. En utilisant cette

relation, le volume ablaté est sous-estimé d'environ 6%. Cette approximation a été jugée satisfaisante. Ainsi pour l'ensemble des conditions laser, le volume ablaté a pu être approximé. Pour le nickel, les grandeurs d'entrée du modèle ont été mesurées expérimentalement pour quelques conditions laser (Fluences : F_8 , F_{10} et F_{21} , Nombre d'impulsions : 5, 10, 15, 20, 30, 40 et 50).



Ainsi, pour les trois matériaux, l'évolution du volume des cavités (ou volume ablaté) en fonction de la fluence et du nombre d'impulsions a donc pu être analysée. Au-delà d'une fluence seuil F_1 et d'un nombre d'impulsions seuil N_1 , le volume des impacts évolue linéairement avec la fluence laser F (pour N constant) et linéairement avec le nombre d'impulsions laser N (pour F constant), suivant l'équation (29) :

$$V(F, N) = b(F - F_1)(N - N_1) \quad (43)$$

Le volume ablaté peut également être représenté en fonction de la fluence laser cumulée ($F_C = FN$, densité d'énergie totale appliquée par le traitement laser). Ce modèle linéaire est décrit par la relation (44) :

$$V(FN) = b FN - c \quad (44)$$

Les paramètres b , c , F_1 et N_1 sont ajustés par la méthode des moindres carrés. La pente de l'équation (44) correspond au coefficient b de l'équation (29). Les coefficients ajustés sont listés dans le Tableau 3.

Tableau 17. Coefficients ajustés b , c , F_1 et N_1

Matériaux	b	c	F_1	N_1
Titane (T40)	363	28030	1,97	3,89
Ti6Al4V (TA6V)	393,8	27553	1,93	3,23
Nickel (Ni200)	171,3	22510	3,96	5,82

A la lecture de ces résultats, il apparaît que les paramètres ajustés par moindres carrés sont très similaires pour le titane (T40) et l'alliage Ti6Al4V (TA6V), mais très différents pour le nickel. Ces résultats mettent donc en évidence que **les éléments d'alliage du Ti6Al4V (TA6V) et la différence de microstructure entre le titane (T40) et le Ti6Al4V ont peu d'influence sur l'ablation laser**. L'évolution du volume des cavités mesuré et les modèles de prédiction surfacique et linéaire sont présentés dans la Figure 71, la Figure 72 et la Figure 73.

L'équation (44) met en évidence que les termes F_1 et N_1 de l'équation (29) ont un effet très limité sur l'évolution du volume ablaté. Cependant, la relation (44) ne décrit pas tous les détails des expériences. En effet à haute fluence, les données expérimentales sont situées en dessous de la droite ajustée (44). Ceci peut être expliqué par des effets géométriques : lorsque la cavité est plus profonde, une fraction du matériau fondu/évaporé n'est pas éjectée ou est redéposée dans la cavité.

Informations relatives aux Figure 71, Figure 72 et Figure 73 :

- Les points noirs représentent les données expérimentales.
- Figure 71a, Figure 72a et Figure 73a : Les surfaces bleues représentent l'équation (29) ajustée aux points expérimentaux. Les lignes noires sur le plan (0FN) représentent les seuils ajustés F_1 et N_1 .
- Figure 71b, Figure 72b et Figure 73b : La droite bleue correspond à l'équation ajustée (44)

Titane (T40) – Evolution du volume ablaté

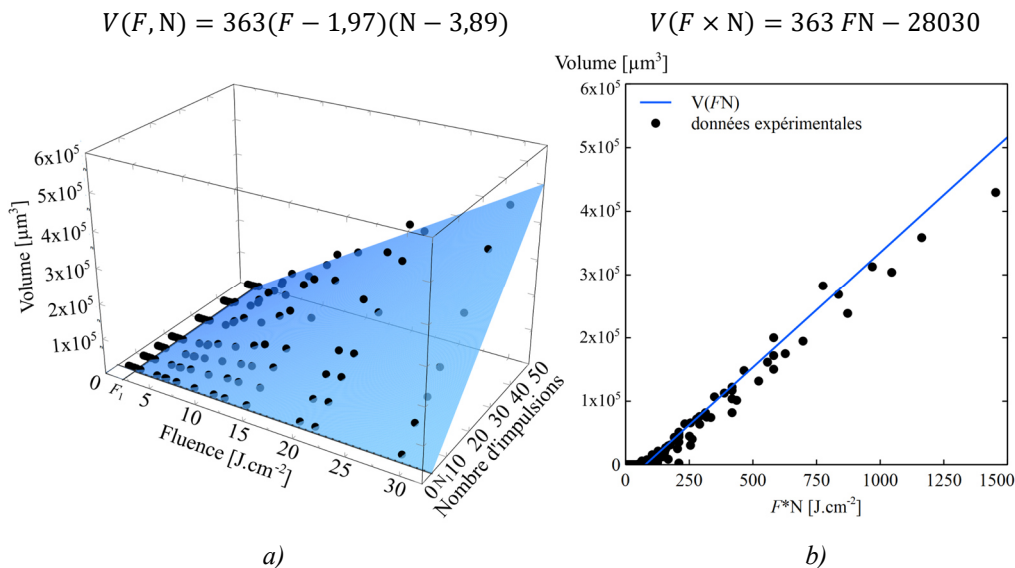


Figure 71. Evolution du volume des cavités (volume ablaté) texturées sur le titane (T40) – a) Evolution du volume de la cavité en fonction de la fluence et du nombre d'impulsions ; b) Evolution du volume de la cavité en fonction de la fluence laser cumulée FN

Ti6Al4V (TA6V) – Evolution du volume ablaté

$$V(F, N) = 393,8(F - 1,93)(N - 3,23)$$

$$V(F \times N) = 393,8 FN - 27553$$

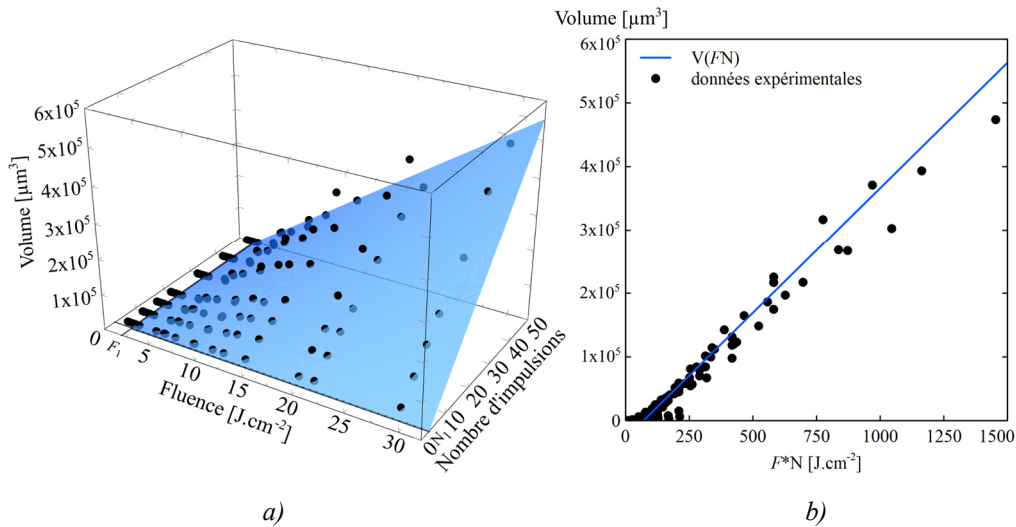


Figure 72. Evolution du volume des cavités (volume ablaté) texturées sur le Ti6Al4V (TA6V) – a) Evolution du volume de la cavité en fonction de la fluence et du nombre d'impulsions ; b) Evolution du volume de la cavité en fonction de la fluence laser cumulée FN

Nickel (Ni200) – Evolution du volume ablaté

$$V(F, N) = 171,3(F - 3,96)(N - 5,82)$$

$$V(F \times N) = 171,3 FN - 22510$$

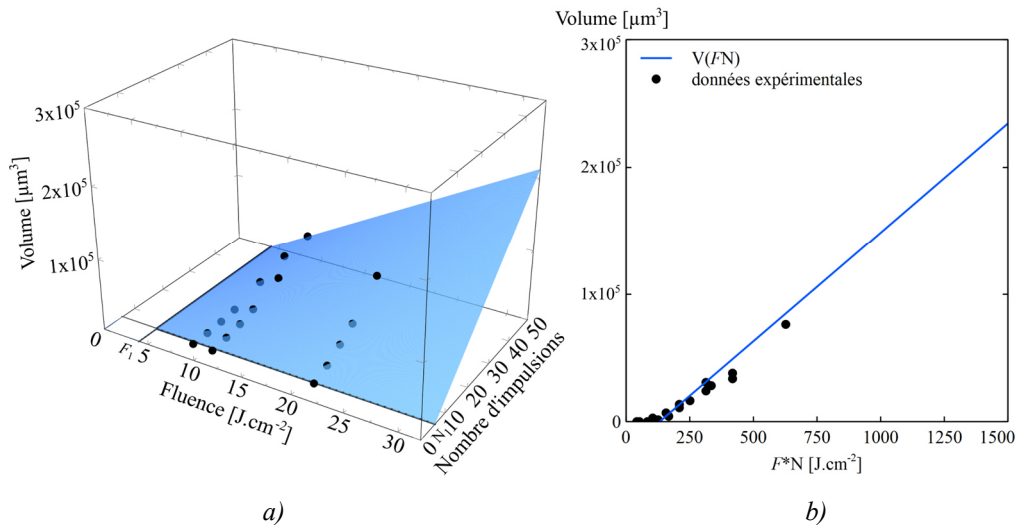


Figure 73. Evolution du volume des cavités (volume ablaté) texturées sur le nickel (Ni200) – a) Evolution du volume de la cavité en fonction de la fluence et du nombre d'impulsions ; b) Evolution du volume de la cavité en fonction de la fluence laser cumulée FN

La Figure 74 compare les modèles de prédiction du volume des cavités pour les trois matériaux. Pour des conditions de traitement laser identiques, le volume des cavités texturées sur l'alliage Ti6Al4V (TA6V) est légèrement supérieur au volume des cavités obtenues sur le titane (T40). Le Ti6Al4V a une conductivité thermique plus faible que le titane, l'alliage absorbe donc davantage l'énergie laser, ce qui engendre une plus grande quantité de matière ablatée. D'autre part, le volume des cavités créées sur le nickel est nettement inférieur au volume ablaté sur le titane ou le Ti6Al4V. La conductivité thermique du nickel est élevée, ainsi la chaleur se dissipe

rapidement et la zone affectée par le laser est limitée. **Le volume ablaté par le traitement laser dépend donc fortement de la conductivité thermique du matériau.** Toutefois, ce volume ablaté ne varie pas de manière proportionnelle avec la conductivité thermique.

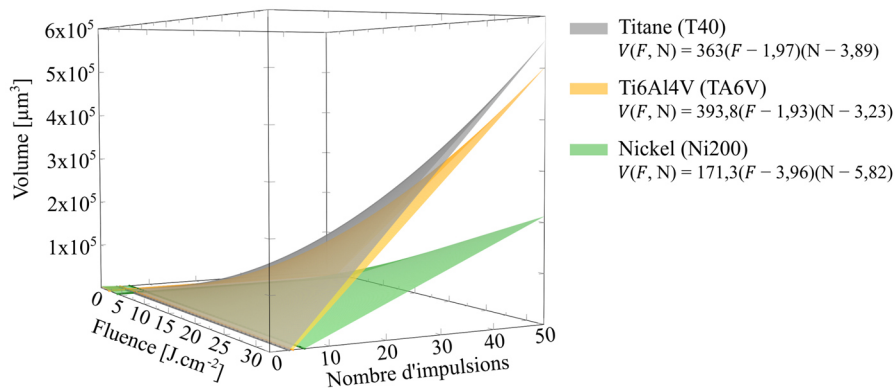


Figure 74. Comparaison du volume des cavités texturées sur le titane (T40), l'alliage Ti6Al4V (TA6V) et le nickel (Ni200)

Le traitement de texturation par laser modifie la topographie de la surface. Toutefois, la colorisation des surfaces texturées par laser témoigne de la présence de transformations chimiques. Des analyses par XPS ont donc été réalisées au niveau des texturations pour identifier et quantifier les éléments chimiques induits par le traitement laser.

2. Analyse de la chimie des surfaces texturées

La spectroscopie de photoélectrons X (XPS) a été utilisée pour analyser précisément la chimie des surfaces des échantillons étudiés. Afin d'estimer l'effet énergétique du faisceau laser sur la surface, des cavités texturées avec une fluence laser de $11,6 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ (F12) ou $29,1 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ (F29) ; 10 impulsions laser (N10) ou 15 impulsions laser (N15), ont été analysées. Les mesures XPS ont été effectuées sur une zone non-texturée, au fond des cavités et en périphérie des cavités (contour/bourrelet). L'ensemble des spectres XPS obtenus pour les échantillons de titane (T40), de Ti6Al4V (TA6V) et de nickel (Ni200) sont présentés en Annexe 4. Les compositions chimiques des zones étudiées ont été quantifiées et sont présentées Figure 75. Dans ce cas, le carbone et le calcium ont été considérés comme des contaminations et non comme des produits du traitement laser pour le titane (T40) et l'alliage Ti6Al4V (TA6V), tout comme le chlore pour le nickel. Néanmoins, à la lecture des spectres, il apparaît que la teneur en oxygène des zones non texturées est relativement élevée. Les échantillons ont été stockés dans des conditions d'air et de température ambiantes pendant six mois. Leurs surfaces se sont donc naturellement oxydées.

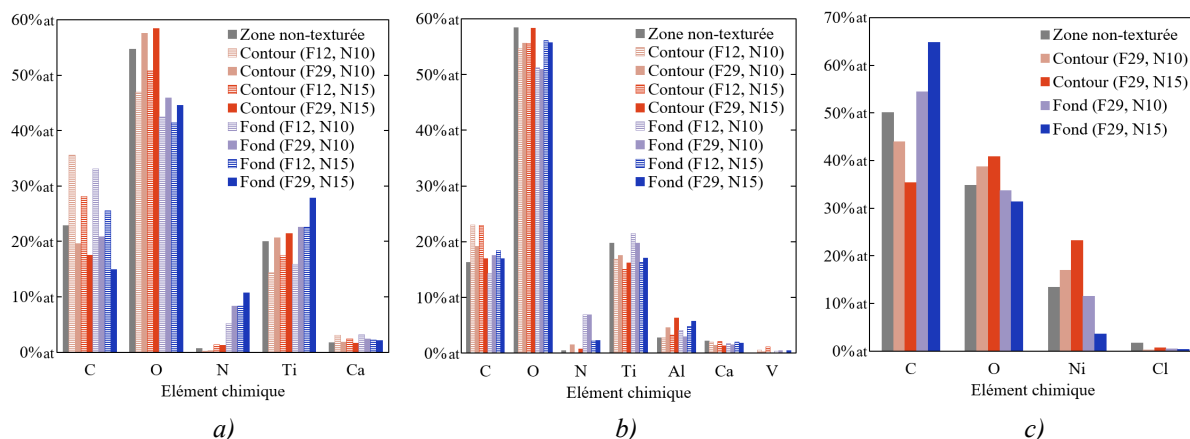


Figure 75. Compositions chimiques, issues des analyses XPS, de zones non-texturées, de zones au fond et au niveau du bourrelet de cavités texturées avec une fluence laser de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ ou $29,1 \text{ J.cm}^{-2}$, et 10 ou 15 impulsions laser (composition exprimée en pourcentage atomique) – a) Echantillon de titane (T40) ; b) Echantillon de Ti6Al4V (TA6V) ; c) Echantillon de nickel (Ni200)

Pour le titane (T40), au niveau des bourrelets des cavités, la teneur en oxygène augmente significativement avec la fluence laser et augmente légèrement avec le nombre d'impulsions laser. Au fond des cavités, une quantité significative d'azote a de plus été mesurée. Le taux d'azote augmente d'ailleurs avec la fluence laser et le nombre d'impulsions laser. La Figure 75a met en évidence que l'augmentation du pourcentage d'oxygène peut être liée à la formation de dioxyde de titane (TiO_2) et l'augmentation du pourcentage d'azote à la formation de nitrure de titane (TiN). En effet, les spectres à haute résolution dans la gamme d'énergie des signaux $\text{Ti}2p$, $\text{O}1s$ et $\text{N}1s$ obtenus dans différentes régions d'une surface de titane texturée (zone non texturée, fond des cavités, contour des cavités) soulignent la formation de ces éléments (Figure 76 et Figure 77). La zone non-texturée est quant à elle principalement composée de dioxyde de titane (TiO_2). Les bourrelets des cavités sont essentiellement composés de dioxyde de titane et le fond des cavités de nitrure de titane. **L'oxydation du bourrelet semble donc plus sensible à la fluence laser et la nitruration du fond des cavités au nombre d'impulsions laser.**

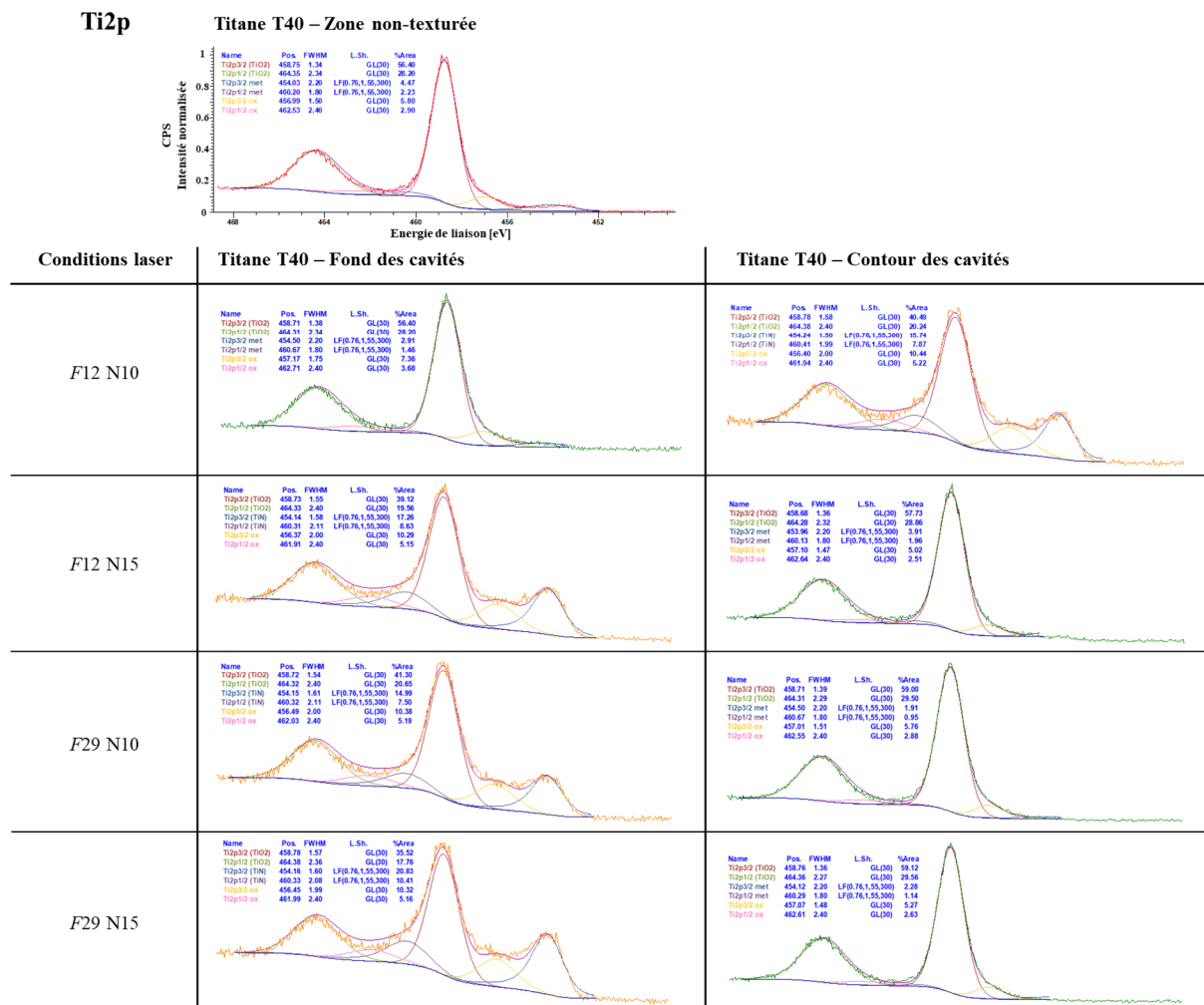


Figure 76. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Ti2p obtenus pour le titane (T40)

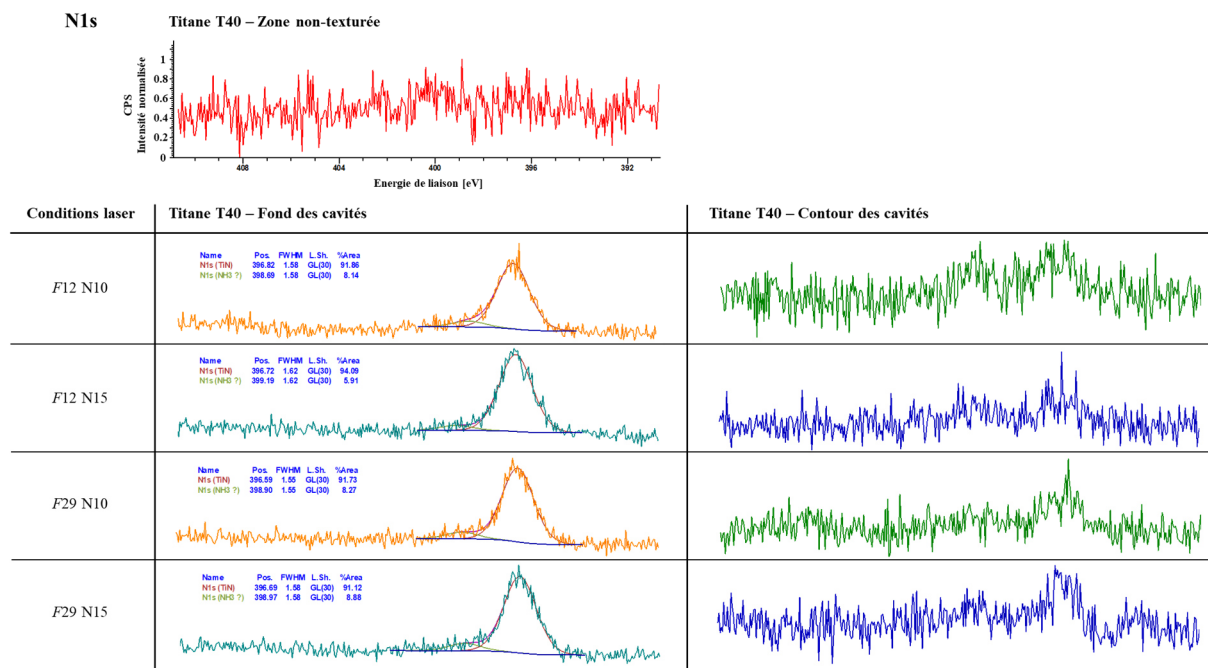


Figure 77. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal N1s obtenus pour le titane (T40)

Pour l’alliage Ti6Al4V, les variations du taux d’oxygène au niveau du contour des cavités (bourelets) sont peu prononcées (Figure 75b). **L’oxydation du bourrelet augmente légèrement avec le nombre d’impulsions laser.** La Figure 78 et la Figure 80 montrent malgré tout que les bourrelets sont principalement constitués de dioxyde de titane (TiO₂) et d’alumine (Al₂O₃). Au fond des cavités, la présence d’azote témoigne de la formation de nitrure de titane (TiN) (Figure 78 et Figure 79). **La nitruration au fond des impacts n’évolue donc pas avec la fluence laser mais diminue avec l’augmentation du nombre d’impulsions laser.** Pour 10 impulsions laser, le fond des cavités est composé de nitrure de titane et également d’aluminium métallique (Figure 80). Pour 15 impulsions laser, le fond des cavités est constitué principalement de dioxyde de titane et d’alumine ; et plus faiblement de nitrure de titane.

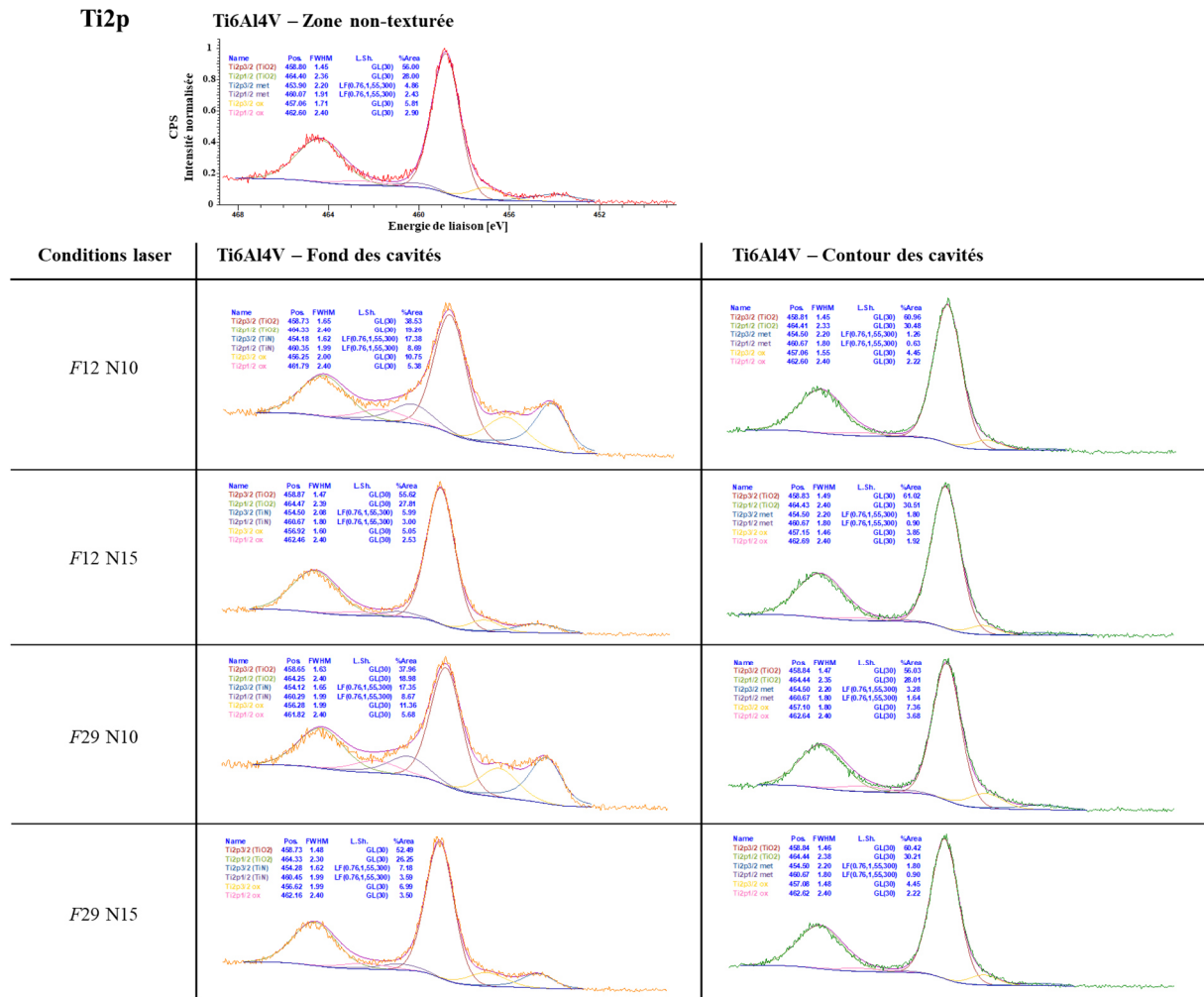


Figure 78. Spectres XPS dans la gamme d’énergie du signal Ti2p obtenus pour l’alliage Ti6Al4V (TA6V)

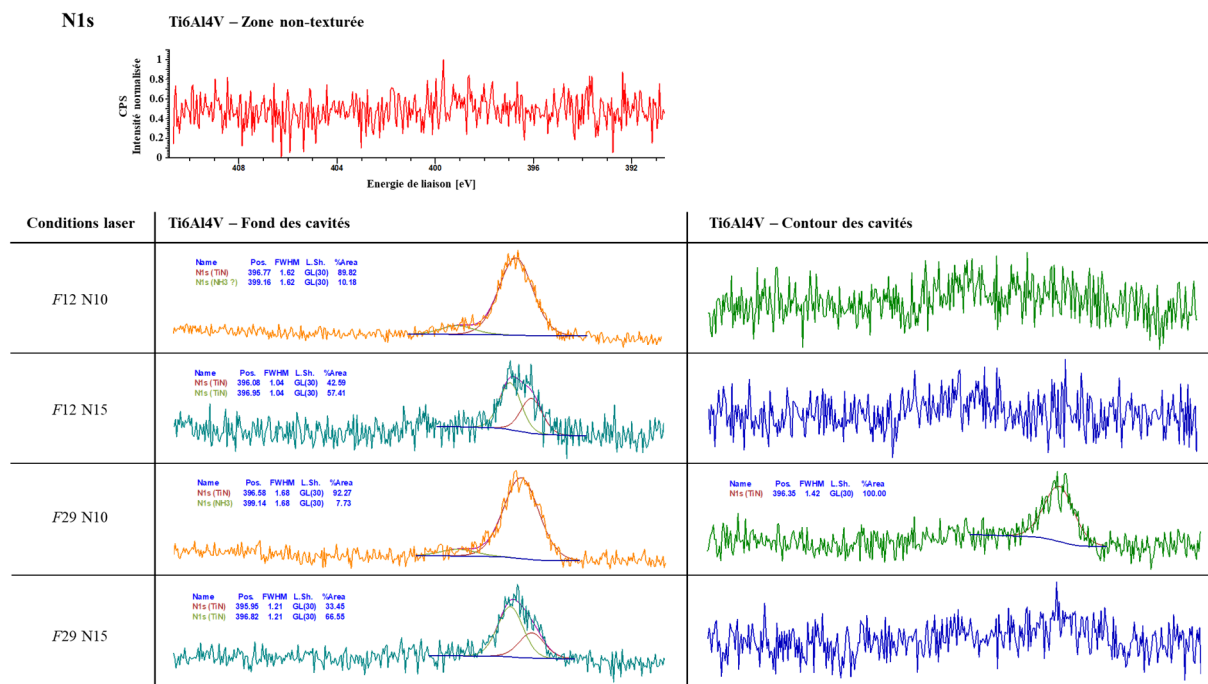


Figure 79. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal N1s obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

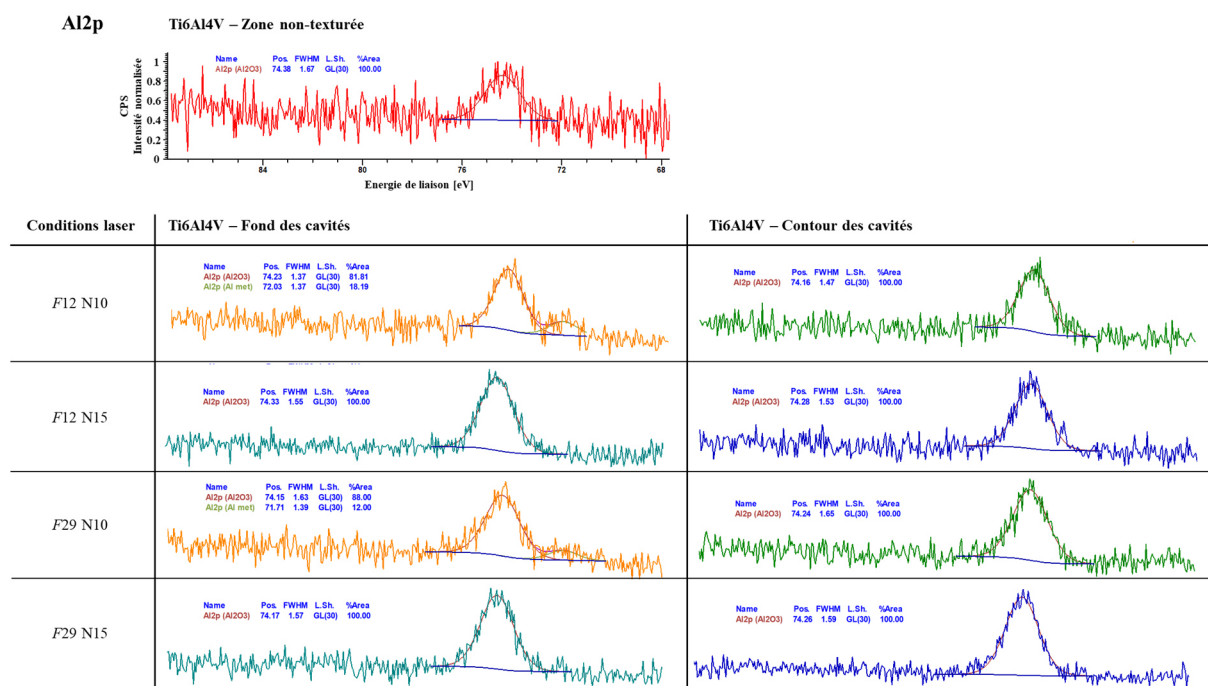


Figure 80. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Al2p obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

Enfin, pour le nickel, les pourcentages d'oxygène et de nickel métallique augmentent au niveau des bourrelets, lorsque le nombre d'impulsions laser augmente tandis que la quantité de carbone solide diminue. Une partie d'hydroxyde de nickel (II) (Ni(OH)₂) se transforme donc en oxyde de nickel (III) (Ni₂O₃). En effet, la Figure 81 met en évidence, au niveau des contours des cavités, une augmentation de l'aire du pic de la liaison O₂⁻ et une diminution de celle du pic de la liaison OH. Le fond des cavités texturées avec 10 impulsions laser est ainsi composé

essentiellement d'oxydes de nickel (II) (NiO) et d'oxydes de nickel (III) (Ni₂O₃) (Figure 82). Pour 15 impulsions laser, le spectre XPS du signal Ni2p au fond de la cavité ne permet pas une identification précise des états chimiques. D'autre part, le taux d'oxygène a légèrement diminué par rapport à 10 impulsions laser et le pourcentage de nickel est faible. Toutefois, la quantité de carbone a fortement augmenté. Ainsi, le fond des impacts texturés avec 15 impulsions laser semble moins oxydé et affecté par la carburation (cémentation du nickel par le carbone).

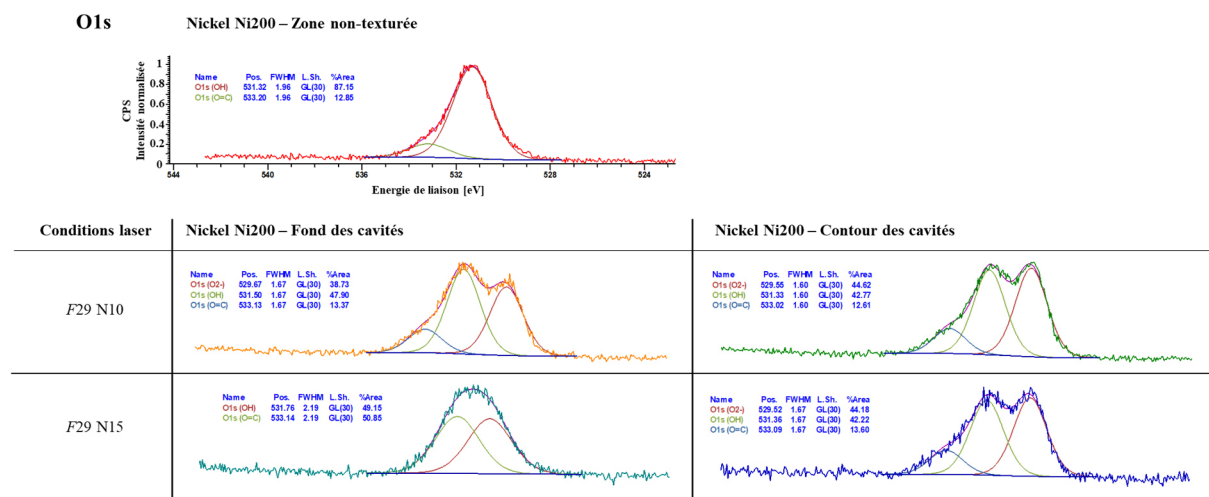


Figure 81. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal O1s obtenus pour le nickel (Ni200)

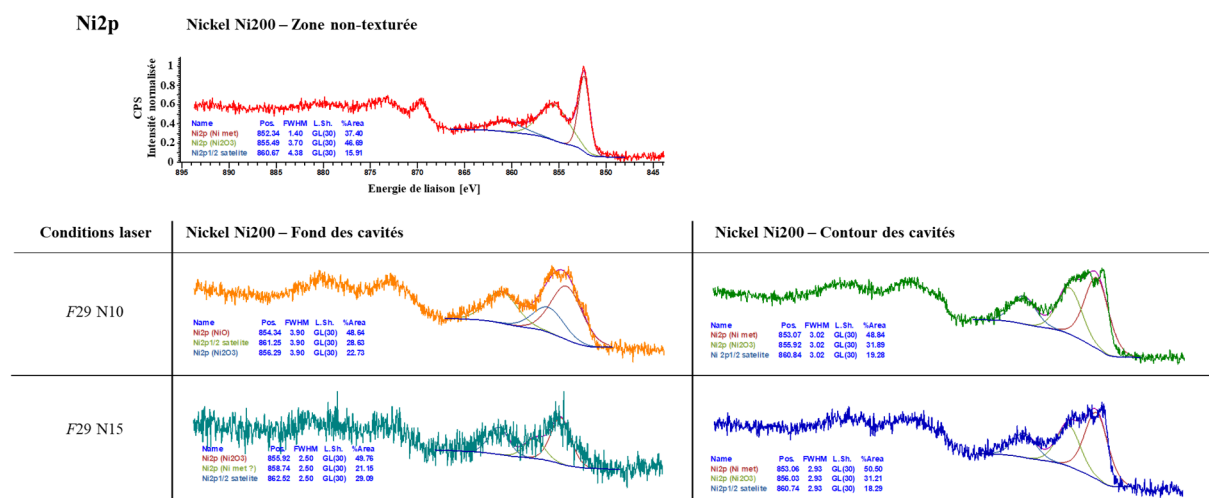


Figure 82. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Ni2p obtenus pour le nickel (Ni200)

Ainsi, ces analyses ont permis d'identifier et de quantifier les composés chimiques présents au niveau des texturations laser pour les trois matériaux étudiés. Le processus de texturation laser conduit donc à la création d'oxydes, de nitrures ou à l'enrichissement en carbone des surfaces. Ces composés chimiques, formés en raison de la présence de l'air ambiant, modifient la chimie de la surface et donc potentiellement sa réactivité avec d'autres éléments comme lors de l'élaboration d'un revêtement. Si ces espèces chimiques de surface s'avèrent problématiques, les traitements de texturation laser pourraient être menés dans un environnement contrôlé, par exemple sous argon ou sous un vide primaire.

Enfin, toutes ces analyses ont permis de mettre en évidence l'influence de la texturation laser sur la topographie et la chimie des surfaces. En complément, il semble aussi possible que les propriétés mécaniques de ces surfaces soient également affectées par le traitement laser. La partie suivante présente donc les résultats des mesures de contraintes résiduelles réalisées sur les surfaces texturées à l'aide de la diffraction des rayons X (DRX) et de la microscopie micro-ondes (SMM).

3. Analyse des contraintes résiduelles

Afin d'évaluer les contraintes résiduelles, les zones texturées ont été analysées macroscopiquement par diffraction des rayons X (DRX) et localement par microscopie micro-ondes (SMM). De plus, des cavités isolées ont pu être également étudiées par SMM. Comme énoncé dans le chapitre II §4.3.2, les mesures par DRX permettent en effet une évaluation des contraintes résiduelles globales des surfaces texturées. Dans ce cas, la surface analysée est un spot elliptique inférieur à 3 mm^2 et la profondeur de pénétration moyenne des rayons X est d'environ $4,15 \text{ }\mu\text{m}$ pour le titane et $9,7 \text{ }\mu\text{m}$ pour le nickel. Ainsi, les mesures par DRX permettent de déterminer une moyenne des contraintes résiduelles à l'intérieur et à l'extérieur des cavités. En revanche, la microscopie micro-ondes fournit des informations plus locales sur l'état des contraintes résiduelles à différentes profondeurs.

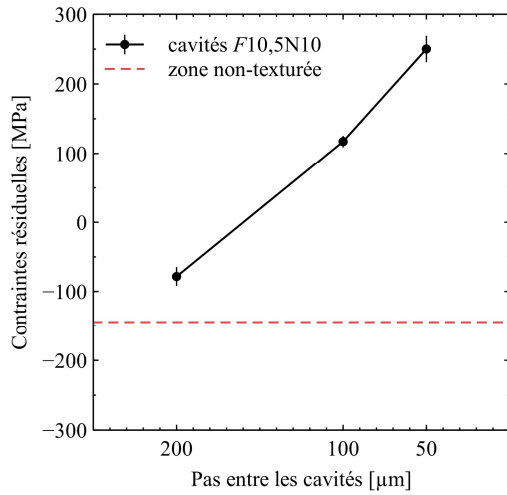
Dans un premier temps, des mesures par DRX ont été réalisées sur des surfaces texturées de titane (T40) et de nickel (Ni200). Deux séries de mesures effectuées sur les échantillons de titane et une série de mesures effectuée sur les échantillons de nickel sont présentées. Les zones texturées analysées sont des matrices de texturation de $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ composées de cavités groupées et espacées d'un pas de $200 \text{ }\mu\text{m}$, $100 \text{ }\mu\text{m}$ ou $50 \text{ }\mu\text{m}$. Les conditions laser appliquées pour texturer les zones analysées par DRX sont explicitées dans le Tableau 18.

L'effet du traitement laser sur les contraintes résiduelles ainsi que l'influence du pas entre les cavités ont pu être étudiés. Les mesures DRX issues de la série 1 sont présentées Figure 83, Figure 84 et Figure 85, tandis que les mesures DRX issues de la série 2 sont présentées Figure 86 et Figure 87. La Figure 83 et la Figure 84 montrent l'évolution des contraintes résiduelles de zones texturées (fluence laser de $10,5 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ et 10 impulsions laser) pour différentes valeurs de pas entre les cavités ($200 \text{ }\mu\text{m}$, $100 \text{ }\mu\text{m}$ et $50 \text{ }\mu\text{m}$) sur le titane (T40) et le nickel (Ni200). Les contraintes résiduelles d'une zone non-texturée ont été ajoutées dans les figures, pour ces données le pas entre les cavités n'a donc pas de signification. Il est à noter en premier lieu que les zones non-texturées possèdent des contraintes résiduelles de compression. En effet, les surfaces des échantillons ont été préparées en amont du traitement laser par polissage mécanique et attaque chimique et comportent des contraintes résiduelles initiales homogènes. Or, il est connu que le polissage induit des contraintes résiduelles de compression. La présence de telles contraintes au sein des surfaces non-texturées était donc attendue. Dès lors qu'un traitement laser est ajouté, il apparaît que, quel que soit le matériau, le niveau des contraintes résiduelles macroscopiques augmente (Figure 83 et Figure 84). Les processus thermiques mis en jeu lors de la texturation sont probablement à l'origine de cette évolution. Les contraintes résiduelles augmentent également de manière quasi linéaire lorsque le pas entre les cavités diminue. Toutefois, le niveau de contraintes induit par le traitement laser au sein du titane ou

du nickel est légèrement différent. La Figure 85 présente par exemple les contraintes résiduelles normalisées pour le titane (T40) et le nickel (Ni200) (contraintes résiduelles mesurées dans les zones texturées soustraites aux contraintes résiduelles obtenues dans une zone non-texturée). Comme illustré, le nickel présente davantage de contraintes résiduelles après le traitement. En effet, pour des conditions de texturation laser identiques, le niveau de contraintes résiduelles dans le nickel est environ 1,4 fois plus élevé que dans le titane.

