# THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres
PSL Research University

**Préparée à MINES ParisTech**

# Influence des propriétés morphologiques et mécaniques des barrières thermiques sur la fissuration interfaciale induite par perçage laser impulsionnel

**Ecole doctorale n°432**

Sciences des Métiers de l'Ingénieur

**Spécialité** Science et Génie des Matériaux

**COMPOSITION DU JURY :**

Mme. Sophie COSTIL
UTBM, Rapporteur

M. Alain DENOIRJEAN
Université de Limoges, Rapporteur

M. Vincent JI,
Université Paris-Sud, Membre du jury

M. Pierre SALLAMAND
ICB, Université Bourgogne Franche - Comté, Président du jury

M. Matthieu SCHNEIDER
Arts & Métiers ParisTech, Membre du jury

M. Vincent GUIPONT
Mines ParisTech, Examinateur

**Soutenue par** Caroline **GUINARD**

**le 15 décembre 2016**

Dirigée par **Vincent GUIPONT**

# Table des matières


Bibliographie . . . . . 7

**1 Bibliographie** **11**

1.1 Introduction . . . . . 13

1.2 Le turboréacteur et son fonctionnement . . . . . 14

1.3 Le système barrière thermique . . . . . 15

1.3.1 Description et composition du système barrière thermique . . . . . 15

1.3.1.1 Substrat : superalliage . . . . . 16

1.3.1.2 Sous-couche : MCrAlY . . . . . 16

1.3.1.3 Couche d'Oxyde intermédiaire . . . . . 17

1.3.1.4 Couche : Zircone Yttriée . . . . . 17

1.3.1.5 Système barrière thermique industriel . . . . . 17

1.4 Les méthodes de dépôt par projection de poudre . . . . . 18

1.4.1 La projection plasma . . . . . 18

1.4.1.1 Principe du procédé . . . . . 19

1.4.1.2 Projection plasma appliquée aux barrières thermiques . . . . . 20

1.4.2 La projection Cold Spray . . . . . 22

1.4.2.1 Principe du procédé . . . . . 22

1.4.2.2 Conditions d'obtention d'un dépôt cold spray . . . . . 22

1.4.2.3 Projection cold spray appliquée aux barrières thermiques . . . . . 24

1.5 La caractérisation des systèmes barrière thermique . . . . . 25

1.5.1 Observation par imagerie 3D . . . . . 25

1.5.2 La morphologie . . . . . 26

1.5.3 Contraintes résiduelles . . . . . 26

1.5.4 L'adhérence des systèmes barrières thermiques . . . . . 27

1.5.4.1 Définition . . . . . 27

1.5.4.2 Traction . . . . . 28

1.5.4.3 Flexion 4 points . . . . . 28

1.6 Le perçage des systèmes barrières thermiques . . . . . 28

1.6.1 Les procédés laser . . . . . 28

1.6.2 Les procédés de perçage laser . . . . . 29

1.6.2.1 Historique du perçage laser d'un matériau . . . . . 29

1.6.2.2 Les différents types de perçage laser . . . . . 30

1.6.2.3 L'interaction laser matière . . . . . 30

1.6.2.4 Influence des paramètres laser sur le trou formé . . . . . 32

1.6.3 Perçage laser appliqué aux systèmes barrières thermiques . . . . . 35

1.6.3.1 Morphologie du trou obtenu dans un système barrière thermique . . . . . 35

1.6.3.2 Influence des paramètres sur le perçage des systèmes barrières thermiques 35

1.7 Conclusion . . . . . 38

Bibliographie . . . . . 38

**2 Matériaux et procédés** **43**
2.1 Introduction . . . 45
2.2 Matériaux des systèmes barrières thermiques . . . 45
2.2.1 Substrat métallique : superalliage base cobalt . . . 45
2.2.2 Sous-couche métallique et couche céramique à partir de poudres . . . 45
2.2.2.1 Caractérisation des poudres . . . 45
2.2.2.2 Poudre de MCrAlY pour la sous-couche . . . 46
2.2.2.3 Poudre de zircone : projection de la céramique . . . 49
2.3 Procédés d'élaboration des revêtements . . . 50
2.3.1 Dispositif de projection plasma . . . 50
2.3.2 Paramètres de projection plasma . . . 50
2.3.3 Dispositif de projection cold spray . . . 51
2.3.4 Paramètres de projection cold spray . . . 51
2.3.5 Traitement thermique . . . 51
2.3.6 Structuration de surface par laser . . . 52
2.4 Perçage laser des barrières thermiques . . . 53
2.4.1 Laser impulsionnel . . . 53
2.4.2 Montages expérimentaux . . . 54
2.4.2.1 Montage verre / métal : adaptation de la méthode DODO . . . 55
2.4.2.2 Réalisation de films avec caméra rapide . . . 55
2.5 Caractérisations . . . 56
2.5.1 Analyses microstructurales . . . 56
2.5.1.1 Préparation des échantillons . . . 56
2.5.1.2 Erreurs de mesure liées à la préparation des échantilons . . . 57
2.5.1.3 Microscopie optique . . . 58
2.5.1.4 MEB . . . 58
2.5.1.5 Microsonde de Castaing . . . 58
2.5.2 Mesures sur les dépôts . . . 58
2.5.2.1 Épaisseur des dépôts . . . 58
2.5.2.2 Porosité . . . 59
2.5.3 Profilométrie . . . 59
2.5.4 Observation tridimensionnelle non destructive . . . 60
2.5.4.1 Tomographie . . . 60
2.5.4.2 Laminographie . . . 61
2.5.4.3 Préparation des échantillons . . . 62
2.6 Mesures mécaniques . . . 62
2.6.1 Profils des contraintes résiduelles . . . 62
2.6.1.1 Méthode du trou incrémental . . . 63
2.6.2 Microdureté . . . 67
Bibliographie . . . 68

**3 Modification des architectures d'interface** **69**
3.1 Introduction . . . 72
3.2 Architecture d'interface associée aux barrières thermiques . . . 74
3.2.1 Généralités . . . 74
3.2.2 Architecturer une interface . . . 75
3.2.2.1 Aspects morphologiques . . . 75
3.2.2.2 Aspects mécaniques . . . 76
3.2.2.3 Aspects physico-chimiques . . . 77
3.3 Mise en œuvre des architectures d'interface modifiées . . . 77
3.3.1 Sous-couche NiCrAlY plasma (référence) . . . 77

3.3.2 Sous-couche NiCrAlY plasma avec poudre tamisée (plasma tamisé) . . . . . 77
3.3.3 Sous-couche NiCrAlY plasma fine . . . . . 78
3.3.4 Sans sous-couche (substrat sablé) . . . . . 78
3.3.5 Barrière thermique complète traitée thermiquement . . . . . 78
3.3.6 Sous-couche NiCrAlY plasma structurée par laser . . . . . 78
3.3.6.1 A partir d'une sous-couche polie . . . . . 79
3.3.6.2 A partir d'une surface de sous-couche rugueuse . . . . . 80
3.3.7 Sous-couche plasma d'un mélange NiCrAlY / céramique . . . . . 80
3.3.8 Sous-couche CoNiCrAlY par cold spray . . . . . 81
3.3.9 Sous-couche CoNiCrAlY par cold spray traitée thermiquement . . . . . 82
3.3.10 Récapitulatif des modifications d'architecture attendues . . . . . 82
3.4 Modifications morphologiques obtenues . . . . . 82
3.4.1 Observations et analyses des morphologies d'interface . . . . . 84
3.4.1.1 Observations micrographiques en coupe . . . . . 84
3.4.1.2 Analyse de la rugosité de l'interface sous-couche/céramique . . . . . 88
3.4.2 Observation des surfaces des sous-couches . . . . . 93
3.4.2.1 Sous-couche plasma de référence . . . . . 95
3.4.2.2 Sous-couche plasma tamisée . . . . . 95
3.4.2.3 Sous-couche plasma fine . . . . . 96
3.4.2.4 Sous-couche plasma structurée . . . . . 96
3.4.2.5 Sans sous-couche (substrat sablé) . . . . . 98
3.4.2.6 Sous-couche cold spray . . . . . 98
3.4.3 Bilan des aspects morphologiques des architectures modifiées . . . . . 98
3.5 Modifications mécaniques des systèmes barrière thermique . . . . . 99
3.5.1 Modules d'élasticité des différentes couches . . . . . 99
3.5.2 Profils de microdureté du système complet . . . . . 100
3.5.3 Profils des contraintes résiduelles dans le système complet . . . . . 104
3.5.3.1 Origines et superposition possible des contraintes résiduelles . . . . . 104
3.5.3.2 Résultats . . . . . 107
3.5.4 Bilan des aspects mécaniques des architectures modifiées . . . . . 110
3.5.4.1 Bilan sur les profils de microdureté . . . . . 110
3.5.4.2 Bilan sur les profils de contraintes résiduelles . . . . . 111
3.6 Modifications physico-chimiques de la surface de la sous-couche . . . . . 112
3.6.1 Composition chimique des poudres de NiCrAlY et CoNiCrAlY . . . . . 112
3.6.2 Observations et analyses en surface . . . . . 112
3.6.2.1 NiCrAlY plasma référence . . . . . 112
3.6.2.2 CoNiCrAlY cold spray . . . . . 113
3.6.3 Analyse cristallographique par diffraction des rayons X . . . . . 113
3.6.4 Bilan des aspects physico-chimiques des architectures modifiées . . . . . 115
3.7 Conclusions . . . . . 116
Bibliographie . . . . . 117

**4 Modifications et fissuration au cours du perçage laser 121**
4.1 Introduction . . . . . 123
4.2 Effets d'une impulsion laser sur une barrière thermique . . . . . 123
4.2.1 Effets d'origine thermique . . . . . 124
4.2.1.1 Absorption de l'énergie laser et échauffement de la matière . . . . . 124
4.2.1.2 Influence du perçage sur les parois du trou . . . . . 125
4.2.2 Effets d'origine mécanique . . . . . 126
4.2.2.1 Éjection de matière (liquide et gazeuse) . . . . . 126
4.2.2.2 Modification des contraintes internes . . . . . 128

4.2.3 Choix des conditions de perçage . . . 128
4.2.4 Caractéristiques du perçage à l'aide de la méthode "DODO" modifiée . . . 130
4.2.4.1 Méthode "DODO" modifiée pour les barrières thermiques . . . 131
4.2.4.2 Vitesse de perçage pulse à pulse . . . 134
4.2.4.3 Profondeur percée . . . 135
4.2.4.4 Forme des trous . . . 137
4.3 Fissuration et modifications en bord de trou . . . 140
4.3.1 Analyse des trous percés à 90° . . . 140
4.3.1.1 Caractéristiques d'un trou percé à 90° après une impulsion laser . . . 140
4.3.1.2 Caractéristiques d'un trou percé à 90° après deux impulsions laser . . . 143
4.3.2 Analyse des trous percés à 20° . . . 145
4.3.2.1 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après une impulsion laser . . . 146
4.3.2.2 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après deux impulsions laser . . . 147
4.3.2.3 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après trois impulsions laser . . . 149
4.3.2.4 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après quatre impulsions laser . . . 150
4.3.2.5 Bilan de l'analyse des perçages interrompus à 20° . . . 152
4.3.3 Observation non destructive de la fissure interfaciale . . . 152
4.3.3.1 Observation de la fissure interfaciale par laminographie X (20°, 15kW, 2 impulsions) . . . 154
4.3.3.2 Observation de la fissure par tomographie X (20°, 15kW, 4 impulsions) . 159
4.3.3.3 Bilan des observations non destructives . . . 161
4.4 Étude de paramètres de perçage pour limiter la fissuration interfaciale . . . 162
4.5 Conclusion . . . 163
Bibliographie . . . 165

**5 Influence de l'architecture d'interface sur le perçage laser 167**
5.1 Introduction . . . 169
5.2 Rappel des architectures d'interface . . . 169
5.3 Présentation des paramètres de perçage laser . . . 170
5.4 Caractéristiques des trous lors de perçages interrompus . . . 172
5.4.1 Allure globale des trous percés à 90° et 20° . . . 172
5.4.1.1 Trous percés à 90° : 4 impulsions . . . 172
5.4.1.2 Trous percés à 20° : de 1 à 10 impulsions . . . 173
5.4.2 Caractéristiques dimensionnelles et zones fondues des trous percés à 20° . . . 173
5.4.2.1 Profondeur . . . 173
5.4.2.2 Diamètres . . . 174
5.4.2.3 Zones fondues . . . 176
5.4.3 Observations 3D non destructives par laminographie X (2 impulsions, 20°) . . . 177
5.4.3.1 Observations des échantillons par laminographie X . . . 177
5.4.3.2 Analyse de la fissure interfaciale au stade de l'amorçage . . . 182
5.5 Évolution de la fissuration en cours de perçage . . . 185
5.5.1 Étude de la fissuration pulse à pulse à 20° . . . 185
5.5.2 Influence de l'architecture d'interface . . . 191
5.5.2.1 Influence de caractéristiques morphologiques . . . 191
5.5.2.2 Influence de caractéristiques mécaniques . . . 192
5.5.3 Influence de la stratégie de perçage . . . 194
5.6 Evolution des contraintes résiduelles après perçage complet à 90° . . . 195
5.6.1 Détermination des contraintes résiduelles autour d'un trou percé laser . . . 195
5.6.2 Effets du perçage laser sur les contraintes internes en bord du trou . . . 196
5.6.3 Évolution des contraintes résiduelles dans le système plasma référence . . . 197
5.6.4 Évolution des contraintes résiduelles dans les systèmes cold spray . . . 198

5.6.5 Évolution des contraintes résiduelles dans le système plasma gradient . . . . . 200
5.6.6 Synthèse . . . . . 201
5.7 Conclusions . . . . . 202
Bibliographie . . . . . 205

# Remerciements

Ce n'est qu'en essayant continuellement que l'on finit par réussir....
En d'autres termes...
Plus ça rate et plus on a de chances que ça marche...
Devise Shadock

La thèse de doctorat est un travail long, semé d'embûches mais qui finit toujours par aboutir si on reste motivé quoi qu'il arrive. Au cours de ce périple, de nombreuses personnes participent de manière directe ou indirecte à la réussite de ce projet. Ce sont toutes ces personnes que je souhaite remercier ici.

Ma thèse n'aurait pas pu voir le jour sans le projet ANR ULTRA dont elle fait partie. Je souhaite donc remercier l'ANR, tous les membres du projet ainsi que le ministère de l'industrie qui m'a financé. Un grand merci donc à Janvier Lecomte, Marc Soscia, Jérémie Girardot et Noémie Dury. Je remercie tout particulièrement Matthieu Schneider de m'avoir aidé lors de mes essais au PIMM ainsi que pour ses nombreuses explications sur les procédés laser.

Je remercie aussi tous les membres de mon Jury et notamment Sophie Costil et Alain Denoirjean pour avoir accepté de lire mon manuscrit qui ne devait pas être très digeste et pour l'avoir rapporté. Merci à Pierre Sallamand et Vincent Ji d'avoir accepté de juger mon travail de thèse. Merci à Guillaume Montay d'avoir accepté d'être membre de mon jury, mais aussi et surtout de m'avoir épaulé sur les essais de détermination de contraintes résiduelles sans lesquels ma thèse n'aurait pas été aussi riche.

J'ai effectué ma thèse au centre des matériaux de l'école des Mines de Paris, au sein du groupe C2P (Centre de Compétence en Procédés de Projection). C'est pourquoi je souhaite grandement remercier toutes les personnes qui m'ont aidé durant trois ans. Merci à Michel Jeandin pour m'avoir permis de commencer cette thèse et pour ses encouragements et son optimisme. Merci à Vincent Guipont, qui, même si nous n'avions pas toujours la même vision des choses, m'a permis de soutenir cette thèse. Merci aussi à François Borit qui m'a beaucoup appris sur les procédés de projection et avec qui j'ai passé de bons moments au laboratoire. Merci encore à Anne-Françoise Gourgues, Christophe Colin, Yves Bienvenu, Franck N'Guyen, Konaly Sar, René Cluzet, Christophe Meurin, Jean-Pierre Etourneau, Thilo Morgeneyer, Henri Proudhon, Sarojinee Bonneville, Daniel Pachoutinski, Fabrice Gaslain, Jérome Crépin, Grégory Sainte-Luce et également Odile Adam pour leur aide et leur bonne humeur durant mes années passées au labo. Merci aux doctorants avec qui j'ai partagé mes doutes, les bons et les mauvais moments qui parcourent la thèse : Olivier, Michael, Greg, Laure Line, Manu, Fred, Hélène, Vincent, Georges, Damien ...

Je tiens à remercie tout particulièrement certaines personnes sans qui mon séjour au labo n'aurait pas été aussi agréable : un grand merci à Lyn-thy Mingault, Gérard Brabant, Olivier Delhomme pour tous les bons moments passés ensemble. Merci à Nicole De-Dave qui m'a soutenu depuis le début de ma thèse et avec qui je partage de très bon souvenirs.

Je tiens à adresser un grand merci à Antoine Martin qui m'a appris beaucoup de choses durant ces trois ans, qui a accepté de participer au jury de ma thèse et surtout qui m'a permis de découvrir CRMA. Merci d'avoir cru en moi et de m'avoir fait confiance.

Je remercie mes nouveaux collègues : Jessica, Maël, Thac Sy, Xavier, Virginie, Sabrina et tous les autres.

Je remercie aussi Fitz qui m'a accompagné tous les jours avec sa bonne humeur et ses petits coups de

patte. Sans oublier Comming Soon, Quarisma, Roxys et Hermine pour leurs câlins réguliers. Merci aussi aux petites briques qui m'ont changé les idées quand j'en avait besoin.

Enfin, les meilleurs pour la fin, je remercie tous mes amis qui ont partagé tout ou une partie de ces années de thèse avec moi : Clelia, Séverine, Delphine, Clara, Pierre et Toinou.

Je remercie bien évidemment toute ma famille qui a cru en moi et qui m'a supporté pendant 6 ans avec mes doutes, mes peurs et mon soulagement final. Merci Maman, je n'aurai surement pas réussi sans ton appui, même si cela ne se voit pas toujours.

Finalement, j'adresse un grand merci à Guillaume qui m'a épaulé pendant 6 ans, qui m'a poussé quand je n'y croyais plus, qui a su me faire retrouver le sourire et qui est resté à mes côtés malgré toutes les péripéties de ma thèse.

Et merci à tous ceux que j'ai pu oublié...

Une nouvelle vie démarre maintenant...

# Introduction générale

La naissance de l'aviation a lieu en 1903 avec le Wright Flyer, le premier avion motorisé pouvant effectuer des vols contrôlés sur quelques centaines de mètres. Dès lors, les progrès s'enchainent : en 1908, Henri Farman réalise le premier voyage aérien sur une distance de 27 km, puis en 1909, Louis Blériot réussit la première traversée de la manche en avion. Suivent ensuite la traversée de la méditerranée en 1913 et de l'Atlantique en 1919. Pour pouvoir se déplacer toujours plus loin et toujours plus vite, le premier moteur à réaction est mis en service sur le De Havilland Comet en 1952 permettant ainsi d'augmenter la vitesse de croisière de 450 à 800km/h. Par la suite, de nombreuses innovations vont permettre d'augmenter le rendement des moteurs pour réduire la consommation de carburant tout en augmentant la poussée et l'autonomie des avions. Un des facteur permettant une amélioration du rendement moteur est la température des gaz de combustion. Pour augmenter cette température, les parties chaudes des moteurs telles que les chambres de combustion doivent résister à des températures pouvant atteindre actuellement plus de 1100°C. Les systèmes barrière thermique ont permis d'améliorer le rendement des moteurs et de diminuer la consommation de carburant via l'augmentation de la température au sein du moteur. Une augmentation de la température de combustion de 100°C réduirait de 1% la consommation de carburant. Ces systèmes ont aussi permis d'augmenter la durée de vie des pièces moteur réduisant la durée entre deux arrêts pour maintenance. La figure 1 illustre les améliorations apportées sur les matériaux aéronautiques et leur gain sur la température des moteurs. Les superalliages sont utilisés sur les composants des moteurs aéronautiques depuis le milieu des années 1940. Pour pouvoir augmenter la température de fonctionnement des moteurs, une barrière thermique a été ajoutée à partir des années 1980.

Les études sur les composants des parties chaudes des moteurs portent principalement sur 2 axes : l'optimisation du métal et le refroidissement du système. Diminuer la température de quelques dizaines de degré permet d'augmenter la durée de vie des composants (espacement des déposes moteur, réduction des endommagements des pièces) et de réduire la consommation de carburant. L'amélioration des caractéristiques thermiques et mécaniques des systèmes barrières thermiques (notamment la réduction de la conductivité thermique) permet de réduire l'épaisseur des dépôts (et donc le poids du système) tout en maintenant le même gain en température.

Les supperalliages utilisés sur les chambres de combustion sont des alliages base nickel tels que l'inconel ou des alliages base cobalt comme le Haynes 188. De nombreuses études ont été menées sur le comportement de ces alliages (revêtus ou non) à haute température ainsi que sur l'endommagement de ceux-ci lorsqu'ils sont soumis à des sollicitions thermo-mécaniques. L'importance de la rugosité et des contraintes résiduelles sur l'adhérence des barrières thermiques a été démontrée. Cette connaissance de ces superalliages et des barrières thermiques plasma a permis leurs utilisation sur de plus en plus de moteurs.

Toutefois, l'utilisation des barrières thermiques ne suffit plus pour garantir la résistance des chambres de combustion aux températures toujours plus hautes dans les parties chaudes des moteurs. A partir des années 1990, les barrières thermiques commencent à être percées par laser pour laisser passer un flux d'air refroidissant la surface de la couche céramique ainsi que le système complet par diffusion thermique le long des parois des trous de refroidissement. Ces trous dont le diamètre peut varier de 0,4 mm à 1,1mm et dont l'angle de perçage par rapport à la surface du superalliage peut atteindre 20° sont ajoutés sur les nouveaux moteurs. Leur nombre varie entre 1000 et 25000 trous en fonction des pièces et des moteurs.

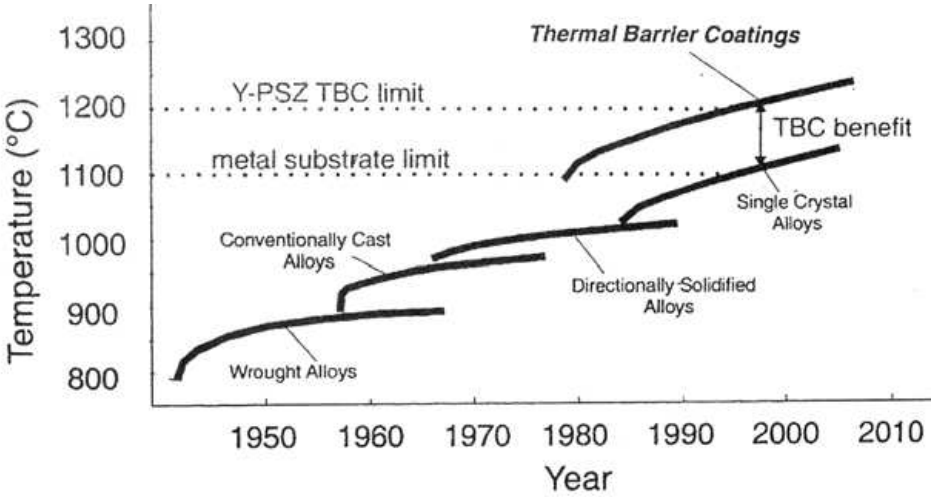



FIGURE 1 – Gain en température par l'amélioration des matériaux pour moteurs aéronautiques. D'après [Théry, 2007].

La réalisation de ces trous de refroidissement génère des zones critiques d'amorçage de fissure pouvant réduire considérablement la longévité des pièces.

Quelques études ont été menées sur l'effet des paramètres de perçage laser sur la fissuration (au niveau du métal ainsi que du dépôt). Sous l'effet du rayonnement laser, la matériau est chauffé, fondu puis vaporisé engendrant une pression qui expulse la matière liquide et gazeuse hors du trou. Dès l'arrêt du rayonnement, le liquide non éjecté se solidifie sur les parois du trou en formation. Le trou complet est alors formé par une succession de plusieurs impulsions laser enlevant petit à petit les matériaux constituant le système barrière thermique (céramique, couche d'accroche, superalliage). Des études expérimentales et des simulations numériques ont été effectuées pour comprendre l'interaction laser / matière et les endommagements résultants du perçage : fissuration dans le métal, fissuration à l'interface céramique/sous-couche. Bien que l'optimisation des paramètres de perçage, l'utilisation de nouvelles sources laser et l'optimisation des gaz d'assistances aient permis de réduire ces endommagements, il subsiste toujours une modification de la matière en bord de trou. Les études réalisées à ce jour se concentrent principalement sur l'optimisation du perçage et non sur la modification des matériaux constituant le système barrière thermique à percer. De plus, les analyses des trous percés par laser s'effectuent en coupe au milieu du trou, mais les endommagements, qui ne sont pas symétriques, n'ont pas été étudiés en 3D. Enfin, la majorité des études portant sur le perçage laser de barrières thermiques ne traitent que de l'aspect géométrique du trou et des endommagements à l'échelle du trou, mais pas des modifications mécaniques engendrées par le perçage en lui même.

Le travail de thèse présenté ici a été réalisé au Centre des Matériaux de l'école des Mines de Paris, situé à Évry, dans l'Essonne. Il fait parti d'un projet ANR Mat & Pro nommé ULTRA (Usinage par Laser des sysTèmes de Refroidissements en Aéronautique, numéro ANR-09-MAPR-001401) et s'inscrit dans un contexte industriel avec la participation de SNECMA, CRMA, Laser Métrologie et LASAG ainsi que le laboratoire PIMM (UMR CNRS 8006). Ce projet a pour objectif une meilleure maitrise du procédé de perçage laser selon deux axes principaux : d'une part, la conception et la réalisation d'une tête laser permettant la maitrise géométrique du trou et d'autre part une étude numérique et expérimentale visant à comprendre et prédire les phénomènes physiques mis en jeux lors du perçage. Cette thèse s'inscrit dans la deuxième partie. Elle porte sur la modification morphologique, mécanique et physico-chimique-chimique de la couche d'accroche de manière à réduire les endommagements lors du perçage laser et notamment la fissuration interfaciale. Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique. Il décrit la composition d'un système barrière thermique avec la présentation du superalliage Haynes 188, ainsi que les couches déposées pour assurer la protection thermique. De plus, le perçage laser des barrières thermiques et les phénomènes physiques mis en œuvre seront expliqués. Le deuxième chapitre est consacré aux méthodes de

fabrication et de caractérisation des échantillons utilisés dans cette étude. De plus, une description du laser de perçage et des moyens d'analyse des trous percés laser sont présentées. Le troisième chapitre consiste en la réalisation et la caractérisation d'échantillons de barrière thermique ayant des caractéristiques morphologiques, mécaniques et physico-chimiques spécifiques. Les modifications sont effectuées sur la sous-couche uniquement de manière à architecturer l'interface entre la céramique et la sous-couche. Pour cela, les paramètres de projection, le procédé de projection sont modifiés et des pré- ou post- traitements sont réalisés sur la sous-couche. Des mesures de rugosité, de dureté et la détermination de contraintes résiduelles permettent de différencier les différentes échantillons en fonction de leurs caractéristiques. Parmi ces échantillons, ceux qui présentent le plus grand intérêt sont sélectionnés pour être percés par laser dans la suite de l'étude. Le chapitre 4 s'intéresse à l'interaction laser / matière sur un échantillon de référence. Ce chapitre établi des bases de discussion sur les différents échantillons dans la suite de l'étude. Pour cela, l'effet d'une impulsion laser sur les différentes couches composant le système barrière thermique sont présentés. Puis, des perçages interrompus sont réalisés de manière à étudier l'influence de chaque impulsion ainsi que les phénomènes mis en jeu dans l'initiation et la propagation de la fissure à l'interface céramique / sous-couche. Enfin, des méthodes d'observation non destructives sont utilisées pour analyser les endommagements induites par le perçage laser en trois dimensions. Le cinquième et dernier chapitre présente l'étude de la fissuration interfaciale en fonction des différentes architectures d'interface créées dans le chapitre 3. Des observations en 2D puis en 3D décrivent les différences au niveau des endommagements induits par le perçage laser pour chaque échantillon. Ces résultats sont discutés de manière à décrire l'influence des caractéristiques morphologiques et mécaniques des barrières thermiques sur la fissuration interfaciale. Enfin, les contraintes résiduelles seront déterminées après perçage laser et comparées avec les données avant perçage laser pour déterminer comment le procédé de perçage modifie les contraintes résiduelles au sein du dépôt barrière thermique. La conclusion effectue la synthèse et discute les résultats de l'étude. Un bilan de l'influence de l'architecture d'interface sur le perçage laser est exposé de manière à pouvoir optimiser le dépôt de sous-couche pour limiter la fissuration interfaciale critique dès les premiers stades de la fabrication pour améliorer la durée de vie en service des pièces moteurs type chambre de combustion.

## Bibliographie

[Théry, 2007] Théry, P.-Y. (2007). *Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison β-(Ni,Pt)Al ou β-NiAl(Zr).* PhD thesis, Université Joseph Fourier-Grenoble.

# Liste des abréviations

| ABRÉVIATION | SIGNIFICATION |
|---|---|
| ANR | Agence Nationale pour la Recherche |
| APS | Air Plasma Spray ou projection plasma |
| BT | Barrière Thermique |
| C | Couche |
| CS | Cold Spray |
| CMAS | Calcium Magnésium, Aluminium, Silicates |
| EBPVD | Electron Beam Physical Vapor Deposition |
| EDM | Electrical Discharge Machining ou électro-érosion |
| EDX | Spectroscopie à rayons X à Dispersion d'Energie |
| HVOF | High Velocity Oxy-Fuel |
| IR | Infra Rouge |
| LASER | Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation |
| LPPS | Low Pressure Plasma Spraying |
| MEB | Microscope Électronique à Balayage |
| S | Substrat |
| SC | Sous-couche |
| TGO | Thermally Grown Oxyde |
| VPS | Vacuum Plasma Spray |
| RD | Diffraction des Rayons X |
| ULTRA | Usinage par Laser des sysTèmes de Refroidissements en Aéronautique |
| ANR | Agence Nationale pour la recherche |

# Liste des notations

| NOTATION | SIGNIFICATION | UNITÉS |
|---|---|---|
| $A$ | Aire du spot LASER | $\mathrm{cm}^2$ |
| $C_{pl}$ | Capacité calorifique massique moyenne à $T_f$ | $\mathrm{J.kg}^{-1}.\mathrm{K}^{-1}$ |
| $d_{crit}$ | Diamètre critique | $m$ |
| $E$ | Énergie d'une impulsion LASER | $J$ |
| $I$ | Concentration du faisceau LASER | $W.\mathrm{cm}^{-2}$ |
| $P_p$ | Puissance crête du faisceau LASER | $W$ |
| $t$ | Durée d'une impulsion LASER | $s$ |
| $T$ | Température | °C |
| $v_{particules}$ | Vitesse des particules | $m.\mathrm{s}^{-1}$ |
| $\lambda$ | Conductivité thermique à $T_{amb}$ | $\mathrm{W.m}^{-1}.\mathrm{K}^{-1}$ |
| $\rho$ | Densité | $\mathrm{g.\ m}^{-3}$ |

# Chapitre 1

# Bibliographie

## Sommaire


1.1 Introduction . . . . . **13**
1.2 Le turboréacteur et son fonctionnement . . . . . **14**
1.3 Le système barrière thermique . . . . . **15**
1.3.1 Description et composition du système barrière thermique . . . . . 15
1.3.1.1 Substrat : superalliage . . . . . 16
1.3.1.2 Sous-couche : MCrAlY . . . . . 16
1.3.1.3 Couche d'Oxyde intermédiaire . . . . . 17
1.3.1.4 Couche : Zircone Yttriée . . . . . 17
1.3.1.5 Système barrière thermique industriel . . . . . 17
1.4 Les méthodes de dépôt par projection de poudre . . . . . **18**
1.4.1 La projection plasma . . . . . 18
1.4.1.1 Principe du procédé . . . . . 19
1.4.1.2 Projection plasma appliquée aux barrières thermiques . . . . . 20
1.4.2 La projection Cold Spray . . . . . 22
1.4.2.1 Principe du procédé . . . . . 22
1.4.2.2 Conditions d'obtention d'un dépôt cold spray . . . . . 22
1.4.2.3 Projection cold spray appliquée aux barrières thermiques . . . . . 24
1.5 La caractérisation des systèmes barrière thermique . . . . . **25**
1.5.1 Observation par imagerie 3D . . . . . 25
1.5.2 La morphologie . . . . . 26
1.5.3 Contraintes résiduelles . . . . . 26
1.5.4 L'adhérence des systèmes barrières thermiques . . . . . 27
1.5.4.1 Définition . . . . . 27
1.5.4.2 Traction . . . . . 28
1.5.4.3 Flexion 4 points . . . . . 28
1.6 Le perçage des systèmes barrières thermiques . . . . . **28**
1.6.1 Les procédés laser . . . . . 28
1.6.2 Les procédés de perçage laser . . . . . 29
1.6.2.1 Historique du perçage laser d'un matériau . . . . . 29
1.6.2.2 Les différents types de perçage laser . . . . . 30
1.6.2.3 L'interaction laser matière . . . . . 30
1.6.2.4 Influence des paramètres laser sur le trou formé . . . . . 32
1.6.3 Perçage laser appliqué aux systèmes barrières thermiques . . . . . 35
1.6.3.1 Morphologie du trou obtenu dans un système barrière thermique . . 35

1.6.3.2 Influence des paramètres sur le perçage des systèmes barrières thermiques . . . 35
1.7 Conclusion . . . **38**
Bibliographie . . . **38**

## 1.1 Introduction

Les moteurs aéronautiques sont des systèmes très complexes soumis à de nombreuses contraintes. Les parties chaudes telles que les chambres de combustion sont soumises à des températures extrêmes (supérieur à 1100°C en sortie de chambre de combustion) et doivent être protégées pour ne pas se dégrader de manière prématurée. Les différentes pièces composant les parties chaudes sont principalement soumises à des contraintes thermiques liées aux cycles d'un moteur : le décollage et l'atterrissage sont des phases où le moteur fonctionne à fort régime et où les températures sont les plus élevées. On considère en général qu'un cycle pour le moteur correspond à un vol soit un décollage et un atterrissage. En raison des différents trous réalisés sur les chambres de combustion, la température vue par les différentes parties composant une chambre de combustion varie de plus de 1100°C à moins de 1000°C, ce qui engendre de fort gradients thermiques et un risque non négligeable de fissuration et de brûlure. Des matériaux avec une haute résistance mécanique et thermique, nommés superalliages ont été conçus spécialement pour les parties chaudes des moteurs d'avion. Pour protéger ces alliages et améliorer leur longévité, des barrières thermiques ont été spécialement développées pour réduire les altérations liées aux contraintes thermiques et à l'augmentation de la température de fonctionnement. Toutefois, certaines atmosphères telles que les déserts ou les zones volcaniques, qui sont riches éléments pouvant former des oxydes de type CMAS (calcium, magnésium, aluminium, silicates) [Chen and Zhao, 2015]. Ces derniers fondent à des températures de 1200°C environ et pénètrent dans les porosités du dépôt de céramique protectrice. En se solidifiant, ils provoquent une diminution de la protection thermique de la céramique et engendrent un écaillage de celle-ci.

Ces superalliages et les barrières thermiques associées ont évolués de manière à être toujours plus performants et à mieux résister mécaniquement aux températures intenses liées à la combustion. Cette évolution s'est déroulée selon quatre axes :

- La microstructure et la composition des superalliages ont été optimisées. Ces alliages métalliques sont principalement composés de nickel, de cobalt et de chrome. Des éléments d'alliage tels que l'alumimium, le fer ou le tungstène ont été ajoutés et la quantité de chaque élément a été optimisée.
- La géométrie des pièces aéronautiques a été modifiée de manière à réduire les zones de concentration de contraintes et améliorer la tenue mécanique des pièces.
- L'ajout d'une barrière thermique a permis la réduction de la température vue par le superalliage d'environ 100°C. Elle consiste en une couche d'accroche métallique (à base de Nickel) et une couche de céramique (zircone yttriée).
- Des trous de refroidissement ont été ajoutés sur l'ensemble superalliage et barrière thermique de manière à faire circuler un film d'air froid à la surface de la céramique, réduisant encore la température vue par le superalliage. Ces trous mesurant entre 500µm et 1mm de diamètre peuvent être réalisés par divers procédés dont le perçage jet d'eau, laser ou encore par électro-érosion (le perçage est alors réalisé avant le dépôt de barrière thermique). Ces trous sont orientés et dispersés autour de la pièce selon des motifs répétitifs qui diffèrent pour chaque pièce. Le choix a été fait d'étudier le perçage par laser qui est le plus souvent utilisé par les industriels de l'aéronautique de part sa rapidité et la possibilité de percer la céramique et le métal en même temps.

Les barrières thermiques présentent une zone de fragilité située à l'interface entre couche de céramique et la couche métallique. Lors du perçage par laser, cette zone est endommagée par la propagation d'une fissure au niveau de cette interface comme cela est illustré sur la figure 1.1. Cette fissure semble se propager au niveau des pics du profil morphologique de la sous-couche.

Cette étude porte sur deux de ces axes d'amélioration : l'optimisation du dépôt de barrière thermique via la modification de la sous-couche et l'optimisation des paramètres de perçage laser par percussion du système complet.

Ce chapitre traite du système barrière thermique défini comme l'ensemble comprenant le substrat (superalliage) et le revêtement de barrière thermique. Dans un premier temps, le système complet sera présenté en décrivant les différentes couches le composant et les spécificités de chacune d'elles. Puis, les moyens de réalisation des dépôts de barrière thermique seront détaillés. Un état de l'art sera fait

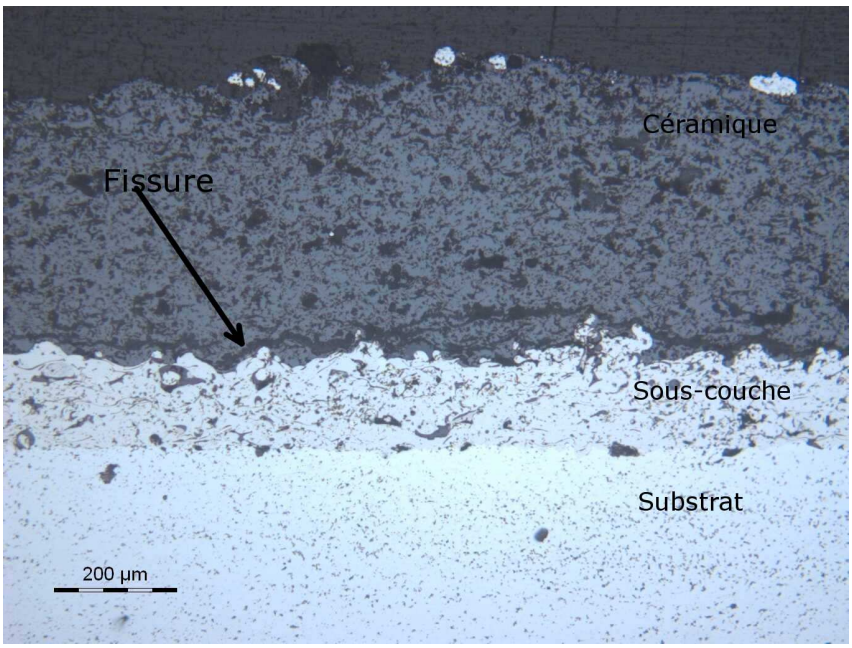



FIGURE 1.1 – Fissuration interfaciale dans la barrière thermique

sur différentes études portant sur les dépôts de barrière thermique et leurs propriétés morphologiques et mécanique. Les techniques de caractérisation de ses système seront présentées. Ensuite le procédé laser permettant le perçage de ses systèmes sera expliqué. Les endommagements induits par le perçage laser notamment la fissuration interfaciale seront détaillés. Les différentes techniques utilisées dans la réalisation de ces trous de refroidissement seront détaillées. Les études portant sur le perçage laser de matériaux aéronautiques et de systèmes barrières thermiques seront présentées. Pour assurer une bonne tenue mécanique et thermique des barrières thermiques sur le superalliage, le dépôt de barrière thermique doit être adhérent sur l'alliage métallique. La dernière partie de ce chapitre sera donc consacrée à la présentation des études liées aux propriétés d'adhérence des dépôts et plus particulièrement des barrières thermiques.

## 1.2 Le turboréacteur et son fonctionnement

Avant de détailler les matériaux et les barrières thermiques utilisés dans les turboréacteurs, il est nécessaire d'expliquer le fonctionnement de ce type de moteur ainsi que la localisation des pièces chaudes dont les matériaux sont étudiés par la suite.

Les turboréacteurs sont utilisés sur la plupart des avions de lignes. Le principe de fonctionnement peut s'expliquer en sept grandes étapes :

- De l'air froid entre dans le réacteur au niveau de la prise d'air (où sont localisées les aubes de fan).
- Une partie de cet air est injectée dans la partie centrale du moteur et l'autre partie part autour de cette zone centrale. Ce type de moteur est nommé moteur à double flux.
- Cet air est mis sous pression par le compresseur basse pression, puis par le compresseur haute pression.
- L'air ainsi compressé est envoyé dans la chambre de combustion. C'est là que se produit le mélange carburant / air et où ce mélange est enflammé.
- La combustion engendre une augmentation de chaleur et une dilatation du gaz présent dans la chambre de combustion. Cette dilatation est à l'origine de la force de poussée servant à la propulsion de l'avion.
- Le gaz (composé d'air et de produits de combustion) est expulsé hors de la chambre de combustion vers la turbine haute pression. Cette turbine est alors mise en mouvement.
- La turbine étant fixée sur le même axe que les aubes de fan et les compresseurs à l'entrée du moteur,

ceux-ci sont aussi entrainés par le mouvement de la turbine.
- Le deuxième flux, passant autour de la partie centrale est propulsé par des aubes et fourni une deuxième force de poussée.

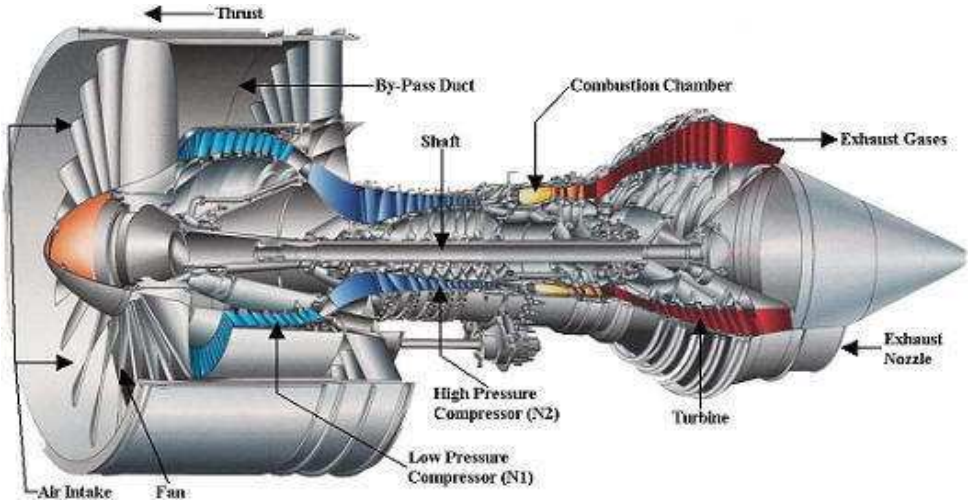



FIGURE 1.2 – Coupe d'un turboréacteur avec la localisation des parties chaudes et froides. Source : CRMA

La figure 1.2 illustre les éléments qui composent les turboréacteurs en spécifiant les zones froides en bleu et les zones chaudes en rouge. Les parties chaudes du moteur sont donc principalement composées de la chambre de combustion et des aubes de turbine.

## 1.3 Le système barrière thermique

### 1.3.1 Description et composition du système barrière thermique

Les barrières thermiques sont utilisées depuis une trentaine d'années dans le secteur aéronautique afin de protéger les superalliages des hautes températures auxquelles ils sont soumis lors du fonctionnement d'un moteur. Elles sont présentes sur les parties chaudes des turbomachines telles que les chambres de combustion.

Les systèmes barrière thermique pour application aéronautique sont soumis à des températures pouvant atteindre 1100°C. Outre leur fonction de protection thermique, ces systèmes limitent aussi l'oxydation et la corrosion à chaud des pièces. La microstructure et la composition chimique de chaque système barrière thermique sont adaptées aux conditions d'utilisation des pièces.

Les barrières thermiques utilisées sur les parties fixes et sur les parties mobiles diffèrent par leur épaisseur et les procédés utilisés pour leur fabrication. Les épaisseurs de barrière thermique varient entre 0,2 mm pour les barrières thermiques des aubes de turbine jusqu'à 0,5 mm pour les barrières thermiques des chambres de combustion. En fonction de son épaisseur, le revêtement des barrières thermiques peut réduire la température vue par le superalliage jusqu'à 300°C (ce $\Delta T$ dépend aussi des propriétés thermique, chimique et de la porosité de la couche de céramique) [Tricoire, 2005][Stöver and Funke, 1999].

Un "système" barrière thermique est composé de plusieurs couches comme cela est représenté dans la figure 1.3 :
- Le superalliage, dénommé "substrat". Il est principalement composé de nickel, de cobalt et de chrome.
- Une couche métallique intermédiaire nommée "sous-couche" ou "couche d'accroche", de composition proche de celle du superalliage. Elle permet une meilleure adhérence de la couche céramique et améliore la tenue à l'oxydation à chaud du substrat.
- Certaines barrières thermiques, notamment celles réalisées en EB-PVD sont composées d'une couche d'oxyde située entre la sous-couche et la couche céramique. Cette couche participe à la protection contre l'oxydation du superalliage métallique ainsi qu'à son adhérence.

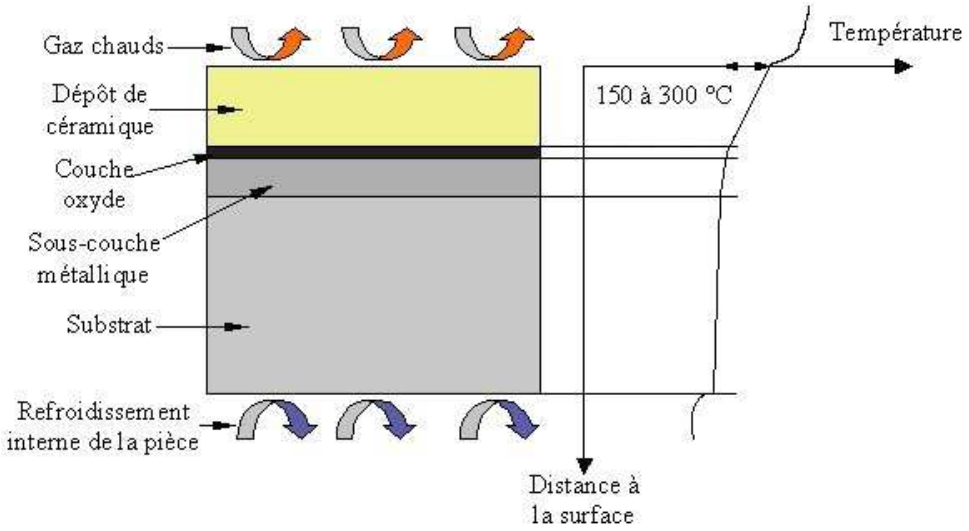



FIGURE 1.3 – Schéma de principe d'un système barrière thermique. D'après [Tricoire, 2005]. Les épaisseurs de chaque couche ne sont pas représentatives.

– Une couche de céramique poreuse et thermiquement isolante.

Ces différentes couches sont détaillées dans les paragraphes suivants.

#### 1.3.1.1 Substrat : superalliage

La composition du substrat dépend des applications envisagées. Dans le milieu aéronautique, on retrouve des superalliages base nickel de type inconel ou René111 ainsi que des superalliages base cobalt tels que le Haynes 188. Ces alliages sont sélectionnés pour leurs points de fusion élevés, pour leurs stabilités cristallographiques à haute température, ainsi que pour leurs propriétés mécaniques.

Le superalliage utilisé dans cette thèse, est le Haynes 188. Sa composition est donnée dans le tableau 1.1. Il est principalement composé d'une matrice austénitique $\gamma$ ainsi qu'une phase $\gamma'$ en solution solide. On peut noter la présence de carbone qui se manifeste sous la forme de carbure au niveau des joints de grain du superalliage.

| éléments | Co | Ni | Cr | W | Si | C | La | Fe | Mn |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| % massique | 39[a] | 22 | 22 | 14 | 0,35 | 0,10 | 0,03 | 3* | 1,25* |

Tableau 1.1 – composition chimique de l'alliage Haynes 188. [a] complément pour 100%, * Maximum. [Source : Haynes International, Juillet 2004]

La température en surface de cet alliage ne doit pas excéder 1100°C afin de ne pas modifier sa microstructure.

#### 1.3.1.2 Sous-couche : MCrAlY

Cette couche sert d'intermédiaire entre le substrat et la couche céramique. Les propriétés chimiques, thermiques et mécaniques doivent être comprises entre celles du substrat et celles de la céramique. Elle doit contenir de l'aluminium pour la formation de la couche d'alumine protectrice. Cette couche est classiquement obtenue par projection plasma (APS) d'une poudre de MCrAlY, M représentant Ni et/ou Co. La composition de la poudre est choisie pour obtenir une sous-couche avec une morphologie particulière (porosité, infondus, oxydes, rugosité, et...) ainsi que des propriétés thermiques spécifiques. Un exemple est donné par T. Taylor [Taylor and Walsh, 2004] dans un article où il compare l'effet de la composition de la sous-couche sur le coefficient de dilatation thermique en faisant varier la composition de nickel, de cobalt, de chrome, d'aluminium, d'yttrium et de molybdène. Le résultat montre une forte influence de la concentration en cobalt qui s'explique par la modification des phases présentes dans la sous-couche en

fonction de la teneur en éléments d'alliage. Certaines études comme celle de K. Khor [Khor et al., 1999] démontrent l'intérêt d'utiliser un gradient de composition pour améliorer la tenue mécanique du système. Ce gradient peut être obtenu à partir de poudres composites ou de poudres commerciales mélangées. Ce type de dépôt permet de supprimer l'interface entre la couche de MCrAlY et la couche de zircone yttriée.

#### 1.3.1.3 Couche d'Oxyde intermédiaire

Certaines sous-couches subissent un traitement thermique pour faire croître à leur surface une couche d'oxyde. L'épaisseur de cette couche est de l'ordre de quelques micromètres d'épaisseur. Elle est principalement composée d'oxydes d'aluminium. Elle est présente dans les barrières thermiques appliquées sur les aubes de turbines et améliore la tenue mécanique de la couche de céramique. Les barrières thermiques déposées sur les chambres de combustion ne possèdent pas de couche d'oxyde à l'interface entre la sous-couche et la couche de céramique. En effet, bien qu'il soit possible de générer une couche d'oxyde à la surface d'un dépôt plasma de MCrAlY, elle n'est pas nécessaire pour garantir une bonne durée de vie au dépôt de céramique. D. Naumenko montre que le mode de rupture à l'interface couche d'oxyde / céramique est principalement d'origine mécanique et se situe au niveau des pics de rugosité de la couche d'oxyde (identiques au pics de rugosité de la sous-couche [Naumenko et al., 2009]).

#### 1.3.1.4 Couche : Zircone Yttriée

La céramique utilisée pour la couche de protection thermique est une zircone yttriée. La zircone est bien connue pour ces applications barrières thermiques car elle présente un point de fusion très haut (2715°C), un coefficient de dilatation thermique élevé pour une céramique ( supérieur à $8.10^{-6}K^{-1}$) et une faible conductivité thermique (inférieure à $2Wm^{-1}K^{-1}$, mais cette valeur dépend de la porosité de la couche de zircone). L'ajout d'yttrine ($Y_2O_3$) permet de stabiliser la phase tétragonale de la zircone après refroidissement et retour à température ambiante. La quantité d'yttrine utilisée dans le domaine aéronautique est d'environ 8%. Cette limite est fixée par le compromis entre les propriétés souhaitées et le coût de l'yttrine (dix fois plus cher que la zircone).

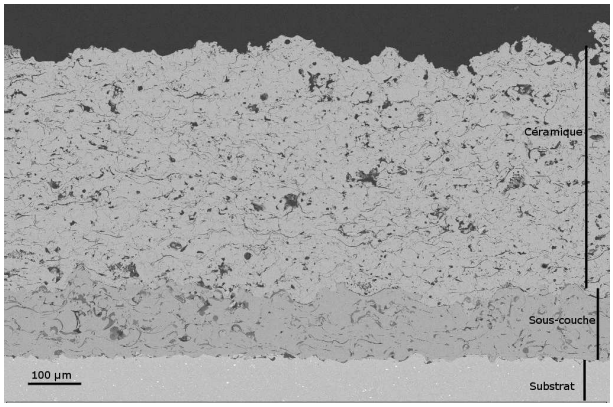
#### 1.3.1.5 Système barrière thermique industriel

Il existe deux principaux types de système barrière thermique :

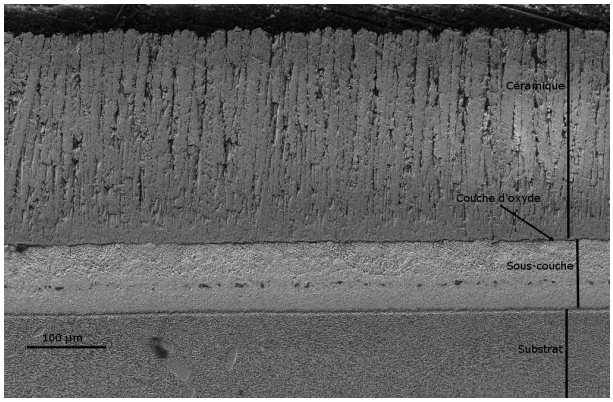
- Les barrières thermiques réalisées dans une enceinte sous vide par EBPVD. L'EBPVD (Electron Beam Physical Vapor Deposition) est un procédé de réalisation de dépôts épais (quelques centaines de micromètres maximum). Il s'agit d'un dépôt obtenu en phase gazeuse permettant la réalisation de microstructures colonnaires. Ce type de dépôt est notamment utilisé sur les aubes de turbine. Ces barrières thermiques possèdent une sous-couche en NiAl(Pt) ainsi qu'une couche d'interdiffusion entre le substrat (un superalliage monocristallin) et la sous-couche.
- Les barrières thermiques réalisées à l'air par projection plasma. Il s'agit d'un procédé de projection thermique à partir de poudres. Les particules projetées sont fondues et se solidifient au contact du substrat formant un dépôt lamellaire. Ce type de dépôt est utilisé sur les chambres de combustion.

La figure 1.4 illustre les différences des barrières thermiques obtenues avec les deux procédés de projection.

Il y a deux paramètres importants concernant la réalisation de la couche de céramique. Elle doit dans un premier temps avoir une faible conductivité thermique pour jouer son rôle d'isolant thermique. De plus, son coefficient de dilatation thermique ne doit pas être trop différent de celui du substrat afin de limiter les contraintes internes qui favorisent la ruine du système lors du fonctionnement du moteur. En effet, lors des phases de décollage et d'atterrissage, les parties chaudes des moteurs subissent des brusques variations de température entrainant des contraintes thermiques. La sous-couche, quant à elle, a la fonction d'intermédiaire entre la couche de céramique et le substrat. La présence de cette sous-couche permet de limiter le risque de fissuration de la céramique. Elle doit adhérer au substrat et présenter une surface sur laquelle la céramique aura la meilleure tenue mécanique pour protéger le substrat des atmosphères agressives.




(a) Dépôt plasma




(b) Dépôt EBPVD

FIGURE 1.4 – Différents types de barrières thermiques (observation MEB)

## 1.4 Les méthodes de dépôt par projection de poudre

Il existe plusieurs méthodes de dépôt par projection de poudre dont la projection plasma sous air ou sous vide, la projection cold spray (sans fusion des particules de poudre), la projection HVOF (High Velocity Oxygen Fuel). Une des grandes différences entre ces méthodes de dépôt est la température atteinte par les particules de poudre.

La figure 1.5 illustre la position des différents procédés de projection en fonction des conditions de projection (température du gaz, vitesse des particules). La projection plasma est le procédé dont la température d'utilisation peut être la plus haute, permettant de fondre des composés à haut point de fusion tels que les céramiques. Le procédé cold spray, quant à lui, présente les vitesses de projection les plus hautes permettant une adhérence mécanique des particules de poudre sans fusion[Rolland, 2010].

La technique de projection thermique la plus utilisée dans la fabrication de barrières thermiques pour application chambre de combustion est la projection plasma sous air (cette technique sera décrite plus précisément dans le paragraphe suivant). La couche céramique est exclusivement réalisée par ce procédé. Pour la sous-couche, il est possible d'utiliser d'autres procédés de projection thermique tels que la projection HVOF et la projection cold spray. Ces dernières techniques, ne sont pas encore industrialisées pour cette application.

### 1.4.1 La projection plasma

La projection plasma est le procédé de référence pour la réalisation de dépôts barrière thermique pour chambre de combustion.