Tableau 18. Caractéristiques des zones texturées (cavités groupées), mesurées par DRX

Matériaux	Série de mesures	Fluence laser [J.cm ⁻²]	Nombre d'impulsions laser	Pas entre les cavités [µm]
Titane Nickel	Série 1	10,5	10	200
				100
				50
Titane	Série 2	4,2	20	200
				50
		4,2	40	200
				50
		5,2	10	200
				50
		5,2	20	200
				50
		5,2	40	200
				50
		8,4	10	200
				50
		8,4	20	200
				50
		8,4	40	200
				50
		11,6	10	200
				50
11,6	20	200		
		50		
11,6	40	200		
		200		
29,1	10	200		
		200		
29,1	20	200		
		200		
29,1	40	200		
		200		



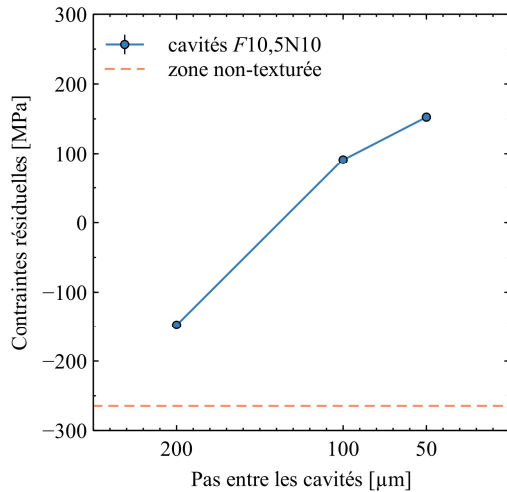
a)

Titane (T40)

Zone mesurée	σ_{11} [MPa]
Non-texturée	-144,6 ±11,4
Cavités espacées de 200 μm	-78,4 ±13,7
Cavités espacées de 100 μm	117,3 ±8,3
Cavités espacées de 50 μm	250,2 ±19

b)

Figure 83. Titane(T40) – Evolution des contraintes résiduelles (DRX, série 1) en fonction du pas entre les cavités groupées, fluence laser de 10,5 J.cm⁻² et 10 impulsions laser – a) Graphique ; b) Tableau des mesures



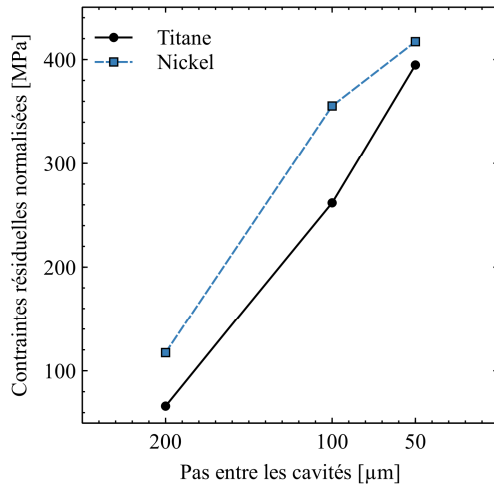
a)

Nickel (Ni200)

Zone mesurée	σ_{11} [MPa]
Non-texturée	-264,6 ±18,2
Cavités espacées de 200 μm	-147,3 ±5,2
Cavités espacées de 100 μm	91 ±6,5
Cavités espacées de 50 μm	152,5 ±4,2

b)

Figure 84. Nickel (Ni200) – Evolution des contraintes résiduelles (DRX, série 1) en fonction du pas entre les cavités groupées, fluence laser de 10,5 J.cm⁻² et 10 impulsions laser – a) Graphique ; b) Tableau des mesures



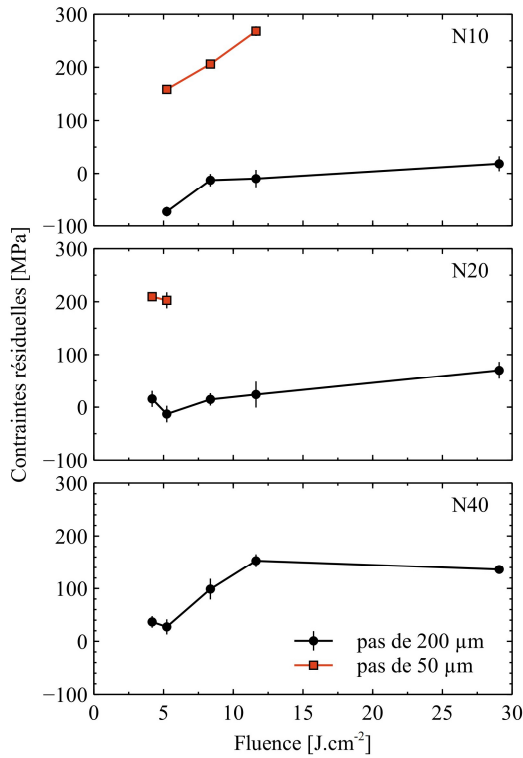
Zone mesurée	$\sigma_{11} \text{ normalisee} = \sigma_{11} - \sigma_{11 \text{ non-texturee}}$ [MPa]	
	Titane (T40)	Nickel (Ni200)
Pas de 200 µm	66,2	117,3
Pas de 100 µm	261,9	355,6
Pas de 50 µm	394,8	417,1

a)

b)

Figure 85. Comparaison des contraintes résiduelles normalisées de surfaces texturées de titane et de nickel. Evolution des contraintes résiduelles normalisées (DRX, série 1) en fonction du pas entre les cavités. Cavités texturées avec une fluence laser de $10,5 \text{ J.cm}^{-2}$ et 10 impulsions laser. – a) Graphique ; b) Tableau des mesures

La Figure 86 montre également que des surfaces de titane texturées avec un pas de 50 µm présentent des contraintes résiduelles beaucoup plus élevées que celles texturées avec un pas de 200 µm. Ces résultats mettent en évidence la présence de contraintes résiduelles de traction au sein des surfaces texturées directement proportionnelles à la densité surfacique de cavités. Comme observé précédemment, dans le cas de cavités espacées de 50 µm, les effets du traitement laser se chevauchent et créent une surface très irrégulière et extrêmement rugueuse (Figure 50). En conséquence, les surfaces dotées de ces cavités générées avec 40 impulsions laser ou des impulsions de fluence supérieure à 10 J.cm^{-2} , n'ont pas pu être analysées par DRX en raison de pics de diffraction trop larges et déformés. La Figure 86 révèle également que les contraintes résiduelles augmentent avec la fluence laser.



a)

Titane (T40)

Nombre d'impulsions	Pas [µm]	Fluence [J.cm ⁻²]	σ_{11} [MPa]
10	200	5,2	-73 ±9,2
		8,4	-12,8 ±11,9
		11,6	-9,8 ±16,7
		29,1	18,4 ±14,2
20	50	5,2	158,5 ±4,3
		8,4	206,2 ±6,9
		11,6	268,2 ±9,1
20	200	4,2	15,6 ±15,3
		5,2	-13 ±15,7
		8,4	14,7 ±11,7
		11,6	23,9 ±24,7
	50	29,1	70,4 ±16,1
		4,2	209,6 ±6,6
		5,2	202,7 ±15,2
		29,1	136,2
40	200	4,2	36,7 ±11
		5,2	27,3 ±14,3
		8,4	98,8 ±19,7
		11,6	153,1 ±12,3
		29,1	136,2

b)

Figure 86. Titane (T40) – Evolution des contraintes résiduelles (DRX, série 2) en fonction de la fluence, pour des cavités espacées de 200 µm ou 50 µm et générées par 20 ou 40 impulsions laser –

a) Graphique ; b) Tableau des mesures

L'influence du nombre d'impulsions laser, pour différentes fluences laser, est illustré Figure 87a pour des cavités espacées de 200 µm et Figure 87b pour des cavités espacées de 50 µm. Bien que la surface non texturée n'ait pas été mesurée, il est néanmoins évident que les contraintes résiduelles des surfaces texturées de titane (T40) augmentent avec le nombre d'impulsions laser. Le traitement laser a introduit ici des contraintes de traction en surface. Dès 8 J.cm⁻², les surfaces texturées avec un pas de 200 µm et au minimum 20 impulsions laser apparaissent en traction. Avec l'augmentation de la fluence (29,1 J.cm⁻²), l'état de traction est constaté dès 10 impulsions laser. Bien évidemment, comme expliqué précédemment, pour des cavités espacées de 50 µm, le nombre de mesures est plus limité. Toutefois, il est intéressant de noter que pour une fluence de 5,2 J.cm⁻², les contraintes résiduelles augmentent également avec le nombre d'impulsions laser. Étonnamment, des texturations produites avec une fluence laser de 4,2 J.cm⁻² présentent des contraintes résiduelles supérieures à celles obtenues avec une fluence laser de 5,2 J.cm⁻² quel que soit le pas entre les cavités.

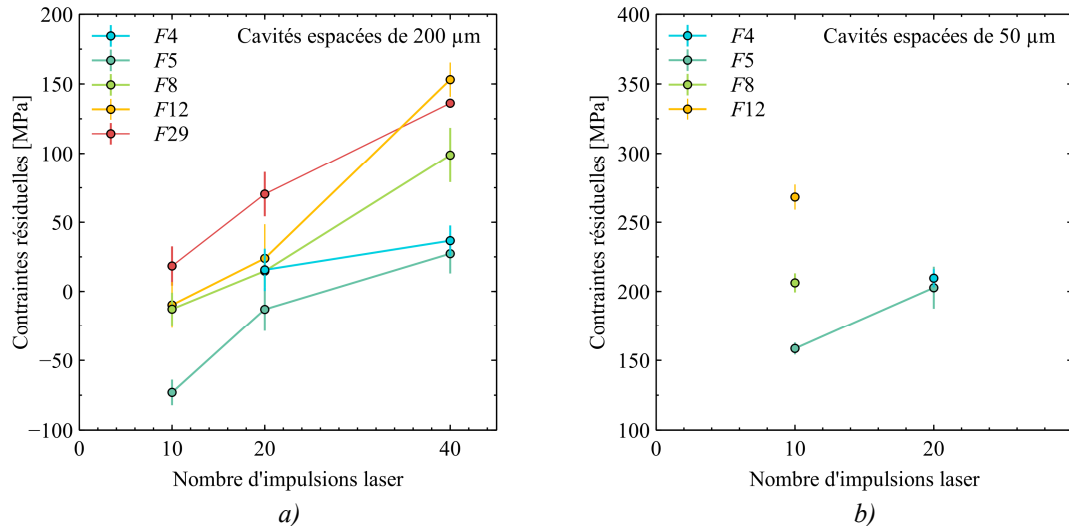


Figure 87. Titane (T40) – Evolution des contraintes résiduelles (DRX, série 2) en fonction du nombre d'impulsions laser, pour des zones texturées avec différentes fluences (4,2 – 5,2 – 8,4 – 11,6 et 29,1 J.cm⁻²) – a) Cavités espacées de 200 µm ; a) Cavités espacées de 50 µm

Afin d'estimer ces évolutions de façon plus précise, des cavités isolées ou groupées (quatre cavités successives) ont donc été analysées par microscopie micro-ondes (SMM) et comparées. Une fluence laser de 11,6 J.cm⁻² a été utilisée pour texturer les

Les cavités analysées ont été texturées avec une fluence laser de 11,6 J.cm⁻². Les cavités ainsi créées ont en effet des dimensions compatibles avec les mesures SMM (contraintes liées aux dimensions de la pointe AFM). L'objectif ici est d'étudier si les contraintes résiduelles au niveau d'une cavité isolée ou d'un arrangement périodique de cavités sont les mêmes. Etant donné les dimensions limitées d'une cavité isolée, seule la SMM permet en effet une telle comparaison. Comme illustré dans la Figure 88, l'analyse de l'amplitude du paramètre S₁₁ a mis en évidence une modification de l'état des contraintes résiduelles. L'influence du nombre d'impulsions laser a été étudiée en comparant des cavités générées par 20 et 40 impulsions laser de fluence 11,6 J.cm⁻². Les mesures SMM ont été effectuées selon une direction passant par le centre des cavités (axe X). La Figure 88 et la Figure 90 montrent les profils de contraintes résiduelles pour ces différentes cavités. Chaque courbe correspond au niveau de contraintes résiduelles à une profondeur donnée sous la surface. Les mesures effectuées dans une zone non texturée de l'échantillon ont été soustraites aux mesures effectuées au travers des texturations. Ainsi, la ligne de base à 0 dB représente bien le niveau de référence, correspondant au niveau des contraintes résiduelles initiales présentes dans une région non texturée (contraintes résiduelles de compression d'après les précédentes analyses par DRX, Figure 83 et Figure 84). Une augmentation de l'amplitude en dB indique une amplification du phénomène de traction tandis qu'une diminution indique une tendance plutôt vers la compression. Le type de contraintes résiduelles dépend de la position de la pointe AFM par rapport aux cavités et également de la profondeur sondée résultant de la fréquence d'analyse. En effet, une alternance de contraintes résiduelles de traction et de compression peut être observée en dessous des cavités. Les contraintes résiduelles de traction présentes superficiellement peuvent être expliquées par les effets thermiques du traitement laser. Le laser chauffe la matière et engendre une expansion thermique locale. En dessous, le matériau tente de retrouver son volume initial, créant ainsi des contraintes de compression. Les contraintes résiduelles de compression

observées plus en profondeur pourraient être dues à ce phénomène ou à l'équilibre global des contraintes résiduelles. Ainsi, la Figure 88 met par exemple en évidence que les cavités isolées texturées avec 40 impulsions laser présentent un profil de contraintes plus large que les cavités isolées produites avec 20 impulsions laser. Pour les cavités isolées, l'augmentation du nombre d'impulsions laser a donc induit un élargissement de la zone de contraintes résiduelles et une légère augmentation de leur intensité. En effet, la zone affectée par les contraintes résiduelles peut varier de 100 μm de diamètre (cavités isolées texturées avec 20 impulsions laser (Figure 88a)) à 200 μm de diamètre pour celles obtenues avec 40 impulsions laser (Figure 88b). Néanmoins, cet état de contraintes résiduelles révélé par SMM semble totalement indépendant de la géométrie des cavités. En effet, les diamètres des cavités isolées texturées avec 20 et 40 impulsions restent similaires (Figure 56) alors que les résultats SMM sont différents. Pour la cavité générée avec 40 impulsions laser, le niveau des contraintes résiduelles est globalement plus élevé. De plus, l'augmentation du nombre d'impulsions laser a affecté les contraintes résiduelles à proximité du bourrelet (périphérie du trou).

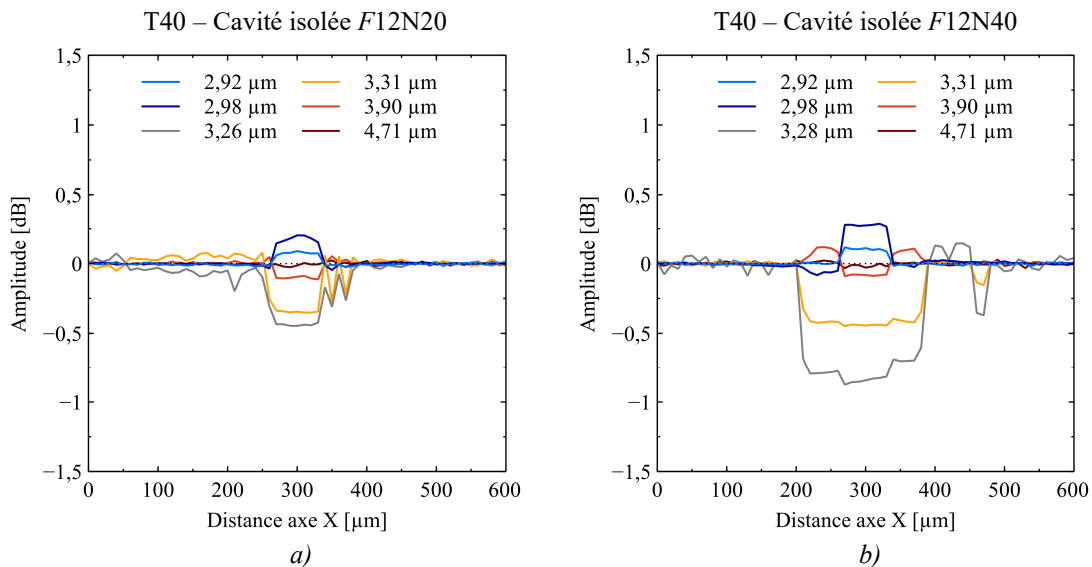


Figure 88. Evolution de l'amplitude de S_{11} au travers d'une cavité isolée pour six profondeurs de pénétration. Les cavités sont texturées sur du titane T40 avec une fluence de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$, selon la direction X – a) Cavité texturée par 20 impulsions laser ; b) Cavité texturée par 40 impulsions laser

Suivant ces mêmes conditions énergétiques (fluence laser de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$, 20 ou 40 impulsions laser par cavité), l'impact des cavités voisines a ensuite été analysé avec un pas de 200 μm . Malgré le changement d'échantillon et de pointe AFM pour des mesures à quelques mois d'intervalle, il apparaît néanmoins que les états de contraintes (traction ou compression) restent toujours similaires (Figure 88 et Figure 90). Or, un offset d'environ 0,3 μm est constaté sur les profondeurs. En appliquant un biais de référence sur les profondeurs des cavités isolées, la comparaison des mesures SMM (cavités isolées vs. cavités groupées) a tout de même été possible. Comme représenté Figure 89, la disposition des cavités au sein d'une matrice d'impacts est représentée, illustrant les quatre premières cavités mesurées par SMM. La première cavité a trois cavités adjacentes (cavités hachurées bleues), tandis que les deuxièmes, troisièmes et quatrièmes cavités ont respectivement cinq cavités adjacentes.

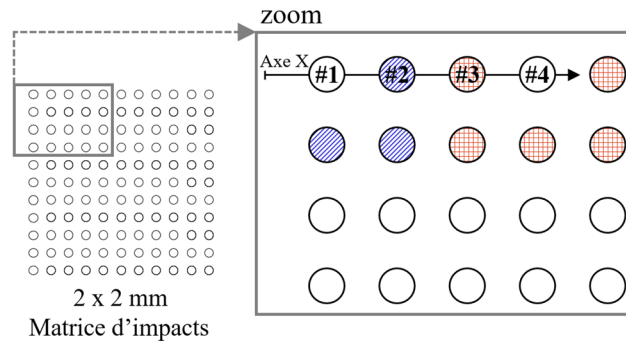


Figure 89. Schéma de localisation des cavités groupées analysées par SMM. L'axe X correspond à la « ligne » de mesures suivie avec le SMM.

Les profils d'amplitude du paramètre S_{11} pour ces quatre cavités successives ont donc été enregistrés (Figure 90). Comme illustré, chaque cavité obtenue avec 20 impulsions présente une amplitude équivalente (Figure 90a). Dans ce cas, les plages de variation sont très proches et le niveau de contraintes résiduelles est similaire à celui constaté pour une cavité isolée. La région entre les cavités présente des contraintes résiduelles supplémentaires non significatives. Ainsi, dans ces conditions de traitement, les contraintes résiduelles induites par la texturation d'une cavité n'apparaissent pas ou sont très peu influencées par la formation des cavités adjacentes. En revanche, l'amplitude enregistrée pour des cavités générées après 40 impulsions laser apparaît très différente, comme l'illustre la Figure 90b. Plus le nombre d'impulsions est élevé, plus les niveaux de contraintes résiduelles sont élevés. Le niveau des contraintes résiduelles des quatre cavités est relativement homogène, toutefois ce niveau est nettement supérieur à celui mesuré pour une cavité isolée (Figure 88b et Figure 90b). Pour 40 impulsions, le niveau des contraintes résiduelles entre les cavités est important. Comme explicité précédemment pour la cavité isolée texturée avec 40 impulsions laser, les contraintes résiduelles s'étendent sur au moins $100\ \mu\text{m}$ de part et d'autre du centre de la cavité. Ainsi, pour une matrice de cavités espacées de $200\ \mu\text{m}$, les contraintes résiduelles s'additionnent. Néanmoins, au niveau des bourrelets et entre les cavités, une inversion de l'état de contraintes est constatée. En effet, pour chaque profondeur présentée dans la Figure 90b, les contraintes qui sont de compression (respectivement de traction) dans la cavité deviennent des contraintes de traction (resp. de compression) dans les bourrelets et entre les cavités.

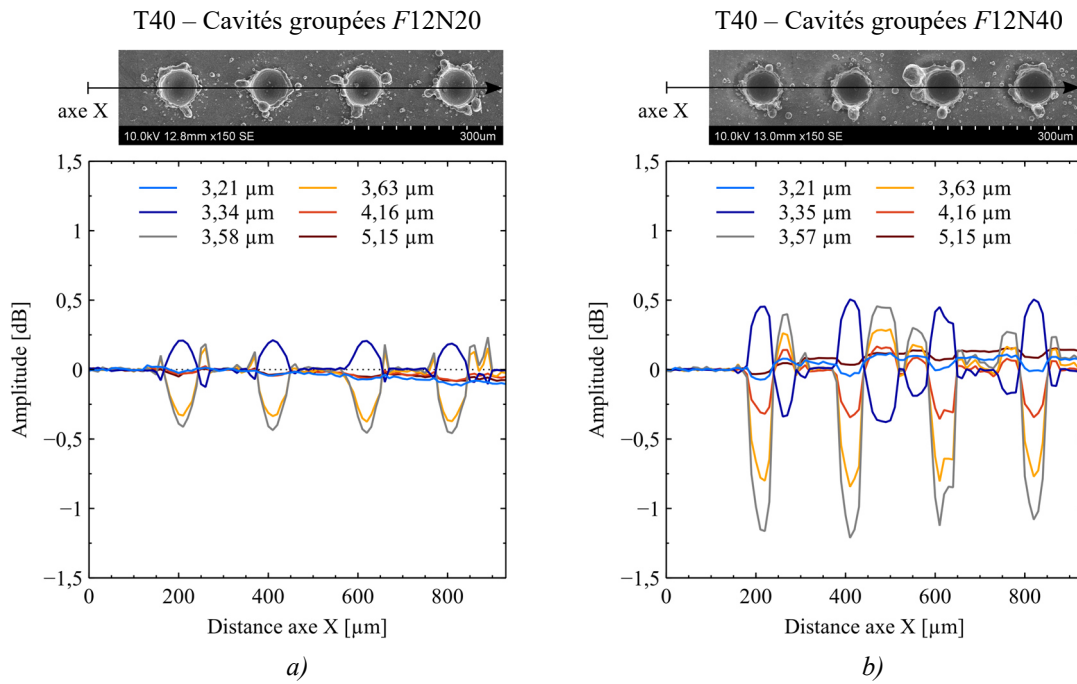


Figure 90. Evolution de l'amplitude de S_{11} au travers de quatre cavités successives, texturées sur du titane T40 avec une fluence de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$, selon la direction X. Affichage pour 6 profondeurs analysées. – a) Cavités texturées par 20 impulsions laser ; b) Cavités texturées par 40 impulsions laser

Une telle tendance reste identique quelle que soit la profondeur analysée (Figure 91). L'alternance de l'état des contraintes résiduelles selon la profondeur est confirmée mais également selon la position sur l'échantillon. Présentée différemment, la Figure 92 montre en effet l'évolution des contraintes résiduelles en dessous du fond (de 3 à 12 μm) des cavités texturées avec 20 et 40 impulsions laser. Après 20 impulsions laser, quelle que soit la cavité, les profils des contraintes résiduelles restent proches (Figure 92a). Toutefois en extrême surface, aux alentours de 4 à 6 μm de profondeur, une légère amplification des contraintes résiduelles est constatée pour chaque cavité. Après 40 impulsions laser (Figure 92b), les profils des contraintes résiduelles semblent quant à eux plus intenses. L'effet cumulatif exercé par les cavités adjacentes se confirme donc bien et une certaine stabilisation apparaît néanmoins à partir de la cavité #3. Concernant l'influence du nombre d'impulsions laser sur les contraintes résiduelles en profondeur, la Figure 93 illustre l'évolution des contraintes résiduelles à l'échelle de la cavité #1. Comme attendu, de 3 à 4,5 μm en dessous du fond de la cavité, les amplitudes apparaissent plus élevées pour 40 impulsions que pour 20 impulsions mais tendent à diminuer dès 7 μm de profondeur jusqu'à s'équilibrer. Evidemment, les contraintes résiduelles s'atténuent beaucoup plus rapidement dès lors que le traitement est réalisé avec un nombre d'impulsions laser réduit. Ainsi, **plus le nombre d'impulsions laser est élevé, plus le niveau des contraintes résiduelles est élevé et plus l'épaisseur de matière présentant des contraintes résiduelles est grande.**

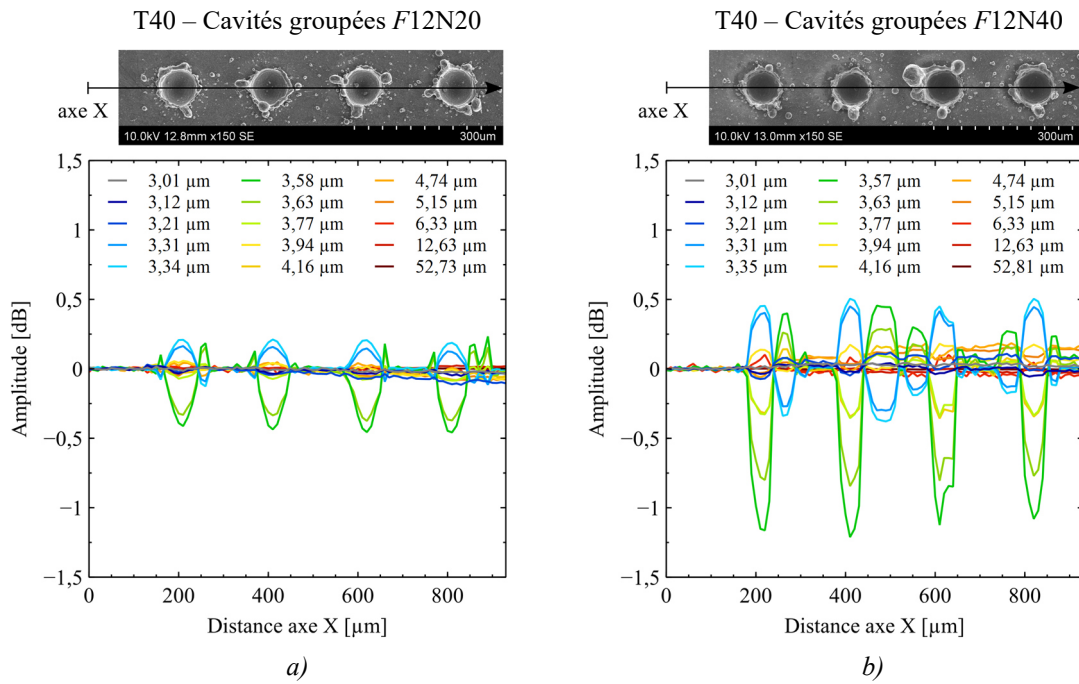


Figure 91. Evolution de l'amplitude de S_{11} au travers de quatre cavités successives, texturées sur du titane T40 avec une fluence de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$, selon la direction X. Affichage pour 15 profondeurs analysées. – a) Cavités texturées par 20 impulsions laser ; b) Cavités texturées par 40 impulsions laser

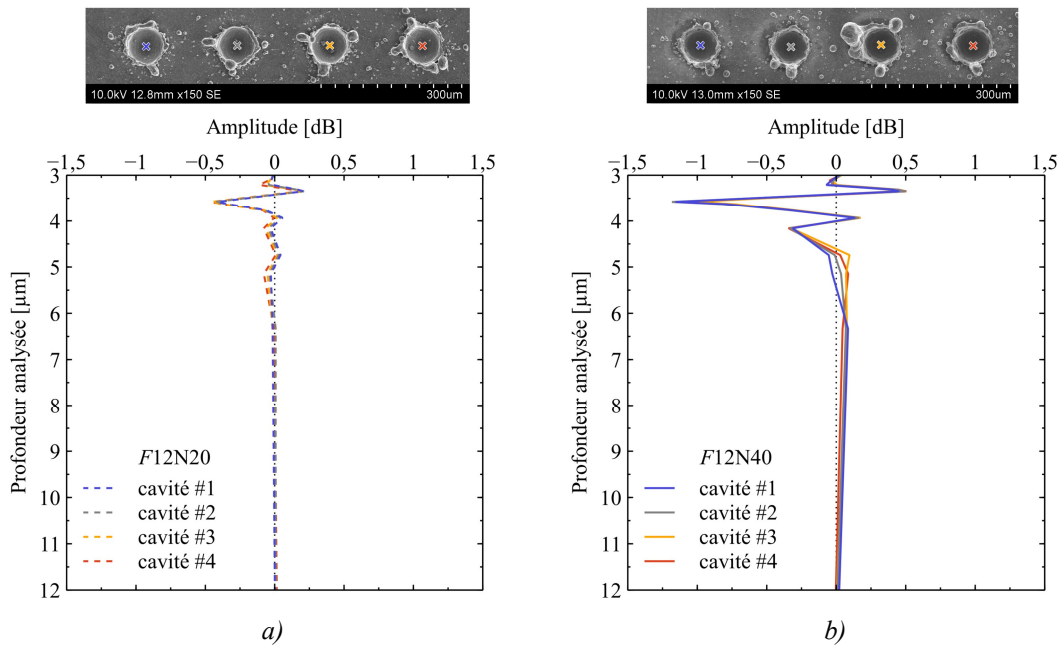


Figure 92. Evolution de l'amplitude de S_{11} en dessous du fond des quatre cavités successives, texturées sur du titane T40 avec une fluence de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$. Courbes obtenues avec les amplitudes à 15 profondeurs différentes (Figure 91). – a) Cavités texturées par 20 impulsions laser ; b) Cavités texturées par 40 impulsions laser

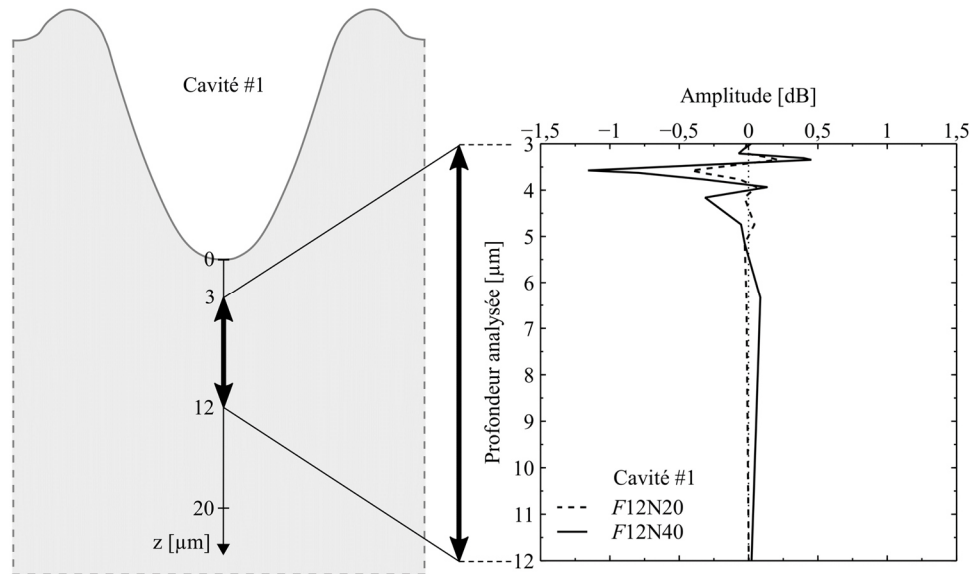


Figure 93. Evolution de l'amplitude de S_{11} en dessous du fond des cavités #1, texturées sur du titane T40 avec une fluence de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ et par 20 ou 40 impulsions laser. Courbes obtenues avec les amplitudes à 15 profondeurs différentes (Figure 91)

En comparant les cavités isolées et des cavités groupées #4, la Figure 94 illustre les amplitudes mesurées à six profondeurs différentes (l'offset de $+0,3 \mu\text{m}$ ayant été ajouté aux profondeurs des cavités isolées pour pouvoir comparer les données). Après 20 impulsions laser, il s'avère que les amplitudes des signaux SMM en dessous des cavités (quel que soit leur environnement) restent similaires sur une profondeur variant de 3 à $4,5 \mu\text{m}$. Un comportement individuel à l'échelle de chacune des cavités est à noter. Au-delà de $4,5\text{-}5 \mu\text{m}$, les contraintes de la cavité isolée tendent quant à elles à s'équilibrer. D'autre part, pour les cavités isolées qu'elles soient texturées avec 20 ou 40 impulsions laser, le niveau des contraintes résiduelles en profondeur reste équivalent. A l'inverse, le niveau des contraintes résiduelles est significativement plus élevé au fond des cavités groupées générées avec 40 impulsions laser. Pour ces cavités, les contraintes résiduelles montrent donc un comportement matriciel (effets cumulatifs induits par la texturation des cavités adjacentes), comme l'illustre la Figure 94.

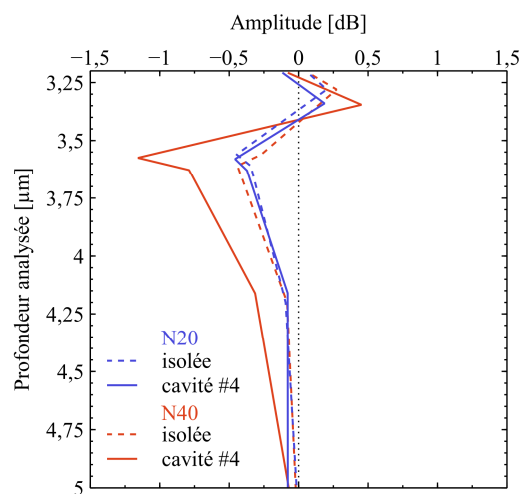


Figure 94. Evolution de l'amplitude de S_{11} en dessous du fond des cavités isolées et des cavités groupées #4, texturées sur du titane T40 avec une fluence de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ et par 20 ou 40 impulsions laser. Courbes obtenues avec les amplitudes à 6 profondeurs différentes (Figure 88 et Figure 90).

Ainsi, **la SMM fournit une mesure locale des contraintes résiduelles tandis que la DRX fournit une évaluation moyenne d'une plus grande zone de surface.** La taille du volume sondé est nettement plus grande pour la DRX que pour la SMM. En profondeur, le signal se propage sur une profondeur de pénétration moyenne finie caractérisée par la profondeur de peau, ce qui rend les mesures plus comparables. Les deux techniques diffèrent essentiellement par la taille de leur spot, de l'ordre du micromètre pour la DRX et du nanomètre pour la microscopie micro-ondes. Elles sont donc complémentaires, la DRX donnant une analyse globale de la zone affectée et la SMM une analyse locale. Les moyennes des mesures SMM de 3,01 à 3,94 μm ont été calculées et sont représentées dans la Figure 95. Les cavités groupées #3 et #4 sont étudiées car leurs contraintes résiduelles sont caractéristiques de la texturation laser groupée (effet cumulatif induit par les cavités adjacentes). Dès 20 impulsions laser, la zone entre les cavités apparaît en compression pour évoluer vers la traction après un nombre d'impacts plus significatifs (N40). Cependant, quelles que soient les conditions de traitement (20 ou 40 impulsions laser), dans les cavités et au fond de celles-ci, les contraintes résiduelles semblent toujours en compression ou le deviennent. Ces contraintes résiduelles de compression sont potentiellement dues à un équilibrage des contraintes résiduelles dans la matière après l'interaction laser – matière. En généralisant la ligne de mesure SMM à une surface, la majorité des contraintes résiduelles devraient donc être en compression après 20 impulsions laser et en traction après 40 impulsions laser. En considérant une matrice d'impacts espacés de 200 μm , la surface des cavités est en effet relativement faible par rapport à la surface entre les cavités (la surface entre les cavités est plus de 10 fois supérieure à la surface correspondant aux cavités). L'augmentation du nombre d'impulsions laser conduit donc au développement des contraintes résiduelles de traction. Les données de la Figure 86a révèlent d'ailleurs que les contraintes résiduelles mesurées par DRX augmentent avec le nombre d'impulsions laser. Les deux techniques, la diffraction par rayons X (DRX) et la microscopie micro-onde (SMM), conduisent donc à la même observation concernant la texturation laser : **l'augmentation du nombre d'impulsions laser génère une contrainte résiduelle de traction en surface.** La présence de ces contraintes résiduelles de traction peut être expliquée par les mécanismes impliqués au cours du refroidissement et de la solidification du métal après la texturation laser. En effet, pendant le refroidissement et la solidification, le matériau liquide se contracte. Cependant, le matériau solide autour de la zone fondue empêche cette contraction, générant ainsi des contraintes résiduelles de traction dans la surface.

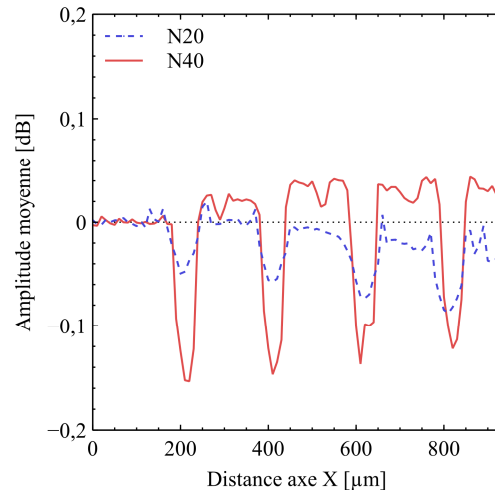


Figure 95. Evolution de l'amplitude moyenne entre $3,01 \mu\text{m}$ et $3,94 \mu\text{m}$ de profondeur pour des cavités successives texturées avec une fluence laser de $11,6 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ et 20 ou 40 impulsions laser

Dans le domaine des matériaux, l'état de la matière est fondamental pour estimer la tenue en service des systèmes exploités, bruts ou incluant des quelconques traitements. L'état de contraintes est donc un critère important à connaître et à maîtriser. Etant donné que les contraintes résiduelles de surface peuvent être évaluées microscopiquement par SMM et macroscopiquement par DRX, les conditions optimales de texturation laser peuvent donc être recherchées afin d'éviter d'endommager les propriétés mécaniques de la surface. Un post-traitement peut également être envisagé pour relaxer les contraintes résiduelles en surface ou pour introduire des contraintes résiduelles de compression, telles que les techniques de grenailage par cavitation (cavitation peening) ou par choc laser (laser shock peening).

4. Conclusion

Les résultats expérimentaux, présentés dans cette section, confirment et prouvent que la texturation laser induit des effets significatifs dans les surfaces des matériaux métalliques, d'un point de vue topographique, chimique et mécanique.

La morphologie des cavités isolées et des cavités groupées ont été étudiées et comparées. Leurs profondeurs présentent des évolutions différentes selon la fluence laser et le nombre d'impulsions laser utilisés. Globalement, les profondeurs des cavités groupées sont supérieures aux profondeurs des cavités isolées ; excepté pour des fluences cumulées élevées, où les profondeurs des cavités groupées diminuent légèrement par recombement de matière. En revanche, la texturation laser matricielle n'impacte pas le diamètre des cavités. En effet, le diamètre des cavités isolées et groupées sont similaires et principalement contrôlés par le diamètre du faisceau laser gaussien. L'analyse de la morphologie des surfaces texturées a permis de définir des lois de comportement pour l'évolution des profondeurs et des diamètres des cavités groupées. L'évolution de la fluence seuil d'ablation a été déterminée pour chaque matériau. Cette fluence caractéristique est significativement plus élevée pour un nombre d'impulsions laser faible et sature après 20 impulsions laser pour le titane (T40) et l'alliage Ti6Al4V (TA6V), ou pour une valeur inférieure pour le nickel (Ni200). Au-delà de la fluence seuil, la profondeur des cavités augmente rapidement pour se stabiliser avec la fluence laser ou

le nombre d'impulsions laser. Une loi puissance a même été proposée pour décrire l'effet de seuil et le comportement asymptotique de la profondeur des cavités groupées. D'autre part, le diamètre des cavités groupées augmente avec la fluence laser selon une loi exponentielle et montre un comportement asymptotique avec l'augmentation du nombre d'impulsions laser. Le volume ablaté (ou volume des cavités texturées) a également été évalué et un modèle prédictif a été défini. Au-delà d'une fluence seuil et d'un nombre d'impulsions seuil, le volume des cavités évolue linéairement avec la fluence laser (pour un nombre d'impulsions constant) et linéairement avec le nombre d'impulsions laser (pour une fluence constante). Mais ce volume évolue fortement suivant la nature des matériaux traités (Ti6Al4V (TA6V) > T40 > nickel) sous l'influence de la conductivité thermique du matériau. En effet, plus la conductivité thermique du matériau est faible, plus le volume ablaté est élevé.

Le traitement laser a également modifié la composition chimique des surfaces métalliques. Dans le cas du titane (T40), le fond des cavités se compose essentiellement de nitrure de titane dont la quantité augmente avec la fluence laser et le nombre d'impulsions laser. En périphérie des cavités, dans les bourrelets de matière et les zones non-texturées, le dioxyde de titane reste majoritaire. Pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V), le fond des cavités est également le siège de nitruration. Toutefois, la quantité de nitrure de titane n'évolue pas avec la fluence et semble même diminuer avec le nombre d'impulsions laser. Les bourrelets des cavités dans le Ti6Al4V sont composés quant à eux de dioxyde de titane et d'alumine. Enfin, concernant le nickel, le fond des cavités est principalement composé d'oxydes de nickel (II) et (III). Toutefois, lors de l'augmentation du nombre d'impulsions laser, le fond des cavités en nickel reste moins oxydé et semble être affecté par la carburation. Les bourrelets autour des cavités sont composés quant à eux de nickel métallique et d'oxyde de nickel (III).

Enfin d'un point de vue mécanique, les effets de la fluence laser, du nombre d'impulsions et du pas entre les cavités ont été étudiés à l'aide d'analyses par diffraction des rayons X (DRX) et par microscopie micro-onde (SMM). Macroscopiquement, l'analyse par DRX des contraintes résiduelles des surfaces texturées de titane (T40) et de nickel (Ni200) a mis en évidence que la texturation laser génère des contraintes résiduelles de traction en surface. Les analyses DRX ont également montré que la diminution du pas entre les cavités induit une augmentation significative de l'intensité de ces contraintes. Le niveau des contraintes résiduelles augmente à la fois avec la fluence laser et le nombre d'impulsions laser. Une certaine influence de la nature même du matériau est bien évidemment relevée puisque pour des conditions de texturation laser identiques, l'échantillon texturé de nickel présente des contraintes résiduelles plus élevées que l'échantillon de titane (T40). Plus localement, les analyses par microscopie micro-ondes (SMM) ont mis en évidence des contraintes résiduelles de compression au fond des cavités. Les mesures SMM au travers de cavités isolées ont également révélé un élargissement de la zone des contraintes résiduelles et une légère augmentation de leur niveau, lors de l'augmentation du nombre d'impulsions laser. Par conséquent, en augmentant le nombre d'impulsions laser, l'état mécanique de la zone adjacente est davantage affecté. L'étude des cavités groupées a montré d'ailleurs que plus le nombre d'impulsions est élevé, plus le niveau des contraintes résiduelles est important et plus l'épaisseur de matière présentant des contraintes est grande. En dessous du fond des cavités groupées, les contraintes résiduelles présentent un comportement individuel pour 20 impulsions laser et un comportement matriciel pour 40 impulsions. Ainsi, il existe des interactions entre les cavités texturées avec 40 impulsions laser, c'est-à-dire que les contraintes

résiduelles de chaque cavité sont influencées par les contraintes résiduelles des cavités adjacentes. Ces surfaces texturées présentent des contraintes résiduelles de traction entre les cavités et des contraintes résiduelles de compression au fond des cavités. Actuellement, les mesures SMM ne fournissent pas une évaluation quantitative des contraintes résiduelles mais donnent des résultats précieux sur l'état de contraintes en surface et en profondeur avec une excellente résolution spatiale. Des travaux sont en cours au Laboratoire ICB pour déterminer la correspondance exacte entre les contraintes résiduelles mesurées par DRX et SMM.

Enfin, afin d'approfondir la compréhension des effets de la texturation par laser sur les surfaces texturées à l'échelle nanométrique, des simulations de tir laser ont été réalisées au moyen de la dynamique moléculaire.

IV. Simulations numériques de tirs laser par dynamique moléculaire, sur des surfaces de titane ou de nickel

Parallèlement aux travaux expérimentaux, des simulations numériques par dynamique moléculaire ont été développées afin d'étudier l'évolution du comportement des surfaces métalliques au cours de l'impulsion laser. L'intérêt premier de ce modèle est de fournir une description au niveau atomique des phénomènes observés lors d'un tir laser (ou impulsion laser) dont la caractérisation expérimentale est limitée à ces échelles. La démarche numérique a été déployée pour deux matériaux purs : le titane et le nickel. Le titane cristallise selon une structure hexagonale compacte (notée « HCP », Hexagonal Close-Packed, en anglais) tandis que le nickel cristallise selon une structure cubique à faces centrées (notée « FCC », Face-Centered-Cubic, en anglais). Ces structures cristallines différentes sont susceptibles de conduire à des comportements différents dans les simulations de dynamique moléculaire. D'autre part, il a été constaté expérimentalement que les dimensions des cavités texturées sur le titane (T40) et l'alliage Ti6Al4V (TA6V) sont très proches. De ce fait, des simulations sur le titane pur semblent suffisantes pour comprendre les phénomènes mis en jeu lors d'une impulsion laser dans les alliages de titane majoritairement alpha tels que le Ti6Al4V (TA6V).

Les principes généraux de la dynamique moléculaire ont été énoncés dans le chapitre I §4.2. Dans ce chapitre, les deux matériaux modèles étudiés (le titane pur et le nickel pur) ainsi que les simulations de leurs caractéristiques sont tout d'abord présentés. Puis, les modèles adoptés dans les simulations sont décrits. Ensuite, les résultats issus des simulations sont détaillés, en particulier le comportement spatial des atomes, l'évolution de la température et de la morphologie de la surface au cours de l'impulsion laser et pendant le refroidissement.

1. Simulations préliminaires et description des modèles

Comme énoncé dans le chapitre I, en dynamique moléculaire classique, les atomes sont décrits comme des particules massiques soumises à des forces interatomiques dérivant d'un potentiel empirique appelé potentiel interatomique. Les équations de Newton sont ensuite intégrées numériquement pour chaque atome avec un pas de temps dt . Dans les présents travaux, le pas de temps utilisé est de 1 fs (simulations préliminaires pour déterminer les propriétés des matériaux) ou 2 fs (simulations des impulsions laser).

Différents programmes de simulation atomistique (LAMMPS, GROMACS, OpenMM, TINKER, NAMD, AMBER, etc.) basés sur la dynamique moléculaire sont disponibles. Dans cette étude, le code « open-source » LAMMPS (Large-scale Atomic/Molecular Massively Parallel Simulator) a été employé pour réaliser les simulations. Ce code a été développé au Sandia National Laboratory (USA) [223]. Il s'agit d'un outil puissant pour la modélisation des matériaux [224].

La structure d'un script d'entrée, pour exécuter des simulations de dynamique moléculaire dans LAMMPS, est explicitée ci-dessous :

- Initialisation : définition de la structure cristalline
- Définition du potentiel interatomique

- Définition du volume et des conditions périodiques
- Affectation des positions et des vitesses initiales
- Définition du pas de temps et du nombre d'itérations
- Calculs de diverses quantités physiques (température, pression, déplacement, etc.) pour un groupe défini d'atomes

Les grandeurs mesurées dans les simulations ont été sauvegardées dans des fichiers « dump » et par défaut dans le fichier « log.lammps ». Ces fichiers de sortie contiennent différentes grandeurs physiques telles que les propriétés thermodynamiques, structurales et énergétiques du système étudié. Ces données ont ensuite été post-traitées afin de calculer des valeurs physiques du système d'atomes considéré, tracer des graphiques et visualiser les résultats à l'aide des logiciels OVITO [225] et de scripts MATLAB [226] développés spécifiquement pour cette présente étude.

1.1. Simulations préliminaires

Les travaux numériques ont été menés sur deux matériaux modèles, le titane pur et le nickel pur. A 300 K, le titane a une structure hexagonale compacte (HCP) et le nickel une structure cristalline cubique à faces centrées (FCC). Les plans et famille de plans cristallins considérés dans les simulations sont représentés dans la Figure 96 et la Figure 97. Pour le titane, le potentiel de R.R. Zope et Y. Mishin (2003) développé pour le système Ti-Al a été choisi [227]. Pour le nickel, le potentiel EAM développé en 2009 par G.P. Purja Pun et Y. Mishin pour décrire le système Ni-Al a été utilisé [228]. C'est à travers le potentiel interatomique que la physique du système est fixée.

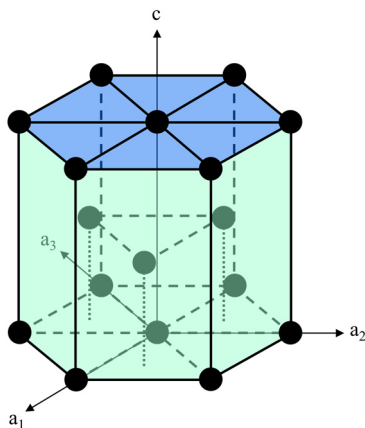


Figure 96. Structure cristalline HCP. Le plan (0001) est représenté en bleu et les plans prismatiques $(10\bar{1}0)$ sont représentés en vert

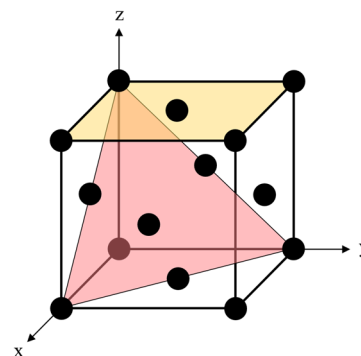


Figure 97. Structure cristalline FCC. Le plan (001) est représenté en jaune et le plan (111) en rose

Préalablement aux travaux sur le tir laser, le titane et le nickel ont été analysés. Ainsi, des simulations appropriées ont été réalisées à différentes températures pour déterminer quelques propriétés physiques et thermodynamiques des matériaux associées aux potentiels EAM utilisés : paramètres de maille, expansion thermique et température de fusion. De nombreuses simulations ont été réalisées successivement dans des ensembles spécifiques NVT, NPT et/ou NVE avec un pas de temps de 1 fs. Pour chaque simulation, une boîte, ayant des conditions périodiques dans les trois directions de l'espace, a été créée et remplie d'atomes disposés selon un empilement hexagonal compact (HCP) pour le titane ou cubique à face centré (FCC) pour le nickel.

Le titane se trouve à basse température ($T < T_\beta \approx 1155$ K) sous une forme cristalline hexagonale compacte (titane alpha). Au-dessus de cette température caractéristique T_β (température de transus), la structure cristalline du titane devient normalement cubique centré (titane beta). Or, cette transformation allotropique n'est pas représentée par le potentiel interatomique utilisé. Cette limitation du potentiel de R.R. Zope et Y. Mishin (2003) ne permet donc pas d'observer de transition de phase pour le titane. Contrairement à la physique « réelle », les systèmes simulés en titane conservent donc jusqu'à la fusion une structure cristalline hexagonale compacte, de côté a_{Ti} et de hauteur c_{Ti} . D'autre part, le nickel cristallise selon une structure cubique à faces centrées de côté a_{Ni} . L'évolution des paramètres de maille de chaque matériau en fonction de la température a été calculé en étudiant l'expansion thermique de leur structure cristalline. Ainsi, pour chaque matériau considéré, la température d'un système constitué de 20 mailles a été augmentée de 10 K à 3000 K. Pour cela, dans l'ensemble NVT le système a été soumis à une rampe de température de 10 K pendant 50000 pas de temps (soit 50 ps), puis dans le système NPT à un pallier isotherme pendant 50000 pas de temps (soit 50 ps). Les différentes grandeurs ont été moyennées dans un ensemble NVE pendant 10000 pas de temps (soit 10 ps). Ces trois étapes successives ont été répétées 300 fois afin de faire évoluer la température du système de 10 K à 3000 K. A la suite de ces simulations, les dimensions des systèmes ont permis de remonter à la valeur des paramètres de maille pour chaque température et d'en déduire l'expansion thermique linéaire. Les paramètres de maille de chaque matériau ont pu être exprimés à l'aide d'expressions analytiques dépendantes de la température (relations (46) et (45)). Pour les potentiels interatomiques considérés, les paramètres de maille du titane (phase alpha) sont donnés par :

$$\begin{aligned} a_{Ti}(T) &= 2,95 + 3,38 \cdot 10^{-6} \times T + 9,93 \cdot 10^{-9} \times T^2 \\ c_{Ti}(T) &= 4,68 + 9,67 \cdot 10^{-5} \times T + 1,81 \cdot 10^{-9} \times T^2 \end{aligned} \quad (45)$$

Et le paramètre de maille du nickel par l'expression suivante :

$$a_{Ni}(T) = 3,52 + 2,19 \cdot 10^{-5} \times T + 9,38 \cdot 10^{-9} \times T^2 \quad (46)$$

Les variations des dimensions de la structure cristalline en fonction de la température permettent de déterminer le coefficient de dilatation thermique α . Pour tous les matériaux isotropes, ce coefficient est calculé à l'aide de l'équation :

$$\alpha = \frac{\Delta L}{L_0} \times \frac{1}{\Delta T} \quad (47)$$

avec ΔL [Å] la variation d'une longueur de la maille entre T_0 et T_i , L_0 [Å] la longueur à T_0 et $\Delta T = T_i - T_0$ [K] la variation de la température. La température T_0 est la température initiale du système et la température T_i est sa température finale.

Le nickel est un matériau isotrope, tandis que le titane est anisotrope. Pour le titane, l'expansion thermique dans chacune des directions (selon a et selon c) a été considérée. Toutefois, étant donné la structure HCP du titane, l'expansion thermique globale $\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_g$ du titane a été estimée en moyennant les expansions thermiques linéaires selon a et c telle que :

$$\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_g = \frac{1}{7} \left(6 \times \left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_a + \left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_c \right) \quad (48)$$

Avec $\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_a$ l'expansion thermique linéaire selon l'axe a et $\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)_c$ l'expansion thermique linéaire selon l'axe c.

Les expansions thermiques linéaires ont été calculées de la manière suivante :

- Pour le titane :
 selon l'axe a : $\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{a_{Ti}(T) - a_{Ti_0}}{a_{Ti_0}}$, avec $a_{Ti_0} = 2,9528$ le paramètre de maille a_{Ti} à 293 K ;
 et selon l'axe c : $\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{c_{Ti}(T) - c_{Ti_0}}{c_{Ti_0}}$, avec $c_{Ti_0} = 4,7058$ le paramètre de maille c_{Ti} à 293 K.
- Pour le nickel : $\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{a_{Ni}(T) - a_{Ni_0}}{a_{Ni_0}}$, avec $a_{Ni_0} = 3,5272$ le paramètre de maille a_{Ni} à 293 K.

Les valeurs de l'expansion thermique linéaire $\frac{\Delta L}{L_0}$ du titane et du nickel, issues des simulations, ont été comparées aux valeurs expérimentales proposées par Touloukian [229]. La Figure 98 présente les expansions thermiques linéaires du titane, étant donné que le potentiel utilisé ne rend pas compte de la transformation allotropique vers 1155 K, les valeurs sont présentées de 300 K à 1150 K. L'expansion thermique globale du titane a été calculée selon l'équation (48) pour faciliter la comparaison des valeurs numériques et expérimentales, et est présentée dans la Figure 99. L'expansion thermique linéaire du nickel est présentée dans la Figure 100. Les données expérimentales d'expansion thermique sont globalement supérieures aux données obtenues avec les potentiels EAM. Expérimentalement, les contraintes et les déformations au sein des matériaux sont calculées à partir des variations de distance entre les atomes (donc des variations de paramètres de maille). Les écarts entre les données numériques et expérimentales sont non négligeables. En DM, l'analyse des contraintes doit se faire par rapport aux valeurs de référence calculées ci-dessus.

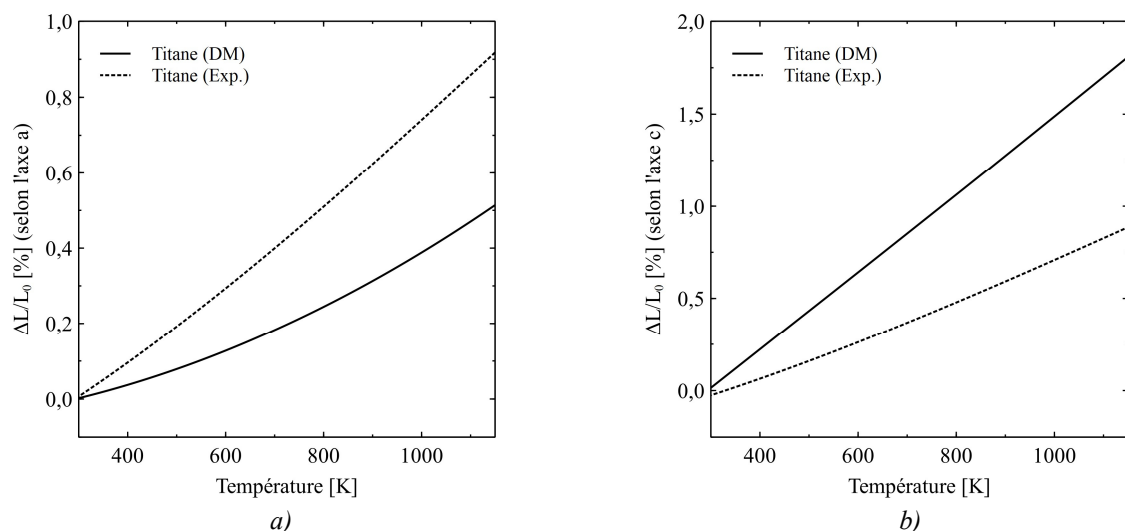


Figure 98. Comparaison de l'expansion thermique linéaire pour le titane entre 300 K et 1150 K, résultats issus des simulations de DM et de travaux expérimentaux [229] – a) Expansion thermique linéaire selon l'axe a ; b) Expansion thermique linéaire selon l'axe c

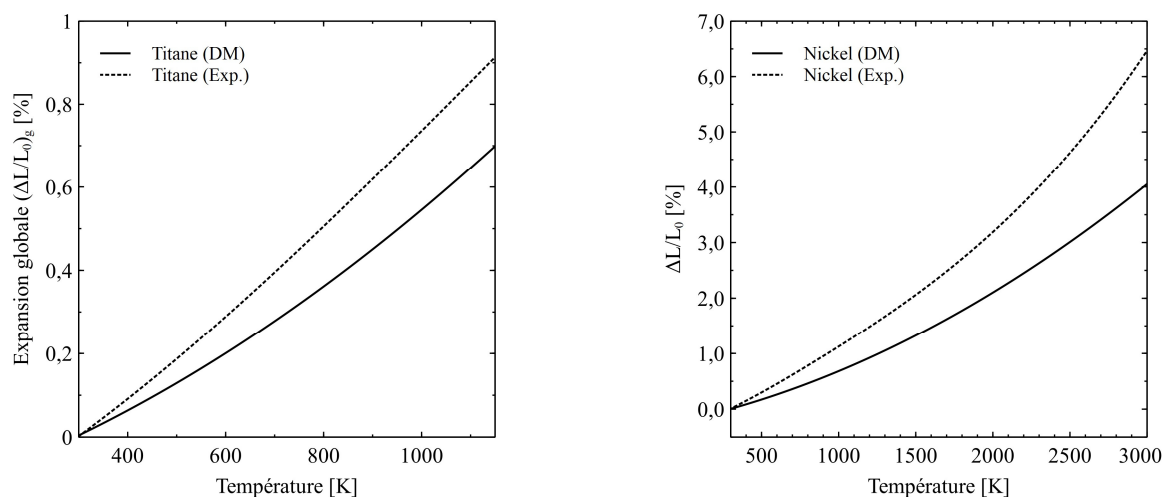


Figure 99. Comparaison de l'expansion thermique globale du titane entre 300 K et 1150 K

Figure 100. Comparaison de l'expansion thermique linéaire pour le nickel entre 300 K à 3000 K, résultats de DM et expérimentaux [229]

Les températures de fusion des deux métaux purs ont été déterminées à l'aide de la méthode des deux phases (« Two-phase method »). La méthode des deux phases repose sur une simulation où les phases solide et liquide coexistent. Pour les températures inférieures à T_f , nous observons la propagation d'un front de solidification tandis que pour des températures supérieures à T_f , c'est au contraire un front de fusion qui se propage. La température de fusion est celle pour laquelle le système reste à l'équilibre, la vitesse de propagation du front est alors nulle. Concrètement, deux systèmes comportant chacun 16000 atomes ont été considérés : un système de dimensions 119,1 x 51,6 x 48,3 Å pour le titane (structure HCP) et un système de dimensions 140,8 x 35,2 x 35,2 Å pour le nickel (structure FCC). Les systèmes ont été thermalisés pendant 1 ns dans l'ensemble NPT. La moitié de chaque système a été maintenue solide près de la température de fusion (1700 K pour le titane et 1500 K pour le nickel) alors que l'autre moitié a été fondue à une température de 3000 K. Après cette étape de fusion, les

deux moitiés du système sont maintenues à une température constante proche du point de fusion. Ensuite, la propagation du front a été mesurée pendant 4 ns. Si la phase solide croît, le système est en dessous de la température de fusion (l'inverse pour la croissance de la phase liquide). Lorsque le front est stationnaire, le système se trouve à la température de fusion. En traçant la vitesse du front en fonction de la température, la température de fusion correspond à une vitesse de front qui s'annule. Les températures de fusion expérimentales et celles estimées en utilisant les potentiels EAM sont données dans le Tableau 19.

Tableau 19. Températures de fusion numériques et expérimentales du titane et du nickel

Matériaux	Température de fusion T_f [K]	
	EAM	Expérimentale [204]
Titane	1531	1943
Nickel	1710	1713

Pour le titane, la température de fusion numérique est sous-estimée. Cette sous-évaluation de la température de fusion du titane a été prise en compte dans l'interprétation des résultats de simulation. Les températures de fusion évaluées expérimentalement et numériquement sont similaires dans le cas du nickel.

Le Tableau 20 présente des valeurs de conductivité thermique du titane et du nickel issues de la littérature, calculées par dynamique moléculaire [230,231] ou mesurées expérimentalement [232]. Concernant les conductivités thermiques issues de simulations de DM, les potentiels interatomiques utilisés sont également ceux employés dans cette présente étude. Toutefois, pour le titane, il ne s'agit pas de la conductivité thermique de la structure cristalline HCP mais des phases métastables FCC [230]. Une transition de phase HCP-FCC peut en effet se produire lorsque le titane subit une déformation plastique sévère [233,234]. Les propriétés thermiques de ces deux structures sont légèrement différentes mais semblent présenter le même ordre de grandeur [235]. Un écart important est constaté entre les conductivités thermiques expérimentales et de DM. Cette différence vient du fait que le transfert de l'énergie thermique en DM est uniquement dû au transport des phonons, or dans la réalité l'énergie thermique est essentiellement transportée par les phonons et les électrons. Dans l'approche de DM classique, basée sur des potentiels empiriques, la contribution des électrons n'est pas considérée explicitement, ce qui induit donc une sous-évaluation de la conductivité thermique.

Tableau 20. Conductivités thermiques numérique et expérimentale pour le titane et le nickel

Matériaux	Conductivité thermique [$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]	
	EAM	Expérimentale
Titane	à 300 K : 10,9 ; à 1000 K : 2,9 [230]	à 300 K : 21,9 ; à 1000 K : 20,7 [232]
Nickel	à 300 K : 9,9 ; à 1000 K : 6,0 [231]	à 300 K : 90,5 ; à 1000 K : 71,8 [232]

1.2. Modèles développés

Des tirs laser ont ensuite été simulés pour les deux systèmes de titane ou de nickel. Les systèmes considérés sont périodiques selon les directions x et y . Deux orientations cristallines différentes ont été irradiées pour chacun des matériaux : (0001) et $(10\bar{1}0)$ pour le titane, et (001) et (111) pour le nickel. L'espace au-dessus de la surface des systèmes est constitué de vide. Les géométries initiales de deux systèmes simulés, c'est-à-dire après thermalisation à 300 K et avant les impacts laser, sont représentées dans la Figure 101. Il s'agit de visualisations obtenues avec le logiciel OVITO [225]. Les atomes sont colorés selon la structure cristalline déterminée par l'analyse de type Ackland¹. Pour la Figure 101, les atomes en bleu correspondent aux atomes en surface n'ayant pas de voisins au-dessus de la surface, par conséquent leur structure cristalline n'est pas identifiée. Les caractéristiques des deux systèmes visualisés dans ces figures sont données dans le Tableau 21. Dans ce chapitre, les dimensions sont exprimées en ångströms (Å). L'ångström est utilisé dans le code LAMMPS, les équations et les variables sont donc exprimées avec cette unité.

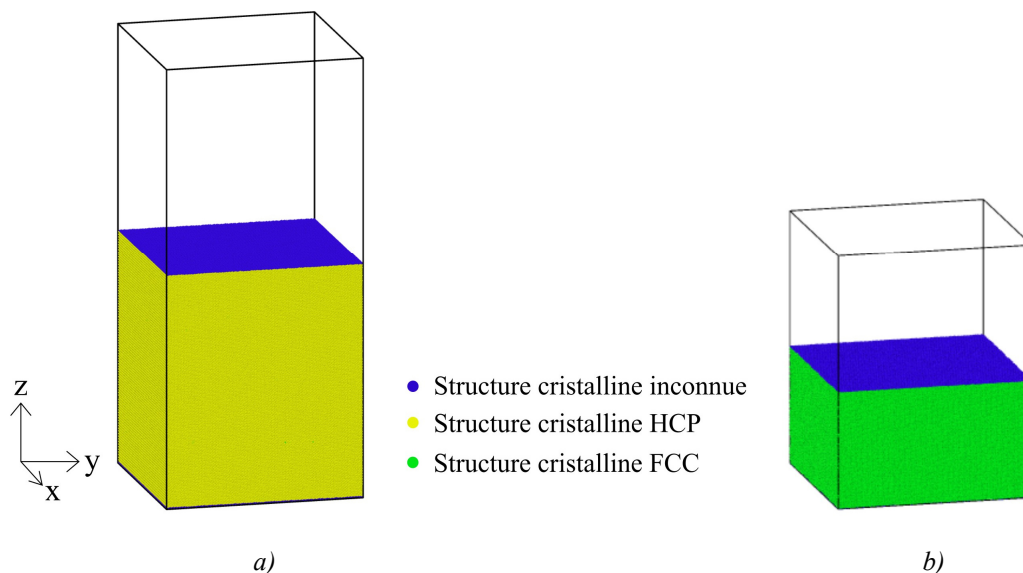


Figure 101. Boîtes de simulation – a) Bloc de titane, ayant une orientation (0001) en surface et d'épaisseur $\approx 423,31$ Å ; b) Bloc de nickel, ayant une orientation (001) en surface et d'épaisseur $\approx 211,82$ Å

¹ Cette méthode développée par Ackland et Jones [236] distingue les structures BCC, FCC, HCP et inconnue. Elle repose sur le calcul des angles de liaisons d'un atome central avec ses plus proches voisins.

Dans ce travail, la signification de la couleur des atomes est la suivante :
 bleu = structure cristalline inconnue (n° Ackland = 0), cyan = structure cristalline BCC (n° Ackland = 1),
 vert = structure cristalline FCC (n° Ackland = 2), jaune = structure cristalline HCP (n° Ackland = 3).

Tableau 21. Caractéristiques des systèmes

	Titane		Nickel	
Structure cristalline à 300 K	Hexagonale compacte (HCP)		Cubique à faces centrées (FCC)	
Orientation perpendiculaire au faisceau laser	(0001)	(10 $\bar{1}$ 0)	(001)	(111)
Dimension de la boîte de simulation [Å]	$L_X = 354,49$ $L_Y = 358,16$ $L_Z = 800,10$	$L_X = 353,00$ $L_Y = 353,18$ $L_Z = 797,28$	$L_X = 352,67$ $L_Y = 352,67$ $L_Z = 458,57$	$L_X = 345,60$ $L_Y = 349,18$ $L_Z = 458,23$
Epaisseur du métal [Å]	$z \approx 423,3$	$z \approx 422,3$	$z \approx 211,8$	$z \approx 214,1$
Nombre d'atomes	3 024 000	2 969 925	2 420 000	2 374 400

La dimension des systèmes a été validée par simulation. En effet, la hauteur des systèmes a été choisie de façon que les atomes en bas de la boîte (valeurs en z faibles) ne soient pas affectés thermiquement.

Pour l'ensemble des simulations modélisant l'interaction laser – matière, le pas de temps utilisé pour intégrer les équations du mouvement a été fixé à 2 fs. Ces simulations comportent différentes étapes. Tout d'abord, le système est thermalisé à 300 K puis l'action du faisceau laser est appliquée au centre de la surface. Cette démarche numérique a été implémentée dans un script d'entrée LAMMPS. Les caractéristiques de chaque étape et la modélisation du faisceau laser sont détaillées ci-après :

- **Thermalisation de l'échantillon**

- Thermalisation à 300 K dans l'ensemble NPT pendant 200 ps
- Thermalisation à 300 K dans l'ensemble NVT pendant 200 ps

- **Suivi de l'évolution du système**

Tout au long de la simulation, des données telles que la température locale, la structure cristalline locale (avec une analyse de type Ackland and Jones), la contrainte par atome et l'énergie par atome (cinétique et potentielle) sont sauvegardées. Tous les 100 pas de temps, c'est-à-dire toutes les 0,2 ps, la moyenne des 20 dernières valeurs des données a été calculée afin d'obtenir des valeurs représentatives de l'état de la structure.

- **Tir laser (ou impulsion laser)**

- Définition du faisceau laser

Dans ce modèle, la surface du métal est exposée à un laser impulsionnel de profil gaussien. Le faisceau laser est modélisé par une distribution de puissance gaussienne spatiale (en x et y) et temporelle (selon t) (Figure 102).

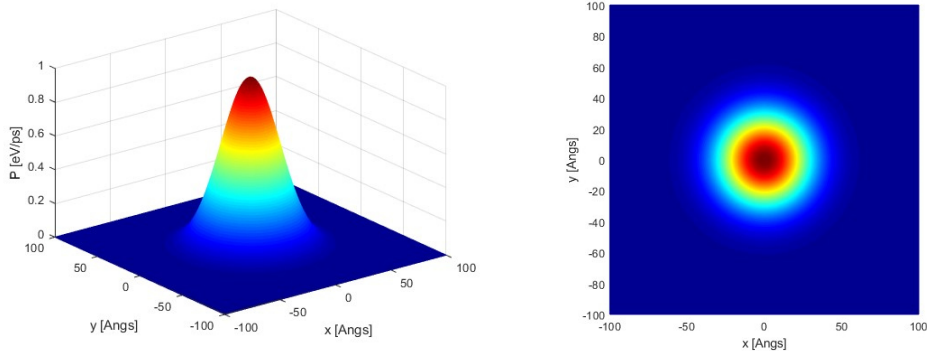


Figure 102. Distribution de puissance spatiale d'un faisceau gaussien

Le processus mis en jeu lors de l'interaction laser – matière a été considéré comme étant purement thermique. Lorsque la durée d'impulsion du laser est supérieure au temps de relaxation électron-phonon du matériau, l'interaction est purement thermique. Dans cette étude, la durée d'impulsion du laser est de 5 ps, or les temps de relaxation électron-phonon sont évalués entre 200 fs et 1 ps pour le nickel [237] ce qui induit que les phénomènes observés sont purement d'origine thermique. L'effet des impulsions lasers a donc été simulé via un modèle thermique. Ainsi, l'énergie du laser est communiquée aux atomes des blocs de titane ou du nickel à travers leur énergie cinétique. Le matériau absorbe l'énergie délivrée par le laser, ce qui implique une élévation locale de la température. La loi de Beer-Lambert est alors utilisée pour décrire l'absorption du faisceau laser par les matériaux étudiés. L'intensité du faisceau (en $\text{eV} \cdot \text{ps}^{-1} \cdot \text{Å}^{-2}$) en fonction de la profondeur d'absorption z est définie par l'expression suivante :

$$I(x, y, z, t) = I_0(1 - R)\alpha \exp(-\alpha z) \exp\left(-\frac{(t - t_0)^2}{2\sigma_t^2}\right) \exp\left(-\frac{(x - x_0)^2}{2\sigma_r^2}\right) \exp\left(-\frac{(y - y_0)^2}{2\sigma_r^2}\right) \quad (49)$$

avec I_0 l'intensité incidente, α le coefficient d'absorption, R le coefficient de réflexion du matériau, σ_t et σ_r définissent respectivement la largeur selon le temps t et le rayon r .

Le coefficient de réflexion R du matériau est considéré nul dans cette étude, c'est-à-dire que l'énergie du faisceau laser est totalement absorbée par le matériau. Cette hypothèse est souvent appliquée pour les simulations numériques. Dans la loi de Beer-Lambert, le coefficient de réflexion est un facteur multiplicatif par conséquent le fait de le négliger ne va pas modifier radicalement les résultats. La profondeur d'absorption correspond à l'inverse du coefficient d'absorption α . Dans ce travail, la profondeur d'absorption du faisceau pour chaque matériau a été fixée à 50 Å (notée $1/\alpha$). Cette valeur est relativement élevée au vu des dimensions des systèmes considérés. Toutefois, cette profondeur a été délibérément choisie pour contrebalancer la faible conductivité thermique des matériaux modèles. Cet ajustement a permis d'obtenir une géométrie de bain de fusion très proche de celle observée dans les expériences. Dans les systèmes réels étudiés et pour une longueur d'onde de 1064 nm, la profondeur d'absorption a été estimée à environ 260 Å pour le titane (T40) et environ 165 Å pour le nickel (Ni200). La largeur temporelle à mi-hauteur (FWHM) de l'impulsion laser est égale à 5 ps (notée t_g) (Figure

103). Le maximum de puissance de l'impulsion laser est situé à $t_0 = 10$ ps. L'écart-type selon le temps t est défini par : $\sigma_t = \frac{t_g}{\sqrt{8 \times \ln 2}}$ (ici $\sigma_t = 2,123$ ps).

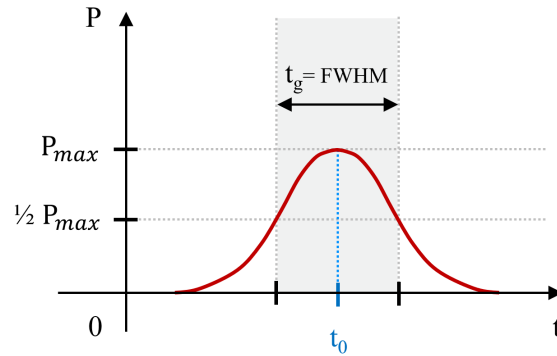


Figure 103. Largeur à mi-hauteur t_g (FWHM) et position du maximum t_0 de l'impulsion laser

Le rayon du faisceau laser HWHM est fixé à 50 \AA (noté r_g). Ce rayon correspond à la demi-largeur du faisceau lorsque sa puissance est égale à la moitié de sa puissance maximale. La largeur selon le rayon r est défini par : $\sigma_r = \frac{r_g}{\sqrt{8 \times \ln 2}}$ (ici $\sigma_r = 21,23 \text{ \AA}$). L'intensité incidente I_0 [$\text{eV} \cdot \text{ps}^{-1} \cdot \text{\AA}^{-2}$] en fonction de la fluence F [$\text{eV} \cdot \text{\AA}^{-2}$] s'écrit telle la relation (50) :

$$I_0 = \frac{F}{t_g} \times \sqrt{\frac{4 \ln 2}{\pi}} \quad (50)$$

Des simulations ont été effectuées pour différentes valeurs de fluence laser variant de $0,5 \times 10^4 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ à $1,5 \times 10^4 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$, soit de $0,5 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$ à $1,5 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$. Ces valeurs de fluence ont été choisies afin de fournir une quantité suffisante de chaleur au système.

- Génération d'une ou plusieurs impulsions laser au centre du bloc de métal

Dans le cas d'une seule impulsion laser, celle-ci est focalisée sur la surface du métal. La durée des simulations d'un tir laser est de 60 ps dans le cas du titane et de 40 ps dans le cas du nickel. Expérimentalement, les cavités générées sur les surfaces de titane ou de nickel ont été texturées par plusieurs impulsions laser (au moins cinq impulsions). Les surfaces micro-texturées de titane « réelles » ont été davantage analysées. Ainsi, des simulations de plusieurs tirs laser ont été effectuées sur un système de titane, afin d'étudier numériquement à l'échelle atomique le comportement de la surface soumise à plusieurs impulsions successives. La fréquence du laser nanoseconde ($\tau = 100 \text{ ns}$) utilisé varie entre 20 kHz et 100 kHz. Les impulsions laser peuvent donc être espacées temporellement de 10 à 50 μs (soit de 100τ à 500τ). La température en surface du titane (T40) ou du nickel (Ni200) a été évaluée théoriquement à l'aide des équations (20), (21) et (22), lorsque ces matériaux sont soumis à dix impulsions laser de puissance laser maximale (20 W) et de fréquence minimale (20 kHz). Dans les deux cas, la température de surface augmente au fur et à mesure des impulsions laser mais se stabilise après chaque impulsion et reste inférieure à la température de fusion des matériaux. Dans les simulations de DM, la température des systèmes après chaque tir laser se stabilise également. Lors de la

génération d'impulsions laser successives, le lieu de focalisation du faisceau laser a été défini au fond de la cavité formée par le tir laser précédent. La durée des simulations de n tirs laser successifs est donc égale à $60n$ ps pour le titane. Le flux de chaleur modélisé opère seulement sur les atomes situés en dessous de la surface du bloc de métal, c'est-à-dire que les atomes éjectés se situant au-dessus de cette surface ne sont plus affectés par ce flux.

2. Résultats des simulations

2.1. Phénomènes observés au cours d'un tir laser

Au cours d'un tir laser, différentes phases sont observées. Tout d'abord l'énergie apportée par les photons (énergie du faisceau laser) est absorbée en totalité par le système. Puis l'énergie absorbée est dans la réalité redistribuée dans le matériau par couplage électrons-phonons ce qui provoque le chauffage du matériau. Comme les électrons ne sont pas considérés en dynamique moléculaire classique, l'échauffement du système simulé est lié aux vibrations générées par la mobilité des atomes (émission de phonons). En effet, les atomes les plus proches de la source de chaleur se mettent à vibrer intensément et communiquent ces vibrations aux atomes voisins via le réseau. Ces vibrations engendrent la diffusion de chaleur dans le matériau [238]. A l'aide du logiciel OVITO, les systèmes ont été observés toutes les 0,2 ps. La Figure 105 et la Figure 104 illustrent l'évolution d'un bloc de titane en orientation (0001) et de nickel en orientation (001) soumis à une impulsion laser de fluence $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$. Sur ces figures, une coupe mince verticale du cristal est représentée, permettant la visualisation des atomes affectés par le faisceau laser. Différentes fluences laser, variant de $0,5 \text{ J.cm}^{-2}$ à $1,5 \text{ J.cm}^{-2}$, ont été analysées, ce qui a permis d'étudier l'influence de la fluence sur les dimensions des cavités formées.

Pour les deux matériaux, les mêmes phénomènes sont observés. La région du système affectée par le tir laser commence à fondre et un bain liquide se forme. Les atomes de structure cristalline inconnue correspondent à des atomes fondus. L'étendue spatiale de la zone fondue augmente pendant la durée de l'impulsion. Si l'intensité du faisceau laser est suffisante, le bain liquide se vaporise. Une partie de la matière fondue est éjectée de l'échantillon sous différentes formes : vapeur, gouttelettes liquides et particules solides en raison d'une vaporisation incomplète. Un mouvement du bain de fusion vers l'extérieur de la cavité est observé, qui pourrait être dû à la présence d'un gradient de température créé par l'impulsion laser. Un gradient de température en surface du système induit un gradient de tension de surface opposé [239]. La matière fondue s'écoule en direction de la tension superficielle la plus élevée, c'est-à-dire vers l'extérieur de la cavité. Les simulations ont montré que les atomes quittent le bain de fusion mais n'ont pas révélé de mouvements de convection établis. Ce mouvement fluide vers l'extérieur de la cavité aurait pu en effet conduire à la formation de cellule de convection avec un flux ascendant au centre du bain de fusion et dirigé vers l'extérieur de celui-ci. Ce phénomène de convection thermocapillaire à l'échelle atomique a notamment été récemment mis en évidence et détaillé dans le cas d'un bain de fusion nanométrique [239]. Finalement, la zone fondue se résorbe, en effet les atomes refroidissent et recristallisent. Une cavité comportant un bourrelet de matière sur sa périphérie est formée. Des défauts apparaissent transitoirement pendant la formation de la cavité, ceux-ci disparaissent rapidement. Toutefois, pour le nickel, quelques défauts ponctuels persistent dans le fond du cratère.

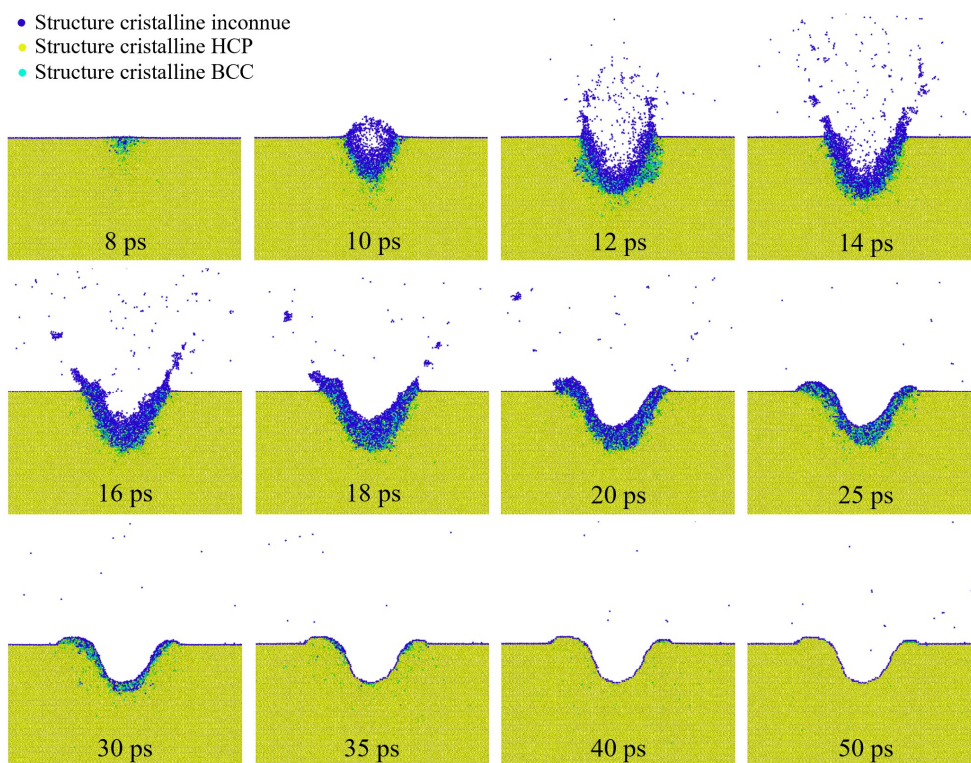


Figure 104. Evolution d'un bloc de titane (0001) soumis à une impulsion laser de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$

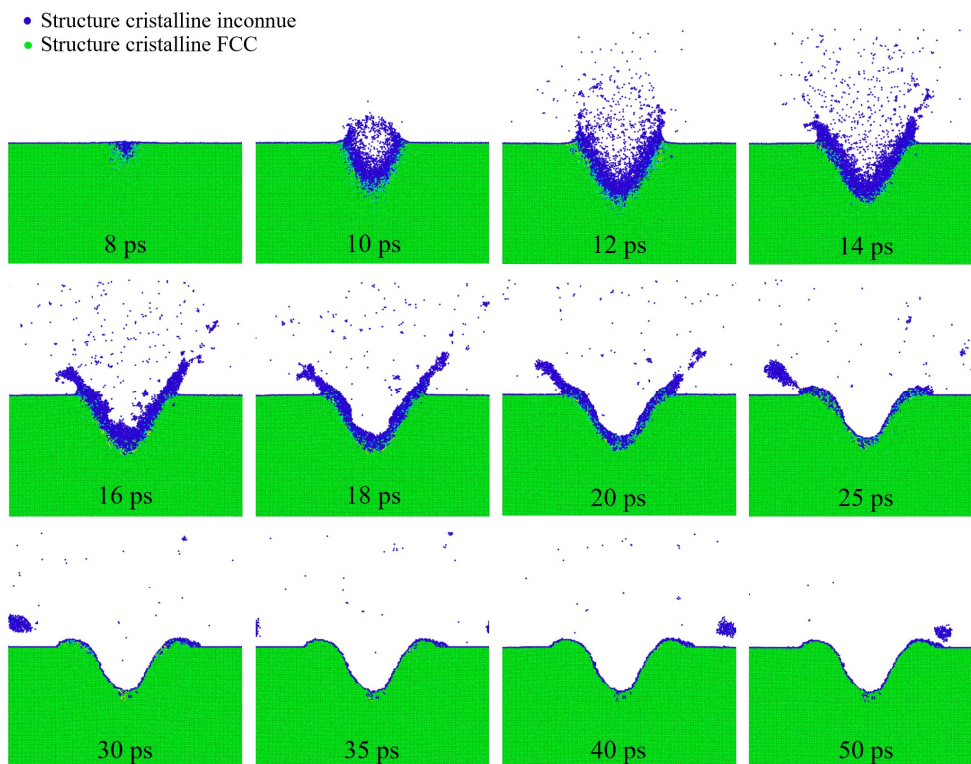


Figure 105. Evolution d'un bloc de nickel (001) soumis à une impulsion laser de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$

Lors d'une impulsion laser de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$, sur un bloc de titane ou de nickel, la fusion d'une petite région en surface est observée dès 8 ps. Cette région fondue s'étend progressivement en surface et en profondeur pendant et après l'impulsion laser. L'impulsion laser est maximale au temps $t = 10 \text{ ps}$. Il a été observé que, quelle que soit la fluence laser, la profondeur maximale de la zone fondue est atteinte à 13 ps pour le nickel et à 16 ps pour le titane. Le nombre maximum d'atomes fondus est donc atteint plus tardivement dans le cas du titane, ceci pourrait s'expliquer en raison de sa conductivité thermique plus faible. La Figure 104 et la Figure 105 révèlent que des atomes sont éjectés en dehors de la cavité et que des amas d'atomes se forment parmi les atomes vaporisés. Un phénomène de panache se développe : une couche d'atomes fondus forme une structure en V qui dépasse la surface du métal. Cette structure va se disloquer en amas dans le panache ou s'étaler sur la surface. Au sein du système de titane, la structure en V formée par les atomes fondus est moins étendue et plus compacte qu'au sein du système de nickel. Pour le titane, il y a également moins d'atomes, appartenant à cette zone, qui se disloque en amas. D'autre part, pour ce matériau, la recristallisation est légèrement plus tardive. Pour l'ensemble des systèmes, les atomes commencent à recristalliser au sein des cavités et au niveau des bourrelets pendant le refroidissement du système.

Les caractéristiques d'une sélection spécifique d'atomes ont été suivies en détail au cours de l'impulsion laser. Étant donné le caractère Gaussien du faisceau laser appliqué au centre de la surface, la zone fondue est décrite par un parabolöide telle l'expression suivante :

$$\left(x - \frac{L_X}{2}\right)^2 + \left(y - \frac{L_Y}{2}\right)^2 = a * (z - b) \quad \text{et} \quad z < z_{\text{lim}} \quad (51)$$

où L_X et L_Y correspondent aux dimensions du système selon x et y (Tableau 21) ; a et b sont des variables qui dépendent de la fluence et du matériau, z_{lim} correspond à la hauteur de la surface de référence (surface supérieure du bloc de métal). L'équation du parabolöide a été définie au temps pour lequel la zone fondue est maximale. Pour chaque fluence, le parabolöide a donc été défini à 16 ps pour le titane et à 13 ps pour le nickel. La Figure 106 montre la forme parabolöide choisie pour un tir laser de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$, dans le cas d'un système de titane (0001) et d'un système de nickel (001). Dans cette figure, pour chaque matériau, les trois images du haut correspondent au système simulé en l'état à trois pas de temps différents. Tandis que, les trois images du bas correspondent à ces mêmes images sur lesquelles les atomes appartenant au parabolöide sélectionné ont été mis en évidence (couleur rouge).

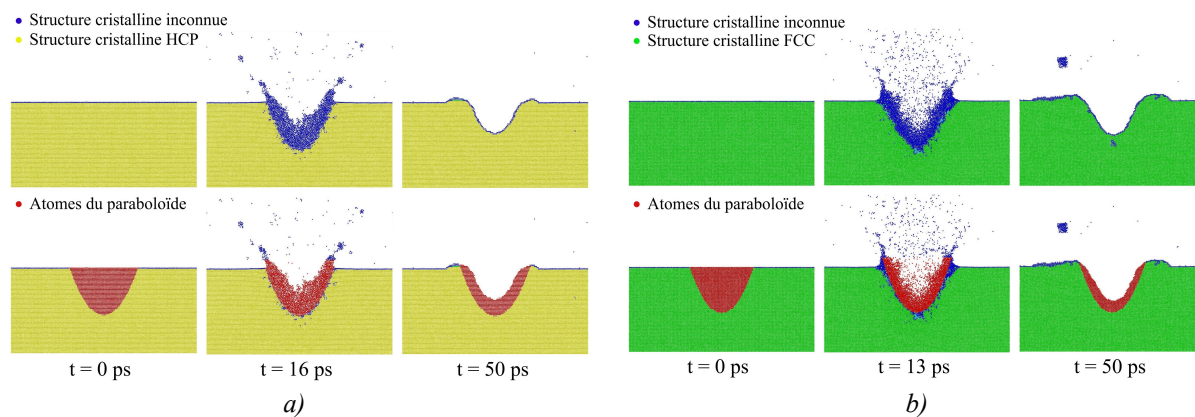


Figure 106. Paraboloïde correspondant à la zone fondue, lors d'une impulsion laser de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$, représenté en rouge. Seule une coupe effectuée au centre de chaque système est représentée. – a) Cas du titane (0001), $a = 47 \text{ \AA}$, $b = 333 \text{ \AA}$, $z_{lim} = 440 \text{ \AA}$; b) Cas du nickel (001), $a = 42 \text{ \AA}$, $b = 125 \text{ \AA}$, $z_{lim} = 230 \text{ \AA}$

Le nombre d'atomes dans le paraboloïde en fonction de leur configuration a été mesuré pour la fluence de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$. L'évolution du nombre d'atomes est présentée Figure 107a pour le titane (0001) et Figure 107b pour le nickel (001).

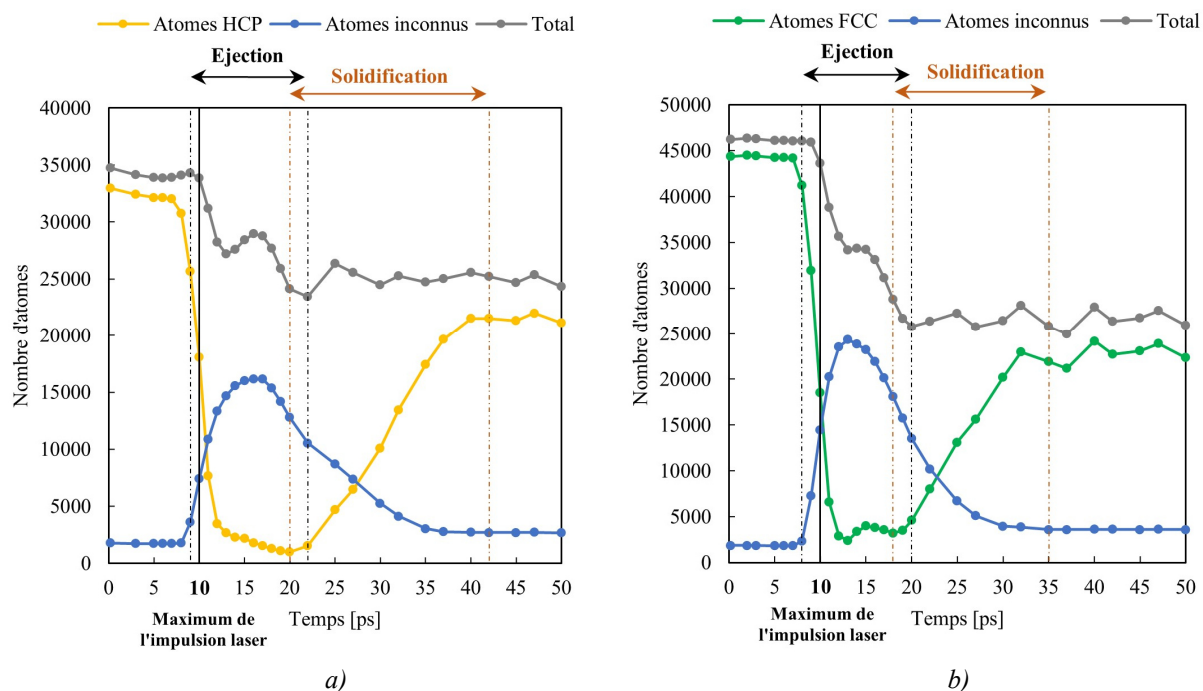


Figure 107. Evolution du nombre d'atomes dans le paraboloïde sélectionné au cours d'une impulsion laser de fluence $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$ – a) Bloc de titane (0001); b) Bloc de nickel (001)

Au début de la simulation, tous les atomes sont en configuration HCP dans le cas du titane et en configuration FCC dans le cas du nickel. Quelques atomes solides présentent toutefois une structure cristalline inconnue, il s'agit des atomes en surface, en contact avec le vide. Ainsi le nombre d'atomes ayant une structure cristalline inconnue n'est pas strictement nulle au début de la simulation. Dès 7 ps, le nombre d'atomes HCP ou FCC commencent à décroître car les atomes commencent à passer de l'état solide à liquide et deviennent des atomes avec une structure cristalline inconnue. Dans ce cas, les atomes ayant une structure cristalline inconnue

correspondent à des atomes liquides et donc à de la matière fondue. En effet, quand le nombre d'atomes augmente, simultanément le nombre d'atomes HCP ou FCC diminue. La Figure 107 confirme que le nombre maximal d'atomes liquides est atteint à 16 ps dans le cas du titane et à 13 ps dans le cas du nickel. En suivant l'évolution du nombre total d'atomes au sein du paraboloïde, une phase d'éjection est mise en évidence. A partir de 9 ps, le nombre total d'atomes commence à diminuer car certains atomes sont éjectés de la cavité. Certains atomes en configuration inconnue restent dans la cavité et forment la zone fondue, tandis que d'autres sont éjectés en dehors du cratère. Il est intéressant de noter que l'éjection des atomes n'est pas linéaire, plus particulièrement vers 15 ps. Notamment dans le cas du titane, entre 13 et 16 ps, des atomes semblent retomber au sein de la cavité. L'éjection des atomes est à nouveau intense de 16 à 22 ps pour le titane et de 15 à 20 ps pour le nickel. L'étape d'éjection d'atomes se termine à 22 ps pour le titane et à 20 ps pour le nickel. La solidification démarre à 20 ps pour le titane et à 18 ps pour le nickel ; et se poursuit au-delà de 25 ps tandis que le nombre d'atomes dans la cavité reste constant. La fin de la phase de recristallisation, marquée par la stabilisation du nombre d'atomes HCP ou FCC et de structure cristalline inconnue, est constatée vers 42 ps dans le cas du titane et vers 35 ps dans le cas du nickel.

L'analyse de l'évolution du nombre d'atomes selon leur configuration cristalline a mis en évidence les phases d'éjection et de solidification au cours d'une impulsion laser. De plus, ces phases se déroulent à des instants différents selon le matériau, bien que l'impulsion laser soit identique. L'évolution de la température a également été étudiée afin d'étudier plus finement les processus de fusion et de recristallisation.

2.2. Etude thermique et étude de la cristallisation des atomes

L'analyse thermique donne des éléments précieux sur le déroulement des processus comme la fusion et la recristallisation. Ces données permettent de mieux comprendre le développement de la morphologie d'une cavité en fonction de différents paramètres (fluence laser, caractéristiques du laser, nature du matériau, orientation de la surface). Le champ de température présent au sein du paraboloïde défini par l'équation (51) a été étudié pour chaque matériau, deux orientations cristallographiques de la surface (titane (0001) ou $(10\bar{1}0)$, nickel (001) ou (111)) et pour différentes valeurs de fluence laser. Les autres paramètres de l'impulsion laser n'ont pas été modifiés (profondeur d'absorption, largeur à mi-hauteur, etc.). L'analyse dans un paraboloïde permet de prendre en compte les zones affectées par le chauffage laser. Un champ de température typique en fonction de la profondeur (axe vertical) et du temps (axe horizontal) est représenté dans la Figure 108. La ligne correspondant à la température de fusion du matériau est également affichée dans ce type de figure (1531 K pour le titane et 1710 K pour le nickel).

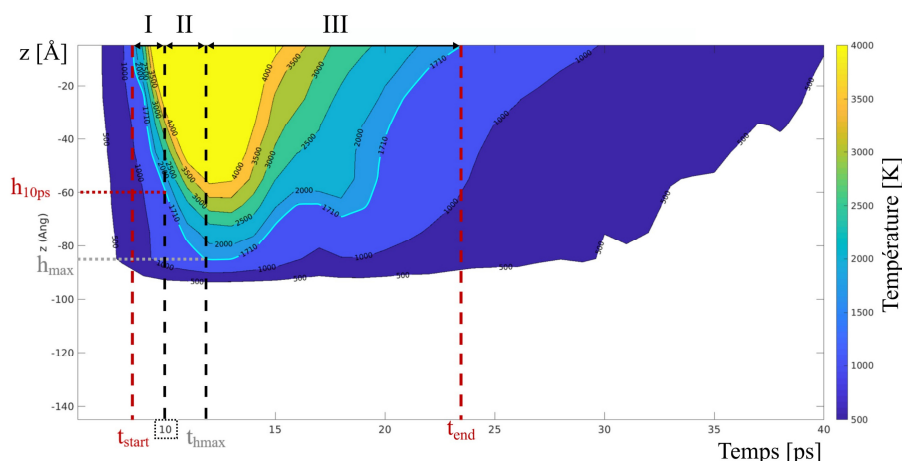


Figure 108. Champ de température, au sein du parabolioïde, associé à l'absorption de chaleur fournie par une impulsion laser de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$ sur un bloc de nickel (001). Les isothermes tous les 500 K et de la température de fusion (dans ce cas, $T_f = 1710 \text{ K}$, ligne de couleur cyan) sont affichés.

Lorsque le laser est assimilé à une source de chaleur délivrée localement et transitoirement dans le matériau, le phénomène de fusion induit peut être décrit en trois étapes (I, II et III). Expérimentalement, ces trois étapes permettent également de caractériser le phénomène de fusion par un laser nanoseconde [240].

A titre d'illustration, ces différentes étapes sont matérialisées sur la Figure 108 et décrites ci-dessous :

- I) La surface est irradiée par le laser et l'énergie délivrée par le laser est absorbée par le matériau à partir du temps t_{start} . En surface, la température s'élève progressivement jusqu'à la température de fusion du matériau. La zone fondue s'étend alors en profondeur jusqu'à une profondeur notée $h_{10\text{ps}}$ correspondant au maximum de l'impulsion laser à 10 ps.
- II) La zone fondue se développe plus profondément dans le matériau jusqu'à la valeur h_{max} correspondant au temps t_{hmax} .
- III) Au-delà de t_{hmax} , le développement de la zone fondue s'arrête et le système commence à refroidir. Cela correspond au début de la recristallisation. Au temps, t_{end} , toute la zone qui était fondue s'est solidifiée.

Les différents paramètres étudiés sont listés dans le Tableau 22.