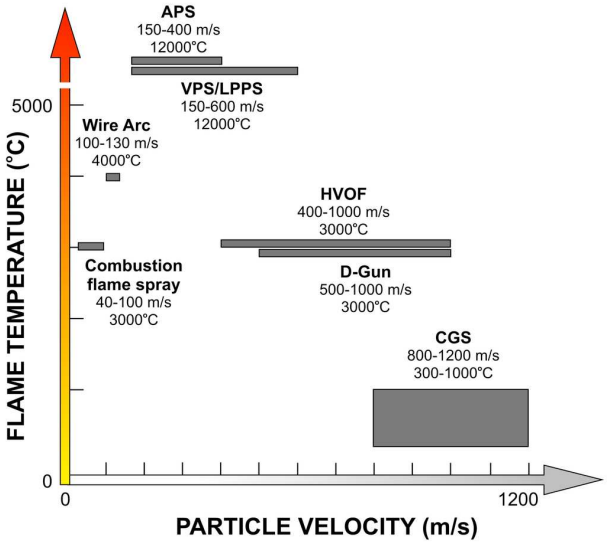



FIGURE 1.5 – Comparaison de la vitesse et de la température des particules projetées pour différents procédés de projection thermique. D'après [Oksa et al., 2011]

#### 1.4.1.1 Principe du procédé

Le procédé de projection plasma schématisé dans la figure1.6 peut être décomposé en cinq étapes :

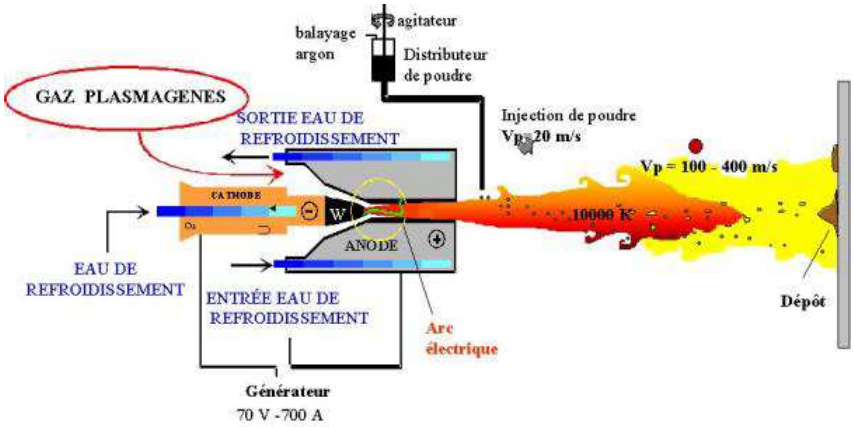



FIGURE 1.6 – Schéma de principe du procédé de projection plasma. D'après [Fataoui, 2007]

- La génération d'une source de chaleur et d'énergie cinétique créées par un arc électrique de forte intensité entretenu entre une anode et une cathode au sein d'une tuyère refroidie. Les gaz plasmagènes (argon, azote ou hélium, purs ou en mélange) présents entre ces deux électrodes sont ionisés par l'arc électrique et créent un plasma thermique. Ce milieu fluide est conjointement accéléré ou "soufflé" en passant à travers la tuyère.
- L'injection de la poudre. Il existe plusieurs méthode d'injection de la poudre dans le plasma. L'une d'elle consiste à injecter les particules au niveau de la sortie de la tuyère afin qu'elles soient propulsées par le plasma.
- Le transport des particules. Au contact du plasma, les particules sont chauffées et fondues. Le flux les transportent à grande vitesse en direction du substrat. La vitesse des particules et leur état physico-chimique dépend de la température du plasma et des paramètres d'injection de la poudre dans le plasma (vitesse, angle...).
- L'impact des particules et la construction du dépôt. Au contact du substrat, les particules de poudre s'étalent sur la surface et se solidifient en formant des lamelles. L'étalement des particules dépend notamment de la vitesse et de la température des particules ainsi que de la rugosité et de l'oxydation

du substrat. Après le recouvrement du substrat par une première couche de particules, l'impact se produit entre des particules de poudres fondues et les lamelles solidifées. Le dépôt possède donc une structure lamellaire anisotrope.

#### 1.4.1.2 Projection plasma appliquée aux barrières thermiques

De nombreuses études portent sur les caractéristiques morphologiques ainsi que sur l'adhérence (à chaud et à froid) des systèmes barrières thermiques (sous-couche et céramique). Dans un premier temps, il est nécessaire de réaliser des dépôts plasma de sous-couche et de céramique aux propriétés souhaitées. L. Li démontre par exemple que la granulométrie de la poudre de zircone yttriée (à composition identique) a une influence sur la porosité du dépôt de céramique et par conséquent sur sa dureté et sa durée de vie en cyclage thermique[Li and Belov, ]. De plus, la modification de la poudre de zircone via l'utilisation de poudres nanostructurées permet après projection plasma supersonique d'obtenir des dépôts de céramique plus résistants à la fissuration interlaméllaire. En effet, Y. Bai décrit des dépôts de zircone yttriée nanostructurées sur sous-couche plasma de CoNiCrAlY présentant une meilleure adhérence interlaméllaire que les dépôts obtenus avec une poudre classique. Cette caractéristique permet à ces dépôts d'avoir une conductivité thermique plus faible (1,6 W/m.K contre 2,0 W/m.K pour le dépôt non nano-structuré). Toutefois, ils s'écaillent plus rapidement lors des cyclages thermique car ils fissurent plus facilement au niveau de la couche d'oxyde entre la sous-couche et la couche de céramique [Bai et al., 2013].

Pour améliorer l'adhérence de la couche de céramique, il est aussi possible de modifier la sous-couche. La rugosité de la sous-couche est une caractéristique influente sur la tenue mécanique de la couche de céramique. M. Bozorgnezhad Nobijari montre ainsi par des essais de plots collés que l'augmentation de la rugosité de la sous-couche améliore l'adhérence de la couche de céramique (augmentation de l'adhérence de 10MPa pour une rugosité passant de 9 à 21µm) [Nobijari et al., 2013]. Les ruptures obtenues peuvent être cohésives (dans le dépôt de céramique), adhésive (à l'interface entre les deux dépôts) ou une combinaison des deux (mixte). Ces constatations ont été observées sur d'autres dépôts plasma (dépôt NiAl sur substrat Ti6Al4V) par F. Bahbou [Bahbou and Nylén, 2005]. Il explique l'amélioration de l'adhérence (mesurée par essais de traction) par l'augmentation de la force d'ancrage de la lamelle lorsque la particule arrive sur un pic de rugosité. Il est donc primordial de maitriser la rugosité de la sous-couche pour anticiper la tenue mécanique de la couche de céramique.

Le mode de rupture des barrières thermique a été étudié à chaud (cyclage thermique) et à froid (traction, flexion 4 points). Le mode principal de rupture s'est révélé être cohésif. Une étude du mode de rupture des barrières thermique à froid (traction et flexion 4 points) a été réalisée par Y. C. Zhou sur des dépôts de zircone yttriée sur sous-couche NiCrAlY. Il s'avère que les ruptures obtenues sont exclusivement adhésives. Lors des essais de flexion 4 points, une fissuration verticale est observée avant que la fissure à l'interface céramique / sous-couche ne soit initiée [Zhou et al., 2002]. Une étude du mode de rupture des barrières thermiques à chaud (par cyclage thermique a été réalisé par K.W Schlichting [Schlichting et al., 2003]. Il décrit les différents modes de rupture d'un système barrière thermique avec sous-couche plasma de NiCoCrAlY et substrat en superalliage base nickel. Il est conclu de cette étude que la rupture se produit dans la couche d'oxyde et dans la céramique, au niveau des pics de rugosité de la sous-couche, comme illustré dans la figure 1.7. Le mode de rupture des systèmes barrières thermiques est donc essentiellement adhésif.

Pour améliorer la tenue mécanique des dépôts de zircone yttriée, une solution étudiée a été la réalisation de gradients pour accommoder les écarts de propriétés (notamment mécaniques) entre la sous-couche métallique et la couche céramique. Cette méthode, outre la disparition de l'interface, devrait permettre de modifier la répartition des oxydes et de réduire la sensibilité à la fissuration du système (à chaud comme à froid). Z.L. Dong a notamment étudié des dépôts plasma formés par des gradients de composition entre une sous-couche base nickel et une couche céramique en zircone. Il a obtenu un dépôt à partir de cinq mélanges de compositions différentes. La structure obtenue ne présente pas d'interface franche entre chaque couche. L'utilisation du gradient de composition lui a permis de doubler l'adhérence du dépôt mesuré par traction à froid(17,8MPa contre 9,3MPa pour un dépôt bi-couche). La figure 1.8 illustre le

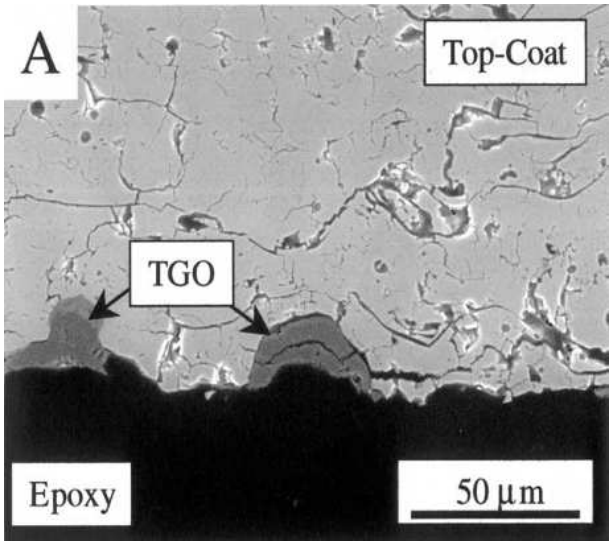



FIGURE 1.7 – Illustration des fissures dans la céramique et dans la couche d'oxyde. D'après [Schlichting et al., 2003]

dépôt plasma à gradient de composition obtenu par Z.L. Dong [Dong et al., 1999].

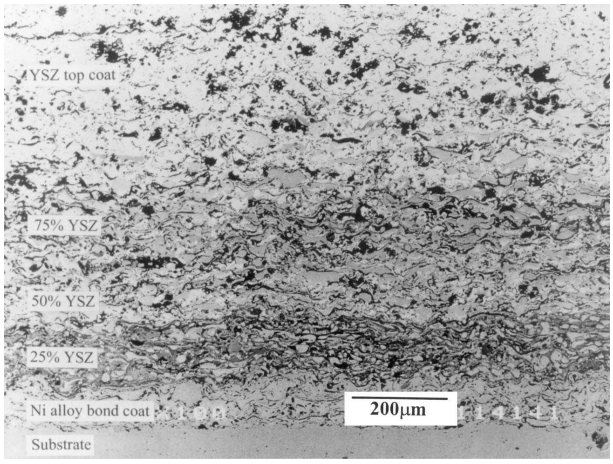



FIGURE 1.8 – Coupe micrographique d'un dépôt plasma avec gradient de composition. D'après [Dong et al., 1999]

De plus, ces dépôts ne présentent pas d'interface physique et les propriétés mécaniques (dureté, module d'Young) ne présentent pas de variation brusque au niveau de l'interface, mais une variation progressive sur tout le dépôt de sous-couche. Cette propriété est mise en évidence par W. Hu [Hu et al., 1998] sur des dépôts à gradient de composition $Ni/ZrO_2$ et par K. A. Khor sur des dépôts de barrière thermique avec variation de composition de la sous-couche entre 100% NiCoCrAlY et 100% $ZrO_2$-$Y_2O_3$ en 5 couches [Khor et al., 1999].

L'utilisation de gradients de composition modifie aussi les contraintes résiduelles incluses dans le matériau. O. Kesler [Kesler et al., 1998] montre ainsi, par une analyse de contraintes résiduelles par la méthode des neutrons, que pour un dépôt à gradient de composition NiCrAlY/zircone yttriée, les contraintes résiduelles varient de 50 MPa entre la couche 100% NiCrAlY et la couche 100% zircone (passant de 350 à 300 MPa en traction en fonction de la quantité de MCrAlY dans la zircone yttriée).

L'utilisation d'un gradient de composition représente une solution très intéressante pour améliorer la tenue mécanique d'un dépôt à froid (traction, flexion 4 points [Zhou et al., 2002]). Les ruptures obtenues sont principalement cohésives [Dong et al., 1999] [Khor and Gu, 2000] et non adhésives comme les dépôts de céramique sur sous-couche MCrAlY industrielle.

### 1.4.2 La projection Cold Spray

La projection par gaz froid, dite cold spray est un procédé assez récent découvert par des scientifiques russes. Il est défini comme tel : "procédé permettant de réaliser des dépôts en exposant un substrat métallique ou diélectrique à un jet à haute vitesse (300 à 1200 m/s) de petites particules (1-50 µm) accélérées au moyen d'un écoulement supersonique d'un gaz comprimé" [Papyrin et al., 2007].

#### 1.4.2.1 Principe du procédé

Contrairement aux autres procédés de projection de poudre, la projection cold spray ne fond pas les particules pendant le vol. Un gaz porteur (en général azote ou hélium) est comprimé dans une buse formant une tuyère de Laval. Celle-ci a pour effet l'accélération supersonique du gaz grâce à sa géométrie de type "convergent / divergent". Les particules solides sont injectées dans le flux gazeux et sont accélérées par celui-ci lors de la détente du gaz après le passage au niveau du divergent. Le gaz porteur peut être chauffé jusqu'à 800°C de manière à augmenter encore la vitesse des particules (pouvant dépasser 1000m/s, selon les équipements et les paramètres de projection). Bien que les particules soient chauffées au contact du gaz, le temps de trajets des particules est suffisamment faible pour que la température des particules reste toujours très inférieure à leur température de fusion. Le principe du procédé de projection cold spray est illustré dans la figure 1.9.

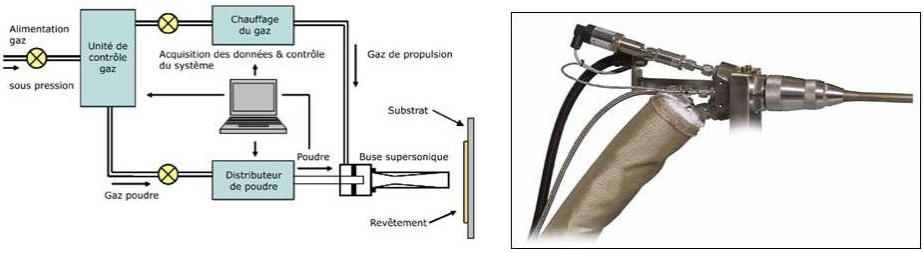



FIGURE 1.9 – Schéma de principe du procédé de projection cold spray. Source : http ://traitementsetmateriaux.fr

Le transport des particules par le flux gazeux leur fournit une grande quantité d'énergie cinétique. Lors de l'impact sur le substrat, celles-ci se déforment plastiquement, permettant leur adhésion. L'énergie cinétique libérée ne permet pas la fusion des particules [Moridi et al., 2014]. Le procédé de projection cold spray est donc très intéressant pour les matériaux sensibles à l'oxydation. Ce procédé est principalement utilisé avec des poudres métalliques où à matrice métallique dans le cas des composites.

La granulométrie de la poudre (en général inférieure à 50µm), le débit de poudre, la vitesse des particules et leur température ont une influence directe sur la microstructure du dépôt ainsi que sur ces propriétés morphologiques et mécaniques. L'avantage de ce procédé est l'absence d'oxydation du dépôt, le faible taux de porosité et le faible échauffement du substrat. Toutefois, ce procédé peut générer de fortes contraintes résiduelles en compression dans la partie supérieure du substrat et dans le dépôt.

#### 1.4.2.2 Conditions d'obtention d'un dépôt cold spray

Les premières études menées sur le procédé cold spray ont été consacrées à la compréhension de l'adhésion des particules, à l'influence des conditions de projection et d'impact, puis à la modélisation notamment des écoulements [Raletz, 2005][Kairet, 2007]. De ces nombreuses études, il ressort que les paramètres les plus importants pour l'obtention d'un dépôt sont la vitesse des particules et leur température.

En effet, le concept de vitesse critique (vitesse minimale des particules à partir de laquelle une adhésion sur le substrat est possible) a été le sujet de nombreuses recherches expérimentales et numériques [Fukanuma et al., 2006], [Grujicic et al., 2003] et [Giraud, 2014]. Il s'avère que pour des vitesses trop

faibles, les particules rebondissent sur le substrat provoquant une abrasion par déformation du substrat (formation de cratères). La figure 1.10 présente la notion de vitesse critique. La vitesse critique dépend de la poudre utilisée, de sa température lors de l'impact, de l'oxydation des particules ainsi que du substrat sur lequel le dépôt est effectué.

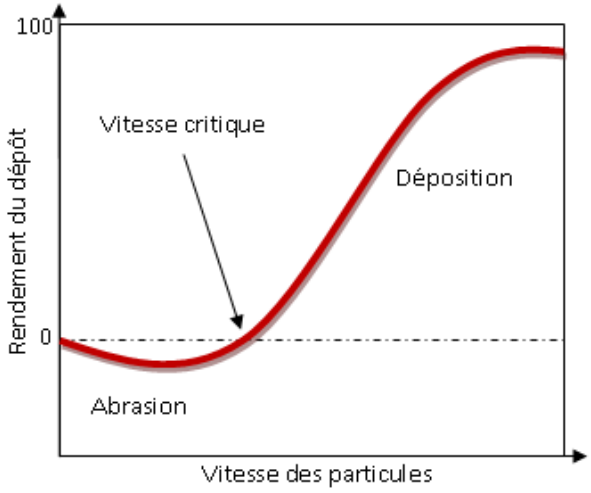



FIGURE 1.10 – Schéma définissant la vitesse critique . D'après [Rolland, 2010]

Pour une densité de matière donnée, la taille des particules est très importante pour obtenir une bonne adhésion des particules sur le substrat, toujours en relation avec la vitesse atteinte à l'impact. En effet, T. Schmidt [Schmidt et al., 2006] a montré qu'une taille de particule de minimum 10µm était nécessaire pour l'adhésion des particules. De plus, il a établi que cette taille minimale dépendait de la conductivité thermique du matériau et de sa masse volumique via la formule suivante :

$$d_{crit} = 36 \times \frac{\lambda}{C_p \times \rho \times \nu_{particules}} \tag{1.1}$$

Les principales hypothèses permettant d'expliquer l'adhésion des particules par projection cold spray sont la formation d'une zone de mélange à froid au niveau de l'interface particule / substrat dans le cas où les particules projetées ainsi que le substrat sont métalliques. Grujicic explique ce mécanisme via le passage de la matière à l'état visqueux au niveau de l'interface [Grujicic et al., 2003]. La vitesse des particules au moment de l'impact génèrerait une instabilité impliquant ce passage à l'état visqueux. Cette instabilité peut s'observer dans certains cas en coupe micrographique via la formation d'un tourbillon (vortex). Certains auteurs évoquent le passage par un état fondu à l'interface en relation avec les forces de frottement lors du déplacement rapide et sous-pression de la particule en contact avec le substrat.

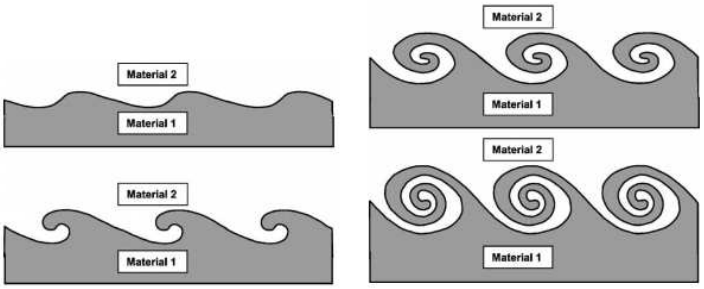



FIGURE 1.11 – Schéma de l'évolution des instabilités à l'interface substrat (matériau 1) / particule (matériau 2). D'après [Grujicic et al., 2003]

Une autre hypothèse est l'adhésion mécanique liée à la déformation et l'ancrage des particules soumises aux impacts répétés (martelage). Les impacts répétés des particules les unes sur les autres et sur le substrat

réaliseraient selon Y. Danlos [Danlos, 2009] un compactage du dépôt et renforcerai les liaisons à l'interface substrat / particule. Ce processus serait d'autant plus important que la projection se fait sur un substrat ductile. Lors de la projection des couches supérieures, ce martelage rendrait plus adhérentes les couches inférieures. Ce phénomène est aussi observé par D. Giraud [Giraud, 2014] via une différence de densité entre les couches inférieures et les couches supérieures par exemple dans le cas d'un dépôt d'aluminium sur substrat PA6,6 (figure 1.12).

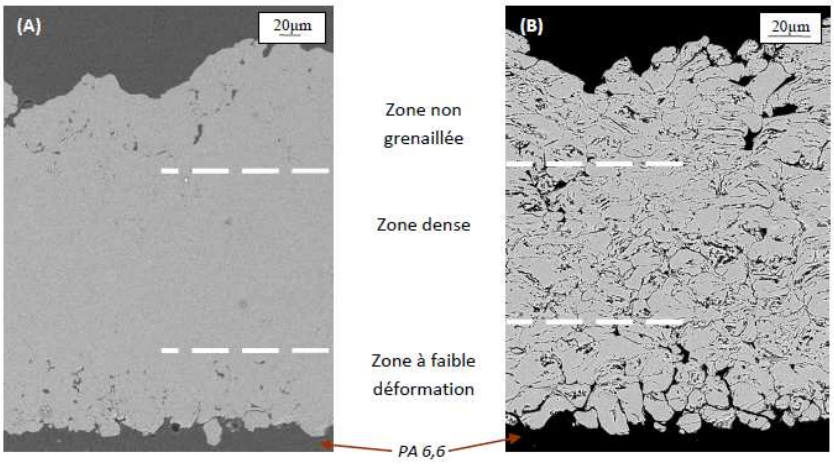



FIGURE 1.12 – Observation MEB de la densification de couches à cause de l'impact des couches supérieures. D'après [Giraud, 2014]

L'adhérence du dépôt peut aussi s'expliquer par un phénomène de diffusion chimique à l'interface entre les particules et le substrat. Ce mécanisme a notamment été étudié par S. Guetta [Guetta, 2010]. Une adhérence par diffusion est très dépendante de l'oxydation des particules de poudre, une couche d'oxyde en surface se comportant comme une barrière de diffusion entre les éléments constituants la poudre de ceux du substrat.

#### 1.4.2.3 Projection cold spray appliquée aux barrières thermiques

Le procédé de projection cold spray a depuis quelques année été étudié comme moyen de projection de sous-couche MCrAlY pour barrière thermique. Dans un premier temps, les conditions nécessaires pour la réalisation de dépôts de MCrAlY ont été analysées. T. Stoltentoff [Stoltenhoff et al., 2002] a notamment expliqué que vu la difficulté de déformer plastiquement ces matériaux, une haute vitesse d'impact est nécessaire pour obtenir un dépôt. Une vitesse suffisante (environ 1000 m/s) peut être obtenue en utilisant de l'hélium comme gaz de projection.

Par la suite, Y. Ichikawa [Ichikawa et al., 2007] a étudié la réalisation d'un dépôt de CoNiCrAlY sur un substrat en inconel 625 par le procédé cold spray. Il a obtenu un dépôt très dense comme illustré sur la figure 1.13. Une analyse EDX au niveau de l'interface a montré que la composition chimique entre le dépôt et le substrat varie de manière linéaire. Cette variation est probablement le signe d'une liaison métallurgique du dépôt.

Les propriétés des dépôts de MCrAlY ont aussi été étudiées par L. Xiang Bo [Bo, 2009] via l'analyse de la microstructure et de la dureté d'un dépôt de NiCoCrAlY projeté sur un substrat en acier. La microstructure obtenue montre une forte déformation plastique des particules lors de l'impact. De plus, le dépôt obtenu est dense même si des petites porosités sont visibles (la porosité est très faible en comparaison d'un dépôt plasma). Une analyse par diffraction des rayons X montre qu'aucune modification de phase ne s'est produite durant le dépôt et que les particules ne se sont pas oxydées. D'un point de vue mécanique, la microdureté varie dans l'épaisseur du dépôt, illustrant le martelage des particules des couches supérieures sur les couches inférieures.

Les barrières thermiques étant soumises à des hautes températures, l'oxydation de ces dépôts a été étu-

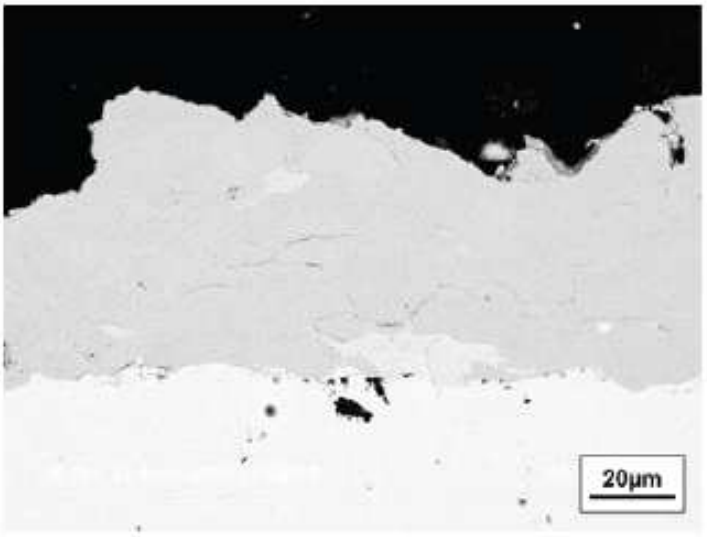



FIGURE 1.13 – Observation MEB d'un dépôt de CoNiCrAlY par cold spray. D'après [Ichikawa et al., 2007]

diée. T. Niki [Niki et al., 2008] a montré la résistance à l'oxydation des dépôts cold spray de CoNiCrAlY comparé aux dépôts LPPS (Low Pressure Plasma Spraying) : l'épaisseur de la couche d'oxyde après plus de 500 heures de vieillissement est multipliée par deux pour les dépôts cold spray et par cinq pour les dépôts LPPS. W. R. Chen a complété cette étude via un travail sur l'oxydation du système complet [Chen et al., 2010]. L'auteur a comparé la couche d'oxyde formée à l'interface sous-couche / céramique pour des sous-couche plasma, HVOF et cold spray. Il s'avère que la croissance de la couche d'oxyde ne suit pas la même évolution pour une barrière thermique avec sous-couche APS (3 étapes linéaires) et HVOF ou cold spray (croissance concave). De plus, les fissures obtenues aux interfaces après exposition à haute température sont plus élevées pour les systèmes barrières thermique avec sous-couche APS que pour celle avec une sous-couche cold spray. Ainsi, l'utilisation d'une sous-couche cold spray améliorerait la durabilité des systèmes barrières thermiques.

Ces études, décrivant les dépôts cold spray de MCrAlY et les comparant aux dépôts plasma ne traitent cependant pas de la sensibilité à la fissuration de ces dépôts. De plus, l'amorçage et la propagation de fissure n'ont pas été étudiés. L'utilisation du procédé cold spray en remplacement du procédé plasma pourrait-il réduire la fissuration induite par un perçage par laser ?

## 1.5 La caractérisation des systèmes barrière thermique

### 1.5.1 Observation par imagerie 3D

La majorité des méthodes d'observation des barrières thermiques sont limitées à deux dimensions (coupe micrographique, vue de dessus, fractographie). Depuis une vingtaine d'années, les techniques d'imageries se sont perfectionnées, permettant d'observer en 3 dimensions des dépôts voir de suivre l'évolution de la matière en cours d'essais mécaniques ou thermiques. La radiographie X en est l'un des plus grand exemple. L'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) a d'ailleurs consacré une ligne de lumière à l'imagerie par microtomographie ou laminographie [Boller et al., 2010].

Cette technique d'analyse a notamment été utilisée pour étudier des barrières thermique EBPVD [Maurel et al., 2012]. L'observation 3D non destructive permet aussi de visualiser des défauts tels que des fissures sans endommager l'échantillon. De plus, la tomographie permet d'analyser en volume les dépôts obtenus par projection thermique. O. Amsellem a notamment mis en évidence les avantages de la tomographie pour l'étude des dépôts plasma. Il a pu observer la répartition de la porosité et la microstructure en 3 dimensions et se servir des données obtenues pour reconstituer numériquement un dépôt [Amsellem et al., 2012].

### 1.5.2 La morphologie

La morphologie de la sous-couche est une caractéristique importante pour l'adhérence de la couche de céramique. Cette morphologie est souvent étudiée à travers la rugosité et notamment le Ra. La rugosité de la sous-couche peut être modifiée via l'utilisation de poudres de granulométries différentes. Ainsi, M. bozorgnezhad utilise des poudres de CoNiCrAlY de granulométrie variant entre 10-38µm et 45-90µm et obtient des dépôts de sous-couche avec un Ra compris entre 9µm et 21µm [Nobijari et al., 2013]. L'auteur détermine aussi par des essais de traction que l'augmentation de la rugosité conduit à une augmentation de l'adhérence (de 20 à 30MPa).

D'autres paramètres ont aussi été étudiés par R. Eriksson pour caractériser la rugosité de la sous-couche (dont Rq, Rc, Rp, Rv, Rsk et Rku) [Eriksson et al., 2013]. Ces paramètres décrivent entre autre l'espacement entre les pics, la profondeur maximale des vallées, la hauteur maximale des pics et la répartition des pics et des vallées. Pour obtenir des sous-couches avec des rugosités différentes, des poudres de NiCrAlY de granulométries croissantes ont été projetées par projection plasma sous vide (VPS). La tenue mécanique des échantillons réalisés est testée par la modélisation d'endommagements par cyclage thermique et il en ressort que les barrières thermiques ayant une rugosité faible (Ra=6,6µm, Rp=19,2µm et Rsk=0,012) résistent moins au cyclage thermique que les échantillons avec une rugosité forte (Ra=9,7µm, Rp=27,0µm et Rsk=0,43) : 502 cycles pour la rugosité faible contre 850 pour la rugosité forte.

Ainsi, la rugosité de la sous-couche a un effet non négligeable sur la tenue mécanique et thermique de la couche de céramique sur la sous-couche.

### 1.5.3 Contraintes résiduelles

La projection thermique génère lors de la fabrication des dépôts, des contraintes résiduelles d'origine thermique : d'une part à cause de la trempe des particules fondues lors de l'impact avec le substrat et d'autre part lors du refroidissement de la couche. Les contraintes liées à la trempe sont toujours en traction. Les contraintes liées au refroidissement dépendent des coefficients de dilatation thermique des particules et du substrat. Il existe différentes méthodes permettant de déterminer les contraintes résiduelles dans un dépôt dont la méthode de la courbure [Kesler et al., 1998], la diffraction des rayons X [Kesler et al., 1998], la diffraction des neutrons [Matejicek et al., 1999], la méthode du trou incrémental [Montay et al., 2002] et la simulation numérique [Seo and Na, 2004]. La méthode du trou incrémental permet d'obtenir des valeurs de contraintes résiduelles en fonction de la profondeur dans le matériau. Cette méthode est beaucoup utilisée sur les dépôts de type barrière thermique.

Un des premiers essais réalisés sur une barrière thermique complète est pratiqué par D.J. Greving en 1994 [Greving et al., 1994]. L'auteur teste plusieurs dépôts dont un dépôt plasma de NiCoCrAlY et de zircone yttriée sur un substrat en hastelloy. Il obtient un pic en compression (-150MPa) dans le substrat et un pic en traction (50MPa) dans la sous-couche. La couche de zircone est quand à elle en traction proche de la surface et proche de l'interface avec la sous-couche (25MPa). Les contraintes en compression dans le substrat ne proviennent pas d'une mise en compression par sablage. Toutefois, le substrat n'ayant pas été décontraint avant le dépôt, il est possible que ce dernier possède déjà un état de contraintes en compression avant le dépôt.

Cette méthode a été perfectionnée par la suite pour obtenir des profils avec une meilleure résolution (jusqu'à 20µm au lieu de 100µm pour la publication précédente). Cette précision permet d'étudier l'influence de certains paramètres comme la température de projection ou la composition du substrat sur la génération de contraintes résiduelles. Ainsi, G. Montay montre que pour un dépôt de zircone yttriée, la quantité de contraintes résiduelles varie de 150MPa en fonction de la température de projection (mesure à la surface du dépôt, pour un substrat en aluminium) et de 150MPa en fonction du substrat (mesure à l'interface substrat / dépôt pour un substrat en aluminium et un substrat en acier) [Montay et al., 2002].

Les contraintes résiduelles dépendent aussi du procédé de projection utilisé. C. R. C. Lima a réalise 4 échantillons ayant une composition de sous-couche et de couche de céramique différente (CoNiCrAlY et NiCoCrAlTaY pour la sous-couche et $ZrO_2$ avec 8% ou 20% de $Y_2O_3$ dans la couche). Les dépôts

de sous-couche sont réalisés par projection HVOF et la couche par projection plasma. Les profils de contraintes résiduelles obtenues montrent pour tous les échantillons un pic de traction dans la sous-couche (entre 500 et 700MPa), proche de l'interface avec la céramique. Un pic de compression est présent dans le substrat proche de l'interface avec la sous-couche (entre -250 et -375MPa). Ce pic s'explique par la mise en compression du substrat par sablage (-375MPa) et lors de la projection de la sous-couche [Lima et al., 2006].

La distribution des contraintes résiduelles peut aussi se faire à un niveau plus fin, entre les pics de rugosité de l'interface dépôt / substrat [Hsueh et al., 1999]. C.H. Hsueh développe un modèle numérique permettant d'estimer les contraintes résiduelles au niveau d'une interface rugueuse. Il met ainsi en évidence que les pics de rugosité sont contraints en traction (+50MPa) et les vallées en compression (-50MPa).

Ces contraintes résiduelles ont une influence sur la tenue mécanique des barrières thermiques. C. W. Clyne a notamment étudié l'effet des contraintes résiduelles sur d'adhérence de chaque couche formant un système barrière thermique [Clyne and Gill, 1996]. Il explique qu'il existe une relation entre l'état de contraintes résiduelles et l'énergie relaxée lors de la délamination du dépôt. La délamination apparait en général lorsque la combinaison des contraintes résiduelles et des contraintes générées par une sollicitation extérieure (thermique ou mécanique) dépassent la force d'adhésion du dépôt. De plus, il évalue l'énergie de rupture interfaciale pour différentes parties d'un système barrière thermique 1.14.

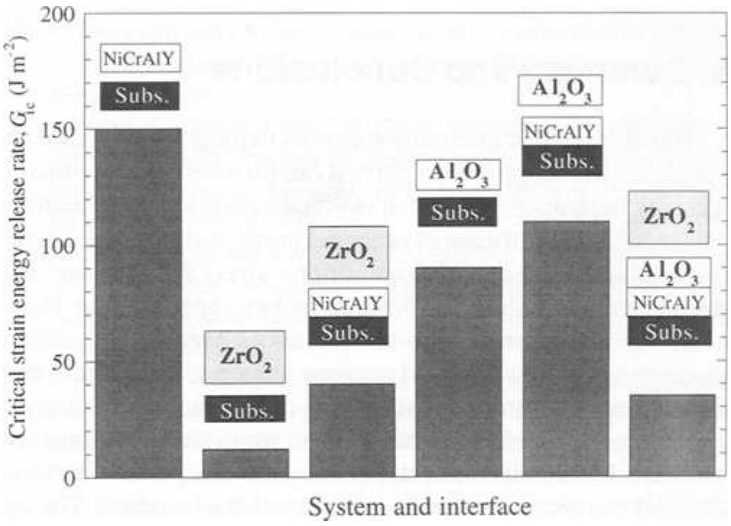



FIGURE 1.14 – Valeurs expérimentales de ténacité pour différentes interfaces d'un système barrière thermique. D'après [Clyne and Gill, 1996]

### 1.5.4 L'adhérence des systèmes barrières thermiques

#### 1.5.4.1 Définition

L'adhésion est définie par l'Américan Society or Testing and Materials (A. S. T. M.) comme étant la résultante des forces de liaison interfaciale. La mesure de l'adhésion correspond à l'énergie nécessaire pour rompre les liaisons à l'interface. L'énergie d'adhésion est la somme de toutes les interactions interatomiques physico-chimiques à l'interface. Selon Dupré, elle peut s'écrire grâce à la formule 1.2 avec $\gamma_D$ et $\gamma_S$ les énergies de surface du dépôt et du substrat et $\gamma_{DS}$ l'énergie de l'interface.

$$W_{Adh} = \gamma_D + \gamma_S - \gamma_{DS} \tag{1.2}$$

Cette valeur étant difficile à déterminer dans le cadre de dépôts, il est nécessaire de définir une notion plus adaptée : l'adhérence. Elle est définie comme l'énergie nécessaire pour séparer deux surfaces et l'énergie d'adhérence est souvent notée G.

La notion d'adhérence fait intervenir l'énergie de séparation entre deux surfaces, la déformation plastique, la microfissuration, le frottement entre les deux surfaces ainsi que les modifications microstructurales. La propagation d'une fissure à l'interface entre un dépôt et le substrat est liée à l'adhérence de la couche. On peut définir l'énergie nécessaire à la propagation de fissure $G_c$ à l'interface selon la formule 1.3 avec $W_{adh}$ l'énergie d'adhésion de l'interface et $W_{diss}$ l'énergie dissipée lors de la propagation de la fissure.

$$G_c = W_{adh} + W_{diss} \tag{1.3}$$

#### 1.5.4.2 Traction

Les essais de traction sont souvent réalisés pour déterminer l'adhérence à froid des dépôts réalisés par projection thermique dont les barrières thermiques. M. Bozoegnezhad en est un bon exemple [Nobijari et al., 2013]. Les essais de traction à froid se font par plots collés. Cette technique a pour avantage d'être très facile à utiliser, mais est limitée par la résistance de la colle utilisée. pour les barrières thermiques, la rupture se situe en générale au niveau de l'interface sous-couche / céramique. Cet essais est donc un bon moyen de caractérisation de la tenue mécanique de l'interface. La résistance à la traction de l'interface est comprise entre 10 et 30MPa en fonction des caractéristiques des deux couches (MCrAlY et $ZrO_2-Y_2O_3$).

#### 1.5.4.3 Flexion 4 points

Les essais de flexion 4 points permettent d'évaluer la résistance à la propagation de fissure de l'interface sous-couche / céramique. Ils consistent à mettre en flexion un échantillon revêtu dans lequel une préfissure a été réalisée à l'interface entre le substrat et le dépôt. A. Kucuk a comparé différents systèmes barrières thermiques en faisant varier l'épaisseur de la sous-couche et de la couche, la distance de projection et la température du substrat (essais réalisés par projection plasma). Il met en évidence qu'une augmentation de l'épaisseur de la sous-couche réduit la limite élastique en flexion du système barrière thermique (le module d'élasticité passe de 300MPa à 200MPa environ). Il explique ce phénomène par l'augmentation des contraintes résiduelles qui fragilisent les interfaces en augmentant le nombre de défauts dans la structure [Kucuk et al., 2000].

## 1.6 Le perçage des systèmes barrières thermiques

Pour assurer le refroidissement du système barrière thermique et une plus longue durée de vie des pièces moteur, des trous de refroidissement sont percés dans le système complet. La figure 1.15 montre un exemple de perçage effectué sur une chambre de combustion. Le nombre de trous varie en fonction des moteurs et des pièces. Pour les chambres de combustions, le nombre de trous de refroidissement peut dépasser les 20 000. Ces trous peuvent être percés par laser, jet d'eau ou électron érosion.

### 1.6.1 Les procédés laser

Les procédés laser utilisent un rayonnement lumineux généré par une source laser (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation). Le fonctionnement du laser est basé sur le passage d'un électron d'un niveau d'énergie à un autre. Le passage d'un électron à un niveau d'énergie supérieur peut se produire lorsque l'atome est soumis à un rayonnement lui apportant un certain niveau d'énergie. Ce phénomène s'appelle l'absorption. L'électron se trouve alors dans un état excité. Celui-ci peut revenir à son état fondamental en émettant un rayonnement. Cette désexcitation se nomme émission spontanée. Un électron préalablement excité soumis à un rayonnement peut se désexciter vers le niveau d'énergie fondamental en émettant lui aussi un rayonnement venant s'ajouter au rayonnement initial. On parle alors d'émission stimulée. Comme pour l'absorption, le passage d'un niveau d'énergie à un autre n'est possible que si l'énergie du rayonnement incident est similaire à la différence d'énergie entre les deux états électroniques. Ces variations d'énergie des électrons sont illustrées dans la figure 1.16.

FIGURE 1.15 – Exemple d'un perçage sur une chambre de combustion. Source CRMA

Lors de ce processus, une amplification s'opère car pour une particule élémentaire reçue, deux sont émises. Les rayonnements reçus et émis ont les mêmes caractéristiques (longueur d'onde, phase, polarisation, etc...) et sont donc cohérentes entre elles. Le faisceau lumineux ainsi généré est une lumière cohérente.

La naissance de l'amplification de lumière date de 1958 et le premier laser est mis au point en 1960 par T. H. Maiman. Depuis, de nombreuses applications ont été développées :

- Le soudage
- Le perçage
- La découpe
- Le choc laser
- Le rechargement laser
- La fabrication additive
- Le micro usinage
- Le traitement de surface
- Le durcissement surfacique
- Et même les traitements chirurgicaux...

Le choix du laser le plus adapté pour chaque application dépend du matériau usiné (métal, composite, polymère, etc...) et des caractéristiques du laser : intensité, durée d'interaction, comme décrit par C. Y. Yeo [Yeo et al., 1994] et dans la figure 1.17.

## 1.6.2 Les procédés de perçage laser

### 1.6.2.1 Historique du perçage laser d'un matériau

La réalisation d'un trou par un faisceau laser de puissance est le résultat d'une irradiation de la matière par un faisceau lumineux de haute intensité. Ce faisceau fond puis vaporise localement le matériau soumis au rayonnement. La vaporisation crée une pression locale qui éjecte la matière liquide et gazeuse hors du trou. Le perçage laser des matériaux aéronautiques est étudié depuis les années 1980. P. Forget [Forget et al., 1988] décrit le perçage laser d'un système barrière thermique en effectuant le perçage du côté du métal (puissance moyenne 400W, durée d'impulsion <1 ms). Bien que les trous étudiés soient réalisés à 90°, des microfissures sont observées entre la sous-couche et la céramique. Ces fissures mesurent environ 50µm. De plus, des microfissures sont visibles sur bords du trou. Ces premières observations mettent déjà en évidence la sensibilité de l'interface céramique/sous-couche à la fissuration lors du perçage laser.

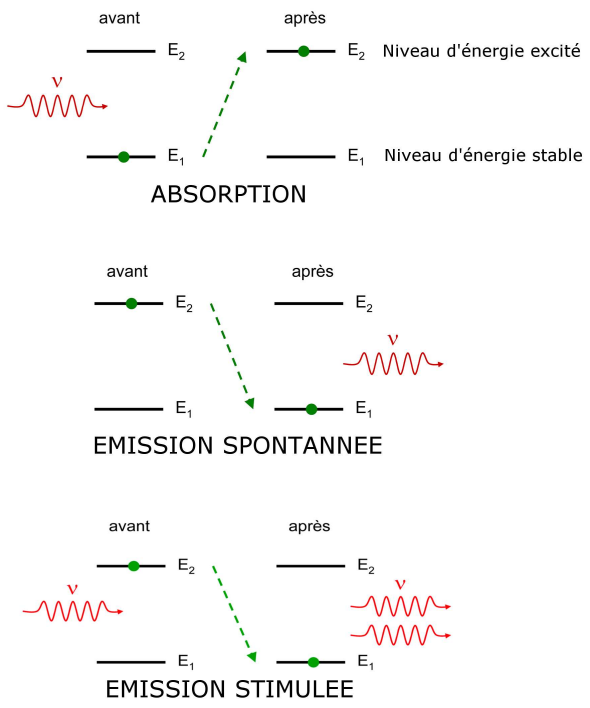



FIGURE 1.16 – Principe de l'absorption et de l'émission d'un rayonnement par un électron

#### 1.6.2.2 Les différents types de perçage laser

Il existe trois types de perçage laser qui sont schématisés dans la figure 1.18 :

- Le perçage continu. Le faisceau laser émet un rayonnement continu jusqu'à ce que le trou soit complètement percé.
- Le perçage par percussion. Plusieurs impulsions laser sont émises et focalisées sur la surface d'un matériau jusqu'au perçage complet (débouchant) du système. Quelques millisecondes suffisent pour réaliser un trou complet.
- Le perçage par trépanation. Il consiste en la réalisation d'un premier trou de dimensions inférieures à celles du trou souhaité puis d'une découpe sur le pourtour du trou primaire pour l'élargir et atteindre les dimensions finales. Cette méthode est plus longue que la précédente (une seconde environ contre une dizaine de millisecondes pour le perçage par percussion), mais permet d'obtenir des bords de trou plus réguliers et des diamètres de trou plus grands.

Seuls les perçages par percussion et par trépanation sont utilisés sur les pièces des moteurs aéronautiques. Cependant, la plupart des études portant sur le perçage laser se concentrent sur le perçage par percussion qui présente l'avantage d'être plus rapide (gain de temps et d'argent pour les utilisateurs) et qui permet de comprendre plus en détail l'interaction laser matière et les défauts engendrés par le procédé. Le perçage par trépanation présente l'avantage de nettoyer les bords du trou des défauts générés lors de la formation du premier trou. Ce "gommage" des défauts empêche l'observation et l'analyse des mécanismes précurseurs générés dès la formation du trou primaire.

#### 1.6.2.3 L'interaction laser matière

L'interaction entre le faisceau laser et la matière se déroule selon quatre étapes :

- l'absorption du faisceau par le matériau et la chauffe de celui-ci
- la fusion du matériau
- la vaporisation du matériau et l'éjection de la matière liquide et gazeuse hors du trou
- la production d'un plasma proche de la surface

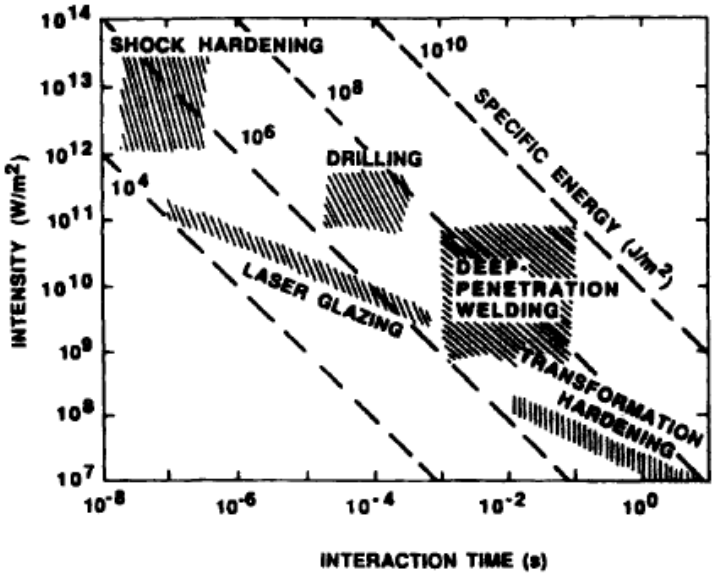



FIGURE 1.17 – Schéma décrivant les utilisations des lasers en fonction de leur intensité et de la durée d'interaction [Yeo et al., 1994].

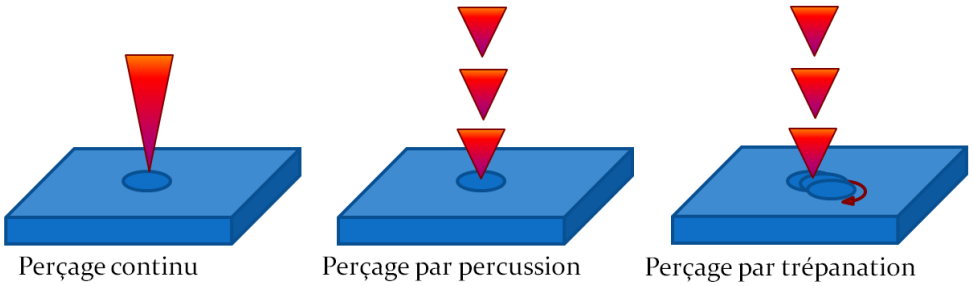



FIGURE 1.18 – Principes des différents types de perçages par laser.

Ces quatre étapes se produisent presque instantanément lors du contact entre le rayonnement laser et le matériau [Girardot, 2014] [Schulz et al., 2013]. La figure 1.19 donne un aperçu des phénomènes associés à ces quatre étapes.

L'augmentation de la température liée à l'absorption du faisceau laser par le matériau entraîne la fusion et la vaporisation de la matière. Cette dernière s'accompagne d'une augmentation de la pression dans le trou en formation. Cette pression nommée pression de recul entraîne l'éjection de la phase liquide hors du trou (réalisé lors de l'étape 3). La formation d'un trou par perçage laser est donc la résultante de deux phénomènes principaux : la vaporisation de la matière et l'éjection du matériau fondu sous l'effet de la pression de recul [Mostafa, 2011].

Le plasma produit par l'ionisation des vapeurs métalliques et céramiques absorbe ensuite une partie de l'énergie du faisceau laser (effet d'écran), avant qu'il n'arrive sur le matériau à fondre. Ceci peut entrainer une modification de l'interaction laser / matière et de l'homogénéité de l'enlèvement de matière qui en découle [Yeo et al., 1994]. Pour obtenir le perçage complet d'un matériau, la puissance laser et la durée et/ou le nombre d'impulsions doivent être suffisants pour entretenir la fusion et la vaporisation de la matière sur toute l'épaisseur du matériau.

Les trous formés par le perçage laser par percussion ont une morphologie très caractéristique : le diamètre d'entrée est supérieur au diamètre de sortie. Ainsi, le trou obtenu a une forme conique comme cela est représenté sur la figure 1.20, avec (a) le diamètre au milieu du trou, (b) l'épaisseur de la zone fondue et resolidifiée, (c) le diamètre de sortie du trou, (d) la profondeur du trou, (e) le diamètre d'entrée, (g) l'épaisseur des scories déposés sur la surface, ($\phi$) l'angle formé par le cone à l'entrée du trou et ($\alpha$)

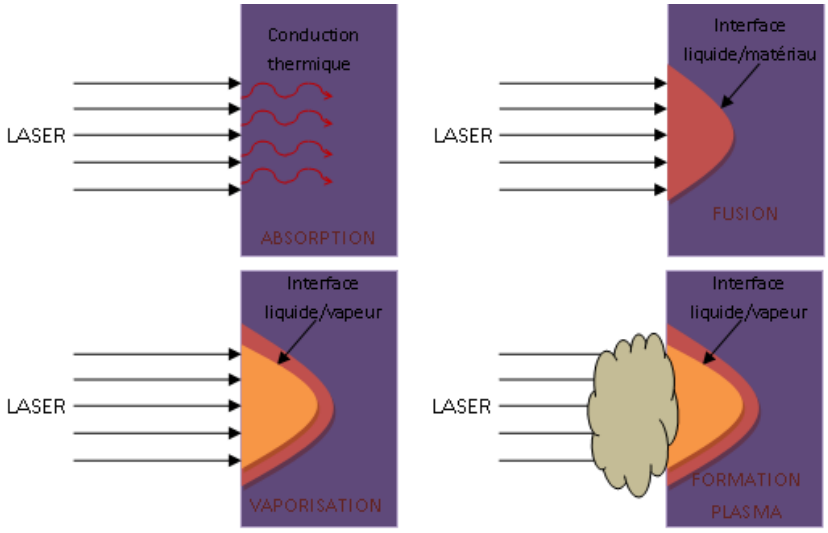



FIGURE 1.19 – Illustration des différentes étapes de réalisation d'un perçage laser.

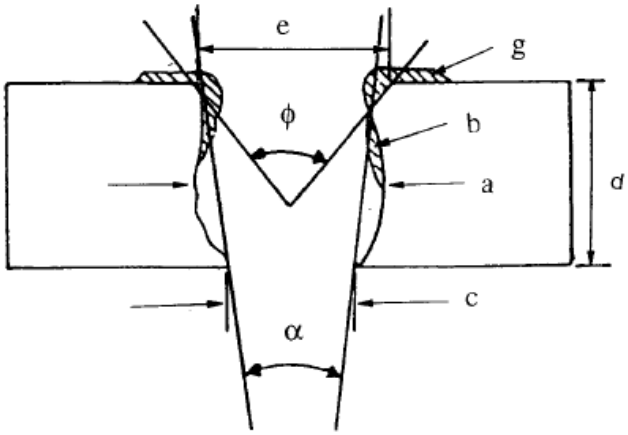



FIGURE 1.20 – Géométrie caractéristique d'un trou percé par laser. D'après [Yeo et al., 1994]

l'angle formé par le cone sur l'ensemble du trou. La forme conique provient de l'agrandissement du diamètre lors de l'éjection du gaz et du liquide hors du trou par l'entrée (tant que le trou n'est pas débouchant). Les bords du trou sont délimités par une zone fondue et resolidifée. Des scories sont en général visibles autour de l'entrée du trou.

Les bords des trous peuvent présenter des fissures à l'interface entre la zone fondue et le métal de base ainsi que des microfissures dans la zone fondue [Yeo et al., 1994]. Ces microfissures sont présentes sur tous les trous quelque soit la paramétrie de perçage utilisée comme le montre la figure 1.21. Elles seraient formées lors de la solidification du liquide non éjectée hors du trou [Sezer et al., 2006].

#### 1.6.2.4 Influence des paramètres laser sur le trou formé

**Énergie laser**

Pour obtenir un trou régulier, il est nécessaire de trouver le bon compromis entre l'énergie du laser, la durée d'impulsion et la fréquence entre deux impulsions. Ces trois paramètres sont reliés par la formule 1.4 avec $P_p$ la puissance crête en watts (W), E, l'énergie d'une impulsion en joules (J) et t la durée d'impulsion en secondes (s). Augmenter l'énergie E produit un trou plus large en entrée et une plus grande quantité de liquide. Une modification de la durée d'impulsion changera l'épaisseur de la couche

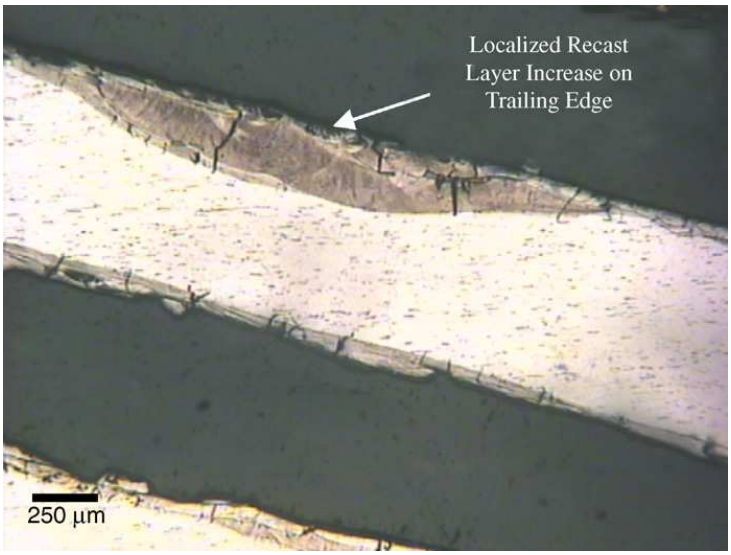



FIGURE 1.21 – Coupe micrographique d'un trou percé laser. Illustration des fissures en bord de trou. D'après [Sezer et al., 2006]

fondue resolidifée ainsi que la profondeur percée comme le montre les travaux illustrés par la figure 1.22.

$$P_p = \frac{E}{t} \tag{1.4}$$

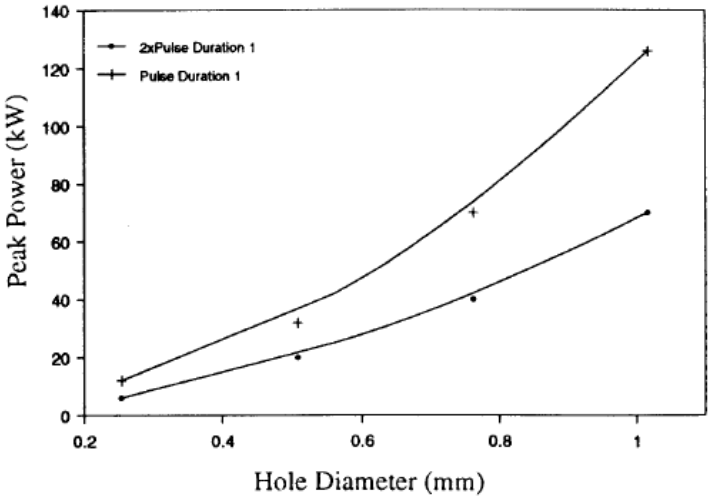



FIGURE 1.22 – Variation de la puissance laser en fonction du diamètre du trou. D'après [Yeo et al., 1994]

**Intensité du faisceau**

Un deuxième paramètre important est la concentration du faisceau sur la surface du matériau. Cette intensité du faisceau, notée I peut être déterminée par la formule 1.5, avec I en W/cm$^2$,et A l'aire du spot laser sur la surface, en cm$^2$.

$$I = \frac{P_p}{A} \tag{1.5}$$

**Focalisation sur la surface**

Pour une même puissance laser, plus le faisceau est focalisé, plus l'énergie apportée par unité de surface

au matériau est grande. L'énergie surfacique absorbée par le matériau est proportionnelle à l'énergie apportée par le laser par unité de surface, mais aussi de l'intensité absorbée et diffractée par le matériau (qui varie en fonction du matériau, de la longueur d'onde du laser [Schneider, 2006] et de l'état de surface du matériau). La focalisation du faisceau est un paramètre déterminant pour la forme et la profondeur du trou ainsi que la quantité de matière fondue et éjectée. De plus, la position du point de focalisation influe sur l'énergie surfacique apportée à la matière. La position du point de focalisation optimale a été étudiée par Yeo et John [Yeo et al., 1994]. Il s'avère que la position (distance et angle) du point de focalisation a un effet critique sur la forme et la profondeur du trou percé dans un matériau homogène (à paramètres égaux). Cette position optimale est située légèrement en dessous de la surface du matériau, de manière à obtenir une paroi de trou la plus régulière possible. La figure 1.23 illustre l'effet de la localisation du point de focalisation sur le perçage.

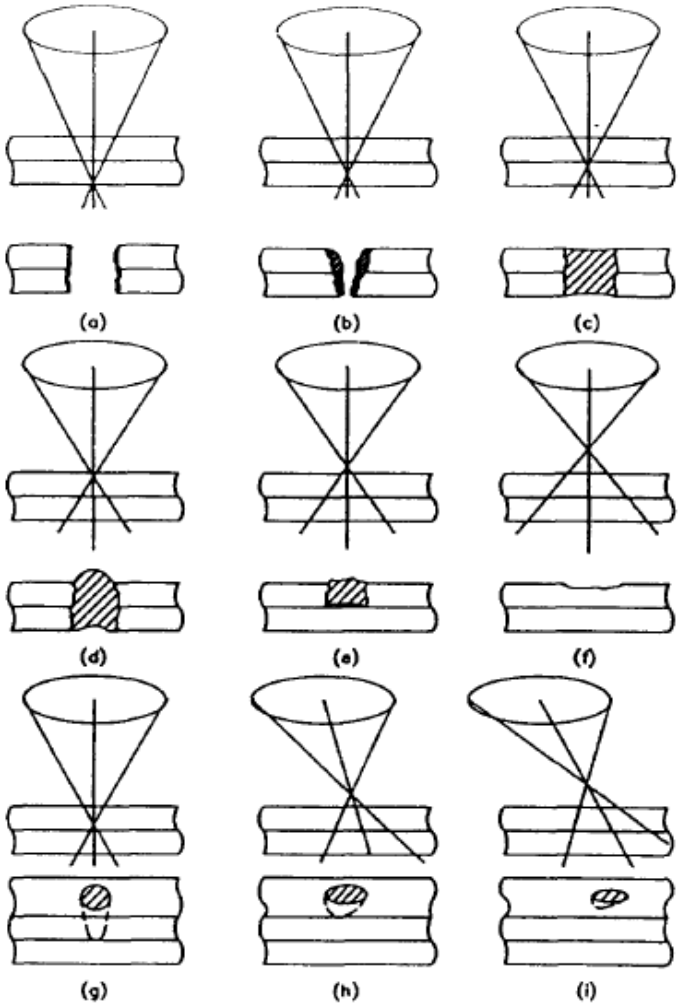



FIGURE 1.23 – Effet de la distance du point de focalisation sur la forme et la profondeur du trou formé. D'après [Yeo et al., 1994]

**Le gaz d'assistance**

Le dernier paramètre influençant la formation du trou est le gaz d'assistance. Durant le perçage, un gaz est envoyé de manière coaxiale au faisceau laser. Il a pour effet d'aider à l'éjection du liquide hors du trou et de protéger la buse et les optiques des vapeurs métalliques ou céramiques et des projections de particules liquides. Les gaz les plus utilisés sont l'air et l'oxygène. L'oxygène a pour principal avantage d'améliorer l'absorption du faisceau par la matière et la vaporisation de la matière en oxydant les parois du trou en cours de perçage. L'utilisation de l'oxygène pur permet donc d'améliorer le rendement du

perçage [Yeo et al., 1994]. Néanmoins, l'air ou des gaz inertes peuvent aussi être utilisés pour des raisons économiques ou sur des matériaux sensibles à l'oxydation. Dans le domaine des turbines à gaz, l'oxygène est le plus couramment utilisé.

### 1.6.3 Perçage laser appliqué aux systèmes barrières thermiques

#### 1.6.3.1 Morphologie du trou obtenu dans un système barrière thermique

Les trous formés dans un système multimatériaux présentent des variations de largeur le long du trou ainsi que des variations d'épaisseur de zone fondue comme en témoigne la figure 1.24.

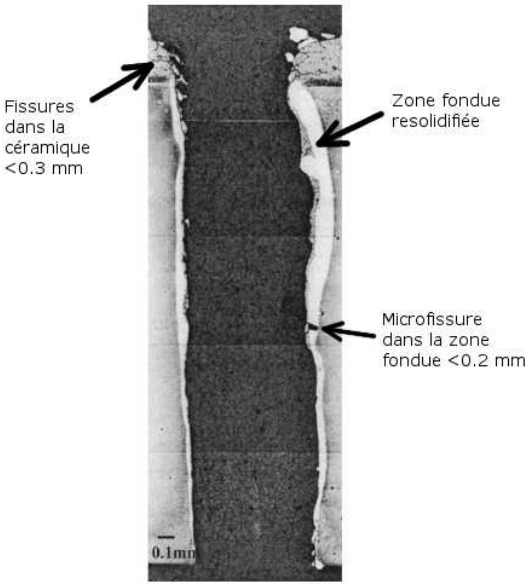



FIGURE 1.24 – Morphologie d'un trou percé à 90° dans un système barrière thermique. D'après [Corcoran et al., 2002]

Sur cette micrographie, des variations de la composition de la zone fondue sont visible, ainsi que des fissures dans la couche de céramique. Ces fissures, d'une longueur pouvant atteindre 0,3 mm sont localisées proche de l'interface avec la sous-couche. Des microfissures sont aussi présentes dans la zone fondue ressolidifé. Leur longueur excède rarement 0,2 mm.

Ce phénomène de fissuration est aggravé lorsque le trou est réalisé avec un angle d'incidence par apport à la surface du trou [Sezer and Li, 2009]. Des fissures pouvant atteindre plus d'un millimètre se propagent à l'interface sous-couche /céramique ainsi qu'à l'interface sous-couche / substrat. H. K. Sezer explique la formation de ces fissures par l'effet bras de levier exercé par la pression de recul dans le trou (figure 1.25).

La pression de recul exerce en effet une force sur le bord d'attaque (leading edge en anglais). Cette force appliquée sur la partie supérieure de la couche de barrière thermique génère des contraintes de traction au niveau de l'interface [Girardot, 2014]. Cet effet est amplifié lorsque l'angle d'incidence du perçage augmente.

#### 1.6.3.2 Influence des paramètres sur le perçage des systèmes barrières thermiques

Dans un premier temps, les études se sont concentrées sur la compréhension de phénomènes se déroulant durant le perçage puis sur l'effet de certains paramètres de perçage (puissance, angle, gaz d'assistance, etc...) sur les trous obtenus. A. Corcoran a étudié l'influence de la durée d'impulsion, de l'énergie, de la densité du dépôt et de la pression du gaz d'assistance [Corcoran et al., 2002] sur l'épaisseur de la zone fondue et resolidifiée et sur la microfissuration dans cette zone, ainsi que sur le fissuration à l'interface

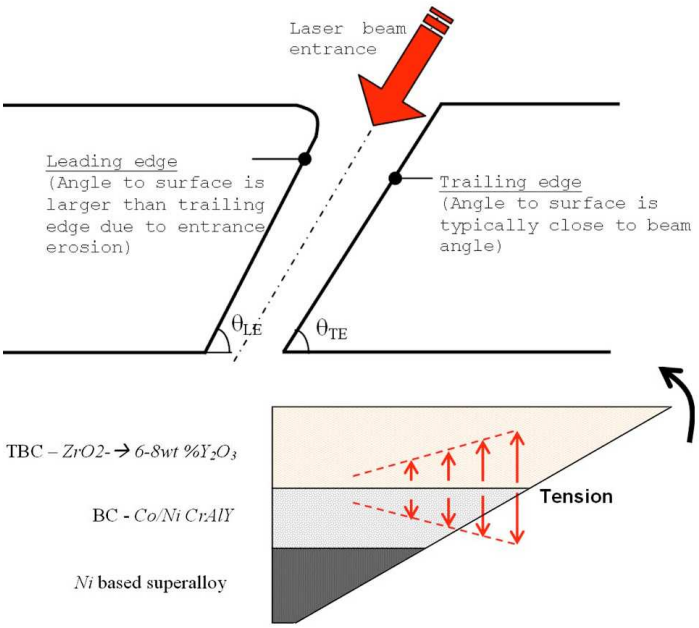



FIGURE 1.25 – Effet bras de levier conduisant à la fissuration intefaciale. D'après [Sezer and Li, 2009]

sous-couche / céramique (pour des trous à 90°). Il a mis en évidence que la microfissuration était dépendante de l'énergie de l'impulsion laser : diminution de la microfissuration avec l'augmentation de l'énergie (puissance crête et durée d'impulsion), mais augmentation de la fissuration interfaciale de la barrière thermique. L'augmentation de la durée d'impulsion permet en revanche une diminution de la microfissuration ainsi que de l'écaillage dû à la fissuration interfaciale. Les différentes configurations étudiées par A. Corcoran ne montrent pas de différence significative concernant la quantité de zone fondue.

K. T. Voisey [Voisey et al., ] a étudié l'effet de l'oxygène comme gaz d'assistance ainsi que la porosité de la couche de céramique sur la morphologie des trous et sur la quantité de matière éjectée et a déterminé que ces deux paramètres n'ont pas un effet significatif sur les trous obtenus.

Par contre, l'angle de perçage (angle formé par l'axe du faisceau laser et la surface du trou) a une grande incidence sur la délamination entre les différentes couches. En effet, plus l'angle d'incidence est faible, plus la délamination est grande (figure 1.26). Ce phénomène est en accord avec l'explication de H. K. Sezer concernant l'effet bras de levier sur la couche de céramique. [Sezer and Li, 2009] [Girardot, 2010] [Sezer et al., 2006].

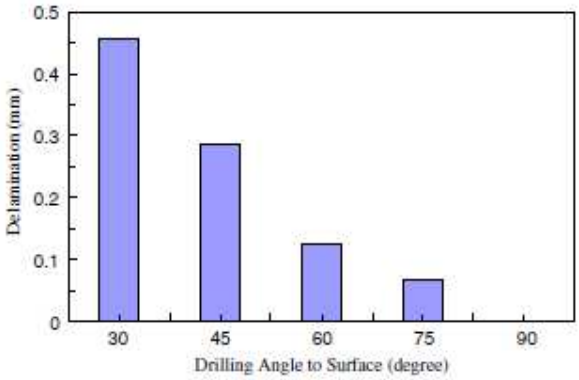



FIGURE 1.26 – Influence de l'angle de perçage sur la fissuration interfaciale. D'après [Sezer et al., 2006]

La fissuration dans la barrière thermique lors du perçage laser peut être liée à une rupture cohésive ou adhésive. Dans le premier cas, la fissure se propage uniquement dans la couche de céramique , perpendi-

culairement à la surface du trou. Dans le second cas, la fissure se produit à l'interface entre la sous-couche métallique et la couche de céramique, quelque soit l'angle d'incidence du perçage.

Pour limiter cette fissuration, des simulations numérique des flux de liquide et de gaz lors du perçage laser incliné ont été réalisés. Ils montrent que malgré le gaz d'assistance utilisé pour le perçage, la force exercée par le gaz (pression de recul) est supérieure à la résistance interfaciale de la couche de céramique et conduit à sa délamination. Ces flux conduisent aussi à la formation d'une zone fondue plus importante sur le côté opposé nommé "effet tonneau".

Afin de contrer ce phénomène, H. K. Sezer a utilisé un second gaz d'assistance exerçant une force opposée à la pression de recul sur la céramique [Sezer et al., 2009].

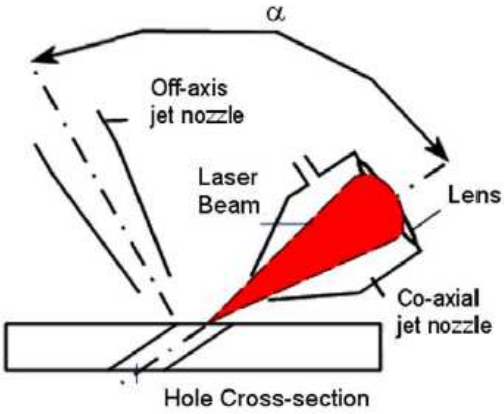



FIGURE 1.27 – Schéma de l'utilisation d'un double jet de gaz pour contrer l'effet bras de levier. [Sezer et al., 2009]

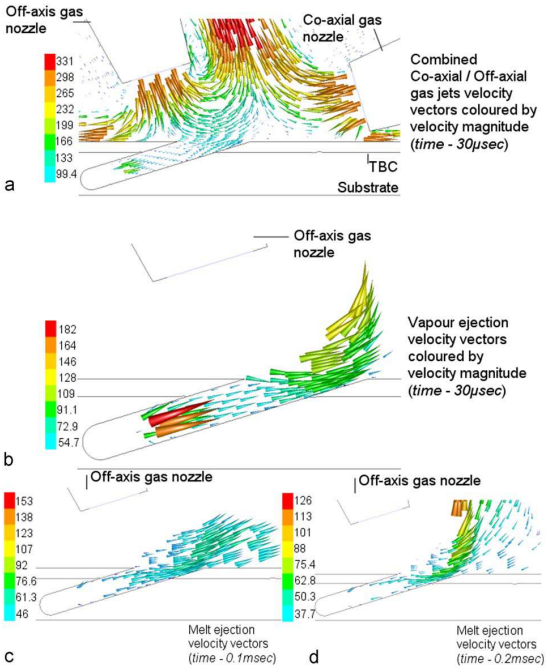



FIGURE 1.28 – Simulation du flux de gaz lors de l'utilisation d'un gaz d'assistance perpendiculairement à l'axe de perçage. (a) flux des gaz d'assistance, (b) éjection de vapeur hors du trou, (c et d) éjection de liquide hors du trou à 0.1ms et 0.2ms. D'après [Sezer et al., 2009]

Les figures 1.27 et 1.28 illustrent le schéma du montage utilisé et la simulation numérique du flux de gaz et de la matière éjectée hors du trou durant le perçage. Les résultats de la simulation et des expérimentations montrent que le deuxième flux gazeux modifie la trajectoire du gaz et du liquide éjecté

hors du trou conduisant à une diminution de la fissuration au niveau de la couche de céramique,mais une création de fissuration à l'interface substrat/sous-couche, comme le montre la figure 1.29.

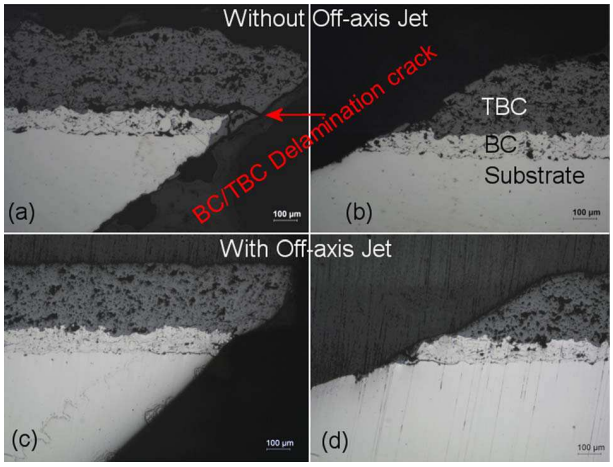



FIGURE 1.29 – Résultats de l'utilisation d'un deuxième flux de gaz pour contrer la pression de recul. [Sezer et al., 2009]

## 1.7 Conclusion

Les systèmes barrières thermiques sont des systèmes multi-couches complexes qui ont été étudiés sous de nombreux aspects notamment les propriétés thermiques, mécaniques, morphologiques et la tenue mécanique. Afin d'optimiser ces dépôts, la composition de la sous-couche, les paramètres de fabrication et même les procédés de projection ont été étudiés et perfectionnés.

Le perçage laser de ces systèmes est étudié depuis une trentaine d'années, et les problématiques associées (fissuration, écaillage, oxydation) sont bien connus. De nombreuses études ont été menées de manière à réduire le phénomène de fissuration à l'interface céramique / sous-couche. Pour cela, des études numériques et expérimentales ont permis la compréhension des phénomènes physique lié au perçage laser, mais ces modèles ne prennent pas toujours en compte les systèmes multi-couches et de nombreuses grandeurs physiques liées au perçage sont difficiles à mesurer et ne sont pas encore bien connues.

Afin de faire le lien entre les caractéristiques de la sous-couche et les endommagements liés au perçage laser, cette thèse est axée sur la modification des propriétés morphologiques et mécaniques de la sous-couche, de manière à comprendre comment ces propriétés influent sur l'interaction laser / matière et sur la fissuration à l'interface sous-couche / céramique.

## Bibliographie

[Amsellem et al., 2012] Amsellem, O., Borit, F., Jeulin, D., Guipont, V., Jeandin, M., Boller, E., and Pauchet, F. (2012). Three-dimensional simulation of porosity in plasma-sprayed alumina using microtomography and electrochemical impedance spectrometry for finite element modeling of properties. *Journal of Thermal Spray Technology*, 21 :193–201.

[Bahbou and Nylén, 2005] Bahbou, F. and Nylén, P. (2005). Relationship between surface topography parameters and adhesion strength for plasma spraying. In *Thermal Spray 2005 :Thermal Spray connects : Explore its surfacing potential !*, pages 1027–1031.

[Bai et al., 2013] Bai, Y., Zhao, L., Tang, J., Ma, S., Ding, C., Yang, J., Yu, L., and Han, Z. (2013). Influence of original powders on the microstructure and properties of thermal barrier coatings deposited by supersonic atmospheric plasma spraying, part ii : Properties. *Ceramics International*, 39 :4437–4448.

[Bo, 2009] Bo, L. X. (2009). Investigation of cold sprayed nicocraiy bond coating. *Advanced Materials Research*, 79-82 :863–866.

[Boller et al., 2010] Boller, E., Tafforeau, P., Ludwig, W., Helfen, L., Weitkamp, T., Salvo, L., Cloetens, P., and Baruchel, J. (2010). Techniques d'imagerie pour la caractérisation 3d des matériaux à l'esrf. In *Matériaux, Nantes 18-22 oct. 2010*, page 9 p.

[Chen and Zhao, 2015] Chen, W. and Zhao, L. (2015). Review : Volcanic ash and its influence on aircraft engine components. *Procedia Engineering*, 99 :795–803.

[Chen et al., 2010] Chen, W. R., Irissou, E., Wu, X., Legoux, J., and Marple, B. R. (2010). The oxidation behavior of tbc with cold spray conicraly bond coat. *Journal of Thermal Spray Technology*, 20(1-2) :132–138.

[Clyne and Gill, 1996] Clyne, T. W. and Gill, S. C. (1996). Residual stresses in thermal spray coatings and their effect on interfacial adhesion : A review of recent work. *Journal of Thermal Spray Technology*, 5(4) :401–418.

[Corcoran et al., 2002] Corcoran, A., Sexton, L., Seaman, B., Ryan, P., and Byrne, G. (2002). The laser drilling of multi layer aerospace material systems. *Journal of Materials Processing Technology*, 123(1) :100–106.

[Danlos, 2009] Danlos, Y. (2009). *Etude de l'association laser / projection thermique pour l'optimisation de revêtements*. PhD thesis, Université de Technologie de Belfort Montbéliard.

[Dong et al., 1999] Dong, Z., Khor, K., and Gu, Y. (1999). Microstructure formation in plasma-sprayed functionally graded nicocraly/yttria-stabilized zirconia coatings. *Surface and Coatings Technology*, 114 :181–186.

[Eriksson et al., 2013] Eriksson, R., Sjostrom, S., Brodin, H., Johansson, S., Ostergren, L., and Li, X.-H. (2013). Tbc bond coat-top coat interface roughness : Influence on fatigue life and modelling aspects. *Surface & Coatings Technology*, 236 :230–238.

[Fataoui, 2007] Fataoui, K. (2007). *Développement de modèles thermomécaniques de construction de dépôts obtenus par projection thermique. Modèle mécano-thermique de l'étalement de la gouttelette*. PhD thesis, Université Limoges-Université Chouaib Doukkali.

[Forget et al., 1988] Forget, P., Jeandin, M., Lechervy, P., and Varela, D. (1988). Laser drilling of a superalloy coated with ceramic. In *Superalloys 1988, ed. S. Reichman, D.N. Duhl et al.*, pages 553–562, Pennsylvania. The Metallurgical Society.

[Fukanuma et al., 2006] Fukanuma, H., Ohno, N., Sun, B., and Huang, R. (2006). In flight particle velocity measurements with dpv-2000 in cold spray. *Surface & Coatings Technology*, 201 :1935–1941.

[Girardot, 2010] Girardot, J. (2010). Etude de la nocivité des défauts liés au perçage laser sur la tenue de pièces moteur en alliage base cobalt. rapport de stage, PIMM, Paris.

[Girardot, 2014] Girardot, J. (2014). *Interaction laser/matière en régime de perçage par percussion Analyse expérimentale, Modélisation et Simulation numérique*. PhD thesis, Ecole d'Arts et Métiers - Laboratoire PIMM.

[Giraud, 2014] Giraud, D. (2014). *Étude des composantes mécanique et métallurgique dans la liaison revêtement-substrat obtenue par projection dynamique par gaz froid pour les systèmes «Aluminium/Polyamide6,6» et «Titane/TA6V»*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.

[Greving et al., 1994] Greving, D., Rybicki, E., and Shadley, J. (1994). Through-thickness residual stress evaluations for several industrial thermal spray coatings using a modified layer-removal method. *Journal of Thermal Spray Technology*, 3 :379–388.

[Grujicic et al., 2003] Grujicic, M., Saylor, J., Beasley, D., DeRosset, W., and Helfritch, D. (2003). Computational analysis of the interfacial bonding between feed powder particles and the substrate in the cold gas dynamic spray process. *Applied Surface Science*, 219 :211–227.

[Guetta, 2010] Guetta, S. (2010). *Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement sur de l'aluminium*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.

[Hsueh et al., 1999] Hsueh, C.-H., Haynes, J. A., Lance, M. J., Becher, P. F., Ferber, M. K., Fuller, E. R., Langer, S. A., Carter, W. C., and Cannon, W. R. (1999). Effects of interface roughness on residual stresses in thermal barrier coatings. *Journal of the American Ceramic Society*, 82 :1073–1075.

[Hu et al., 1998] Hu, W., Guan, H., Sun, X., and Li, S. (1998). Graded coatings prepared by plasma spraying with ni-coated zro2 powders. *Surface and Coatings Technology*, 105 :102–108.

[Ichikawa et al., 2007] Ichikawa, Y., Sakaguchi, K., Ogawa, K., Shoji, T., Barradas, S., Jeandin, M., and Boustie, M. (2007). Deposition mechanisms of cold gas dynamic sprayed mcraly coatings. In *ITSC, International thermal spray conference, 14-17 mai 2007, Beijing, China.*

[Kairet, 2007] Kairet, T. (2007). *A contribution to the study of cold gas dynamic spraying of copper : influence of the powder characteristics on the mechanical properties of the coating.* PhD thesis, Université Libre de Bruxelles.

[Kesler et al., 1998] Kesler, O., Matejicek, J., Sampath, S., Suresh, S., Gnaeupel-Herold, T., Brand, P., and Prask, H. (1998). Measurement of residual stress in plasma-sprayed metallic, ceramic and composite coatings. *Materials Science and Engineering*, A257 :215–224.

[Khor et al., 1999] Khor, K., Dong, Z., and Gu, Y. (1999). Plasma sprayed functionally graded thermal barrier coatings. *Materials Letters*, 38 :437–444.

[Khor and Gu, 2000] Khor, K. and Gu, Y. (2000). Thermal properties of plasma-sprayed functionally graded thermal barrier coatings. *Thin Solid Films*, 372 :104–113.

[Kucuk et al., 2000] Kucuk, A., Berndt, C., Senturk, U., Lima, R., and Lima, C. (2000). Influence of plasma spray parameters on mechanical properties of yttria stabilized zirconia coatings. i : Four point bend test. *Materials Science and Engineering*, 284 :29–40.

[Li and Belov, ] Li, L. and Belov, V. Impact of particle size distribution on the tbc coating deposition and performance. DVS 276.

[Lima et al., 2006] Lima, C., Nin, J., and Guilemany, J. (2006). Evaluation of residual stresses of thermal barrier coatings with hvof thermally sprayed bond coats using the modified layer removal method (mlrm). *Surface & Coatings Technology*, 200 :5963–5972.

[Matejicek et al., 1999] Matejicek, J., Sampath, S., Brand, C., and Prask, H. J. (1999). Quenching thermal and residual stress in plasma sprayed deposits : Nicraly and ysz coatings. *Acta Metallurgica*, 47 :607–617.

[Maurel et al., 2012] Maurel, V., Helfen, L., N'Guyen, F., Koster, A., DiMichiel, M., Baumbach, T., and Morgeneyer, T. (2012). Three-dimensional investigation of thermal barrier coatings by synchrotron-radiation comuted laminography. *Scripta Materialia*, 66 :471–474.

[Montay et al., 2002] Montay, G., Cherouat, A., Lu, J., Baradel, N., and Bianchi, L. (2002). Development of the high-precision incremental-step hole-drilling method for the study of residual stress in multi-layer materials : influence of temperature and substrate on zro2/y2o3 8 wt. *Surface and Coatings Technology*, 155 :152–160.

[Moridi et al., 2014] Moridi, A., Hassani-Gangaraj, S. M., Guagliano, M., and Dao, M. (2014). Cold spray coating : review of material systems and future perspectives. *Surface Engineering*, 36(6) :369–395.

[Mostafa, 2011] Mostafa, M. (2011). *Etude du perçage et du soudage laser : dynamique du capillaire.* PhD thesis, Université de Bourgogne-Dijon.

[Naumenko et al., 2009] Naumenko, D., Shemet, V., Singheiser, L., and Quadakkers, W. J. (2009). Failure mechanisms of thermal barrier coatings on mcraly-type bond coats associated with the formation of the thermally grown oxide. *Journal of Materials Science*, 44 :1687–1703.

[Niki et al., 2008] Niki, T., Ogawa, K., and Shoji, T. (2008). Mechanical and high temperature oxidation properties of cold sprayed conicraly coatings for thermal barrier coating. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 2 :739–747.

[Nobijari et al., 2013] Nobijari, M. B., Ebrahimi, A., and Bakhsi, A. (2013). The effect of bond coat roughness on adhesion strength of thermal barrier coating. In *ICSE 2013*, page 225.

[Oksa et al., 2011] Oksa, M., Turunen, E., Suhonen, T., Varis, T., and Hannula, S.-P. (2011). Optimization and characterization of high velocity oxy-fuel sprayed coatings : Techniques, materials, and applications. *Coatings*, 1 :17–52.

[Papyrin et al., 2007] Papyrin, A., Kosarev, V., Klinkov, S., Alkhimov, A., and Fomin, V. M. (2007). *Cold Spray Technology.*

[Raletz, 2005] Raletz, F. (2005). *Contribution au développement d'un procédé de projection dynamique à froid (P.D.F) pour la réalisation de dépôts de Nickel.* PhD thesis, Université de Limoges.

[Rolland, 2010] Rolland, G. (2010). *Elaboration et étude de l'endommagement de dépôts composites obtenus par projection dynamique par gaz froid ("cold spray").* PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.

[Schlichting et al., 2003] Schlichting, K., Padture, N., Jordan, E., and Gell, M. (2003). Failure modes in plasma-sprayed thermal barrier coatings. *Materials Science and Engineering*, 342 :120–130.

[Schmidt et al., 2006] Schmidt, T., Gartner, F., Assadi, H., and Kreye, H. (2006). Development of a generalized parameter window for cold spray deposition. *Acta Materialia*, 54 :729–742.

[Schneider, 2006] Schneider, M. (2006). *Perçage profond par laser : analyse des processus physiques.* PhD thesis, Université de paris VI, Paris.

[Schulz et al., 2013] Schulz, W., Eppelt, U., and Poprawe, R. (2013). Review on laser drilling i :fondamental, modeling and simulation. *Journal of Laser Applications*, 25 :012006, 17 p.

[Seo and Na, 2004] Seo, D. W. and Na, E. G. (2004). Finite element analysis of residual stress in nicraly/yttria-stabilized zirconia coatings by nanoscale multi-layered deposition. *Key Engineering Materials*, 270-273 :58–63.

[Sezer and Li, 2009] Sezer, H. and Li, L. (2009). Mechanisms of acute angle laser drilling induced thermal barrier coating delamination. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 131 :1–6.

[Sezer et al., 2009] Sezer, H. K., Li, L., and Leigh, S. (2009). Twin gas jet-assisted laser drilling through thermal barrier-coated nickel alloy substrates. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 49(14) :1126–1135.

[Sezer et al., 2006] Sezer, H. K., Li, L., Schmidt, M., Pinkerton, A. J., Anderson, B., and Williams, P. (2006). Effect of beam angle on haz, recast and oxide layer characteristics in laser drilling of tbc nickel superalloys. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(15) :1972–1982.

[Stoltenhoff et al., 2002] Stoltenhoff, T., Kreye, H., and Richter, H. (2002). An analysis of the cold spray process and its coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 11 :542–550.

[Stöver and Funke, 1999] Stöver, D. and Funke, C. (1999). Directions of the development of thermal barrier coatings in energy applications. *Journal of Materials Processing Technology*, 92-93 :195–202.

[Taylor and Walsh, 2004] Taylor, T. and Walsh, P. (2004). Thermal expansion of mcraly alloys. *Surface and Coatings Technology*, 177-178 :24–31.

[Tricoire, 2005] Tricoire, A. (2005). *Barrières thermiques fissurées verticalement par projection plasma pour applications aéronautiques : compréhension des phènomènes, réalisation et caractérisation des dépôts.* PhD thesis, Université de Limoges.

[Voisey et al., ] Voisey, K. T., Westley, J., Byrd, P., and Clyne, T. W. Effects of assist gas in the laser drilling of thermal barrier coated superalloys.

[Yeo et al., 1994] Yeo, C., Tam, S., Jana, S., and Lau, M. W. (1994). A technical review of the laser drilling of aerospace materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 42 :15–49.

[Zhou et al., 2002] Zhou, Y., Tonomori, T., Yoshida, A., Liu, L., Bignall, G., and Hashida, T. (2002). Fracture characteristics of thermal barrier coatings after tensile and bending tests. *Surface and Coatings Technology*, 157 :118–127.

# Chapitre 2

# Matériaux et procédés

## Sommaire


2.1 Introduction . . . . . **45**
2.2 Matériaux des systèmes barrières thermiques . . . . . **45**
2.2.1 Substrat métallique : superalliage base cobalt . . . . . 45
2.2.2 Sous-couche métallique et couche céramique à partir de poudres . . . . . 45
2.2.2.1 Caractérisation des poudres . . . . . 45
2.2.2.2 Poudre de MCrAlY pour la sous-couche . . . . . 46
2.2.2.3 Poudre de zircone : projection de la céramique . . . . . 49
2.3 Procédés d'élaboration des revêtements . . . . . **50**
2.3.1 Dispositif de projection plasma . . . . . 50
2.3.2 Paramètres de projection plasma . . . . . 50
2.3.3 Dispositif de projection cold spray . . . . . 51
2.3.4 Paramètres de projection cold spray . . . . . 51
2.3.5 Traitement thermique . . . . . 51
2.3.6 Structuration de surface par laser . . . . . 52
2.4 Perçage laser des barrières thermiques . . . . . **53**
2.4.1 Laser impulsionnel . . . . . 53
2.4.2 Montages expérimentaux . . . . . 54
2.4.2.1 Montage verre / métal : adaptation de la méthode DODO . . . . . 55
2.4.2.2 Réalisation de films avec caméra rapide . . . . . 55
2.5 Caractérisations . . . . . **56**
2.5.1 Analyses microstructurales . . . . . 56
2.5.1.1 Préparation des échantillons . . . . . 56
2.5.1.2 Erreurs de mesure liées à la préparation des échantilons . . . . . 57
2.5.1.3 Microscopie optique . . . . . 58
2.5.1.4 MEB . . . . . 58
2.5.1.5 Microsonde de Castaing . . . . . 58
2.5.2 Mesures sur les dépôts . . . . . 58
2.5.2.1 Épaisseur des dépôts . . . . . 58
2.5.2.2 Porosité . . . . . 59
2.5.3 Profilométrie . . . . . 59
2.5.4 Observation tridimensionnelle non destructive . . . . . 60
2.5.4.1 Tomographie . . . . . 60
2.5.4.2 Laminographie . . . . . 61
2.5.4.3 Préparation des échantillons . . . . . 62
2.6 Mesures mécaniques . . . . . **62**
2.6.1 Profils des contraintes résiduelles . . . . . 62
2.6.1.1 Méthode du trou incrémental . . . . . 63
2.6.2 Microdureté . . . . . 67
Bibliographie . . . . . **68**

## 2.1 Introduction

Cette thèse présente et explore le perçage laser de systèmes barrières thermiques industriels, mais aussi réalisés spécifiquement. On présente dans ce chapitre les techniques utilisées pour l'élaboration et la caractérisation de ces matériaux. Dans un premier temps les matériaux, poudres et procédés utilisés pour l'élaboration des échantillons sont présentés. Ensuite, la technique de perçage laser est détaillée (source de laser impulsionnel, montages expérimentaux). Enfin, les techniques servant pour l'étude et la caractérisation des matériaux (percés ou non) sont présentées : observations et analyses microstructurales, méthodes d'analyses sur les dépôts obtenus, techniques d'observation 3D et mesures mécaniques.

## 2.2 Matériaux des systèmes barrières thermiques

### 2.2.1 Substrat métallique : superalliage base cobalt

Le substrat est un superalliage base cobalt de la société Haynes International. Il s'agit de l'alliage Haynes 188 dont la composition chimique est indiquée dans le tableau 2.1.

| Éléments | Co | Ni | Cr | W | Si | C | La | Fe | Mn |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| % massique | 39[a] | 22 | 22 | 14 | 0.35 | 0.10 | 0.03 | 3* | 1.25* |

Tableau 2.1 – Composition chimique de l'alliage Haynes 188. [a]complément pour 100% , *Maximum. [Source : Haynes International, juillet 2004]

Cet alliage est fourni sous forme de plaques de 40mm × 120mm de surface et de 2mm d'épaisseur. Elles sont traitées thermiquement en vue de relaxer les contraintes dans le métal avant la réalisation du dépôt de barrière thermique. Ces traitements thermiques sont réalisés dans les fours de traitement thermique des sociétés CRMA et SNECMA. Les paramètres utilisés pour nos plaques sont les mêmes que ceux utilisés directement sur les chambres de combustions et sont gardés confidentiels.

Le substrat subit ensuite un sablage manuel de corindon avec un angle de 45° par rapport à la surface du substrat. Durant le sablage, le substrat est tourné de manière à le sabler dans quatre directions (rotation de 45° de l'échantillon après 15 secondes de sablage). Les paramètres de sablage sont donnés dans le tableau 2.2.

| Distance de projection | Temps | Corindon | Angle | Rugosité (Ra) | Pression |
|---|---|---|---|---|---|
| 70mm | 60 s | 250 µm | 45° | 3,0 µm | 3 bars |

Tableau 2.2 – Paramètres de sablage

Après sablage, la rugosité est mesurée afin de vérifier que le Ra est compris entre 2,8 et 3,3 µm. Cette valeur est choisie à partir de données industrielles de manière à obtenir une surface suffisamment rugueuse pour améliorer l'adhérence du dépôt. La rugosité est mesurée par un profilomètre optique (cf. §2.5.3 page 59). La valeur de rugosité est obtenue en faisant la moyenne de 10 mesures de 15mm de long prises à 5mm d'intervalles sur chaque échantillon.

### 2.2.2 Sous-couche métallique et couche céramique à partir de poudres

#### 2.2.2.1 Caractérisation des poudres

**Observation directe des poudres**

Dans un premier temps, les poudres utilisées dans cette étude ont été observées de manière directe (sans enrobage, polissage ou métallisation). Les poudres ont tout d'abord été déposées à l'aide d'une spatule sur un palet de 1cm de diamètre revêtu de scotch carbone. Un jet d'air sec est ensuite envoyé sur l'amas de poudre de manière à décoller les particules non adhérentes au scotch.

La poudre est alors placée sous un macroscope afin de vérifier l'homogénéité de la répartition de poudre sur le scotch. La poudre est ensuite observée au microscope électronique à balayage (MEB). Un passage dans une enceinte sous vide avant de placer l'échantillon au MEB permet d'éviter la pollution du MEB par des particules de poudre peu adhérentes sur le scotch. Aucune métallisation n'est effectuée sur les poudres. Les poudres de MCrAlY étant métalliques, elles conduisent les électrons et n'ont donc pas besoin d'être métallisées. Pour la poudre de zircone, les paramètres du MEB (tension du filament, intensité) sont adaptés de manière à limiter la charge sur la poudre.

Des images des poudres sont prises à différents grossissements en électrons secondaires et électrons rétrodiffusés de manière à vérifier l'homogénéité chimique des particules et d'étudier par analyse d'image la répartition granulométrique des poudres. Ces résultats sont donnés pour chaque poudre dans le paragraphe suivant.

**Granulométrie laser**

La granulométrie laser est une technique qui utilise la diffraction d'un faisceau laser par les particules de poudre dans un fluide (gaz ou liquide) pour déterminer leur diamètre équivalent à l'aide des théories de Fraunhofer et de Mie [Chatelet, 1996]. L'avantage de cette méthode est de pouvoir analyser rapidement un grand nombre de particules de manière plus précise que par les méthodes de tamisage ou par observation et analyse d'image. L'inconvénient de cette méthode est de ne pas pouvoir visualiser leur forme. Or, le modèle mathématique permettant de remonter au diamètre à partir de l'angle de diffraction a pour hypothèse la sphéricité des particules de poudre, ce qui n'est pas vérifié pour toutes les particules. En effet, certaines peuvent être allongées ou agglomérées. Les données obtenues par cette méthode ne prennent pas en compte la composition de la poudre (difficulté dans le cas d'un mélange de poudres)[Vinson, 2015].

Les études granulométriques réalisées dans ce rapport ont été réalisées à l'aide d'un granulomètre Mastersizer 3000 de Malvern Instruments Ltd. équipé d'une cellule de mesure en voie sèche (milieu dispersant : air). Trois mesures ont été effectuées pour chaque poudre afin d'assurer une bonne statistique des résultats obtenus. Les résultats sont parfaitement répétables pour chaque mesure.

#### 2.2.2.2 Poudre de MCrAlY pour la sous-couche

La sous-couche d'un système barrière thermique est obtenue par projection d'une poudre de MCrALY (M signifiant nickel et/ou cobalt). Les caractéristiques de cette poudre doivent être adaptées au procédé de projection utilisé. Différents procédés de projection ont été choisis pour obtenir des sous-couches avec des caractéristiques morphologiques, physico-chimiques et mécaniques différentes.

**Poudre de NiCrAlY (projection plasma)**

La première poudre présentée ici est une poudre de NiCrAlY : Amdry® 962 de la société Oerlikon Metco. Cette poudre est utilisée par les sociétés Snecma et CRMA pour la fabrication des sous-couches des chambres de combustion. Elle servira à l'obtention des sous-couches par projection plasma. Le tableau 2.3 résume les données du fabricant concernant la poudre AMDRY® 962 et le tableau 2.4 donne la composition chimique de cette poudre.

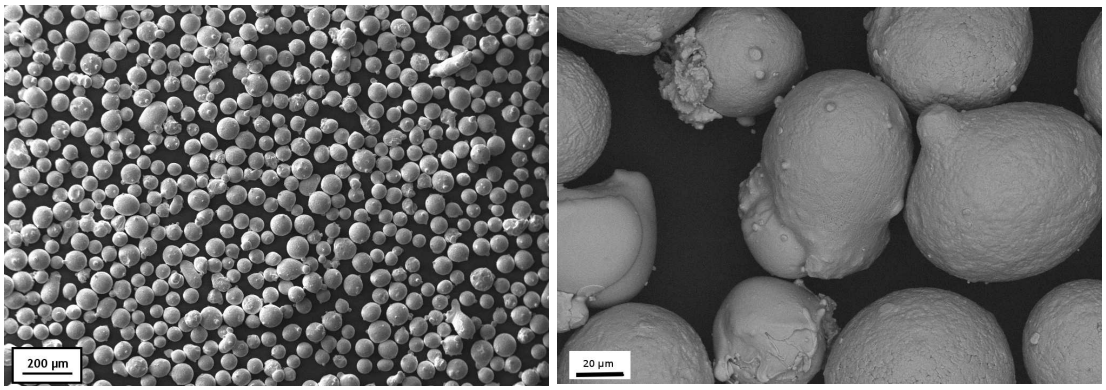
| | |
|---|---|
| Granulométrie | $-106 + 63\mu m$ |
| Morphologie | sphérique |
| Fabrication | atomisation |
| Point de fusion | 1320° C |

Tableau 2.3 – Caractéristiques de la poudre AMDRY® 962 [Source : Oerlikon Metco]

| Éléments | Ni | Cr | Al | Y |
|---|---|---|---|---|
| % massique | 67[a] | 22 | 10 | 1 |

Tableau 2.4 – Composition chimique de la poudre Amdry® 962, [a]complément pour 100%. [Source : Oerlikon Metco]

La taille des particules de poudre a une influence sur les caractéristiques du dépôt (porosité, rugosité). La vitesse et la température des particules dépend de leur granulométrie. La forme et la granulométrie des particules étant importante dans le choix des paramètres de projection plasma, la poudre de NiCrAlY a donc été observée au MEB afin de connaitre sa forme, ses défauts et obtenir une première estimation de sa répartition granulométrique (figures 2.1).




(a) Vue globale (b) Vue détaillée

FIGURE 2.1 – Images MEB en électrons secondaires de la poudre Amdry® 962

D'après ces observations, les particules ont bien une forme sphérique. Toutefois, sur la plupart des particules, on peut observer des petites particules collées à leur surface, appelés satellites (diamètre des satellites de l'ordre de la dizaine de microns). De plus, on observe des particules non complètes et des particules oblongues, formées de deux particules de poudre agglomérées (environ 1% des particules de poudre). Ces particules plus grosses que les autres risquent de former des infondus dans le dépôt.

Pour obtenir des données granulométriques plus précises que par observation MEB (mesure du diamètre d'un plus grand nombre de particules, toutes tailles confondues), la poudre a été analysée par granulométrie laser. La figure 2.2 fournit la variation de la taille de la poudre commerciale AMDRY® 962 obtenue par diffusion de Mie à l'aide du granulomètre laser.

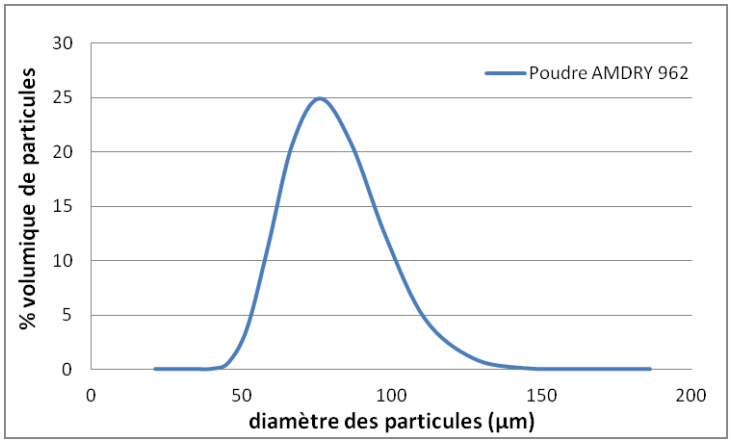



FIGURE 2.2 – Distribution granulométrique (pourcentage volumique) de la poudre de NiCrAlY Amdry 962

Pour l'obtention des diamètres, on fait l'hypothèse que les particules sont sphériques (hypothèse cohérente avec les observations MEB en négligeant les satellites). Le diamètre moyen des particules ($Dv_{50}$ est de 81,7µm, le $Dv_{10}$ vaut 63,7µm et le $Dv_{90}$ vaut 104,8µm.

Ces valeurs correspondent aux valeurs du fabricant. Les grosses particules qui n'étaient pas visible au MEB (car peu nombreuses) sont analysées par le granulomètre. Cependant, les particules issues de l'agglomération de deux particules de poudres sont aussi prises en compte en tant que particules uniques ayant un grand diamètre. Ces particules n'étant pas présentes en grande quantité, on peut considérer qu'elles sont négligeables et ne modifient pas les valeurs de granulométrie obtenues.

Les valeurs obtenues grâce au granulomètre laser permettent de déterminer la dispersion de granulométrie de la poudre. On peut ainsi calculer la variance (équation 2.1), la finesse (équation 2.2) et l'indice de dispersion ou span (équation 2.3), avec $x$ la taille des particules et $f$ la fréquence. Ces valeurs décrivent la dispersion de la répartition granulométrique de la poudre : plus ces valeurs sont faibles, moins la répartition est dispersée.

$$\text{La variance } \sigma^2 = \sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2 f_i \tag{2.1}$$

$$\text{La finesse } \frac{\sigma}{\bar{x}} \tag{2.2}$$

$$\text{L'indice de dispersion } \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}} \tag{2.3}$$

On obtient les résultats suivant :

- Variance : $\sigma^2 = 242\mu m^2$ soit $\sigma = 15,5\mu m$
- Finesse : $0,20$
- Indice de dispersion : $0,50$

La variance, la finesse et l'indice de dispersion sont faibles, ce qui signifie que la poudre n'est pas très dispersée. Ainsi, le dépôt devrait être assez homogène.

**Poudre de CoNiCrAlY (projection cold spray)**

La poudre de CoNiCrAlY utilisée est la Amdry® 9951 de la société Oerlikon Metco. Cette poudre n'est pas utilisée industriellement pour la fabrication des chambres de combustion, mais est mieux adaptée à la projection cold spray que le NiCrAlY. En effet, c'est la seule poudre ayant donné de bon résultats lors de nos essais de projection cold spray. De plus elle est utilisée pour de nombreux essais de projections de barrières thermiques ([Chen et al., 2011] [Ichikawa et al., 2007] [Manap et al., 2012]). Sa composition chimique est donnée dans le tableau 2.5 et sa morphologie est illustrée par une observation au MEB dans la figure 2.3.

| Éléments | Co | Ni | Cr | Al | Y |
|---|---|---|---|---|---|
| % massique | 38[a] | 32 | 21 | 8 | 0.5 |

Tableau 2.5 – Composition chimique de la poudre Amdry® 9951, [a]complément pour 100%. [Source : Oerlikon Metco]

Certaines particules de poudre présentent des petites particules agglomérées et environ 3% des particules ont une forme allongée (mesure faite statistiquement sur le nombre de particules observées au MEB). Oerlikon Metco indique une granulométrie de la poudre de -50 +10µm, valeur qui a été vérifiée par une étude granulométrique dont le résultat est donné en figure 2.4. Le diamètre moyen ($Dv_{50}$)des particules est de 23,2µm, le $Dv_{10}$ vaut 11,7µm et le $Dv_{90}$ vaut 40,1µm.

Les deux poudres NiCrAlY et CoNiCrAlY ont une morphologie similaire (particules sphériques), mais leur granulométrie est très différente : les particules les plus petites de la poudre Amdry 962 ont un diamètre équivalent aux particules les plus grosses de la poudre Amdry 9951. De plus, leur composition chimique est différente : présence de cobalt pour la poudre Amdry 9951.

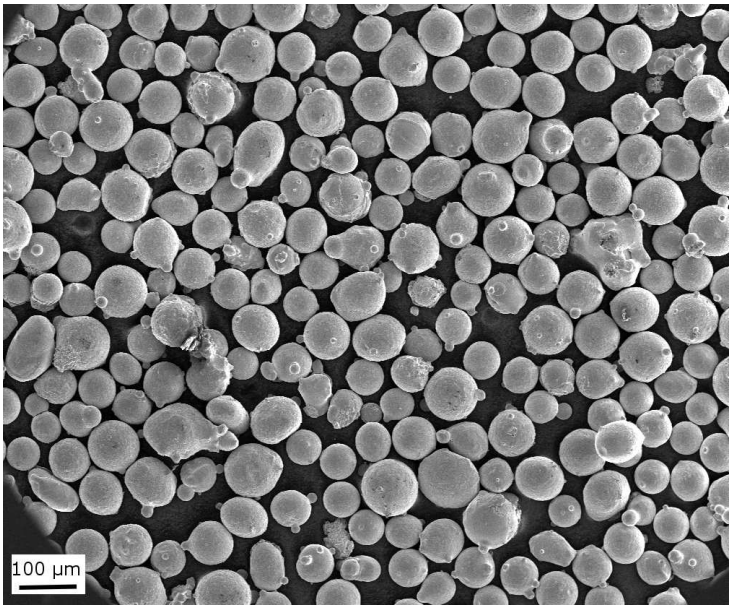



FIGURE 2.3 – Observation MEB de la poudre de CoNiCrAlY Amdry 9951 avant projection

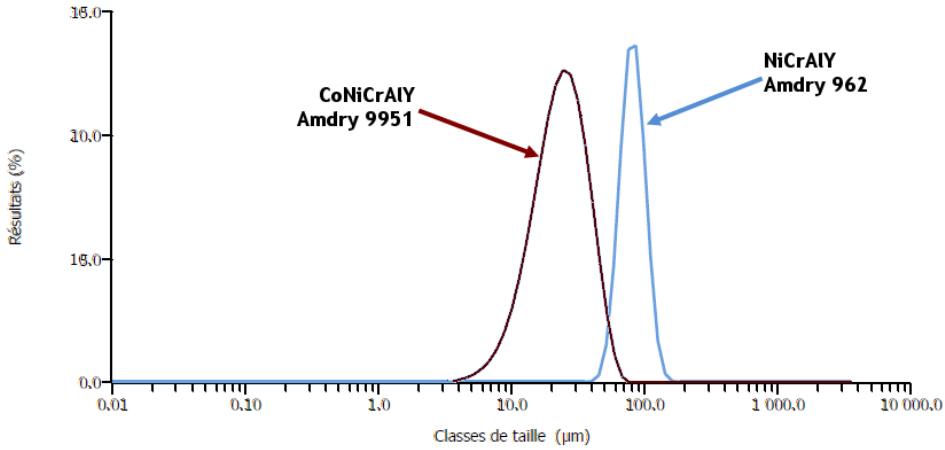



FIGURE 2.4 – Comparaison de la granulométrie des poudre utilisées en projection plasma et cold spray.

On constate que les valeurs obtenues par le granulomètre laser sont plus grandes que les valeurs du fournisseur. Il est possible que les petites particules n'aient pas pu être mesurées par le granulomètre. Cette poudre est très fine et à tendance à former des agglomérats. Ces derniers peuvent fausser les mesures de diamètre de particules. La dispersion de la granulométrie a été calculée et les résultats obtenus pour la poudre CoNiCrAlY sont les suivants :

- Variance : $\sigma^2 = 106,8\mu m^2$ soit $\sigma = 10,3\mu m$
- Finesse : $0,44$
- Indice de dispersion : $1,22$

Cette poudre a une dispersion plus grande que la poudre NiCrAlY, mais reste toutefois peu dispersée.

#### 2.2.2.3 Poudre de zircone : projection de la céramique

La fabrication de la couche de céramique est faite avec une poudre de zircone yttriée : Metco 204NS-G de la société Oerlikon Metco. Cette poudre est utilisée industriellement pour la fabrication des chambres de combustion par Snecma et CRMA et est adaptée à la projection plasma. Cette poudre, atomisée par gaz est sphéroïdale et elle est composée d'oxyde de zirconium ($ZrO_2$) et d'oxyde d'yttrium ($Y_2O_3$) à 8% massique.

Oerlikon Metco indique une granulométrie de la poudre de -125 +11µm et le diamètre moyen des particules est de 65µm.

## 2.3 Procédés d'élaboration des revêtements

Les dépôts ont été appliqués par projection thermique de la poudre de MCrAlY puis de la poudre de zircone yttriée. Traditionnellement, les poudres sont projetées par projection plasma. Néanmoins, dans cette thèse, un autre procédé de projection (projection dynamique par gaz froid, aussi appelé cold spray) a été utilisé de manière à obtenir des dépôts ayant des caractéristiques différentes. Ce paragraphe décrit dans un premier temps les deux types de projection mis en œuvre dans cette thèse. Ensuite, les pré- et post-traitements effectués sur certains échantillons, dans le but de modifier leurs caractéristiques mécaniques, morphologiques et physico-chimiques sont décrits.

### 2.3.1 Dispositif de projection plasma

La torche à plasma utilisée est une Oerlikon Metco F100 Connex, utilisée par CRMA où des essais de projection plasma ont été réalisés. Cette torche a une puissance maximale de 20kW. Elle est fixée sur un robot 7 axes ABB - IRB2000 commandé numériquement par un language de type S2. Les échantillons sont placés dans une cabine isolée et ventilée, sur une table tournante et le refroidissement des échantillons se fait au moyen de deux buses soufflant de l'air à température ambiante et placés à 20cm des échantillons, de part et d'autre de la table tournante. Deux distributeurs de poudre Sulzer metco Twin system 10-2 permettent l'injection de la poudre de MCrAlY puis de celle de zircone sans démontage du distributeur. Le débit de poudre est réglé au moyen d'un débitmètre massique et du débit de gaz porteur.

### 2.3.2 Paramètres de projection plasma

On souhaite obtenir un dépôt de référence proche des dépôts industriels, avec une épaisseur de sous-couche d'environ 200 µm et une épaisseur de céramique de 500 µm. La sous-couche et la céramique ont été projetés avec les même paramètres (indiqués dans le tableau 2.6).

| | |
|---|---|
| Intensité (A) | 400 |
| Débit de gaz (l.min$^{-1}$) | Argon : 30<br>Hydrogène : 4 |
| Distance de projection (mm) | 80 |
| Nombre de passes | 6 |

Tableau 2.6 – Paramètres utilisés pour le dépôt de NiCrAlY et de $ZrO_2$-$Y_2O_3$

Le substrat est à température ambiante avant projection. Toutefois, avant la projection de la sous-couche, la buse réalise un passage à vide (sans poudre) chauffant légèrement le substrat. La température du substrat continue d'augmenter durant toute la durée de la projection (chauffé par la buse lors de son passage et par les particules chaudes qui sont déposées). Afin de limiter la montée en température du substrat, ce dernier est refroidi par deux refroidisseurs. Il aurait été intéressant de suivre l'évolution de la température durant le dépôt, mais il n'a pas été possible de mettre en place cette mesure. Toutefois, la procédure est la même pour tous les échantillons.

Après obtention du dépôt, une observation à l'œil en vue de dessus permet de vérifier que le dépôt ne contient pas de défauts majeurs de fabrication : masquage d'une partie de l'échantillon (pas de dépôt localement), mauvaise répartition du dépôt (plus ou moins épais par endroits), dépôt non homogène (différence de couleur du dépôt), etc..

### 2.3.3 Dispositif de projection cold spray

Le système de projection cold spray utilisé est un KINETICS® 3000-M de Oerlikon Metco. La torche est composée d'une buse 24 TC avec un diamètre d'étranglement de 2,7mm. L'enceinte de projection est sous air à la pression atmosphérique. La figure 2.5 présente le système de projection cold spray utilisé dans cette étude.

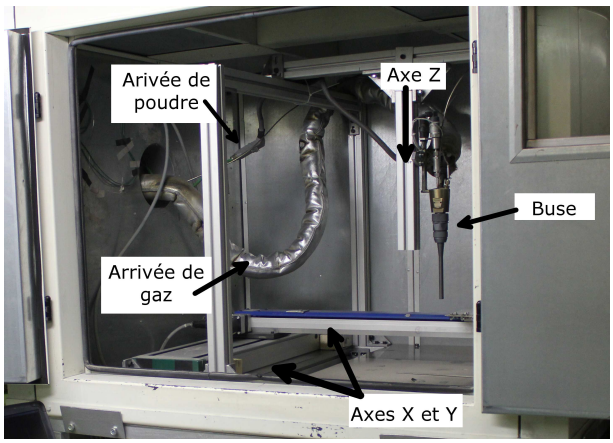



FIGURE 2.5 – Photo de l'enceinte et de la torche cold spray (Centre des matériaux, Ecole des Mines de Paris)

Le distributeur de poudre utilisé est un PF 4000 comfort, son plateau tourne avec une vitesse de rotation de 3 tours par minute. Le gaz porteur guidant la poudre est du diazote ayant une pression de 3,25 MPa et un débit de 10,47 $m^3h^{-1}$ en moyenne. Avant de réaliser le dépôt de poudre par cold spray, le débit massique de poudre est mesuré. La poudre CoNiCrAlY Amdry® 9951 est projetée avec ce procédé. Elle a un débit massique de 44,7 g/min. Lors de la détermination du débit massique, on observe un flux discontinu de poudre.

Ces discontinuités sont liées au fait que la poudre a une mauvaise coulabilité. En effet, en versant la poudre dans le distributeur, la formation de paquets a été constaté. Ce phénomène est induit par la cohésion des particules de poudre et les frottements interparticulaires [Condotta, 2005]. Les pots de poudre étant maintenus à température ambiante et à taux d'humidité réduite, la mauvaise coulabilité de cette poudre ne peut provenir que du faible diamètre des particules (granulométrie) ainsi que des frottements interparticulaires. Durant la projection de cette poudre, des étincelles sont visibles, signe de la présence d'électricité statique induite par les frottements entre les particules de poudre.