Tableau 22. Temps et profondeurs analysés au cours d'une impulsion laser

Grandeurs analysées	Signification
t_{start} [ps]	Temps de début de la fusion ($T_{\text{surface}} = T_{\text{fusion}}$)
$h_{10\text{ps}}$ [Å]	Profondeur de la zone fondue à 10 ps (10 ps = max de l'impulsion laser)
h_{max} [Å]	Profondeur maximale du bain de fusion
t_{hmax} [ps]	Temps correspondant à la profondeur maximale du bain de fusion
t_{end} [ps]	Temps de fin de la fusion ($T_{\text{surface}} = T_{\text{fusion}}$)

L'évolution des champs de température en fonction de la profondeur et du temps, lorsque les différents systèmes sont soumis à une impulsion laser de fluence $0,7 \text{ J.cm}^{-2}$, est présentée en Annexe 6 à titre d'exemple. Les temps et les profondeurs caractéristiques ont été déterminés pour les quatre systèmes étudiés soumis à une impulsion laser fluences différentes. Les temps de début et de fin de la fusion ainsi que la durée de cette phase sont représentés dans la Figure 109. Globalement, lorsque la fluence laser augmente, la fusion commence un peu plus tôt et se termine plus tardivement, pour les différents systèmes (Figure 109a,c). Ainsi, la durée de la phase de fusion ($\Delta t = t_{\text{end}} - t_{\text{start}}$) croît avec l'augmentation de la fluence laser (Figure 109d), cette durée est très liée au temps de fin de fusion. En effet, les temps de début de fusion fluctuent entre 8,5 ps et 9,9 ps pour le titane et entre 8 ps et 9,1 ps pour le nickel, tandis que les temps de fin de fusion varient entre 23,3 ps et 29,6 ps pour le titane et entre 21,7 ps et 28 ps pour le nickel. Pour les deux systèmes de titane (orientation (0001) ou $(10\bar{1}0)$), les temps caractéristiques sont très proches. Ainsi, pour ces systèmes, l'orientation cristalline influe peu sur les temps de chauffe et de refroidissement. Expérimentalement, les caractéristiques des cavités obtenues sur le titane (T40) ou l'alliage Ti6Al4V (TA6V) étaient relativement proches, ce qui signifie que la texture cristalline et la microstructure ont peu d'impact sur la morphologie des cavités texturées par laser. Dans le cas du nickel, le système dont la surface irradiée est orientée selon le plan (111) semble davantage affectée par le processus de fusion. En effet, par rapport au nickel (001), la fusion au sein du nickel (111) dure environ 2 ps de plus pour les fluences laser étudiées (Figure 109d).

Les profondeurs spécifiques du bain de fusion, $h_{10\text{ps}}$ et h_{max} , sont présentées dans la Figure 110. La profondeur de la zone fondue à 10 ps augmente avec la fluence, car la fusion débute également plus tôt (Figure 110a).

- Dans le cas du titane, la profondeur de la zone fondue à 10 ps augmente davantage pour un système orienté selon un plan $(10\bar{1}0)$ en surface (Figure 110a). Au-delà de $0,9 \text{ J.cm}^{-2}$, la profondeur maximale du bain de fusion est supérieure pour ce même système alors que la durée de la phase de fusion Δt ($\Delta t = t_{\text{end}} - t_{\text{start}}$) est plus faible (Figure 110b et Figure 109d). La chaleur fournie par une impulsion laser de fluence supérieure ou égale à $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$ semble donc diffuser plus facilement en profondeur lorsque la surface du bloc de titane est orientée selon un plan $(10\bar{1}0)$ par rapport à une surface orientée selon un plan (0001).
- Dans le cas du nickel, les profondeurs de la zone fondue à 10 ps sont légèrement supérieures pour le système de nickel (001). Concernant la profondeur maximale h_{max} du bain de fusion, son évolution est similaire quelle que soit l'orientation de la surface du bloc de nickel (Figure 110b). Néanmoins, il est étonnant que ces profondeurs caractéristiques soient peu influencées par l'orientation cristalline des surfaces, car comme expliqué précédemment, la durée du bain de fusion est plus longue pour le système (111). La chaleur semble donc se diffuser plus facilement dans le bloc de nickel où la surface est orientée selon le plan (001).

Afin d'expliquer ces différences de diffusion de chaleur au sein des systèmes ayant des orientations cristallines différentes, la densité d'atomes a été calculée. Il est connu que l'énergie de surface est liée à la densité superficielle. Par exemple, pour les métaux FCC, il s'avère que :

$E_s(111) < E_s(001) < E_s(110)$, où E_s désigne l'énergie de surface. De la même façon, la densité d'atomes peut influencer la conductivité thermique. En effet, plus la densité d'atomes en surface est faible, alors plus l'énergie absorbée par chaque atome lors du chauffage laser est élevée. Cela implique que si la densité superficielle est plus faible, alors davantage de chaleur est susceptible de diffuser à l'intérieur du système.

- La densité d'atomes de titane en surface est différente selon l'orientation (0001) et (10 $\bar{1}$ 0). En effet, la densité d'atomes en surface est de 0,13 atome.Å⁻² pour le titane (0001) et de 0,08 atome.Å⁻² pour le titane (10 $\bar{1}$ 0). En volume, la densité d'atomes pour le titane est égale à 0,056 atome.Å⁻³.
- Dans le cas du nickel, la densité d'atomes en surface diffère légèrement selon l'orientation choisie, en effet, elle est de 0,16 atome.Å⁻² pour le nickel (001) et de 0,18 atome.Å⁻² pour le nickel (111). La densité d'atomes en volume pour le nickel est de 0,091 atome.Å⁻³.

La densité d'atomes en surface est plus faible pour le titane (10 $\bar{1}$ 0) et le nickel (001). Ainsi, la différence de densité d'atomes en surface pourrait expliquer la diffusion de la chaleur plus efficace au sein de ces systèmes. Comme la conductivité thermique du nickel est isotrope, alors la différence d'énergie de surface a une influence sur la profondeur maximale du bain de fusion, avec un accroissement pour une fluence supérieure à 1,0 J.cm⁻². Dans la littérature, aucun article portant spécifiquement sur le cas du titane n'a été trouvé. Néanmoins, il existe une étude sur l'anisotropie de la conductivité thermique du fer HCP soumis à des conditions extrêmes [241]. Dans ce cas, il est observé que la conductivité thermique est 3 - 4 fois plus élevée le long de l'axe c que le long du plan basal. La conductivité thermique du titane pourrait présenter également un comportement anisotrope. Cette hypothèse pourrait être explorée.

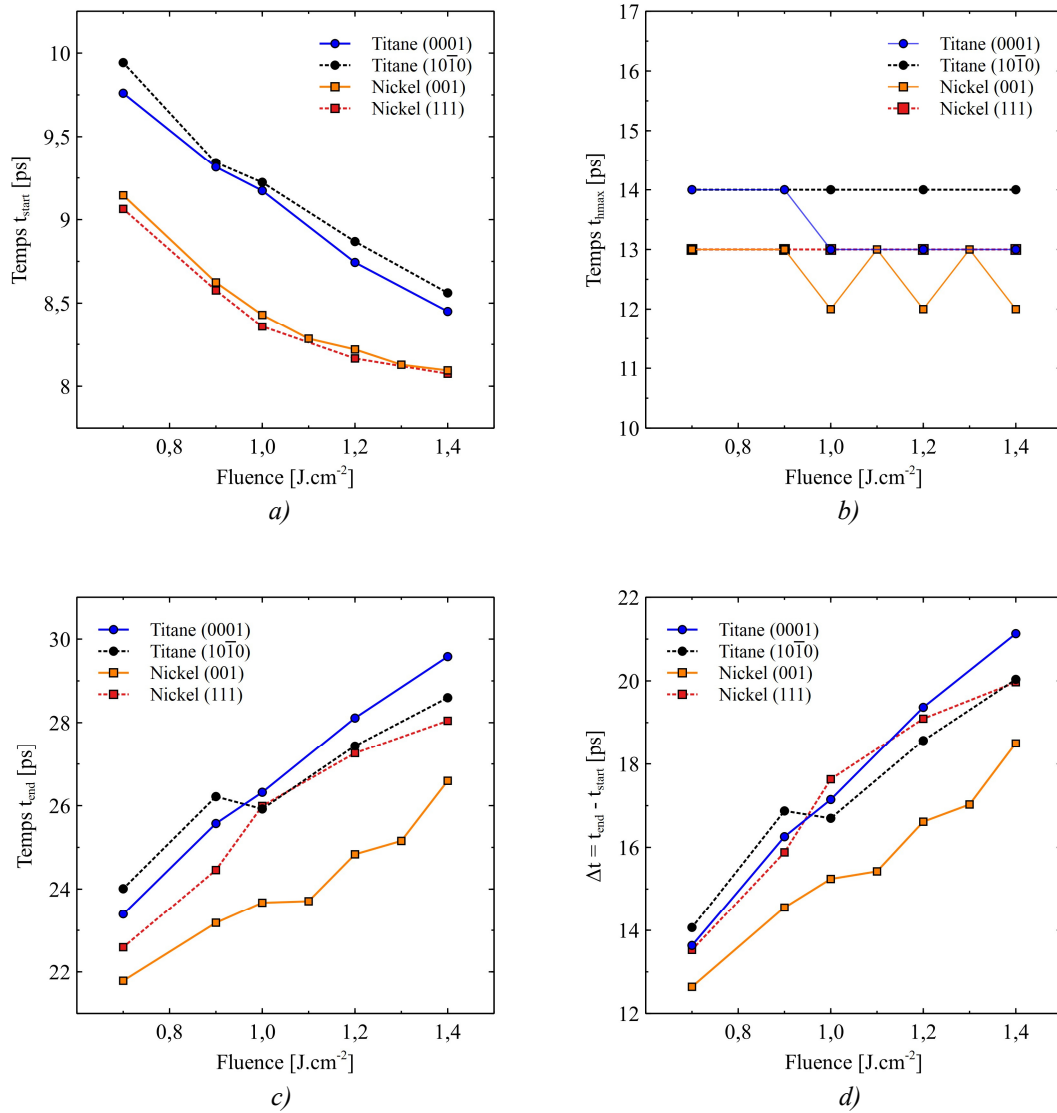


Figure 109. Evolution des temps t_{start} , t_{hmax} , t_{end} et de la durée $\Delta t = t_{\text{end}} - t_{\text{start}}$ au cours d'une impulsion laser de différente fluence, pour quatre systèmes différents – a) Temps de début de fusion (t_{start}) ; b) Temps où la profondeur du bain de fusion est maximale (t_{hmax}) ; c) Temps de fin de fusion (t_{end}) ; d) Durée d'existence de la zone fondue (Δt)

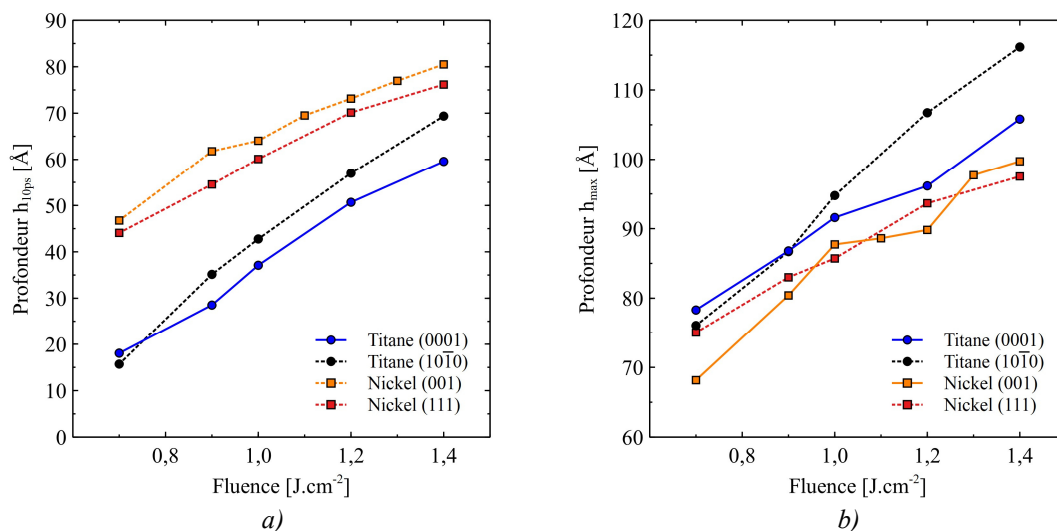


Figure 110. Evolution des profondeurs caractéristiques de la zone fondue, au cours d'une impulsion laser de différente fluence, pour quatre systèmes différents – a) Profondeur de la zone fondue à 10 ps (notée h_{10ps}) ; b) Profondeur maximale du bain de fusion (notée h_{max})

Afin d'étudier la vitesse de cristallisation, les atomes de la zone de fusion en dessous de la surface du matériau ont été analysés. Pour ce faire, l'évolution du nombre d'atomes HCP pour le titane et FCC pour le nickel a été étudiée. La vitesse de cristallisation a été évaluée pour différentes fluences laser. Pour calculer cette vitesse, seuls les atomes de la zone fondue définie par le paraboloid (51) ont été considérés. Ensuite, un vecteur correspondant au rayon de la cavité variant de 0 à 80 Å, par pas de 5 Å, a été défini. Le nombre d'atomes HCP pour le titane et le nombre d'atomes FCC pour le nickel a été tracé en fonction du rayon de la cavité, à des intervalles de temps donnés, au cours du refroidissement. La Figure 111 montre l'évolution du nombre d'atomes HCP dans le cas du titane (0001) soumis à une impulsion laser de 1,4 J.cm⁻².

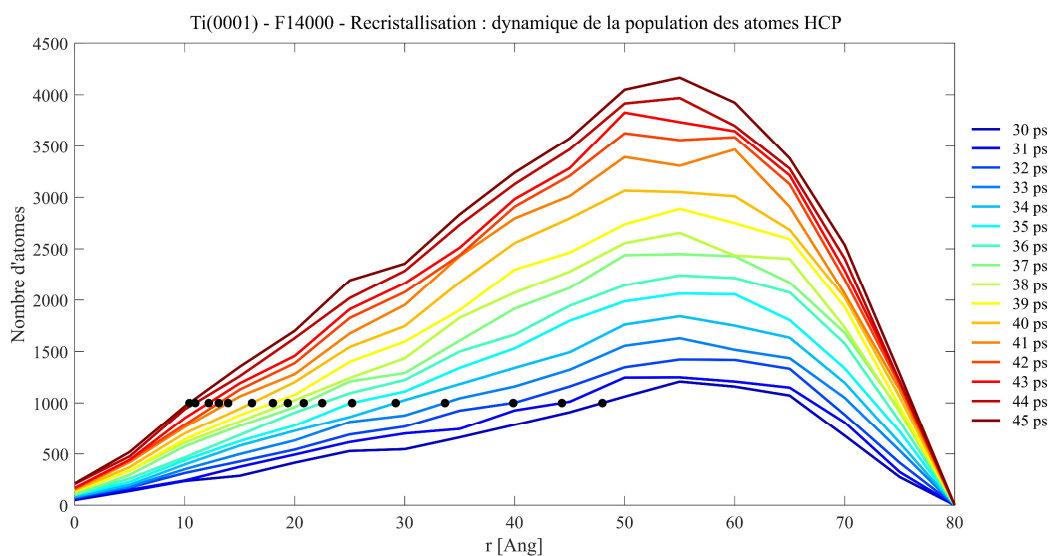


Figure 111. Profils d'évolution des atomes HCP dans la zone fondue d'un système de titane (0001), à différents instants, au cours du refroidissement après un tir laser de 1,4 J.cm⁻²

Seule la partie située à gauche du maximum de ces profils a été étudiée. Les analyses ont été effectuées lorsque la cristallisation est significative, c'est-à-dire que les premiers instants de la cristallisation n'ont pas été pris en compte. D'autre part, un nombre d'atomes seuil a été choisi. Puis dans ces conditions, la valeur du rayon correspondant à la position instantanée du front de cristallisation a été extraite toutes les 0,2 ps. Par exemple dans la Figure 111, la valeur de 1000 atomes HCP a été sélectionnée et les différentes positions du front ont été extraites (points noirs). Ensuite, la position du front de cristallisation a été tracée en fonction du temps (Figure 112). Il s'agit de la position radiale du front dans le plan (x,y), par rapport au centre de la surface du système correspondant également au centre de la cavité formée. La position du front avance progressivement vers l'intérieur de la cavité. L'évolution de la position du front est tout d'abord linéaire et montre rapidement un comportement plutôt exponentiel. En effet, le front de cristallisation ralentit puis s'arrête lorsque l'ensemble des atomes étudiés a recristallisé. La vitesse de cristallisation a été évaluée à l'aide d'une approximation linéaire et correspond à la pente de celle-ci, le ralentissement exponentiel en fin de cristallisation n'a pas été considéré.

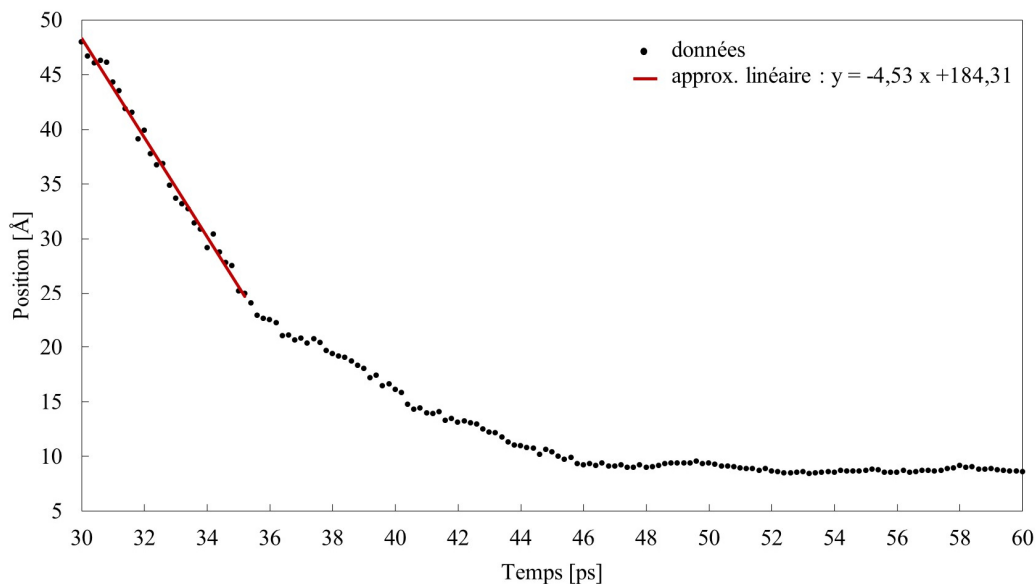


Figure 112. Position du front de cristallisation en fonction du temps, pour un système de titane (0001) qui a été soumis à une impulsion laser de $1,4 \text{ J.cm}^{-2}$. Dans ce cas, la vitesse de cristallisation vaut $4,53 \text{ Å.ps}^{-1}$.

Les vitesses de cristallisation ont été déterminées pour le titane (0001) et le nickel (001), à différentes fluences supérieures à $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$ afin que suffisamment d'atomes recristallisent. Les vitesses de cristallisation évaluées sont représentées dans la Figure 113. Ces vitesses évoluent peu en fonction de la fluence. En effet, la vitesse de cristallisation dépend des échanges de chaleur entre le liquide et le solide (diffusion thermique) et de l'enthalpie de fusion/solidification, qui sont des propriétés intrinsèques à chaque matériau. Les vitesses de cristallisation du titane (0001) sont plus élevées que celles du nickel (001). En effet, la vitesse moyenne de cristallisation est de $3,85 \text{ Å.ps}^{-1}$ pour le titane (0001) et de $2,66 \text{ Å.ps}^{-1}$ pour le nickel (001). Expérimentalement, l'enthalpie de solidification du titane est inférieure à celle du nickel [242,243], ainsi la vitesse de cristallisation du titane devrait donc bien être supérieure à celle du nickel. C'est précisément ce que les simulations mettent en évidence.

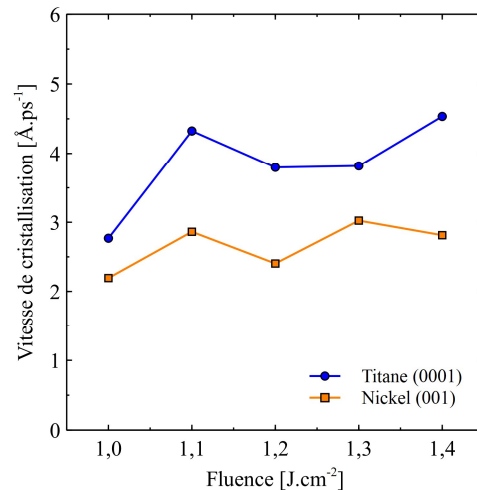


Figure 113. Vitesses de cristallisation en fonction de la fluence laser, pour le titane (0001) et le nickel (001)

Un autre aspect important concerne la formation des cavités qui jouent un rôle essentiel dans la structuration de la surface. Dans le chapitre III, nous avons étudié leur structure d'un point de vue expérimental. Les résultats des simulations sont détaillés dans la section suivante.

2.3. Etude de la morphologie des cavités

Au cours d'une impulsion laser, la température des atomes affectés par le flux de chaleur augmente et un bain de fusion se forme. Des atomes sont éjectés et une cavité se crée. La température des atomes diminue progressivement et les atomes fondus encore présents au niveau de la cavité se solidifient à nouveau. Si la fluence laser est suffisante, la cavité formée par l'impulsion laser persiste dans le système refroidi. Des analyses morphologiques ont été menées sur les cavités obtenues à la fin des simulations par dynamique moléculaire. Des cavités générées par une impulsion laser et plusieurs impulsions laser successives ont été analysées. Les résultats sont détaillés dans la section suivante.

- **Etude des cavités générées par une impulsion laser au sein du titane et du nickel**

Pour chaque matériau étudié, la géométrie de la cavité créée par une impulsion laser a été étudiée en fonction de la fluence laser. Dans le cas du titane, deux orientations cristallographiques ont été choisies pour la surface soumise au laser : le plan (0001) et un plan (10 $\bar{1}$ 0). Dans le cas du nickel, deux orientations cristallographiques de la surface irradiée ont également été sélectionnées : le plan (001) et le plan (111). Les cavités générées par une seule impulsion laser, après recristallisation complète, ont été caractérisées. Les caractéristiques morphologiques suivantes ont été déterminées : profondeur de la cavité, diamètre de la cavité et hauteur du bourrelet de matière périphérique. La Figure 114 illustre ces trois grandeurs mesurées. Pour chaque système et configuration (Matériau - Orientation de la surface - Fluence laser), les dimensions des cavités ont été mesurées à l'aide des fichiers de sortie des simulations de dynamique moléculaire qui ont été traités via le logiciel OVITO.

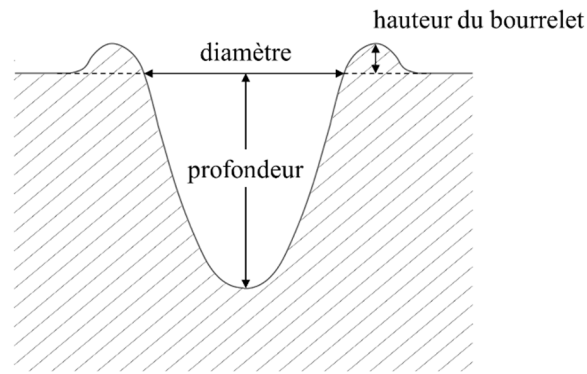


Figure 114. Paramètres morphologiques d'une cavité formée après une impulsion laser.

La profondeur et le diamètre de la cavité créée par une impulsion laser, de différentes fluences, sur le titane ou le nickel sont présentés dans la Figure 115. Les caractéristiques géométriques mesurées pour les différentes orientations cristallographiques étudiées sont illustrées dans cette figure. La fluence seuil d'ablation est de l'ordre de $0,5 \text{ J.cm}^{-2}$ pour les systèmes de titane et de l'ordre de $0,4 \text{ J.cm}^{-2}$ pour les systèmes de nickel. Globalement, les profondeurs et les diamètres des cavités augmentent avec la fluence laser. Toutefois, l'augmentation des dimensions est moins prononcée au-delà de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$.

Pour le titane, un comportement asymptotique de la profondeur du cratère en fonction de la fluence a été observé lorsque la fluence est supérieure à $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$ (Figure 115a). Pour les cavités formées sur une surface orientée selon le plan (0001), une légère diminution de la profondeur est même constatée au-delà de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$. Il se peut que la matière fondue ne puisse plus être éjectée à haute fluence en raison de la profondeur de la cavité plus élevée. En effet, le métal liquide peut rester au fond de la cavité et/ou venir se coller sur les bords de celle-ci lors de l'éjection. Le diamètre de la cavité quant à lui dépend de la fluence appliquée et de l'orientation cristallographique de la surface du substrat. En effet, une orientation (0001) en surface conduit à la formation de cavités de diamètre plus petit (Figure 115b). La différence de densité d'atomes en surface peut être à l'origine de cet écart. En effet, la densité d'atomes en surface est de $0,13 \text{ atome.Å}^{-2}$ pour le titane (0001) et de $0,08 \text{ atome.Å}^{-2}$ pour le titane ($10\bar{1}0$).

Pour le nickel, la profondeur et le diamètre augmentent dans une moindre mesure, à partir d'une fluence de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$. D'autre part, dès $1,2 \text{ J.cm}^{-2}$, la profondeur du cratère est légèrement supérieure pour une surface orientée selon le plan (001) (Figure 115a). Compte tenu de la faible différence et du caractère isotrope du nickel, il est possible que l'écart observé soit non significatif par rapport à l'incertitude de mesure de la profondeur. Les diamètres des cavités créées sur le nickel (001) ou (111) sont similaires (Figure 115b). Cela peut être expliqué par des densités d'atomes en surface proches. En effet, la densité d'atomes en surface est de $0,16 \text{ atome.Å}^{-2}$ pour le nickel (001) et de $0,18 \text{ atome.Å}^{-2}$ pour le nickel (111).

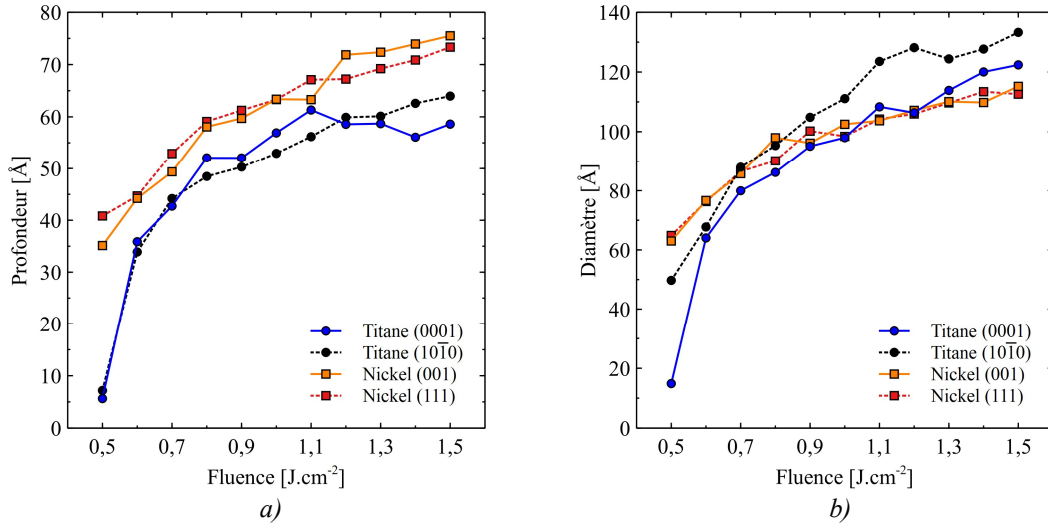


Figure 115. Comparaison de l'évolution de la géométrie des cavités créées par une impulsion laser de différentes fluences, sur les systèmes de titane ou de nickel – a) Evolution de la profondeur ; b) Evolution du diamètre

La Figure 115 permet également de comparer la morphologie des cavités dans les deux matériaux, obtenues après une impulsion laser. Les profondeurs des cavités générées dans le nickel sont plus importantes. Ce résultat est surprenant et en désaccord avec les analyses expérimentales. Il est la conséquence des valeurs de conductivité thermique sous-estimées, en particulier pour le nickel, dans les simulations de DM réalisées (Tableau 20). Expérimentalement, la conductivité thermique du nickel est plus de trois fois supérieure à celle du titane. Néanmoins, les potentiels interatomiques utilisés dans ce travail ne traduisent pas la réalité, car la conductivité thermique du nickel est inférieure à celle du titane. Pour les deux matériaux, si la fluence laser continue de croître, la profondeur et le diamètre des cavités ne devraient pas fortement évoluer. En effet, ces dimensions présentent un comportement asymptotique. Ces résultats rejoignent les observations expérimentales présentées dans le chapitre III. En effet, les mesures expérimentales des cavités générées dans le titane (T40) ou le nickel (Ni200) montrent des évolutions similaires.

Le profil gaussien et la loi d'absorption choisis pour modéliser le laser et l'interaction laser-matière imposent une forme caractéristique du cratère (équation (52)). La profondeur de la cavité suit une loi logarithmique en fonction de la fluence telle l'expression (53) [184] :

$$I_0 = \frac{F}{t_g} \times \sqrt{\frac{4 \ln 2}{\pi}} \quad (52)$$

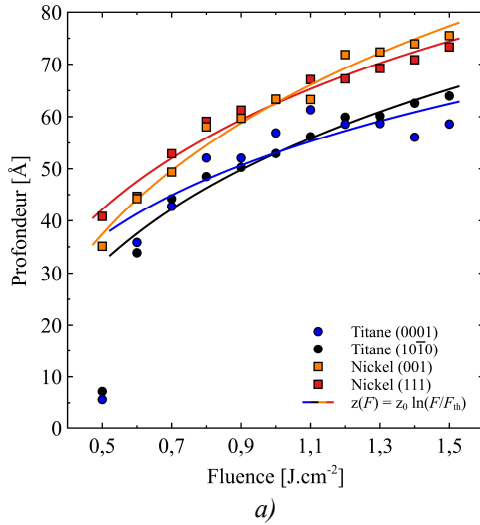
$$z(F) = z_0 \ln \left(\frac{F}{F_{th}} \right) \quad (53)$$

où $z_0 = \frac{1}{\alpha}$ est la profondeur de pénétration dans la loi de Beer-Lambert et F_{th} la fluence limite d'ablation.

La Figure 116 présente les comportements prédits par (52) et (53) comparés aux profondeurs des cavités mesurées dans les simulations.

Dans le cas du titane, les approximations ont été évaluées en considérant les données des fluences laser supérieures ou égales à $0,6 \text{ J.cm}^{-2}$. Les profondeurs des cavités dans le titane (10T0) et le nickel satisfont bien la loi (53). Les comportements prédits par (52) et (53) sont

satisfaisants excepté pour le système de titane (0001). Ce type de loi (53) ne permet pas de rendre compte du comportement asymptotique de la profondeur, observé au-delà de $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$. Par ailleurs, la valeur estimée pour z_0 est de l'ordre de grandeur de la valeur imposée, soit 50 \AA .



Système	z_0 [Å]	F_{th} [J.cm ⁻²]
Titane (0001)	23,060	1,000
Titane (10 $\bar{1}$ 0)	30,196	1,729
Nickel (001)	36,295	1,781
Nickel (111)	29,360	1,189

Figure 116. Approximation logarithmique de la profondeur des cavités en fonction de la fluence de l'impulsion laser pour chaque système – a) Représentation graphique ; b) Paramètres des approximations

Le carré du diamètre de la cavité au niveau de la surface suit également une loi logarithmique du fait du profil gaussien de l'impulsion laser [244] :

$$D^2 = d^2 \ln\left(\frac{F}{F_{th}}\right) \quad (54)$$

où $d^2 = 4r_0^2$ avec r_0 le rayon de l'impulsion laser (rayon approximé) et F_{th} la fluence seuil d'ablation. Les paramètres d et F_{th} sont déterminés par la méthode des moindres carrés.

La Figure 117 illustre les lois logarithmiques décrivant l'évolution des diamètres des cavités au sein des différents systèmes. La valeur évaluée pour r_0 est en moyenne de $50,38 \text{ \AA}$. Cette valeur est bien de l'ordre de grandeur de la valeur imposée, soit 50 \AA . Les approximations sont satisfaisantes pour l'ensemble des systèmes. Il est intéressant de noter que les fonctions logarithmiques trouvées pour les deux systèmes de nickel sont presque identiques. Concernant les systèmes de titane, les approximations révèlent bien une évolution différente du diamètre des cavités selon l'orientation cristalline de la surface.

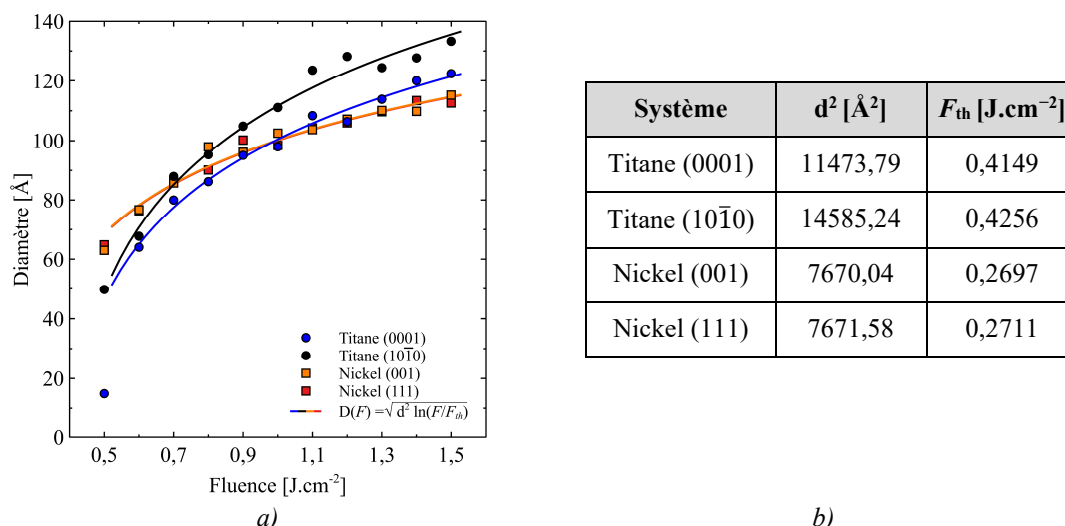


Figure 117. Approximation logarithmique du diamètre des cavités en fonction de la fluence de l'impulsion laser pour chaque système – a) Représentation graphique ; b) Paramètres des approximations

Les hauteurs moyennes des bourrelets des cavités formées sont données dans la Figure 118. Ces hauteurs varient en fonction de la fluence laser et montrent clairement une sensibilité à l'orientation cristalline de la surface. La hauteur des bourrelets représente environ 18% de la profondeur de la cavité.

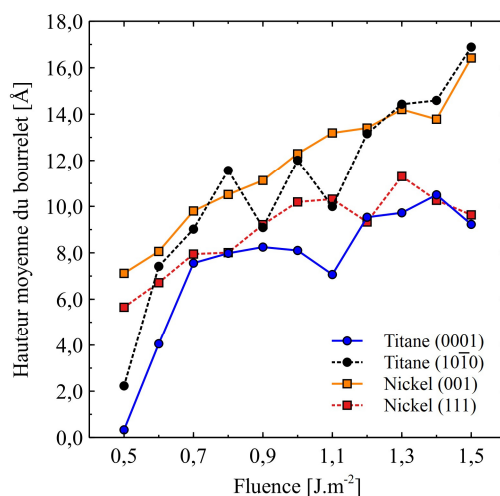


Figure 118. Evolution de la hauteur moyenne du bourrelet des cavités en fonction de la fluence de l'impulsion laser, pour les quatre systèmes étudiés

• Etude des cavités générées par plusieurs impulsions laser au sein du titane

Au cours du traitement laser expérimental des surfaces, des impulsions laser successives ont été appliquées sur les surfaces métalliques. Afin de rendre compte de ce procédé dans la modélisation, plusieurs tirs laser ont été appliqués sur un bloc de titane dont la surface est orientée selon le plan (0001) avec plusieurs fluences laser, variant entre $0,5 \text{ J.cm}^{-2}$ et $1,5 \text{ J.cm}^{-2}$. La première impulsion laser a été effectuée sur la surface du bloc de titane. Les impulsions laser suivantes ont été appliquées au fond des cavités générées par le tir laser précédent. Les impulsions laser ont été appliquées sur une surface refroidie. Les résultats des simulations de

deux à sept impulsions laser successives ont été étudiés dès lors que les simulations impliquant plus de sept tirs laser successives n'ont fourni aucune donnée intéressante. La modélisation de l'impulsion laser n'a pas été modifiée pour l'ensemble des simulations de cette présente étude. Ainsi, lorsque le diamètre de la cavité est très inférieur à la profondeur de celle-ci, des atomes au niveau des flancs verticaux se déplacent vers l'intérieur de la cavité et la referment en formant un pont de matière. La Figure 119 illustre ce phénomène. Ce type de mécanisme est également observable expérimentalement. La Figure 120 présente des vues en coupe de deux cavités laser générées dans un échantillon de titane (T40). La cavité créée par 20 impulsions laser de fluence $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ n'est pas très profonde et l'intérieur de la cavité semble lisse. Tandis que la cavité générée par 40 impulsions laser, de même fluence, est plus profonde et met en évidence que de la matière est remontée le long des flancs de la cavité puis s'est dirigée vers le centre. En effet, du surplus de métal s'est recristallisé à l'intérieur de la cavité à mi-profondeur.

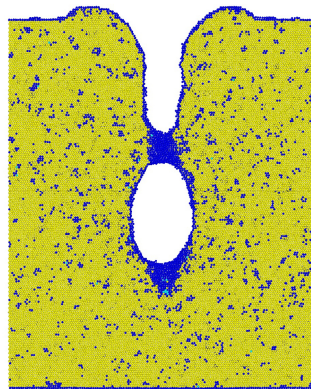


Figure 119. Vue en coupe de la cavité créée par huit tirs laser successifs dans un bloc de titane (0001)

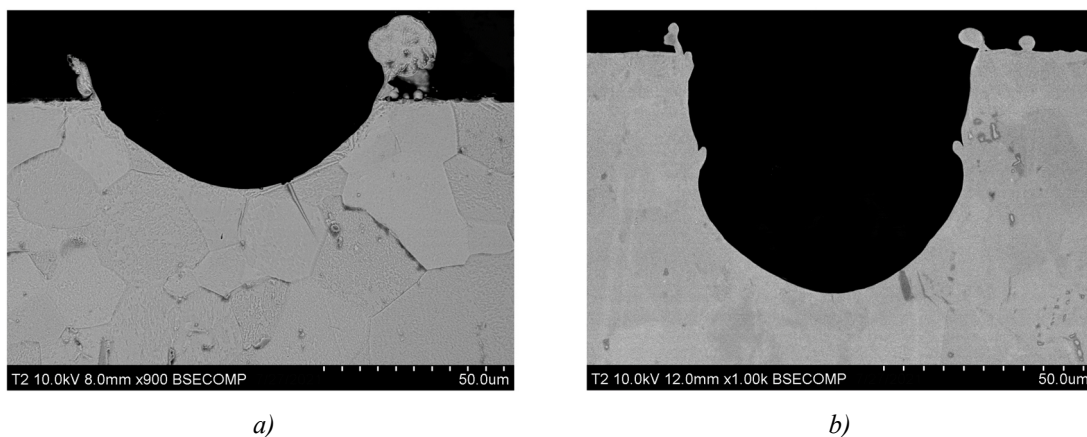


Figure 120. Images électroniques, en mode électrons rétrodiffusés, de cavités vues en coupe obtenues sur le titane (T40) à l'aide d'impulsions laser de fluence $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ – a) Cavité générée avec 20 impulsions laser ; b) Cavité générée avec 40 impulsions laser

Les simulations de dynamique moléculaire permettent d'observer en détail le comportement des atomes au cours des différents tirs laser. La séquence d'images de la Figure 121 illustre l'évolution d'un système de titane (0001) au cours de sept impulsions laser successives de fluence $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$.

- Le 2^{ème} tir laser crée une zone fondue au fond de la 1^{ère} cavité. L'augmentation locale de la température engendre la fusion des atomes en bordure de la cavité y compris ceux constituant le bourrelet. Certains atomes sont éjectés et d'autres viennent grossir le bourrelet. A la fin de la cristallisation (120 ps, fin du 2^{ème} tir laser), un bourrelet nettement plus épais mais guère plus étalé est observé.
- L'application du 3^{ème} tir fait fondre à nouveau les atomes dans le fond de la cavité et les atomes en bordure de la cavité. Les atomes du bourrelet existant sont beaucoup moins affectés par le flux de chaleur et restent sous forme solide même si, transitoirement, l'apparition de défauts (atomes FCC) est constatée. Le cratère ne présente plus la forme caractéristique d'un parabolôïde. De plus, un resserrement du diamètre de la cavité est constaté près de la surface du système. Des effets de tension de surface interviennent probablement pendant la recristallisation et induisent un resserrement de la cavité juste en dessous de la surface [16]. Au fur et à mesure des impulsions laser, de moins en moins d'atomes sont projetés en dehors de la cavité.
- Au-delà de trois tirs laser, les atomes près de la surface du système sont de moins en moins affectés par les tirs laser. En effet, le diamètre du faisceau laser FWHM est égal à 100 Å tandis que le bourrelet de matière créé en surface est inscrit dans un anneau de diamètre intérieur et extérieur respectivement de l'ordre de 90 Å et 200 Å. Ainsi, les atomes composant le bourrelet de matière à l'entrée de la cavité ne sont plus affectés par le laser (ils ne refondent pas). D'autre part, à partir du 4^{ème} tir laser, les processus observés au cours de chaque tir supplémentaire se ressemblent beaucoup. Il est intéressant de noter que la cavité formée après cinq impulsions laser présente des flancs internes plus verticaux.

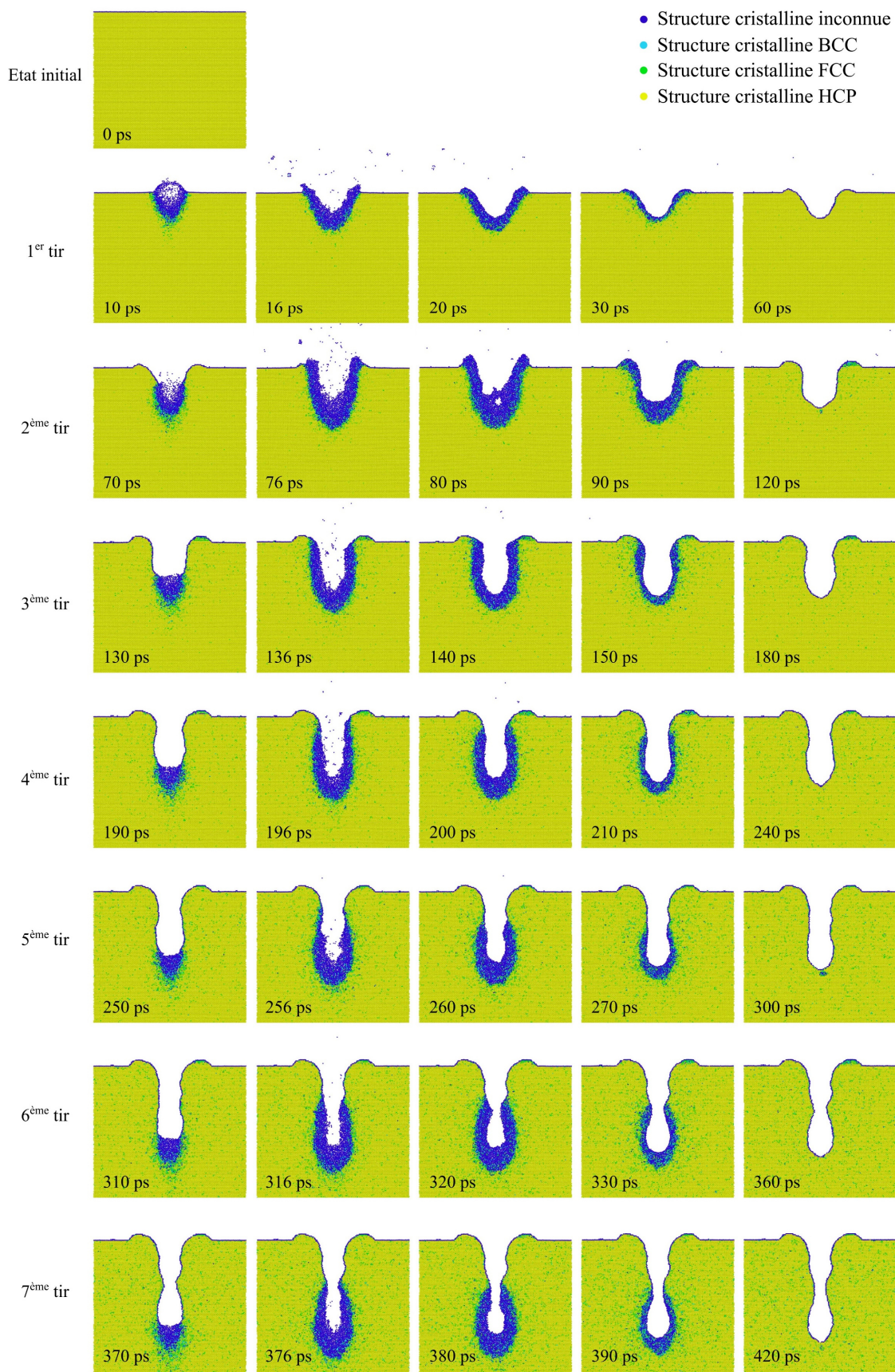


Figure 121. Evolution d'un bloc de titane (0001) soumis à sept impulsions laser de fluence $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$

Lors de l'augmentation du nombre de tirs laser, les atomes de structure FCC (atomes en vert, Figure 121) sont de plus en plus nombreux. Toutefois, la distinction entre une structure cristalline HCP ou FCC est très difficile. Deux méthodes de représentation structurale ont été comparées, une analyse de type Ackland and Jones et une analyse de type CNA (« Common Neighbor Analysis »). Ces deux méthodes représentent ces atomes soit avec une structure HCP, soit avec une structure FCC, ils ne peuvent donc pas être définis tels des défauts. De plus, la formation de dislocations n'a pas été observée. Il semble qu'après chaque tir laser, le système retrouve un état d'équilibre après refroidissement. Il serait intéressant de mesurer la contrainte par atome (stress/atom) et de voir comment elle évolue au cours des tirs. Cette mesure est délicate car elle nécessite une moyennisation locale. Cela devrait faire l'objet d'une étude plus approfondie pour déceler d'éventuelles contraintes résiduelles.

Les trajectoires des atomes constituant le bourrelet périphérique ainsi que la matière à l'intérieur de la cavité ont été examinées. Après plusieurs tirs laser, il s'est avéré qu'un bourrelet de matière se crée en surface autour de l'entrée de la cavité, l'étude des trajectoires des atomes a permis de visualiser la formation de ces bourrelets. Le comportement spatial des atomes composant le bourrelet de matière formé en surface après le 2^{ème} tir est présenté dans la Figure 122. Les atomes étudiés sont représentés en couleur magenta et le 2^{ème} tir se déroule de 60 ps à 120 ps. Les vecteurs déplacements de 60 ps à l'instant $t > 60$ ps sont également illustrés, toutefois la lecture de ces vecteurs est particulière. En effet, pour une meilleure visibilité des images, l'origine des vecteurs a été modifiée. L'extrémité de chaque vecteur devrait donc être située sur l'atome étudié. Ce type de représentation a été utilisé dans la Figure 122 et la Figure 123. La Figure 122 met en évidence un mouvement ascendant des atomes puis vers l'extérieur de la cavité. La Figure 123 montre un aperçu du mouvement des atomes appartenant au renflement de matière créé au cours de la 2^{ème} impulsion laser. La position des atomes évolue au fur et à mesure des tirs laser. En effet, les atomes étudiés se situent initialement en profondeur puis sont décalés de la direction d'application du tir laser. Ces observations mettent en évidence un mouvement des atomes du substrat vers la surface du système et vers l'intérieur de la cavité formée, au cours des impulsions laser.