### 2.3.4 Paramètres de projection cold spray

Pour se rapprocher du dépôt plasma de sous-couche de référence, les paramètres de projection ont été choisis de manière à produire une sous-couche avec une épaisseur d'environ 200 µm. Pour déterminer les paramètres de projection optimaux, une pré-étude a été effectuée. Elle a permis de mettre en évidence la nécessité d'utiliser de l'hélium comme gaz de projection. Ce gaz mono-atomique étant plus léger que l'azote, il permet d'obtenir une vitesse des particules deux fois plus élevée que pour une projection sous azote (1200 $m.s^{-1}$ au lieu de 600 $m.s^{-1}$). Les paramètres de projection utilisés sont décrits dans le tableau 2.7.

### 2.3.5 Traitement thermique

Dans cette étude, des dépôts ont été traités thermiquement dans l'optique de relaxer les contraintes résiduelles. De plus, le traitement thermique peut modifier l'oxydation à la surface d'une couche et peut avoir une influence sur l'adhérence du dépôt [Valette, 2004]. Le traitement thermique effectué ici n'a pas pour objectif une oxydation de la surface, mais une vérification sera effectuée. La température

| Paramètre | valeur |
|---|---|
| Nature du gaz | hélium |
| Pression de gaz | $3,0MPa$ |
| Température du gaz | $500°C$ |
| Débit de gaz | Hélium : $3860l.min^{-1}$ |
| Distance de projection | $40mm$ |
| Vitesse de déplacement de la buse | $200mm.s^{-1}$ |
| Débit de poudre | $45g.min^{-1}$ |
| Vitesse des particules | $1200m.s^{-1}$ |
| Nombre de passes | 1 |

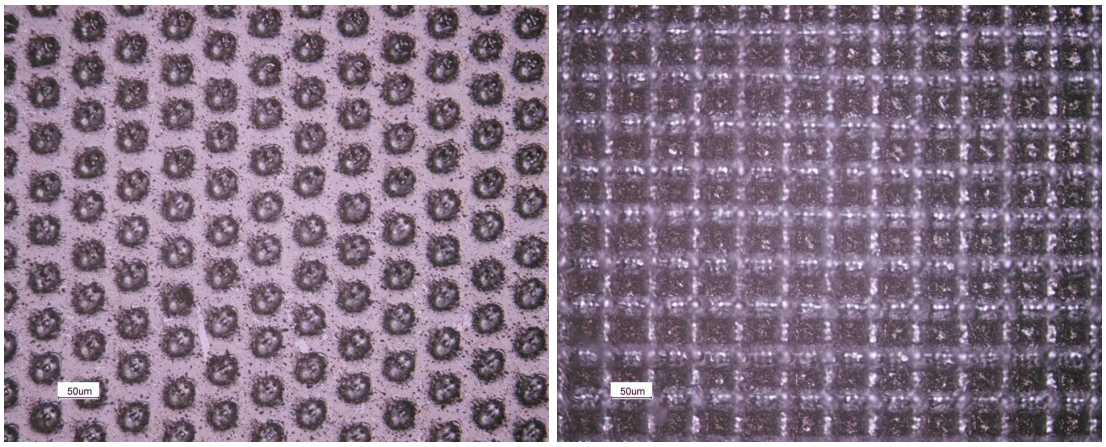
Tableau 2.7 – Paramètres cold spray pour la projection de CoNiCrAlY

choisie est de 800°C pendant quatre heures dans le four sous air. La température a été choisie d'après l'article de Claude Mons [Mons, 1996]. C. Mons indique que la température d'un traitement thermique de détensionnement d'un superalliage base cobalt doit être compris entre 700 et 980°C. Un traitement de quelques heures suffisent pour obtenir un taux de relaxation de 50 à 70%.

### 2.3.6 Structuration de surface par laser

La structuration de surface consiste à réaliser un motif à la surface d'un échantillon. Dans cette étude, un faisceau laser a été réalisé pour générer un motif régulier sur la surface traitée. De plus, le laser peut être utilisé sur de nombreux matériaux, qu'ils soient métalliques, céramiques ou polymères. Pour cela, il suffit de choisir un laser ayant une longueur d'onde absorbée par le matériau sur lequel le motif doit être réalisé.

La structuration de surface par laser a été réalisée par le laboratoire ILT (Institut de techniques laser Fraunhofer). Deux types de structuration ont été choisies : une structuration dite "point" et une structuration dite "ligne" comme illustré dans la figure 2.6. Les deux structurations permettent d'obtenir un motif différent à la surface de l'échantillon (des trous pour la structuration point et des rainures pour la structuration ligne).




(a) Structuration point (b) Structuration ligne

FIGURE 2.6 – Vue de dessus (microscope optique) des structurations "point" et "ligne"

Le laser utilisé pour la structuration est un laser Trumpf TruMicro 5050 dont les caractéristiques sont données dans le tableau 2.8 ci-dessous :

| Paramètre | Valeur |
|---|---|
| Longueur d'onde | 1030 nm |
| Puissance moyenne | 7,5 W |
| Durée d'impulsion | 12 ps |
| Énergie maximale d'une impulsion | 250µJ |
| Fréquence | 400 kHz |
| Vitesse de déplacement | 500mm/s |

Tableau 2.8 – Caractéristiques du laser utilisé pour la structuration de surface

Les deux structurations ont été réalisées sur des surfaces polies (substrat et sous-couche) pour tester la structuration. Puis la structuration ligne seule sur la surface de la sous-couche NiCrAlY plasma brute de projection (§3.3.6 page 78). Les structures obtenues ont été analysées au profilomètre (§ 2.5.3 page 59) ainsi qu'aux microscopes optique et électronique (§2.5.1.3 page 58 et §2.5.1.4 page 58).

La structuration "point" n'a pas pu être réalisée sur les échantillons revêtus de sous-couche plasma non poli (points trop petits par rapport à la morphologie de la surface de la sous-couche). Dans la suite de la thèse, seule la structuration "ligne" a été étudiée.

## 2.4 Perçage laser des barrières thermiques

Cette section décrit le laser utilisé pour les perçages ainsi que les montages expérimentaux mis en œuvre dans cette étude.

### 2.4.1 Laser impulsionnel

La source laser utilisée dans cette étude est un laser Nd :YAG relaxé (grenat d'yttrium-aluminium dopé par l'ajout de néodyme). Il s'agit d'un HL201P de la marque Trumph. Les essais ont été réalisés au laboratoire PIMM dans le cadre du projet ANR ULTRA. Les caractéristiques de ce laser ont été étudiées par Schneider [Schneider, 2006] et sont vérifiées annuellement pour assurer la stabilité de la source. Elles sont détaillées dans le tableau 2.9.

| Paramètre | Valeur |
|---|---|
| Longueur d'onde | 1064 nm |
| Puissance moyenne | 200 W |
| Durée d'impulsion | de 0,08 à 1,1 ms |
| Puissance crête | de 1 à 18 kW |
| Fréquence maximale | 1 kHz |

Tableau 2.9 – Caractéristiques du laser de perçage impulsionnel HL201P

La figure 2.7 présente le schéma de principe du laser utilisé dans cette étude.

La qualité et la stabilité du faisceau laser sont contrôlées par les traitements qu'il subit après sa sortie de la cavité laser (figure 2.7). En effet, le faisceau passe par une fibre optique définissant sa circularité ainsi que son homogénéisation. Le faisceau est ensuite guidé à travers un montage optique nommé "tête laser", composé de plusieurs lentilles et capable de fournir une visualisation coaxiale de la surface sur laquelle le faisceau laser est focalisé par une lentille. Cette tête laser est mobile selon un axe z qui permet le réglage de la focalisation. La puissance laser, la répartition spatiale et temporelle de l'énergie (en fonction de la puissance crête et de la durée d'impulsion) ainsi que la reproductibilité des résultats sont caractérisées à l'aide d'un montage conçu au PIMM et d'une caméra CCD (figure 2.8).

La distribution de l'énergie laser est circulaire avec un diamètre au plan focal de 330 ± 10µm. La tension mesurée dans la cavité laser est représentative de la puissance délivrée par le laser et celle-ci est atteinte après un temps de montée, égal au temps de descente, compris entre 100 et 150µs et est très

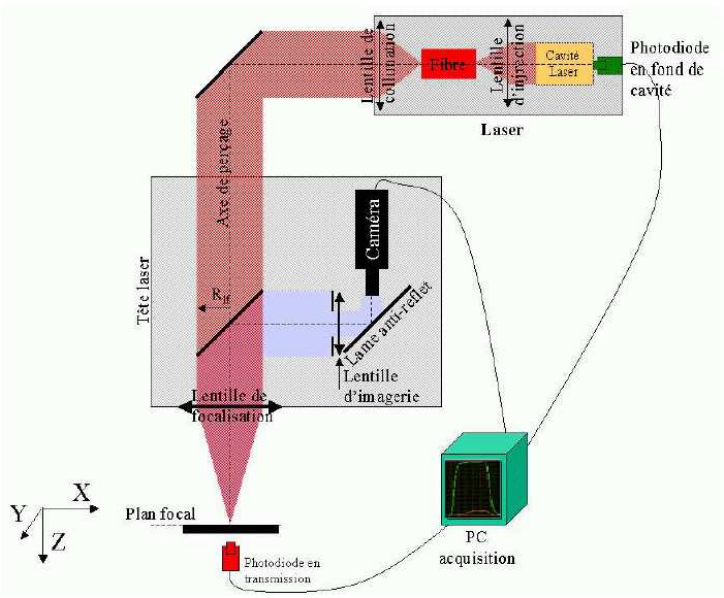



FIGURE 2.7 – Schéma de principe du laser HL201P [Schneider, 2006]

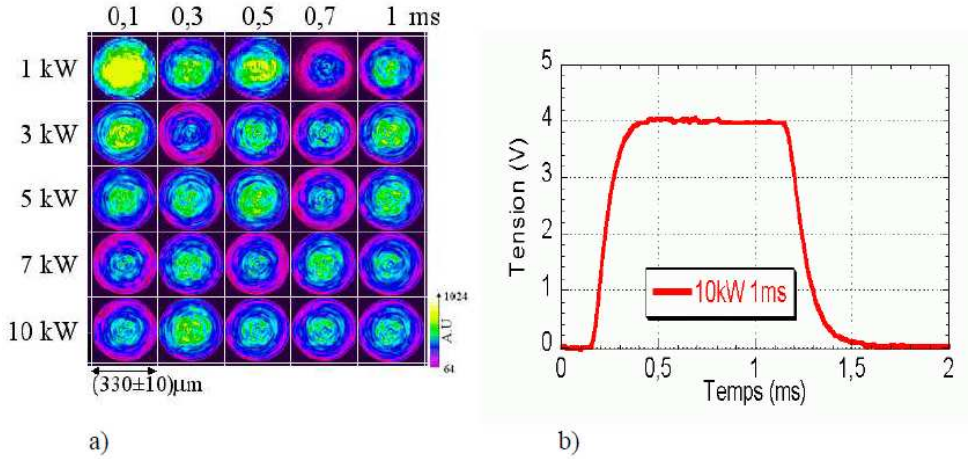



FIGURE 2.8 – Répartition spaciale (a) et temporelle (b) de la puissance laser[Schneider, 2006]

stable au cours de l'impulsion. Cette stabilité n'est pas valable pour les puissances crêtes très élevées combinées à de petites durées d'impulsion [Revuz, 2010], mais ces configurations ne sont pas utilisées dans cette étude.

Le diamètre du faisceau ainsi que la répartition spatiale de l'énergie fournie par le faisceau évolue en fonction de la focalisation du faisceau. Dans cette thèse, le faisceau laser sera toujours focalisé à la surface de l'échantillon à percer. La puissance crête du laser étant linéairement proportionnelle à la densité de puissance déposée sur la surface de l'échantillon, elle sera utilisé comme paramètre du laser [Schneider, 2006][Revuz, 2010].

### 2.4.2 Montages expérimentaux

Un montage spécial a été réalisé dans le but d'observer, sans polissage après perçage, un trou réalisé par laser. Le but de cet essai est d'obtenir de manière non destructive un demi trou à analyser. De plus, d'utilisation d'une caméra rapide durant le perçage permet de filmer la phase de perçage. Les deux paragraphes suivant décrivent le montage expérimental et la caméra rapide utilisée pour cet essai.

#### 2.4.2.1 Montage verre / métal : adaptation de la méthode DODO

Cet essai est fondé sur l'adaptation de la méthode DODO ("Direct Observation of Drilled hOles") développée en 2005 par Schneider [Schneider, 2006] et illustrée dans la figure 4.8 et du montage réalisé par Revuz [Revuz, 2010]. La méthode DODO consiste à effectuer un tir laser à l'interface d'une cible composée de deux parties métalliques identiques (par exemples deux échantillons d'acier) préalablement polies jusqu'à obtenir un état de surface miroir puis accolées. Ces deux parties sont maintenues par un étau qui applique une forte pression sur celles-ci afin que la lame d'air entre les deux surfaces polies soit la plus fine possible. En séparant les deux parties après perçage, on obtient deux coupes du trou percé laser de manière non destructive. Cette méthode donne aussi accès à la morphologie du trou et aux contours de celui-ci à partir de deux demi-trous.

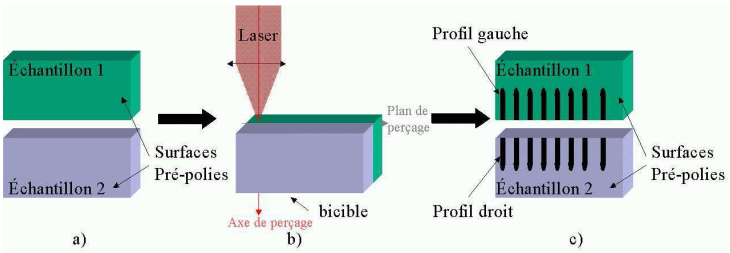



FIGURE 2.9 – Description du montage de perçage de la méthode DODO [Schneider, 2006]. a) Préparation des échantillons par polissage d'une face. b) Perçage à l'interface entre les deux matériaux. c) Observation directe des deux échantillons

L'utilisation de la méthode DODO nécessite que les deux parties soient composées du même matériau massif. Dans son étude, N. Revuz [Revuz, 2010] a adapté cette méthode en utilisant une partie métallique accolée à une partie en verre. Cette dernière étant transparente à la longueur d'onde du laser, elle n'est pas percée par le laser. L'état de surface de la lame de verre est similaire à celui d'un poli miroir. Cette méthode, couplée à l'utilisation d'une caméra rapide permet d'observer les phénomènes qui se produisent dans le trou lors du perçage. Pour remplacer la partie métallique par une plaque de verre, il faut que la surface de contact entre la partie métallique et la partie en verre soit la plus grande possible, de manière à appliquer une pression de contact uniforme et suffisante et éviter la présence d'une lame d'air à l'interface entre les deux parties. Ces lames d'air sont critiques car elles permettent l'éjection de la matière liquide le long de l'interface métal/verre et perturbe son éjection et donc la forme du trou.

Le système barrière thermique étudié ici n'étant pas assez épais pour permettre un polissage parfaitement plan et donc un bon contact entre la partie en verre et l'échantillon, un support en A2017 est utilisé comme support pour maintenir l'échantillon de barrière thermique contre la plaque de verre. Ce support permet de maintenir une pression suffisante dans l'étau de manière à éliminer la lame d'air. Pour préparer ces échantillons, des échantillons de A2017 massif sont tout d'abord découpés de manière à obtenir les dimensions suivantes : 80mm de long et 30mm de haut pour que la surface soit supérieure à celle de la plaque de verre et 22mm de côté sur lequel l'échantillon sera maintenu. Un schéma descriptif de ce support est présenté dans la figure 2.10.

L'échantillon est ensuite collé sur ce support avec de la colle ciano-acrylique de manière à maintenir en place l'échantillon durant la phase de polissage et la phase de perçage. Seul le substrat est collé afin de ne pas induire de modifications dans le dépôt par diffusion de colle dans les porosités. L'ensemble est ensuite poli jusqu'au drap diamanté 1µm pour limiter la formation d'une lame d'air. Après polissage, l'échantillon est observé au microscope optique pour vérifier qu'il n'y a pas de fissures présentes à la surface et pas d'arrachements au niveau des dépôts.

#### 2.4.2.2 Réalisation de films avec caméra rapide

Le but de cet essai est de filmer à l'aide d'une caméra rapide la formation d'un trou. Cette caméra (Photron Fastcam) a été utilisée avec une résolution de $164 \times 56$ px$^2$ avec une vitesse de 50 000 ou 100

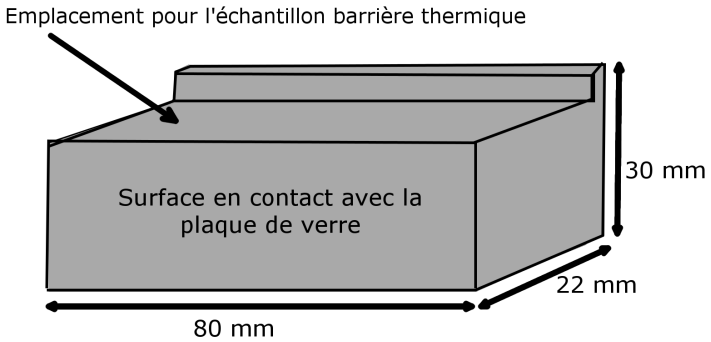



FIGURE 2.10 – Schéma du support en A2017 pour l'essai DODO modifié

000 images par seconde. Elle est placée perpendiculairement à l'axe du faisceau laser et coplanairement à la surface de l'échantillon. De cette manière, elle permet l'observation de la matière éjectée ainsi que la formation du trou. Pour obtenir le plus d'images possible, il est nécessaire de réduire la taille de la fenêtre d'observation au maximum pour observer la totalité de l'impulsion laser. En effet, le "buffer" (mémoire tampon où sont stockées les images durant l'acquisition avant sauvegarde sur l'ordinateur) de la caméra limite la quantité de données acquises par la caméra.

Durant l'impulsion laser, la matière est fondue puis vaporisée et partiellement ionisée. Elle émet ainsi une lumière très intense ne pouvant être observée directement à la caméra. Afin de pouvoir étudier les phénomènes désirés, des filtres passe-bande ainsi que des atténuateurs ont été ajoutés à l'objectif de la caméra. Une diode laser a ensuite été ajoutée pour éclairer le processus.

Les optiques de la tête laser sont protégées par un hublot en verre quasiment transparent au laser et traité pour éviter les reflets. Ce hublot doit être changé très régulièrement à cause des particules de matière éjectées qui se déposent à sa surface lors des tirs laser. Une quantité trop importante de particules diminuerait l'énergie du faisceau laser car une partie en serait absorbée ou diffusée par ces particules.

## 2.5 Caractérisations

### 2.5.1 Analyses microstructurales

#### 2.5.1.1 Préparation des échantillons

L'analyse des systèmes barrières thermiques et des trous percés par laser ont essentiellement été réalisés sur des coupes longitudinales. Pour limiter les endommagements lors de l'étape de polissage des échantillons et pour conserver l'état de la matière en bord de trou, les échantillons revêtus et les éprouvettes percées sont enrobés avec une résine époxy nommée "epofix" de la société STRUERS. Cette résine polymérise à froid en 12h sans réaction exothermique et avec un faible retrait limitant les contraintes internes. Pour faire pénétrer la résine dans les porosités du dépôt ainsi que dans les fissures, les échantillons sont placés sous cloche à vide pendant 20 minutes. Les échantillons sont ensuite polis mécaniquement à l'aide de papiers SiC de grades compris entre 400 et 2500. Les surfaces sont ensuite polies sur des draps de feutre imbibés de pâte diamantée dont les tailles de particules varient successivement de 6µm à 1µm. Entre chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau puis déposés dans un bain d'éthanol agité par des ultrasons pendant 30 secondes. Les échantillons sont ensuite séchés à l'air comprimé.

Afin de révéler la microstructure du substrat ainsi que les phases de la sous-couche, certains échantillons ont été attaques chimiquement. Deux types d'attaques chimiques ont été réalisés :

- une attaque électrochimique de sulfate de cuivre à 1% pendant 1 minute,
- une attaque avec le réactif "Marble" à base de sulfate de cuivre pendant 30 secondes.

Cette préparation a été utilisée pour les observations en coupe au microscope optique et au microscope électronique à balayage ainsi qu'à la microsonde de Castaing.

#### 2.5.1.2 Erreurs de mesure liées à la préparation des échantilons

**Positionnement de l'échantillon**

Un mauvais positionnement de l'échantillon sous le laser peut conduire à un désalignement des trous les uns par rapport aux autres. Afin que tout les trous soient alignés avec le bord découpé de l'échantillon, le bord de l'échantillon est découpé par laser avec le même alignement. Dès lors, une petite modification de l'angle conduit aussi à une modification de l'angle de découpe (le bord du trou sera toujours aligné avec les trous, mais la profondeur réelle percée sera différente de l'épaisseur du matériau).

Ensuite, la découpe de l'échantillon percé par plusieurs trous peut faire évoluer l'échantillon notamment par une relaxation des contraintes. L'observation des échantillons découpés n'a pas montré de déformation visible (flèche) prouvant la modification des contraintes. La découpe peut aussi conduire à une augmentation de la taille des fissures.

Enfin, l'enrobage des échantillons doit être fait minutieusement afin de ne pas introduire un angle entre le bord de l'échantillon et le plan de base de l'enrobage. Une étude des erreurs de positionnement et leurs conséquences sur la justesse des mesures effectuées en coupe à été réalisée dans la thèse de M. Schneider [Schneider et al., 2010]. Il conclu qu'une erreur de 0,01 rad sur le positionnement de l'échantillon par rapport au plan des perçages peut provoquer une erreur de 5% sur le rayon mesuré.

**Polissage de l'échantillon**

Le polissage des échantillons avant observation est une méthode de préparation pouvant conduire à des erreurs de mesure lors de l'observation. En effet, si le polissage n'est pas parfaitement parallèle à l'axe des trous, l'angle entre le plan de polissage et le plan de l'axe des trous induit une erreur de mesure sur les épaisseurs, les diamètres et la profondeur mesurées ainsi que la longueur de fissure. Il sera d'autant plus difficile de polir droit jusqu'au milieu du trou que l'angle est important. Enfin, les mesures sont réalisées au milieu du trou, mais l'arrêt du polissage au milieu du trou est très difficile à obtenir compte tenu de la gamme de polissage utilisée pour le polissage des barrières thermiques (voir §2.5.1.1 page 56). Des trous de contrôle à 90° sont effectués en bord d'échantillon pour vérifier la planéité du polissage en examinant la similarité des trous. Néanmoins, la précision apportée par ces trous de contrôle est limitée par l'alignement de l'axe de perçage des trous de contrôles et des trous inclinés. Les erreurs de plan de polissage sont limitées en mesurant ainsi la distance entre le milieu du trou et le bord de l'échantillon et en mesurant l'épaisseur polie ou en utilisant un support de polissage spécifique (Accustop, Struers).

3 types d'erreur peuvent être commis et combinés entre eux :

- Polissage plan, arrêt avant le milieu : le diamètre mesuré vaut $\frac{d}{2}\sin\alpha$, avec d le diamètre du trou au milieu et $\alpha$ l'angle entre le centre du trou et l'intersection du bord du trou et du plan de polissage. Pour un angle de 5° et un diamètre de trou de $1mm$ (soit un écart de $140\mu m$), on obtient une erreur de 8% sur le diamètre du trou.
- Plan XY : En vue en coupe, les quatre trous n'apparaissent pas en même temps. Cela implique une erreur de mesure différente pour chaque trou. L'espace entre 2 trous est de $5mm$ et le diamètre du trou vaut $1mm$. L'erreur effectuée sur la diamètre du trou est de l'ordre de 10% en se plaçant au milieu de l'échantillon (erreur symétrique de chaque côté de l'échantillon).
- Plan XZ : En vue en coupe, le haut et le bas du trou n'apparaissent pas en même temps. Cela implique la même erreur de mesure pour chaque trou. En se plaçant au milieu du trou au niveau de l'interface céramique/sous-couche, un erreur sera faite sur le diamètre du trou (en entrée, en sortie et au milieu), mais pas sur la longueur de la fissure. Néanmoins, on ne peut pas obtenir de valeurs de diamètre avec une erreur trop importante selon cet angle.

Le polissage comporte aussi un risque de créer des défauts notamment d'arrachement, et de planéité par rapport à l'axe de perçage. De plus, le polissage peut augmenter artificiellement la taille de fissure et perturber la détection de la fissure interfaciale (sans confondre la fissure avec un pore ou une fissure intrinsèque au dépôt).

#### 2.5.1.3 Microscopie optique

Le microscope binoculaire Axiovert 405M ZEISS est un microscope qui permet d'obtenir des images avec des grandissements variant de 5 à 100 sous lumière blanche et polarisée. Celui-ci a été utilisé lors du polissage de chaque échantillon pour vérifier la planéité du polissage, les diamètres des trous et l'arrachement autour des porosités du dépôt.

La géométrie des trous peut être observée grâce à ce microscope. De plus, les images obtenues avec le grandissement ×10 ont été utilisées pour déterminer la porosité des dépôts par analyse d'image. Cela revient à une taille par image de 2800µm × 2100µm.

#### 2.5.1.4 MEB

Le microscope électronique à balayage permet d'observer les surfaces de sous-couches réalisées, les microsctructures du substrat et les zones fondues et re-solidifiées lors du perçage. Deux modes ont été utilisés : les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés.

- Les électrons secondaires ont une faible énergie. Ils révèlent la topographie de l'échantillon observé. Ils seront utilisés pour les surfaces et l'observation des poudres.
- Les électrons rétrodiffusés ont une grande énergie. Ils permettent la caractérisation de la nature chimique des matériaux. En effet, leur quantité et leur énergie est significative du nombre atomique des atomes rencontrés (les éléments lourds apparaissent en clair et les atomes légers en sombre).

Le Centre des Matériaux dispose de trois microscopes électroniques à balayage dont un microscope à émission thermo-électronique (LEO 1450 VP) et un autre à émission de champ (ZEISS Gemini DSM 982) qui ont tous les deux été utilisés dans cette étude.

#### 2.5.1.5 Microsonde de Castaing

La microsonde de Castaing est une technique d'analyse chimique basée sur le principe WDS : l'échantillon est soumis à un rayonnement électronique sur un volume d'environ 1µm$^3$, le rayonnement émis est analysée à l'aide de quatre spectromètres verticaux. La microsonde utilisé dans cette étude est une SX100 de la société CAMECA. La surface des échantillons analysés avec ce matériel doit être parfaitement polie et plane pour un résultat optimal, ce qui rend l'analyse de la surface d'un échantillon très complexe. Cet équipement permet de déterminer la composition d'une phase de manière quantitative mais aussi de réaliser des cartographies qualitative et quantitative de la composition chimique d'un échantillon. La surface analysée est d'environ 50µm × 50µm.

### 2.5.2 Mesures sur les dépôts

#### 2.5.2.1 Épaisseur des dépôts

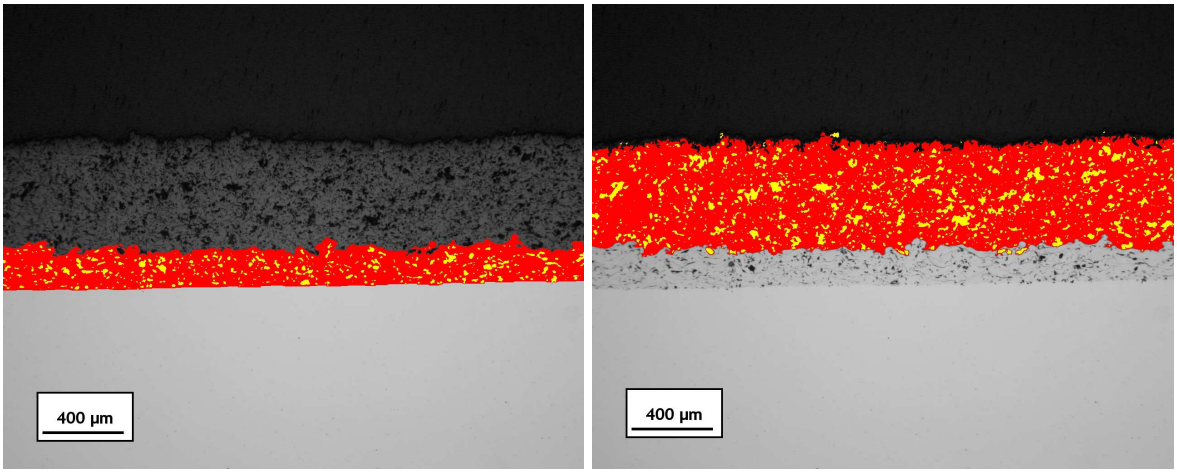
Il est difficile de positionner la surface ou l'interface pour mesurer une épaisseur à cause de la rugosité des dépôts. En effet, à cause de la rugosité de la surface, les différentes techniques de mesure d'épaisseur peuvent donner des résultats variables : une mesure au palmer indiquera l'épaisseur maximale, au niveau des pics de rugosité tandis qu'une mesure au microscope permet d'obtenir une mesure à mi-hauteur (moyenne entre le sommet des pics et la base des vallées.

Les barrières thermiques industrielles doivent mesurer (en fonction des applications) entre 80 et 250µm pour la sous-couche et entre 250 et 600µm pour la couche de céramique. Pour se rapprocher d'une barrière thermique industrielle, l'épaisseur du dépôt choisi est de 200µm pour la sous-couche et 500µm pour la céramique. Les mesures de vérification après dépôt étant faites à l'aide d'un palmer, elles peuvent différer de celles réalisées sur les coupes micrographiques. Les valeurs d'épaisseurs de dépôts sont obtenues a partir de la moyenne de 5 mesures sur 5 zones différentes de l'échantillon.

#### 2.5.2.2 Porosité

La porosité est mesurée à partir une image de microscopie optique et à l'aide du logiciel ImageJ (méthode manuelle). Dans un premier temps, des images sont obtenues par microscopie optique au grossissement x10. Cinq images sont choisies pour l'analyse de porosité. Ces images ne doivent pas présenter d'arrachements importants dus au polissage ni de rayures. Dans un premier temps, les images sont rognées de manière à ne garder que l'intérieur de la sous-couche ou que la céramique. Le logiciel ImageJ est utilisé pour seuiller ces images de manière à séparer les porosités en noir du revêtement (céramique ou sous-couche) et des oxydes en gris dans la sous-couche. Une fois le seuillage effectué, l'image est binarisée et le taux de porosité est déterminé par décompte des pixels blancs sur le nombre total de pixels. L'avantage de cette méthode est qu'elle peut s'appliquer sur tous les échantillons puisque le seuillage se fait manuellement pour chaque image. L'inconvénient majeur de cette méthode est le temps qu'il faut pour analyser plusieurs images. De plus, cette méthode ne prend pas en compte les zones situées près des interfaces.

Une deuxième méthode (automatique) a donc été élaborée au centre des matériaux (avec l'aide de Franck N'Guyen). L'image complète est utilisée. La méthode met en œuvre des outils de morphologie mathématique pour déterminer les interfaces sous-couche / substrat et sous-couche / céramique. Il s'agit de calculer les contrastes locaux pour séparer les couches. Les valeurs de seuillages déterminées avec la méthode précédente servent de point de départ pour connaître les nuances de gris correspondant à chaque couche. Une fois les interfaces trouvées numériquement, chaque couche peut être analysée séparément. Le seuillage se fait alors en fixant les valeurs de nuances de gris correspondant à la porosité. La figure 2.11 illustre la sélection de la zone à analyser pour déterminer la porosité d'une couche.




(a) Sous-couche (b) Céramique

FIGURE 2.11 – Détermination de la porosité d'un dépôt par analyse d'image

### 2.5.3 Profilométrie

La profilométrie permet de mesurer la topographie d'une surface. Dans cette étude, une profilométrie optique multi-spectrale a été utilisée. Cette méthode non destructive consiste en la focalisation d'une lumière blanche proche de la surface de l'échantillon. Le rayonnement réfléchi est détecté par un capteur confocal chromatique et analysé afin d'en déduire la hauteur point à point de l'échantillon. Un balayage en x et en y permet d'obtenir un profil linéaire ou surfacique (à partir d'une série de profils) et de reconstruire la topographie de la surface en trois dimensions. Le profilomètre utilisé ici est un Altisurf 500 de la société Altimet couplé à un logiciel d'analyse de profils. Il est alors possible de déterminer la rugosité d'une surface et la présence d'un profil de déformation sur un dépôt (bombé, décohésion). La rugosité de la surface des dépôts de sous-couche a été mesurée par profilométrie.

### 2.5.4 Observation tridimensionnelle non destructive

La tomographie et la laminographie sont des techniques non destructives permettant la reconstruction d'un objet en trois dimensions à partir d'un rayonnement X [Cloetens et al., 1997] [Boller et al., 2010].

#### 2.5.4.1 Tomographie

La microtomographie par rayons X combine une source de rayons X, une platine tournante et un détecteur de rayons X. Le microtomographe de laboratoire (laboratoire Navier, Champ sur Marne) utilisé dans cette étude est décrit dans la figure 2.12. Il s'agit d'une source de rayons X GE (Phoenix) ayant une puissance de 160kV et 15W. Elle permet de scanner un volume de 1µm$^3$ avec une résolution de 3µm par voxel. Cette installation a pu être utilisée avec la collaboration de H. Proudhon (Centre des Matériaux, École des Mines de Paris).

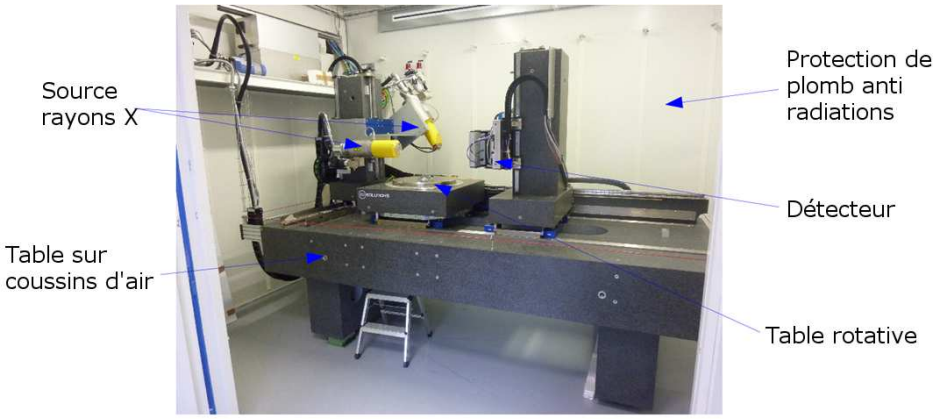



FIGURE 2.12 – Vue du tomographe de laboratoire Navier (UMR CNRS 8205)

Pour un meilleur rendu, il est préférable d'utiliser des échantillons cylindriques ou parallélépipédique. Le diamètre est déterminé à partir de l'absorption des rayons X des éléments chimique composant l'échantillon (par exemple, les superalliages base nickel sont très absorbants, un faible diamètre (< 2mm) est conseillé). Ce dernier est placé sur la table tournante, entre le faisceau de rayons X et le détecteur. La table tournante et le détecteur sont placés de manière à obtenir une image de l'échantillon la plus grande possible sur le détecteur. Pour chaque rotation de 2° de la table tournante, une radiographie de l'objet est effectuée. La radiographie X peut être traduite par la loi de Beer-Lambert qui calcule, le long d'un trajet donné des rayons X au sein de la matière, le rapport entre le nombre de photons transmis N et le nombre de photons incidents $N_0$ (équation 2.4) [Amsellem, 2008].

$$\frac{N}{N_0} = e^{\int \mu s(ds)} \tag{2.4}$$

Le nombre de photons transmis dépend du coefficient d'absorption de chaque phase constituant le matériau ainsi que de l'épaisseur du matériau. Pour obtenir la visualisation tridimensionnelle du matériau, la microtomographie combine les informations fournies par un très grand nombre de radiographies, chacune étant réalisée pour un angle de rotation différent de l'échantillon par rapport à la source de rayons X. Si l'angle entre chaque radiographie est suffisamment petit, il devient possible de calculer par reconstruction mathématique la valeur locale du coefficient $\mu$ en chaque point (voxel) de l'échantillon. Après reconstruction, une image volumique représentant la répartition des coefficients d'atténuation dans les trois directions de l'échantillon est recomposée en niveaux de gris sous forme de "stacks" (empilement d'images 2D). La taille du fichier obtenu est d'environ 800 Mo.

#### 2.5.4.2 Laminographie

La laminographie par rayons X est une technique très proche de la tomographie. La platine tournante est inclinée de 33°, ce qui permet de scanner un échantillon peu épais sans devoir réduire la largeur et la longueur de l'échantillon. Une plaque peut ainsi facilement être analysée. La source utilisée grâce à la collaboration de Thilo Morgeneyer et Kucas Helfen est la ligne ID19 de l'ESRF (Grenoble). Une photo du montage est donnée dans la figure 2.13.

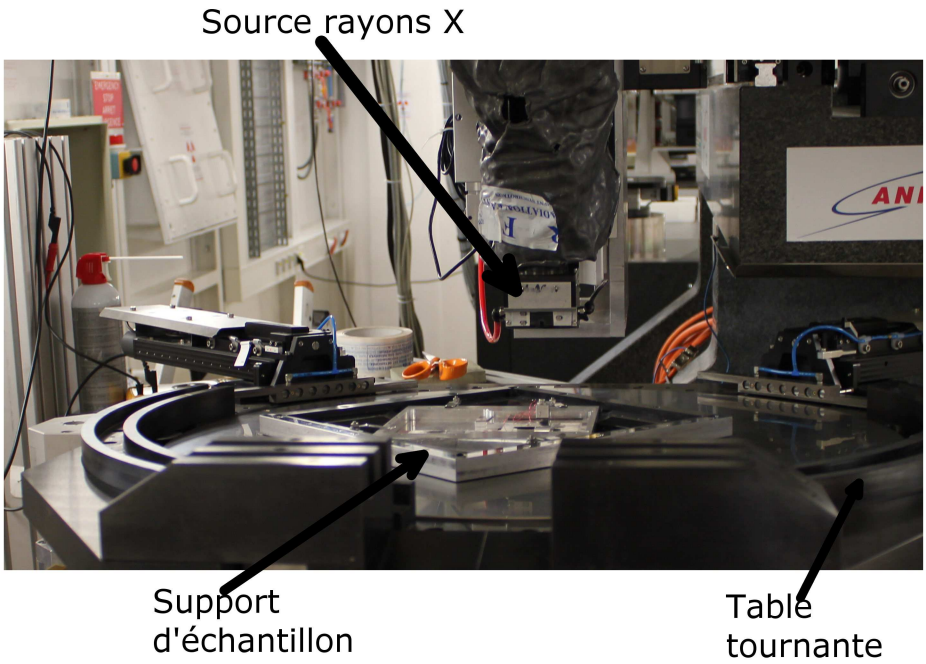
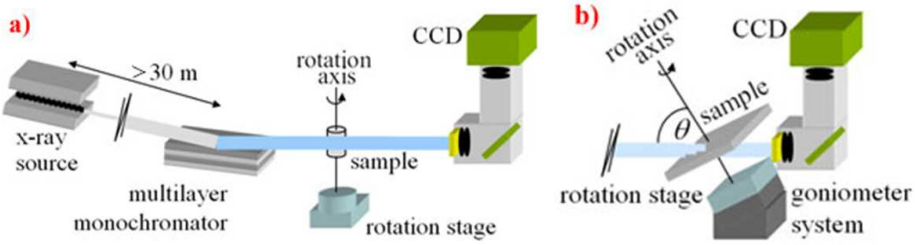



FIGURE 2.13 – Photo du montage de laminographie à l'ESRF

La source synchrotron permet de scanner un volume de 1µm$^3$ avec une résolution de 0,77µm par voxel.




(a) Tomographie (b) Laminographie

FIGURE 2.14 – Comparaison des techniques de tomographie et de laminographie

L'utilisation de la laminographie apporte ici une meilleure résolution que le tomographe de laboratoire, mais il est plus difficile de localiser correctement la zone à scanner. Dans notre cas, un fil de cuivre a été déposé sur l'échantillon au niveau de la zone a étudier. Le cuivre ayant un coefficient d'absorption différent de celui du nickel, il est facilement identifiable sur la radiographie X. Une fois que la zone sur laquelle le fil de cuivre est posé est au milieu de la zone scannée, le fil de cuivre est enlevé pour ne pas interférer dans la mesure.

La reconstruction du volume à partir des radiographies prend plusieurs heures. La taille du fichier obtenue est d'environ 1Go.

#### 2.5.4.3 Préparation des échantillons

Cette méthode d'imagerie 3D consiste à reconstruire un volume à partir d'un rayonnement X transmis. Elle nécessite que l'échantillon n'absorbe pas tout le rayon X entrant. Le système barrière thermique étudié ici est composé d'un superalliage composé d'une grande quantité de cobalt et de nickel très absorbant des rayons X. Pour obtenir une image de la meilleure résolution possible, le système barrière thermique ne doit pas excéder 1mm pour la tomographie X et 0,8mm pour la laminographie X. Les tailles données ici ont été estimées à partir d'essais réalisés sur d'autres échantillons de barrière thermique non percés. C'est pourquoi il est nécessaire de découper et/ou de polir l'échantillon avant observation pour obtenir une taille adéquate.

**Choix de la géométrie de l'échantillon à analyser en tomographie X**

L'échantillon de tomographie X doit avoir une section carrée qui ne doit pas excéder 1mm de côté. La hauteur de l'échantillon n'est pas limitée car ce dernier sera collé sur un support. Toutefois, seul 1mm sur la hauteur sera enregistré. Le trou ayant un diamètre de 600 µm, il reste une marge de 200 µm de chaque côté du trou pour obtenir le trou entier. De plus, le découpage de l'échantillon trop près du trou risque d'augmenter la taille de fissures voire de créer un écaillage de la barrière thermique au niveau du trou. Pour ne pas endommager les bords du trou, l'échantillon a été découpé loin du trou puis poli doucement pour ne garder qu'un demi-trou permettant ainsi d'observer un demi-trou et les bords proches sur une moitié d'échantillon. Le schéma de l'échantillon obtenu après découpe et polissage est donné dans la figure 2.15.

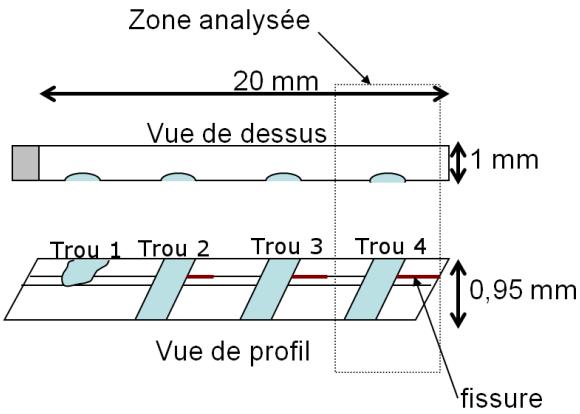



FIGURE 2.15 – Schéma de principe de l'échantillon pour la tomographie X.

**Choix de la géométrie de l'échantillon à analyser en laminographie X**

Pour l'échantillon de laminographie X, la préparation est différente car seule l'épaisseur a une importance pour l'absorption du faisceau X. Aucune découpe n'est nécessaire, il suffit d'amincir légèrement le métal et la céramique pour obtenir une épaisseur totale de 800µm environ. L'enregistrement étant réalisé avec 33° d'inclinaison, cela représente une épaisseur de 1,5mm à traverser. Un schéma géométrique de l'échantillon est présenté en figure 2.16.

## 2.6 Mesures mécaniques

### 2.6.1 Profils des contraintes résiduelles

Plusieurs méthodes destructives et non destructives permettent de déterminer les contraintes résiduelles en surface ainsi qu'en profondeur d'un matériau [Auger and Buisson, 2010]. La méthode du trou incrémental est une méthode destructive de mesure de relaxation pour établir un profil en fonction de la profondeur.

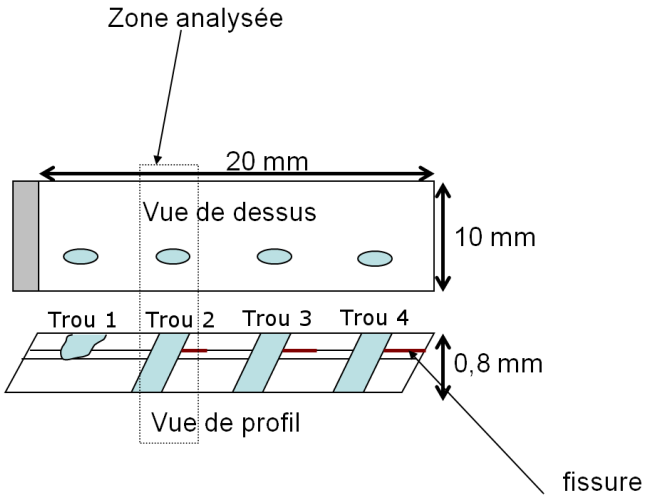



FIGURE 2.16 – Schéma de principe de l'échantillon pour la laminographie X.

#### 2.6.1.1 Méthode du trou incrémental

Cette méthode destructive s'adapte à tous les matériaux et permet de déterminer le profil des contraintes longitudinales (sans ajout de contraintes) dans la profondeur avec une grande précision. Elle consiste en la réalisation d'un trou dans le matériau de manière à ré-équilibrer les contraintes résiduelles contenues dans le volume enlevé et la mesure des déformations associées. On obtient donc une relaxation de la matière autour de la zone percée. La mesure des déformations en surface couplées à une simulation itérative par éléments finis de la relaxation en volume permet de déterminer les contraintes présentes avant la relaxation par perçage. Le détail de la méthode est précisée ci-dessous.

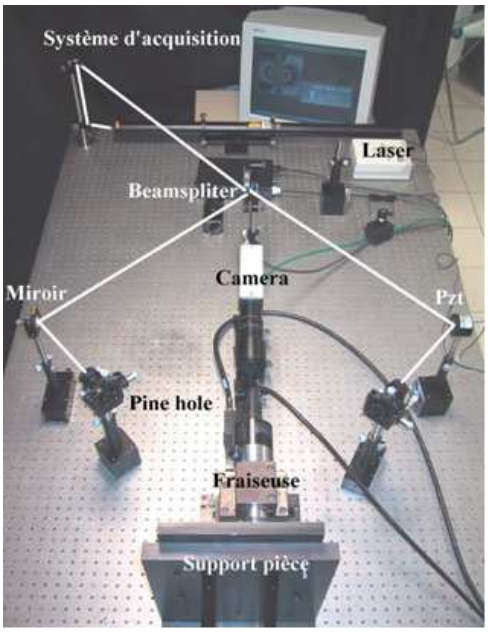



FIGURE 2.17 – Photo du montage utilisé pour la détermination des contraintes résiduelles

Les essais de détermination des contraintes par la méthode du trou ont étés réalisés à l'UTT (Université Technologique de Troyes) au laboratoire Lasmis (collaboration avec Guillaume Montay). La réalisation de la partie perçage du trou mécanique se fait par un système composé d'une perceuse munie d'un foret hélicoïdal à trois pointes. Le foret perce un trou de quelques dizaines de micromètres appelé incrément (vitesse de rotation du forêt : 5000 tours par minute). Ce foret permet de percer les matériaux à priori sans générer de contraintes résiduelles pendant le perçage. La perceuse est fixée sur deux axes (Y et

Z) permettant de descendre la perceuse entre deux incréments (pour la mesure de déformations) et de percer les incréments dont le pas ne doit pas être inférieur à 20µm pour ne pas provoquer d'erreurs de positionnement. Les incréments choisis pour nos systèmes barrière thermique vont de 20µm pour les incréments les plus petits (au niveau des interfaces) à 50µm pour les zones moins contraintes telles que dans le substrat. La figure 2.17 montre le montage utilisé.

La mesure des déformations se fait par interféromètrie speckle. Le speckle ou granularité laser en français se manifeste par la diffusion de la lumière provenant d'une source cohérente par la rugosité de la surface d'un matériau : quand un faisceau laser éclaire une surface rugueuse, l'onde lumineuse est diffusée et subit un déphasage causé par la différence de chemin optique lié à la rugosité. L'interférométrie est obtenue à partir d'un faisceau laser divisé en deux faisceaux cohérents par une lame séparatrice. Le déphasage entre les deux faisceaux génère des interférences à la surface de l'échantillon [Smigielski, 2001]. L'image obtenue par la caméra CCD a un aspect granulaire. Un point du capteur reçoit la superposition des ondes provenant de différents points de la surface rugueuse. Les niveaux de gris sur cette image correspondent à la différence de chemin optique entre l'échantillon et le capteur.

Pour déterminer des déplacements sur la surface de l'échantillon, une première image de la surface de l'échantillon est prise avant perçage, pour servir de référence. Cette image est obtenue par mesure de décalage de phase : 4 images sont prises pour 4 déplacements de miroir différents, déphasés de $\frac{\pi}{2}$, avec $I_m$ l'intensité moyenne et m le contraste. La phase $\Phi$ peut donc ainsi être déterminée.

$$I_{00} = I_m(1 + m\cos\Phi)$$

$$I_{90} = I_m(1 + m\cos\Phi + \frac{\pi}{2})$$

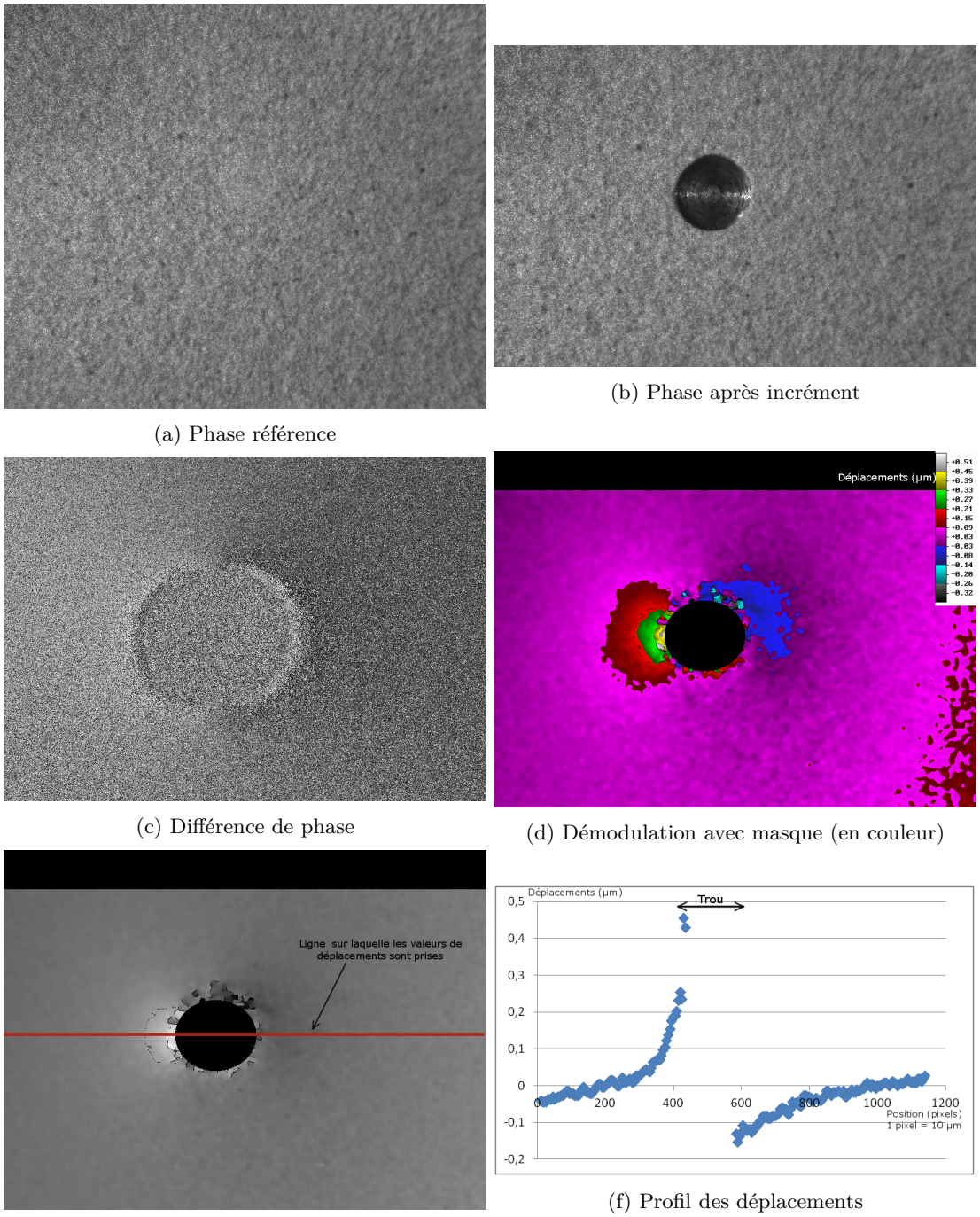
$$I_{180} = I_m(1 + m\cos\Phi + \pi)$$

$$I_{270} = I_m(1 + m\cos\Phi + \frac{3\pi}{2})$$

La qualité de l'image obtenue dépend de la rugosité de la surface de l'échantillon ainsi que du chevauchement des anneaux d'interférométrie. Cette méthode étant sensible aux mouvements d'air, aux vibrations et à la luminosité ambiante, il est conseillé de ne pas bouger durant la mesure et de protéger le banc d'essai de la lumière et des courants d'air. L'interférométrie permet la détermination des déformations à la surface du matériau de manière très précise (au dixième de micro près) sans collage de jauges.

Après chaque incrément de perçage, une nouvelle image est réalisée par la méthode décrite précédemment. La différence de phase entre les deux images (référence et après incrément) permet de remonter aux déplacements point par point par la formule $\Delta x = \frac{\Delta}{\Phi} 2\theta$ où $\theta$ est l'angle entre le faisceau et la caméra. Une démodulation de la soustraction de ces deux images est ensuite effectuée en utilisant un masque de manière à ne pas prendre en compte la partie de l'image correspondant au trou (pas de déplacement ni de déformation mesurable). Cette démodulation permet d'obtenir une image de la déformation du matériau en niveaux de gris. Les étapes sont illustrées dans la figure 2.18.

L'image des déformations en niveau de gris est ensuite enregistrée sous forme d'un fichier texte contenant les coordonnées de chaque point ainsi que la valeur de déplacement correspondante. Un profil de déformation est ensuite tracé en prenant les valeurs de déformation sur la ligne traversant le trou comme illustré sur la figure2.18.




(a) Phase référence

(b) Phase après incrément

(c) Différence de phase

(d) Démodulation avec masque (en couleur)

(e) Choix de la ligne de déplacements

(f) Profil des déplacements

FIGURE 2.18 – Etapes de détermination des déplacements à la surface d'un matériau

Les déformations sont reliées aux contraintes résiduelles présentes avant la réalisation de l'incrément par l'équation 2.5, avec $A_{ii}$ un coefficient de calibration déterminé à partir des propriétés mécaniques du matériaux (supposées uniformes) et la méthode des éléments finis [Montay et al., 2011].

$$\sigma_i = \frac{\varepsilon_i^1}{2A_{ii}} \tag{2.5}$$

Pour les incréments suivants, les contraintes sont calculées à partir de la déformation mesurée après perçage $\varepsilon_{i_{mes}}^1$ ainsi que de la redistribution des contraintes entre deux perçages consécutifs. L'équation 2.6 décrit la méthode permettant d'obtenir les déformations liées à un incrément de perçage.

$$\varepsilon_i^1 = \varepsilon_{i_{mes}}^1 - \sum_{i=1}^{i=j-1} \varepsilon_{ij}^1 \tag{2.6}$$

Cette technique permet de déterminer le profil des contraintes résiduelles dans l'épaisseur du matériau. Le schéma 2.19 illustre un exemple de maillage utilisé pour la calcul éléments finis.

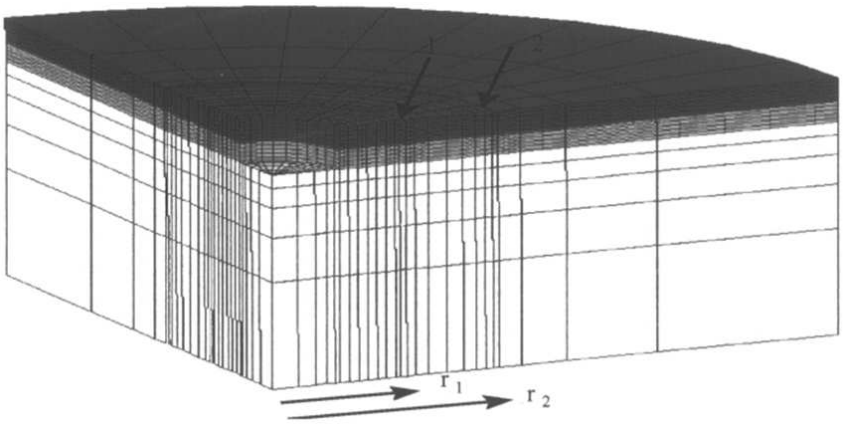



FIGURE 2.19 – Maillage 3D axisymétrique utilisé pour la détermination des contraintes résiduelles par la méthode du trou incrémental

Après avoir réalisé les essais de détermination de contraintes résiduelles par la méthode du trou incrémental, des coupes micrographiques ont été effectuées afin de vérifier la profondeur totale percée ainsi que la non fissuration des bords du trou percé mécaniquement. La barrière thermique de référence avec sous-couche plasma ne fissure pas et les bords du trou sont lisses comme le montre la figure 2.20, on peut donc analyser les courbes des déformations enregistrées et de contraintes résiduelles calculées. Cette coupe micrograhique montre une déformation des bords du trou percé mécaniquement : les bords du trou ne sont pas droits mais élargis en haut du trou. L'écart entre le haut du trou et le bas du trou est de 70 µm, cet écart peut s'expliquer en partie par la relaxation des contraintes lors de l'enlèvement de matière, par une légère vibration du forêt, ainsi que par un défaut de polissage (plan de polissage non perpendiculaire à l'axe de perçage.

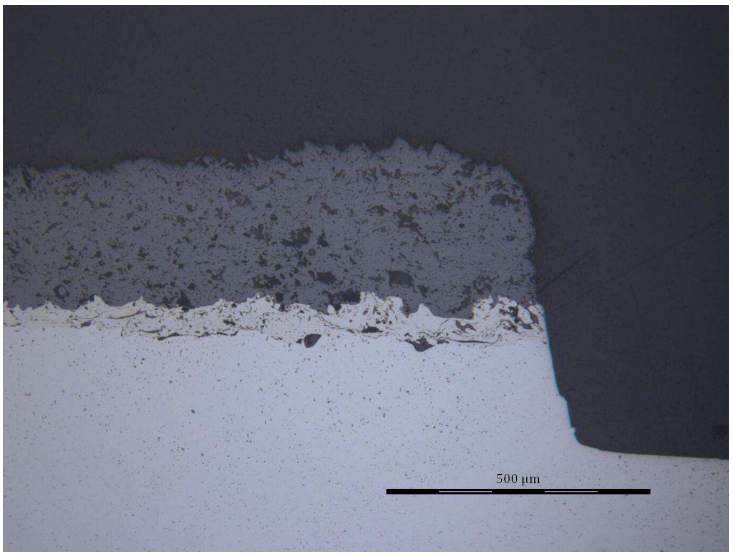



FIGURE 2.20 – Observation en microscopie optique d'un échantillon après perçage mécanique par la méthode du trou incrémental

### 2.6.2 Microdureté

La dureté d'un matériau est la mesure de la résistance de ce matériau à la pénétration d'un indent. Cela traduit une déformation plastique locale en relation avec la résistance mécanique d'un matériau. La valeur de la micro-dureté d'un matériau dépend du traitement qu'il a subit et peut être modifié par exemple par traitement thermique. Dans les métaux, elle dépend aussi des contraintes résiduelles. Dans cette étude, la comparaison des valeurs de micro-dureté entre les matériaux composant le système barrière thermique permet de connaître des variations de propriétés locales d'un système à l'autre au niveau des interfaces. Une différence de micro-dureté trop importante au niveau de l'interface céramique/sous-couche ou sous-couche / substrat indique que la matière n'a pas la même limite élastique et n'aura pas la même déformabilité durant le perçage laser. Ainsi plus la différence est importante, plus le risque de fissuration sera important.

La dureté peut se mesurer avec un grand nombre de méthodes : Vickers, Brinel, Knoop, Rockwell... La micro-dureté Vickers est la plus utilisée et a une large gamme d'application. Elle est déterminée à partir de la formule 2.7 (avec $F$ la force appliquée, $g$ l'accélération de la terre ($9,80665m \cdot s^{-2}$), et $d$ la moyenne des diagonales mesurées sur l'empreinte).

$$HV = 2F \times \frac{\sin(\frac{186\check{r}e}{2})}{g \times d^2} \tag{2.7}$$

Dans un dépôt céramique, A. Kobayashi [Kobayashi, 2007] montre que la dureté Vickers d'un dépôt plasma varie de manière parabolique entre la surface et l'interface avec le substrat. De plus, il montre une corrélation entre la porosité du dépôt et la dureté : plus le matériau est poreux, plus la dureté est faible. Il trouve une dureté Vickers moyenne de 1150 dans la zircone peu poreuse (12%).

Les dépôts plasma étant des couches poreuses, la dureté de ces couches dépend du taux de porosité. Il est difficile de déterminer la dureté d'une telle couche : en effet, les indentations peuvent tomber sur une porosité (moins dure) ou sur une partie plus dense (plus dure). Tous les points ont été pris en compte (sauf ceux tombés exclusivement dans une zone où un arrachement s'était produit lors du polissage car les mesures étaient impossibles a faire). Les écarts types ainsi obtenus sont très importants (pouvant atteindre ±50%), mais le nombre de mesures effectuées permet d'obtenir une valeur statistique de la dureté en tenant compte de la porosité. La porosité peut dépendre du polissage (arrachements), ce qui peut rendre la mesure difficile à faire. Dans cette étude, les échantillons ont tous été polis de la même façon, de manière à limiter les incertitudes liées au polissage. La gamme de polissage utilisée est prévue pour ne pas provoquer d'arrachement. De plus, la présence de résine peut réduire la valeur de dureté de la céramique et de la sous-couche. Ainsi, les conditions de préparation étant les même pour tous les échantillons, les valeurs indiquées dans cette étude sont comparables entre elles.

La micro-dureté Vickers des dépôts et du substrat a été déterminée par le microduremètre Buehler Micromet 5124 du Centre des Matériaux. Les indentations sont réalisées avec une charge de 50 grammes et un espacement de 50µm minimum entre deux indentations. Les indentations sont réalisées sur des échantillons enrobés et polis jusqu'au disque diamant 1µm. Les valeurs données dans cette étude sont une moyenne de 5 mesures sauf pour la couche de céramique pour laquelle une moyenne de 10 mesures a été réalisée de manière à obtenir une valeur statistique. Des filiations sont utilisées pour obtenir des mesures régulières le long de l'épaisseur des échantillons.

# Bibliographie

[Amsellem, 2008] Amsellem, O. (2008). *Simulations 2D et 3D de Microstructure d'Alumine Projetée Plasma Pour l'Etude de ses Propriétés Mécaniques et Electriques.* PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.

[Auger and Buisson, 2010] Auger, S. and Buisson, R. (2010). Détermination des contraintes résiduelles par les méthodes de relaxation. In *Astelab.*

[Boller et al., 2010] Boller, E., Tafforeau, P., Ludwig, W., Helfen, L., Weitkamp, T., Salvo, L., Cloetens, P., and Baruchel, J. (2010). Techniques d'imagerie pour la caractérisation 3d des matériaux à l'esrf. In *Matériaux, Nantes*, volume 9.

[Chatelet, 1996] Chatelet, J. (1996). Systèmes optroniques semi-actifs - application du laser à la granulométrie. *Techniques de l'ingénieur, E4410.*

[Chen et al., 2011] Chen, W. R., Irissou, E., Wu, X., Legoux, J., and Marple, B. R. (2011). The oxidation behavior of tbc with cold spray conicraly bond coat. *Journal of Thermal Spray Technology*, 20(1) :132–138.

[Cloetens et al., 1997] Cloetens, P., Pateyron-Salomé, M., Buffiere, J., Peix, G., Baruchel, J., Peyrin, F., and Schlenker, M. (1997). Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography. *Journal of Applied Physics*, 81 :5878–5886.

[Condotta, 2005] Condotta, R. (2005). *Coulabilité des Poudres Cohésives : Mesures aux Faibles Contraintes, Granulaires, Humides et Application à une Poudre Industrielle.* PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse.

[Ichikawa et al., 2007] Ichikawa, Y., Sakaguchi, K., Ogawa, K., Shoji, T., Barradas, S., Jeandin, M., and Boustie, M. (2007). Deposition mechanisms of cold gas dynamic sprayed mcraly coatings. In *Thermal Spray 2007 : Global coating solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland et al.*, pages 54–59.

[Kobayashi, 2007] Kobayashi, A. (2007). Enhancement of tbc (thermal barrier coatings) characteristics by gas tunnel type plasma spraying. *Materials Science Forum*, 539-543 :1061–1066.

[Manap et al., 2012] Manap, A., Nakano, A., and Ogawa, K. (2012). The protectiveness of thermally grown oxides on cold sprayed conicraly bond coat in thermal barrier coating. *Journal of Thermal Spray Technology*, 21(3-4) :586–596.

[Mons, 1996] Mons, C. (1996). Traitements thermiques des superalliages.

[Montay et al., 2011] Montay, G., Maras, A., and Rouhaud, E. (2011). Analyse des contraintes résiduelles par la méthode de la rainure et du trou incrémental. In *20ème congrès français de mécanique, 2011, Besancon.*

[Revuz, 2010] Revuz, N. (2010). *Etude de l'endommagement d'un superalliage monocristalin à base de nickel induit par microperçage laser milliseconde.* PhD thesis, École nationale supérieure des mines de Paris.

[Schneider, 2006] Schneider, M. (2006). *Perçage profond par laser : analyse des processus physiques.* PhD thesis, Université de paris VI, Paris.

[Schneider et al., 2010] Schneider, M., Berthe, L., Muller, M., and Fabbro, R. (2010). A fast method for morphological analysis of laser drilling holes. *Journal of Laser Applications*, 22 :127–132.

[Smigielski, 2001] Smigielski, P. (2001). Interférométrie de speckle. *Techniques de l'ingénieur R6331.*

[Valette, 2004] Valette, S. (2004). *Influence de la préoxydation d'un acier sur l'adhérence de son revêtement en alumine déposé par voie plasma thermique.* PhD thesis, Université de Limoges.

[Vinson, 2015] Vinson, P. (2015). *Fusion sélective par laser de lits de poudre : Étude sur le recyclage de la poudre et détection de défauts au cours de la fabrication par imagerie thermique.* PhD thesis, École des Mines de Paris.

# Chapitre 3

# Modification des architectures d'interface

## Sommaire


3.1 Introduction . . . . . **72**
3.2 Architecture d'interface associée aux barrières thermiques . . . . . **74**
3.2.1 Généralités . . . . . 74
3.2.2 Architecturer une interface . . . . . 75
3.2.2.1 Aspects morphologiques . . . . . 75
3.2.2.2 Aspects mécaniques . . . . . 76
3.2.2.3 Aspects physico-chimiques . . . . . 77
3.3 Mise en œuvre des architectures d'interface modifiées . . . . . **77**
3.3.1 Sous-couche NiCrAlY plasma (référence) . . . . . 77
3.3.2 Sous-couche NiCrAlY plasma avec poudre tamisée (plasma tamisé) . . . . . 77
3.3.3 Sous-couche NiCrAlY plasma fine . . . . . 78
3.3.4 Sans sous-couche (substrat sablé) . . . . . 78
3.3.5 Barrière thermique complète traitée thermiquement . . . . . 78
3.3.6 Sous-couche NiCrAlY plasma structurée par laser . . . . . 78
3.3.6.1 A partir d'une sous-couche polie . . . . . 79
3.3.6.2 A partir d'une surface de sous-couche rugueuse . . . . . 80
3.3.7 Sous-couche plasma d'un mélange NiCrAlY / céramique . . . . . 80
3.3.8 Sous-couche CoNiCrAlY par cold spray . . . . . 81
3.3.9 Sous-couche CoNiCrAlY par cold spray traitée thermiquement . . . . . 82
3.3.10 Récapitulatif des modifications d'architecture attendues . . . . . 82
3.4 Modifications morphologiques obtenues . . . . . **82**
3.4.1 Observations et analyses des morphologies d'interface . . . . . 84
3.4.1.1 Observations micrographiques en coupe . . . . . 84
3.4.1.2 Analyse de la rugosité de l'interface sous-couche/céramique . . . . 88
3.4.2 Observation des surfaces des sous-couches . . . . . 93
3.4.2.1 Sous-couche plasma de référence . . . . . 95
3.4.2.2 Sous-couche plasma tamisée . . . . . 95
3.4.2.3 Sous-couche plasma fine . . . . . 96
3.4.2.4 Sous-couche plasma structurée . . . . . 96
3.4.2.5 Sans sous-couche (substrat sablé) . . . . . 98
3.4.2.6 Sous-couche cold spray . . . . . 98
3.4.3 Bilan des aspects morphologiques des architectures modifiées . . . . . 98
3.5 Modifications mécaniques des systèmes barrière thermique . . . . . **99**
3.5.1 Modules d'élasticité des différentes couches . . . . . 99
3.5.2 Profils de microdureté du système complet . . . . . 100
3.5.3 Profils des contraintes résiduelles dans le système complet . . . . . 104
3.5.3.1 Origines et superposition possible des contraintes résiduelles . . . . 104
3.5.3.2 Résultats . . . . . 107
3.5.4 Bilan des aspects mécaniques des architectures modifiées . . . . . 110
3.5.4.1 Bilan sur les profils de microdureté . . . . . 110
3.5.4.2 Bilan sur les profils de contraintes résiduelles . . . . . 111
3.6 Modifications physico-chimiques de la surface de la sous-couche . . . . . **112**
3.6.1 Composition chimique des poudres de NiCrAlY et CoNiCrAlY . . . . . 112
3.6.2 Observations et analyses en surface . . . . . 112
3.6.2.1 NiCrAlY plasma référence . . . . . 112
3.6.2.2 CoNiCrAlY cold spray . . . . . 113
3.6.3 Analyse cristallographique par diffraction des rayons X . . . . . 113
3.6.4 Bilan des aspects physico-chimiques des architectures modifiées . . . . . 115

3.7 Conclusions . . . . . **116**
Bibliographie . . . . . **117**

## 3.1 Introduction

Lors du perçage par laser d'une chambre de combustion revêtue d'une barrière thermique plasma (perçage côté céramique), une fissure peut être provoquée au niveau de l'interface sous-couche/céramique. Cette fissure est localisée sur le bord d'attaque ("leading edge") du trou. La taille de cette fissure dépend pour beaucoup de l'inclinaison du faisceau laser par rapport à la surface de la pièce. Cette fissuration devient sensible pour des angles d'incidence inférieures à 30° par rapport à la normale à la surface de la pièce [Sezer et al., 2006]. Elle peut être critique si la fissure produite conduit à un écaillage prématuré de la céramique. Mais ce sont ces trous très inclinés qui permettent de produire une entrée stable et bien orientée des gaz froids le long de la paroi de la chambre de combustion. Cela améliore l'efficacité de l'isolation des parois et cela limite les points chauds dus à des turbulences aux abords du trou. Cette fissure interfaciale est générée par le perçage laser quelque soit le mode de perçage utilisé (percussion, trépanation, continu). Elle est plus critique dans le cas du mode de perçage laser par percussion étudié dans cette thèse, mais ce mode permet d'obtenir les trous les plus petits. Il y a donc un intérêt majeur à améliorer la tenue à la fissuration des barrières thermiques lors du perçage laser de trous inclinés par percussion. Une vue typique en coupe d'un trou percé laser avec inclinaison est illustrée sur la figure 3.1.

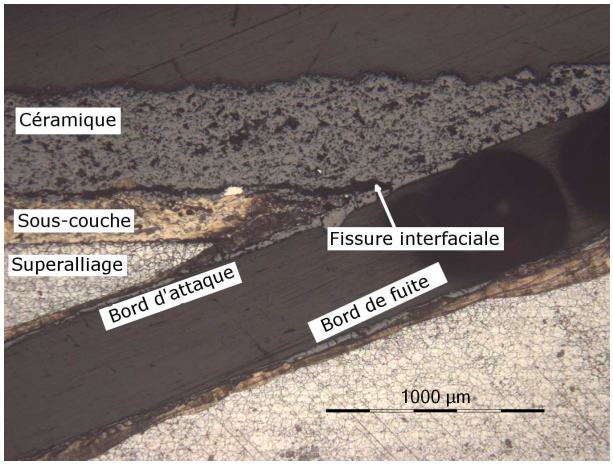



FIGURE 3.1 – Vue représentative en coupe médiane transverse d'un trou percé par percussion laser dans une barrière thermique plasma avec fissuration interfaciale.

De manière flagrante, lorsque l'on observe une fissure en coupe, on constate que le chemin de fissure est mixte car il est situé juste à l'interface sous-couche/céramique (rupture adhésive) mais aussi à proximité de celle-ci dans la céramique (rupture cohésive). De plus, on constate aisément que le faciès de rupture épouse le profil morphologique de la sous-couche (figure 3.2).

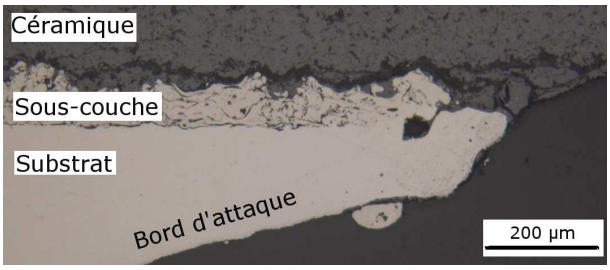



FIGURE 3.2 – Chemin de fissure interfaciale caractéristique au niveau de l'interface sous-couche / céramique sur le bord d'attaque d'un trou percé laser.

A la lumière de ces observations, on suppose donc une influence directe de cette morphologie de l'interface sur la tenue mécanique de la couche de céramique, c'est à dire sur la propagation et la longueur finale de la fissure interfaciale entre la céramique et le métal. En guise d'exemple démonstratif, on présente

sur la figure 3.3 l'observation en coupe d'une barrière thermique plasma après projection thermique. Sur cet échantillon, une zone est avec une sous-couche lisse par polissage (à gauche) tandis que l'autre (à droite), aussi préalablement polie, a été structurée par laser (voir chapitre 2 §2.3.6, page 52) avant d'opérer le dépôt de la céramique simultanément sur ces deux zones. La présence d'une fissure uniquement sur la zone lisse montre bien l'importance de la morphologie de la surface de la sous-couche sur l'adhérence et la fissuration d'un dépôt mais également le rôle atténuateur voire bloquant que peut avoir une zone structurée de morphologie contrôlée.

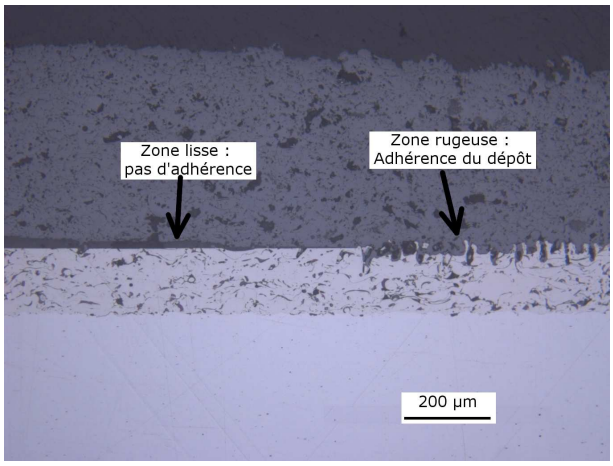



FIGURE 3.3 – Vue d'une interface lisse et d'une interface structurée et rôle sur l'adhérence d'une barrière thermique plasma

En étudiant précisément la morphologie de l'interface sous-couche / céramique, la fissuration interfaciale engendrée par le perçage laser pourrait être limitée, voire éliminée. Le lien entre cette notion de morphologie de surface et la tenue mécanique des interfaces de dépôts de céramique par projection thermique est largement reconnue. Elle a été étudiée à travers de nombreuses études visant à caractériser l'adhérence d'un dépôt en fonction de la rugosité du substrat et des paramètres du dépôt par le biais d'essais mécaniques divers (voir chapitre 1 §1.5.2 page 26). Par ailleurs, il est aussi reconnu que l'état mécanique initial, notamment les gradients de contraintes résiduelles et/ou de propriétés mécaniques peuvent influer sur l'adhérence au niveau de l'interface (voir chapitre 1 §1.5.3, page 26).

Dans certains cas, en fonction du procédé de dépôt, cette adhérence de la céramique peut être modifiée par la présence d'une couche de pré-oxydation sur le métal, ce qui modifie l'adhérence au niveau de l'interface. Il s'agit même d'une recommandation de fabrication dans le cas des barrières thermiques industrielles par EB-PVD. L'importance de l'oxydation de l'interface métal / céramique nous incite aussi à porter un intérêt à l'état physico-chimique initial de cette interface si l'on considère son adhérence dès l'origine de la fabrication du dépôt et juste avant le perçage.

Dans cette thèse, on applique donc une approche qui vise à modifier l'adhérence initiale de la barrière thermique projetée afin d'étudier son comportement et sa tenue à la fissuration lors de l'enlèvement de matière par perçage laser impulsionnel. Dans ce chapitre, on définit tout d'abord une notion d'architecture d'interface appliquée aux barrières thermiques plasma à travers le choix délibéré de paramètres visant à modifier les états morphologiques, mécaniques et éventuellement physico-chimiques (surtout en surface) des différentes couches constitutives du système barrière thermique. De cette notion, on décline ensuite les différents procédés sélectionnés dans cette thèse (plasma, cold spray, laser), les pré- et post-traitements associés visant tous à modifier, si possible de manière prononcée, cette architecture d'interface par rapport à une barrière thermique de référence. Cette démarche permet ensuite de classer les différents systèmes selon les états morphologiques, mécaniques et physico-chimiques dans et autour de la zone d'interface et de sélectionner les cas les plus intéressants.

## 3.2 Architecture d'interface associée aux barrières thermiques

Le terme d'architecture est en général associé au domaine du génie civil, mais cette notion peut très bien s'adapter au domaine des matériaux et ce, à différentes échelles : macro-micro-nano, comme l'explique Y. Brechet [Brechet and Embury, 2013]. Pour expliquer comment architecturer un revêtement et plus particulièrement une interface (au sein d'un système revêtu), il est nécessaire de bien définir les notions d'architecture et d'interface lorsque l'on considère une barrière thermique.

### 3.2.1 Généralités

Une nouvelle approche dans la conception de nouveaux matériaux a été définie par Y. Brechet comme une évolution des "matériaux par le design". Il définit une nouvelle gamme de matériaux dits "architecturés" pour lesquels la microstructure, le mélange de matériaux et l'optimisation de la géométrie leur confèrent de nouvelles propriétés [Brechet and Embury, 2013]. Le terme d'architecture est facilement employé pour définir des objets multicouches dont les choix de la nature, de l'épaisseur et du motif de la succession de chaque couche sont à l'origine de propriétés nouvelles ou combinées. C'est le cas des empilements nanométriques de couches minces [Garcia et al., 2010] mais c'est typique aussi des revêtements épais multicouches comme les barrières thermiques [Schmitt et al., 2014] ou SOFC [Metcalfe et al., 2013]. Dans le cas des dépôts projetés, c'est de cette architecture par empilement de couches que nait la propriété globale du matériau fabriqué. Au cœur de cette architecture, on positionne des interfaces entre couches qui deviennent cruciales car elles opèrent une fonction de transfert ou de barrière d'un milieu à l'autre et deviennent constitutives des objets fabriqués. Cela se fait notamment à travers leurs tenues mécaniques. La morphologie est l'une des clés majeures de la caractéristique de l'interface entre couches. Elle nous oblige à bien considérer la structure d'un dépôt projeté comme l'imbrication imparfaite de particules entre elles au sein du dépôt pour en estimer la morphologie globale (à l'échelle du dépôt) et locale (à l'échelle d'une particule). Dans cette thèse, on s'intéresse surtout à l'architecture entre couches (MCrAlY et zircone yttriée) constituées elles-mêmes d'empilements de lamelles étalées. Cette architecture à la fois interne et de surface des dépôts doit être consolidée pour améliorer la tenue à la fissuration.

Dans le domaine de la projection thermique, on matérialise l'interface d'un revêtement par la surface frontière entre le dépôt et le substrat sur lequel il est appliqué. Par extension, il s'agit de la surface entre deux dépôts dans le cas d'un revêtement multicouches comme les barrières thermiques conventionnelles. On considère souvent en projection thermique qu'il n'y a pas de zone d'interphase qui pourrait résulter d'une diffusion lors du dépôt d'une céramique. Ceci se traduit donc par une zone franche entre deux milieux. Cependant, du fait de la rugosité des surfaces, on définira volontiers la zone autour de l'interface physique comme "zone d'interface" qui est à l'origine de l'adhérence des dépôts plasma de céramiques.

De plus, la zone de rupture entre le métal et la céramique est souvent mixte (adhésive /cohésive) lors d'un essai d'adhérence, ce qui renforce la notion de zone interfaciale ou volume interfacial sollicité dans le cas des dépôts céramiques.

Ainsi, dans cette étude, l'interface d'intérêt sera bien définie comme étant la surface entre les deux couches céramique et métallique mais aussi les premières dizaines de micromètres (intégrant la rugosité) de part et d'autre du plan moyen de cette surface. Selon cette approche, dans le cas de surfaces très rugueuses, la zone interfaciale engendrée par la présence des deux matériaux peut être considérée comme une interface volumique.

Dans le cas des barrières thermiques réalisées par projection thermique, il existe deux interfaces. Une première interface entre le substrat en superalliage et la sous-couche de MCrAlY (interface S/SC). C'est une interface métal / métal entre deux matériaux, dont la composition chimique est relativement proche, qui est sujette à la précipitation d'oxydes pendant l'opération de dépôt. Une seconde interface, métal / céramique, est constituée entre la sous-couche MCrAlY et la zircone poreuse (interface SC/C). C'est une interface dont les matériaux constitutifs possèdent des propriétés physico-chimiques et mécaniques très différentes. C'est cette possibilité d'associer des matériaux aux propriétés très éloignées qui donne une forte capacité d'applications originales de la projection thermique mais dont la faiblesse repose souvent

sur la tenue mécanique de l'interface. Dans cette thèse, on étudie principalement l'interface sous-couche / céramique qui est la plus sensible et la plus critique à la fissuration par perçage laser en mode impulsionnel.

### 3.2.2 Architecturer une interface

L'objectif de cette étude est de créer un système barrière thermique résistant mieux au phénomène de fissuration à l'interface entre la céramique et la sous-couche. C'est donc cette surface particulière au sommet de la sous-couche que l'on souhaite modifier en travaillant sur sa morphologie, sur ses propriétés mécaniques et si possible sur les aspects physico-chimiques en surface. Ainsi, "architecturer" une interface consiste à choisir et combiner les états morphologiques, mécaniques des couches et l'état physico-chimique de la surface pour qu'ils renforcent la tenue mécanique de la zone d'interface lors du perçage laser. On prend comme référence une barrière thermique de chambre de combustion industrielle usuelle obtenue par projection plasma de NiCrAlY et de $ZrO_2$-$Y_2O_3$. A partir de ce système, les états morphologiques et mécaniques (éventuellement physico-chimiques) propres aux nouvelles architectures à construire peuvent être variés en modifiant les conditions d'obtention du dépôt de sous-couche et/ou en pratiquant des pré- ou post-traitements sur les dépôts aux différentes étapes de la fabrication. Pour systématiser l'approche expérimentale et faciliter l'analyse des expériences, les paramètres d'obtention de la couche de $ZrO_2$-$Y_2O_3$ (y compris le préchauffage) sont figés (sauf éventuellement l'épaisseur du dépôt de céramique).

Quatre grandes voies de modification ont été expérimentées et appliquées seules ou en combinaison dans cette thèse :

- Modification du mode de projection du dépôt MCrAlY :
  Ce dernier conditionne notamment la nature, la porosité, l'épaisseur, la rugosité et l'oxydation du dépôt pour une poudre donnée. Le cas extrême concerne l'absence de sous-couche. Dans cette thèse, la projection plasma et la projection cold spray sont envisagées pour la sous-couche. Ce sont deux procédés industriels très différents, tous deux fondés sur la projection de poudre.
- Modification de la poudre précurseur de la sous-couche MCrAlY :
  Que ce soit en projection plasma ou cold spray, la nature, la granulométrie et la morphologie de la poudre influencent les caractéristiques du dépôt de sous-couche. De plus, un des avantages majeurs des dépôts par projection de poudre est de pouvoir réaliser de la co-projection pour former des sous-couches en mélangeant métal et céramique, éventuellement avec des gradients de composition.
- Application d'un post-traitement avec enlèvement de matière sur la sous-couche :
  La structuration morphologique superficielle de la sous-couche par enlèvement de matière permet d'obtenir une morphologie de surface avec un motif contrôlé. Cette structuration peut être réalisée à l'aide d'un traitement laser applicable industriellement.
- Application d'un traitement thermique :
  Les traitements thermiques jouent un rôle déterminant sur l'état mécanique de l'échantillon, notamment à travers les contraintes résiduelles. Le détensionnement par un traitement thermique peut être effectué sur le substrat et la sous-couche avant le dépôt de la céramique ou sur la barrière complète selon les cas d'étude.

Sur la base de ces modifications envisagées pour architecturer l'interface sous-couche / céramique du système barrière thermique, on peut essayer d'anticiper les effets produits sur les états morphologiques, mécaniques et physico-chimiques du dépôt de sous-couche.

#### 3.2.2.1 Aspects morphologiques

L'état morphologique de la surface de la sous-couche est en relation avec la morphologie interne du dépôt de sous-couche (étalement, fragmentation de gouttelettes, présence d'infondus, porosité). Il peut être analysé qualitativement par observation mais il est résumé presque toujours à l'aide des paramètres de rugosité. Le profil de rugosité de la surface est déterminé à partir d'un profil 2D ou d'une série de profils 2D qui permettent de recomposer un profil 3D de la surface. Les paramètres de rugosité permettent de mesurer la distribution statistique de la hauteur des pics et la profondeur des vallées en mesurant des paramètres d'amplitude, d'espace ou une combinaison des deux (paramètres hybrides) en 2D (paramètres

R) ou 3D (paramètres S). Les paramètres linéaires (R) donnent des informations locales sur la taille et la fréquence des pics et des vallées, mais ne permettent pas d'obtenir des données sur leur volume (contrairement aux paramètres de surface S).

On peut également apprécier directement de manière qualitative, éventuellement quantitative, le faciès de la surface par une observation en vue de dessus au MEB ou en coupe transverse. On observe le degré de l'étalement des particules et surtout la présence d'infondus et de pores en volume qui peuvent parfois générer des hétérogénéités fortes dans la sous-couche. Ces détails morphologiques spécifiques reliés à la microstructure hétérogène ne sont pas facilement identifiables au profilomètre mais peuvent avoir un impact sur l'analyse des profils de rugosité.

Dans cette thèse, afin de faire varier l'état morphologique à partir d'une sous-couche de référence obtenue par projection plasma, plusieurs méthodes peuvent être utilisées :

- Éliminer la sous-couche et opérer directement sur le substrat sablé.
- Réaliser une couche avec des particules de MCrAlY plus fines (obtenues par tamisage).
- Opérer un post-traitement de structuration par laser sur la sous-couche.
- Modifier la rugosité à partir de la sous-couche MCrAlY.
- Utiliser un autre procédé de projection (cold spray) qui donne des conditions d'étalement de la matière différentes.

#### 3.2.2.2 Aspects mécaniques

Les aspects mécaniques de l'architecture d'interface de la barrière thermique sont reliées aux propriétés mécaniques de chaque couche dont la résultante sur la tenue mécanique de l'interface influera sur la réponse à une sollicitation complexe comme le perçage laser. Si on modifie l'une ou plusieurs des propriétés mécaniques initiales des couches, on peut envisager d'examiner leur influence sur la réponse au perçage laser. Il est intéressant également d'apprécier les gradients de ses propriétés entre les couches, notamment à travers les interfaces. Dans cette thèse, on s'intéresse particulièrement aux profils des contraintes résiduelles avant le perçage et également aux profils de microdureté pour apprécier l'état mécanique initial global des barrières thermiques. On privilégiera des méthodes permettant d'obtenir des profils (méthode du trou, profil de dureté à partir de coupes).

Les contraintes résiduelles du système dépendent directement des propriétés intrinsèques des phases des matériaux (module d'élasticité et limite élastique essentiellement) et des conditions d'apport et de transformation de la matière. Ces propriétés sont très complexes (au regard de l'hétérogénéité des microstructures) et dépendent aussi des températures et des efforts subis pendant le dépôt. Pour simplifier l'approche phénoménologique des contraintes résiduelles, on s'intéresse uniquement au dépôt final dont les propriétés, réduites au domaine élastique, sont surtout reliées à la microstructure très hétérogène (présences de pores, de microfissures et de phases oxydées dans la sous-couche de référence). Sur cette base, pour des paramètres plasma identiques pour la céramique (champ thermique subi par la pièce supposé identique ou proche), on tente de modifier les contraintes résiduelles qui sont générées lors de la fabrication du système complet :

- En changeant le rapport entre les épaisseurs de couche (y compris sous sous-couche). Ce changement devrait modifier la raideur du système.
- En modifiant la nature de la sous-couche :
  - Avec des mélanges MCrAlY / $ZrO_2Y_2O_3$ de composition variable à la place ou en sus de la sous-couche seule. de MCrAlY,
  - Avec la projection cold spray de MCrAlY. Ce procédé confère par essence des propriétés mécaniques différentes d'une couche de MCrAlY par plasma (dureté et contraintes résiduelles).
- En opérant un post-traitement thermique :
  - Sur la barrière thermique complète.
  - Sur une sous-couche cold spray, fortement écrouie à l'état brut de projection. Cela permettrait de réaliser facilement un nouvel état mécanique par détensionnement avant le dépôt de la céramique.

#### 3.2.2.3 Aspects physico-chimiques

La physico-chimie d'un dépôt regroupe la nature et la distribution des différentes phases le constituant. Un des aspects importants à considérer est la présence d'oxydes à l'interface SC/C. La présence d'une couche d'oxyde à la surface de la sous-couche métallique peut affecter l'adhérence d'un dépôt céramique projeté brut de fabrication [Valette, 2004]. De même, la présence d'adsorbats et de condensats sur la surface du substrat peut affecter l'adhérence à travers l'étalement des premières particules [Fauchais et al., 2004] [Chandra and Fauchais, 2009]. Ces aspects sont reliés à la température du substrat lors de la projection plasma de la céramique, qui peut éliminer ces molécules plutôt néfastes pour l'adhérence, mais en favorisant la création d'oxydes superficiels. Pour apprécier l'état physico-chimique en surface, on s'intéresse également à la distribution des phases avec les techniques analytiques à disposition (MEB, WDS, DRX ).

Les sous-couches à base de MCrAlY sont conçues pour être peu sensible à l'oxydation pour des températures allant jusqu'à 800°C. Cependant, une oxydation se produit nécessairement lors du passage à l'état liquide de la particule MCrAlY en contact avec l'air lors de la projection plasma. Les dépôts cold spray quand à eux ne sont pas oxydés après dépôts (pour les dépôts de MCrAlY). Dans cette thèse, il n'a pas été cherché une pré-oxydation volontaire des sous-couches même si les traitements de détensionnement opérés sous air affectent l'état d'oxydation. Selon la méthode de projection thermique utilisée pour créer de nouvelles sous-couches, l'oxydation résultante peut être différente.

## 3.3 Mise en œuvre des architectures d'interface modifiées

Comme expliqué précédemment, il existe différents moyen de modifier l'architecture d'interface sous-couche / céramique d'une barrière thermique. Il reste cependant difficile de ne modifier qu'une seule caractéristique, car chaque modification a une influence sur les autres caractéristiques des matériaux. Dans notre cas, ces caractéristiques de l'interface ont été modifiées tout en tentant de limiter l'influence de ces modifications sur les autres caractéristiques.

Pour tous les systèmes mis en œuvre par la suite, la nomenclature désignant chaque nouvelle barrière thermique est rapportée à la modification appliquée à la sous-couche.

### 3.3.1 Sous-couche NiCrAlY plasma (référence)

Le système défini comme barrière thermique de référence est constitué d'une sous-couche réalisée par projection plasma avec des paramètres industriels. Les paramètres utilisés pour la fabrication des dépôts sont décrits dans le chapitre 2 (voir chapitre 2 § 2.3.2, page 50).

### 3.3.2 Sous-couche NiCrAlY plasma avec poudre tamisée (plasma tamisé)

En vue de modifier la morphologie de la sous-couche sans changer la nature de celle-ci, la poudre de NiCrAlY a été tamisée de manière à produire un lot de poudre avec des particules plus fines. Pour obtenir des dépôts moins rugueux, on préconise l'utilisation de poudres plus fines pour créer des lamelles plus fines et un dépôt plus compact avec moins de grosses particules pouvant conduire à des infondus. Le tamisage est réalisé à l'aide de tamis mécaniques de différentes tailles, mais seules les particules de diamètre inférieur à 80µm sont conservées. Après analyse de la poudre au granulomètre laser, il s'avère qu'il subsiste (malgré le tamisage) des particules de poudre de diamètre compris entre 80µm et 90µm. Les caractéristiques de la granulométrie des deux poudres avant et après tamisage sont données dans le tableau 3.1. Cette variation de granulométrie de poudre devrait modifier la rugosité et la porosité du dépôt de sous-couche obtenue. La figure 3.4 montre le résultat de la variation de distribution granulométrique entre la poudre de référence et la poudre tamisée.

La granulométrie moyenne ($D_{50}$) de la poudre tamisée est de 71,5µm contre 86,2µm pour la poudre commerciale. Cette poudre tamisée ne contient plus les particules les plus grosses et limite le risque d'infondus. Cette poudre est différente de la poudre commerciale : le diamètre moyen ($D_{50}$) de la poudre

| Granulométrie | Poudre commerciale | Poudre tamisée |
|---|---|---|
| Dv10 | 67,0µm | 58,2µm |
| Dv50 | 86,2µm | 71,5µm |
| Dv90 | 111µm | 88,1µm |

Tableau 3.1 – Valeurs de granulométrie des poudres commerciale et tamisée

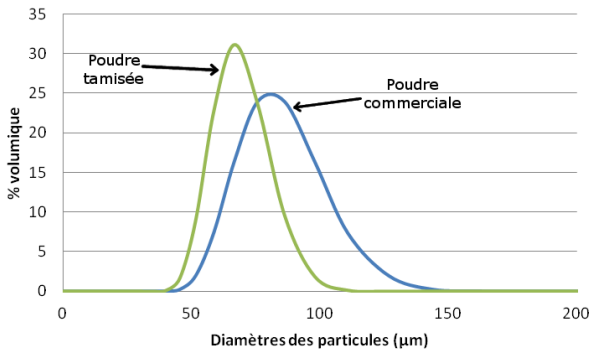



FIGURE 3.4 – Comparaison de la distribution granulométrique de la poudre de référence et de la poudre NiCrAlY tamisée

commerciale correspond au diamètre des particules les plus grosses ($D_{90}$) de la poudre tamisée. Après tamisage, le volume de poudre obtenue correspond à 25% du volume total du pot initial (volume apparent).

### 3.3.3 Sous-couche NiCrAlY plasma fine

La raideur du système barrière thermique en relation avec les épaisseurs des couches influe sur l'état mécanique initial, notamment les contraintes internes. Pour étudier l'influence de l'épaisseur du système barrière thermique sur les caractéristiques de l'interface, une barrière thermique avec des épaisseurs de sous-couche et de couche réduites de moitié a été réalisée.

### 3.3.4 Sans sous-couche (substrat sablé)

Pour mieux comprendre comment la sous-couche améliore la tenue mécanique du système barrière thermique, on propose de comparer une barrière thermique avec sous-couche et sans sous-couche. La couche de céramique a donc été directement projetée sur le superalliage préalablement sablé avec les mêmes paramètres que pour la barrière thermique de référence. Le dépôt de la céramique réalisé directement sur le substrat est adhérent et pourra faire l'objet d'essais de perçage.

### 3.3.5 Barrière thermique complète traitée thermiquement

Un traitement thermique a été réalisé sur le système barrière thermique référence complet. Ce traitement est réalisé durant 4h à une température de 800°C sous air. La température de 800°C a été sélectionnée car elle est supposée suffisante pour relaxer les contraintes dans le substrat et la sous-couche MCrAlY [Mons, 1996]. La durée de quatre heures devrait permettre de relaxer la majeure partie des contraintes tout en limitant l'oxydation.

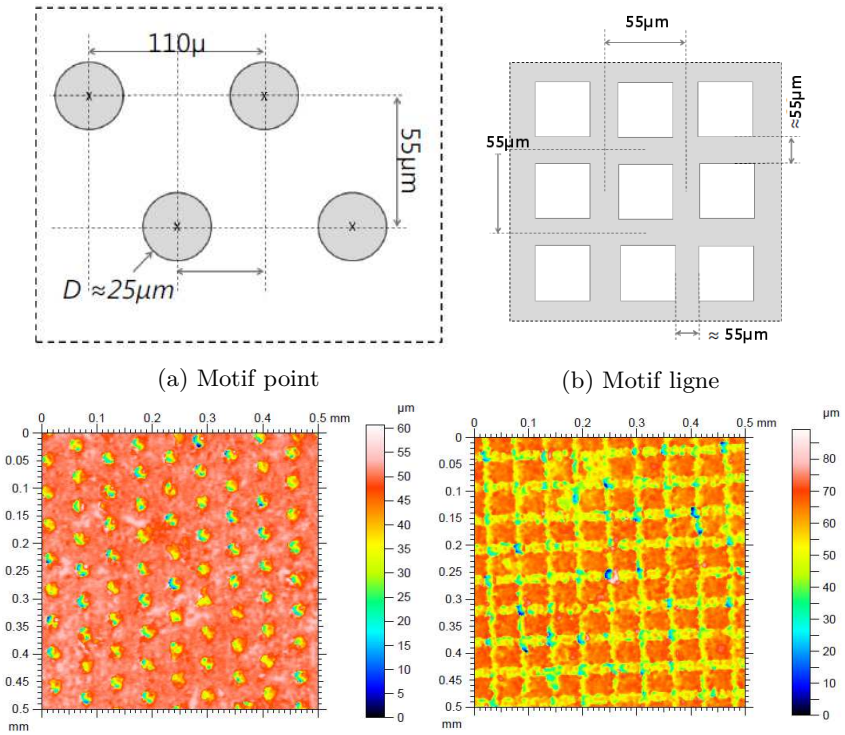
### 3.3.6 Sous-couche NiCrAlY plasma structurée par laser

La morphologie de l'interface peut aussi être modifiée par la structuration à l'aide d'un laser UV pulsé (durée du pulse 20ns) appliqué sur la surface de la sous-couche de référence. Cette méthode permettrait de modifier la morphologie de la surface de manière maîtrisée sans modifier l'épaisseur et la porosité de la sous-couche. Ce post-traitement mené ex situ lors de la fabrication de la barrière thermique peut cependant induire une différence avec la référence. En effet, l'histoire thermique pendant la construction

du dépôt céramique est différente car elle n'est plus déposée en continuité de la sous-couche qui est généralement encore relativement « chaude » (paramètre non contrôlé industriellement).

#### 3.3.6.1 A partir d'une sous-couche polie

Une sous-couche lisse a été choisie pour déterminer l'effet d'une structuration laser en s'affranchissant de la rugosité intrinsèque de la sous-couche. Deux paramètres de structuration laser ont été étudiés lors d'une étude préliminaire sur sous-couches lisses (NiCrAlY plasma poli miroir ) : un motif à base de points et un motif à base de lignes. Ces deux motifs sont illustrés sur la figure 3.5. Les conditions laser sont données dans le chapitre 2 (§2.3.6, page 52).




(a) Motif point (b) Motif ligne

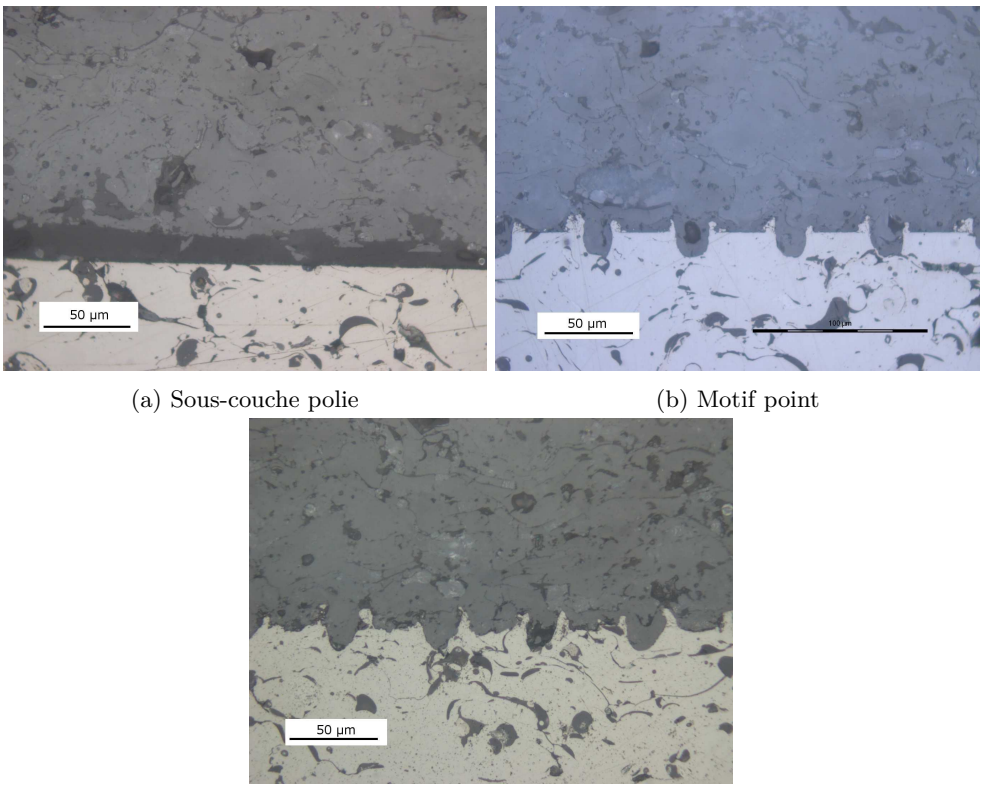
(c) Profil 3D de la structure point (d) Profil 3D de la structure ligne

FIGURE 3.5 – Schémas de structuration laser de sous-couche NiCrAlY pour deux motifs différents

Un dépôt de céramique a ensuite été réalisé sur ces échantillons avec les même paramètres que pour la barrière thermique de référence. On peut immédiatement constater que le dépôt n'adhère pas sur les zones polies, mais semble adhérent au niveau des zones structurées. La figure 3.6 montre les coupes micrographiques des interfaces obtenues.

Sur ces coupes micrographiques, on peut observer la forme des motifs réalisés sur les sous-couches ainsi que les différentes entre les différents profils. Les motifs obtenus par structuration laser sont répétables. Les motifs point forment une cuvette d'environ 10µm de profondeur, dont les bords sont droits et le fond en forme de demi cercle. Les motifs lignes forment des sillons en V d'environ 10 µm de profondeur. Les bords sont plus creusés que pour le motif point, ce qui signifie que l'interface entre la sous-couche et la céramique présente une plus grande surface de contact. Ces coupes micrographiques montrent la présence d'un excès de métal redéposé à la surface de la sous-couche, en bord des cuvettes et des sillons formés par le passage du laser. Il est dû à la redéposition du métal en bord de trou lors de l'éjection de matière lors de la formation des motifs. Il serait possible d'optimiser cette surépaisseur en bord de motif en jouant sur les paramètres laser, mais la présence de telles aspérités peut avoir une influence sur la tenue mécanique de la céramique. Cela montre bien l'intérêt d'un tel motif.

Ces résultats ne montrent aucune fissure à l'interface céramique / sous-couche après dépôt. De plus, la céramique remplie complètement les trous formés par la structuration laser. Ces premiers résultats




(a) Sous-couche polie (b) Motif point

(c) Motif ligne

FIGURE 3.6 – Coupes micrographiques obtenues après dépôt plasma sur surface polie et structurée

sur éprouvette polie sont prometteurs quand à la possibilité de réaliser une structuration sur éprouvette rugueuse. Afin d'obtenir la plus grande surface de contact entre la céramique et la sous-couche, on privilégie la structuration en ligne pour la suite de l'étude. De plus, la structuration en ligne sera plus facile à détecter qu'une structuration en point sur une surface déjà rugueuse.

#### 3.3.6.2 A partir d'une surface de sous-couche rugueuse

La structuration d'une surface rugueuse a été réalisée pour évaluer l'influence de la structuration sur la sensibilité à la fissuration par perçage laser en comparant les résultats de ce système barrière thermique avec le système de référence. Pour structurer la surface de la sous-couche, on choisit de traiter la surface rugueuse avec un déplacement du faisceau en lignes espacées et croisées à 90° selon le motif décrit dans la figure 3.5. Le détail de cette structure sera détaillé dans le paragraphe 3.4.2, page 93.

### 3.3.7 Sous-couche plasma d'un mélange NiCrAlY / céramique

Dans le but d'accommoder de manière graduelle les déformations liées à la différence des propriétés mécaniques entre la céramique et le métal de base, différentes sous-couches mélangeant NiCrAlY et $ZrO_2$-$Y_2O_3$ ont été réalisées. Cette méthode de fabrication de barrière thermique a été brevetée par la société CRMA en 2011 [bre, 2010] dans le cas d'un mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ projeté en surépaisseur sur la sous-couche NiCrAlY usuelle de référence. Le principe est simple, au lieu de projeter successivement les deux poudres NiCrAlY puis $ZrO_2$-$Y_2O_3$ , elles sont co-projetées par le même injecteur en contrôlant de manière découplée le débit de chaque poudre. Avec cette méthode, la notion d'interface surfacique est alors remplacée par la notion d'interface volumique ou interface composite de composition variable. Notons que dans ce cas l'épaisseur totale de la barrière thermique peut varier par rapport à la barrière thermique de référence, ce qui affecte également la raideur du système.

Trois types de dépôts contenant un mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ ont été réalisés :

- Type 1 : La co-projection d'un mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ monocouche de composition unique à la place de la sous-couche usuelle NiCrAlY (échantillon « mélange 1 »)
- Type 2 : La co-projection d'un bicouche avec la mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ de composition unique au-dessus de la sous-couche usuelle NiCrAlY (échantillon « mélange 2 »).
- Type 3 : La co-projection d'un mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ de composition graduée à la place de la sous-couche usuelle NiCrAlY (échantillon « gradient »). Pour cela, on commence à projeter de la poudre de NiCrAlY seule sur le superalliage, puis au fur et à mesure que le dépôt se forme on augmente la quantité de céramique en diminuant la quantité de NiCrAlY dans le mélange jusqu'à obtenir un dépôt de céramique seule.

Pour ces cas d'architecture, on s'éloigne peu des conditions plasma de référence car elles sont déjà appliquées avec les mêmes paramètres plasma pour le NiCrAlY et le $ZrO_2$-$Y_2O_3$ de référence. Les paramètres opératoires des débits afin de réaliser un mélange contrôlé et reproductibles de chaque poudre dans le dépôt ne peuvent être divulgués ici. Le schéma 3.7 ci-dessous figure les différentes stratégies d'architecture réalisées et la différence avec celle du dépôt de référence. Ce schéma présente des dépôts

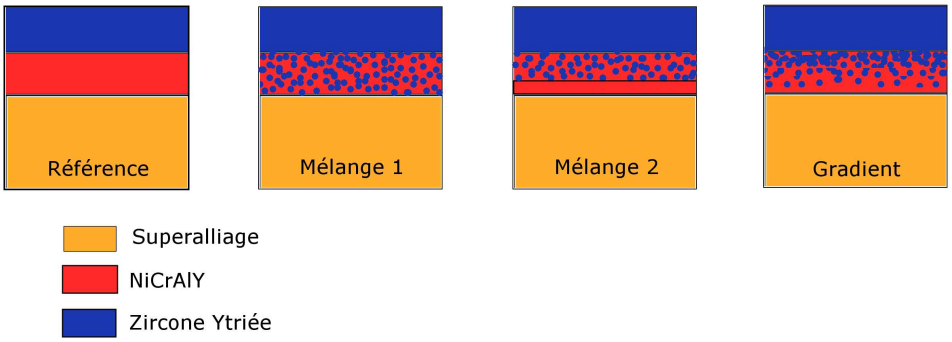



FIGURE 3.7 – Schéma illustrant les différents types de sous couches réalisés à partir d'un mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ par plasma

d'épaisseur identique. Dans la réalité, une variation d'épaisseur entre le système de référence et les barrières thermique avec mélange de poudre a été observé. La couche de céramique ayant la même épaisseur, la projection de la couche de mélange en sus de la sous-couche plasma de NiCrAlY seul provoque une légère surépaisseur du dépôt dans sa totalité (environ 50µm).

### 3.3.8 Sous-couche CoNiCrAlY par cold spray

En utilisant ce procédé cold spray, les particules ne sont pas fondues, ce qui permet d'obtenir un dépôt avec un état mécanique fondamentalement différent. La projection cold spray est un procédé qui génère des contraintes résiduelles d'origine mécanique (écrouissage par déformation plastique intense) et d'origine thermique. Toutefois, les contraintes thermiques ne sont pas similaires à celles obtenues par projection plasma car les poudres ne sont pas fondues (pas de changement d'état) . De plus, les particules projetées n'étant pas fondues, le dépôt obtenu ne sera pas oxydé. Enfin, la morphologie de la surface de la sous-couche sera différente du fait de la déformation des particules sur la surface qui diffère foncièrement entre les procédés plasma et cold spray.

Dans cette thèse, une étude préliminaire a été menée en vue de revêtir avec plusieurs poudres de MCrAlY par projection cold spray (pré étude en Annexe 3).

Sur les 5 poudres étudiées (NiCrAlY, CoNiCrAl, NiCoCrAlY, CoCrAlY et mélange de poudre), seule la poudre de CoNiCrAlY a permis l'obtention d'un dépôt dense, adhérent et d'épaisseur suffisante (200$\mu m$). Q. Zhang [Zhang et al., 2008] a réussi a obtenir un dépôt cold spray d'une sous-couche NiCrAlY à partir d'une poudre sphérique plus fine que la poudre (52µm de diamètre moyen) et broyée (broyage planétaire haute énergie) et d'un système de projection cold spray non commercial (à 500°C et sous 2,5MPa d'hélium). En plus du broyage qui modifie l'état mécanique, l'état cristallin et la morphologie des poudre, la taille des particules est un facteur influent sur la vitesse des particules et leur adhérence.

Les différentes poudres testées pour obtenir une sous-couche par cold spray n'ont pas permis d'obtenir un dépôt et ont érodé la surface du substrat sauf la poudre de CoNiCrAlY. Les caractéristiques de cette poudre et les paramètres de projection utilisés pour obtenir un dépôt sont présentés dans le chapitre 2. Après projection, on observe que le dépôt présente des hétérogénéités de hauteur de dépôt (environ 30 µm) pouvant aboutir à une modification partielle de l'épaisseur de couche en fonction de la localisation sur l'échantillon . Ces variations n'étaient pas visibles sur les petits échantillons de la pré-étude et devraient conduire à une nouvelle optimisation des conditions de dépôts. Ces variations sont liées essentiellement :

- au taux de recouvrement entre deux lignes de dépôt (0,8mm pour ces échantillons), et à la cinématique en général,
- à la variation du débit de poudre sous forme de pulses probablement à cause de l'agglomération des particules au niveau de l'injecteur,
- à l'érosion locale du dépôt par les particules elles-mêmes, qui est aussi fonction de la cinématique et du débit massique.

La mesure de l'épaisseur mesurée au microscope optique indique un dépôt de $0,22mm$ en moyenne. Ce dépôt est un peu plus épais que le dépôt NiCrAlY plasma de référence, mais est compris dans la gamme d'épaisseur acceptable de $\pm 0,05mm$.

### 3.3.9 Sous-couche CoNiCrAlY par cold spray traitée thermiquement

Dans l'optique de modifier l'état mécanique du dépôt de CoNiCrAlY, un traitement thermique a été effectué sur la sous-couche avant le dépôt de la couche de céramique. Des paramètres identiques à ceux appliqués aussi sur la barrière thermique de référence (800°C/4H) ont été aussi sélectionnés de manière à limiter l'oxydation de la sous-couche CoNiCrAlY tout en favorisant une relaxation des contraintes internes.

### 3.3.10 Récapitulatif des modifications d'architecture attendues

Si l'on passe en revue les différentes pistes envisagées visant à modifier les états morphologiques, mécaniques et éventuellement physico-chimiques de la sous-couche, on peut d'ores-et-déjà envisager les effets recherchés et possiblement induits ou ceux non escomptés entre ces différents états. Ces effets sont récapitulés sur le tableau 3.2.

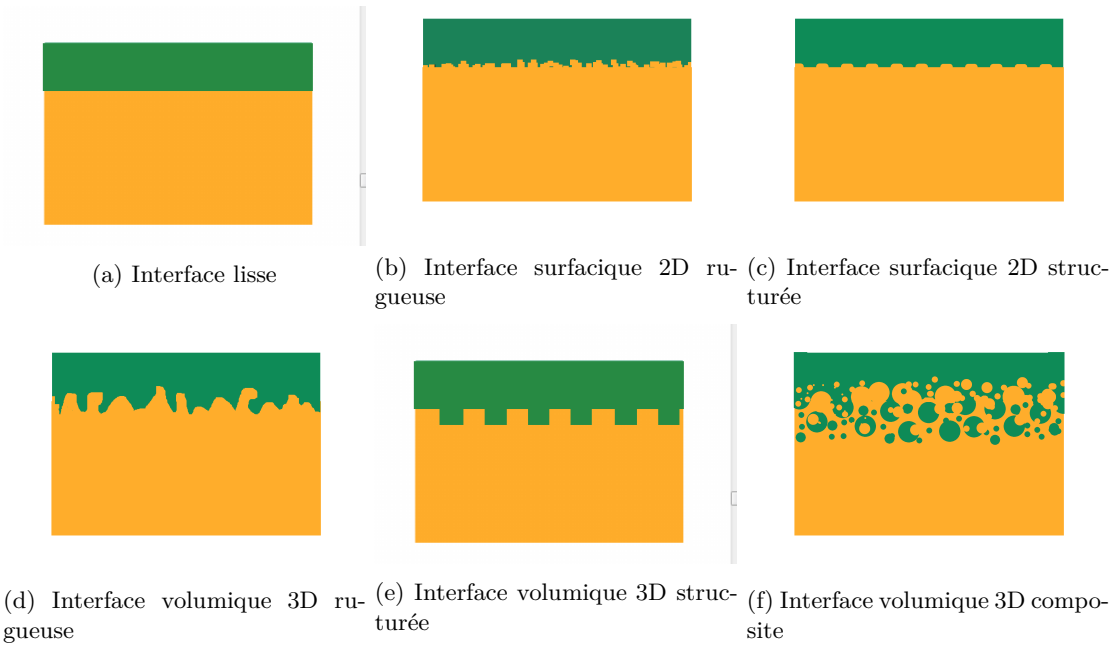
## 3.4 Modifications morphologiques obtenues

Concevoir de nouvelles interfaces avec des morphologies différentes incite à définir des typologies d'interface. Le schéma de la figure 3.8 résume les différents types d'interfaces qui ont été réalisés.