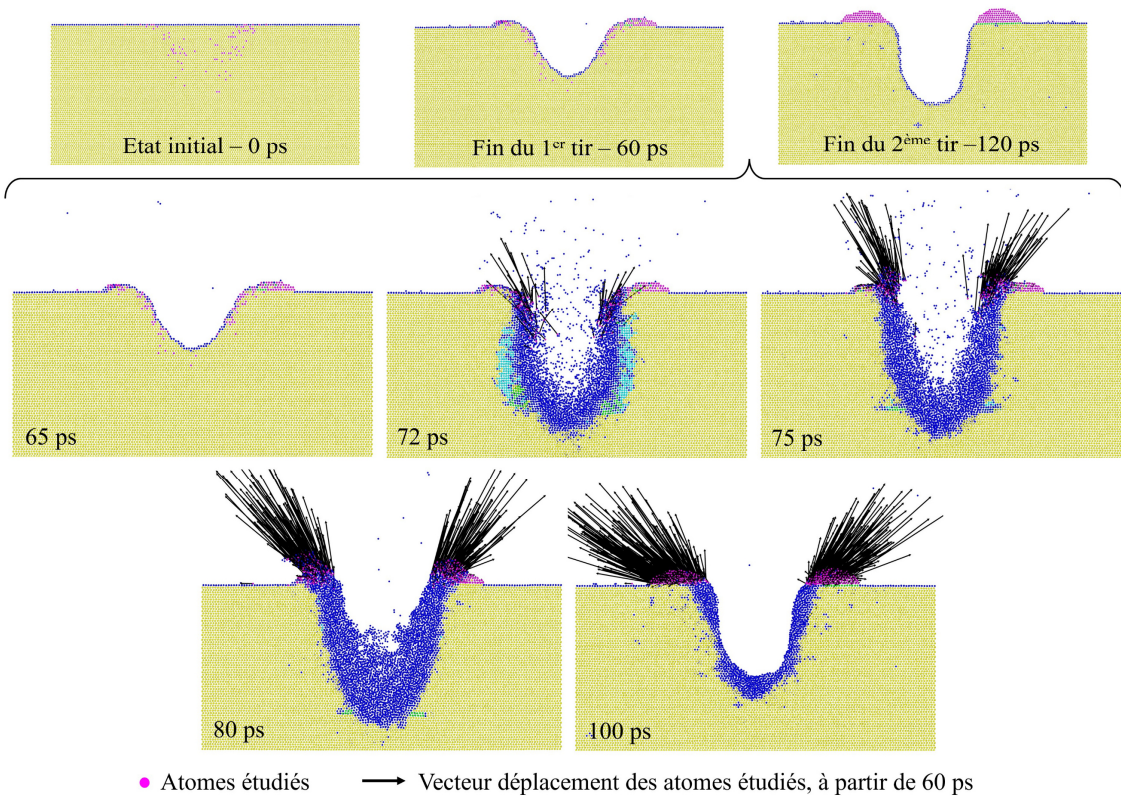


Figure 122. Evolution spatiale et vecteurs déplacement des atomes de couleur magenta au cours du 2^{ème} tir laser de fluence $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$, sur le titane (0001). Les atomes magenta constituent le bourrelet autour de la cavité généré par deux tirs laser.

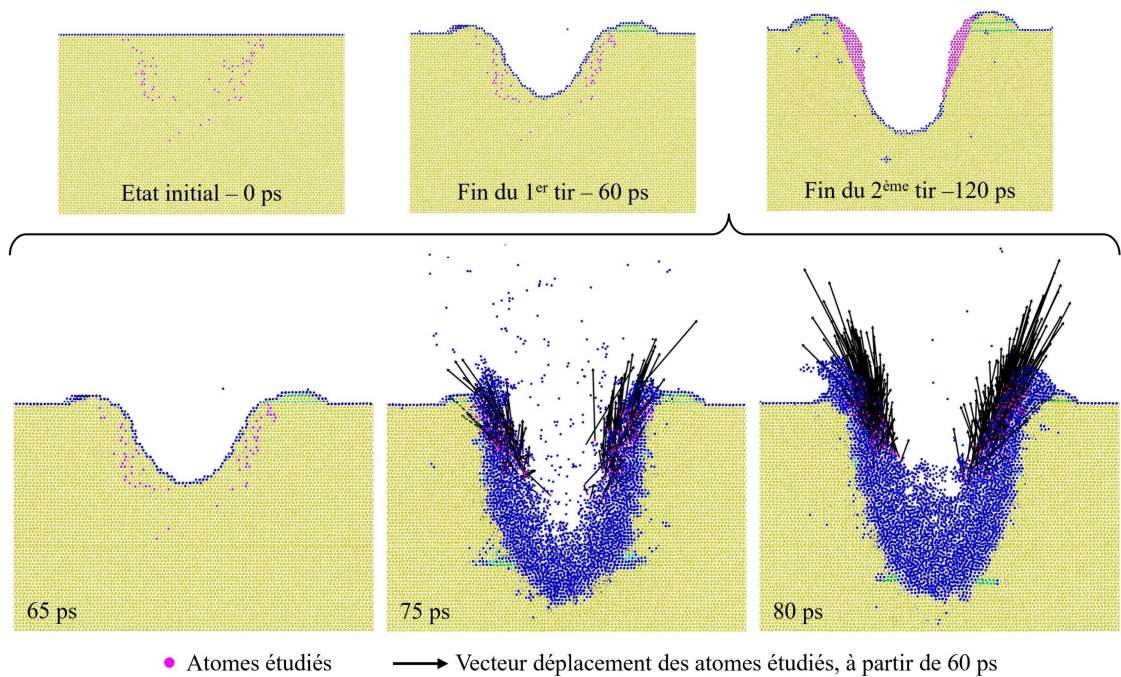


Figure 123. Evolution spatiale et vecteurs déplacement des atomes de couleur magenta au cours du 2^{ème} tir laser de fluence $1,0 \text{ J.cm}^{-2}$, sur le titane (0001). Les atomes magenta constituent le renflement de matière généré par deux tirs laser.

Les images de la Figure 124 montrent des cavités vues du dessus pour une sélection de trois fluences laser. Les bords des cavités sont plus ou moins arrondis, plus ou moins étalés, avec des excroissances ou des renflements qui s'étalent sur la surface. Les vues en coupe des mêmes cavités sont présentées Figure 126. Les morphologies des cavités, exposées Figure 124, présentent de fortes similitudes avec les morphologies des cavités texturées expérimentalement. Les surfaces texturées ont été analysées par profilométrie optique (équipement ALTIMET « Altisurf 500 »). Une sélection d'images de cavités, texturées sur des échantillons de titane (T40) ou d'alliage Ti6Al4V (TA6V), est illustrée dans la Figure 125. Globalement, les observations réalisées par profilométrie optique sont comparables aux vues des systèmes simulés représentées dans la Figure 124. En effet, les évolutions morphologiques des systèmes réels et simulés, en fonction de la fluence laser et du nombre d'impulsions, montrent des comportements similaires. Les évolutions des systèmes simulés par DM sont détaillées ci-après.

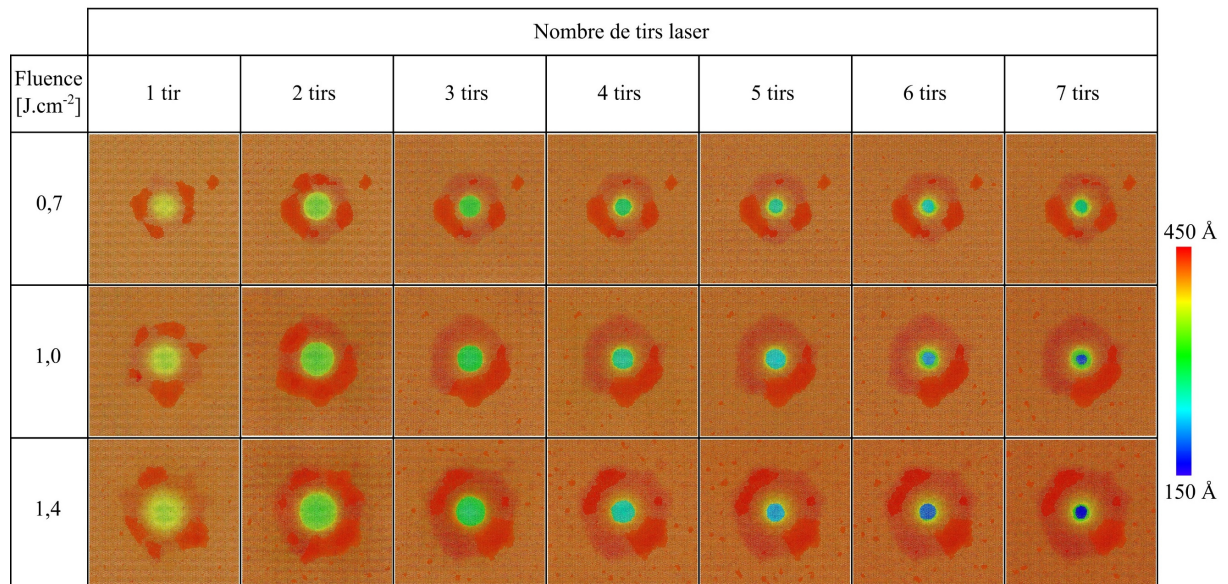


Figure 124. Vues de dessus des cavités formées dans le titane (0001) à la suite d'une à sept impulsions laser, de fluence égale à 0,7 J.cm⁻², 1,0 J.cm⁻² ou 1,4 J.cm⁻². Chaque image mesure environ 345 x 345 Å. La plage de couleur (de bleu à rouge) correspond à une étendue de 300 Å selon l'axe z (selon l'épaisseur du bloc).

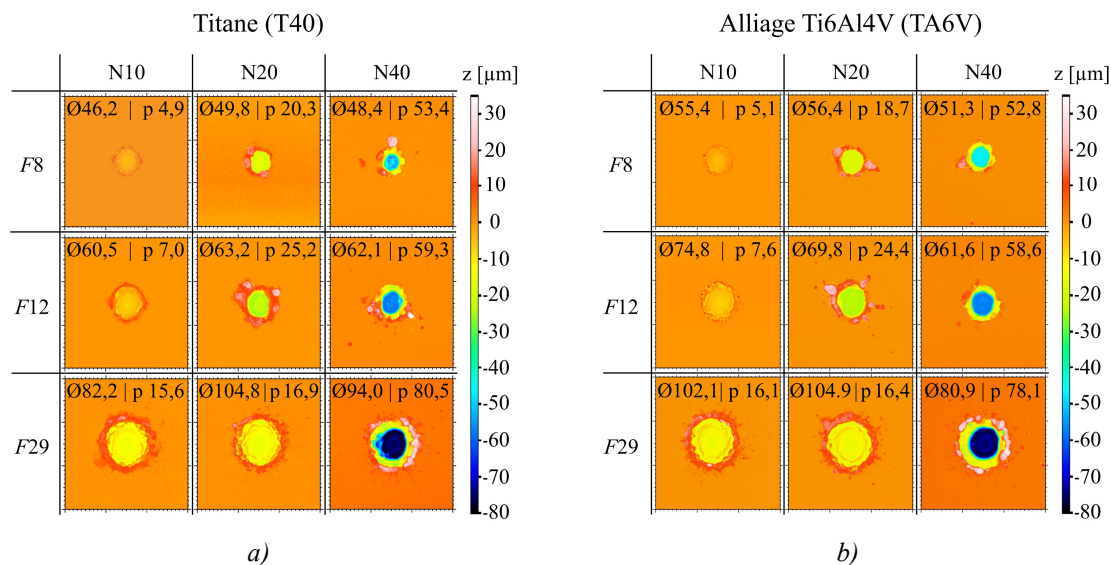


Figure 125. Caractérisations profilométriques de cavités isolées, générées à l'aide de 10 (N10), 20 (N20) ou 40 (N40) impulsions laser de trois fluences différentes (8,2 (F8), 11,6 (F12) ou 29,1 J.cm⁻² (F29)). L'échelle de couleur indique la profondeur de la cavité. La taille de chaque image est de 300 μm x 300 μm. Les dimensions des cavités (diamètre intérieur Ø et profondeur p) sont indiquées en μm. – a) Cavités sur un échantillon de titane (T40) ; b) Cavités sur un échantillon d'alliage Ti6Al4V (TA6V)

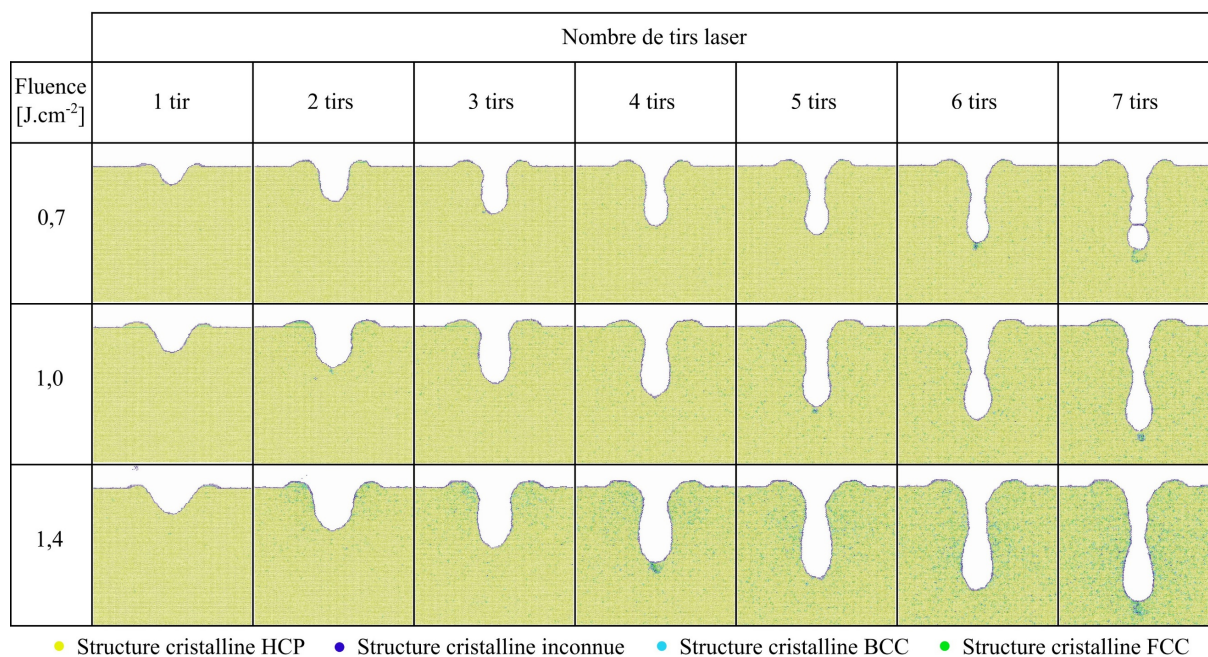


Figure 126. Vues en coupe des cavités formées dans le titane (0001) à la suite d'une à sept impulsions laser, de fluence égale à 0,7 J.cm⁻², 1,0 J.cm⁻² ou 1,4 J.cm⁻². Pour chaque image, l'épaisseur du métal est de ≈310 Å.

Avec l'augmentation de la fluence laser et du nombre de tirs laser, les cavités semblent plus profondes. L'évolution du diamètre des cratères est plus complexe. En effet, l'évolution du diamètre en fonction de la fluence laser diffère selon le nombre de tirs laser (jusqu'à quatre tirs laser ou au-delà, le comportement est différent). Dès trois tirs laser, un resserrement des flancs internes de la cavité est constaté. Par conséquent, pour une même fluence laser, le diamètre de la cavité diminue lorsque le nombre de tirs laser augmente.

L'évolution des profondeurs et des diamètres a été approfondie. Les dimensions des cavités ont été déterminées à l'aide du logiciel OVITO. La Figure 127 présente les profondeurs et les diamètres des cavités, mesurés au sein des systèmes simulés par dynamique moléculaire. Les données de la Figure 127a montrent qu'au-delà de la fluence seuil, la profondeur des cavités augmente tout d'abord rapidement en fonction de la fluence laser, puis plus lentement. Pour un nombre de tirs laser fixe, la profondeur se stabilise à partir de $1,2 \text{ J.cm}^{-2}$. En effet, l'évolution des profondeurs en fonction de la fluence présente un comportement asymptotique marqué. D'autre part, le cratère devient de plus en plus profond en appliquant un nombre croissant d'impulsions laser. Ces données révèlent notamment une augmentation similaire des profondeurs des cavités après un tir laser supplémentaire. En effet, la différence entre la profondeur d'une cavité générée par n tirs laser et la profondeur d'une cavité formée par $n + 1$ tirs laser est similaire pour chaque fluence laser étudiée (avec n variant de 2 à 6). Le delta de profondeur entre chaque tir laser est en moyenne égal à 30 \AA , cette grandeur semble liée à la profondeur d'absorption choisie qui a été fixée à 50 \AA . L'évolution du diamètre du cratère est quant à elle quasi linéaire en fonction de la fluence, comme le montre la Figure 127b. Le diamètre diminue légèrement pour deux impulsions laser et de manière plus importante pour trois impulsions laser. Dès trois tirs laser, les diamètres des cavités en fonction de la fluence sont analogues quel que soit le nombre de tirs laser appliqués. L'ouverture de la cavité se réduit après trois tirs laser. Ce constat corrobore ainsi l'observation faite à partir de la Figure 126. En effet, la matière au niveau des flancs intérieurs à la cavité s'est rapprochée radialement, ce qui induit une diminution du diamètre observé en surface.

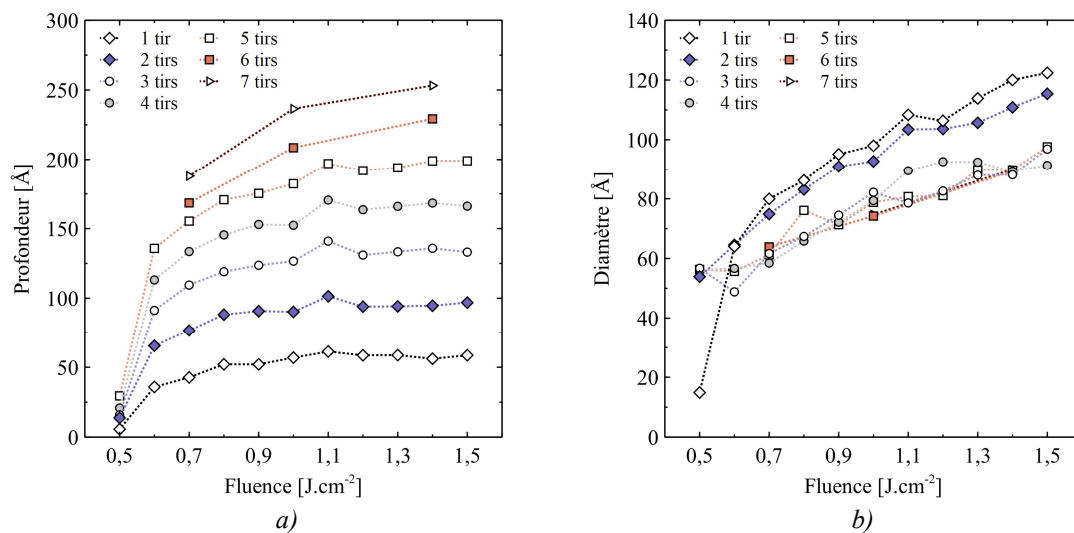


Figure 127. Evolution de la géométrie des cavités dans le titane (0001) en fonction de la fluence laser, pour différents nombres de tirs laser – a) Evolution de la profondeur ; b) Evolution du diamètre

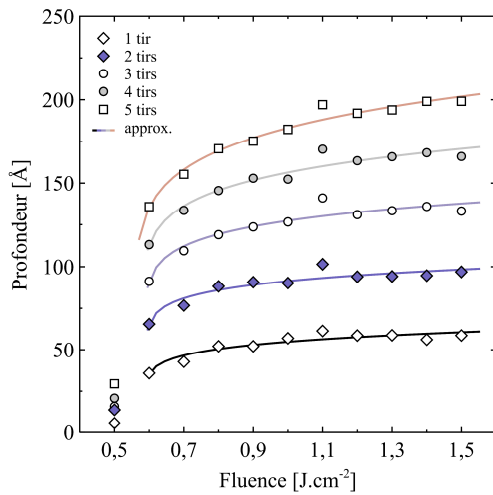
Précédemment, il a été mis en évidence que l'évolution de la profondeur des cavités formées par un tir laser, au sein du système de titane (0001), ne suit pas une loi logarithmique (Figure 116). La loi identifiée au cours des travaux expérimentaux permettant de décrire l'évolution des profondeurs des cavités texturées en fonction de la fluence laser a été utilisée pour approximer

une partie des profondeurs des cavités numériques. Pour rappel, cette loi est décrite par l'équation (40) :

$$z_N = a (F - F_0)^m$$

où F désigne la fluence. Les paramètres a , F_0 et m sont ajustés par la méthode des moindres carrés pour un nombre d'impulsions laser fixe.

Pour un tir laser et jusqu'à cinq tirs, l'évolution des profondeurs des cavités formées a été approximée par l'équation (40). Pour six et sept tirs laser, la quantité de données recueillies n'est pas suffisante pour effectuer une approximation correcte. Ainsi, les approximations de l'évolution des profondeurs ainsi que celle des diamètres ont été réalisées pour les valeurs des cavités générées après un à cinq tirs laser successifs. La Figure 128 présente ces modèles. L'évolution des paramètres ajustés issus des cinq équations est illustrée dans la Figure 129. Le paramètre a suit une régression linéaire qui croît avec le nombre de tirs laser. La fluence seuil F_0 ne semble pas varier avec le nombre de tirs laser. Pour le paramètre m , il montre une évolution exponentielle à partir de deux tirs laser.

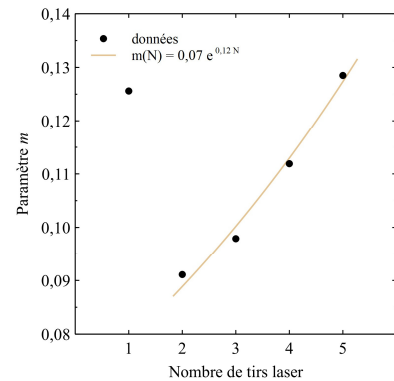
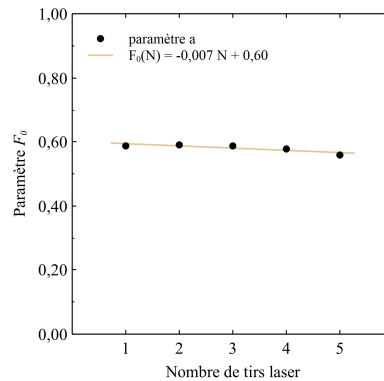
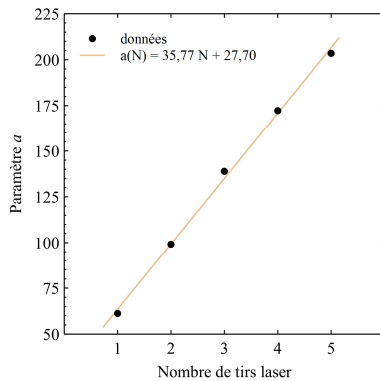


Nombre de tirs laser	a	F_0	m
1	61,22	0,587	0,126
2	99,15	0,590	0,091
3	138,89	0,587	0,098
4	172,28	0,577	0,112
5	203,49	0,558	0,129

a)

b)

Figure 128. Evolution et approximation de la profondeur des cavités en fonction de la fluence laser pour différents nombres de tirs laser, cavités obtenues dans le titane (0001) – a) Représentation graphique. Les points représentent les données issues des simulations et les lignes représentent les approximations ; b) Tableaux des paramètres ajustés des approximations



a)

b)

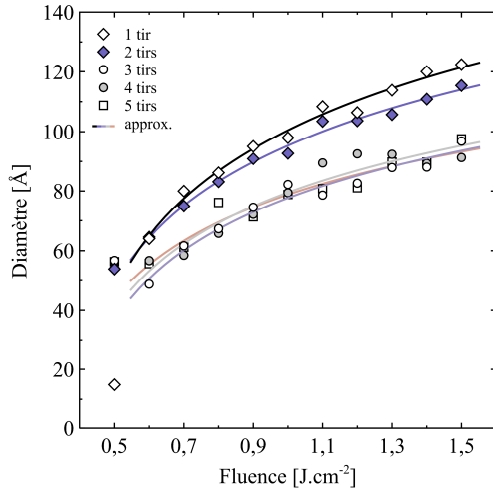
c)

Figure 129. Evolution des paramètres de l'équation (40) modélisant l'évolution de la profondeur des cavités sur le titane (0001), en fonction du nombre de tirs laser – a) Evolution du paramètre a ; b) Evolution du paramètre F_0 ; c) Evolution du paramètre m

De la même façon, l'évolution des diamètres des cavités (de un à cinq tirs laser) a été approximée par la loi (54) déjà déterminée telle que :

$$D = \sqrt{d^2 \ln\left(\frac{F}{F_{th}}\right)}$$

où les paramètres d et F_{th} sont ajustés par la méthode des moindres carrés.



b)

Nombre de tirs laser	d^2 [Å ²]	F_{th} [J.cm ⁻²]
1	11473,78	0,415
2	9674,78	0,391
3	6761,43	0,410
4	6822,75	0,396
5	6146,54	0,364

Figure 130. Evolution et approximation du diamètre des cavités en fonction de la fluence laser pour différents nombres de tirs laser, cavités obtenues dans le titane (0001) – a) Représentation graphique. Les points représentent les données issues des simulations et les lignes représentent les approximations ; b) Tableaux des paramètres ajustés des approximations

La morphologie des cavités créées, par dynamique moléculaire, au sein d'un système d'atomes de titane dont la surface suit l'orientation cristallographique (0001) a été analysée. L'influence de la fluence du tir laser et le nombre de tirs laser a pu être étudiée. La profondeur des cavités augmente avec la fluence laser et montre une tendance asymptotique dès 1,2 J.cm⁻². A chaque tir laser supplémentaire, les profondeurs des cavités dans le titane (0001) semblent augmenter d'une valeur fixe qui est de l'ordre de grandeur de la profondeur d'absorption définie dans le modèle thermique. Le diamètre des cavités augmente avec la fluence. Dès trois tirs laser, les évolutions du diamètre en fonction de la fluence sont similaires. Ces observations mettent donc en évidence que le diamètre des cavités est principalement contrôlé par le diamètre du faisceau laser. Ce résultat a également été constaté avec les analyses expérimentales.

3. Conclusion

Afin de comprendre les phénomènes physiques induits au cœur des matériaux, en particulier lors d'interactions avec un faisceau laser, une démarche numérique originale à l'échelle atomique a été développée. En effet, la dynamique moléculaire a été utilisée pour simuler des impulsions laser sur des systèmes de plusieurs millions d'atomes. Deux matériaux modèles, le titane pur et le nickel pur, ont été étudiés. Le potentiel EAM développé par R.R. Zope et Y. Mishin (2003) et le potentiel EAM développé par G.P. Purja Pun et Y. Mishin (2009) ont été choisis respectivement pour le titane et pour le nickel. Des simulations préliminaires ont

été menées sur ces deux matériaux afin de déterminer leurs caractéristiques physiques. Ainsi, les expressions des paramètres de maille du titane et du nickel en fonction de la température ont pu être déterminés. Pour chaque matériau, l'expansion thermique linéaire a également été calculée. A l'aide de la méthode des deux phases, les températures de fusion des deux métaux purs ont été évaluées.

L'effet des impulsions lasers a ensuite été modélisé à l'aide d'un modèle thermique. Le faisceau laser a été représenté par une distribution de puissance gaussienne spatiale et temporelle. Ainsi, l'énergie du laser a été communiquée aux atomes des systèmes à travers leur énergie cinétique. L'absorption du faisceau laser par les atomes a été décrite à l'aide de la loi de Beer-Lambert. Dans les simulations, une impulsion laser ayant une largeur à mi-hauteur (FWHM) de 5 ps, une variance du pic gaussien $\sigma_r = 21,23 \text{ \AA}$ et une profondeur d'absorption de 50 \AA , a été considérée et a permis de fournir de la chaleur à un bloc métallique, composé de plusieurs millions d'atomes. Au cours d'une simulation, l'impulsion laser modélisée est focalisée sur la surface du bloc de métal. Dans le cas de tirs laser successifs, le flux de chaleur a été appliqué sur le fond de la cavité précédemment formée. En effet, si la fluence de l'impulsion laser est suffisante alors une cavité est créée dans le bloc métallique. La cavité présente rapidement un bourrelet de matière en surface tout autour de la cavité. Des simulations d'un tir laser de différentes fluences ont ensuite été réalisées pour différents systèmes de titane et de nickel. Pour chaque matériau, la surface des blocs irradiée par le faisceau laser a été orientée selon deux orientations cristallographiques différentes. Pour le titane, la surface du bloc a été orientée selon le plan (0001) ou un plan (10 $\bar{1}$ 0) ; pour le nickel, selon le plan (001) ou le plan (111). Puis des simulations avec plusieurs tirs laser ont été menées sur un système de titane (0001). Ce système a été sélectionné car le titane (T40) a été davantage analysé lors des travaux expérimentaux. L'évolution des atomes a été étudiée au cours d'une à sept impulsions laser pour des fluences différentes.

Dans un premier temps, les simulations par dynamique moléculaire ont permis de déceler les différents mécanismes qui interviennent à l'échelle nanométrique lors de l'échauffement d'un bloc de métal par une impulsion laser. Les processus mis en évidence au cours d'une impulsion laser sont les suivants : augmentation de la température et fusion en surface, augmentation de l'étendue spatiale de la zone fondue, éjection d'atomes dans le panache puis recristallisation pendant le refroidissement. L'évolution du nombre d'atomes et de leur température au cours de ces différentes phases identifiées a été analysée en détail. Il a été observé que les phases de fusion et de solidification débutent plus rapidement dans le cas du nickel par rapport au titane. La vitesse de cristallisation au niveau de la région contenant la zone fondue a été évaluée pour différentes fluences laser. Les vitesses de cristallisation des atomes de titane sont légèrement plus élevées que celles des atomes de nickel. Puis, pour chaque matériau étudié, la géométrie des cavités générées par une impulsion laser a été étudiée en fonction de la fluence laser. Globalement, la profondeur et le diamètre des cavités augmentent avec la fluence laser, montrant un léger comportement asymptotique au-delà d'une certaine fluence ($\approx 1,0 \text{ J.cm}^{-2}$). Dans le cas du titane notamment, la différence de densité d'atomes en surface entre les deux configurations étudiées ((0001) et (10 $\bar{1}$ 0)) pourrait induire une différence de diamètre de la cavité. Les cavités obtenues à la suite de un à sept tirs laser, sur un système de titane (0001) ont été étudiées. Toutes les cavités analysées ont révélé un bourrelet de matière périphérique. Lors de l'augmentation du nombre d'impulsions laser, la formation d'un

renflement de matière au sein de la cavité a été observé. L'analyse de la trajectoire des atomes a permis de mettre en évidence le mouvement des particules le long de la cavité au cours d'un tir laser. Ce mouvement des atomes, ascendant et vers l'extérieur de la cavité, peut notamment être expliqué par le phénomène de capillarité. Puis, les dimensions des cavités créées après chaque tir laser (d'un tir à sept tirs) de différentes fluences laser ont été analysées. L'évolution des profondeurs en fonction de la fluence a révélé un comportement asymptotique dès $1,2 \text{ J.cm}^{-2}$. D'autre part, l'augmentation du nombre d'impulsions laser a induit des cavités de plus en plus profondes. L'évolution du diamètre du cratère s'est avérée quasi linéaire en fonction de la fluence. Dès trois tirs laser, il a été mis en évidence que les diamètres des cavités en fonction de la fluence sont similaires quel que soit le nombre de tirs laser. L'évolution de la profondeur et du diamètre ont également été approximées et modélisées à l'aide de fonctions analytiques.

Enfin, les échelles caractéristiques de la simulation diffèrent nettement de celles des travaux expérimentaux où un laser nanoseconde induit la formation de cavités micrométriques. Il faut supposer une transition d'échelle en considérant des fluences laser et une longueur d'absorption appropriées aux dimensions nanométriques du système simulé. Néanmoins, d'après les résultats des simulations, la morphologie des cavités ainsi que leurs dimensions montrent des tendances d'évolution similaires aux résultats expérimentaux, en fonction de la fluence laser et du nombre d'impulsions laser. Les phénomènes observés numériquement au cours des impulsions laser semblent retranscrire fidèlement les processus réels mis en jeu. Toutefois, les potentiels interatomiques qui fixent les propriétés physico-chimiques des métaux ont des limitations. Le problème de la conductivité thermique a notamment été évoqué. Il faut aussi mentionner le fait que le potentiel utilisé pour le titane n'a pas permis de simuler sa transformation allotropique ($\alpha \rightleftharpoons \beta$).

V. Conclusion générale

A travers ce travail de recherche, la texturation de surface par laser et les effets que cette technique peut induire sur et au sein des surfaces texturées ont été étudiés afin de mieux comprendre l'interaction laser – matière dans les métaux. Les travaux de recherche ont été réalisés sur différents métaux, le titane (T40), l'alliage Ti6Al4V (TA6V) et le nickel (Ni200) et ont été analysés à la fois expérimentalement et numériquement par dynamique moléculaire. Un laser à fibre, délivrant des impulsions de durée 100 ns et de longueur d'onde 1064 nm, a été utilisé pour texturer les surfaces des échantillons étudiés. L'interaction entre le faisceau laser et la matière est donc un processus thermique qui modifie indéniablement les propriétés des surfaces. En effet, le rayonnement laser est absorbé par la matière, puis la fusion, l'évaporation et l'éjection de matière apparaissent lorsque l'énergie du rayonnement est suffisante. L'objet de ce travail de recherche est d'analyser et de caractériser les effets induits par la texturation laser. Pour ce faire, différentes techniques expérimentales et une démarche numérique ont été mis en œuvre dans ce travail.

Il a été mis en évidence que la technique de texturation par laser induit des changements sur la morphologie des surfaces texturées. En comparant les différents types de cavités, il a été observé par exemple que les profondeurs des cavités groupées (texturation de surface) sont globalement supérieures aux profondeurs des cavités isolées. A l'inverse, les diamètres des cavités ne semblent pas affectés par l'environnement (cavités isolées ou groupées en matrice), ce qui laisse sous-entendre que cette grandeur est principalement contrôlée par le diamètre du faisceau laser plutôt que par les paramètres de texturation. L'analyse approfondie de la morphologie des cavités groupées (matrice de cavités) a également conduit à la définition de lois de comportement. Une loi puissance a permis de décrire par exemple l'effet de seuil et le comportement asymptotique de la profondeur en fonction de la fluence laser et du nombre d'impulsions laser. L'évolution du diamètre des cavités a été modélisée quant à elle selon une loi exponentielle soulignant une tendance asymptotique avec l'augmentation du nombre d'impulsions laser. Enfin, le volume ablaté a pu être estimé. Le modèle défini a révélé qu'au-delà d'une fluence seuil et d'un nombre d'impulsions seuil, le volume ablaté évolue linéairement avec la fluence laser (pour un nombre d'impulsions constant) et avec le nombre d'impulsions laser (pour une fluence laser constante). L'analyse de la morphologie des surfaces a ainsi permis d'appréhender l'évolution des dimensions des cavités texturées en fonction de la stratégie de traitement (nombre d'impulsions laser, fluence laser, motifs de texturations (cavité isolées ou groupées)) et du matériau, et de souligner l'importance de ces paramètres dans le processus de traitement, étant donné leurs effets sur la morphologie des cavités. Enfin, les micrographies ont également mis en évidence une colorisation des surfaces au niveau des textures, signe d'évolutions chimiques en surface.

Afin d'étudier ces changements, la chimie de l'extrême surface des cavités a été caractérisée par spectroscopie XPS. Ces analyses chimiques ont mis en évidence que la composition chimique évoluait au sein même des microstructures. En effet, le fond des cavités et les bourrelets de matière périphérique se sont révélés être de nature chimique différente. Dans le cas du titane (T40) et de l'alliage Ti6Al4V (TA6V), le fond des cavités est composé de nitrure de titane et en périphérie, le dioxyde de titane prédomine. Pour l'alliage Ti6Al4V, les bourrelets périphériques révèlent également la présence d'alumine. Concernant le nickel, le fond des

cavités est principalement composé d'oxydes de nickel (II) et (III), quant aux bourrelets des cavités, ils sont constitués de nickel métallique et d'oxyde de nickel (III). La texturation par laser induit donc des effets sur la composition chimique des surfaces qui doivent être connus pour assurer la compatibilité chimique du futur revêtement avec la surface texturée par laser et donc son adhérence optimale.

L'état mécanique des surfaces a également été analysé afin d'appréhender les éventuels effets induits par la texturation laser. Ces analyses ont été réalisées à l'aide de deux techniques complémentaires qui permettent d'étudier les contraintes résiduelles – macroscopiquement au moyen de la diffraction par rayons X et plus localement via une nouvelle technique, développée au laboratoire ICB, la microscopie micro-ondes (SMM).

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) des contraintes résiduelles des surfaces texturées de titane (T40) et de nickel (Ni200) a mis en évidence que la texturation laser génère des contraintes résiduelles de traction en surface. Le niveau de ces contraintes moyennes augmente à la fois avec la fluence laser, le nombre d'impulsions laser et la diminution du pas entre les cavités. Plus localement, grâce à la microscopie micro-ondes (SMM), ces résultats ont pu être approfondis sur le titane et il a été mis en évidence que les contraintes résiduelles évoluent au travers des textures. Les zones entre les cavités présentent des contraintes de traction alors que le fond des cavités présente des contraintes de compression. Les mesures SMM ont également permis de montrer que l'augmentation du nombre d'impulsions laser engendre (i) un élargissement de la région comportant des contraintes résiduelles, (ii) une élévation du niveau des contraintes résiduelles et (iii) une augmentation de l'épaisseur de matière affectée présentant des contraintes résiduelles. Ainsi, des interactions entre les contraintes résiduelles, induites par chacune des cavités, peuvent apparaître à l'échelle globale de la surface dès lors que le pas entre les cavités diminue. Les résultats obtenus sur le titane grâce à l'analyse par microscopie micro-onde et par diffraction par rayons X montrent que la texturation laser caractérisée dans cette présente étude induit des contraintes résiduelles de traction sur quelques micromètres. Toutefois, ce type de contraintes résiduelles peut être limitant car elles sont généralement à l'origine de fissures en surface. Une maîtrise de ces propriétés est donc nécessaire pour anticiper tout traitement ou tenue en service. Un post-traitement peut même être envisagé tel que le grenailage de précontrainte par ondes de choc afin de transformer les contraintes résiduelles de traction induites par la texturation laser en contraintes résiduelles de compression. Il est important néanmoins de souligner que la microscopie micro-ondes (SMM) a apporté des résultats inédits et très intéressants sur l'état mécanique des surfaces texturées. Cette méthode a permis en effet de qualifier les contraintes résiduelles induites par la texturation laser en extrême surface des matériaux (en particulier le titane) et de montrer l'importance du nombre d'impulsions laser sur le profil des contraintes.

Dans la perspective de cette présente étude sur la texturation laser, d'autres paramètres sont encore à explorer à l'aide de la microscopie micro-ondes, notamment l'étude des effets de la fluence laser sur les contraintes résiduelles et l'application à d'autres matériaux. Cependant, une des limites de la SMM relève de la nécessité d'utiliser des matériaux qui peuvent être pénétrés par les micro-ondes. Par exemple, dans le cas présent, la fréquence des ondes employées n'a pas permis d'analyser le nickel en raison de sa perméabilité magnétique trop élevée. Le développement en cours sur la SMM est prometteur et permettra d'évaluer de façon quantitative ces contraintes afin de mieux les caractériser.

Afin d'aller plus loin dans l'analyse et comprendre les effets de la texturation par laser sur les surfaces texturées à l'échelle nanométrique, l'interaction laser – matière a été étudiée numériquement au moyen de la dynamique moléculaire. L'effet des impulsions laser a été modélisé à l'aide d'un modèle thermique. Des simulations d'une impulsion laser sur différents systèmes en titane et en nickel ont permis de mettre en évidence les différents mécanismes qui interviennent à l'échelle nanométrique. L'étude de la profondeur et du diamètre des cavités formées a permis de définir des lois d'évolution en fonction de la fluence laser et du nombre d'impulsions laser :

- l'évolution des profondeurs des cavités a révélé un comportement asymptotique au-delà d'une certaine fluence laser à la fois pour le titane et le nickel ;
- l'évolution du diamètre a montré une variation quasi linéaire en fonction de la fluence et un comportement asymptotique marqué dès trois impulsions laser pour le titane.

L'étude des atomes constituant les bourrelets de matière autour des cavités a révélé que ces bourrelets résultent d'un mouvement ascendant des atomes produit par l'impulsion laser.

Ce modèle original a fourni des éléments intéressants permettant d'enrichir la compréhension de l'effet de la texturation laser sur les surfaces, toutefois il présente quelques limites qui ouvrent des voies d'amélioration. Par exemple, le panache induit par le laser ainsi que ses effets n'ont pas pu être étudiés en raison de la non prise en compte de l'environnement (gaz ambiant). La résorption des contraintes résiduelles au cours des simulations menées a été aussi un élément limitant qui n'a pas permis d'analyser les contraintes résiduelles induites par le faisceau laser. Dans cette perspective d'optimisation du modèle de dynamique moléculaire, l'étude de systèmes plus complexes formés non plus d'un cristal parfait mais de plusieurs grains désorientés est à développer pour comprendre le rôle des joints de grain dans le développement des contraintes résiduelles lors de la texturation laser. L'action du faisceau laser pourrait engendrer le grossissement des grains et/ou la résorption partielle des défauts, et par conséquent l'apparition de contraintes résiduelles persistantes dans le système texturé refroidi.

Au terme de ces travaux, de nouvelles perspectives de recherche pourraient être entreprises pour enrichir la compréhension de la texturation laser et ses effets sur les surfaces. D'un point de vue expérimental, des analyses par la méthode de diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) pourraient être menées pour tracer les cartographies des orientations cristallines des zones recristallisées au sein des cavités générées par laser. L'état microstructural des cavités pourrait également être examiné par microdiffraction Laue. Cette technique, possible grâce au rayonnement synchrotron, fournirait aussi des informations précieuses sur l'état mécanique du matériau au niveau des impacts laser. La comparaison des résultats de microdiffraction Laue et de microscopie micro-ondes permettrait un étalonnage précis de ce dernier et ainsi améliorerait l'interprétation quantitative des résultats de SMM. Dans le but de compléter l'approche numérique, le développement de modèles multi-échelles peut être aussi une orientation prometteuse pour suivre l'évolution des paramètres à des échelles caractéristiques des conditions expérimentales. Aujourd'hui, l'ère de l'informatique exascale offre des opportunités sans précédent pour modéliser des matériaux complexes et étendre les échelles de temps et/ou de longueurs des simulations par dynamique moléculaire. Les simulations à l'échelle atomique seront donc de plus en plus réalistes.

Annexes

- 1. Annexe 1 : Principaux lasers industriels**
- 2. Annexe 2 : Méthodes de mesure des contraintes résiduelles**
- 3. Annexe 3 : Datasheet des matériaux étudiés**
- 4. Annexe 4 : Spectres XPS**
- 5. Annexe 5 : Comparaison des mesures réalisées à l'aide du profilomètre et du microscope numérique**
- 6. Annexe 6 : Champs de température estimés par Dynamique Moléculaire**

1. Annexe 1 : Principaux lasers industriels

Tableau 23. Caractéristiques et applications des principaux lasers industriels [245–247]
(IR : infrarouge, UV : ultraviolet)

Type de laser	Milieu actif	Particules excitables	Longueur d'onde	Utilisation	Puissance	Mode d'émission	Remarque
Laser à milieu actif semi-conducteur (Laser à diodes)							
Diodes laser	Semi-conducteur (GaAs, GaAlAs, GaInAsP)	Électrons-trois	Rouge (780 nm)	Lecteurs graveurs de CD/DVD, lecteur de code-barres, imprimantes laser	quelques mW	Continu ou impulsionnel	
			IR (1300 nm, 1550 nm)	Télécommunications	dizaines de mW	Continu ou impulsionnel	via fibres optiques
			Rouge – IR	Pompage des lasers à solide	dizaines de W	Continu ou impulsionnel	
Laser à milieu actif gazeux							
Hélium - néon	Gaz hélium - néon	Atomes de néon	Rouge (633 nm)	Alignement, guidage d'outil, lecteur de code-barres et enregistrement vidéo	10 mW	Continu	
				Spectacles	quelques W	Continu	
Argon	Gaz d'argon	Ions argon	UV (364 nm) – bleu (488 nm) – vert (514 nm)	Médecine, spectacles, photogravure	quelques W	Continu	
Krypton	Gaz de krypton	Ions krypton	Rouge (647 nm)	Spectroscopie, télémétrie, microlithographie, spectacles	jusqu'à 300 mW	Continu	
A excimères	Mélange de gaz rares et halogènes (ArF, KrF, XeCl ou XeF)	Groupement de 2 atomes	UV (193 nm, 248 nm, 308 nm, 351 nm)	Nettoyage, décapage et préparation de surface	de 10 ⁷ à 10 ⁸ en crête	Impulsionnel (qqs. dizaines à qqs. centaines de nanosecondes)	
CO ₂	Mélange gazeux azote-hélium-dioxyde de carbone	Molécules de CO ₂	IR (10600 nm)	Chirurgie interne et externe	jusqu'à 30 W	Continu ou impulsionnel	Puissance en fonction des applications
				Découpe, soudure, gravure des matériaux	jusqu'à 50 kW	Continu ou impulsionnel	Puissance en fonction de l'épaisseur
Laser à milieu actif solide							
Nd - YAG	Grenat d'aluminium et yttrium (YAG) dopé au néodyme (Nd)	Ions Nd	IR (1064 nm)	Chirurgie interne et externe	jusqu'à quelques W	Continu ou impulsionnel	Puissance en fonction des applications
				Découpage, soudage des matériaux	jusqu'à 50 kW	Continu ou impulsionnel	Puissance en fonction de l'épaisseur
				Nettoyage, décapage et préparation de surface	10 ⁷ à 10 ⁸ en crête	Impulsionnel (qqs. dizaines à qqs. centaines de nanosecondes)	
A fibre	Fibre optique dopée avec des ions de terres rares (Yb ou Er)	Ions dopants	IR (1064 nm, 1550 nm)	Marquage	10 mW à 50 kW	Continu ou impulsionnel	Tend à remplacer les lasers Nd-YAG
OPO (Oscillateurs Paramétriques Optiques)	Cristal non linéaire	Ions	Accordable		quelques W	Impulsionnel	

2. Annexe 2 : Méthodes de mesure des contraintes résiduelles

Tableau 24. Caractéristiques de différentes méthodes de mesure des contraintes résiduelles [146–149]

Méthode	Pénétration	Résolution spatiale	Précision	Equipement Durée de mesure	Applications	Contraintes évaluées	Commentaires
Méthode du trou, trou incrémental (déformation causée par la relaxation des contraintes)	~1.2x le diamètre du trou (jusqu'à 2 mm) Épaisseur de l'échantillon	-	±50 MPa, limité par une sensibilité réduite avec l'augmentation de la profondeur	Dispositif de mesure à jauge de contrainte (rosette) En fonction de l'étendue des mesures	Tous types de composants (dimension ≥ 10 mm)	Mesure les contraintes de type I dans le plan	Semi-destructif
Diffraction des rayons X (jauge de contrainte atomique)	~6 µm (Fe) ~10 µm (Al) <5 µm (Ti) <1 mm (avec enlèvement de couche)	1-2 mm latéralement ; 20 µm en profondeur	±20 MPa, limité par des non-linéarités dans $\sin^2 \psi$ ou l'état de surface	Source de rayons X, diffractomètre ; De quelques minutes à quelques heures par élément de contrainte	Mesure la surface des matériaux cristallins ; Tous les types de composants et de matériaux comportant au moins une phase cristalline d'un volume suffisant	Etats de contrainte triaxiale, séparation possible dans des cas spécifiques, applicables à chaque phase des matériaux multiphasés ayant un volume suffisant	Non destructif uniquement en tant que technique de surface ; sensible à la préparation de la surface ; Décalage des pics : types I, <II> ; Largeur des pics : types II, III
				Source de rayons synchrotron, diffractomètre ; De quelques minutes à quelques heures par élément de contrainte			Mesures non destructives plus profondes que les rayons X ; nécessite une référence de contrainte nulle. Décalages des pics : type I, <II>, II ; Largeur des pics : types II, III
Synchrotron (Hard X-ray) (jauge de contrainte atomique)	~40 mm (Fe) ~100 mm (Al)	20 mm latéralement au faisceau incident ; 1 mm parallèlement au faisceau	±10. 10 ⁻⁶ déformation, limitée par les statistiques d'échantillonnage des grains	Source de rayons neutroniques, diffractomètre ; Quelques heures par élément de contrainte	Matériaux métalliques et céramiques	Types I, II et III	Mesures non destructives plus profondes que le synchrotron ; nécessite une référence de contrainte nulle. Difficultés d'accès ; faible taux d'acquisition des données ; coûteux ; Décalages des pics : type I, <II> (largeurs assez importantes)
Neutrons (jauge de contrainte atomique)	25 mm (Fe) 200 mm (Al) 4 mm (Ti)	500 µm	±50. 10 ⁻⁶ déformation, limitée par les statistiques de comptage et la fiabilité des références sans contrainte	Installations pour mesurer la vitesse des ultrasons, installations pour l'évaluation automatisée des états de contraintes ; 1 mesure par minute jusqu'à 200 mesures par seconde			
Ultrasons (changements de la vitesse des ondes élastiques liés à la contrainte)	1-20 mm	5 mm	±3.5% de la valeur de la contrainte ; ± (5-10) MPa	Appareil micromagnétique multiparamètres ; 1 mesure par seconde	Matériaux ferromagnétiques uniquement	Types I, II et III	Nécessite un étalonnage spécifique ; Sensible à la microstructure
Magnétique (variations des domaines magnétiques en fonction de la contrainte)	10 mm	1 mm	10%			Types I, II et III	Nécessite un étalonnage spécifique ; Sensible à la microstructure

<II> représente les contraintes de type II moyennées en volume

3. Annexe 3 : Datasheet des matériaux étudiés

3.1. Titane (T40, Ti Grade 2)

Datasheet disponible en ligne :

<https://www.timet.com/documents/datasheets/cp-grades/timetal-50a.pdf>

Page 1/2

CP Ti

TIMETAL[®] 50A

COMMERCIALLY PURE TITANIUM

TIMETAL 50A is equivalent to ASTM Grade 2. It is the “workhorse” for industrial applications, having a guaranteed minimum 0.2% yield strength of 40 ksi (275 MPa) and good ductility and formability. *TIMETAL 50A* is used extensively for sea water piping, reactor vessels and heat exchangers throughout the CPI, Petrochemical, Oil & Gas and Naval/Marine markets. It also is ASME approved, has good impact properties at low temperatures, and has excellent resistance to erosion and corrosion by seawater and marine atmospheres.

TIMETAL 50A is typically used in continuous service up to 800°F (425°C) and in intermittent service up to 1000°F (540°C). In addition *TIMETAL 50A* can be easily welded, machined, cold worked, hot worked, and cast.

Table 1

CHEMICAL COMPOSITION	
ELEMENT	WEIGHT %
	<i>Maximum</i>
Oxygen	0.25
Nitrogen	0.03
Carbon	0.08
Iron	0.30
Hydrogen*	0.015
Residual Elements, each	0.10
Residual Elements, total	0.40
Titanium	Remainder

* Hydrogen content depends on product form.

Table 2

PHYSICAL PROPERTIES		
PROPERTY	VALUE	
	<i>English</i>	<i>SI</i>
Density	0.163 lb in ⁻³	4.51 g cm ⁻³
Beta Transus	1680°F	915°C
Thermal Conductivity	12.60 Btu hr ⁻¹ ft ⁻¹ °F ⁻¹	21.79 W m ⁻¹ K ⁻¹
Electrical Resistivity	21 μΩ•in	0.53 μΩ•m
Magnetic Permeability	Nonmagnetic	
Mean Coefficient of Thermal Expansion		
68-212°F (20-100°C)	4.8 x 10 ⁻⁶ in in ⁻¹ °F ⁻¹	8.6 x 10 ⁻⁶ m m ⁻¹ °C ⁻¹
68-572°F (20-300°C)	5.3 x 10 ⁻⁶ in in ⁻¹ °F ⁻¹	9.5 x 10 ⁻⁶ m m ⁻¹ °C ⁻¹
68-932°F (20-500°C)	5.4 x 10 ⁻⁶ in in ⁻¹ °F ⁻¹	9.7 x 10 ⁻⁶ m m ⁻¹ °C ⁻¹
Elastic Modulus*	15.2-17.4 Msi	105-120 GPa


* Typical values at room temperature of about 68-78°F (20-25°C)

Table 3

HEAT TREATMENT	
Anneal	Stress Relieve
1290°F (700°C) 1 hour / Air Cool	932°F (500°C) 30 mins / Air Cool

Table 4

TYPICAL MECHANICAL PROPERTIES				
UTS ksi (MPa)	0.2% YS ksi (MPa)	Elongation %	Reduction in Area %	Bend Radius
70 (485)	50 (345)	28	57	2.5T



TIMETAL® 50 A

CP Ti

Table 5

FATIGUE AND TENSILE PROPERTIES**ROTATING BEND**

Condition	Ultimate	Fatigue Limit	Fatigue
	Tensile Strength	10 ⁷ Cycles	
	ksi (MPa)	ksi (MPa)	Ratio
Smooth, K _t = 1	60 (417)	±34 (232)	0.56
Notched, K _t = 3	60 (417)	±22 (154)	0.37

Table 6

TYPICAL ELEVATED TEMPERATURE TENSILE PROPERTIES

Test Temperature	0.2%	Ultimate	Elongation %
	Yield Strength	Tensile Strength	
	ksi (MPa)	ksi (MPa)	
212°F (100°C)	37 (256)	56 (383)	31
392°F (200°C)	28 (192)	41 (280)	37
572°F (300°C)	18 (127)	33 (229)	43
752°F (400°C)	13 (92)	27 (186)	38
842°F (450°C)	11 (74)	26 (178)	34

The data and other information contained herein are derived from a variety of sources which TIMET believes are reliable. Because it is not possible to anticipate specific uses and operating conditions, TIMET urges you to consult with our technical service personnel on your particular applications.

For more information, please contact the TIMET Sales Office/Service Center nearest you, TIMET's Technical Laboratories or TIMET's Website @ www.timet.com

NORTH AMERICA

Hartford, CT	860-627-7051
Toronto, OH	740-537-5600
St. Louis, MO	800-753-1550
Dallas, TX	817-329-5035
Tustin, CA	714-573-1000

EUROPE

Birmingham, England	44-121-356-1155
Savoie, France	33-4-79-89-73-73
Düsseldorf, Germany	49-211-230-880

TECHNICAL SUPPORT

Henderson, NV	702-566-4416
Birmingham, England	44-121-332-5381



First in Titanium Worldwide



Printed in USA
©2000 Titanium Metals Corporation

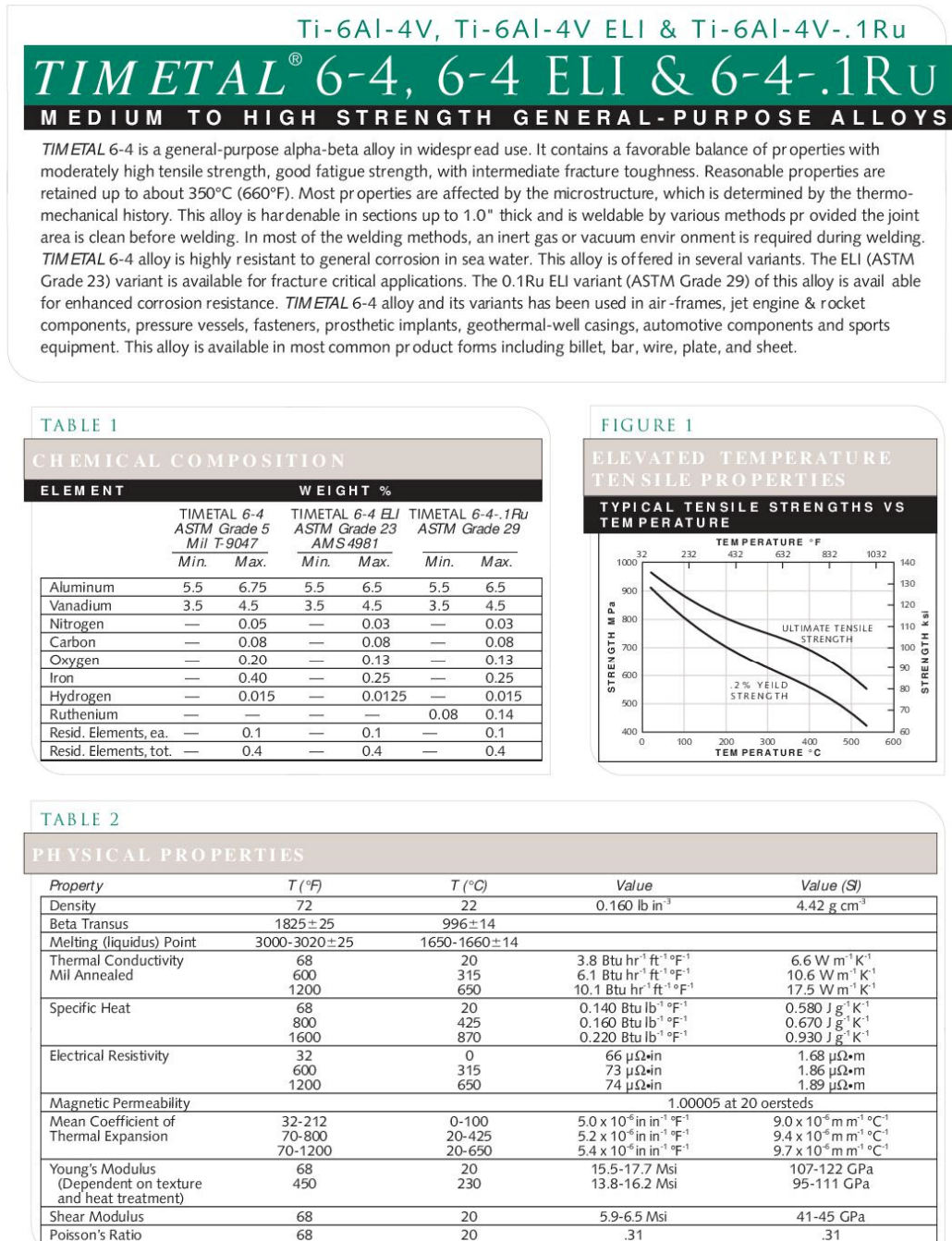
TMC-0159

3.2. Alliage Ti6Al4V (TA6V, Ti Grade 5)

Datasheet disponible en ligne :

<https://www.timet.com/documents/datasheets/alpha-and-beta-alloys/timetel-6-4.pdf>

Page 1/2



TIMETAL® 6-4, 6-4 ELI & 6-4-.1RU **Ti-6Al-4V, Ti-6Al-4V ELI & Ti-6Al-4V-.1RU**

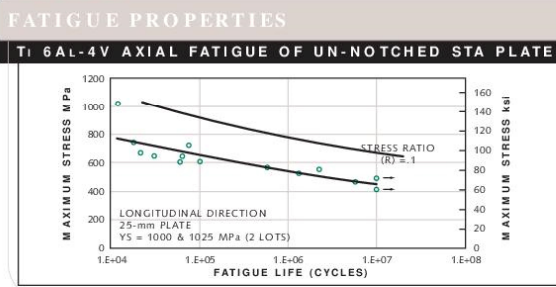
TABLE 3

MINIMUM TENSILE PROPERTIES OF TIMETAL 6-4								
Product (in)	Condition	Specification	Dir.	Temperature °F (°C)	UTS ksi (MPa)	0.2% YS ksi (MPa)	Elongation %	Reduction in Area %
0.025-1.000 Sheet & Plate	Annealed ^a	ASTM B265	L & LT	68 (20)	130 (895)	120 (828)	10 ^b	—
≤3.00 RD or Thk.	Annealed	ASTM B348	L	68 (20)	130 (895)	120 (828)	10	25
≤4.00 RD or Thk.	Annealed	Mil-T-9047G ^c	All	68 (20)	130 (896)	120 (827)	10	25
>4.00-6.00	Annealed	Mil-T-9047G ^c	All	68 (20)	130 (896)	120 (827)	10	20
<0.500	STD ^d	Mil-T-9047G		68 (20)	165 (1137)	155 (1068)	10	20
>0.500-1.000	STD ^d	Mil-T-9047G		68 (20)	160 (1103)	150 (1034)	10	20
>1.000-1.500	STD ^d	Mil-T-9047G		68 (20)	155 (1068)	145 (999)	10	20
>1.500-2.000	rd., sq., hex	Mil-T-9047G		68 (20)	150 (1034)	140 (965)	10	20
>2.000-3.000	rd., sq., hex	Mil-T-9047G		68 (20)	140 (965)	130 (896)	10	20

MINIMUM TENSILE PROPERTIES OF TIMETAL 6-4 ELI								
Product (in)	Condition	Specification	Dir.	Temperature °F (°C)	UTS ksi (MPa)	0.2% YS ksi (MPa)	Elongation %	Reduction in Area %
0.025-1.000 Sheet & Plate	ST	ASTM B265	L & LT	68 (20)	120 (828)	110 (759)	10	—
≤3.00 RD or Thk.	Annealed	ASTM B348	L	68 (20)	120 (828)	110 (759)	10	25
≤1.75 RD or Thk.	Annealed ^a	ASTM F136	L	68 (20)	125 (860)	115 (795)	10	25 ^e
1.75-2.50	Annealed ^a	ASTM F136	L & LT	68 (20)	120 (825)	110 (760)	8	20
2.50-4.00	Annealed ^a	ASTM F136	L, LT & ST	68 (20)	120 (825)	110 (760)	8	15

^a 1300°F/1hr/AC or slower. ^b For materials less than .025 thick, the elongation must be negotiated with the manufacturer. ^c Partial list of tensile requirements from the specification. ^d Solution Treat and Age (1650-1775°F)/2-120 min/WQ + 900-1275°F/2-8hr/AC. ^e Only for 0.187-1.75" thick material

FIGURE 2

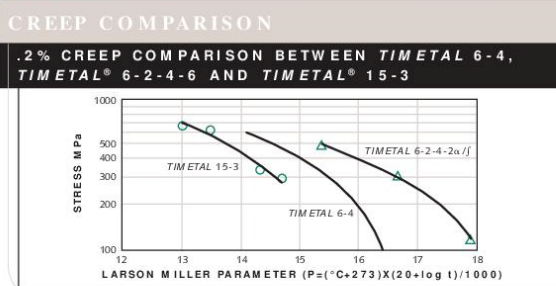


The data and other information contained herein are derived from a variety of sources which TIMET believes are reliable. Because it is not possible to anticipate specific uses and operating conditions, TIMET urges you to consult with our technical service personnel on your particular applications.

References

- (1) Timet Booklet, "Properties and Processing Ti-6Al-4V", 1986.
- (2) Boyer, Rodney; Welsch, Gerhard; Collings, E.W., "Ti-6Al-4V", Materials Properties Handbook: Titanium Alloys, pp 483-636, 1994.
- (3) ASTM B265-95a, Titanium and Titanium Alloy Strip, Sheet, and Plate
- (4) ASTM B348-95a, Titanium and Titanium Alloy Bars and Billets
- (5) Mil-T-9047G, Military Specification Titanium and Titanium Alloy Bars (Rolled or Forged) and Reforging Stock, Aircraft Quality
- (6) ASTM F136-96, Wrought Titanium-6 Aluminum-4 Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy (R56401) for Surgical Implant Applications

FIGURE 3



For more information, please contact the TIMET Sales Office/Service Center nearest you, TIMET's Technical Laboratories or TIMET's Website @ www.timet.com

NORTH AMERICA

Hartford, CT	860-627-7051
Toronto, OH	740-537-5600
St. Louis, MO	800-753-1250
Dallas, TX	817-329-5035
Tustin, CA	714-573-1000

EUROPE

Birmingham, England	44-121-356-1155
Savoie, France	33-4-79-89-73-73
Düsseldorf, Germany	49-211-230-880

TECHNICAL SUPPORT

Henderson, NV	702-566-4416
Birmingham, England	44-121-332-5381



First in Titanium Worldwide



Printed in USA
 ©2000 Titanium Metals Corporation

TMC-0150

3.3. Nickel (Ni Grade 200)

Datasheet complète disponible en ligne :

<https://www.specialmetals.com/documents/technical-bulletins/nickel-200.pdf>

Page 1/20



www.specialmetals.com

Nickel

Commercially pure or low-alloy nickel has characteristics that are useful in several fields, notably chemical processing and electronics. Nickel is highly resistant to various reducing chemicals and is unexcelled in resistance to caustic alkalies. Compared with nickel alloys, commercially pure nickel has high electrical and thermal conductivity. It also has a high Curie temperature and good magnetostrictive properties. Annealed nickel has a low hardness and good ductility and malleability. Those attributes, combined with good weldability, make the metal highly fabricable. Nickel has a relatively low work-hardening rate, but it can be cold worked to moderately high strength levels while maintaining ductility.

Included in this publication are Nickel 200 and Nickel 201.

Nickel 200

Nickel 200 (UNS N02200/W.Nr. 2.4060 & 2.4066) is commercially pure (99.6%) wrought nickel. It has good mechanical properties and excellent resistance to many corrosive environments. Other useful features of the alloy are its magnetic and magnetostrictive properties, high thermal and electrical conductivities, low gas content and low vapor pressure. Chemical composition is shown in Table 1.

The corrosion resistance of Nickel 200 makes it particularly useful for maintaining product purity in the handling of foods, synthetic fibers, and caustic alkalies; and also in structural applications where resistance to corrosion is a prime consideration.

Other applications include chemical shipping drums, electrical and electronic parts, aerospace and missile components.

Table 1 - Limiting Chemical Composition, %

Nickel (plus cobalt)	99.0 min.
Copper	0.25 max.
Iron	0.40 max.
Manganese	0.35 max.
Carbon	0.15 max.
Silicon	0.35 max.
Sulfur	0.01 max.

Physical Properties

Physical constants and thermal properties are shown in Tables 2 and 3. Values for modulus of elasticity at various temperatures are in Table 4. The elastic properties were determined dynamically on annealed material.

Table 2 - Physical Constants

Density, lb/in ³	0.321
g/cm ³	8.89
Melting Range, °F	2615-2635
°C	1435-1446
Specific Heat, Btu/lb•°F	0.109
J/kg•°C	456
Curie Temperature, °F	680
°C	360

Table 3 - Thermal Properties of Annealed Nickel 200

Temperature	Coefficient of Expansion ^a	Thermal Conductivity	Electrical Resistivity
°F	10 ⁻⁶ in/in•°F	Btu•in/ft ² •h•°F	ohm•circ mil/ft
-423	4.7	–	–
-300	5.8	–	16
-200	6.2	533	26
-100	6.3	516	36
0	–	499	48
70	–	487	58
200	7.4	463	76
400	7.7	426	113
600	8.0	389	164
800	8.3	389	204
1000	8.5	404	228
1200	8.7	421	248
1400	8.9	437	269
1600	9.1	455	289
1800	9.3	472	306
2000	9.5	–	323
°C	µm/m•°C	W/m•°C	µΩ•m
-200	10.1	–	–
-100	11.3	75.5	0.050
20	–	70.3	0.096
100	13.3	66.5	0.130
200	13.9	61.6	0.185
300	14.2	56.8	0.260
400	14.8	55.4	0.330
500	15.3	57.6	0.365
600	15.5	59.7	0.400
700	15.8	61.8	0.430
800	16.2	64.0	0.460
900	16.6	66.1	0.485
1000	16.9	68.2	0.510
1100	17.1	–	0.540

^aMean coefficient of linear expansion between 70°F (21°C) and temperature shown.

Nickel 200 & 201



4. Annexe 4 : Spectres XPS

Des impacts isolés texturés sur des échantillons de titane (T40), d'alliage Ti6Al4V (TA6V) ou de nickel (Ni200) ont été analysés par XPS. Des cavités texturées avec une fluence laser de $11,6 \text{ J.cm}^{-2}$ (F12) ou $29,1 \text{ J.cm}^{-2}$ (F29) ; 10 impulsions laser (N10) ou 15 impulsions laser (N15), ont été analysées. Les spectres XPS obtenus sur une zone non-texturée (référence), au fond d'une cavité et en périphérie de cette même cavité (contour) sont présentés dans cette annexe.

Pour une meilleure visibilité des figures, les axes des spectres sont représentés uniquement pour le spectre de la zone non-texturée.

4.1. Titane (T40)

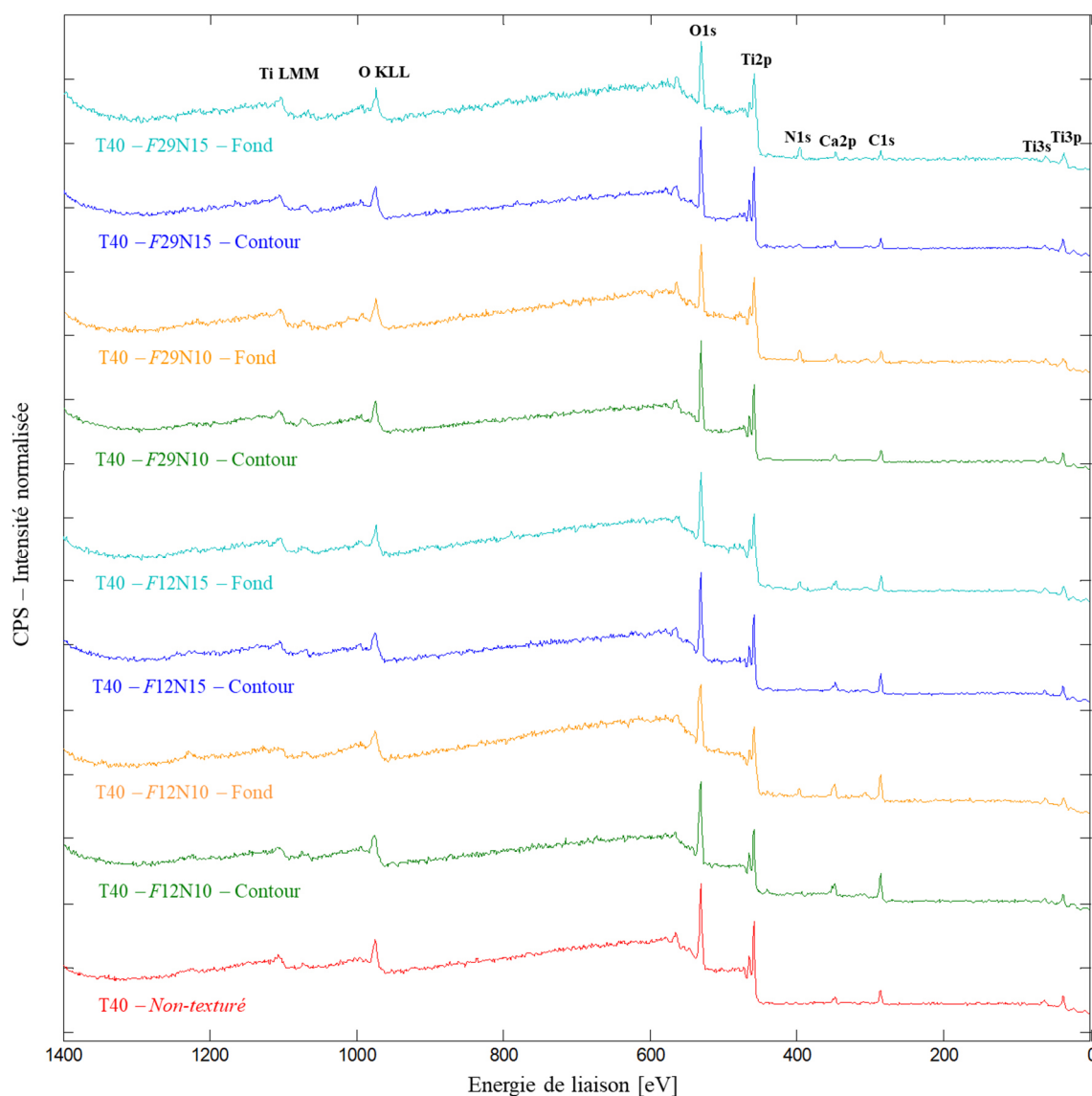


Figure 131. Spectres XPS complets des différentes zones analysées sur l'échantillon de titane (T40)

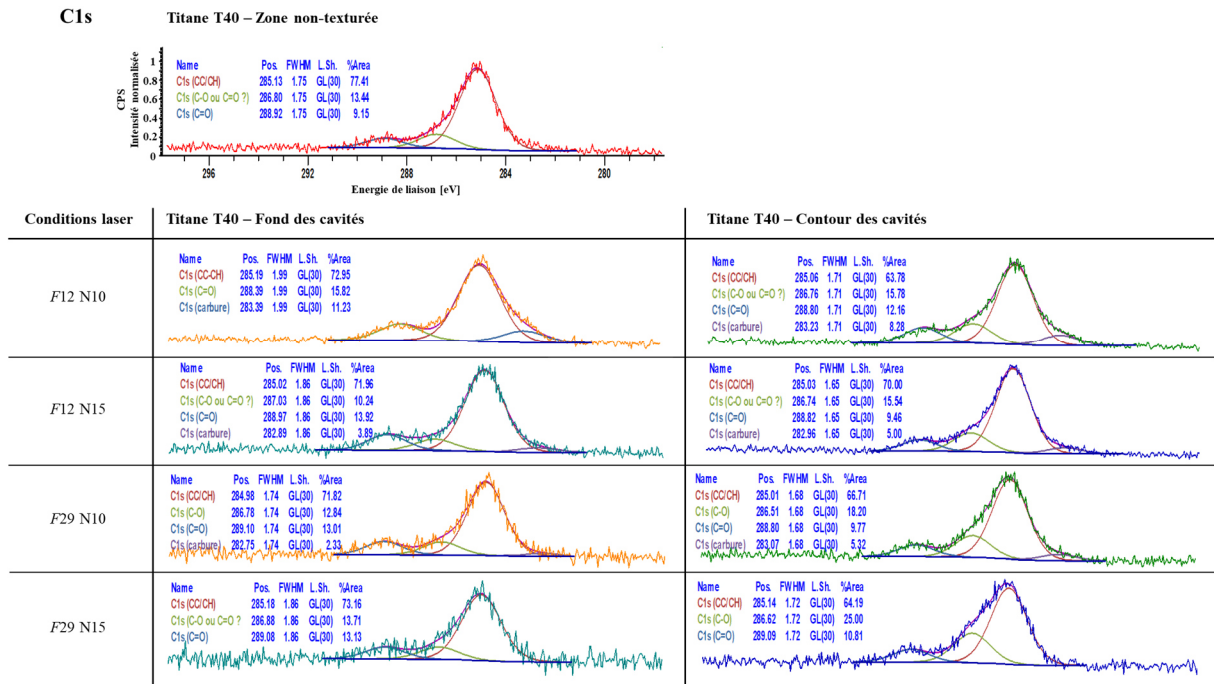


Figure 132. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal C1s obtenus pour le titane (T40)

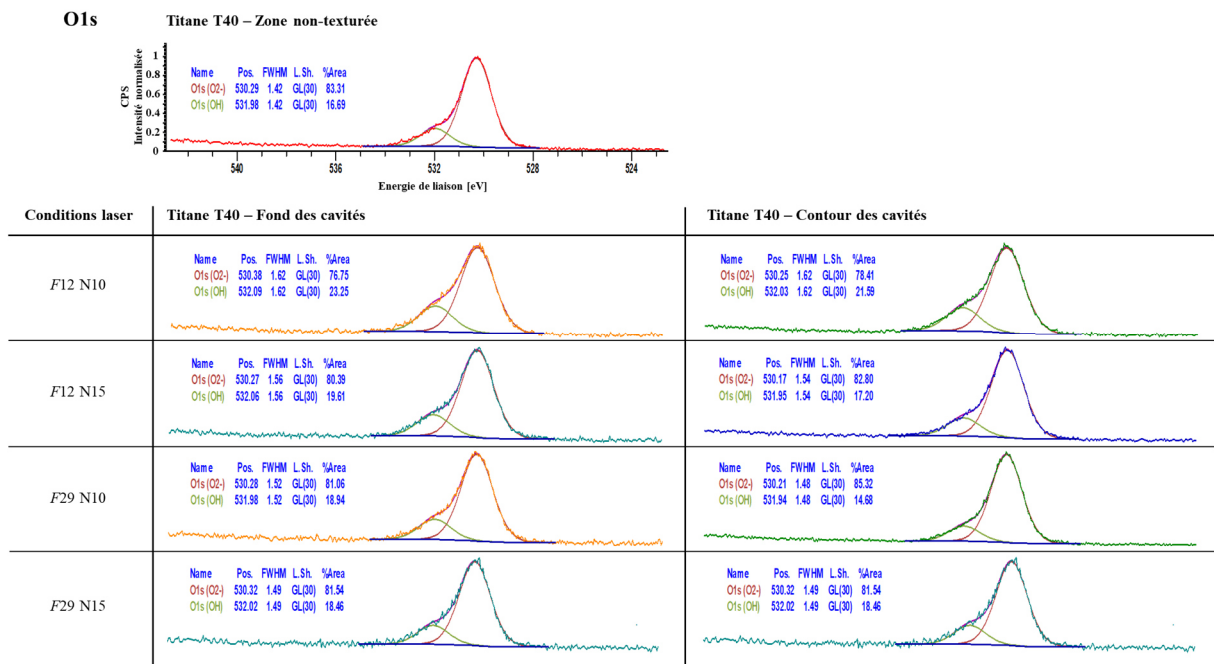


Figure 133. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal O1s obtenus pour le titane (T40)

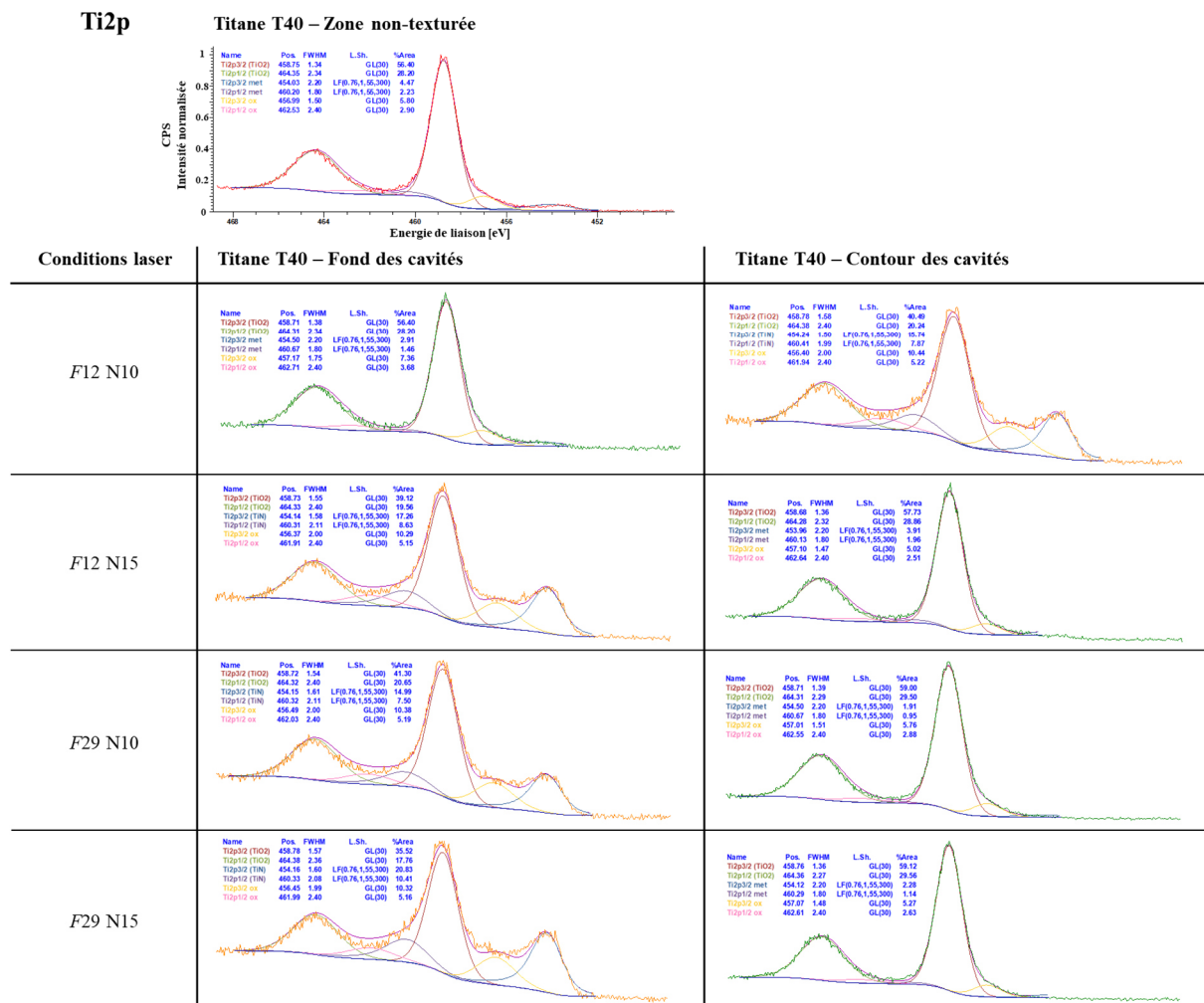


Figure 134. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Ti2p obtenus pour le titane (T40)

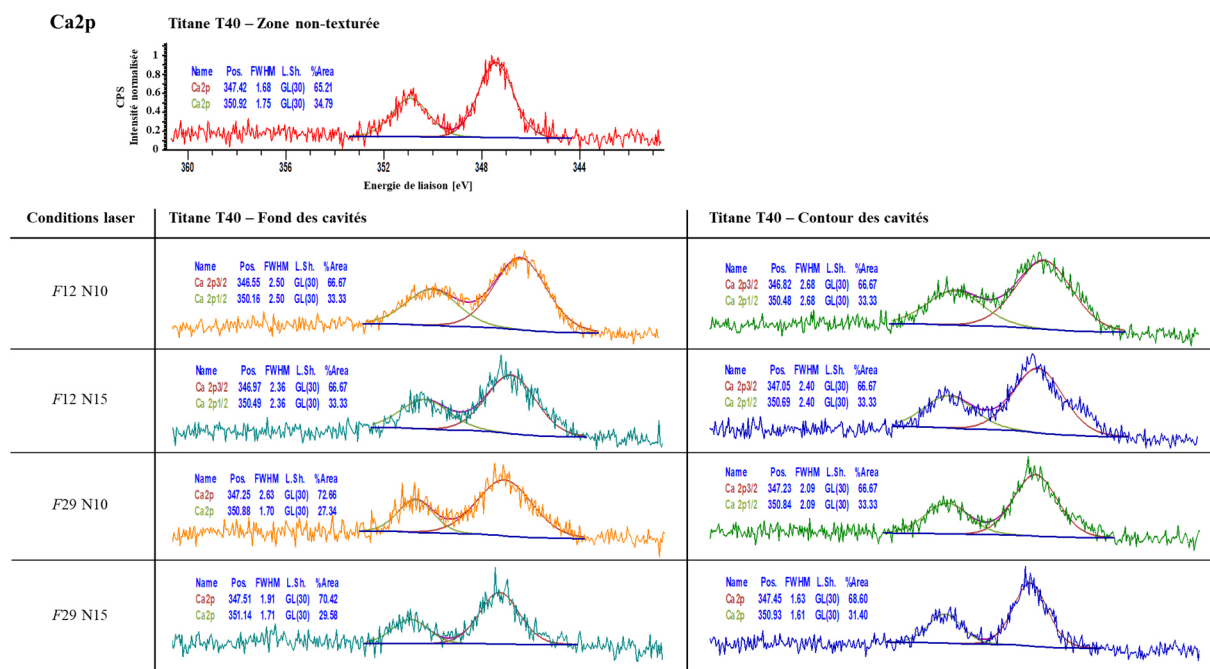


Figure 135. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Ca2p obtenus pour le titane (T40)

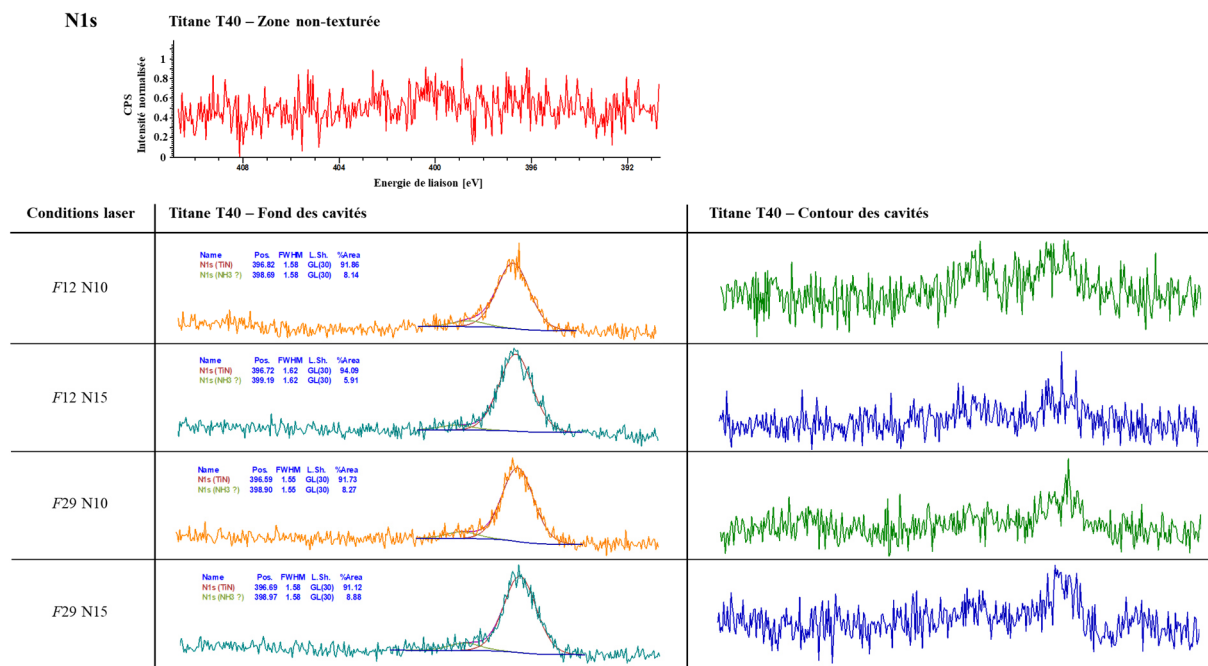


Figure 136. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal N1s obtenus pour le titane (T40)

4.2. Ti6Al4V (TA6V)

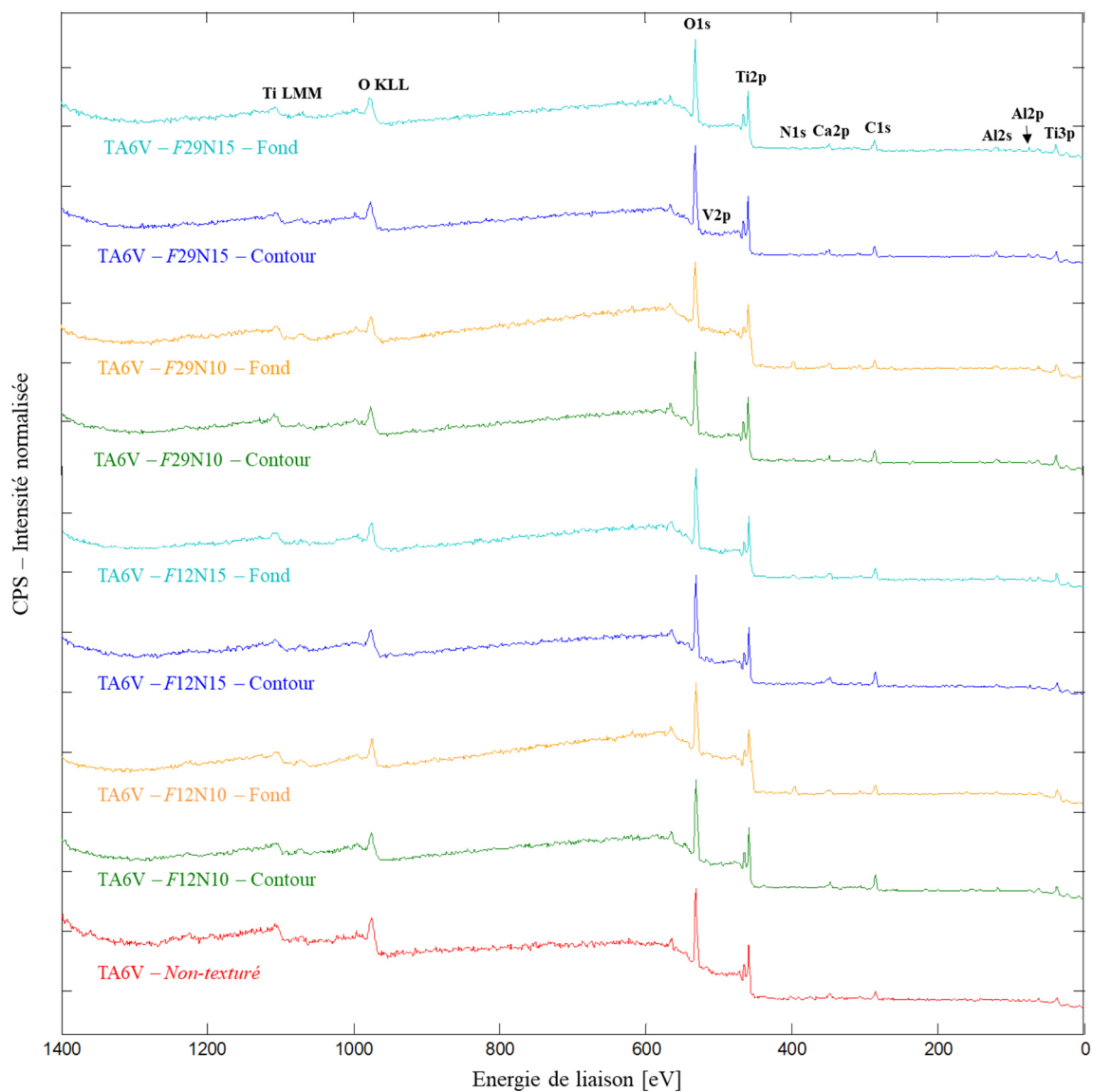


Figure 137. Spectres XPS complets des différentes zones analysées sur l'échantillon de Ti6Al4V (TA6V)

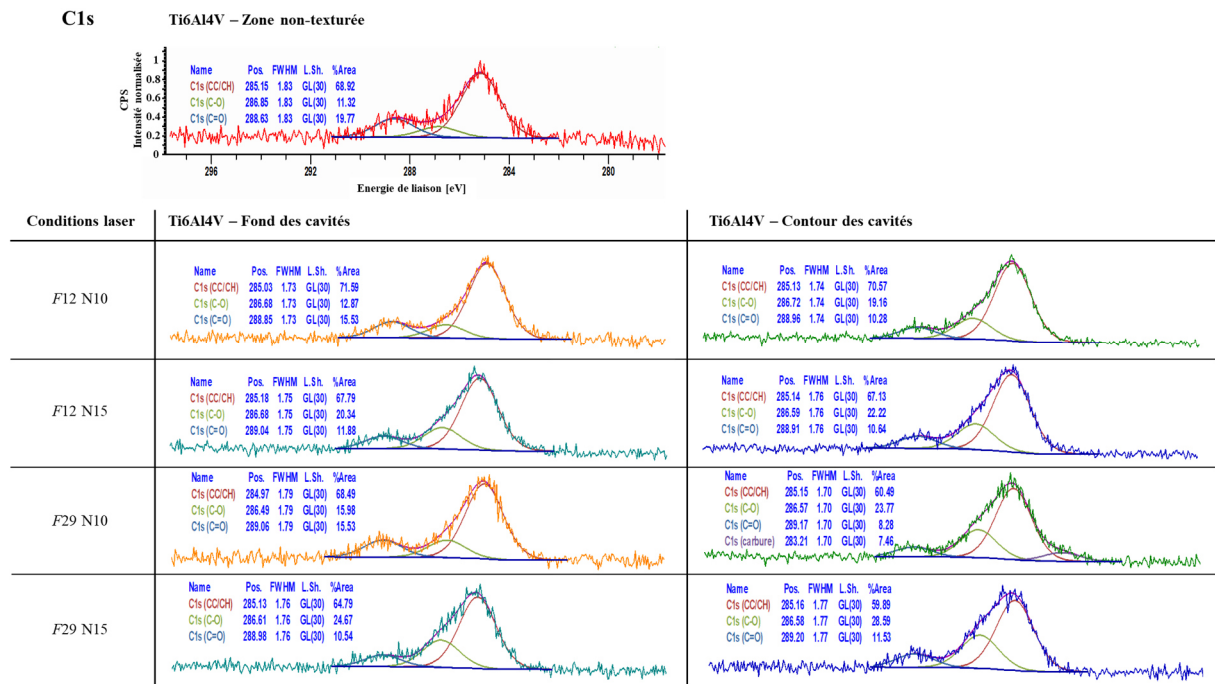


Figure 138. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal C1s obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

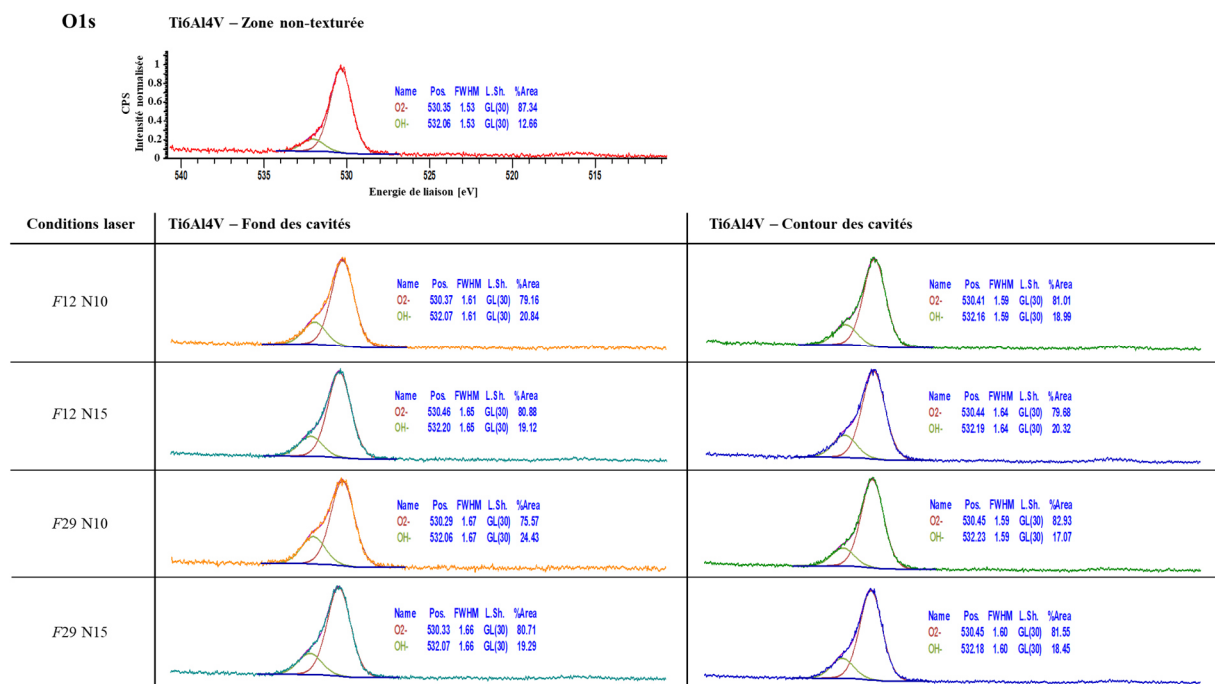


Figure 139. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal O1s obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