La figure 3.8(a), représente une interface lisse (par exemple une sous-couche polie). La figure 3.8(b), relative aux interfaces surfaciques rugueuses illustre toutes les sous-couches brutes de projection (sous-couche plasma, cold spray, etc...). Le schéma de la figure 3.8(c), relatif aux interface 2D structurées, représente les interfaces ayant subies une structuration (par exemple par laser) et dont la morphologie de surface respecte un motif à l'échelle de la rugosité. Le schéma de la figure 3.8(d), relatif aux interface volumiques (3D) rugueuses, que l'on attribue aux sous-couches très rugeuses contenant des irrégularités tels que des infondus proche de la surface. Le schéma de la figure 3.8(e), relatif aux interfaces 3D structurées, représente les interfaces ayant subies une structuration (par exemple par laser) et dont la morphologie de surface respecte un motif à l'échelle de la centaine de micromètres. Enfin, le schéma de la figure 3.8(f) représente les interfaces volumiques ou composites (3D) telles que celles formées par les mélanges de poudre et le gradients de composition. La suite de ce chapitre va permettre de positionner nos différentes architectures par rapport à cette schématisation.

| Nomenclature | Description | Modifications | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Morphologique | Mécanique | Physico-chimique |
| Plasma référence | NiCrAlY de référence | *Ref* | *Ref* | *Ref* |
| Plasma tamisé | Poudre NiCrAlY tamisée | • | × | × |
| Plasma fin | Épaisseurs 2× plus faible | ○ | • | × |
| Sablé | Substrat sablé seul | • | ○ | ○ |
| Plasma détensionné | Système complet traité thermiquement | × | • | × |
| Plasma structuré | Couche NiCrAlY structurée par laser | • | × | ○ |
| Plasma mélange 1 | Monocouche NiCrAlY /$ZrO_2Y_2O_3$ | ○ | • | × |
| Plasma mélange 2 | Bicouche NiCrAlY + NiCrAlY /$ZrO_2Y_2O_3$ | ○ | • | × |
| Plasma gradient | Gradient continu NiCrAlY→ $ZrO_2Y_2O_3$ | ○ | • | × |
| Cold spray | CoNiCrAlY cold pray | • | • | • |
| Cold spray détensionné | CoNiCrAlY cold spray traité thermiquement | • | • | • |
| • : effet recherché | | ○ : effet induit possible | | × : sans effet escompté |

Tableau 3.2 – récapitulatif de effets attendus sur les états morphologiques, mécaniques et physico-chimiques à partir des modifications d'architecture envisagées



(a) Interface lisse

(b) Interface surfacique 2D rugueuse

(c) Interface surfacique 2D structurée

(d) Interface volumique 3D rugueuse

(e) Interface volumique 3D structurée

(f) Interface volumique 3D composite

FIGURE 3.8 – Schéma de la variation de morphologie d'une interface

Dans une première partie, les coupes micrographiques des 12 échantillons après dépôt de céramique seront présentées. Les paramètres de rugosité représentatifs des surfaces seront analysés en relation avec des observations de surface (MEB, profilomètre 3D) sur les échantillons de sous-couche prélevés avant dépôt de céramique (sauf mélanges et gradient NiCrAlY/$ZrO_2Y_2O_3$ qui ne peuvent être être prélevés).

### 3.4.1 Observations et analyses des morphologies d'interface

#### 3.4.1.1 Observations micrographiques en coupe

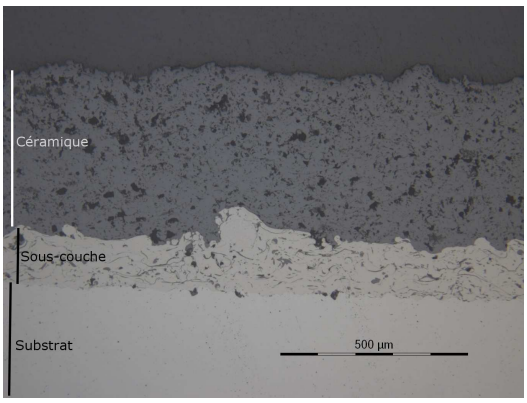
Afin d'observer et de comparer les différentes architectures d'interface, les coupes micrographiques ont été regroupées dans la figure 3.9 selon la nomenclature récapitulée dans la figure 3.2.

Les coupes micrographiques montrent bien certaines des différences de morphologie qui étaient attendues entre les barrières thermiques mises en œuvre dans cette thèse, notamment celles avec une interface « surfacique » (telle que l'interface substrat sablé) ou « volumique » (comme le gradient ou les mélanges de poudre). L'ensemble des revêtements métalliques et céramiques fabriqués sont adhérents et chaque architecture correspondante sera susceptible d'être comparée aux autres notamment par leurs réponses au perçage laser (chapitre 5). Pour la plupart des cas étudiés, l'épaisseur de céramique visée est conforme ($0,50mm \pm 0,05mm$) et constante pour chaque dépôt. En revanche, comme attendu, la condition « plasma fin » (figure 3.9 (c)) conduit à une barrière thermique plus fine avec une épaisseur de céramique de $0,25mm$ et de sous-couche de $0,09mm$, ce qui correspond bien à un ratio de 2 par rapport à la référence (figure 3.9 (a)). Notons également dans ce cas particulier d'architecture que le substrat est également volontairement plus fin même si un ratio de 2 n'a pas été strictement appliqué sur l'épaisseur de substrat (1,5 mm contre 2 mm pour le substrat de référence). En effet, un substrat d'1 mm d'épaisseur se déformerait trop sous l'effet des contraintes internes lors de la projection plasma. Par ailleurs, toujours dans ce cas particulier, on a constaté que l'épaisseur faible du dépôt de sous-couche, rend le dépôt très sensible aux disparités de recouvrement local et à la présence de particules infondues. Cela peut mener à des variations locales de l'épaisseur pouvant aller jusque $\pm 0.04mm$ dans certaines zones : soit la moitié de l'épaisseur moyenne de ce dépôt plasma de NiCrAlY.

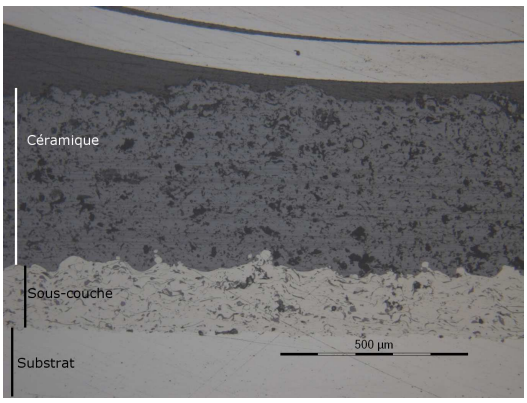
Sur ces coupes micrographiques, on peut également remarquer une différence du taux de porosité dans la couche de céramique. Celle-ci est liée surtout aux arrachements de particules lors du polissage. Pour obtenir une mesure de porosité plus fiable, il est nécessaire d'améliorer la procédure d'enrobage et de polissage des échantillons.

La barrière thermique avec une sous-couche issue de NiCrAlY tamisé (figure 3.9 (b)) ne se distingue pas de manière flagrante de la référence comme c'est le cas d'un substrat sablé seul (sans sous-couche) (figure 3.9 (d)). Une analyse des profils de rugosité est nécessaire et proposée dans le paragraphe suivant pour distinguer d'éventuelles différences entre les sous-couches.

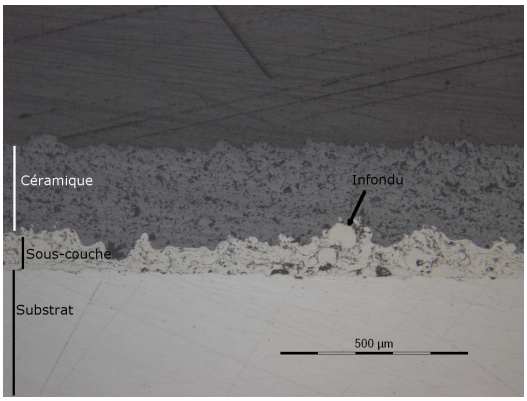
Naturellement, aucune différence macroscopique n'est observée en coupe sur la barrière thermique de référence après avoir été traitée thermiquement (figure 3.9 (e)). Il en est de même pour les sous-couches par cold spray avant et après traitement thermique. Ces dépôts de CoNiCrAlY sont identiques morphologiquement et présentent un aspect rugueux et une microstructure très dense et homogène tel que cela est visible sur les coupes (k) et (l) de la figure 3.9. Le contour des particules n'est pas visibles sur les coupes micrographiques, ce qui traduit bien une compacité élevée. La morphologie de la surface d'un dépôt cold spray est bien différente de celle d'un dépôt plasma. En effet, la déformation des particules sur le substrat puis sur les particules précédemment déposées se fait à l'état solide par une déformation plastique intense au niveau des particules et de la cible.



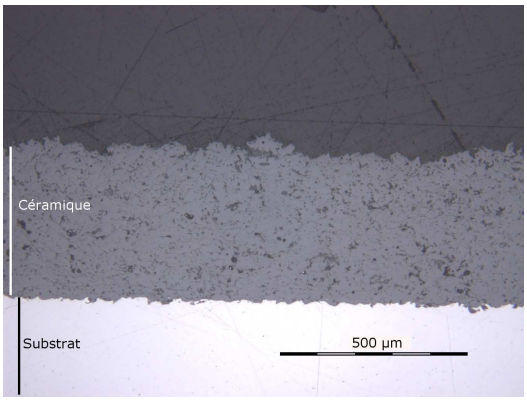

(a) Plasma référence



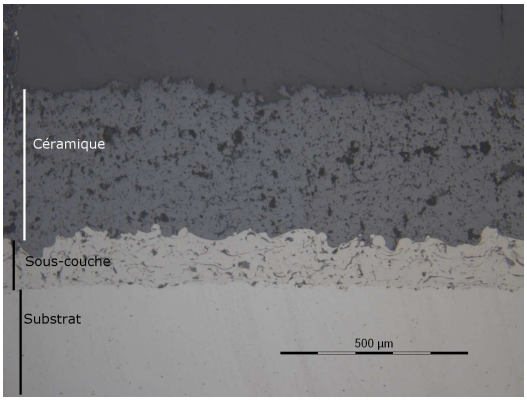

(b) Plasma tamisage



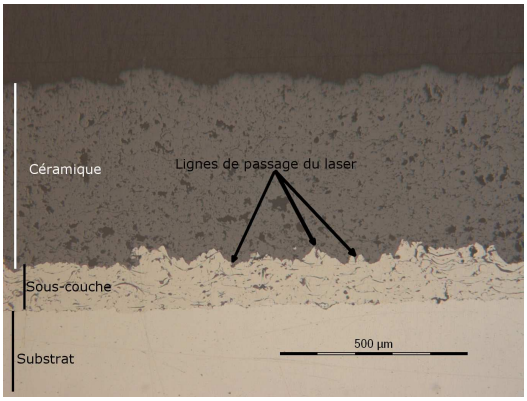

(c) Plasma fin



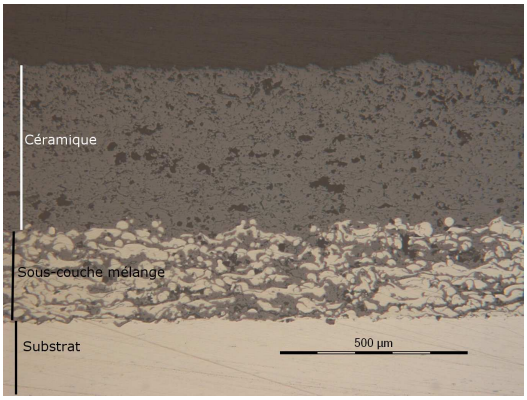

(d) Plasma sablage



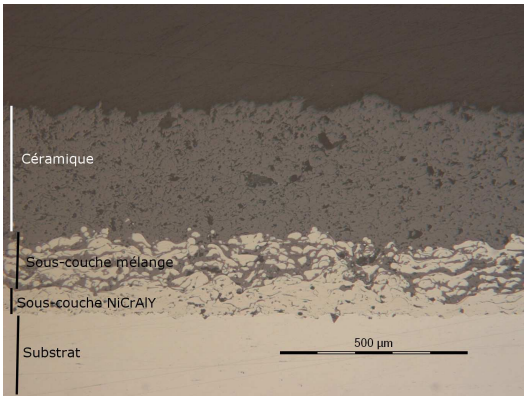

(e) Plasma détensionné



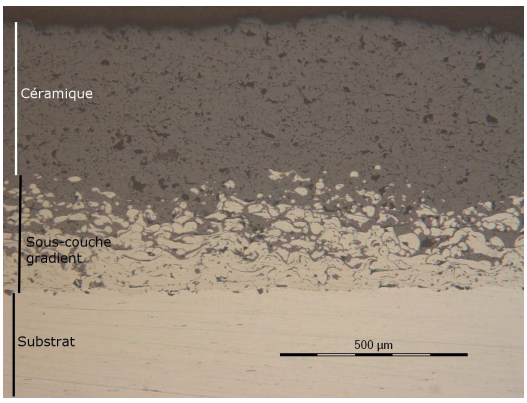

(f) Plasma laser



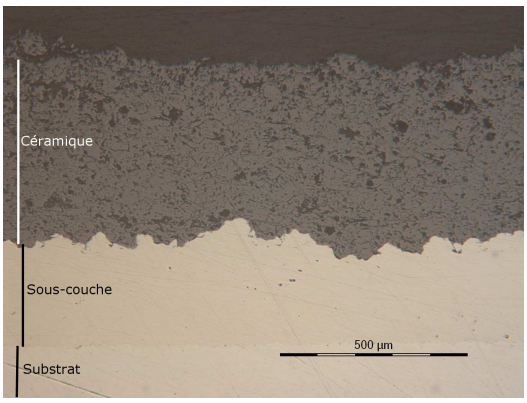

(g) Plasma mélange 1



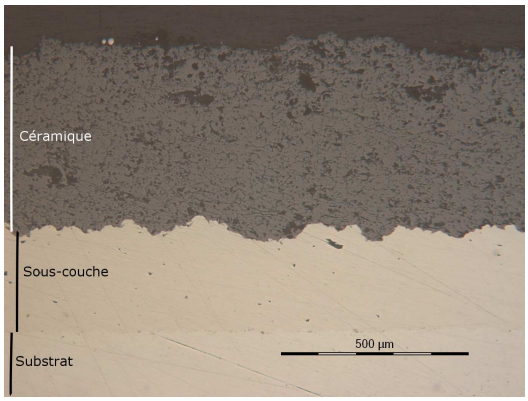

(h) Plasma mélange 2




(i) Plasma gradient




(j) Cold spray




(k) Cold spray détensionné

FIGURE 3.9 – Présentation des coupes micrographiques des architectures réalisées

Les barrières thermiques avec une sous-couche initialement rugueuse puis structurée par laser ((figure 3.9 (f) et (g)) présentent une morphologie macroscopique en coupe similaire à celle de la référence. Il est nécessaire d'observer les échantillons à plus fort grossissement pour mettre en évidence des sillons micrométriques générés par le laser sur la surface. Un sillon est défini comme étant la trace laissée par le passage du faisceau laser et n'est pas égal à son diamètre. Même à fort grossissement, il est difficile de généraliser sur la morphologie des motifs générés car la profondeur affectée par l'enlèvement de matière est faible et se confond presque avec les détails de la rugosité initiale. La profondeur usinée par la structuration laser est estimée à 30µm ± 10µm. On peut néanmoins observer sur les coupes micrographiques la diminution des pics les plus hauts du dépôt (écrêtage) par rapport à la sous-couche plasma de référence.

De plus, aucun repérage suffisamment précis ne permet de connaître la position exacte du plan de coupe par rapport au motif rectiligne du parcours du faisceau laser. Les distances entre deux sillons sont respectivement de $70\mu m$ et de $55\mu m$ et la largeur d'un sillon est d'environ 20µm. Ces distances mesurées au MEB (voir § 3.4.2, 93) en vue de dessus sont difficiles à retrouver en coupe micrographique. Ces distances étaient cependant faciles à distinguer sur les échantillons polis avant structuration. Ainsi, dans le cas de la structuration, l'interaction laser / matière est dépendante de la rugosité de la surface. De plus, comme montré sur la figure 3.10, suivant l'orientation de la coupe micrographique, le plan d'observation peut conduire à différents espaces inter-sillons. En effet, bien que les coupes micrographiques aient été réalisées parallèlement aux sillons,un léger angle (même petit) durant le polissage peut modifier le plan d'observation en coupe micrographique. Les traces du passage du laser observées sur les coupes micrographiques et sur les vues de dessus au MEB ne sont donc pas identiques au motif théorique dessiné sur la figure 3.10. Il a donc été très difficile de distinguer sur les coupes micrographiques les traces du passage du laser.

Les barrières thermiques avec une sous-couche plasma formée d'un mélange NiCrAlY / $ZrO_2{-}Y_2O_3$

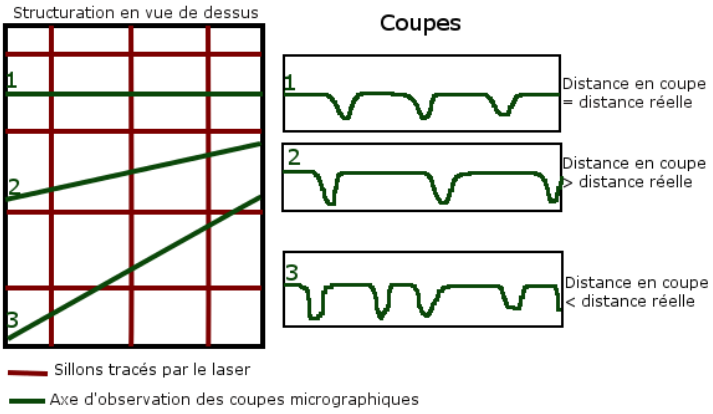



FIGURE 3.10 – Schéma représentant la distance entre les sillons laser en fonction de l'orientation de la coupe micrographique réalisée

(figure 3.9 (g) à (i)) sont définies comme des interfaces volumiques. En utilisant ce type de co-projection, l'interface ne peut plus être définie comme une limite franche entre deux couches. On a des domaines d'épaisseur de ces zones de mélange qui varient entre $250\mu m$ et $300\mu m$ au lieu de $200\mu m$. Ces épaisseurs restent dans les tolérances indiquées par les constructeurs de turbines aéronautiques et pourraient être optimisées facilement dans le futur. Pour mieux décrire les gradients de composition dans ces trois cas différents, des dosages de chaque phase ont été obtenus par analyse d'image (description chapitre 2 §2.5.2.2, page 59) dans les différentes zones de mélanges homogènes (plasma mélange 1 et plasma mélange 2) et dans trois zones représentatives dans l'épaisseur pour le plasma gradient. Les résultats sont reportés dans le tableau 3.3.

| Composition | % vol. pores | % vol. NiCrAlY | % vol. $ZrO_2Y_2-O_3$ |
|---|---|---|---|
| Plasma référence | | | |
| NiCrAlY seul | $2,2$ | $97,8$ | 0 |
| Plasma "mélange 2" | | | |
| NiCrAlY seul | $1,1$ | $98,9$ | 0 |
| Mélange | $4,1$ | $52,3$ | $43,6$ |
| Plasma "mélange 1" | | | |
| Mélange | $3,9$ | $53,4$ | $42,7$ |
| Plasma gradient | | | |
| proche substrat | $0,5$ | $73,8$ | $22,5$ |
| milieu gradient | $2,1$ | $28,6$ | $69,3$ |
| proche $ZrO_2-Y_2-O_3$ | $3,7$ | 0 | $99,5$ |

Tableau 3.3 – Proportion volumique de NiCrAlY, $ZrO_2-Y_2O_3$ et de pores dans les dépôts avec co-projection de poudre

Le dosage de chaque phase dans la zone de mélange homogène (même proportion de NiCrAlY et de $ZrO_2-Y_2O_3$) des deux conditions est bien identique. Le taux de porosité est plus élevé dans ces zones de mélange par rapport à une sous-couche de NiCrAlY seul (de 1,1%, on passe à 4,1%). Pour la condition « plasma gradient », on a bien une évolution graduelle de la composition, en passant d'une zone riche en NiCrAlY à une zone riche en $ZrO_2-Y_2O_3$ entre le substrat et la couche de céramique pure. Le graphique de la figure 3.11 ci-dessous montre l'évolution de la concentration des phases dans l'épaisseur de la sous-couche à gradient mesurée par tranche de $20\mu m$.

La variation de composition est continue et linéaire ($R^2 = 0.98$). On constate également que le taux de porosité total dans la zone graduée croît avec l'augmentation de la teneur en céramique déposée pour atteindre presque 10% en volume dans les 50 à 100 derniers micromètres avant la céramique seule (figure 3.12).

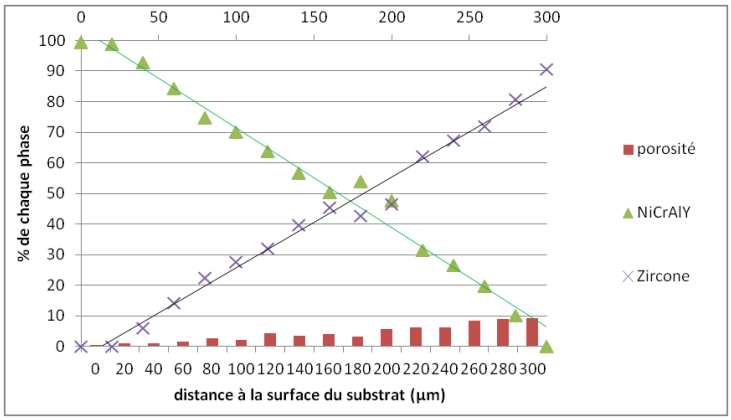



FIGURE 3.11 – Variation de la composition en porosité, NiCrAlY et zircone yttriée dans l'épaisseur de la sous-couche à gradient (plasma gradient)

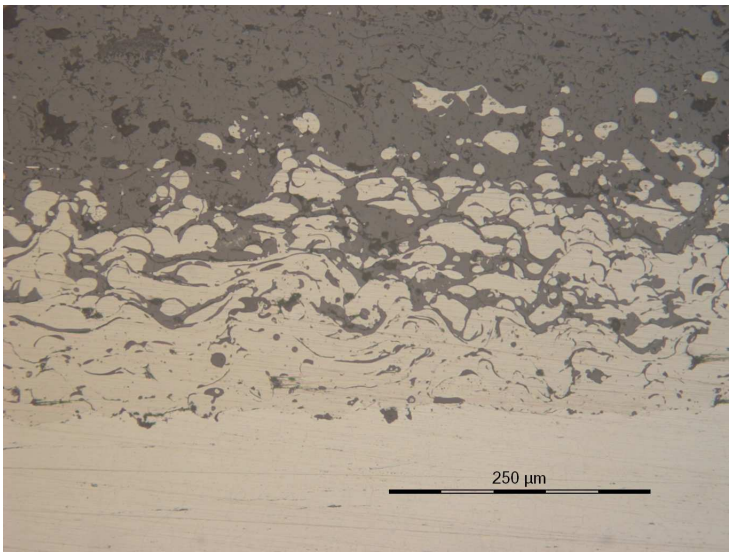



FIGURE 3.12 – Coupe micrographique de la barrière thermique avec sous-couche plasma à gradient en composition (plasma gradient)

#### 3.4.1.2 Analyse de la rugosité de l'interface sous-couche/céramique

La morphologie, observée en coupe ou en vue de dessus peut être quantifiée par différents paramètres de rugosité surfaciques (S) ou linéaires (R). La rugosité peut être déterminée par profilomètrie en surface ou par analyse d'image en coupe pour obtenir les différents paramètres de rugosité aptes à différencier les différentes architectures. Dans cette thèse, les paramètres de rugosité ont été déterminés à l'aide d'un profilomètre (description chapitre 2 § 2.5.3, page 59). Deux types de grandeurs peuvent être calculés sur une longueur de base l ou sur la longueur totale L du profil de rugosité (filtré de l'ondulation et/ou de la courbure si besoin). Pour chacune de ces grandeurs, explicitées ci-dessous, l'indice i désigne le numéro du point de mesure et l désigne la longueur de base selon la norme NF EN ISO 4287 pour les profils linéaires et ISO 25178 pour les surfaces.

Pour choisir des paramètres les plus adaptés à la caractérisation d'un dépôt plasma, les paramètres utilisés dans la littérature ont été analysés. Dans la majorité des publications, le paramètre utilisé est le Ra, qui décrit l'amplitude moyenne d'un profil. D'autres paramètres viennent parfois s'ajouter ou remplacer cette moyenne pour décrire plus finement un profil (Rt [Mellali et al., 1997], Rz et Rq [Bahbou et al., 2004], Rsk et Rku [Fukumoto et al., 2004]. Peu d'études sur l'adhérence des dépôts de céramique plasma traitent de la rugosité d'un point de vue surfacique. Cette thèse va les comparer pour décrire les différentes surfaces des sous-couches étudiées. Les paramètres choisis dans cette thèse pour décrire la rugosité d'un profil sont les suivants :

- **Ra** : le Ra représente la moyenne arithmétique de la valeur absolue du profil de rugosité sur la longueur de base l. Cette valeur est la plus utilisée dans la littérature car c'est la valeur la plus stable. Pour un dépôt plasma de sous-couche MCrAlY, cette valeur peut varier entre 9 µm et 21 µm [Bozorgnezhad-Nobijari et al., 2013]. M. Bozorgnezhad montre que l'adhérence du dépôt de céramique (mesurée par plot collé) augmente avec la rugosité de la sous-couche (20MPa pour un Ra de 9µm à 30MPa pour un Ra de 21 µm). Cette valeur existe aussi en analyse surfacique et se nomme Sa. Toutefois, cette valeur n'est pas encore utilisée dans la littérature pour l'étude de la morphologie des dépôts plasma similaires aux nôtres. La valeur de Ra se calcule avec la formule suivante :

$$Ra = \frac{1}{l}\int_0^l |Z(x)|dx$$

- **Rq** : le Rq représente la moyenne quadratique des pics et des vallées. Cette valeur est plus sensible que le Ra aux pics hauts et aux vallées profondes. Cette valeur, décrite par F.Bahbou semble d'après l'auteur avoir une correlation avec l'adhésion d'un dépôt plasma de Triballoy 800[Bahbou et al., 2004]. L'auteur présente l'influence de l'angle de sablage d'un alliage base titane sur la rugosité (Ra et Rq). La valeur de Rq varie entre 3,8µm et 5,2µm tandis que le Ra ne varie que de 3,0µm à 3,7µm. L'adhérence des dépôts de Triballoy varie avec la rugosité passant de 21,8MPa à 28MPa.

$$Rq = \left[\frac{1}{l}\int_0^l |Z^2(x)|dx\right]^{1/2}$$

- **Rp**, **Rv** et **Rz** : le Rp est défini comme la hauteur maximum des pics du profil de rugosité sur la longueur de base l par rapport à la ligne moyenne. Ce paramètre correspond à la hauteur maximale des pics sur le profil considéré . En complément de la grandeur Ra qui indique l'écart moyen arithmétique du profil redressé par rapport à la ligne moyenne, il indique la présence éventuelle d'un pic plus haut que la moyenne des pics et des vallées, tel que l'on peut le voir dans la figure 3.13. On suppose que les pics les plus grands peuvent intervenir sur la manière dont une fissure qui est amorcée par perçage laser se propage (voir chapitre 4 § 4.3.2, page 145). Il existe un paramètre équivalent pour les vallées : Rv, et un paramètre représentant l'écart entre le pic le plus haut et la vallée la plus profonde : Rz=Rp+Rv. Dans la littérature, les quelques hauteurs ayant utilisés ce type de paramètres ont plutôt choisi le Rz. M.F. Bahbou [Bahbou et al., 2004] étudie a travers ces paramètres l'effet de l'angle du sablage sur la rugosité de la surface avant dépôt d'une couche métallique de Tribaloy 800. L'auteur arrive a faire varier de 25% la rugosité en augmentant l'angle de sablage (Ra de 3.2µm et Rz de 20µm pour un angle de 45° à Ra de 4µm et Rz de 25µm pour un angle de 90°). Il s'avère que la meilleur adhérence des dépôts est obtenue pour les maximum de rugosité (27MPa contre 23MPa) [Bahbou et al., 2004]. Ces valeurs existent aussi en analyse surfacique et se nomment Sp, Sv et Sz. Mais elles n'ont pas été utilisées dans la litterature pour caractériser des surfaces avant projection thermique.

$$Rp = Max(Zp_i)$$

$$Rv = Max(Zv_i)$$

- Facteur d'asymétrie du profil de rugosité sur une longueur de base l (aussi appelé « skewness ») : **Rsk**. Ce paramètre représente le degré de symétrie du profil de rugosité par rapport à la ligne moyenne. Le signe de Rsk traduit la prédominance de pics si Rsk >0 ou de vallées si Rsk<0. Ce paramètres a été étudié à travers la caractérisation de sous-couches [Eriksson et al., 2013] et de substrats polis [Fukumoto et al., 2004]

$$Rsk = \frac{1}{Rp^3}\left[\frac{1}{l}\int_0^l |Z^3(x)|dx\right]$$

– Facteur d'aplatissement du profil de rugosité sur une longueur de base l (aussi appelé kurtosis) : **Rku**. Ce paramètre est un indicateur sur le degré d'acuité de la distribution des pics (Rku=3 : Normale ; Rku>3 : en pointe ; Rku<3 : applatie). Ce paramètre est en général étudié en même temps que le Rsk [Eriksson et al., 2013]. Il s'avère que pour des Ra similaires, les valeurs d'asymétrie et d'aplatissement peuvent être très différentes, permettant ainsi de différencier morphologiquement deux surfaces. Si le facteur d'asymétrie vaut 0 et le facteur d'applatissement 3, le profil suit à une distribution gaussienne. Les valeurs Ssk et Sku représentent l'asymétrie et l'aplatissement d'un profil 3D. Elles ne sont pas étudiées dans la littérature, mais seront traitées dans cette thèse.

$$Rku = \frac{1}{Rp^4}\left[\frac{1}{l}\int_0^l |Z^4(x)|dx\right]$$

La figure 3.13 montre les différents paramètres de rugosité retenus pour l'analyse de la surface d'une sous-couche. Les marqueurs Zp et Zv présentent respectivement un exemple de hauteur de pic (Zp) et de vallée (Zv) mesurés sur le profil. La figure 3.14 illustre la forme des profils types correspondant à différentes valeurs de Rsk et de Rku.

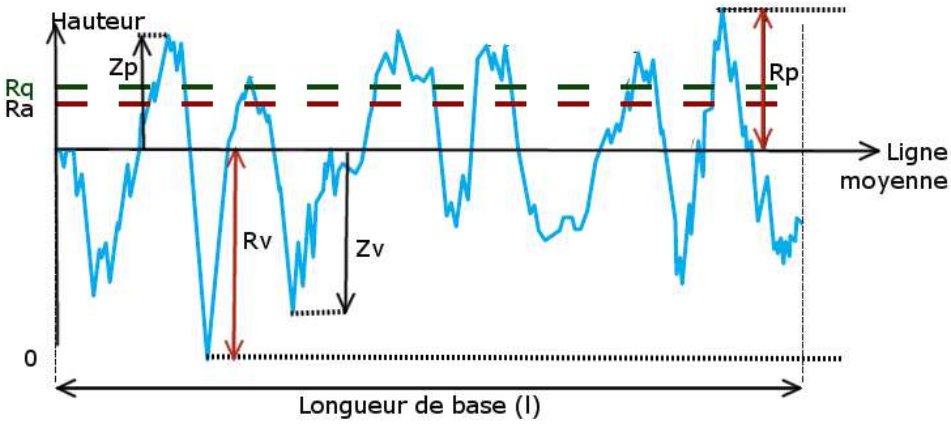
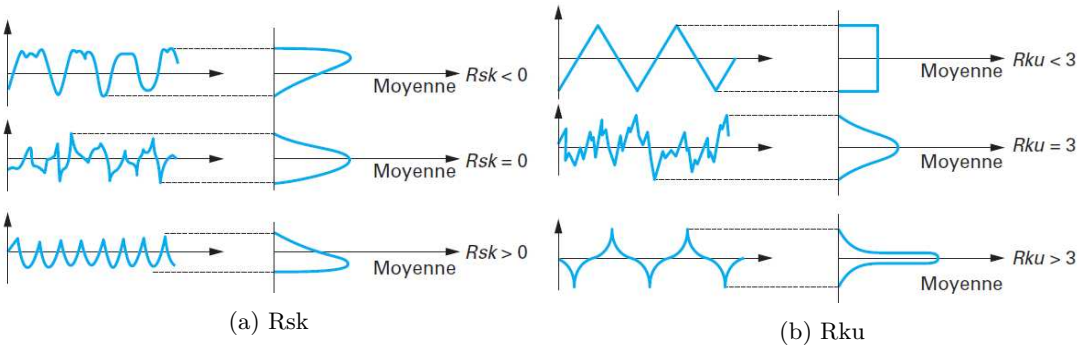



FIGURE 3.13 – Paramètres de rugosité sélectionnés et représentatifs d'un dépôt de sous-couche




(a) Rsk (b) Rku

FIGURE 3.14 – Représentations des profils types obtenus pour différentes valeurs de Rsk et de Rku. D'après [Raphet, 2005]

L'adhérence des dépôts est traité entre autre par l'idée que l'espacement entre les pics et la forme des pics et des vallées doit être en relation avec la taille des particules de céramique projetées par plasma. Dans cette thèse, la fissuration et la propagation de fissure à l'interface céramique/métal sont aussi considérées en lien avec la rugosité de la sous-couche. On suppose qu'une plus grande rugosité (à l'échelle micrométrique) peut affecter la fissuration interfaciale en augmentant par exemple la surface de contact et la tortuosité entre la sous-couche et la céramique.

L'observation en coupe micrographique montre que la hauteur des pics n'est pas régulière sur tout le

dépôt. Par exemple, sur une coupe de 2mm de long de la sous-couche plasma de référence (figure 3.15), certains pics prononcés sont très proches (120 µm de distance) et d'autres, séparés par une zone plus lisse (430 µm de largeur). Ces coupes micrographiques ne donnent qu'une vision 2D de la rugosité. En considérant l'aspect aléatoire des pics de rugosité du dépôt de sous-couche, il parait évident d'étudier des données de rugosité en 3D (paramètres S). Les mesures de rugosité en 2D et en 3D doivent être déterminées sur une distance représentative de l'échantillon. Une taille de 4 $mm^2$ a été sélectionnée car représentative de la surface d'une fissure interfaciale entre la couche céramique et la sous-couche métallique après perçage laser.

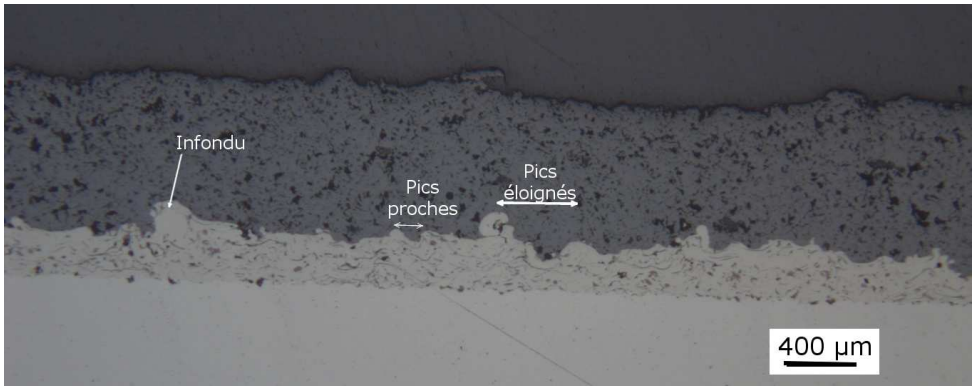
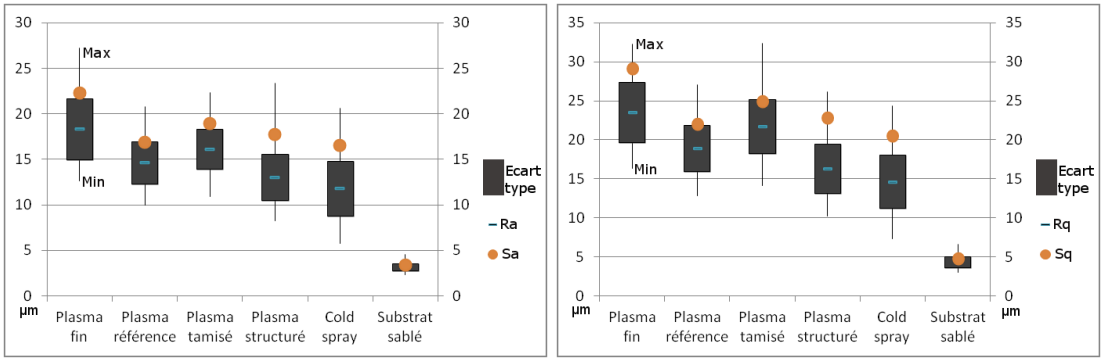



FIGURE 3.15 – Coupe micrographique du système barrière thermique de référence illustrant la répartition aléatoire des pics prononcés de la rugosité

La rugosité des échantillons présentés dans le paragraphe précédent a été mesurée par un profilomètre avec des paramètres d'acquisition décrits dans le chapitre 2. Les résultats sont regroupés dans les figures 3.16, 3.17 et 3.18. Les sous-couches plasma mélange 1, mélange 2 et gradient ne peuvent être analysées au profilomètre car elles sont intégrées par construction dans la barrière thermique complète.




(a) Ra et Sa (b) Rq et Sq

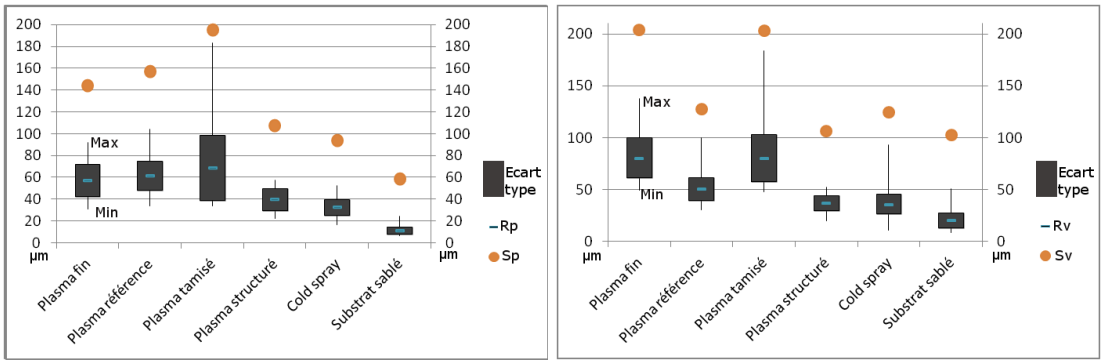
FIGURE 3.16 – Valeurs de rugosité moyenne des différentes sous-couches réalisées : Ra et Sa (a), Rq et Sq (b).

La figure 3.16 montre des différences et des similitudes morphologiques entre les sous-couches. Tout d'abord, les valeurs de rugosité 3D (Sa et Sq) sont plus élevées que les moyennes 2D (Ra et Rq), pour tous les échantillons sauf la sous-couche plasma tamisage. Les écarts de mesures entre la valeur minimum et la valeur maximum (mesurés sur l'ensemble des profils) sont similaires pour tous les échantillons excepté le substrat sablé : écart entre les deux extremums et écart type très faible (0,4 pour le Ra et 0,6 pour le Rq). Le cas un peu particulier du plasma tamisé sera plus amplement décrit par la suite.

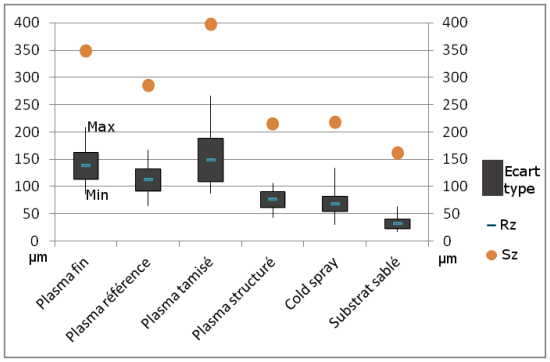
Naturellement, le substrat sablé se distingue immédiatement de part sa rugosité moyenne très faible (Ra = 2,9µm, Rq = 3,8µm), environ 5 fois plus faible que celle des autres sous-couches. La sous-couche plasma fin possède la plus forte rugosité moyenne ((Ra = 18,0µm, Rq = 23,0µm). Cette forte rugosité est liée à la présence d'infondus dans la sous-couche. Les sous-couches plasma de référence et tamisé ont

une rugosité intermédiaire entre la sous-couche plasma fine et les sous-couches plasma structuré et cold spray. Ces courbes permettent de classer les surfaces par ordre décroissant de rugosité : Plasma fin > Plasma tamisé > Plasma référence > Plasma structuré > Cold spray »Substrat sablé.

La sous-couche "plasma tamisé", contrairement à ce que l'on pouvait penser, a une rugosité 2D et 3D moyenne plus élevée que la sous-couche plasma de référence (Ra=16,1µm pour la sous-couche tamisée et Ra=14,6µm pour la sous-couche de référence). Cet écart est suffisant pour considérer ces deux surfaces différentes, mais la variation de granulométrie des deux poudres avant projection ne peut pas justifier cet écart de rugosité, car la rugosité devrait diminuer avec la diminution de la granulométrie de la poudre. Ainsi, la variation de granulométrie par tamisage tel que réalisé dans cette thèse n'est pas adaptée pour faire varier la rugosité. Lors de la projection thermique des deux sous-couches plasma de référence et tamisée, le nombre de passes nécessaires pour obtenir une épaisseur de sous-couche de 200µm diffère : il a fallu 4 passes pour la sous-couche tamisée au lieu de 3 pour la sous-couche de référence. Cette différence du nombre de passes est probablement à l'origine de la variation de la morphologie de la surface.




(a) Rp et Sp (b) Rv et Sv

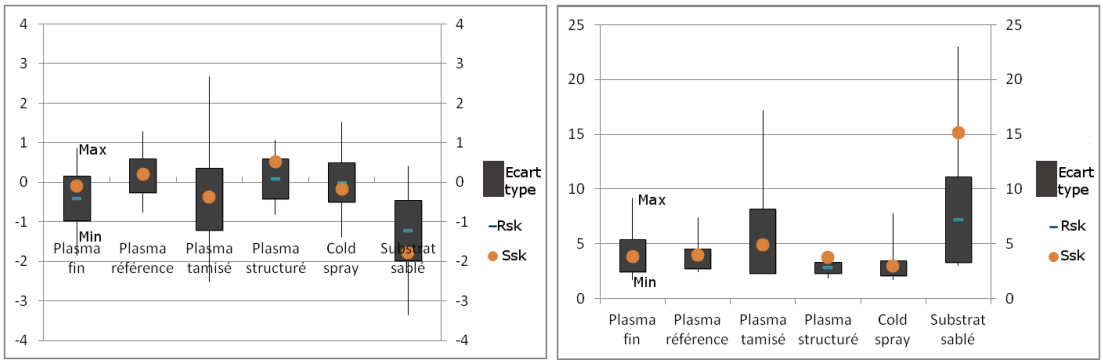



(c) Rz et Sz

FIGURE 3.17 – Maximums locaux des paramètres représentatifs des pics et des valées : Rp et Sp (a), Rv et Sv (b), Rz et Sz (c) des différentes sous-couches réalisées

La figure 3.17 montre les variations des extremums locaux des profils 2D de rugosité et de la surface 3D correspondante. Ces diagrammes conduisent au même classement des sous-couches que celui des moyennes quadratique en fonction de leur rugosité. Ce qui signifie que les sous-couches étudiées ayant le plus grand Ra ont aussi le plus grand Rz. Toutefois, des informations supplémentaires sur les sous-couches sont fournies par ces diagrammes. Les valeurs moyennes de Rp représentant les pics les plus élevés sont du même ordre de grandeur pour les sous-couches plasma référence, fin et tamisé. Toutefois, la sous-couche plasma fine possède les Rp et Sp les moins élevés des trois tandis que les valeurs de Sv sont les plus élevées, ce qui signifie que cette sous-couche possède des vallées plus profondes pour des pics de même altitude. La sous-couche plasma de référence au contraire possède des vallées moins profondes et des pics plus rugueux. La sous-couche plasma tamisée quand à elle possède des extremums du même ordre de grandeur que la sous-couche plasma fine, ce qui est cohérent avec les valeurs de rugosité moyennes obtenues précédemment. La sous-couche plasma structurée possède des extremums bien plus faibles que

les autres sous-couches plasma, ce qui confirme bien une diminution de la rugosité via l'écrêtage des pics les plus hauts sans creuser des vallées plus profondes. La sous-couche cold spray possède des valeurs de rugosité extremum très proches de celle de la sous-couche plasma structurée (Rz = 13,2 et 14,2µm et Sz = 218 et 214µm respectivement pour les sous-couches cold spray et plasma structurée). Le substrat sablé se distingue naturellement par les extremums locaux les plus faibles. Cette faible rugosité contribuera à une plus faible adhérence des dépôts de céramique que les systèmes barrière thermique avec une sous-couche.




(a) Rsk et Ssk (b) Rku et Sku

FIGURE 3.18 – Paramètre d'assymétrie et d'aplatissement des différentes sous-couches réalisées

Les valeurs de Rsk et Ssk négatives sont représentatives des profils avec prédominance de pic, ce qui est les cas des sous-couches plasma fine et tamisée ainsi que du substrat sablé. Pour la sous-couche plasma fine, ces valeurs peuvent être expliquées par la présence d'infondus. La sous-couche plasma tamisée ne contient pas d'infondus pouvant justifier ce type de profil, mais le nombre de passes nécessaires pour réaliser ce dépôt (supérieur à celui de la sous-couche de référence) peut être responsable de cette prédominance de pics. Dans le cas du substrat sablé, les cratères formés par le corindon tendraient plutôt à former plus de vallées. On peut supposer que les pics formés par le sablage sont aplatis par les particules de corindon. Les autres sous-couches ont un facteur d'asymétrie très proche de 0, restant toutefois positif, représentatif d'une bonne répartition des pics et des vallées avec une légère prédominance de vallées. Le substrat sablé possède la surface avec les valeur de Rsk et Ssk les plus faibles (Rsk = -1,2 et Ssk = -1,8).

Le facteur d'aplatissement est très supérieur à 3 pour le substrat sablé, ce qui signifie que les pics et les vallées sont plutôt étroits (Rsk = 7,2 et Ssk = 15,1). Pour les autre sous-couches, le facteur d'aplatissement est proche de 3 (supérieur pour les sous-couches plasma référence, fin et tamisé et inférieur pour les sous-couches plasma structuré et cold spray). Cela est représentatif d'un profil gaussien de répartition des points formant le profil.

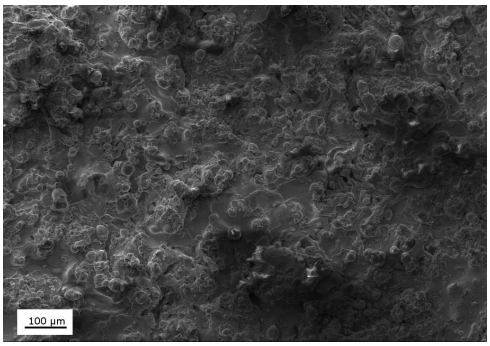
De ces analyses, les différentes sous-couches peuvent être différenciées : le substrat sablé est le moins rugueux et présente une population de pics pointus répartis uniformément sur toute la surface. Les sous-couches plasma sont très rugueuses, avec une prédominance de pics pointus. Parmi ces sous-couches, la sous-couche plasma fine présente des infondus générant des vallées plus creusées (Rv élevé), des pics plus hauts et une morphologie principalement formée de pics. La sous-couche plasma structurée est formée de pics écrêtés (diminution des extremums locaux) et par conséquent présente une diminution de la rugosité moyenne par rapport aux autres sous-couches plasma. La sous-couche cold spray quand à elle possède une prédominance de creux et une rugosité aplatie (Rsk > 0).

On peut alors classer ces différentes surfaces en trois catégories : les surfaces très rugueuses (plasma fin, tamisé et référence), les surfaces de rugosité moyenne (cold spray et plasma structuré) et la surface peu rugueuse (substrat sablé).

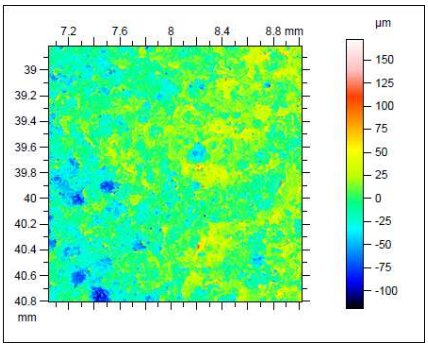
### 3.4.2 Observation des surfaces des sous-couches

Des observations en vue de dessus (au MEB et au profilomètre) complètent avantageusement les observations en coupe et analyses de la rugosité. En effet, la fissuration lors du perçage laser suit un

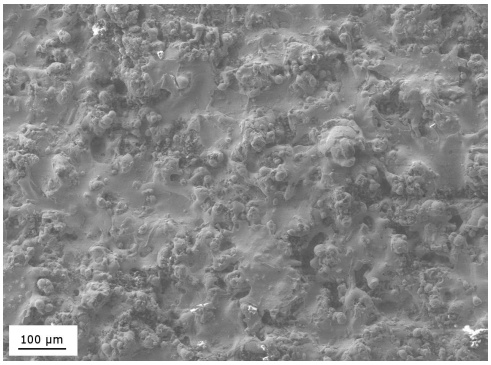
chemin qui "hérite" de la morphologie 3D de la surface de la sous-couche. Toutes les sous-couches ont donc été observées au MEB en vue de dessus de manière à mieux appréhender la morphologie de l'interface métal/céramique. La figure 3.19 présente des vues MEB et les profils 3D représentatifs des sous-couches étudiées. Ces profils sont représentatifs des paramètres S présentés dans le paragraphe précédent. On choisit de mettre la valeur 0 au niveau de la ligne moyenne. Ainsi, les couleurs chaudes des profils 3D représentent les pics et les couleurs froides les vallées.



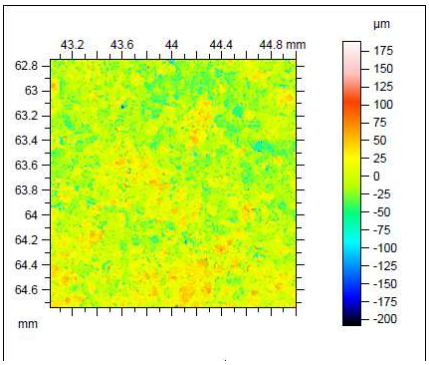

(a) Plasma référence



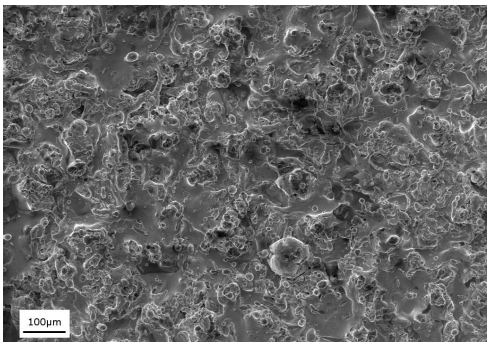

(b) Profil 3D plasma référence



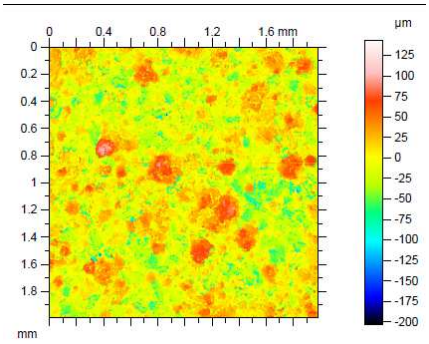

(c) Plasma tamisé



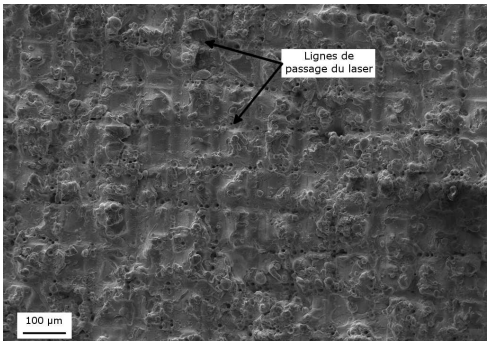

(d) Profil 3D plasma tamisé



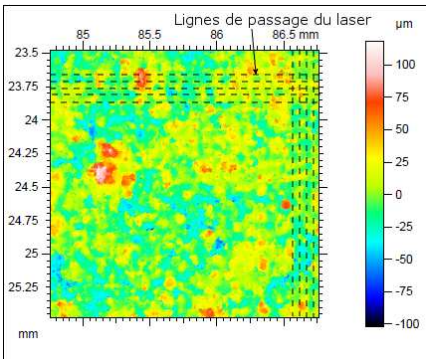

(e) Plasma fine



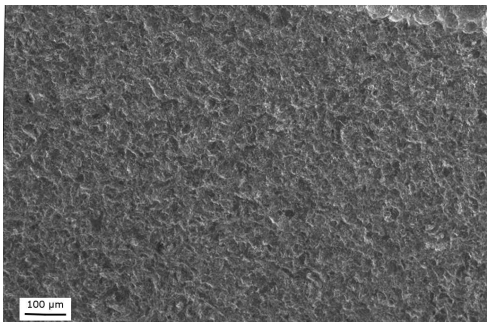

(f) Profil 3D plasma fine



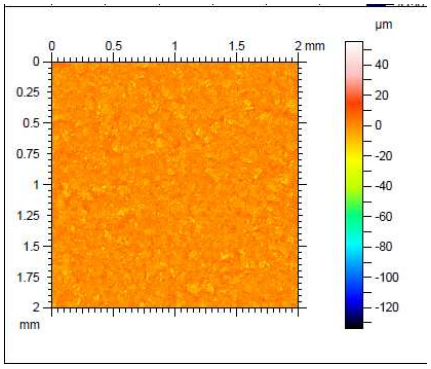

(g) Plasma structuré



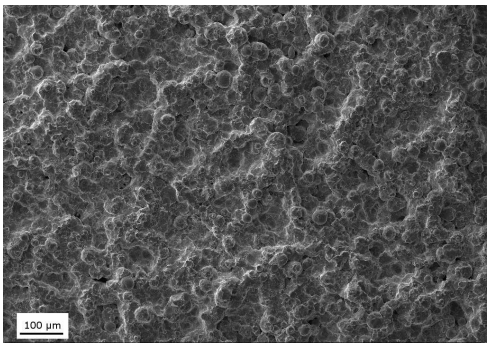

(h) Profil 3D plasma structuré



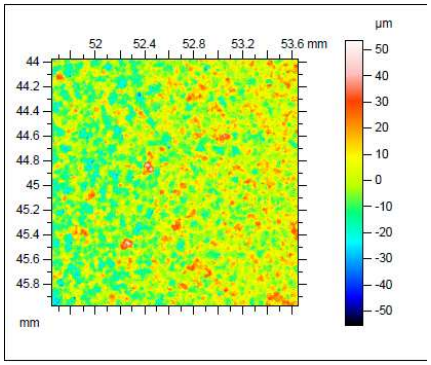

(i) Substrat sablé




(j) Profil 3D substrat sablé




(k) Cold spray




(l) Profil 3D cold spray

FIGURE 3.19 – Vues MEB (SE)(1mm$^2$) des différentes surfaces des sous-couches et cartographies 3D (4mm$^2$).

#### 3.4.2.1 Sous-couche plasma de référence

Sur la surface de l'échantillon plasma référence, les particules de la poudre projetée se sont bien étalées à la surface de l'échantillon. Aucune microfissure n'est présente à la surface de l'échantillon. La surface du dépôt est composée de zones lisses où les particules se sont bien étalées et de zones plus rugueuses formées de particules moins étalées ainsi que des petites particules issues de la fragmentation. On retrouve ces particules en coupe micrographique. Ces dernières sont dues à la projection de gouttelettes liquides lors de l'impact de la particule de poudre fondue sur la surface solide. En effet, comme expliqué par Pasandideh et al [Pasandideh-Fard et al., 2002], l'impact d'une particule sur un substrat se passe en plusieurs étapes : arrivée de la particule, étalement, projection de matière sur les bords (fragmentation) selon les conditions d'impact et la rugosité. La vitesse de refroidissement d'une particule diffère lors d'un impact sur substrat poli, sur substrat rugueux ou sur dépôt [Fauchais et al., 2004]. De plus, l'étalement de la particule liquide dépend de la nature ainsi que de la température du matériau sur lequel elle est déposée [Pasandideh-Fard et al., 2002], [Ansar-Syed, 2004], mais aussi de la vitesse d'impact [Ferguen, 2009]. Notre substrat n'étant chauffé que par le passage de la buse, nous pouvons considérer que notre matériau est "froid" lors de la projection, ce qui est cohérent avec l'apparition de micro gouttelettes dues à la fragmentation sur notre dépôt. Des observations en vue de dessus en électrons rétrodiffusés montrent la présence d'oxydes (contrastes gris foncés) sur la surface (figure 3.20) issues en partie des gouttelettes provenant de la fragmentation, très sensibles à l'oxydation.

#### 3.4.2.2 Sous-couche plasma tamisée

La surface de la sous-couche plasma obtenue à partir d'une poudre tamisée présente une vue de dessus d'aspect similaire à celui de la sous-couche plasma de référence. On peut toutefois noter que les zones rugueuses paraissent moins hautes et moins nombreuses que pour la sous-couche plasma de référence. Ce qui est confirmé par le profil 3D : la majorité des points est compris entre +40 et -40µm pour la sous-

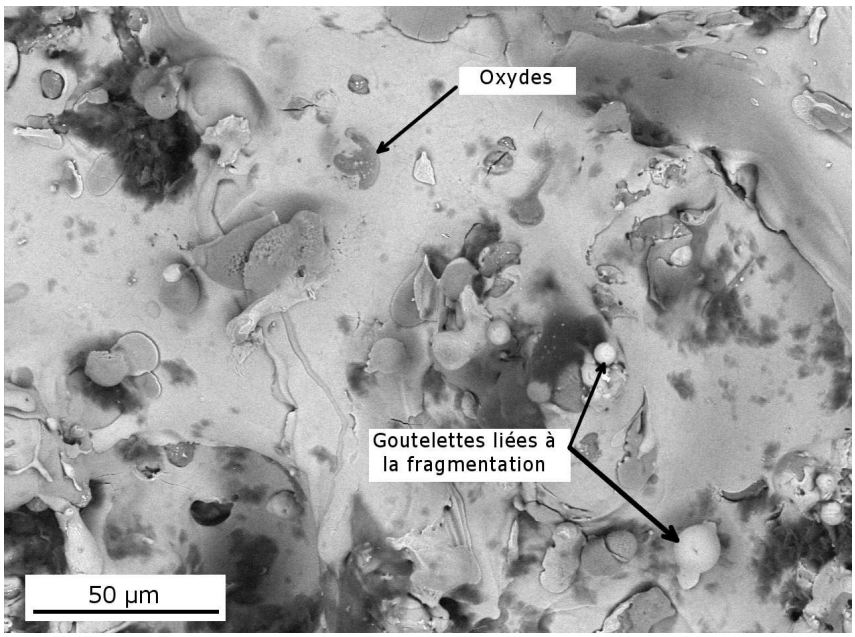



FIGURE 3.20 – Vue MEB (BSE) de goutellettes et d'oxydes à la surface de la sous-couche plasma de référence

couche plasma tamisé contre +50 et -50µm pour la sous-couche plasma de référence. Toutefois, des pics dépassant les 75µm sont fréquents sur la surface de la sous-couche tamisée (>20 pour la surface étudiée) alors que seulement deux pics supérieurs à 75µm sont visible sur la surface de la sous-couche de référence. Ces valeurs sont cohérentes avec les valeurs de Rp et de Rz déterminées dans le paragraphe précédent. Ces observations indiquent bien l'influence du tamisage sur la rugosité de la surface de la sous-couche.

#### 3.4.2.3 Sous-couche plasma fine

La surface de la sous-couche plasma fine présente visiblement des zones avec des aspérités plus proches les unes des autres que la sous-couche plasma de référence (profil moins lisse). La cartographie 3D met en évidence des pics de rugosité plus hauts (valeur de 400µm sur l'échelle de la cartographie) que pour les autres sous-couches. Il n'a pas été possible de distinguer sur la surface de la sous-couche la présence d'infondus, bien que les coupes micrographiques aient montré que des infondus étaient présents dans le dépôt (pas au niveau de la surface).

#### 3.4.2.4 Sous-couche plasma structurée

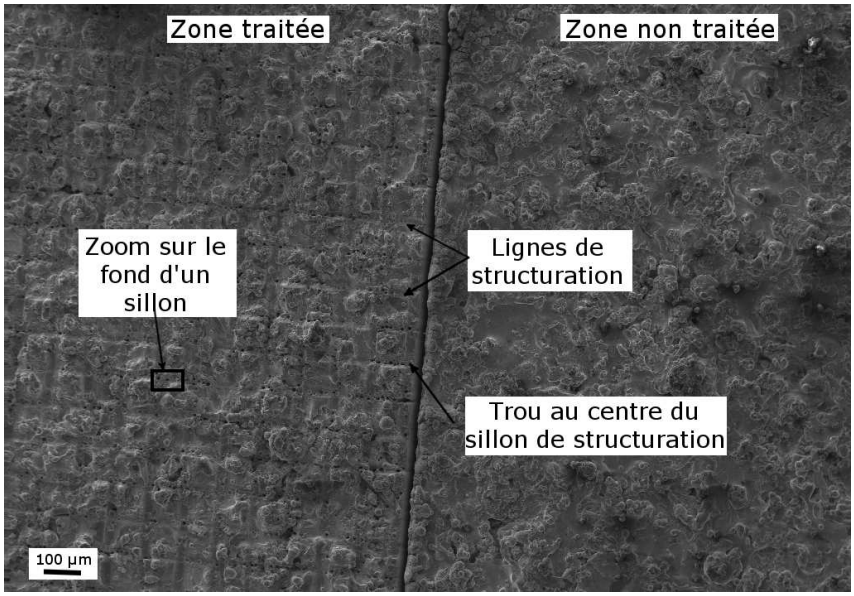
L'observation en vue de dessus (figure 3.19) permet de visualiser les sillons créés par le laser à la surface de la sous-couche plasma. Cette image confirme l'espacement entre les sillons (formant le motif) et la largeur des sillons réalisés sur la surface. La morphologie de la sous-couche en dehors des sillons est inchangée et similaire à celle de la sous-couche plasma de référence. L'espacement entre sillons (mesuré au milieu du sillon) et la largeur des sillons mesurée sur la vue de dessus au MEB sont donnés dans le tableau 3.4. La profondeur des sillons peut être estimée à 25µm grâce au profil 3D. Les maximums et minimums locaux (respectivement +100µm et −100µm) sont les plus faibles des sous-couches plasma, ce qui confirme bien l'aplatissement des pics de rugosité.

| Mesure | Plasma laser |
|---|---|
| Largeur des lignes | $25,0\mu m$ |
| Largeur des intervalles | $90,3\mu m$ |

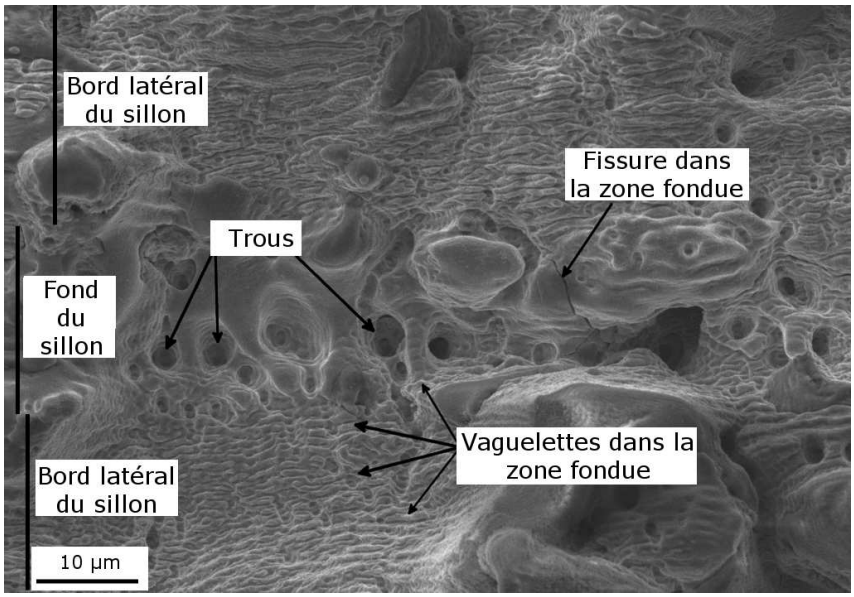
Tableau 3.4 – Mesures des largeurs et des espacements des sillons suite au traitement de structuration laser (lignes rectilignes avec un pas de 100µm) sur sous-couche plasma NiCrAlY

L'observation de la surface du dépôt après le traitement laser montre une différence très importante avec l'état de surface avant le traitement : en effet, le passage du faisceau laser affecte la surface non seulement d'un point de vue morphologique (présence de lignes rectilignes tracées sur la surface), mais aussi par la fusion et la vaporisation locale de la surface au niveau des lignes.

Des trous (ou cratères) micrométriques sont visibles au niveau du fond des sillons tracés par le laser (figure 3.21). Ces trous ne sont pas espacés régulièrement au fond du sillon. Leur profondeur n'a pas pu être estimée en vue de dessus. On peut supposer qu'ils sont dus à la présence d'une porosité ou d'une hétérogénéité de matière dans la sous-couche plasma à ces endroits. Des vaguelettes superficielles sont aussi observées sur les bords des sillons. Ces vaguelettes, mises en évidences sur la figure 3.21, semblent être formées par la solidification de la matière après fusion locale de la matière et influencées par la polarisation du laser. Ce type de vaguelettes, aussi appelées "ripples" est étudié, notamment en femtosecondes pour modifier la mouillablité d'une surface.




(a) Frontière entre la zone structurée et la zone brute




(b) Zoom sur un sillon

FIGURE 3.21 – Observation MEB d'une ligne de structuration à faible (a) et fort (b) grossissement

L'utilisation d'un laser UV en régime ns lors de la pré-étude sur substrats NiCrAlY polis et ces observations a montré que la matière a bien été usinée sous forme de sillons en U. Ces sillons sont

formés par un enlèvement de matière, en partie vaporisée et en partie fondue lors du passage du laser. La profondeur des sillons formés est d'environ 25 µm. La surface de la sous-couche ainsi modifiée n'est donc plus formée uniquement de particules fondues étalées, mais aussi de zones refondues formant des vaguelettes au niveau des bords des lignes droites de structuration. Ces vaguelettes visibles sur la figure 3.21 sont parallèles entre elles et parallèle aux sillons formés par le laser. Les sillons formés par la structuration, observés facilement en vue de dessus au MEB n'ont pas pu être facilement retrouvés en coupe micrographique même à fort grossissement. Néanmoins, les trous mis en évidence sur la figure 3.21 sont probablement les creux micrométriques visibles en coupe micrographique (figure 3.9). Ces cratères n'étaient pas présents non plus sur les surfaces polies structurées. La morphologies obtenue après structuration est donc dépendante de la rugosité avant structuration (en plus des paramètres laser).

#### 3.4.2.5 Sans sous-couche (substrat sablé)

La surface sablée présente une rugosité formée de pointes issues de l'abrasion et de la déformation de la surface. La vue de dessus au MEB et le profil 3D montre une rugosité plus faible (pics moins hauts et vallées moins profondes), tels que les tableaux de mesure l'on montré. De plus, contrairement aux surfaces des dépôts plasma et cold spray, les pics sont répartis uniformément sur toute la surface.

#### 3.4.2.6 Sous-couche cold spray

La surface de la sous-couche cold spray (Figure 3.19 k, l) est très différente d'une sous-couche plasma comme montré avec les mesures de rugosité. Les particules cold spray déposées ont un faciès externe arrondi (convexe). De plus, les cratères formés par les particules n'ayant pas adhéré sont visibles sur la surface et forment des aspérités concaves (figure 3.22).

En étudiant ces surfaces en vue de dessus avec ImageJ, on peut constater que environ 6% de la surface est recouverte d'impacts de particules qui n'ont pas adhéré. De plus, la sous-couche cold spray présente des zones avec des amas de particules plus ou moins étalées. Toutefois, ces particules restent de forme plus arrondis que les particules étalées formant les sous-couches plasma. Les valeurs de rugosité montrent que la sous-couche cold spray est moins rugueuse que les sous-couches plasma et présente des pics de rugosité moins hauts (valeurs maximum des pics et minimum des vallées de ±50 µm). Mais en plus des valeurs de rugosité, la morphologie de la sous-couche cold spray est bien différente de celle de la sous-couche plasma de part l'étalement différents des particules à la surface et de part les impacts des particules n'ayant pas adhéré.

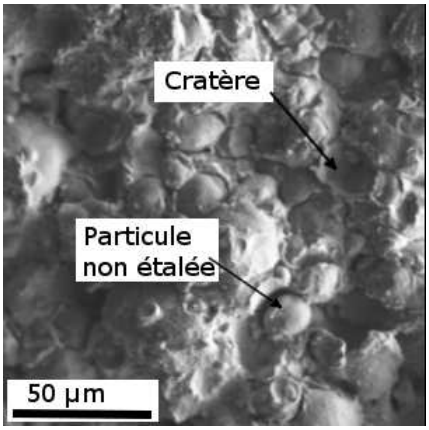



FIGURE 3.22 – Observation MEB de la surface d'une sous-couche cold spray

### 3.4.3 Bilan des aspects morphologiques des architectures modifiées

Si l'on se réfère aux définitions schématiques des interfaces données dans la figure 3.8, les barrières thermiques avec sous-couches plasma référence, plasma fin, plasma tamisage, plasma détensionné, cold

spray et cold spray détensionné) sont des interfaces volumiques rugueuses. La barrière thermique sans sous-couche (plasma sablage) correspond plus à une interface surfacique rugueuse. Les barrières thermique avec sous-couche plasma structurée appartiennent au groupe "interface volumique structurée" et enfin, les barrières thermiques avec des sous-couches en mélange métal/céramique (mélange 1, mélange 2 et gradient) qui appartiennent au groupe "interface volumique composite".

A partir des observations et mesures de la morphologie, la barrière thermique avec sous-couche plasma issue de poudre tamisée a été écartée. L'effet attendu était une réduction de la rugosité moyenne. Dans les faits, il s'avère que cette sous-couche présente une rugosité moyenne plus élevée que la sous-couche plasma de référence. Cette différence peut s'expliquer par les paramètres de projection qui diffèrent entre les deux sous-couches pour obtenir une épaisseur similaire. Ainsi, la sous-couche obtenue n'est pas seulement représentative d'un tamisage, mais aussi d'une paramétrie de projection différente, ce qui ne permet pas de conclure sur l'effet seul de la granulométrie de la poudre.

La sous-couche plasma structurée montre une différence de morphologie par rapport à la sous-couche plasma de référence que l'on visualise en vue de dessus par des lignes droites formées par le passage du faisceau laser, avec l'écrêtage des pics et avec la formation de trous de quelques dizaines de micromètres de profondeur au fond des sillons tracés par le laser. La sous-couche cold spray présente une surface moins rugueuse formée par des particules non fondues de forme arrondies. Les-couches couches composites composées par un mélange céramique/sous-couche ont quant à elles une morphologie qui ne peut pas être analysée en vue de dessus ni même mesurée par profilométrie.

Les barrières thermiques présentées dans ce paragraphe présentent bien des différences morphologiques. Le paragraphe suivant a pour objectif la différenciation de ces barrières thermique d'un point de vue mécanique après dépôt de la céramique.

## 3.5 Modifications mécaniques des systèmes barrière thermique

Architecturer l'interface sous-couche/céramique peut concerner non seulement les caractéristiques mécaniques de la sous-couche, mais aussi celles du volume complet. De plus, bien que la céramique soit projetée de la même façon pour tous les systèmes barrière thermique étudiés, les caractéristiques mécaniques de cette dernière (et de son interface) peuvent différer à cause de l'état mécanique de la sous-couche sur laquelle elle est projetée. C'est pourquoi, dans ce paragraphe, on s'intéressera au système complet : substrat + sous-couche + céramique. L'état mécanique de la barrière thermique sera donc évaluée avant le perçage laser et l'on considère que cet état peut être un élément d'architecture fondamental pour la tenue mécanique de l'interface lors du perçage laser.

Un des rôles de la sous-couche est l'amélioration de l'adhérence et de la durée de vie de la couche de céramique protectrice sur le superalliage. Dans ce but, la sous-couche doit être adhérente au substrat mais doit aussi pouvoir accommoder au mieux les déformations entre le substrat et la céramique lors des variations de température de la chambre de combustion en fonctionnement. Ces déformations sont dues aux différences de coefficients de dilatation thermique entre le superalliage ($16,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ (source Haynes international)), la sous-couche (le coefficient de dilatation thermique est intermédiaire entre celui du substrat et celui de la céramique et dépend de la composition, de la porosité et des paramètres de projection de celle-ci) et la céramique ($10,7 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ [Prevost, 2007]). Cela se traduit par des gradients de propriétés entre couches qu'il est intéressant d'évaluer. On s'intéresse alors prioritairement aux profils des contraintes résiduelles et également aux profils de microdureté pour apprécier et comparer l'état mécanique initial des barrières thermiques avant le perçage laser. Connaître les propriétés mécaniques d'un matériau est indispensable pour évaluer son état mécanique, notamment les contraintes résiduelles.

### 3.5.1 Modules d'élasticité des différentes couches

Un dépôt obtenu par projection plasma possède des propriétés anisotropes, notamment en ce qui concerne le module d'élasticité. Pour les dépôts plasma, cette anisotropie est principalement liée au taux

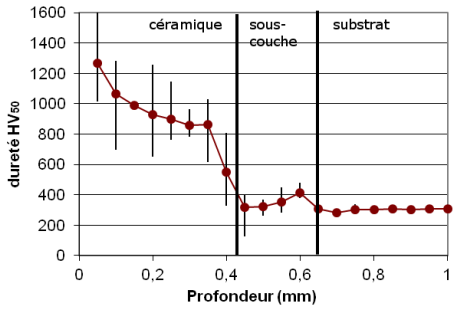
d'oxydes, aux porosités et aux microfissures (dans le cas des céramiques). La détermination expérimentale de cette anisotropie n'a pas été beaucoup étudiée. S. Parthasarathi [Parthasarathi et al., 1995] détermine de manière expérimentale par une mesure ultrasonique l'anisotropie élastique d'un dépôt plasma. Il démontre ainsi qu'il existe une différence de module d'élasticité dans un dépôt plasma entre les sens longitudinal (perpendiculaire au jet plasma) et orthogonal (parallèle au jet plasma). Il est néanmoins, très difficile de déterminer les valeurs anisotropes du module d'élasticité d'un dépôt de manière précise. O. Amsellem a étudié l'anisotropie des dépôts d'alumine et déterminé les caractéristiques mécaniques du dépôt obtenu en prenant en compte l'anisotropie à partir de calculs par éléments finis et mesures de nanodureté [Amsellem, 2008]. Cependant, cette analyse est d'autant plus complexe pour des dépôts multi-couches car il faut tenir compte des oxydes contenus dans la sous-couche et de l'effet de la projection de la céramique sur la sous-couche. Néanmoins, l'hypothèse de l'isotropie du dépôt est souvent faite pour faciliter les approches. La valeur du module d'Young est aussi dépendante des paramètres de fabrication du dépôt.

Les modules d'Young considérés pour l'approche des états mécaniques à la température ambiante (notamment calcul des contraintes résiduelles) ont été prélevés dans la bibliographie car les essais permettant de déterminer cette constante sont complexes à mettre en œuvre sur des dépôts. De plus, de nombreuses études ont déterminé cette constante en faisant l'hypothèse de l'isotropie du dépôt. Les modules d'Young utilisés dans cette thèse sont donnés ci-dessous :

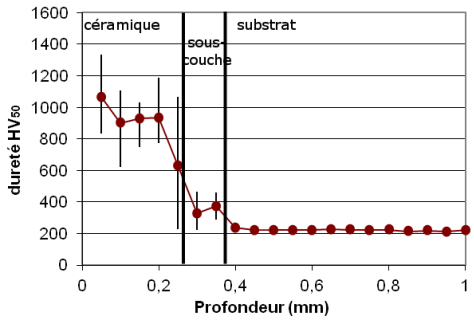
- Haynes 188 : 207GPa (Données fournisseur)
- NiCrAlY : 198GPa ([Kesler et al., 1998] (valeur déterminée par diffraction des neutrons))
- $ZrO_2$ : 50GPa ([Echsler et al., 2000])
- CoNiCrAlY : [Raletz et al., 2004] (installation identique à celle utilisée dans cette thèse mais des paramètres différents (24 bars au lieu de 30 bars et 500° C au lieu de 600° C)). Une mesure de nanodureté lui permet de déterminer le module d'Young du dépôt obtenu : 98 MPa. L'hypothèse a été faite que la valeur de module d'Young obtenue par F. Raletz est similaire à celle du dépôt cold spray de CoNiCrAlY réalisé dans cette thèse.
- Mélange : 134GPa ([Khor et al., 2001]. Le module d'Young est calculé par la formule : $E_c = V_{YSZ} \cdot E_{YSZ} + (V_{NiCrAlY}) \cdot E_{NiCrAlY}$ avec E le module d'Young et V la fraction volumique. Le module d'Young du mélange à 53% de NiCrAlY et 43% de céramique vaut donc $134GPa$)
- Gradient de composition : la valeur du module d'Young varie linéairement entre celle de la sous-couche plasma de référence et celle du dépôt plasma de zircone yttriée. Le module d'Young est calculé par la formule suivante : $E_c = V_{YSZ} \cdot E_{YSZ} + (V_{NiCrAlY}) \cdot E_{NiCrAlY}$ avec E le module d'Young et V la fraction volumique (avec $V_{YSZ} = 0,3 \cdot e_{NiCrAlY}$) .

### 3.5.2 Profils de microdureté du système complet

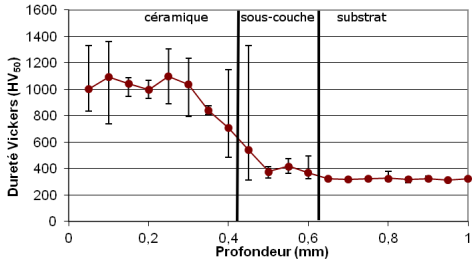
Des filiations de microdureté (charge de 50g) sur les différents systèmes barrière thermique ont été menées (voir description chapitre 2 § 2.6.2, page 67) et sont rassemblées sur la Figure 3.23.



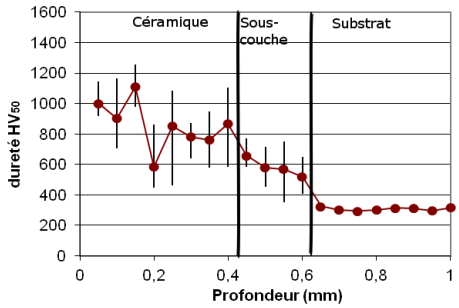

(a) Plasma référence



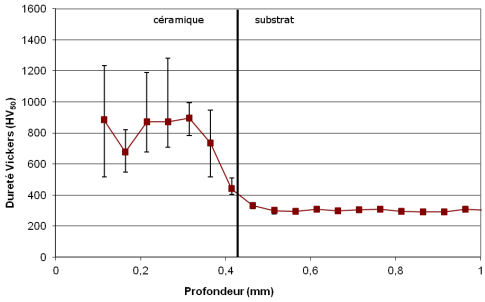

(b) Plasma fin



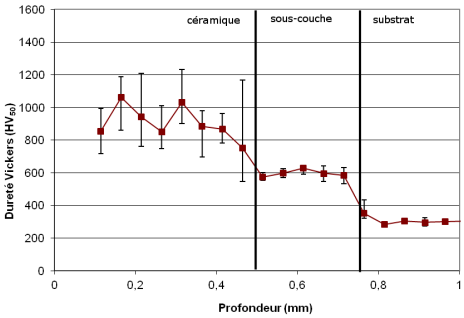

(c) Plasma laser



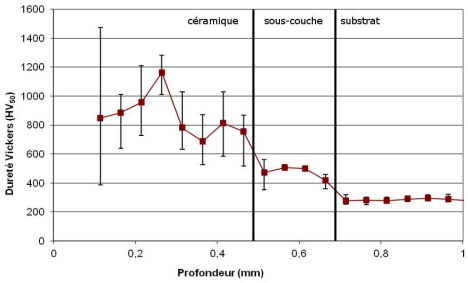

(d) Plasma détensionné



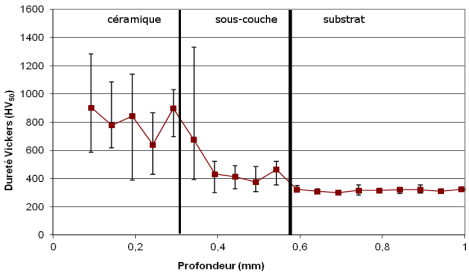

(e) Plasma sablage



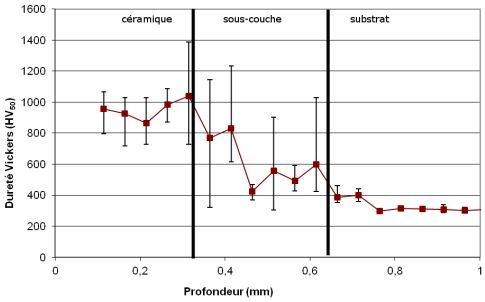

(f) Cold spray



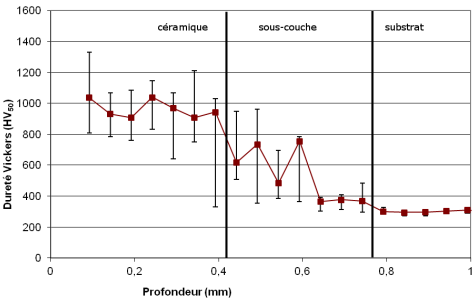

(g) Cold spray détensionné




(h) Plasma mélange 1




(i) Plasma mélange 2




(j) Plasma gradient

FIGURE 3.23 – Profils de microdureté des différents systèmes barrière thermique

Les variations locales de micro-dureté dans la céramique sont liées à une hétérogénéité de la porosité de la céramique et au polissage effectué sur les échantillons. Ceci peut être exacerbé par le polissage, lors duquel l'arrachement de particules peut provoquer un agrandissement artificiel des porosités et un abaissement de la dureté mesurée. Pour tous les échantillons, les valeurs de microdureté dans la céramique décroissent pour les points de mesure proche de l'interface SC/C quelle que soit la sous-couche. Par exemple, pour la barrière thermique plasma référence : la microdureté passe de 700 Hv environ à 530 Hv proche de l'interface, soit une variation de dureté Vickers de 170 Hv sur 100$\mu m$ dans la céramique. Cette variation de microdureté est plus grande pour la condition plasma fin : la dureté passe de 920$MPa$ à 350$MPa$, soit 570 Hv en 100$\mu m$. Et, pour la barrière thermique sans sous-couche, la variation de microdureté entre la céramique et le substrat est également très grande (variation de 570$HV$ en moins de 200$\mu m$). Cette variation plus ou moins brusque de microdureté peut avoir une influence sur les transferts de charge mécanique dans la barrière thermique au niveau de l'interface. Cette variation pourrait s'expliquer par une différence entre la première passe de plasma (dépôt céramique sur sous-couche) et les suivantes (dépôt céramique sur céramique). Cette observation renforce l'idée qu'une interface n'est pas seulement une délimitation franche entre deux couches, mais bien un volume ayant des caractéristiques différentes de celles de la sous-couche et de la céramique.

L'échantillon plasma détensionné montre une augmentation de dureté de la sous-couche de +200HV. Cette variation montre une modification de l'état mécanique de la sous-couche par traitement thermique du système complet. Cette modification de l'état mécanique peut s'expliquer par une réduction des contraintes résiduelle dans le dépôt plasma lors du traitement thermique. Cela sera démontré dans le paragraphe (voir §3.5.3, page 104).

Le dépôt de céramique du système plasma structuré est plus dur que celle de la barrière thermique plasma référence. Cette différence peut s'expliquer par le polissage manuel pouvant arracher certaines particules de céramique et provoquer des porosité diminuant localement la dureté. La céramique déposée sur la sous-couche plasma structurée par laser semble donc moins poreuse, mais cette différence de dureté de la céramique ne peut pas être imputée au traitement effectué sur la sous-couche. Il n'y a pas de modification notable de la dureté de la sous-couche entre le plasma laser et le plasma référence. La structuration de surface n'apporte donc pas de modification mécanique au niveau de la micro-dureté à cette échelle de mesure. On peut toutefois noter un gradient de dureté (+200µm) entre la céramique et la sous-couche.

L'échantillon plasma fin présente une grande différence de dureté par rapport aux autres systèmes avec sous-couche plasma. La céramique est en moyenne plus dure de 100HV que celle de la céramique du système plasma de référence. Mais cette différence peut s'expliquer par un meilleur polissage du système plasma fin. La plus grande différence réside dans la dureté de la sous-couche qui est identique à celle du substrat. De plus la dureté du substrat est inférieure à celle du substrat des autres systèmes. Cette différence peut s'expliquer par le fait que le substrat plus fin ne provient pas du même fournisseur que les autres substrats.

La sous-couche NiCoCrAlY obtenue par cold spray est plus dure que la sous-couche NiCrAlY plasma référence : respectivement 600 HV contre 400 HV. Cette dureté élevée est causée par le taux de déformation plastique (écrouissage) subi par le métal projeté par cold spray. La dureté de la sous-couche cold spray est du même ordre de grandeur que celle de la sous-couche plasma détensionnée. Il aurait été intéressant de mesurer la dureté des poudres avant projection thermique pour déterminer l'influence du procédé de projection (cold spray et plasma) sur la dureté. De plus, la sous-couche cold spray ne comporte pas de porosités pouvant faire baisser sa dureté. Les microduretés des sous-couches cold spray et cold spray détensionné sont homogènes sur toute l'épaisseur du dépôt de sous-couche. La densité élevée (0,2% de porosités) contribue à l'homogénéité mécanique à l'échelle microscopique de ces dépôts. Le traitement thermique réalisé sur la sous-couche obtenue par projection cold spray provoque une diminution homogène de 100HV de la dureté de la sous-couche (500HV après traitement thermique). Le gradient de dureté au niveau de l'interface SC/C est similaire pour les deux échantillons. Les sous-couches cold spray présentent un gradient de dureté entre la sous-couche et le substrat plus élevé que les sous-couches plasma (excepté plasma détensionné). Aucune modification de dureté n'est apportée au substrat par l'utilisation

de la projection cold spray. Ainsi, la dureté du substrat ne dépend pas du dépôt réalisé.

Les profils de microdureté des échantillons de barrière thermique avec mélanges de poudres monocouche, bicouche ou en gradient continu de composition présentent des variations en relation avec la quantité de $ZrO_2-Y_2O_3$ et de NiCrAlY au lieu d'indentation (taille de l'empreinte d'environ 10µm). Des profils supplémentaires ont été réalisés de manière à obtenir une moyenne plus représentative sur ces trois types de dépôt. Pour les phases avec un mélange $ZrO_2-Y_2O_3$ et NiCrAlY, on aurait pu s'attendre à obtenir une dureté équivalente à la moyenne pondérée de la dureté de chaque phase présente soit environ 570 HV pour les sous-couche mélange 1 et mélange 2. Mais la porosité et la présence de NiCrAlY bien réparti dans le dépôt conduisent à une dureté plus faible et plus proche de celle de la sous-couche plasma (400HV) : 500 HV, soit 70 HV de moins que la moyenne pondérée.

Le tableau 3.5 ci-dessous résume les valeurs de dureté moyennes de chaque couche des différents systèmes :

| BT avec sous-couche | Superalliage | sous-couche MCrAlY | $ZrO_2_Y_2O_3$ |
|---|---|---|---|
| Plasma référence | 302 HV | 352 HV | 927 HV |
| Plasma fin | 219 HV | 221 HV | 738 HV |
| Plasma détensionné | 302 HV | 556 HV | 857 HV |
| Plasma sablage | 303 HV | – | 768 HV |
| Plasma structuré | 328 HV | 542 HV | 999 HV |
| Cold spray | 305 HV | 599 HV | 928 HV |
| Cold spray détensionné | 283 HV | 474 HV | 876 HV |
| Plasma mélange 1 | 329 HV | 461 HV | 812 HV |
| Plasma mélange 2 | 318 HV | 492 HV | 910 HV |
| Plasma gradient | 310 HV | 556 HV | 962 HV |

Tableau 3.5 – Valeurs de microdureté $HV_{50}$ moyennes des différentes couches des systèmes barrière thermique

Ces valeurs moyennes et les profils de la figure 3.23 montrent bien que le gradient des propriétés mécaniques du système complet reflètent l'architecture de l'interface et du système barrière thermique. On peut classer les différents systèmes par le gradient de dureté entre la céramique et la sous-couche : plasma fin > plasma sablage > plasma référence, plasma structuré > plasma mélange 1 et 2, plasma gradient > coldspray, cold spray détensionné > plasma détensionné.

Le traitement thermique de détensionnement modifie la dureté de la sous-couche (aussi bien pour la sous-couche plasma que pour la sous-couche cold spray). Pour la barrière thermique avec sous-couche réalisée par cold spray, le traitement thermique diminue la dureté de la sous-couche mais aussi légèrement celle du substrat. Cette diminution de dureté s'explique par la détente des contraintes résiduelles générées lors de la projection cold spray ainsi que par la réorganisation des dislocations (ce qui provoque une augmentation de la ductilité). En ce qui concerne la barrière thermique avec sous-couche plasma, le traitement thermique augmente beaucoup la dureté. Cette différence de dureté pourrait aussi s'expliquer par un réarrangement structural et une diminution du taux de dislocations au sein des lamelles projetées et un meilleur contact lamelle / lamelle. Ce phénomène a déjà été observé par W. B. Choi sur des dépôts de MCrAlY obtenus par projection plasma et HVOF et traités thermiquement à une température de 850° C[Choi et al., 2009]. Ceci témoigne de la sensibilité des propriétés mécaniques du MCrAlY plasma aux effets de la température. Le système plasma fin a une dureté du métal plus faible que les autres systèmes. Cet écart important provient surement d'un état mécanique différent de la plaque de superalliage avant projection (fournisseur différent).

La dureté de la céramique (au comportement fragile) dépend de la porosité et peut présenter des hétérogénéités locales en relation avec cette porosité (800 − 1000 HV). On constate en revanche que la dureté diminue à proximité du sommet de la sous-couche (moins 100 − 200 HV), ce qui traduit un gradient des propriétés mécaniques (modification de la limite élastique et augmentation de la ductilité apparente de la matière). La dureté du substrat est toujours la plus faible dans tous les systèmes ( entre 200 HV et 300 HV). Les profils de la figure 3.23 mettent en évidence des variations de la dureté de la

sous-couche pouvant être proche de la dureté du substrat (220 HV) ou intermédaire (550HV).

Les différents échantillons peuvent alors être classés en fonction de la dureté de leur sous-couche en quatre catégories :

- dureté faible (200-360 HV) : plasma référence et plasma fin
- dureté moyenne (360-500 HV) : cold spray et cold spray détensionné
- dureté forte (500-600 HV) : plasma laser et plasma détensionné
- dureté variable : plasma mélange 1, plasma mélange 2 et plasma gradient

Ces profils de dureté montrent trois principaux profils types :

- Un profil en escalier (par exemple sur la barrière thermique avec sous-couche cold spray)
- Un profil continu (sans rupture brutale de la dureté (par exemple la barrière thermique avec sous-couche à gradient ou les mélanges)
- Un profil avec un gradient adouci entre la sous-couche et la céramique et pas de gradient entre la sous-couche et le substrat (par exemple la barrière thermique avec sous-couche plasma)

Pour tenter de mieux comprendre l'influence du traitement thermique sur l'état mécanique de ces échantillons, les contraintes résiduelles ont été déterminées avant et après traitement thermique. De plus, Un échantillon de chaque type de profil a été sélectionné pour étudier les profils de contraintes résiduelles correspondants par la méthode du trou incrémental : les échantillons de barrière thermique avec sous-couche cold spray et avec gradient de composition et avec sous-couche plasma de référence. Les analyses sont décrites dans le paragraphe suivant.

### 3.5.3 Profils des contraintes résiduelles dans le système complet

#### 3.5.3.1 Origines et superposition possible des contraintes résiduelles

Lors de la réalisation du système barrière thermique plasma de référence, deux types de contraintes peuvent être générées :

- des contraintes d'origine mécanique : principalement des contraintes en compression liées au sablage du substrat ainsi qu'au choc des particules de sous-couche lors de leur arrivée sur le substrat.
- des contraintes d'origine thermique : des contraintes de trempe générées dans les particules déposées au moment de l'impact et de la solidification rapide des particules sur le substrat (sous-couche et céramique), des contraintes de refroidissement liées à la différence de dilatation thermique des différentes couches (substrat/sous-couche et sous-couche/céramique) au refroidissement final, des gradients thermique éventuels, ainsi que des contraintes de changement de phase (ces dernières ne seront pas prises en compte dans ce paragraphe).

Les microfissures observées dans les dépôts plasma de céramique se forment lors du refroidissement et lors de la trempe car les contraintes internes dépassent la limite à rupture du matériau fragile. Elles permettent la relaxation d'une partie des contraintes générées lors du refroidissement [Naitali et al., 2010]. Les contraintes résiduelles de trempe qui en résultent après refroidissement sont toujours en traction et ont un rôle important sur l'état mécanique du dépôt. Le signe des autres contraintes dépend du coefficient de dilatation thermique de chaque couche et du $\Delta T$.

Dans le cas du cold spray, les contraintes résiduelles proviennent principalement de la déformation plastique des particules lors de leur impact sur le substrat ainsi que lors de l'impact d'une particule projetée sur une particule déjà déposée. Il s'agit alors de contraintes dites de "grenaillage". Ce sont des contraintes en compression [Naitali et al., 2010]. Des contraintes résiduelles liées au refroidissement des particules peuvent éventuellement être générées. Leur signe dépend du coefficient de dilatation thermique du dépôt et de celui du substrat.

Les contraintes de refroidissement sont liées à la différence des coefficients de dilatation thermique entre un dépôt (d) et son substrat (s). La contrainte dans le dépôt est alors du même signe que $\Delta_\alpha = \alpha_d - \alpha_s$ [Fauchais et al., 2004]. En effet, si $\alpha_d < \alpha_s$, soit $\Delta_\alpha < 0$, le dépôt se déformera moins que le substrat induisant des contraintes de compression dans le dépôt et de traction dans le substrat alors que si $\alpha_d > \alpha_s$, soit $\Delta_\alpha > 0$, le signe des contraintes sera inversé et le dépôt soumis dans ce cas à des contraintes de

traction et le substrat en compression.

Dans le cas d'un refroidissement homogène (on néglige les contraintes internes dues aux gradients de température qui sont à considérer plutôt dans le cas des dépôts de fortes épaisseurs) lorsque le système est au repos, le signe des contraintes résiduelles (traction ou compression) dans les différentes couches du système barrière thermique peut être appréhendé selon l'origine des déformations subies. Le bilan final résulte de la superposition spatiale de chaque niveau considérant l'historique de fabrication :

- Dans le substrat :
  - Des contraintes résiduelles de compression liées aux déformations plastiques superficielles lors du sablage initial, éventuellement liées aussi aux phénomènes d'impact par les particules de la sous-couche (Ce dernier effet de « grenaillage » est surtout envisagé pour le cas des dépôts cold spray dans notre étude). Ces contraintes superficielles peuvent être en partie relaxées lors de l'échauffement subi par la surface pendant le cycle de dépôt.
  - Des contraintes générées par effet d'équilibrage des contraintes de trempe (contraintes de traction) de la sous-couche qui induisent des contraintes de compression dans le substrat proche de l'interface S/SC.
  - Des contraintes de refroidissement qui selon la différence de dilatation thermique entre la sous-couche et le substrat génèrent par exemple des contraintes en traction dans le substrat si $\alpha_{sc} < \alpha_s$.
- Dans la sous-couche :
  - Des contraintes de trempe en traction dues à la projection de la sous-couche plasma sur le substrat. Dans le cas des sous-couches cold spray, il n'y a pas de contraintes de trempe car les particules ne passent pas à l'état liquide et ne sont pas assez chaudes vis-à-vis du substrat.
  - Des contraintes de trempe générées également par la trempe de la céramique déposée sur la sous-couche qui provoquent des contraintes de compression dans la sous-couche proche de l'interface avec la céramique . L'étendue des zones affectées dépend des propriétés mécaniques des matériaux et des températures mises en jeu (les champs thermiques sont reproductibles mais non mesurés dans cette thèse)
  - Des contraintes de refroidissement associées à la différence des coefficients de dilatation thermique entre la sous-couche et le substrat donnent des contraintes en compression dans la sous-couche avec $\alpha_{sc} < \alpha_s$ tandis que la différence entre la céramique et la sous-couche conduit par rééquilibrage à des contraintes en traction dans la sous-couche avec $\alpha_c < \alpha_{sc}$.
  - Des contraintes de refroidissement entre la céramique et la sous-couche conduisent à de la traction dans la sous-couche avec $\alpha_c < \alpha_{sc}$.
  - Des contraintes de grenaillage (« peening stress ») sont générées par les particules arrivant sur la surface sur les particules déjà déposées, dans le cas des sous-couches cold spray.
  - Des contraintes de compression générées par la déformation plastiques des particules au contact du substrat ou des couches inférieurs, aussi dans le cas des sous-couches cold spray.
- Dans la céramique :
  - Des contraintes en traction sont générées par la trempe de la céramique. Elles peuvent s'équilibrer avec des contraintes de compression dans la sous-couche proche de l'interface.
  - Des contraintes de refroidissement entre la céramique et la sous-couche qui conduisent à de la compression dans la céramique avec $\alpha_c < \alpha_{sc}$. Expérimentalement on constate que le niveau des contraintes résiduelles de trempe et de refroidissement est abaissé par l'endommagement par microfissuration au sein des lamelles et entre les lamelles, ce qui limite également l'équilibrage de ces contraintes dans la sous-couche.

De manière schématique (cf. figure 3.24), sans connaître les niveaux absolus des contraintes résiduelles de traction (+) ou de compression (-) ni l'étendue exacte des zones affectées par ces contraintes et ni même encore le niveau d'endommagement dans la céramique ou de fluage dans le métal qui peuvent les relaxer, on peut résumer les allures qualitatives des profils inhérents à chaque processus décrits ci-dessus. Dans la réalité, ces profils doivent être superposés pour obtenir le profil final des contraintes résiduelles macroscopiques.

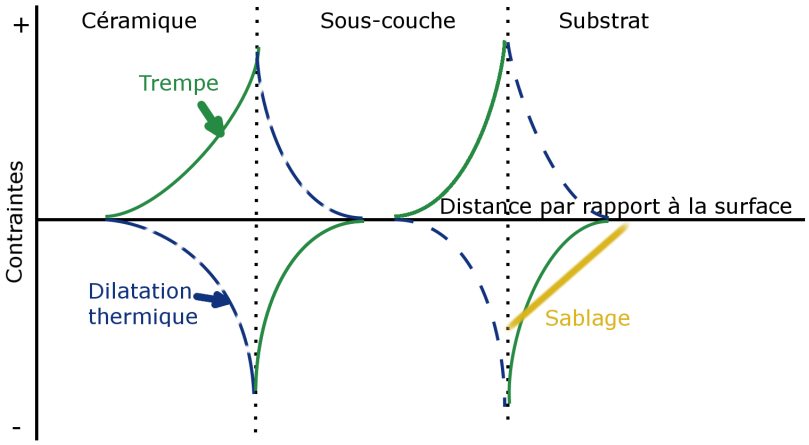



FIGURE 3.24 – Schéma des profils des différentes sources de contraintes résiduelles d'un dépôt plasma de barrière thermique avec $\alpha_{céramique} < \alpha_{sous-couche} < \alpha_{métal}$)

Il est plus difficile de prévoir la résultante des différentes contraintes qui se forment dans une barrière thermique avec le dépôt plasma d'une sous-couche en mélange de NiCrAlY et de $ZrO_2$-$Y_2O_3$. On obtient forcément une sous-couche avec des propriétés intermédiaires entre la zircone yttriée et le NiCrAlY. Des contraintes dues au désaccord des coefficients de dilatation thermique peuvent être générées au sein du mélange et se superposer aux contraintes macroscopiques analysées en priorité dans cette partie. La trempe des particules arrivant sur les dépôts induit toujours des contraintes en traction. Notons cependant le fait que les particules liquides de céramique et de métal n'ont pas les mêmes températures de fusion, ce qui laisse supposer un champ thermique local plus complexe pour ce qui est des contraintes de trempe des particules en mélange lors de la solidification d'un mélange mixte. Des fissures sont visibles dans la céramique dans la couche de mélange NiCrAlY et $ZrO_2$-$Y_2O_3$ (figure 3.25).

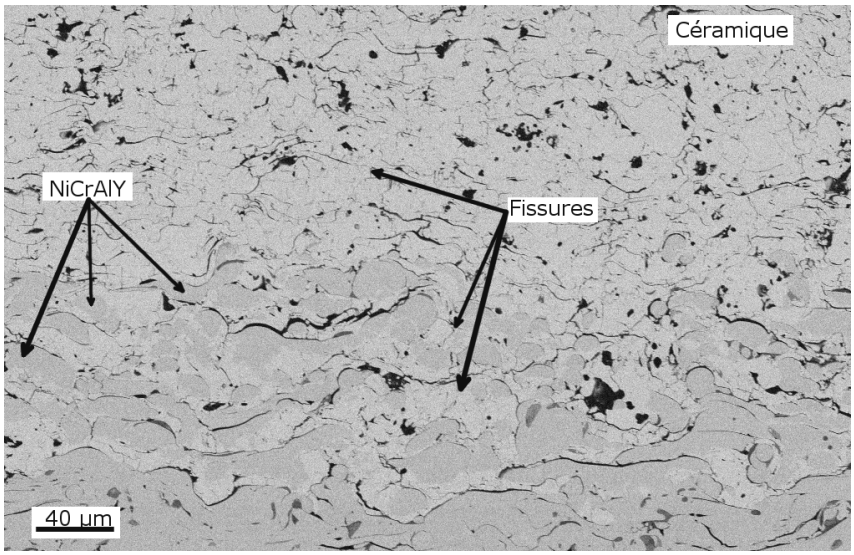



FIGURE 3.25 – Observation MEB en électrons rétrodiffusés de la barrière thermique avec sous-couche plasma gradient

Concernant les contraintes macroscopiques au refroidissement, sur la base d'une loi de mélange pour les coefficients de dilatation, une zone de céramique enrichie en métal va voir son coefficient de dilatation accru par rapport à celui de la céramique seule. Ceci limitera le niveau de compression d'origine thermique à cet endroit par rapport à une céramique pure. A contrario, une zone de métal enrichie en céramique aura son coefficient de dilatation thermique abaissé par rapport à celui de la sous-couche. Alors cela entrainera une augmentation des contraintes de compression dans cette zone par rapport au métal pur (on considère toujours dans nos raisonnements que $\alpha_{céramique} < \alpha_{métal}$). A notre connaissance, les contraintes de sous-

couches en mélange n'ont pas été étudiées expérimentalement dans la littérature, il est donc difficile de confronter avec les travaux existants les comportements envisagés et les résultats obtenus pour l'analyse ou la prédiction des profils de contraintes résiduelles .

Concernant le procédé cold spray et ses aspects originaux liés à l'impact de particules solides, on postule que les contraintes de trempe dans la sous-couche n'existent pas car les particules ne sont pas chauffées suffisamment pour entrainer un effet de trempe au contact du substrat. En revanche, il existe probablement des micro-contraintes liées à l'écrouissage des particules (élargissement des pics de DRX (voir §3.6.3, page 113).

Les contraintes dues au désaccord de dilatation thermique doivent être systématiquement pris en considération pour tous les procédés de projection sauf probablement pour la projection par cold spray. Cependant, dans la plupart des cas, la projection cold spray est effectuée avec une température du dépôt au-dessus de la température ambiante et donc avec la possibilité de générer des contraintes de refroidissement. Bien entendu, ces contraintes dépendent de l'intervalle de refroidissement et de la différence de coefficients de dilatation thermique entre les matériaux. En revanche, la vitesse des particules étant très élevée, leurs impacts sur le substrat peuvent provoquer une mise en compression du substrat et du dépôt lui-même comme dans le cas d'un grenaillage. La vitesse extrêmement élevée des particules (environ $1200 m.s^{-1}$ d'après une mesure avec l'équipement "cold spray meter") est nettement supérieure à celle d'un grenaillage.

Par contre, la taille relativement faible des particules et leur dureté inférieure à celle des particules utilisées pour le grenaillage peut limiter le phénomène de « peening ». Comme dans la figure 3.24 ci-dessus, on peut résumer les allures qualitatives des profils à superposer et inhérents à chaque source de contraintes internes conduisant aux contraintes résiduelles (cf. figure 3.26 ci-dessous).

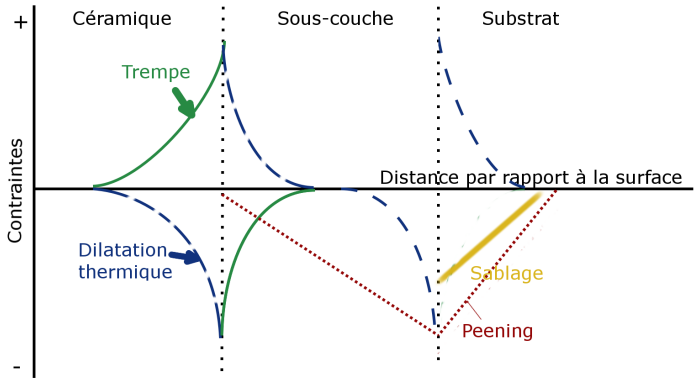



FIGURE 3.26 – Schéma des profils des différentes sources de contraintes résiduelles d'un dépôt plasma de barrière thermique avec sous-couche par cold spray

#### 3.5.3.2 Résultats

**Contraintes résiduelles dans le système plasma de référence**

D'après le profil obtenu (figure 3.27), les contraintes résiduelles dans le système barrière thermique avec sous-couche plasma de référence résultent du cumul de plusieurs types de contraintes résiduelles.

Des contraintes de traction induites par la trempe et de compression induites par la différence de coefficient de dilatation thermique lors du refroidissement ne dépassent pas 50MPa en compression dans la céramique. La trempe génère des contraintes en traction dans la sous-couche (ces contraintes atteignant une valeur de 400MPa proche de l'interface avec le substrat) et en compression dans le substrat qui ajoutées aux contraintes de sablage déjà présentes induisent une contrainte totale en compression d'environ 300MPa. Le gradient de contraintes dans la sous-couche, situé au niveau de l'interface sous-couche /substrat est de type traction/compression. Ces observations sont comparables à ce qui est en général observé dans la littérature [Lima et al., 2006].

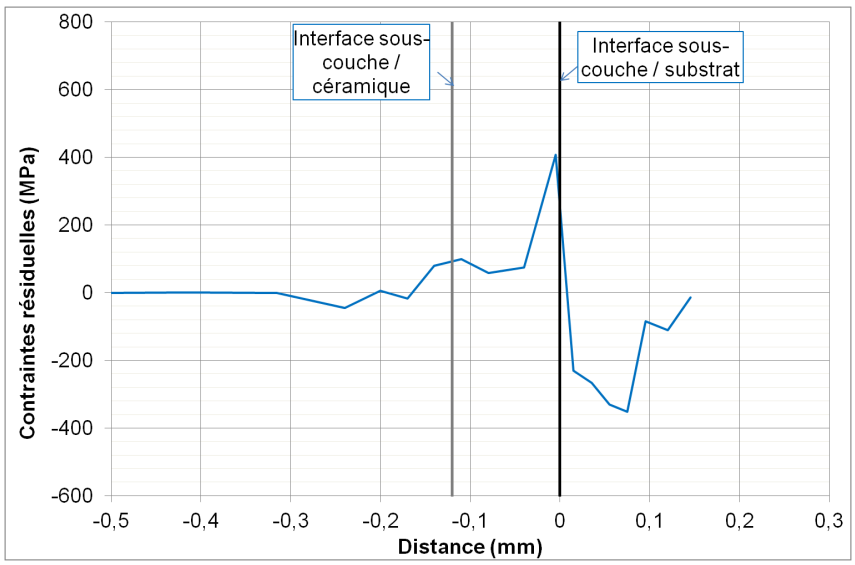



FIGURE 3.27 – Profil des contraintes résiduelles sur la barrière thermique plasma référence

**Contraintes résiduelles dans le système plasma détensionné**

La figure 3.28 compare les contraintes résiduelles du système plasma référence et du système plasma ayant subit un traitement thermique. Ce traitement thermique provoque bien une diminution des contraintes résiduelles dans le système complet : les contraintes résiduelles en traction dans la sous-couche et en compression dans le substrat avant traitement thermique sont complètement relaxées. Il reste des contraintes en compression dans la céramique et en traction dans la sous-couche proche de l'interface céramique/sous-couche. Ces contraintes sont toutefois faibles (inférieures à 50MPa). Elles sont générées lors du refroidissement du traitement thermique à cause de la différence de coefficient de dilatation thermique entre la sous-couche et la céramique.

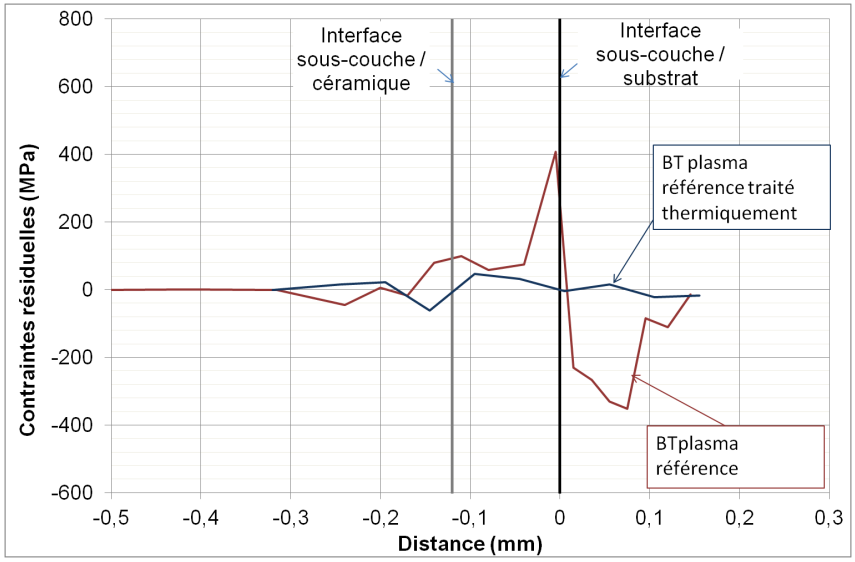



FIGURE 3.28 – Profil des contraintes résiduelles sur la barrière thermique plasma détensionné comparée àla barrière thermique plasma de référence

**Contraintes résiduelles dans le système avec sous-couche cold spray**

Le profil des contraintes résiduelles du système barrière thermique avec sous-couche cold spray (figure 3.29) montrent de faibles contraintes résiduelles dans la céramique : des contraintes de trempe dans la céramique sont en partie annihilées par les contraintes de refroidissement et par la microfissuration. La

résultante consiste en des contraintes de traction d'environ 50MPa dans la céramique proche de l'interface et des contraintes en compression (60 MPa) au niveau de l'interface. La plupart des dépôts réalisés par cold spray sont contraints en compression excepté pour T Suhonen dans le cas de dépôts de cuivre, aluminium et titane [Suhonen et al., 2013]. Dans le cas étudié ici, les contraintes sont en traction dans la sous-couche et en compression proche de l'interface avec le substrat. La grande vitesse des particules et la température élevée pour un dépôt cold spray (500° C) génèrent moins de contraintes résiduelles en compression dans le dépôt de sous-couche. Proche de l'interface sous-couche /substrat, la sous-couche est en compression (-400MPa) , ce qui s'explique par la présence de contraintes de compression provoquées par les impacts des particules projectées ainsi que la différence de dilatation thermique entre la sous-couche et le substrat ($\alpha_{sc} < \alpha_s$). On suppose que les contraintes en traction (400MPa) dans la sous-couche sont générées par la différence de dilatation thermique entre la sous-couche et la céramique. Il serait intéressant de déterminer les contraintes avant et après dépôt de céramique pour connaître les contraintes réellement générées lors du dépôt plasma de céramique.

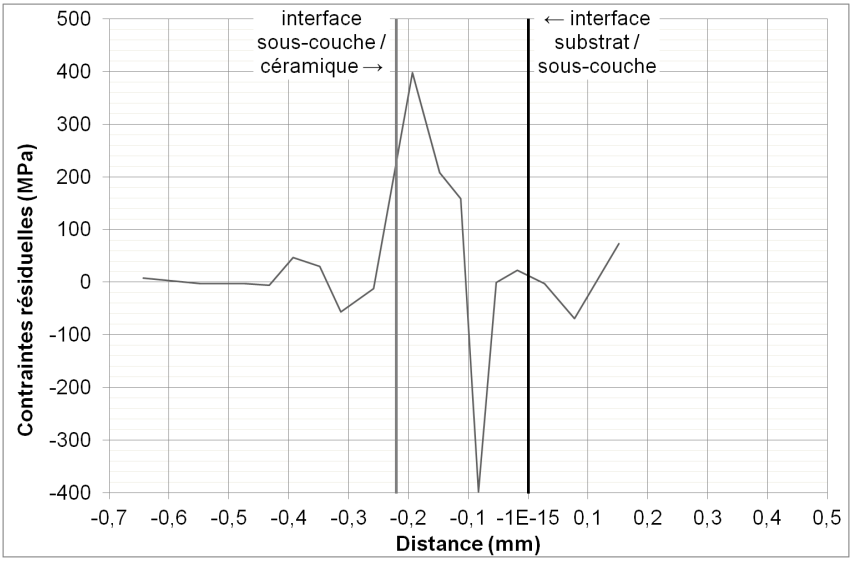



FIGURE 3.29 – Profil des contraintes résiduelles déterminées à partir de la méthode du trou incrémental sur la barrière thermique cold spray

Le gradient des contraintes résiduelles dans la sous-couche est de 800MPa, ce qui peut engendrer de la fissuration dans la sous-couche lors de l'utilisation de ce système. Le substrat est en compression au niveau de l'interface avec la sous-couche, ces contraintes sont générés par l'impact des particules de cold spray. En s'éloignant de l'interface, les contraintes d'impact sont moindre et sont compensées par les contraintes liés à la différence de dilatation thermique. A 150µm dans le substrat, seules les contraintes de sablage sont présentes (environ 70MPa).