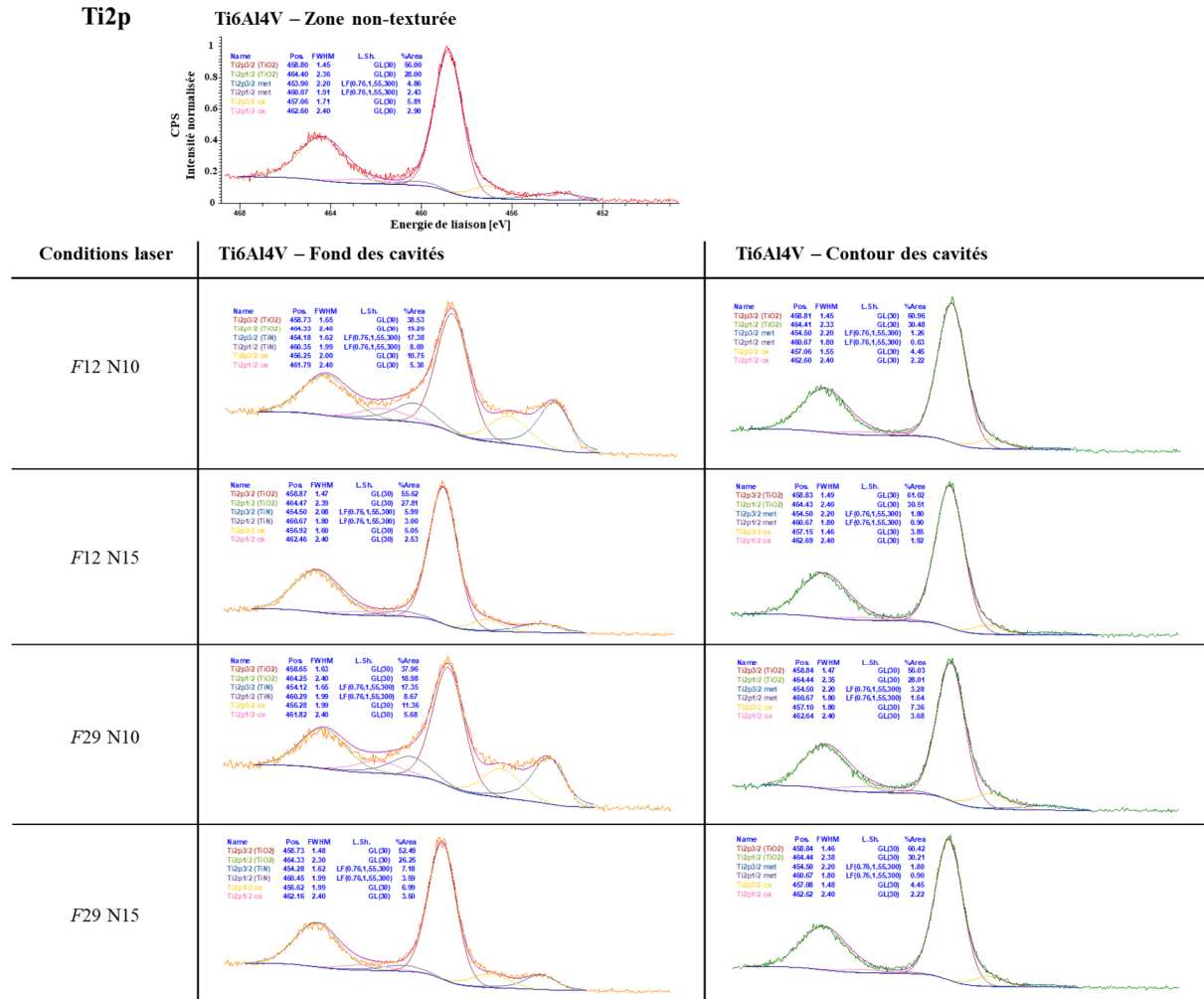


Figure 140. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Ti2p obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

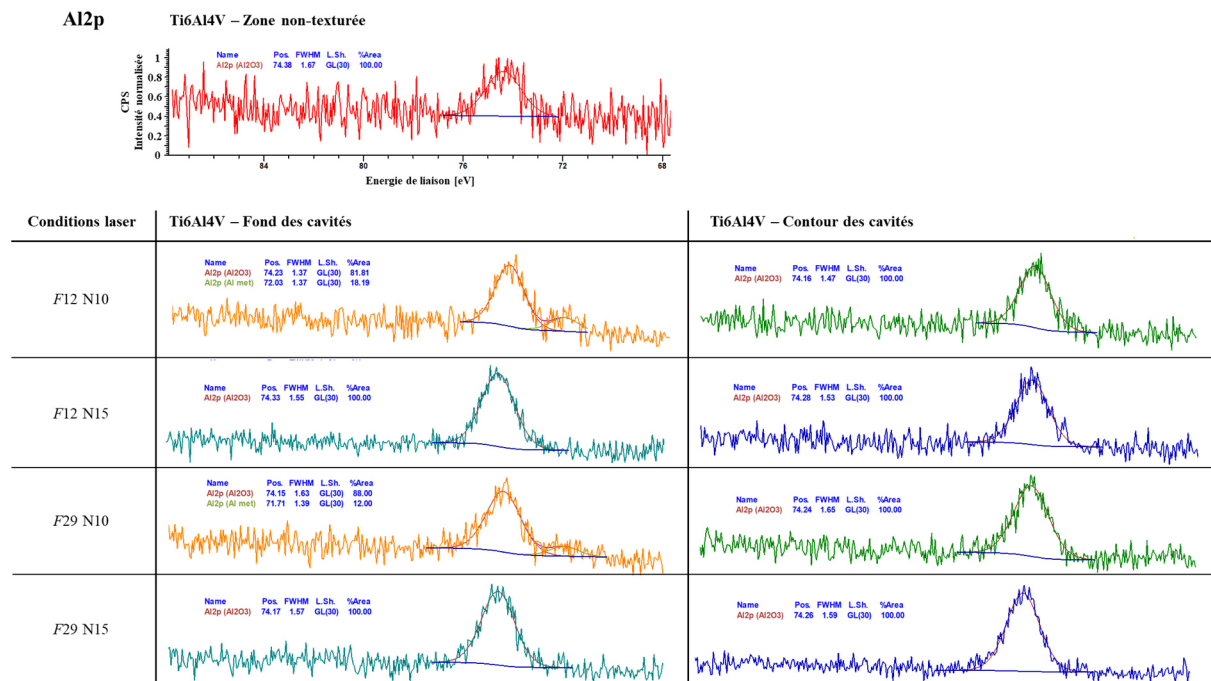


Figure 141. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Al2p obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

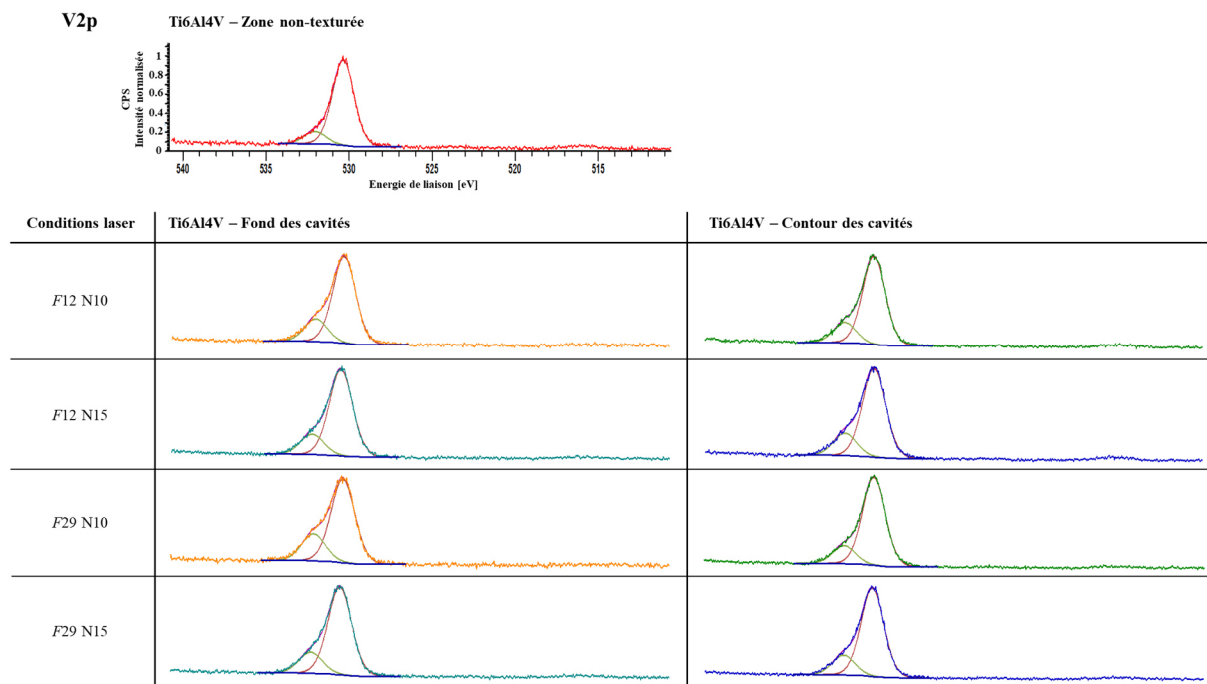


Figure 142. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal V2p obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

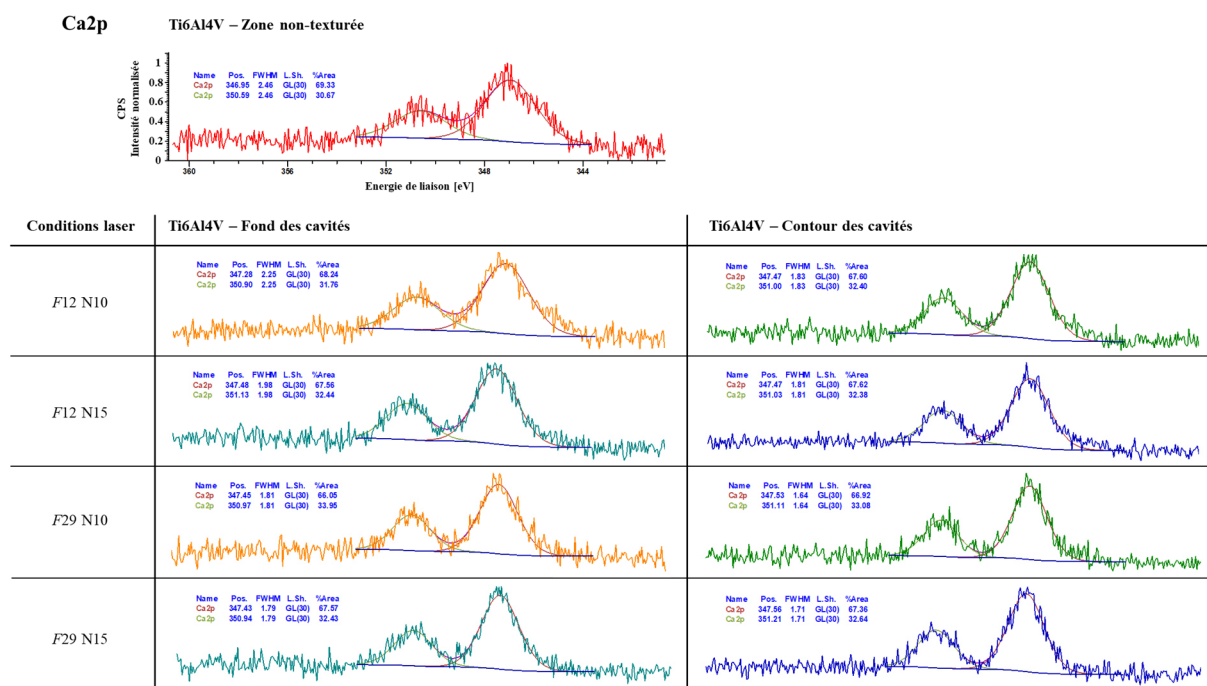


Figure 143. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Ca2p obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

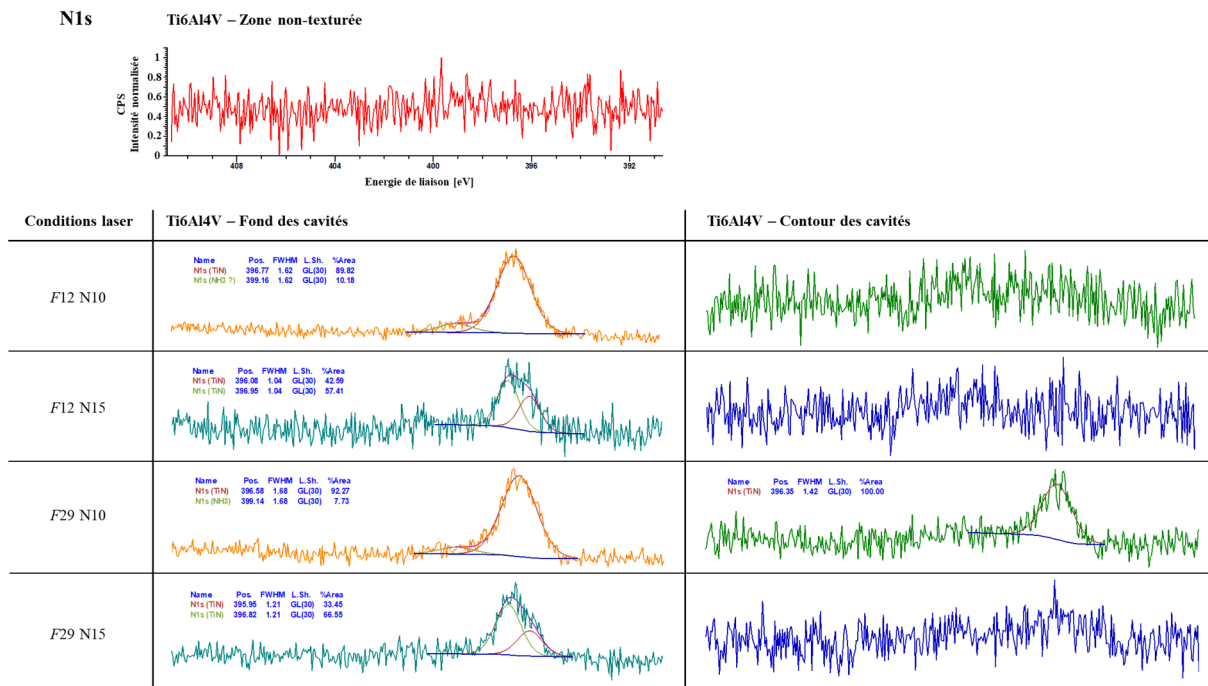


Figure 144. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal N1s obtenus pour l'alliage Ti6Al4V (TA6V)

4.3. Nickel (Ni200)

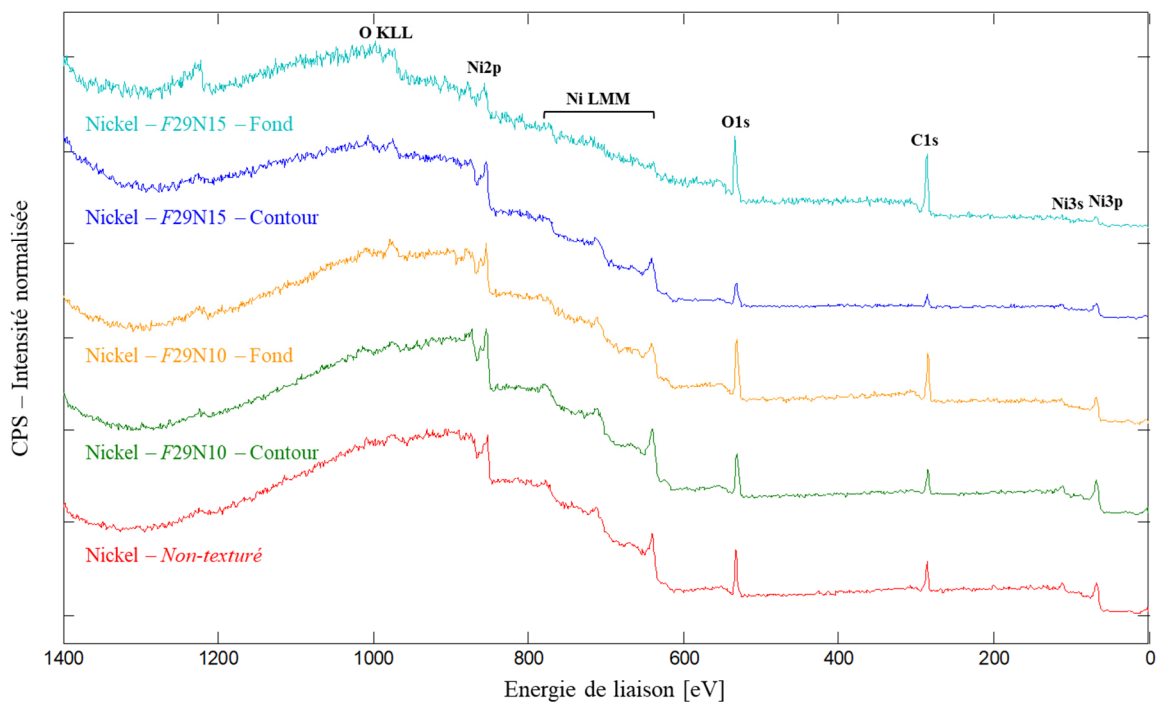


Figure 145. Spectres XPS complets des différentes zones analysées sur l'échantillon de nickel (Ni200)

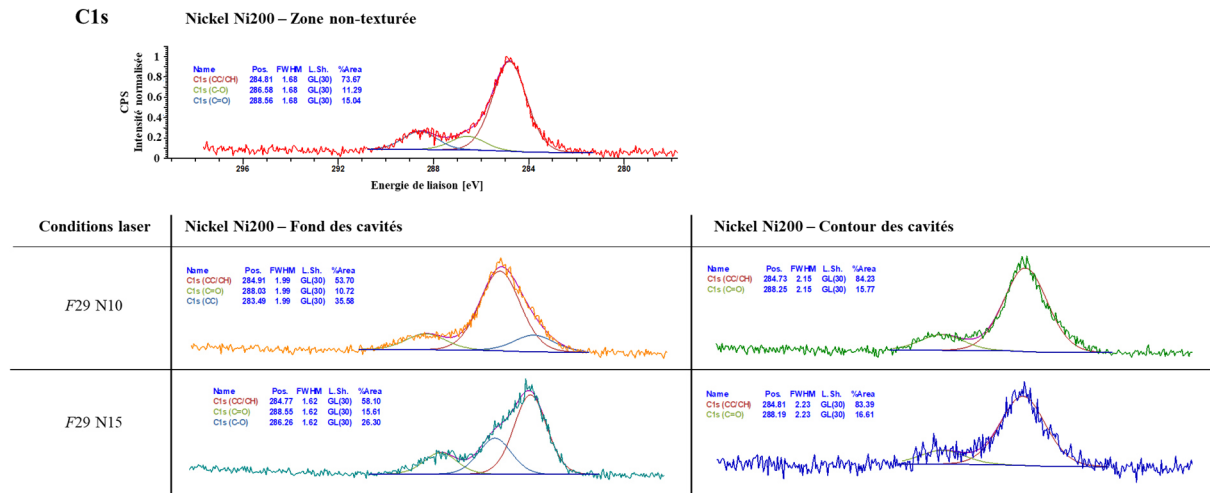


Figure 146. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal C1s obtenus pour le nickel (Ni200)

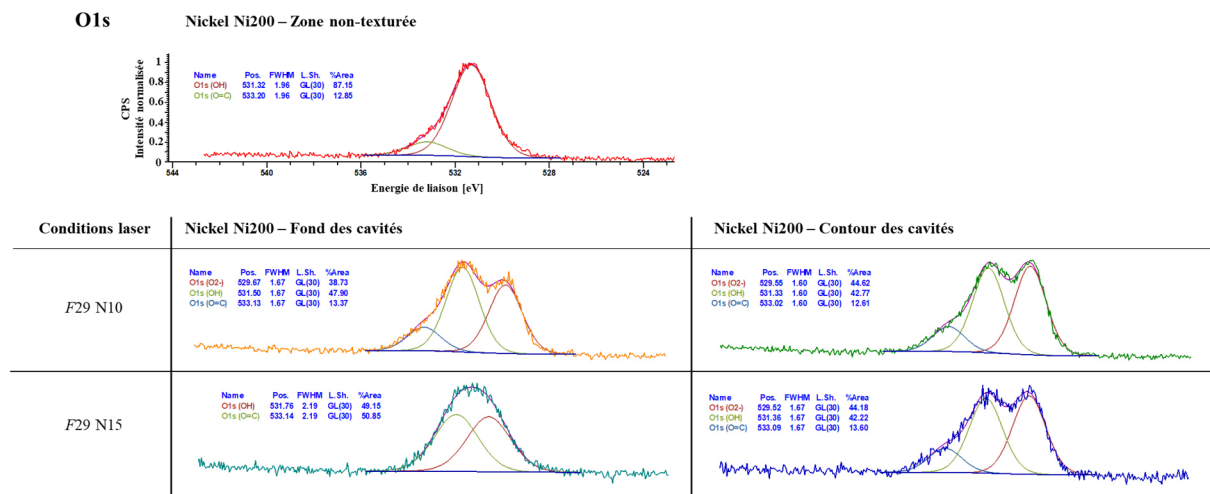


Figure 147. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal O1s obtenus pour le nickel (Ni200)

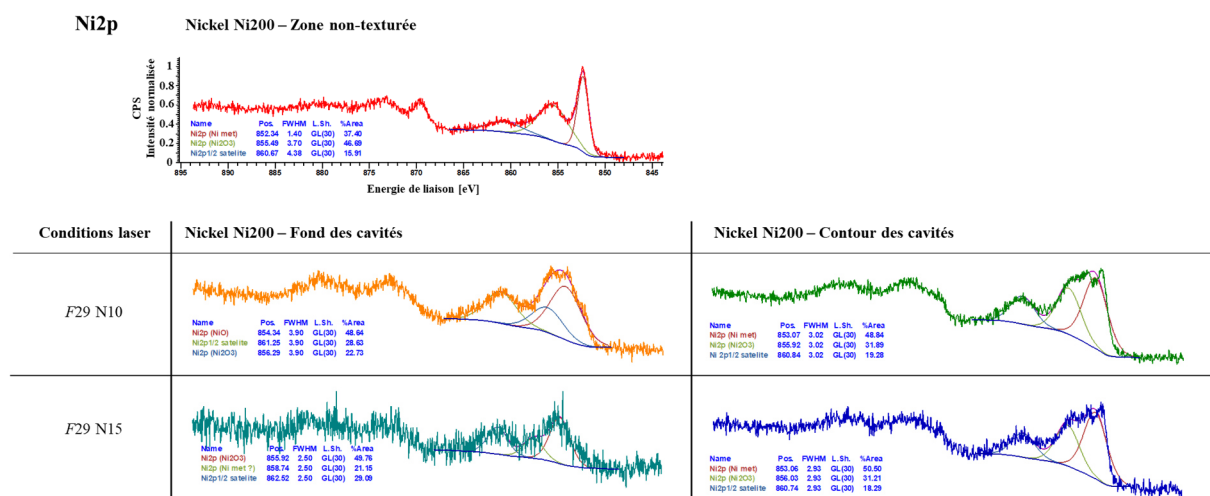


Figure 148. Spectres XPS dans la gamme d'énergie du signal Ni2p obtenus pour le nickel (Ni200)

5. Annexe 5 : Comparaison des mesures réalisées à l'aide du profilomètre et du microscope numérique

La Figure 149 et la Figure 150 montrent respectivement l'évolution des diamètres et des profondeurs d'impacts groupés mesurés à l'aide du profilomètre ou du microscope numérique. Les écarts-types et marges d'erreur associées aux mesures sont présentés dans le Tableau 25. Les barres d'erreur sur les graphiques correspondent à une marge d'erreur d'un écart-type.

Tableau 25. Dispersions des mesures de diamètre et de profondeur

Equipement	Grandeur	Ecart-type σ [μm]	Marge d'erreur 1σ [%]
Profilomètre	Diamètre	2,6	3,9
	Profondeur	0,7	3,4
Microscope	Diamètre	1,1	3,0
	Profondeur	1,0	5,1

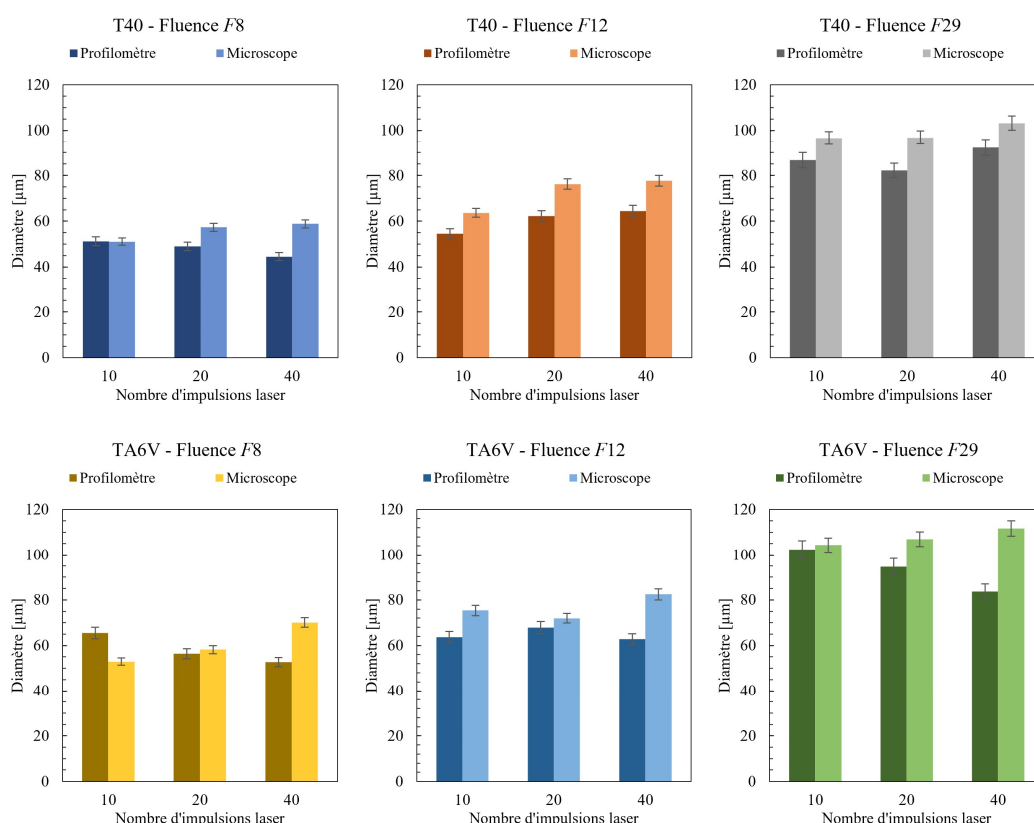


Figure 149. Comparaison des mesures réalisées avec le profilomètre et le microscope – Diamètres des impacts groupés (cavités espacées de 200 μm , texturées sur une surface de titane (T40) ou de Ti6Al4V (TA6V))

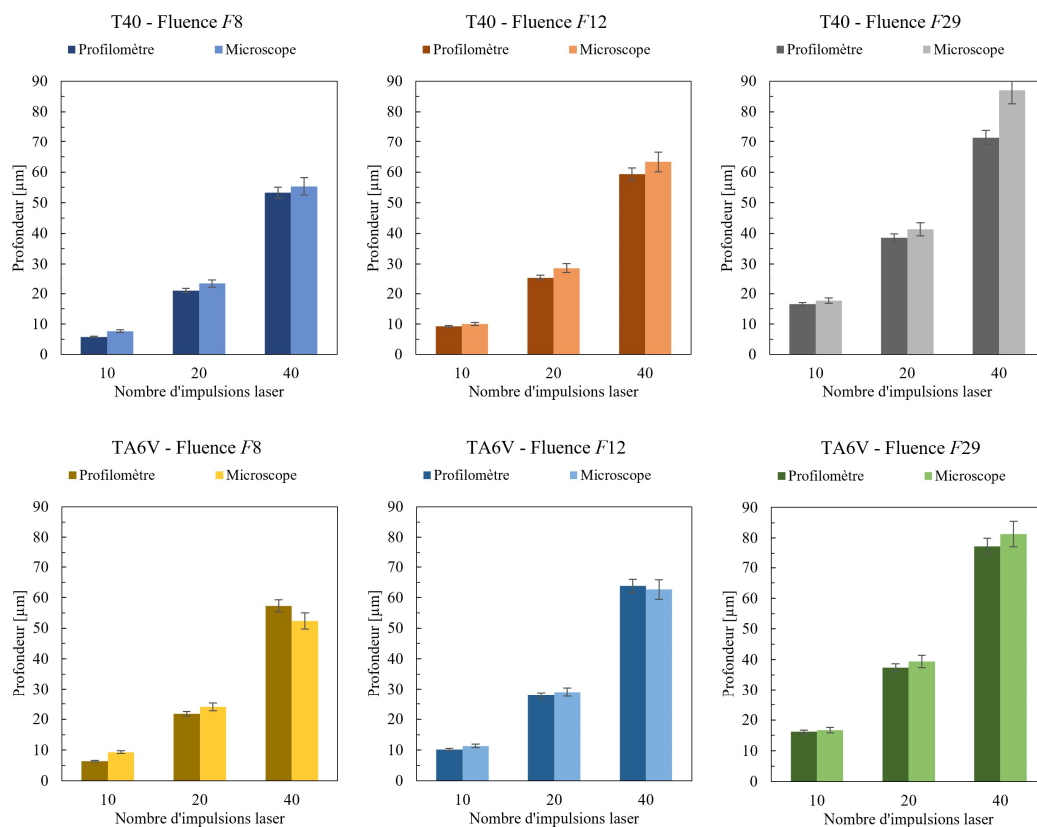


Figure 150. Comparaison des mesures réalisées avec le profilomètre et le microscope – Profondeurs des impacts groupés (cavités espacées de $200\ \mu\text{m}$, texturées sur une surface de titane (T40) ou de Ti6Al4V (TA6V))

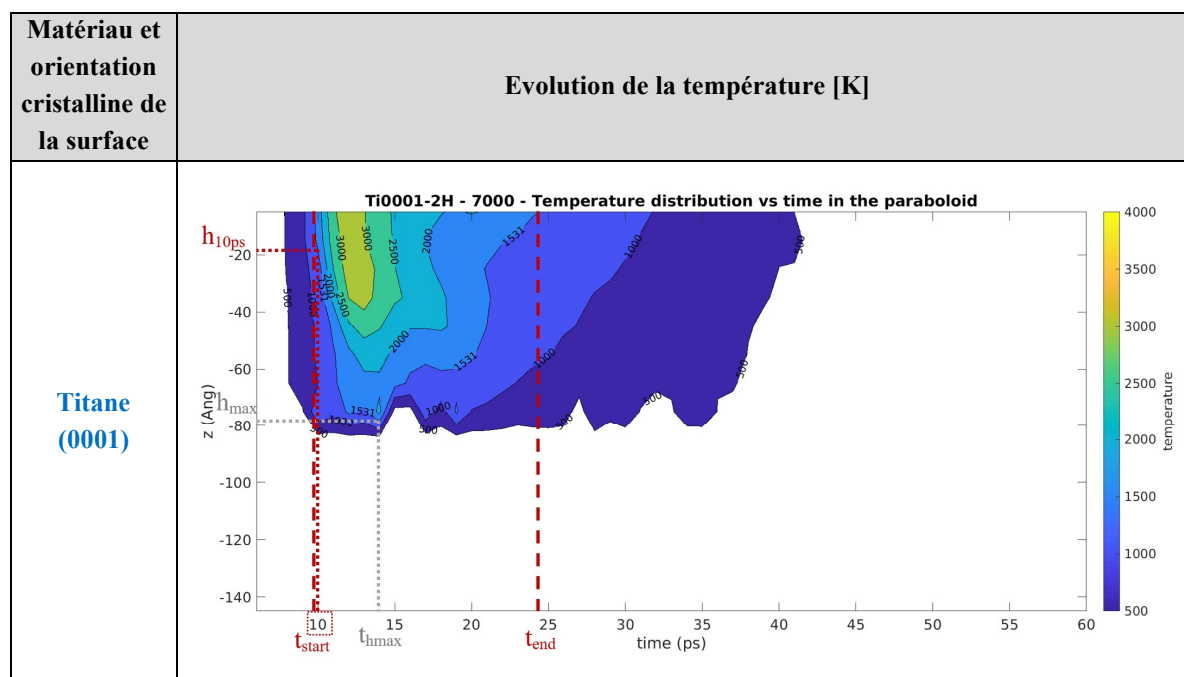
6. Annexe 6 : Champs de température estimés par Dynamique Moléculaire

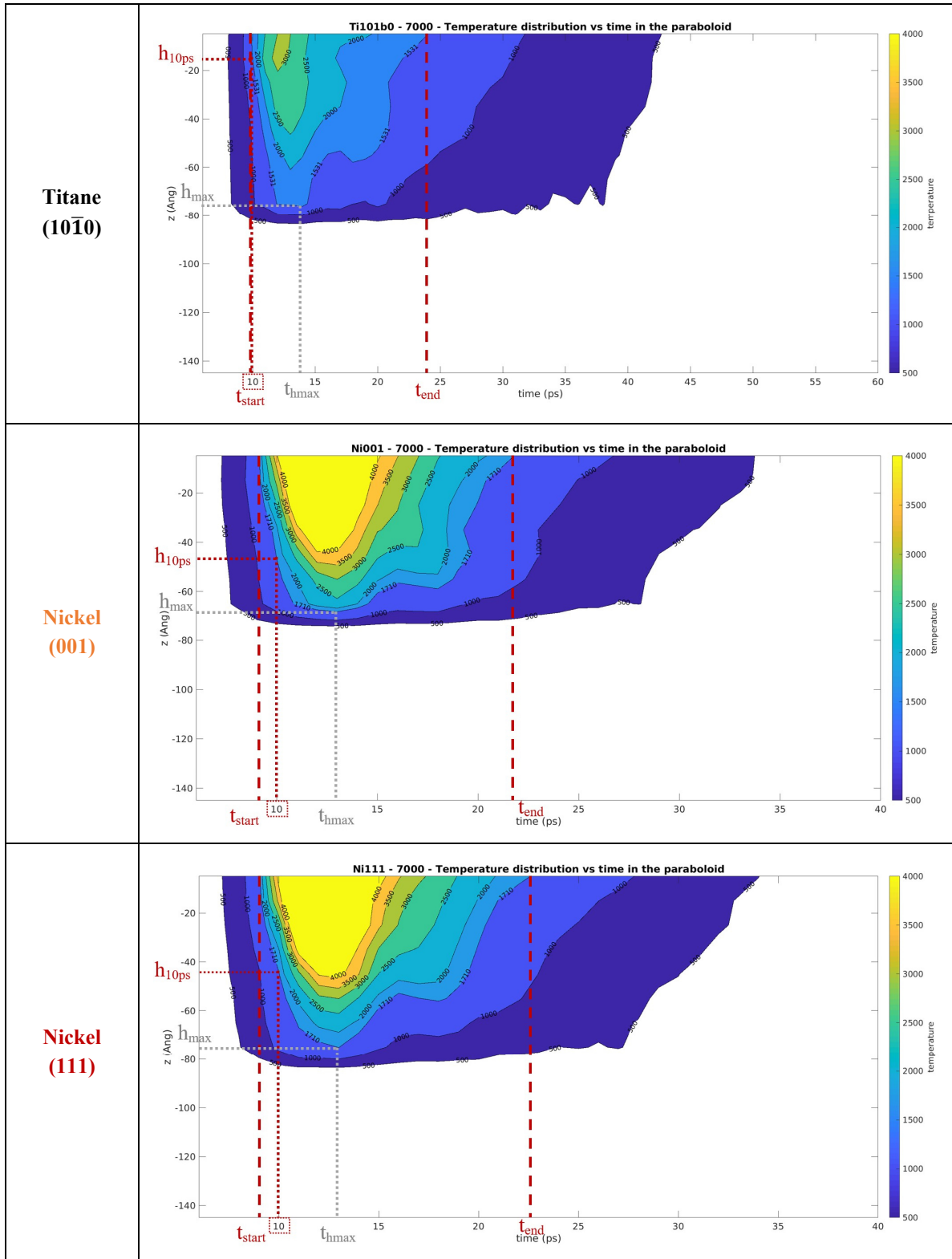
Le Tableau 26 répertorie les distributions de température des atomes au sein d'un paraboloïde englobant la zone fondue, pour des systèmes de titane ou de nickel soumis à une impulsion laser de $0,7 \text{ J.cm}^{-2}$. Pour le titane, la surface irradiée est orientée selon le plan cristallographique (0001) ou un plan $(10\bar{1}0)$. Pour le nickel, la surface irradiée est orientée selon le plan cristallographique (001) ou le plan (111).

Rappel :

Grandeurs analysées	Signification
t_{start} [ps]	Temps de début de la fusion ($T_{\text{surface}} = T_{\text{fusion}}$)
$h_{10\text{ps}}$ [Å]	Profondeur de la zone fondue à 10 ps (10 ps = max de l'impulsion laser)
h_{max} [Å]	Profondeur maximale du bain de fusion
t_{hmax} [ps]	Temps correspondant à la profondeur maximale du bain de fusion
t_{end} [ps]	Temps de fin de la fusion ($T_{\text{surface}} = T_{\text{fusion}}$)

Tableau 26. Distribution temporelle et en profondeur de la température des atomes appartenant au paraboloïde sélectionné, au sein d'un système de titane ou de nickel soumis à une impulsion laser de fluence $0,7 \text{ J.cm}^{-2}$





Références

- [1] C. Guo, S.C. Singh, eds., *Handbook of Laser Technology and Applications: Laser Applications: Material Processing and Spectroscopy*, 2nd ed., CRC Press, Boca Raton, FL, 2021. <https://doi.org/10.1201/9781315310855>.
- [2] C. Guo, S.C. Singh, eds., *Handbook of Laser Technology and Applications: Laser Applications: Medical, Metrology and Communication*, 2nd ed., CRC Press, Boca Raton, FL, 2021. <https://doi.org/10.1201/9781003130123>.
- [3] T. Fix, *Dépôt par ablation laser pulsé*, *Techniques de l'Ingénieur*. (2021). <https://doi.org/10.51257/a-v1-e4216>.
- [4] B. Luk'yanchuk, *Laser Cleaning*, World Scientific, Singapore, 2002. <https://doi.org/10.1142/4952>.
- [5] A. Nevin, P. Pouli, S. Georgiou, C. Fotakis, Laser conservation of art, *Nature Mater.* 6 (2007) 320–322. <https://doi.org/10.1038/nmat1895>.
- [6] J. Lu, *Traitements de surface mécaniques - Effets sur les matériaux*, *Traitements des métaux*. (2006). <https://doi.org/10.51257/a-v1-m1191>.
- [7] J. Meijer, Laser beam machining (LBM), state of the art and new opportunities, *Journal of Materials Processing Technology*. 149 (2004) 2–17. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.02.003>.
- [8] J.F. Ready, D.F. Farson, Laser Institute of America, eds., *LIA handbook of laser materials processing*, Laser Institute of America ; Magnolia Pub, Orlando, FL, United States, 2001.
- [9] I. Etsion, State of the Art in Laser Surface Texturing, *Journal of Tribology*. 127 (2005) 248–253. <https://doi.org/10.1115/1.1828070>.
- [10] N. Mirhosseini, P.L. Crouse, M.J.J. Schmidh, L. Li, D. Garrod, Laser surface micro-texturing of Ti-6Al-4V substrates for improved cell integration, *Applied Surface Science*. 253 (2007) 7738–7743. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.02.168>.
- [11] J.C. Puoza, X. Hua, Q. Liu, Z. Kang, P. Zhang, Manufacturing of micro-textures on metals by nanosecond laser micromachining, *Advances in Materials and Processing Technologies*. 4 (2018) 86–99. <https://doi.org/10.1080/2374068X.2017.1406268>.
- [12] Z. Yu, S. Yin, W. Zhang, X. Jiang, J. Hu, Picosecond laser texturing on titanium alloy for biomedical implants in cell proliferation and vascularization, *J Biomed Mater Res*. 108 (2020) 1494–1504. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34497>.
- [13] S. Peck, H. Peck, Laser radiation: Some specific dental effects and an evaluation of its potential in dentistry, *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 17 (1967) 195–203. [https://doi.org/10.1016/0022-3913\(67\)90035-2](https://doi.org/10.1016/0022-3913(67)90035-2).
- [14] J.F. Ready, *Effects of high-power laser radiation*, Academic Press, New York, 1971. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-583950-1.X5001-6>.

- [15] C.W. White, P.S. Peercy, *Laser and electron beam processing of materials*, Academic Press, New York, 1980. <https://doi.org/10.1016/B978-0-127-46850-1.X5001-4>.
- [16] A.E. Siegman, *Lasers*, Univ. Science books, Mill Valley, Calif, 1986. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-57813-7>.
- [17] M. von Allmen, *Laser-Beam Interactions with Materials*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1987. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-97007-8>.
- [18] P. Baumgart, D.J. Krajnovich, T.A. Nguyen, A.G. Tam, A new laser texturing technique for high performance magnetic disk drives, *IEEE Transactions on Magnetics*. 31 (1995) 2946–2951. <https://doi.org/10.1109/20.490199>.
- [19] M. Geiger, S. Roth, W. Becker, Influence of laser-produced microstructures on the tribological behaviour of ceramics, *Surface and Coatings Technology*. 100–101 (1998) 17–22. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(97\)00581-1](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(97)00581-1).
- [20] H. Ogawa, S. Sasaki, A. Korenaga, K. Miyake, M. Nakano, T. Murakami, Effects of surface texture size on the tribological properties of slideways, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*. 224 (2010) 885–890. <https://doi.org/10.1243/13506501JET735>.
- [21] I. Etsion, Modeling of surface texturing in hydrodynamic lubrication, *Friction*. 1 (2013) 195–209. <https://doi.org/10.1007/s40544-013-0018-y>.
- [22] J.L. Bottini, V. Kumar, S. Hammouti, D. Ruzic, C.S. Brooks, Influence of wettability due to laser-texturing on critical heat flux in vertical flow boiling, *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 127 (2018) 806–817. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.06.113>.
- [23] K. Zhang, J. Deng, X. Guo, L. Sun, S. Lei, Study on the adhesion and tribological behavior of PVD TiAlN coatings with a multi-scale textured substrate surface, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 72 (2018) 292–305. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.01.003>.
- [24] D. Kümmel, M. Hamann-Schroer, H. Hetzner, J. Schneider, Tribological behavior of nanosecond-laser surface textured Ti6Al4V, *Wear*. 422–423 (2019) 261–268. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.01.079>.
- [25] Y.E.B. Vidhya, A. Pattamatta, A. Manivannan, N.J. Vasa, Influence of fluence, beam overlap and aging on the wettability of pulsed Nd³⁺:YAG nanosecond laser-textured Cu and Al sheets, *Applied Surface Science*. 548 (2021) 149259. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.149259>.
- [26] Q. Wang, H. Wang, Z. Zhu, N. Xiang, Z. Wang, G. Sun, Switchable wettability control of titanium via facile nanosecond laser-based surface texturing, *Surfaces and Interfaces*. 24 (2021) 101122. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2021.101122>.
- [27] B.N. Chichkov, C. Momma, S. Nolte, F. Alvensleben, A. Tünnermann, Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids, *Appl. Phys. A*. 63 (1996) 109–115. <https://doi.org/10.1007/BF01567637>.

- [28] A.F. Harris, A. Beevers, The effects of grit-blasting on surface properties for adhesion, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 19 (1999) 445–452. [https://doi.org/10.1016/S0143-7496\(98\)00061-X](https://doi.org/10.1016/S0143-7496(98)00061-X).
- [29] A. Lamraoui, S. Costil, C. Langlade, C. Coddet, Laser surface texturing (LST) treatment before thermal spraying: A new process to improve the substrate-coating adherence, *Surface and Coatings Technology*. 205 (2010) S164–S167. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.07.044>.
- [30] Y. Danlos, S. Costil, H. Liao, C. Coddet, Influence of Ti-6Al-4V and Al 2017 substrate morphology on Ni-Al coating adhesion – Impacts of laser treatments, *Surface and Coatings Technology*. 205 (2011) 2702–2708. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.08.147>.
- [31] M. Perton, S. Costil, W. Wong, D. Poirier, E. Irissou, J.-G. Legoux, A. Blouin, S. Yue, Effect of Pulsed Laser Ablation and Continuous Laser Heating on the Adhesion and Cohesion of Cold Sprayed Ti-6Al-4V Coatings, *J Therm Spray Tech*. 21 (2012) 1322–1333. <https://doi.org/10.1007/s11666-012-9812-8>.
- [32] K.L. Mittal, T. Bahners, eds., *Laser surface modification and adhesion*, Scrivener Publishing, Salem, Massachusetts, 2015. <https://doi.org/10.1002/9781118831670>.
- [33] R. Kromer, S. Costil, J. Cormier, D. Courapied, L. Berthe, P. Peyre, M. Boustie, Laser surface patterning to enhance adhesion of plasma sprayed coatings, *Surface and Coatings Technology*. 278 (2015) 171–182. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.07.022>.
- [34] X. Meng, K. Zhang, X. Guo, C. Wang, L. Sun, Preparation of micro-textures on cemented carbide substrate surface by plasma-assisted laser machining to enhance the PVD tool coatings adhesion, *Journal of Materials Processing Technology*. 288 (2021) 116870. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116870>.
- [35] J.-M. Jouvard, A. Soveja, L. Lavisse, Traitement de surface métallique induit par faisceau laser Nd:YAG Q-Switch de marquage : modélisation d'un impact laser, (2007) 6. <https://hal.science/hal-00167245>.
- [36] P. Schaaf, ed., *Laser Processing of Materials*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2010. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-13281-0>.
- [37] S.T. Hendow, S.A. Shakir, Structuring materials with nanosecond laser pulses, *Opt. Express*. 18 (2010) 10188. <https://doi.org/10.1364/OE.18.010188>.
- [38] D. Bäuerle, *Laser Processing and Chemistry*, 4. ed, Springer, Berlin Heidelberg, 2011. <http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-17613-5>.
- [39] K.-H. Leitz, B. Redlingshöfer, Y. Reg, A. Otto, M. Schmidt, Metal Ablation with Short and Ultrashort Laser Pulses, *Physics Procedia*. 12 (2011) 230–238. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.128>.
- [40] Y. Cao, *Ablation and plasma effects during nanosecond laser matter interaction in air and water*, Purdue University, 2015. <https://www.proquest.com/docview/1780301218>.

- [41] C. Sun, J. Min, J. Lin, H. Wan, S. Yang, S. Wang, The effect of laser ablation treatment on the chemistry, morphology and bonding strength of CFRP joints, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 84 (2018) 325–334. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2018.04.014>.
- [42] Z. Yan, X. Mei, W. Wang, A. Pan, Q. Lin, C. Huang, Numerical simulation on nanosecond laser ablation of titanium considering plasma shield and evaporation-affected surface thermocapillary convection, *Optics Communications*. 453 (2019) 124384. <https://doi.org/10.1016/j.optcom.2019.124384>.
- [43] M. Trtica, B. Gakovic, D. Batani, T. Desai, P. Panjan, B. Radak, Surface modifications of a titanium implant by a picosecond Nd:YAG laser operating at 1064 and 532nm, *Applied Surface Science*. 253 (2006) 2551–2556. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2006.05.024>.
- [44] S. Costil, A. Lamraoui, C. Langlade, O. Heintz, R. Oltra, Surface modifications induced by pulsed-laser texturing – Influence of laser impact on the surface properties, *Applied Surface Science*. 288 (2014) 542–549. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.10.069>.
- [45] Y. Jee, M.F. Becker, R.M. Walser, Laser-induced damage on single-crystal metal surfaces, *J. Opt. Soc. Am. B*. 5 (1988) 648. <https://doi.org/10.1364/JOSAB.5.000648>.
- [46] M.N. Libenson, G.D. Shandybina, A.L. Shakhmin, Chemical analysis of products obtained by nanosecond laser ablation, *Tech. Phys.* 45 (2000) 1219–1222. <https://doi.org/10.1134/1.1318114>.
- [47] J. Barralis, L. Castex, G. Maeder, *Précontraintes et traitements superficiels*, (1999) 54.
- [48] B.S. Yilbas, A.F.M. Arif, C. Karatas, M. Ahsan, Cemented carbide cutting tool: Laser processing and thermal stress analysis, *Applied Surface Science*. 253 (2007) 5544–5552. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2006.12.123>.
- [49] L. Van Belle, *Analyse, modélisation et simulation de l'apparition de contraintes en fusion laser métallique*, INSA de Lyon, 2013. <https://theses.hal.science/tel-01153233>.
- [50] M.V. Zhidkov, N.A. Smirnov, J. Chen, S.I. Kudryashov, I.Y. Goncharov, Residual stresses in Ti6Al4V alloy after surface texturing by femtosecond laser pulses, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 862 (2020) 022060. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/862/2/022060>.
- [51] E. Maawad, Y. Sano, L. Wagner, H.-G. Brokmeier, Ch. Genzel, Investigation of laser shock peening effects on residual stress state and fatigue performance of titanium alloys, *Materials Science and Engineering: A*. 536 (2012) 82–91. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.12.072>.
- [52] K. Gurusami, D. Chandramohan, S. Dinesh Kumar, M. Dhanashekar, T. Sathish, Strengthening mechanism of Nd: Yag laser shock peening for commercially pure titanium (CP-Ti) on surface integrity and residual stresses, *Materials Today: Proceedings*. 21 (2020) 981–987. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.09.141>.

- [53] L. Despres, Comportement en fatigue thermomécanique à haute température d'un système barrière thermique texturé par laser, Université de Bourgogne Franche-Comté, 2020. <https://theses.hal.science/tel-03164978>.
- [54] A.A.G. Bruzzone, H.L. Costa, P.M. Lonardo, D.A. Lucca, Advances in engineered surfaces for functional performance, *CIRP Annals*. 57 (2008) 750–769. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2008.09.003>.
- [55] EDP Sciences, S. Hosotte, Livre Blanc de la Recherche en Mécanique, EDP Sciences, 2015. <https://doi.org/10.1051/978-2-7598-1683-5>.
- [56] J. Lawrence, ed., Advances in laser materials processing: technology, research and applications, Second edition, Woodhead Publishing, Duxford, United Kingdom ; Cambridge, MA, United States, 2018.
- [57] P. Baumgart, D.J. Krajnovich, T.A. Nguyen, A.G. Tam, A new laser texturing technique for high performance magnetic disk drives, *IEEE Trans. Magn.* 31 (1995) 2946–2951. <https://doi.org/10.1109/20.490199>.
- [58] M. Geiger, S. Roth, W. Becker, Influence of laser-produced microstructures on the tribological behaviour of ceramics, *Surface and Coatings Technology*. 100–101 (1998) 17–22. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(97\)00581-1](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(97)00581-1).
- [59] I. Etsion, Y. Kligerman, G. Halperin, Analytical and Experimental Investigation of Laser-Textured Mechanical Seal Faces, *Tribology Transactions*. 42 (1999) 511–516. <https://doi.org/10.1080/10402009908982248>.
- [60] M. Geiger, U. Popp, U. Engel, Excimer Laser Micro Texturing of Cold Forging Tool Surfaces - Influence on Tool Life, *CIRP Annals*. 51 (2002) 231–234. [https://doi.org/10.1016/S0007-8506\(07\)61506-6](https://doi.org/10.1016/S0007-8506(07)61506-6).
- [61] I. Etsion, G. Halperin, A Laser Surface Textured Hydrostatic Mechanical Seal, *Tribology Transactions*. 45 (2002) 430–434. <https://doi.org/10.1080/10402000208982570>.
- [62] G. Ryk, Y. Kligerman, I. Etsion, Experimental Investigation of Laser Surface Texturing for Reciprocating Automotive Components, *Tribology Transactions*. 45 (2002) 444–449. <https://doi.org/10.1080/10402000208982572>.
- [63] A. Kovalchenko, O. Ajayi, A. Erdemir, G. Fenske, I. Etsion, The effect of laser surface texturing on transitions in lubrication regimes during unidirectional sliding contact, *Tribology International*. 38 (2005) 219–225. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2004.08.004>.
- [64] A. Kovalchenko, O. Ajayi, A. Erdemir, G. Fenske, I. Etsion, The Effect of Laser Texturing of Steel Surfaces and Speed-Load Parameters on the Transition of Lubrication Regime from Boundary to Hydrodynamic, *Tribology Transactions*. 47 (2004) 299–307. <https://doi.org/10.1080/05698190490440902>.
- [65] L.M. Vilhena, B. Podgornik, J. Vižintin, J. Možina, Influence of texturing parameters and contact conditions on tribological behaviour of laser textured surfaces, *Meccanica*. 46 (2011) 567–575. <https://doi.org/10.1007/s11012-010-9316-x>.

- [66] T. Hu, L. Hu, Q. Ding, The effect of laser surface texturing on the tribological behavior of Ti-6Al-4V, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*. 226 (2012) 854–863. <https://doi.org/10.1177/1350650112450801>.
- [67] K. Tripathi, B. Joshi, G. Gyawali, A. Amanov, S.W. Lee, A Study on the Effect of Laser Surface Texturing on Friction and Wear Behavior of Graphite Cast Iron, *Journal of Tribology*. 138 (2016) 011601. <https://doi.org/10.1115/1.4030859>.
- [68] C. Gachot, A. Rosenkranz, S.M. Hsu, H.L. Costa, A critical assessment of surface texturing for friction and wear improvement, *Wear*. 372–373 (2017) 21–41. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.11.020>.
- [69] A. Rosenkranz, P.G. Grützmacher, C. Gachot, H.L. Costa, Surface Texturing in Machine Elements – A Critical Discussion for Rolling and Sliding Contacts, *Adv. Eng. Mater.* 21 (2019) 1900194. <https://doi.org/10.1002/adem.201900194>.
- [70] G.W. Critchlow, D.M. Brewis, Review of surface pretreatments for titanium alloys, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 15 (1995) 161–172. [https://doi.org/10.1016/0143-7496\(95\)91627-I](https://doi.org/10.1016/0143-7496(95)91627-I).
- [71] G.W. Critchlow, D.M. Brewis, Review of surface pretreatments for aluminium alloys, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 16 (1996) 255–275. [https://doi.org/10.1016/S0143-7496\(96\)00014-0](https://doi.org/10.1016/S0143-7496(96)00014-0).
- [72] P. Molitor, V. Barron, T. Young, Surface treatment of titanium for adhesive bonding to polymer composites: a review, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 21 (2001) 129–136. [https://doi.org/10.1016/S0143-7496\(00\)00044-0](https://doi.org/10.1016/S0143-7496(00)00044-0).
- [73] P. Molitor, T. Young, Investigations into the use of excimer laser irradiation as a titanium alloy surface treatment in a metal to composite adhesive bond, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 24 (2004) 127–134. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2003.06.001>.
- [74] A. Baldan, Adhesively-bonded joints and repairs in metallic alloys, polymers and composite materials: Adhesives, adhesion theories and surface pretreatment, *Journal of Materials Science*. 39 (2004) 1–49. <https://doi.org/10.1023/B:JMSC.0000007726.58758.e4>.
- [75] E.G. Baburaj, D. Starikov, J. Evans, G.A. Shafeev, A. Bensaoula, Enhancement of adhesive joint strength by laser surface modification, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 27 (2007) 268–276. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2006.05.004>.
- [76] E. Stammen, K. Dilger, S. Böhm, R. Hose, Surface Modification with Laser: Pretreatment of Aluminium Alloys for Adhesive Bonding, *Plasma Process. Polym.* 4 (2007) S39–S43. <https://doi.org/10.1002/ppap.200730303>.
- [77] R. Rechner, I. Jansen, E. Beyer, Influence on the strength and aging resistance of aluminium joints by laser pre-treatment and surface modification, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 30 (2010) 595–601. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2010.05.009>.

- [78] T. Mertens, F.J. Gammel, M. Kolb, O. Rohr, L. Kotte, S. Tschöcke, S. Kaskel, U. Krupp, Investigation of surface pre-treatments for the structural bonding of titanium, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 34 (2012) 46–54. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2011.12.007>.
- [79] A. Kurtovic, E. Brandl, T. Mertens, H.J. Maier, Laser induced surface nano-structuring of Ti–6Al–4V for adhesive bonding, *International Journal of Adhesion and Adhesives*. 45 (2013) 112–117. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2013.05.004>.
- [80] K.L. Mittal, T. Bahners, eds., *Laser surface modification and adhesion*, Scrivener Publishing ; Wiley, 2014.
- [81] M. Alfano, S. Pini, G. Chiodo, M. Barberio, A. Pirondi, F. Furgiuele, R. Groppetti, Surface Patterning of Metal Substrates Through Low Power Laser Ablation for Enhanced Adhesive Bonding, *The Journal of Adhesion*. 90 (2014) 384–400. <https://doi.org/10.1080/00218464.2013.871538>.
- [82] R. Giovanna, A. Marco, C. Sebastiano, Surface modification of Ti6Al4V alloy by pulsed Yb-laser irradiation for enhanced adhesive bonding, *CIRP Ann. Manuf. Technol.* 64 (2015). <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2015.04.042>.
- [83] G. Rotella, M. Alfano, T. Schiefer, I. Jansen, Evaluation of mechanical and laser surface pre-treatments on the strength of adhesive bonded steel joints for the automotive industry, *Journal of Adhesion Science and Technology*. 30 (2016) 747–758. <https://doi.org/10.1080/01694243.2015.1123559>.
- [84] F. Hirsch, M. Kästner, Microscale simulation of adhesive and cohesive failure in rough interfaces, *Engineering Fracture Mechanics*. 178 (2017) 416–432. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.02.026>.
- [85] C. Loumena, M. Cherif, M.T. Ali, J. Jumel, R. Kling, Laser surface preparation for adhesive improvement of Ti6Al4V, in: U. Klotzbach, K. Washio, R. Kling (Eds.), *Laser-Based Micro- and Nanoprocessing XI*, SPIE, 2017: pp. 271–281. <https://doi.org/10.1117/12.2252444>.
- [86] S. Guo, B.E. Carlson, L.G. Hector, Y. Xia, Q. Zhou, Increasing strength and fracture toughness of AA7075-T6 adhesively-bonded joints with laser ablation, *Journal of Materials Processing Technology*. 259 (2018) 368–379. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.05.010>.
- [87] C. Zhu, H. Wan, J. Min, Y. Mei, J. Lin, B.E. Carlson, S. Maddela, Application of pulsed Yb: Fiber laser to surface treatment of Al alloys for improved adhesive bonded performance, *Optics and Lasers in Engineering*. 119 (2019) 65–76. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2019.03.017>.
- [88] G. Béranger, H. Mazille, *Revêtements et traitements de surface. Approche technologique, Traitements des métaux*. (2005). <https://doi.org/10.51257/a-v1-m1426>.
- [89] S. Siegmann, C.A. Brown, Surface Texture Correlations with Tensile Adhesive Strength of Thermally Sprayed Coatings Using Area-Scale Fractal Analysis, in: E. Lugscheider,

- P.A. Kammer (Eds.), Dusseldorf, Germany, 1999: pp. 355–360. <https://doi.org/10.31399/asm.cp.itsc1999p0355>.
- [90] C. Coddet, G. Montavon, S. Ayrault-Costil, O. Freneaux, F. Rigolet, G. Barbezat, F. Folio, A. Diard, P. Wazen, Surface preparation and thermal spray in a single step: The PROTAL process – Example of application for an aluminum-base substrate, *Journal of Thermal Spray Technology*. 8 (1999) 235–257. <https://doi.org/10.1361/105996399770350467>.
- [91] S. Costil, M. Verdier, G. Montavon, C. Coddet, Laser surface treatment for subsequent thermal spray deposition, *Lasers in Engineering*. 11 (2001) 91–108.
- [92] M. Verdier, S. Costil, C. Coddet, R. Oltra, O. Perret, On the topographic and energetic surface modifications induced by laser treatment of metallic substrates before plasma spraying, *Applied Surface Science*. 205 (2003) 3–21. [https://doi.org/10.1016/S0169-4332\(02\)01079-6](https://doi.org/10.1016/S0169-4332(02)01079-6).
- [93] M.F. Bahbou, P. Nylén, J. Wigren, Effect of Grit Blasting and Spraying Angle on the Adhesion Strength of a Plasma-Sprayed Coating, *Journal of Thermal Spray Technology*. 13 (2004) 508–514. <https://doi.org/10.1361/10599630421406>.
- [94] H. Li, S. Costil, H.-L. Liao, C. Coddet, Role of the laser surface preparation on the adhesion of Ni–5%Al coatings deposited using the PROTAL process, *Journal of Thermal Spray Technology*. 15 (2006) 191–197. <https://doi.org/10.1361/105996306X108011>.
- [95] H. Li, S. Costil, H.-L. Liao, C.-J. Li, M. Planche, C. Coddet, Effects of surface conditions on the flattening behavior of plasma sprayed Cu splats, *Surface and Coatings Technology*. 200 (2006) 5435–5446. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2005.07.058>.
- [96] D.J. Varacalle, D.P. Guillen, D.M. Deason, W. Rhodaberger, E. Sampson, Effect of Grit-Blasting on Substrate Roughness and Coating Adhesion, *Journal of Thermal Spray Technology*. 15 (2006) 348–355. <https://doi.org/10.1361/105996306X124347>.
- [97] H. Li, S. Costil, H.-L. Liao, C. Coddet, V. Barnier, R. Oltra, Surface preparation by using laser cleaning in thermal spray, *Journal of Laser Applications*. 20 (2008) 12–21. <https://doi.org/10.2351/1.2831623>.
- [98] D.H. James, A review of experimental findings in surface preparation for thermal spraying, *Journal of Mechanical Working Technology*. 10 (1984) 221–232. [https://doi.org/10.1016/0378-3804\(84\)90069-X](https://doi.org/10.1016/0378-3804(84)90069-X).
- [99] J. Wigren, Technical note: Grit blasting as surface preparation before plasma spraying, *Surface and Coatings Technology*. 34 (1988) 101–108. [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(88\)90093-X](https://doi.org/10.1016/0257-8972(88)90093-X).
- [100] Y. Natarajan, P.K. Murugesan, M. Mohan, S.A. Liyakath Ali Khan, Abrasive Water Jet Machining process: A state of art of review, *Journal of Manufacturing Processes*. 49 (2020) 271–322. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.11.030>.

- [101] G. Spur, E. Uhlmann, F. Elbing, Dry-ice blasting for cleaning: process, optimization and application, *Wear*. 233–235 (1999) 402–411. [https://doi.org/10.1016/S0043-1648\(99\)00204-5](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(99)00204-5).
- [102] A. Tazibt, D. Entemeyer, M. Yahiaoui, T. Grosdidier, Décapage thermomécanique en voie sèche par jet d'azote cryogénique, *Traitements des métaux*. (2023). <https://doi.org/10.51257/a-v1-in253>.
- [103] R. Kromer, S. Costil, J. Cormier, L. Berthe, P. Peyre, D. Courapied, Laser Patterning Pretreatment before Thermal Spraying: A Technique to Adapt and Control the Surface Topography to Thermomechanical Loading and Materials, *J Therm Spray Tech*. 25 (2016) 401–410. <https://doi.org/10.1007/s11666-015-0352-x>.
- [104] S. Costil, R. Kromer, S. Gojon, E. Aubignat, C. Verdy, H.L. Liao, C. Langlade, Laser-Induced Surface Texturing of Metal or Organic Substrates for Structural Adhesive Bonding, *Materials Science Forum*. 879 (2016) 390–395. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.879.390>.
- [105] R. Kromer, Y. Danlos, E. Aubignat, C. Verdy, 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*. 32 (2017) 1642–1652. <https://doi.org/10.1080/10426914.2017.1364750>.
- [106] R. Kromer, S. Costil, C. Verdy, S. Gojon, H. Liao, Laser surface texturing to enhance adhesion bond strength of spray coatings – Cold spraying, wire-arc spraying, and atmospheric plasma spraying, *Surface and Coatings Technology*. 352 (2018) 642–653. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.05.007>.
- [107] R. Kromer, Y. Danlos, S. Costil, Cold Gas-Sprayed Deposition of Metallic Coatings onto Ceramic Substrates Using Laser Surface Texturing Pre-treatment, *J Therm Spray Tech*. 27 (2018) 809–817. <https://doi.org/10.1007/s11666-018-0718-y>.
- [108] R. Kromer, P. Sokołowski, R.T. Candidato, S. Costil, L. Pawłowski, Control of the Mesostructure of Suspension Plasma-Sprayed Coating with Laser Surface Texturing: Application to TBC, *J Therm Spray Tech*. 28 (2019) 405–416. <https://doi.org/10.1007/s11666-019-00835-7>.
- [109] C. Xu, F. Xu, L. Shi, J. Gao, L. Tu, D. Zuo, Enhancement of substrate-coating adherence of boron-doped diamond electrodes by nanosecond laser surface texturing pretreatment, *Surface and Coatings Technology*. 360 (2019) 196–204. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.12.098>.
- [110] V.U. Bagade, M. Duraiselvam, N. Sarangi, K. Parthiban, Laser Surface Texturing to Enhance CuNiIn Anti-Fretting Coating Adhesion on Ti6Al4V Alloy for Aerospace Application, *Lasers Manuf. Mater. Process*. 7 (2020) 141–153. <https://doi.org/10.1007/s40516-020-00114-2>.
- [111] R. Kromer, R.N. Raelison, Y. Danlos, C. Verdy, S. Costil, H. Liao, Adhesion Strength Improvement by Laser Surface Texturing of Metallic Repair Coatings Deposited by Cold

- Spraying, in: Proceedings from the International Thermal Spray Conference, Virtual, 2021: pp. 241–246. <https://doi.org/10.31399/asm.cp.itsc2021p0241>.
- [112] A.L. Schawlow, C.H. Townes, Infrared and Optical Masers, *Phys. Rev.* 112 (1958) 1940–1949. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.112.1940>.
- [113] T.H. Maiman, Stimulated Optical Radiation in Ruby, *Nature.* 187 (1960) 493–494. <https://doi.org/10.1038/187493a0>.
- [114] R. Dändliker, T. Sidler, *Les lasers, principe et fonctionnement*, 2nd ed., Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (PPUR), 1995.
- [115] D. Hennequin, V. Zehnlé, D. Dangoisse, *Les Lasers – Cours et exercices corrigés*, 3rd ed., Dunod, 2013.
- [116] Fundamental Physical Constants from NIST, (2019). <https://physics.nist.gov/cuu/Constants/index.html>.
- [117] D. Bäuerle, *Laser Processing and Chemistry*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-17613-5>.
- [118] C. Momma, B.N. Chichkov, S. Nolte, F. von Alvensleben, A. Tünnermann, H. Welling, B. Wellegehausen, Short-pulse laser ablation of solid targets, *Optics Communications.* 129 (1996) 134–142. [https://doi.org/10.1016/0030-4018\(96\)00250-7](https://doi.org/10.1016/0030-4018(96)00250-7).
- [119] M. Moll, M. Schlanges, T. Bornath, V.P. Krainov, Inverse bremsstrahlung heating beyond the first Born approximation for dense plasmas in laser fields, *New J. Phys.* 14 (2012) 065010. <https://doi.org/10.1088/1367-2630/14/6/065010>.
- [120] G. Clair, *Etudes théorique et expérimentale des plasmas produits par laser en vue de leur application à l'analyse chimique des matériaux en environnement complexe*, Université de la Méditerranée - Aix-Marseille II, 2011. <https://theses.hal.science/tel-00925927>.
- [121] B. Wu, Y.C. Shin, Modeling of nanosecond laser ablation with vapor plasma formation, *Journal of Applied Physics.* 99 (2006) 084310. <https://doi.org/10.1063/1.2190718>.
- [122] M. Cirisan, J.M. Jouvard, L. Lavis, L. Hallo, R. Oltra, Laser plasma plume structure and dynamics in the ambient air: The early stage of expansion, *Journal of Applied Physics.* 109 (2011) 103301. <https://doi.org/10.1063/1.3581076>.
- [123] I.I. Beilis, Modeling of the plasma produced by moderate energy laser beam interaction with metallic targets: Physics of the phenomena, *Laser Part. Beams.* 30 (2012) 341–356. <https://doi.org/10.1017/S0263034612000183>.
- [124] J. Wu, W. Wei, X. Li, S. Jia, A. Qiu, Infrared nanosecond laser-metal ablation in atmosphere: Initial plasma during laser pulse and further expansion, *Appl. Phys. Lett.* 102 (2013) 164104. <https://doi.org/10.1063/1.4803044>.
- [125] T. Moscicki, J. Hoffman, Z. Szymanski, Laser ablation in an ambient gas: Modelling and experiment, *Journal of Applied Physics.* 123 (2018) 083305. <https://doi.org/10.1063/1.5010413>.

- [126] Y. Zhou, B. Wu, A. Forsman, Time-resolved observation of the plasma induced by laser metal ablation in air at atmospheric pressure, *Journal of Applied Physics*. 108 (2010) 093504. <https://doi.org/10.1063/1.3503877>.
- [127] Y. Zhou, S. Tao, B. Wu, Backward growth of plasma induced by long nanosecond laser pulse ablation, *Appl. Phys. Lett.* 99 (2011) 051106. <https://doi.org/10.1063/1.3621855>.
- [128] S. Tao, Y. Zhou, B. Wu, Y. Gao, Infrared long nanosecond laser pulse ablation of silicon: Integrated two-dimensional modeling and time-resolved experimental study, *Applied Surface Science*. 258 (2012) 7766–7773. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.04.141>.
- [129] S.I. Anisimov, Vaporization of metal absorbing laser radiation, in: *World Scientific Series in 20th Century Physics*, World Scientific, 1996: pp. 14–15. https://doi.org/10.1142/9789814317344_0002.
- [130] S.I. Anisimov, V.A. Khokhlov, *Instabilities in Laser-Matter interaction*, CRC Press, Boca Raton, FL, 1995. <https://doi.org/10.1017/S0263034600010491>.
- [131] H.L. Johnston, A.L. Marshall, Vapor Pressures of Nickel and of Nickel Oxide, *J. Am. Chem. Soc.* 62 (1940) 1382–1390. <https://doi.org/10.1021/ja01863a015>.
- [132] J.M. Blocher, I.E. Campbell, Vapor Pressure of Titanium, *J. Am. Chem. Soc.* 71 (1949) 4040–4042. <https://doi.org/10.1021/ja01180a048>.
- [133] J.R. Ho, C.P. Grigoropoulos, J.A.C. Humphrey, Computational study of heat transfer and gas dynamics in the pulsed laser evaporation of metals, *Journal of Applied Physics*. 78 (1995) 4696–4709. <https://doi.org/10.1063/1.359817>.
- [134] K.C. Mills, B.J. Keene, R.F. Brooks, A. Shirali, Marangoni effects in welding, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. 356 (1998) 911–925. <https://doi.org/10.1098/rsta.1998.0196>.
- [135] C.R. Heiple, J.R. Roper, Mechanism for minor element effect on GTA fusion zone geometry, *Welding Journal*. (1982) 97–102.
- [136] N. Eustathopoulos, B. Drevet, Tension superficielle des métaux liquides et capillarité, Étude et propriétés des métaux. (2017). <https://doi.org/10.51257/a-v3-m67>.
- [137] K.C. Mills, Y.C. Su, Review of surface tension data for metallic elements and alloys: Part 1 – Pure metals, *International Materials Reviews*. 51 (2006) 329–351. <https://doi.org/10.1179/174328006X102510>.
- [138] R.D. Seïdgazov, Y.M. Senatorov, Thermocapillary mechanism of deep melting of materials by laser radiation, *Sov. J. Quantum Electron.* 18 (1988) 396–398. <https://doi.org/10.1070/QE1988v018n03ABEH011530>.
- [139] D. Retraint, *Origine des contraintes résiduelles et leurs conséquences*, (2019).
- [140] F. Lefebvre, *Techniques d’analyses des contraintes résiduelles et difficultés associées - Séminaire GT7 Commission Fatigue SF2M*, (2014).

- [141] C. Montross, Laser shock processing and its effects on microstructure and properties of metal alloys: a review, *International Journal of Fatigue*. 24 (2002) 1021–1036. [https://doi.org/10.1016/S0142-1123\(02\)00022-1](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(02)00022-1).
- [142] L. Raceanu, V. Optasanu, T. Montesin, G. Montay, M. François, Shot-Peening of Pre-Oxidized Plates of Zirconium: Influence of Residual Stress on Oxidation, *Oxid Met.* 79 (2013) 135–145. <https://doi.org/10.1007/s11085-012-9336-0>.
- [143] A. Moraçais, M. Fèvre, M. François, N. Guel, S. Kruch, P. Kanouté, A. Longuet, Residual stress determination in a shot-peened nickel-based single-crystal superalloy using X-ray diffraction, *J Appl Crystallogr.* 48 (2015) 1761–1776. <https://doi.org/10.1107/S1600576715017689>.
- [144] A. Kanjer, De l'efficacité des procédés SMAT et de choc laser dans l'amélioration de la tenue à l'oxydation haute température d'alliages de titane, Université de Bourgogne Franche-Comté, 2017. <https://www.theses.fr/2017UBFCK003>.
- [145] D. Gallitelli, Traitements de surface mécaniques: modélisation et caractérisations expérimentales, Université de Technologie de Troyes, 2018. <https://theses.hal.science/tel-03208173>.
- [146] G.S. Schajer, ed., Practical residual stress measurement methods, Wiley, 2013. <https://doi.org/10.1002/9781118402832>.
- [147] P.J. Withers, H.K.D.H. Bhadeshia, Residual stress. Part 1 – Measurement techniques, *Materials Science and Technology*. 17 (2001) 355–365. <https://doi.org/10.1179/026708301101509980>.
- [148] P.J. Withers, M. Turski, L. Edwards, P.J. Bouchard, D.J. Buttle, Recent advances in residual stress measurement, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 85 (2008) 118–127. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2007.10.007>.
- [149] V. Hauk, H. Behnken, Structural and residual stress analysis by nondestructive methods: evaluation, application, assessment, Elsevier, 1997.
- [150] E28 Committee, Test Method for Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method, ASTM International, 2021. <https://doi.org/10.1520/E0837-20>.
- [151] P. Vitry, Applications and development of acoustic and microwave atomic force microscopy for high resolution tomography analysis, Université de Bourgogne Franche-Comté, 2016. <https://www.theses.fr/2016DIJOS046>.
- [152] B.J. Alder, T.E. Wainwright, Phase Transition for a Hard Sphere System, *The Journal of Chemical Physics*. 27 (1957) 1208–1209. <https://doi.org/10.1063/1.1743957>.
- [153] B.J. Alder, T.E. Wainwright, Studies in Molecular Dynamics. I. General Method, *The Journal of Chemical Physics*. 31 (1959) 459–466. <https://doi.org/10.1063/1.1730376>.
- [154] D. Frenkel, B. Smit, Understanding molecular simulation: from algorithms to applications, 2nd ed, Academic Press, San Diego, 2002.

- [155] G. Raabe, *Molecular Simulation Studies on Thermophysical Properties*, Springer Singapore, Singapore, 2017. <https://doi.org/10.1007/978-981-10-3545-6>.
- [156] W.W. Wood, F.R. Parker, Monte Carlo Equation of State of Molecules Interacting with the Lennard-Jones Potential. I. A Supercritical Isotherm at about Twice the Critical Temperature, *The Journal of Chemical Physics*. 27 (1957) 720–733. <https://doi.org/10.1063/1.1743822>.
- [157] A. Rahman, Correlations in the Motion of Atoms in Liquid Argon, *Phys. Rev.* 136 (1964) A405–A411. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.136.A405>.
- [158] C. Becquart, M. Perez, *Dynamique moléculaire appliquée aux matériaux*, Innovations technologiques. (2010). <https://doi.org/10.51257/a-v1-re136>.
- [159] J.A. Harrison, J.D. Schall, S. Maskey, P.T. Mikulski, M.T. Knippenberg, B.H. Morrow, Review of force fields and intermolecular potentials used in atomistic computational materials research, *Applied Physics Reviews*. 5 (2018) 031104. <https://doi.org/10.1063/1.5020808>.
- [160] M.S. Daw, M.I. Baskes, Semiempirical, Quantum Mechanical Calculation of Hydrogen Embrittlement in Metals, *Phys. Rev. Lett.* 50 (1983) 1285–1288. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.50.1285>.
- [161] V. Yamakov, D. Wolf, S.R. Phillpot, A.K. Mukherjee, H. Gleiter, Dislocation processes in the deformation of nanocrystalline aluminium by molecular-dynamics simulation, *Nature Mater.* 1 (2002) 45–49. <https://doi.org/10.1038/nmat700>.
- [162] P. Zhang, L. Zhang, Q. Zhu, G. Chen, C. Wang, G. Fan, H. Qin, Q. Tian, B. Gan, Evolution of fatigue mechanical properties and micro defects in nickel-based single crystal superalloys: A molecular dynamics research, *Materials Today Communications*. 34 (2023) 105044. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105044>.
- [163] J.-L. Shao, P. Wang, A.-M. He, S.-Q. Duan, C.-S. Qin, Molecular dynamics study on the failure modes of aluminium under decaying shock loading, *Journal of Applied Physics*. 113 (2013) 163507. <https://doi.org/10.1063/1.4802671>.
- [164] C.B. Cui, H.G. Beom, Molecular dynamics simulations of edge cracks in copper and aluminum single crystals, *Materials Science and Engineering: A*. 609 (2014) 102–109. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.04.101>.
- [165] L.V. Stepanova, S.A. Bronnikov, Molecular Dynamics Modeling of Crack Propagation, *J. Phys.: Conf. Ser.* 1368 (2019) 042039. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1368/4/042039>.
- [166] S. Maruyama, T. Kimura, A Study on Thermal Resistance over a Solid-Liquid Interface by the Molecular Dynamics Method, *Thermal Science*. (1999).
- [167] F.W. Starr, T.B. Schröder, S.C. Glotzer, Molecular Dynamics Simulation of a Polymer Melt with a Nanoscopic Particle, *Macromolecules*. 35 (2002) 4481–4492. <https://doi.org/10.1021/ma010626p>.

- [168] L.B. Pártay, P. Jedlovsky, M. Sega, Molecular Aggregates in Aqueous Solutions of Bile Acid Salts. Molecular Dynamics Simulation Study, *J. Phys. Chem. B.* 111 (2007) 9886–9896. <https://doi.org/10.1021/jp072974k>.
- [169] H.-Y. Mao, B.-X. Li, W.-F. Ding, Y.-H. Zhu, X.-X. Yang, C.-Y. Li, G.-X. Ye, Theoretical Study on the Aggregation of Copper Clusters on a Liquid Surface, *Materials.* 12 (2019) 3877. <https://doi.org/10.3390/ma12233877>.
- [170] Y. Mo, K.T. Turner, I. Szlufarska, Friction laws at the nanoscale, *Nature.* 457 (2009) 1116–1119. <https://doi.org/10.1038/nature07748>.
- [171] Y. Deng, Y. Chen, H. Liu, X. Yan, The Effects of the Temperature and Termination(-O) on the Friction and Adhesion Properties of MXenes Using Molecular Dynamics Simulation, *Nanomaterials.* 12 (2022) 798. <https://doi.org/10.3390/nano12050798>.
- [172] J. Jung, C. Kobayashi, K. Kasahara, C. Tan, A. Kuroda, K. Minami, S. Ishiduki, T. Nishiki, H. Inoue, Y. Ishikawa, M. Feig, Y. Sugita, New parallel computing algorithm of molecular dynamics for extremely huge scale biological systems, *J Comput Chem.* 42 (2021) 231–241. <https://doi.org/10.1002/jcc.26450>.
- [173] L.V. Zhigilei, P.B.S. Kodali, B.J. Garrison, Molecular Dynamics Model for Laser Ablation and Desorption of Organic Solids, *J. Phys. Chem. B.* 101 (1997) 2028–2037. <https://doi.org/10.1021/jp9634013>.
- [174] L.V. Zhigilei, P.B.S. Kodali, B.J. Garrison, A Microscopic View of Laser Ablation, *J. Phys. Chem. B.* 102 (1998) 2845–2853. <https://doi.org/10.1021/jp9733781>.
- [175] L.V. Zhigilei, B.J. Garrison, D. Lab, Mesoscopic Breathing Sphere Model for Computer Simulation of Laser Ablation and Damage, in: *Technical Proceedings MSM, San Juan, Puerto Rico, 1999*: pp. 65–68. <https://compmat.org/articles/MSM99.pdf>.
- [176] L.V. Zhigilei, B.J. Garrison, Mechanisms of laser ablation from molecular dynamics simulations: dependence on the initial temperature and pulse duration., *Appl Phys A.* 69 (1999) S75–S80. <https://doi.org/10.1007/s003399900347>.
- [177] E. Ohmura, I. Fukumoto, I. Miyamoto, Modified molecular dynamics simulation on ultrafast laser ablation of metal, in: *Proceedings, Cincinnati, Ohio, USA, 1999*: pp. 219–228. <https://doi.org/10.2351/1.5059306>.
- [178] E. Ohmura, I. Fukumoto, I. Miyamoto, Molecular dynamics simulation of ablation process with ultrashort-pulsed laser, in: *Proc. SPIE 4088, Omiya, Saitama, Japan, 2000*: pp. 84–89. <https://doi.org/10.1117/12.405692>.
- [179] E. Ohmura, I. Fukumoto, I. Miyamoto, Molecular dynamics analysis of picosecond pulse laser ablation, in: *Proc. SPIE 4830, Osaka, Japan, 2003*: p. 462. <https://doi.org/10.1117/12.501914>.
- [180] S. Preuss, A. Demchuk, M. Stuke, Sub-picosecond UV laser ablation of metals, *Appl. Phys. A.* 61 (1995) 33–37. <https://doi.org/10.1007/BF01538207>.

- [181] X. Wang, X. Xu, Molecular Dynamics Simulation of Heat Transfer and Phase Change During Laser Material Interaction, *Journal of Heat Transfer*. 124 (2002) 265–274. <https://doi.org/10.1115/1.1445289>.
- [182] X. Wang, X. Xu, Molecular dynamics simulation of thermal and thermomechanical phenomena in picosecond laser material interaction, *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 46 (2003) 45–53. [https://doi.org/10.1016/S0017-9310\(02\)00259-4](https://doi.org/10.1016/S0017-9310(02)00259-4).
- [183] Y.G. Yingling, P.F. Conforti, B.J. Garrison, Theoretical investigation of laser pulse width dependence in a thermal confinement regime, *Appl. Phys. A*. 79 (2004) 757–759. <https://doi.org/10.1007/s00339-004-2575-4>.
- [184] D. Bouilly, D. Perez, L.J. Lewis, Damage in materials following ablation by ultrashort laser pulses: A molecular-dynamics study, *Phys. Rev. B*. 76 (2007) 184119. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.76.184119>.
- [185] R.F.W. Herrmann, J. Gerlach, E.E.B. Campbell, Molecular dynamics simulation of laser ablation of silicon, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 122 (1997) 401–404. [https://doi.org/10.1016/S0168-583X\(96\)00565-4](https://doi.org/10.1016/S0168-583X(96)00565-4).
- [186] S.I. Anisimov, B.L. Kapeliovich, T.L. Perel'man, Electron emission from metal surfaces exposed to ultrashort laser pulses, *Sov. Phys. JETP*. 39 (1974) 375–377.
- [187] T.Q. Qiu, C.L. Tien, Short-pulse laser heating on metals, *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 35 (1992) 719–726. [https://doi.org/10.1016/0017-9310\(92\)90131-B](https://doi.org/10.1016/0017-9310(92)90131-B).
- [188] J. Hohlfeld, S.-S. Wellershoff, J. Güdde, U. Conrad, V. Jähnke, E. Matthias, Electron and lattice dynamics following optical excitation of metals, *Chemical Physics*. 251 (2000) 237–258. [https://doi.org/10.1016/S0301-0104\(99\)00330-4](https://doi.org/10.1016/S0301-0104(99)00330-4).
- [189] B. Rethfeld, A. Kaiser, M. Vicanek, G. Simon, Ultrafast dynamics of nonequilibrium electrons in metals under femtosecond laser irradiation, *Phys. Rev. B*. 65 (2002) 214303. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.65.214303>.
- [190] V.V. Kabanov, A.S. Alexandrov, Electron relaxation in metals: Theory and exact analytical solutions, *Phys. Rev. B*. 78 (2008) 174514. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.78.174514>.
- [191] D.S. Ivanov, L.V. Zhigilei, Combined atomistic-continuum modeling of short-pulse laser melting and disintegration of metal films, *Phys. Rev. B*. 68 (2003) 064114. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.68.064114>.
- [192] L.V. Zhigilei, Z. Lin, D.S. Ivanov, Molecular Dynamics Study of Short-Pulse Laser Melting, Recrystallization, Spallation, and Ablation of Metal Targets, in: *Heat Transfer, Volume 2*, ASME/ASME, Chicago, Illinois, USA, 2006: pp. 725–733. <https://doi.org/10.1115/IMECE2006-16305>.
- [193] Z. Lin, L.V. Zhigilei, Time-resolved diffraction profiles and atomic dynamics in short-pulse laser-induced structural transformations: Molecular dynamics study, *Phys. Rev. B*. 73 (2006) 184113. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.73.184113>.

- [194] Z. Lin, R.A. Johnson, L.V. Zhigilei, Computational study of the generation of crystal defects in a bcc metal target irradiated by short laser pulses, *Phys. Rev. B.* 77 (2008) 214108. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.77.214108>.
- [195] L.V. Zhigilei, Z. Lin, D.S. Ivanov, Atomistic Modeling of Short Pulse Laser Ablation of Metals: Connections between Melting, Spallation, and Phase Explosion, *J. Phys. Chem. C.* 113 (2009) 11892–11906. <https://doi.org/10.1021/jp902294m>.
- [196] Z. Lin, E. Leveugle, E.M. Bringa, L.V. Zhigilei, Molecular Dynamics Simulation of Laser Melting of Nanocrystalline Au, *J. Phys. Chem. C.* 114 (2010) 5686–5699. <https://doi.org/10.1021/jp909328q>.
- [197] M. Gill-Comeau, Étude par dynamique moléculaire de l’ablation par impulsions laser ultrabrèves de cibles nanocristallines, Université de Montréal, 2011. <https://doi.org/1866/5326>.
- [198] E.T. Karim, Z. Lin, L.V. Zhigilei, Molecular dynamics study of femtosecond laser interactions with Cr targets, in: *New Mexico, USA, 2012*: pp. 280–293. <https://doi.org/10.1063/1.4739881>.
- [199] M.E. Povarnitsyn, V.B. Fokin, P.R. Levashov, T.E. Itina, Molecular dynamics simulation of subpicosecond double-pulse laser ablation of metals, *Phys. Rev. B.* 92 (2015) 174104. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.92.174104>.
- [200] N.N. Nedialkov, P.A. Atanasov, Molecular dynamics simulation study of deep hole drilling in iron by ultrashort laser pulses, *Applied Surface Science.* 252 (2006) 4411–4415. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2005.07.096>.
- [201] TIMET, Datasheet, TIMETAL 50A, (2018). <https://www.timet.com/assets/local/documents/datasheets/cpgrades/50a.pdf>.
- [202] TIMET, Datasheet, TIMETAL 6-4, 6-4 ELI and 6-4-.1Ru, (2018). <https://www.timet.com/assets/local/documents/datasheets/alphaandbetaalloys/6-4.pdf>.
- [203] Special Metals, Datasheet, Nickel 200 and 201, (2018). <https://www.specialmetals.com/documents/technical-bulletins/nickel-200.pdf>.
- [204] CES Selector software, (2014). www.grantadesign.com.
- [205] M.J. Donachie, *Titanium: a technical guide*, 2nd ed., ASM International, 2000. <https://doi.org/10.31399/asm.tb.ttg2.9781627082693>.
- [206] C. Leyens, M. Peters, eds., *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*, 1st ed., Wiley, 2003. <https://doi.org/10.1002/3527602119>.
- [207] V.A. Joshi, *Titanium alloys: an atlas of structures and fracture features*, CRC/Taylor & Francis, Boca Raton, 2006.
- [208] G. Lütjering, J.C. Williams, *Titanium*, 2nd ed., Springer, 2007. <https://doi.org/10.1007/978-3-540-73036-1>.
- [209] W. Sha, S. Malinov, *Titanium alloys: modelling of microstructure, properties and applications*, CRC Press, 2009.

- [210] S. Adachi, *The Handbook on Optical Constants of Metals: In Tables and Figures*, World Scientific, 2012. <http://dx.doi.org/10.1142/8479>.
- [211] EAG Laboratories, XPS Analysis diagram, 2020. <https://www.eag.com/wp-content/uploads/2020/08/XPS-Analysis-diagram.jpg>.
- [212] I.C. Noyan, J.B. Cohen, *Residual Stress*, Springer New York, New York, NY, 1987. <https://doi.org/10.1007/978-1-4613-9570-6>.
- [213] V.M. Hauk, E. Macherauch, A Useful Guide for X-Ray Stress Evaluation (XSE), *Adv. x-Ray Anal.* 27 (1983) 81–99. <https://doi.org/10.1154/S0376030800016992>.
- [214] W.A. Rachinger, A Correction for the $1\ 2$ Doublet in the Measurement of Widths of X-ray Diffraction Lines, *J. Sci. Instrum.* 25 (1948) 254–255. <https://doi.org/10.1088/0950-7671/25/7/125>.
- [215] Keysight Technologies, Data Sheet, Scanning Microwave Microscopy (SMM) Mode, (2014).
- [216] Agilent Technologies, Data Sheet, 5600LS AFM, (2008). https://www.agilent.com/cs/library/datasheets/public/5600LS_5989-8819.pdf.
- [217] Copper Mountain Technologies, Data Sheet, R180 VNA, (2018). <https://coppermountaintech.com/wp-content/uploads/2018/11/R180-Extended-Specification-Sheet.pdf>.
- [218] Atomic Force Microscopy Applications - Rocky Mountain Nano, (2019). <https://rmnano.com/tech-data>.
- [219] C. Plassard, E. Bourillot, J. Rossignol, Y. Lacroute, E. Lepleux, L. Pacheco, E. Lesniewska, Detection of defects buried in metallic samples by scanning microwave microscopy, *Phys. Rev. B.* 83 (2011) 121409. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.83.121409>.
- [220] Y.J. Oh, H.-P. Huber, M. Hochleitner, M. Duman, B. Bozna, M. Kastner, F. Kienberger, P. Hinterdorfer, High-frequency electromagnetic dynamics properties of THP1 cells using scanning microwave microscopy, *Ultramicroscopy.* 111 (2011) 1625–1629. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.09.005>.
- [221] J.W. Eaton, D. Bateman, H. Søren, W. Rik, GNU Octave version 6.1.0 manual: a high-level interactive language for numerical computations, (2020). <https://www.gnu.org/software/octave/doc/v6.1.0/>.
- [222] S. Costil, A. Lamraoui, C. Langlade, O. Heintz, R. Oltra, Surface modifications induced by pulsed-laser texturing – Influence of laser impact on the surface properties, *Applied Surface Science.* 288 (2014) 542–549. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.10.069>.
- [223] S. Plimpton, Fast Parallel Algorithms for Short-Range Molecular Dynamics, *Journal of Computational Physics.* 117 (1995) 1–19. <https://doi.org/10.1006/jcph.1995.1039>.
- [224] A.P. Thompson, H.M. Aktulga, R. Berger, D.S. Bolintineanu, W.M. Brown, P.S. Crozier, P.J. In ‘T Veld, A. Kohlmeyer, S.G. Moore, T.D. Nguyen, R. Shan, M.J.

- Stevens, J. Tranchida, C. Trott, S.J. Plimpton, LAMMPS - a flexible simulation tool for particle-based materials modeling at the atomic, meso, and continuum scales, *Computer Physics Communications*. 271 (2022) 108171. <https://doi.org/10.1016/j.cpc.2021.108171>.
- [225] A. Stukowski, Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO—the Open Visualization Tool, *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 18 (2009) 015012. <https://doi.org/10.1088/0965-0393/18/1/015012>.
- [226] The MathWorks Inc., MATLAB version 8.3.0.532 (R2014a), (2014). <https://www.mathworks.com>.
- [227] R.R. Zope, Y. Mishin, Interatomic potentials for atomistic simulations of the Ti-Al system, *Phys. Rev. B*. 68 (2003) 024102. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.68.024102>.
- [228] G.P. Purja Pun, Y. Mishin, Development of an interatomic potential for the Ni-Al system, *Philosophical Magazine*. 89 (2009) 3245–3267. <https://doi.org/10.1080/14786430903258184>.
- [229] Y.S. Touloukian, R.K. Kirby, R.E. Taylor, P.D. Desai, *Thermal Expansion*, Springer US, Boston, MA, 1975. <https://doi.org/10.1007/978-1-4757-1622-1>.
- [230] E.B. Dolgusheva, Temperature Dependence of the Lattice Thermal Conductivity of Metastable Phases of FCC Ti and Zr, *Phys. Solid State*. 64 (2022) 489–492. <https://doi.org/10.1134/S1063783422100018>.
- [231] V. Turlo, F. Baras, O. Politano, Comparative study of embedded-atom methods applied to the reactivity in the Ni–Al system, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 25 (2017) 064002. <https://doi.org/10.1088/1361-651X/aa6cfa>.
- [232] Y.S. Touloukian, R.W. Powell, C.Y. Ho, P.G. Klemens, *Thermal Conductivity*, Springer US, Boston, MA, 1970. <https://doi.org/10.1007/978-1-4615-9600-4>.
- [233] J.X. Yang, H.L. Zhao, H.R. Gong, M. Song, Q.Q. Ren, Proposed mechanism of HCP → FCC phase transition in titanium through first principles calculation and experiments, *Sci Rep*. 8 (2018) 1992. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-20257-9>.
- [234] J. Ren, Q. Sun, L. Xiao, X. Ding, J. Sun, Phase transformation behavior in titanium single-crystal nanopillars under [0 0 0 1] orientation tension: A molecular dynamics simulation, *Computational Materials Science*. 92 (2014) 8–12. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2014.05.018>.
- [235] P.D. Hao, P. Chen, L. Deng, F.X. Li, J.H. Yi, D. Şopu, J. Eckert, J.M. Tao, Y.C. Liu, R. Bao, Anisotropic elastic and thermodynamic properties of the HCP-Titanium and the FCC-Titanium structure under different pressures, *Journal of Materials Research and Technology*. 9 (2020) 3488–3501. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.01.086>.
- [236] G.J. Ackland, A.P. Jones, Applications of local crystal structure measures in experiment and simulation, *Phys. Rev. B*. 73 (2006) 054104. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.73.054104>.

- [237] H.-T. Chang, A. Guggenmos, S.K. Cushing, Y. Cui, N.U. Din, S.R. Acharya, I.J. Porter, U. Kleineberg, V. Turkowski, T.S. Rahman, D.M. Neumark, S.R. Leone, Electron thermalization and relaxation in laser-heated nickel by few-femtosecond core-level transient absorption spectroscopy, *Phys. Rev. B.* 103 (2021) 064305. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.103.064305>.
- [238] J.-L. Battaglia, A. Kusiak, C. Pradere, *Introduction aux transferts thermiques : cours et exercices corrigés*, 3rd ed., Dunod, 2020.
- [239] O. Politano, F. Baras, Thermocapillary convection in a laser-heated Ni melt pool: A molecular dynamics study, *Journal of Applied Physics.* 134 (2023) 095301. <https://doi.org/10.1063/5.0167061>.
- [240] E.A. Chalhoub, *Etude des processus thermophysiques en régime d'interaction laser/matière nanoseconde par pyro/rélectométrie rapide*, Université d'Orléans, 2010. <https://theses.hal.science/tel-00635322>.
- [241] K. Ohta, Y. Nishihara, Y. Sato, K. Hirose, T. Yagi, S.I. Kawaguchi, N. Hirao, Y. Ohishi, An Experimental Examination of Thermal Conductivity Anisotropy in hcp Iron, *Front. Earth Sci.* 6 (2018) 176. <https://doi.org/10.3389/feart.2018.00176>.
- [242] P.D. Desai, Thermodynamic properties of titanium, *Int J Thermophys.* 8 (1987) 781–794. <https://doi.org/10.1007/BF00500794>.
- [243] P.D. Desai, Thermodynamic properties of nickel, *Int J Thermophys.* 8 (1987) 763–780. <https://doi.org/10.1007/BF00500793>.
- [244] Q. Feng, Y.N. Picard, H. Liu, S.M. Yalisove, G. Mourou, T.M. Pollock, Femtosecond laser micromachining of a single-crystal superalloy, *Scripta Materialia.* 53 (2005) 511–516. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.05.006>.
- [245] CEA Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives, *Le laser : un concentré de lumière*, (2014). <http://www-lmj.cea.fr/docs/Livrets-thematiques/CEA-Laser.pdf>.
- [246] S. Forget, *Les LASERS et leurs applications*, (2006). http://www-lpl.univ-paris13.fr/pon/lumen/documents/Page%20perso%20SF/Cours_complet.pdf.
- [247] M.-J. Ross, ASPHME (Association), *La sécurité reliée aux lasers*, ASPHME, Longueuil, Québec, 2010. <https://central.bac-lac.gc.ca/.item?id=laser&op=pdf&app=Library>.