**Contraintes résiduelles dans le système avec sous-couche cold spray détensionné**

La réalisation d'un traitement thermique de détensionnement a bien relaxé mécaniquement la sous-couche. En effet, le pic en compression dans la sous-couche n'est plus présent après traitement thermique. Toutefois, après dépôt de céramique (qui a lieu après le traitement thermique de la sous-couche), on ne constate pas le pic en traction que l'on a attribué à la différence de dilatation thermique entre la sous-couche et la céramique pour le système non traité thermiquement.

**Contraintes résiduelles dans le système avec sous-couche plasma à gradient de composition**

La barrière thermique avec sous-couche à gradient de composition ne présente pas de contraintes dans la céramique, ce qui s'explique par la composition de la sous-couche à gradient (100% céramique) proche de la couche de céramique. Cette observation est cohérente avec l'absence de contraintes résiduelles dans

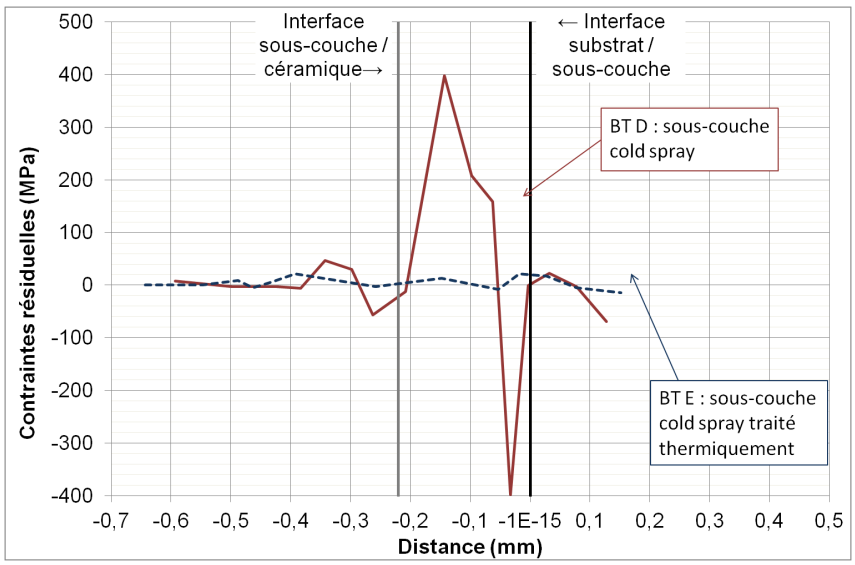



FIGURE 3.30 – Profil des contraintes résiduelles déterminées à partir de la méthode du trou incrémental sur la barrière thermique cold spray détensionné

le dépôt de céramique loin de l'interface. Au sein de la sous-couche, des contraintes de traction sont présentes dans les parties supérieure et centrale de la sous-couche (plus riche en céramique).

Dans la sous-couche plus riche en NiCrAlY, des contraintes en compression atteignent 380MPa. Ces contraintes résiduelles sont dues à la différence de coefficient de dilatation thermique entre le mélange ($\alpha_M$) et le substrat ($\alpha_M < \alpha_s$) ainsi qu'à la trempe des particules de NiCrAlY et de $ZrO_2$-$Y_2O_3$. Pour la sous-couche plasma de référence, les contraintes localisées dans la sous-couche proche du substrat sont en traction, ce qui met en évidence l'influence de la présence de céramique dans la sous-couche sur les contraintes résiduelles du dépôt de sous-couche à gradient de composition.

Dans le métal de base, les contraintes de sablage sont compensées par les contraintes liées à la différence de dilatation thermique entre le métal et la sous-couche. En effet, les particules de zircone étant très proches de l'interface, les contraintes liées au refroidissement sont plus importantes que pour la barrière thermique avec sous-couche plasma de référence (la différence de température de fusion et de coefficient de dilatation thermique est d'autant plus importante que le taux de céramique est élevé. Le gradient de contraintes résiduelles dans la sous-couche est de 830MPa, soit un gradient de contrainte de même amplitude que pour la sous-couche cold spray. Mais dans le cas de la sous-couche à gradient de composition, il s'agit d'un gradient compression / traction contrairement à la sous-couche cold spray où le gradient est de type traction/compression. Une des grandes différences entre ce système barrière thermique et les autres est que le dépôt est réalisé en continu, sans pause entre la sous-couche et la céramique, ce qui conduit à une sous-couche avec une température plus élevée au moment de la projection de la céramique. De plus, du fait du mélange, la température de projection de la sous-couche est plus élevée que lors de la projection de NiCrAlY seul (la température de projection de la zircone $ZrO_2$-$Y_2O_3$ est supérieure à celle de la sous-couche NiCrAlY). Ce profil de contraintes résiduelles est donc très différent de celui de la barrière thermique plasma de référence.

### 3.5.4 Bilan des aspects mécaniques des architectures modifiées

#### 3.5.4.1 Bilan sur les profils de microdureté

L'architecturation de l'interface sous-couche / céramique modifie les caractéristiques mécaniques du système barrière thermique. Les profils de dureté du système sont très dépendants du procédé de projection de la sous-couche ainsi que des traitements thermiques effectués sur les systèmes.

La dureté de le céramique au comportement fragile (800−1000HV) dépend surtout de la porosité et peut présenter des hétérogénéités locales en relation avec cette porosité. On constate en revanche que la

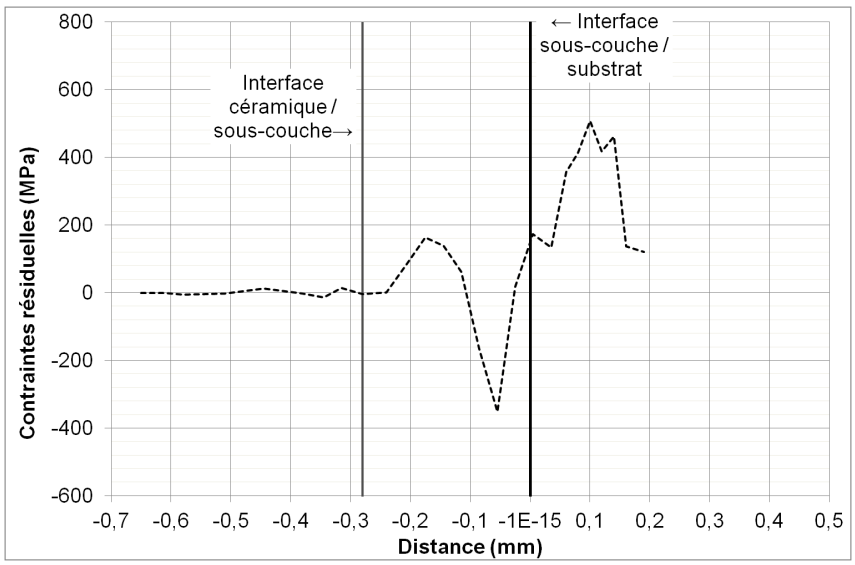



FIGURE 3.31 – Profil des contraintes résiduelles déterminées à partir de la méthode du trou incrémental sur la barrière thermique plasma gradient

dureté dans la zone céramique diminue à proximité du sommet de la sous-couche (environ à 100−200µm), ce qui traduit un gradient des propriétés mécaniques.

La dureté du substrat est toujours la plus faible quelque soit le système. Selon le cas, en revanche, des duretés différentes sont mises en évidence dans la sous-couche. Elles peuvent être du niveau du substrat ou être à un niveau intermédiaire comme présenté dans la figure 3.32.

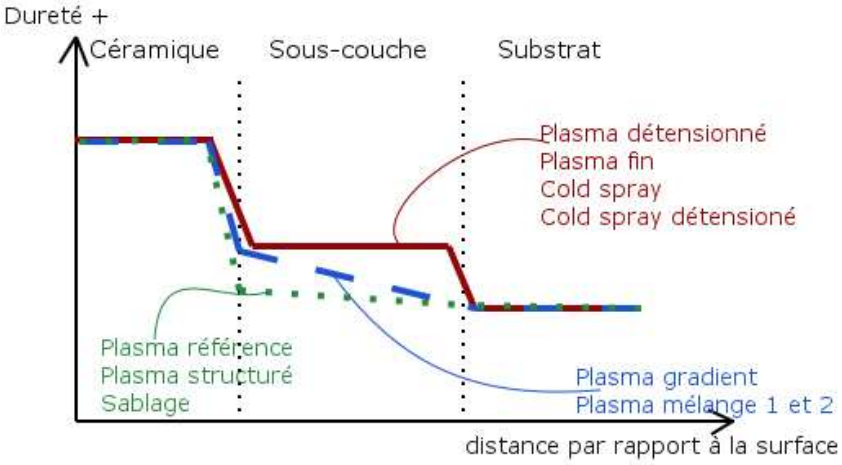



FIGURE 3.32 – Profils types de dureté et classement des différents systèmes barrière thermique

#### 3.5.4.2 Bilan sur les profils de contraintes résiduelles

Les profils de contraintes résiduelles et des gradient de contraintes résiduelles aux interfaces céramique / sous-couche et sous-couche /substrat sont très différents d'un système à l'autre : les systèmes plasma de référence et cold spray présentent tous deux un gradient de contrainte traction/compression à l'interface sous-couche substrat, mais la sous-couche cold spray présente en plus un gradient de contrainte compression / traction à l'interface sous-couche / céramique. Le système avec sous-couche plasma gradient est le seul présentant un gradient de contraintes traction / compression à l'interface céramique/sous-couche et compression / traction à l'interface sous-couche /substrat.

La réalisation d'un traitement thermique de détensionnement a relaxé complètement les contraintes

résiduelles (aussi bien pour le système plasma que pour le système cold spray), mais aussi modifié la dureté dans la sous-couche (diminution de dureté pour la sous-couche cold spray par relaxation des contraintes de traction et augmentation pour la sous-couche plasma qui peut être lié à la précipitation de la phase $\gamma'$).

## 3.6 Modifications physico-chimiques de la surface de la sous-couche

L'utilisation du procédé de projection cold spray montre une réelle différence d'un point de vue morphologique et mécanique de la surface de la sous-couche par rapport à la couche plasma NiCrAlY de référence. L'utilisation d'une sous-couche CoNiCrAlY et non NiCrAlY provoque nécessairement une modification de la nature physico-chimique de la sous-couche (composition, structuration). De plus, au niveau de la surface, les sous-couches cold spray et plasma présentent une différence d'oxydation, indépendamment de la poudre utilisée. Une analyse qualitative et la localisation de ces oxydes seront étudiés dans cette partie.

En plus de cette modification, le traitement thermique effectué en vue de relaxer les contraintes résiduelles pourrait oxyder la surface de la sous-couche. Un dosage des oxydes de surface permettra de vérifier la présence ou l'absence d'oxyde après traitement thermique de la sous-couche cold spray. Le traitement thermique réalisé sur la sous-couche plasma ayant été fait après le dépôt de céramique, il est impossible de contrôler l'oxydation.

### 3.6.1 Composition chimique des poudres de NiCrAlY et CoNiCrAlY

Deux poudres Amdry®962 et Amdry®9951 ont une composition chimique différente (cf tableau3.6) ont été employées .

| Composition (% pds) | Co | Ni | Cr | Al | Y |
|---|---|---|---|---|---|
| Amdry®962 | | 67 | 22 | 10 | 1,0 |
| Amdry®9951 | 38,5 | 32 | 21 | 8 | 0,5 |

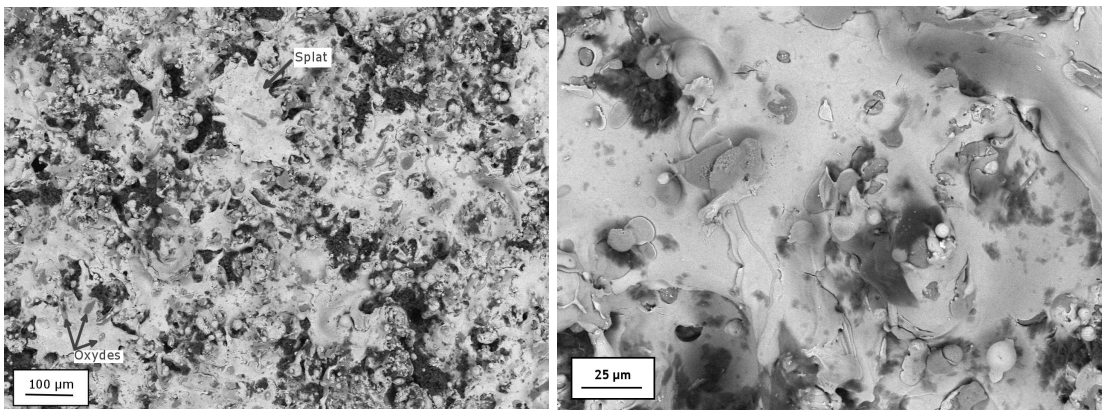
Tableau 3.6 – Composition chimique des poudres MCrAlY projetées dans notre étude

Les proportions massiques de chrome, d'aluminium et d'yttrium sont légèrement plus faibles dans la poudre de CoNiCrAlY. La poudre NiCrAlY ne contenant pas de cobalt, sa concentration en nickel correspond environ à la somme des concentrations en cobalt et en nickel de la poudre CoNiCrAlY.

### 3.6.2 Observations et analyses en surface

#### 3.6.2.1 NiCrAlY plasma référence

Lors de la projection plasma sous air (APS), les particules liquides sont en contact avec l'air ambiant ce qui provoque une oxydation des particules. La figure 3.33 montre la surface de la sous-couche par observation au MEB en électrons rétrodiffusés (contraste chimique). Des phases grises très foncées peuvent être observées, elles indiquent une zone plus rugueuse (pas assez d'électrons reçus par le détecteur pour obtenir une image correcte sur ces zones), des phases grises foncées indiquant la présence d'oxydes et des phases plus claires, sur le reste de l'échantillon, représentatives des phases non oxydées. En observant tout le dépôt en vue de dessus, on constate que les oxydes sont uniformément répartis sur la surface. Les oxydes observés en vue de dessus ont des formes variées : rondes, ovoïdales et allongées selon l'étalement subi et leur taille varie entre 5 et 25µm de diamètre pour les oxydes ronds et jusqu'à 80µm pour les oxydes allongés.

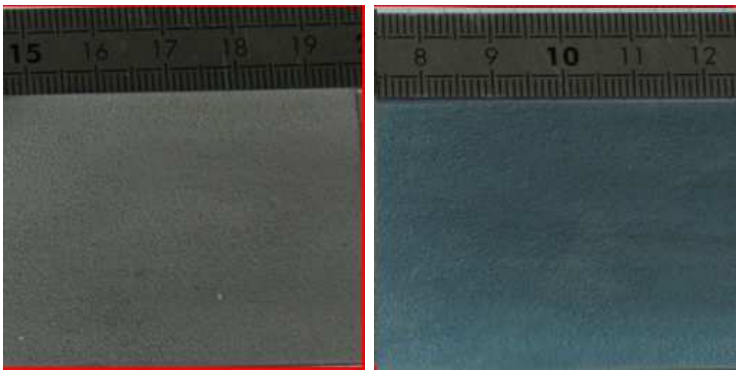



(a) Vue de dessus (b) vue de détail d'un splat

FIGURE 3.33 – Image MEB en électrons rétrodiffusés du dépôt de sous-couche plasma référence en vue de dessus

#### 3.6.2.2 CoNiCrAlY cold spray

Le traitement thermique de la sous-couche cold spray a pour conséquence une légère oxydation de la surface. En vue de dessus, la sous-couche a pris une coloration bleue, signe de la présence d'oxyde de cobalt. L'oxyde de cobalt III ($Co_3O_4$) de couleur brune se forme à partir de 800°C à partir de l'oxyde de cobalt II (CoO) de couleur bleue (d'après le diagramme de phase cobalt/oxygène et [Bueno and Varela, 2006]. L'épaisseur d'oxyde est trop faible et n'a pas pu être estimée. La présence d'aluminium dans la sous-couche pourrait aussi amener la formation d'une couche d'oxyde d'aluminium à la surface de la sous-couche.



(a) Sous-couche cold spray brute de projection (grise) (b) Sous-couche cold spray après 800°C/4H/air (bleue)

FIGURE 3.34 – Image macroscopique des surfaces des sous-couches cold spray avant et après traitement thermique

La figure 3.34 montre la différence de couleur entre le dépôt cold spray avant et après le traitement thermique.

### 3.6.3 Analyse cristallographique par diffraction des rayons X

Une analyse par diffraction des rayons X des poudres avant projection et en vue de dessus après projection permet de vérifier la structure cristalline des dépôts par rapport à celle des poudres initiales.

Le diffractogramme suivant (figure 3.35) montre les résultats obtenus après diffraction de la poudre :

La poudre de NiCrAlY contient trois phases. La phase principale est formée d'un cristal aluminium nickel cubique face centrée (matrice $\gamma$). Les autres phases sont un cristal aluminium nickel cubique (phase $\beta$ NiAl) et un cristal nickel yttrium hexagonal (phase minoritaire qui ressort peu du bruit de

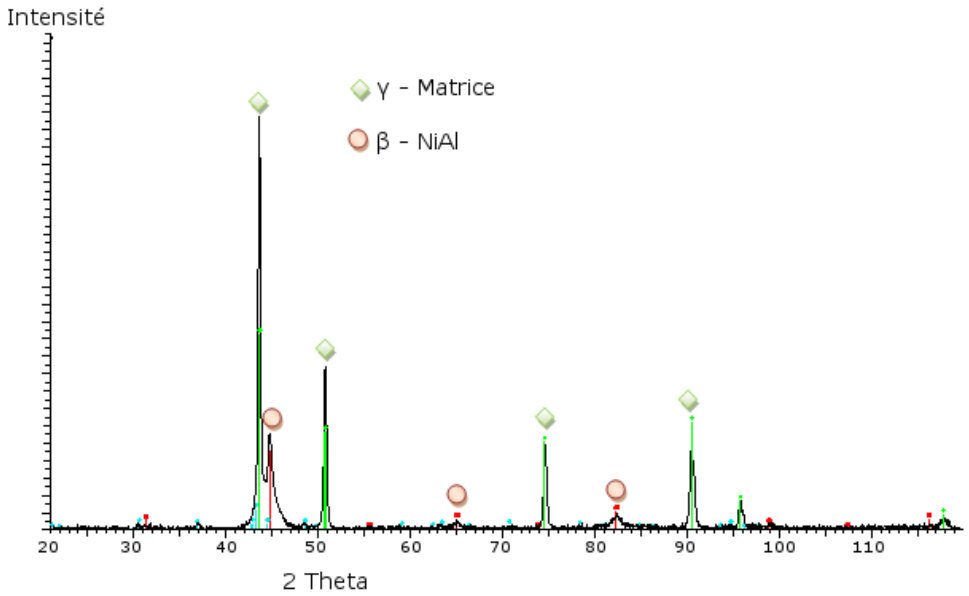



FIGURE 3.35 – Diffractogramme X de la poudre Amdry® 962 (NiCrAlY) avant projection

fond). Le chrome se place en substitution des atomes de nickel dans la matrice $\gamma$. Après projection, on devrait obtenir des phases oxydées (oxydes d'aluminium/yttrium et de chrome/aluminium) comme cela a été observé précédemment à l'aide de la microsonde de Castaing. Le diffractogramme de la figure 3.36 montre les différentes phases présentes à la surface du dépôt de NiCrAlY obtenu par projection plasma.

Lors de la solidification de la poudre de NiCrAlY, les phases qui se forment sont les mêmes que celles qui étaient présentes dans la poudre ($\gamma$ et $\beta$). Les pics correspondant à la phase $\beta$-NiAl sont deux fois moins intenses que pour la poudre avant projection. Des pics correspondant à des oxydes de chrome (nickel chrome) sont détectés, mais en très faible quantité. Aucun autre oxyde n'est détecté par cette méthode. Ceci peut s'expliquer par la faible profondeur de pénétration des rayons X dans un alliage composé principalement de nickel (quelques microns), à la localisation de l'analyse en surface de l'échantillon et à la faible quantité d'oxydes dans le dépôt. En effet, les oxydes sont répartis uniformément dans le dépôt et ne sont pas concentrés près de la surface où la diffraction X est réalisée. Ainsi, cette méthode permet de confirmer la composition de la phase principale à base de nickel et d'aluminium, les atomes de chrome étant toujours en insertion, mais elle ne permet pas de déterminer la composition des phases oxydées qui se forment, ces dernières sont noyées dans le bruit de fond de l'analyse ou ne sont pas présentes à la surface de la sous-couche.

Pour comparer les deux poudres (NiCrAlY et CoNiCrAlY) d'un point de vue cristallographique, la poudre de CoNiCrAlY amdry® 9951 et le dépôt obtenu par cold spray ont été analysées par diffraction X. Le cobalt est un élément qui fluoresce avec presque tous les cristaux sources, ce qui peut affecter la résolution d'un diffractogramme. Pour limiter la fluorescence, un tube avec une cathode en chrome a été utilisé (au lieu du cuivre pour la poudre de NiCrAlY). Le diffractogramme obtenu est bruité, mais reste exploitable. Il est présenté dans la figure 3.37.

La poudre contient deux phases identiques à celles de la poudre de NiCrAlY. La phase principale ($\gamma$) est formée de cristaux aluminium nickel/cobalt, cubique face centrée. L'autre phase est un cristal aluminium cobalt cubique (phase $\beta$-(Ni,Co) Al). Le chrome se place en substitution des atomes de nickel et l'yttrium doit se situer dans un cristal cobalt ou nickel yttrium, mais les pics sont noyés dans le bruit de fond.

Lors de la projection cold spray, les particules ne sont pas fondues, on ne devrait donc pas observer de cristaux d'oxydes. En effet, le diffractogramme ne présente aucune phase oxydée, la phase aluminium nickel est la même que dans le poudre, mais la phase contenant le cobalt a changé de cristallographie,

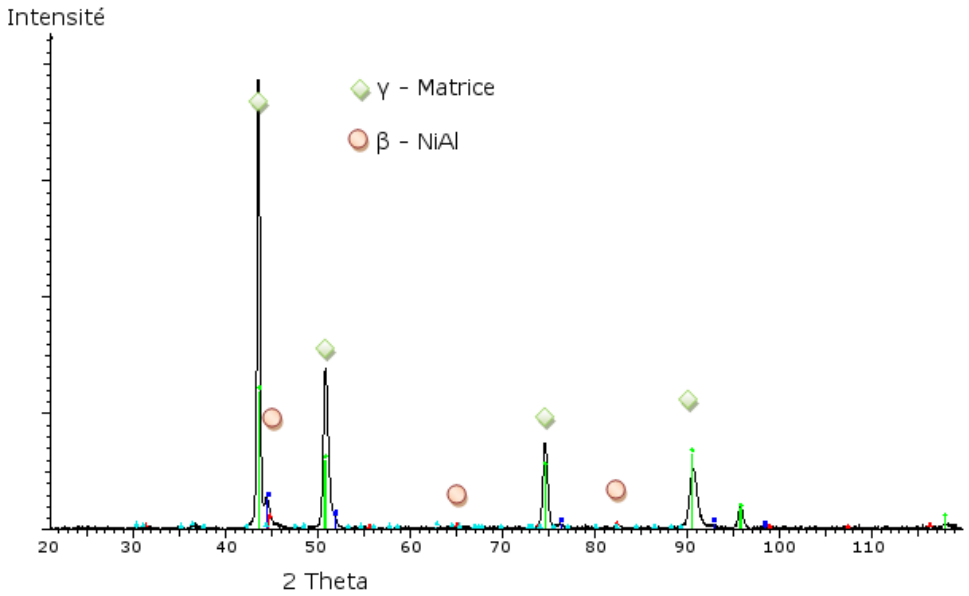



FIGURE 3.36 – Diffractogramme X du dépôt de Amdry® 962 (NiCrAlY)

passant de cubique à monoclinique.

La figure 3.38 montre les phases obtenues sur le diffractogramme effectué sur le dépôt CoNiCrAlY par cold spray. On constate immédiatement que les pics sont plus larges que sur le diffractogramme de la poudre. Cet élargissement des pics est représentatif des contraintes résiduelles présentes dans le dépôt. Les diffractogrammes réalisés sur le dépôt cold spray de CoNiCrAlY avant et après traitement thermique sont identiques, ce qui confirme une fois de plus la finesse de la couche d'oxyde formée durant le traitement thermique. L'oxyde formé n'est pas détecté par diffraction X sur un diffractogramme bruité.

Lors de la projection cold spray, la phase $\beta$-(Ni, Co) Al a disparu du diffractogramme. On pourrait supposer que le pic est moins intense et qu'il est confondu avec le pic de la phase principale $\gamma$, mais dans la littérature, les analyses DRX sur dépôt cold spray de CoNiCrAlY ont aussi montré la disparition de cette phase [Richer et al., 2010]. La matrice $\gamma$ est identique à celle obtenue sur le dépôt de NiCrAlY par plasma. Mais dans le cas du cold spray, la déformation plastique des particules lors de l'impact génère un changement de phase au sein du dépôt. Ceci peut être à l'origine de contraintes de changement de phase ainsi qu'une modification de la dureté de la sous-couche.

### 3.6.4 Bilan des aspects physico-chimiques des architectures modifiées

Les analyses en coupe confirment la présence d'oxydes dans la sous-couche plasma et non dans la sous-couche cold spray.

Ces analyses ont aussi montré que le traitement thermique effectué sur la sous-couche cold spray oxydait la surface de manière négligeable. On peut donc considérer que le traitement thermique n'a qu'un effet de détensionnement sur la sous-couche. Dans cette thèse, la physico-chimie de surface n'a pas été modifiée par le traitement thermique.

En revanche, l'utilisation du procédé cold spray provoque une modification des phases présentes dans le dépôt avec la disparition de la phase $\beta$-(Ni,Co)Al. Ce changement de phase pourrait être à l'origine des contraintes résiduelles en traction dans le dépôt cold spray.

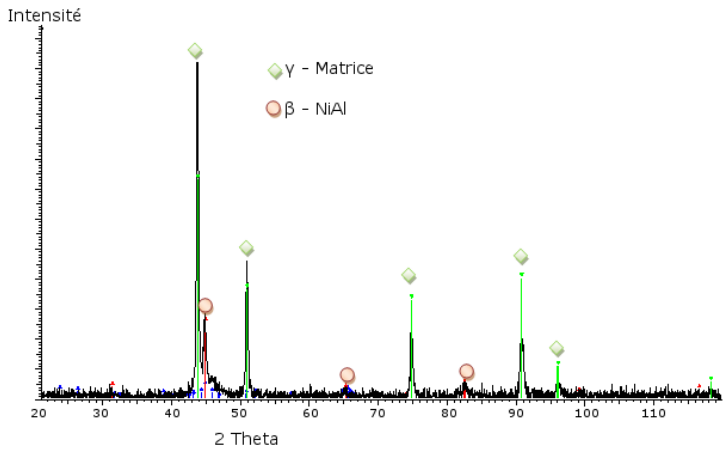



FIGURE 3.37 – Diffractogramme X de la poudre de Amdry® 9951

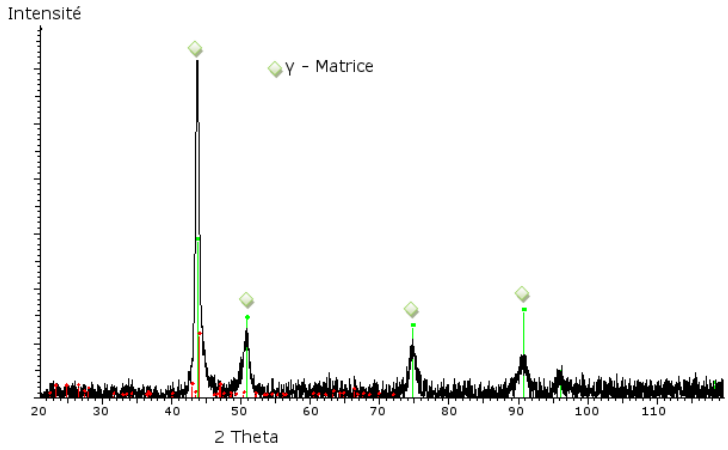



FIGURE 3.38 – Diffractogramme X du dépôt de Amdry® 9951 projetée par cold spray

## 3.7 Conclusions

Au cours de ce chapitre, différentes architectures d'interface ont été créées et analysées de manière à déterminer les impacts morphologiques, mécaniques et éventuellement physico-chimiques des modifications apportées sur l'architecture des barrières thermiques en se focalisant sur la sous-couche. Le tableau 3.7 montre les effets effectivement obtenus sur les différents systèmes étudiés.

Les différents systèmes peuvent alors être classés en plusieurs catégories en fonction de leurs caractéristiques mécanique, morphologique et physico-chimique. Tout d'abord, d'un point de vue morphologique, les sous-couches peuvent être classées en 4 catégories du moins rugueux au plus rugueux :

- Interface surfacique 2D rugueuse : plasma sablage. Rugosité moyenne faible, répartition des pics et des vallées autour de la valeur moyenne
- Interface volumique3D structurée : plasma structuré. Rugosité moyenne proche des interfaces suivantes. Mais écrêtage des pics conduisant à une morphologie majoritairement formée de creux. De plus, les pics maximums de rugosité sont réduits (conséquence de l'écrêtage).
- Interface volumique 3D rugueuse : cold spray, plasma référence et plasma fin. La rugosité moyenne est élevée avec un fort écart extrêmes pour la sous-couche plasma fine. La morphologie est principalement formée de pics pour les sous-couches plasma et de creux pour la sous-couche cold spray.
- Interface volumique 3D composite : plasma mélange 1, mélange 2 et gradient. Bien que la morpho-

| Nomenclature | Modifications | | |
|---|---|---|---|
| | Morphologique | Mécanique | Physico-chimique |
| Plasma référence | *Ref* | *Ref* | *Ref* |
| Plasma tamisé | ○ | × | × |
| Plasma fin | ● | ● | × |
| Sablé | ● | ● | × |
| Plasma détensionné | × | ● | × |
| Plasma structuré | ● | × | × |
| Plasma mélange 1 | ● | ● | × |
| Plasma mélange 2 | ● | ● | × |
| Plasma gradient | ● | ● | × |
| Cold spray | ● | ● | ● |
| Cold spray détensionné | ● | ● | ● |
| ● : effet obtenu | ○ : effet non obtenu | | × : sans effet |

Tableau 3.7 – récapitulatif des effets obtenus sur les états morphologiques, mécaniques et physico-chimiques à partir des modifications d'architecture réalisées

logie n'ait été observée qu'en coupe micrographique, aucune interface ne peut être tracée entre la sous-couche et la céramique.

Ensuite, d'un point de vue mécanique, ce chapitre a montré une nette influence du procédé de fabrication de la sous-couche et du traitement thermique sur les propriétés mécaniques du système complet. La projection cold spray génère des dépôts plus contraints que la projection plasma (contraintes en compression pour les dépôts plasma et en traction pour le cold spray). De plus, la co-projection de poudre par plasma pour former la sous-couche plasma à gradient modifie la thermique ors de la réalisation de la sous-couche (NiCrAlY plus chaud) et conduit à une modification de la dureté et des contraintes résiduelles (fort gradient au niveau des interfaces). Le traitement thermique choisit dans cette thèse (800°C / 4h) conduit à une relaxation des contraintes résiduelles dans les systèmes (profil des contraintes résiduelles).

Avant de pouvoir comparer la sensibilité à la fissuration des barrières thermiques présentés ici, il est nécessaire de bien comprendre les conditions de formation et de propagation de cette fissure. Le chapitre suivant est consacré à l'étude et l'analyse de la fissuration par perçage laser sur un système barrière thermique de référence.

# Bibliographie

[bre, 2010] (2010).

[Amsellem, 2008] Amsellem, O. (2008). *Simulations 2D et 3D de Microstructure d'Alumine Projetée Plasma Pour l'Etude de ses Propriétés Mécaniques et Electriques.* PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.

[Ansar-Syed, 2004] Ansar-Syed, A. (2004). *Co-projection d'alumine et d'acier inoxydable par plasma d'arc.* PhD thesis, Université de Limoges.

[Bahbou et al., 2004] Bahbou, M., Nylén, P., and Wigren, J. (2004). Effect of grit blasting and spraying angle on the adhesion strength of a plasma-sprayed coating. *Journal of Thermal Spray Technology*, 13(4) :508–514.

[Bozorgnezhad-Nobijari et al., 2013] Bozorgnezhad-Nobijari, M., Ebrahimi, A., and Bakhsi, A. (2013). The effect of bond coat roughness on adhesion strength of thermal barrier coating. In *ICSE 2013*, page 225.

[Brechet and Embury, 2013] Brechet, Y. and Embury, J. (2013). Architectured materials : Expanding materials space. *Scripta Materialia*, 68 :1–3.

[Bueno and Varela, 2006] Bueno, P. R. and Varela, J. A. (2006). Electronic ceramics based on polycrystalline $sno_2$, $tio_2$ and $(sn_x ti1_{-x})o_2$ solid solution. *Materials Research*, 9 :293–300.

[Chandra and Fauchais, 2009] Chandra, S. and Fauchais, P. (2009). Formation of solid splats during thermal spray deposition. *Journal of Thermal Spray Technology*, 18(2) :148–180.

[Choi et al., 2009] Choi, W., Prchlik, L., Sampath, S., and Gouldstone, A. (2009). Indentation of metallic and cermet thermal spray coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 18(1) :58–64.

[Echsler et al., 2000] Echsler, H., Przybilla, W., and Schütze, M. (2000). Investigation of bondcoat oxidation and of mechanical behaviour of the bondcoat oxide for life time prediction of tbc systems. In *EUROCORR 2000*.

[Eriksson et al., 2013] Eriksson, R., Sjöström, S., Brodin, H., Johansson, S., Östergren, L., and Li, X.-H. (2013). Influence of interface roughness on the fatigue life of thermal barrier coatings. In *13th International Conference on Fracture*, Beijing, China.

[Fauchais et al., 2004] Fauchais, P., Fukumoto, M., Vardelle, A., and Vardelle, M. (2004). Knowledge concerning splat formation : An invited review. *Journal of Thermal Spray Technology*, 13 :337–360.

[Ferguen, 2009] Ferguen, N. (2009). *Contribution à la modélisation de l'étalement et de la solidification de gouttes millimétriques en chute libre et micrométriques en projection plasma*. PhD thesis, Université de Limoges.

[Fukumoto et al., 2004] Fukumoto, M., Ohgitani, I., and Yasui, T. (2004). Effect of substrate surface change on flattening behaviour of thermal sprayed particles. *Materials Transactions*, 45(6) :1869–1873.

[Garcia et al., 2010] Garcia, J., Pitonak, R., Weißenbacher, R., Kopf, A., Soldera, F., Suarez, S., Miguel, F., Pinto, H., Kostka, A., and Mucklich, F. (2010). Design and characterization of novel wear resistant multilayer cvd coatings with improved adhesion between al2o3 and ti(c,n). *Advanced Engineering Materials*, 12(9) :929–934.

[Kesler et al., 1998] Kesler, O., Matejicek, J., Sampath, S., Suresh, S., Gnaeupel-Herold, T., Brand, P., and Prask, H. (1998). Measurement of residual stress in plasma-sprayed metallic, ceramic and composite coatings. *Materials Science and Engineering*, A257 :215–224.

[Khor et al., 2001] Khor, K., Gu, Y., and Dong, Z. (2001). Mechanical behavior of plasma sprayed functionally graded ysz-nicocraly composite coatings. *Surface and Coatings Technology*, 139 :200–206.

[Lima et al., 2006] Lima, C., Nin, J., and Guilemany, J. (2006). Evaluation of residual stresses of thermal barrier coatings with hvof thermally sprayed bond coats using the modified layer removal method (mlrm). *Surface & Coatings Technology*, 200 :5963–5972.

[Mellali et al., 1997] Mellali, M., Grimaud, A., Leger, A., Fauchais, P., and Lu, J. (1997). Alumina grit blasting parameters for surface preparation in the plasma spraying operation. *Journal of Thermal Spray Technology*, 6(2) :217–227.

[Metcalfe et al., 2013] Metcalfe, C., Harris, J., Kuhn, J., Marr, M., and Kesler, O. (2013). Progress in metal-supported axial-injection plasma sprayed solid oxide fuel cells using nanostructured nio-y0.15zr0.85o1.925 dry powder anode feedstock. *Journal of Thermal Spray Technology*, 22(5) :599–608.

[Mons, 1996] Mons, C. (1996). Traitements thermiques des superalliages.

[Naitali et al., 2010] Naitali, B., Hugot, F., and Ganaoui, M. E. (2010). Etude numérique d'une technique de régularisation des contraintes thermomécaniques dans les dépôts obtenus par projection plasma. *Mécanique & Industries*, 11 :75–80.

[Parthasarathi et al., 1995] Parthasarathi, S., Tittmann, B., Sampath, K., and Onesto, E. (1995). Ultrasonic characterization of elastic anisotropy in plasma-sprayed alumina coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 4 :367–373.

[Pasandideh-Fard et al., 2002] Pasandideh-Fard, M., Pershin, V., Chandra, S., and Mostaghimi, J. (2002). Splat shapes in a thermal spray coating process : Simulations and experiments. *Journal of Thermal Spray Technology*, 11 :206–217.

[Prevost, 2007] Prevost, M.-A. (2007). *Etude de nouvelles céramiques pour barrière thermique*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie (Paris VI).

[Raletz et al., 2004] Raletz, F., Ezo'o, G., Vardelle, M., and Ducos, M. (2004). Characterization of cold-sprayed nickel-base coatings. In *Thermal Spray 2004 : Advances in Technology and Applications*, pages 323–328.

[Raphet, 2005] Raphet, B. (2005). Etats de surface - caractérisation.

[Richer et al., 2010] Richer, P., Yandouzi, M., Beauvais, L., and Jodoin, B. (2010). Oxidation behaviour of conicraly bond coats produced by plasma, hvof and cold gas dynamic spraying. *Surface & Coatings Technology*, 204 :3962–3974.

[Schmitt et al., 2014] Schmitt, M. P., Rai, A. K., Bhattacharya, R., Zhu, D., and Wolfe, D. E. (2014). Multilayer thermal barrier coating (tbc) architectures utilizing rare earth doped ysz and rare earth pyrochlores. *Surface & Coatings Technology*, 251 :56–63.

[Sezer et al., 2006] Sezer, H. K., Li, L., Schmidt, M., Pinkerton, A. J., Anderson, B., and Williams, P. (2006). Effect of beam angle on haz, recast and oxide layer characteristics in laser drilling of tbc nickel superalloys. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(15) :1972–1982.

[Suhonen et al., 2013] Suhonen, T., Varis, T., Dosta, S., Torrell, M., and Guilemany, J. (2013). Residual stress development in cold sprayed al, cu and ti coatings. *Acta Materialia*, 61 :6329 ?6337.

[Valette, 2004] Valette, S. (2004). *Influence de la préoxydation d'un acier sur l'adhérence de son revêtement en alumine déposé par voie plasma thermique.* PhD thesis, Université de Limoges.

[Zhang et al., 2008] Zhang, Q., Li, C.-J., Li, C.-X., Yang, G.-J., and Lui, S.-C. (2008). Study of oxidation behavior of nanostructured nicraly bond coatings deposited by cold spraying. *Surface & Coatings Technology*, 202 :3378–3384.

# Chapitre 4

# Modifications et fissuration au cours du perçage laser

## Sommaire


4.1 Introduction . . . . . **123**
4.2 Effets d'une impulsion laser sur une barrière thermique . . . . . **123**
4.2.1 Effets d'origine thermique . . . . . 124
4.2.1.1 Absorption de l'énergie laser et échauffement de la matière . . . . . 124
4.2.1.2 Influence du perçage sur les parois du trou . . . . . 125
4.2.2 Effets d'origine mécanique . . . . . 126
4.2.2.1 Éjection de matière (liquide et gazeuse) . . . . . 126
4.2.2.2 Modification des contraintes internes . . . . . 128
4.2.3 Choix des conditions de perçage . . . . . 128
4.2.4 Caractéristiques du perçage à l'aide de la méthode "DODO" modifiée . . . . . 130
4.2.4.1 Méthode "DODO" modifiée pour les barrières thermiques . . . . . 131
4.2.4.2 Vitesse de perçage pulse à pulse . . . . . 134
4.2.4.3 Profondeur percée . . . . . 135
4.2.4.4 Forme des trous . . . . . 137
4.3 Fissuration et modifications en bord de trou . . . . . **140**
4.3.1 Analyse des trous percés à 90° . . . . . 140
4.3.1.1 Caractéristiques d'un trou percé à 90° après une impulsion laser . . 140
4.3.1.2 Caractéristiques d'un trou percé à 90° après deux impulsions laser . 143
4.3.2 Analyse des trous percés à 20° . . . . . 145
4.3.2.1 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après une impulsion laser . . 146
4.3.2.2 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après deux impulsions laser 147
4.3.2.3 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après trois impulsions laser . 149
4.3.2.4 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après quatre impulsions laser 150
4.3.2.5 Bilan de l'analyse des perçages interrompus à 20° . . . . . 152
4.3.3 Observation non destructive de la fissure interfaciale . . . . . 152
4.3.3.1 Observation de la fissure interfaciale par laminographie X (20°, 15kW, 2 impulsions) . . . . . 154
4.3.3.2 Observation de la fissure par tomographie X (20°, 15kW, 4 impulsions) 159
4.3.3.3 Bilan des observations non destructives . . . . . 161
4.4 Étude de paramètres de perçage pour limiter la fissuration interfaciale . . . . . **162**
4.5 Conclusion . . . . . **163**

Bibliographie . . . . . **165**

## 4.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, différentes architectures de barrières thermiques ont été créées et certaines sélectionnées selon des différences morphologiques et mécaniques notables. Cela concerne essentiellement la méthode de fabrication de la sous-couche (plasma, gradient, cold spray) et/ou son post-traitement. L'objet de cette thèse est d'évaluer l'impact et de comprendre l'influence de ces architectures sur la génèse et la propagation d'une fissure lors du perçage laser impulsionnel. Avant d'évaluer la tenue à la fissuration de ces différentes architectures, il est nécessaire de bien connaitre les modifications engendrées par le procédé de perçage laser sur un système barrière thermique plasma conventionnel. L'objet de ce chapitre concerne donc la barrière thermique "plasma référence" composée d'un superalliage base cobalt, d'une sous-couche plasma de NiCrAlY et d'une couche de zircone yttriée. Dans ce chapitre, les transformations subies par la matière et les défauts engendrés par le perçage laser seront étudiés. Ces transformations seront mises en relation avec les effets thermiques et mécaniques de l'interaction entre le laser et le système barrière thermique.

L'un des défauts majeurs engendré par le perçage laser d'un système multicouche est la génération d'une fissure à l'interface entre la sous-couche et la céramique. Ce défaut qui apparait dès les premières impulsions est d'autant plus prononcé que l'angle d'inclinaison du perçage est rasant [Girardot, 2014]. On s'attache donc à déterminer un angle d'incidence jugé représentatif d'une sollicitation sévère à étudier afin d'aborder le comportement à la fissuration dans un domaine de sensibilité accrue. L'une des questions principales à laquelle ce chapitre va répondre est de comprendre comment la fissure entre la couche de céramique et la sous-couche se forme et de déterminer la phénoménologie des mécanismes qui entrainent la propagation de celle-ci. Dans ce but, la réalisation d'un trou dans une barrière thermique complète a été décomposé par des expériences de perçages interrompus qui permettent l'observation et l'analyse du trou en formation et des défauts associés après chaque nouvelle impulsion laser. Combinés à une variation de l'angle de perçage plus ou moins sévère, ces essais de perçage interrompus donnent des informations sur la criticité de l'angle de perçage sur la fissuration.

Les analyses des trous percés par laser sont réalisées essentiellement par des coupes micrographiques dans le plan médian du trou selon la direction de perçage. L'enrobage et le polissage des échantillons peut provoquer des défauts de positionnement (positionnement et alignement du plan de coupe) et d'observation (beurrage, arrachements, ouverture de fissure). C'est pourquoi des essais d'observations non destructive directes ont été développés afin de limiter certains aspects liés à la préparation (méthode "DODO modifiée" inspirée de travaux antérieurs [Revuz, 2010] [Schneider et al., 2010] sur le perçage impulsionnel d'un superalliage non revêtu). De plus, les observations classiques et la méthode DODO modifiée introduites dans cette thèse ne permettent toujours qu'une analyse dans un seul plan du trou. Si des expériences de coupes sériées sont envisageables, les problèmes de positionnement et d'alignement déjà évoqués ci-dessus subsistent toujours et limitent grandement les possibilités d'analyse précise en volume d'un trou. Par ailleurs, le chemin de fissure se dessine dans le volume de l'interface rugueuse, c'est-à-dire soit à l'interface sous-couche/céramique, soit dans la céramique et ce, dans les trois directions de l'espace. C'est pourquoi, de l'imagerie tomographique non destructive a été expérimentée afin d'aborder une analyse des modifications et endommagements subis lors du perçage interrompu de trous obtenus par perçage laser inclinés. On introduit donc dans ce chapitre une approche d'observation et d'analyse non destructive et volumique pour établir les effets génériques du perçage laser impulsionnel sur un système barrière thermique de référence, complétant ainsi les analyses classiques pouvant être réalisées dans un cadre industriel.

## 4.2 Effets d'une impulsion laser sur une barrière thermique

Pour qu'il y ait transfert d'énergie entre le faisceau laser et la matière, il faut que le matériau absorbe une partie significative de l'énergie de la radiation. L'absorptivité des matériaux dépend de la longueur d'onde du rayonnement émis : le laser Nd-YAG de cette étude a une longueur d'onde de 1,064µm. Cette

longueur d'onde est en partie absorbée par la zircone yttriée et l'alliage Haynes 188 tandis que le verre est transparent pour cette longueur d'onde. Il est donc indispensable de choisir un laser dont la longueur d'onde est bien absorbée par les différents matériaux que l'on veut percer.

La quantité d'énergie absorbée par la matière dépend aussi de la densité de puissance appliquée et donc de la focalisation du faisceau laser. Il faut placer le matériau au plan focal de la dernière lentille (lentille de focalisation) du laser pour avoir la plus grande énergie fournie au matériau. Le laser utilisé dans cette étude fournit des impulsions d'une puissance crête de 15kW durant 1ms soit une énergie de 15J apportée à la matière le temps de cette impulsion. L'utilisation d'impulsions courtes permet de concentrer l'énergie sur une faible durée de manière à augmenter la puissance par rapport à une puissance continue.

Pour cette puissance et un diamètre du spot laser au plan focal de 330µm [Schneider, 2006], on obtient une densité de puissance à la surface du matériau de 17,5 MW.cm$^{-2}$. Cette intensité va être en partie absorbée par le matériau et dissipée essentiellement sous forme de chaleur, provoquant la fusion et la vaporisation de la matière.

### 4.2.1 Effets d'origine thermique

#### 4.2.1.1 Absorption de l'énergie laser et échauffement de la matière

L'absorption du faisceau laser par un matériau dépend des coefficients d'absorptivité intrinsèque (A) de ce matériau : les thèses de C. Mas [Mas, 2003] et de M. Schneider [Schneider, 2006] utilisent un modèle basé sur le modèle de Drude pour déterminer l'absorptivité en fonction de l'indice optique selon l'équation 4.1 où n et k sont les indices optiques complexes du matériau et $\theta$ l'angle de perçage mesuré par rapport à la normale à la surface :

$$A = 1 - \frac{1}{2}\frac{(n^2+k^2)\cos^2(\theta) - 2n\cos(\theta) + 1}{(n^2+k^2)\cos^2(\theta) + 2n\cos(\theta) + 1} - \frac{1}{2}\frac{(n^2+k^2) - 2n\cos\theta + \cos^2\theta}{(n^2+k^2) + 2n\cos\theta + \cos^2\theta} \tag{4.1}$$

Les indices optiques de chaque matériau sont donnés dans le tableau 4.1. Les indices optiques n et k de la zircone yttriée pour une longueur d'onde de $1,064\mu m$ ont été déterminés par V. Debout [Debout, 2007]. Les données concernant le superalliage proviennent du fournisseur.

En réutilisant les valeurs obtenues grâce à l'équation 4.1, l'absorptivité des matériaux composant une barrière thermique peut être déterminée en fonction de l'angle de perçage. Pour un angle de 20 ° par rapport à la surface du matériau et à température ambiante, l'absorptivité est de 0,82 pour la zircone et de 0,29 pour le substrat (d'après le site refractive index). Ces valeurs indiquent que la céramique absorbe plus le faisceau laser que le métal. Ainsi, pour la même quantité d'énergie apportée, le superalliage ne peut pas absorber autant d'énergie que la céramique. L'absorptivité du matériau ne dépend pas seulement de l'angle de perçage, mais aussi de la porosité et de la rugosité de la surface.

L'absorption de l'énergie du faisceau laser par le matériau conduit à une augmentation de température à la surface de la zircone qui peut être calculée en résolvant l'équation 4.2 de la chaleur avec $\Delta T$ la variation de température, $A$ le coefficient d'absorption calculé à partir de l'équation 4.1 (pour un angle de 20° par rapport à la surface du matériau), $I_0$ la densité de puissance incidente ($17,5 MW.cm^{-2}$), $K$ la conductivité linéique, $\kappa$ la diffusivité thermique (à la température ambiante) [Prevost, 2007] et $\tau$ la durée d'impulsion laser. On choisi $\tau = 1\mu s$ pour évaluer la variation de température à l'amorce de l'interaction du perçage [Schneider, 2006]. Les valeurs utilisées pour le calcul sont données dans le tableau 4.1.

$$\Delta T = \frac{2AI_0}{K}\sqrt{\frac{\kappa\tau}{\pi}} \tag{4.2}$$

La variation de température ainsi calculée dans la zircone vaut environ 7000K contre 9000K pour le superalliage. Les températures atteintes par les différents matériaux composant le système barrière thermique lors de l'impact du laser dépasse donc leur température de fusion ainsi que leur température de vaporisation (cf tableau 4.1). L'énergie fournie par le laser est moins absorbée par le superalliage que par la zircone. La variation de température du matériau étant proportionnelle à l'absorption, le superalliage devrait moins chauffer que la zircone. Toutefois, les résultats du calcul montrent l'inverse,

| | Fusion | Vaporisation | indices optiques | A (%) | K | $\kappa$ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Unité | ° C | ° C | | % | $W.m^{-1}.K^{-1}$ | $m^2.s^{-1}$ |
| Zircone Yttriée | 2750 | 4300 à 4500 | k=0,6 et n=2,0 | 82 | 22,7 | $9,5.10^{-7}$ |
| Haynes 188 | 1300 | 8200 | k=5,2 et n=2,9 | 29 | 10.4 | $29.210^{-7}$ |

Tableau 4.1 – Récapitulatif des propriétés des matériaux formant la barrière thermique à température ambiante [Debout, 2007]

ce qui s'explique par la différence de conductivité thermique de la zircone et du superalliage. Les valeurs de $\Delta T$ calculées ci-dessus ne sont valables que pour un début de perçage. En effet, une modification de la température et un changement d'état des matériaux conduisent à une modification importante des valeurs de conductivité et de diffusivité thermique qui rentrent dans l'équation de la chaleur. De plus, les gaz éjectés forment un plasma au dessus du trou en formation masquant une partie du faisceau, modifiant ainsi l'énergie apportée par le faisceau et favorisant les réflexions parasites du faisceau avant impact sur le matériau. Ces résultats permettent tout de même de montrer que pour une même énergie apportée, la température augmente plus dans le superalliage que dans la céramique. Ce phénomène est décrit par K. Voisey [Voisey and Clyne, 2004] et présenté sur la figure 4.1. En conséquence, pour une impulsion de même densité de puissance, le trou percé dans la céramique aura un diamètre plus petit que le trou percé dans le métal.

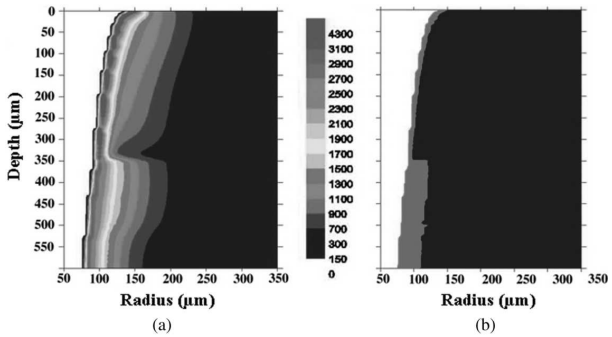



FIGURE 4.1 – Modélisation du champ de température en K (a), et des phases présentes (b). Sur l'image de droite, les zones blanche, grise et noire représente respectivement les phases gazeuse, liquide et solide. D'après [Voisey and Clyne, 2004].

Ces valeurs indiquent aussi que le passage de la couche céramique à la couche métallique est le siège d'un changement des conditions de perçage. C'est donc une zone critique sur laquelle les analyses vont porter.

#### 4.2.1.2 Influence du perçage sur les parois du trou

L'influence thermique du faisceau laser sur la matière est locale : malgré les températures (au delà des changements d'état) atteintes par la matière (plus de 7000K), la rapidité des transformations d'état au chauffage et au refroidissement (inférieure à un dixième de milliseconde) ne conduit en général pas à la formation d'une zone affectée thermiquement (ZAT) comme pour d'autres procédés laser tel que le soudage. H. K. Sezer a néanmoins pu observer une zone affectée thermiquement en bord de trou pour des perçages complets avec des durées d'impulsions de 1,5 ms [Sezer et al., 2006]. Dans notre cas, aucune ZAT n'a été observée dans le métal en coupe micrographique des trous percés. Pour le vérifier au niveau du substrat et de la sous-couche métallique, une attaque chimique (réactif de Marble) est réalisée pour révéler la structure de grains et détecter l'interface entre la matière fondue puis solidifiée et la matière non fondue. Ce réactif est décrit dans le chapitre 2 (§ 2.5.1.1, page 56). Pour observer les modifications d'origine thermique dans les trois couches du système barrière thermique (céramique, sous-couche, substrat), trois zones sont sélectionnées en bord du trou pour un perçage incliné à 20°. La figure 4.2 présente l'échantillon avant attaque chimique et les trois zones caractéristiques des bords de

trou observées à plus fort grossissement au MEB.

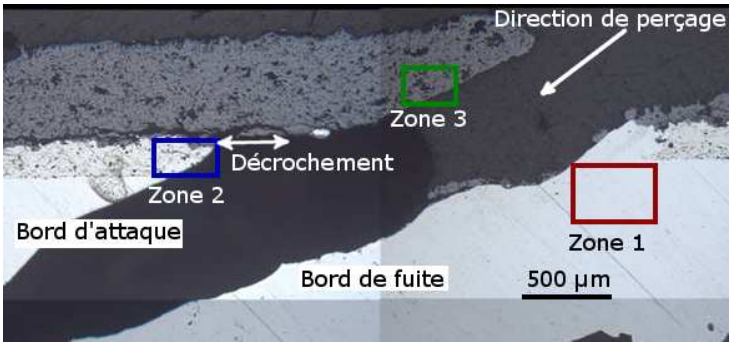



FIGURE 4.2 – Vue en coupe médiane au microscope optique d'un trou percé laser (trou complet, 1 ms et 15 kW, 4 impulsions)

Dans le substrat (zone 1), aucune modification de la taille de grain n'est visible en bord de trou (en microscopie optique et au MEB). La figure 4.3 permet de positionner la frontière marquée entre la zone fondue et puis solidifée en bord de trou et la zone non fondue sous-jacente. La zone fondue et solidifiée est majoritairement métallique, mais des particules de céramique fondues puis solidifiées ont parfois été observées.

Dans la sous-couche (zone 2), la frontière entre la zone fondue et solidifiée et la sous-couche est facilement identifiable au MEB. Tout comme dans le substrat, il n'a pas été possible de visualiser une zone affectée thermiquement. Il n'a pas été possible de déterminer la microstructure de la zone fondue et solidifiée. Toutefois, les couches fines fondues et solidifiées en bord du trou au niveau de la sous-couche et au niveau du substrat sont différentes.

La zone 3 illustre la zone fondue puis solidifiée en bord de céramique. Une zone en bord de trou est différente du dépôt plasma non percé. Les lamelles ne sont plus visibles et sont remplacées par une fine couche de céramique (une dizaine de micromètres au maximum). L'épaisseur de cette couche resolidifiée est régulière sur toute la bordure du trou. Des microfissures perpendiculaires au bord du trou sont formés dans la céramique fondue et solidifiée. Certaines microfissures sont reliées aux fissures interlamellaires du dépôt plasma.

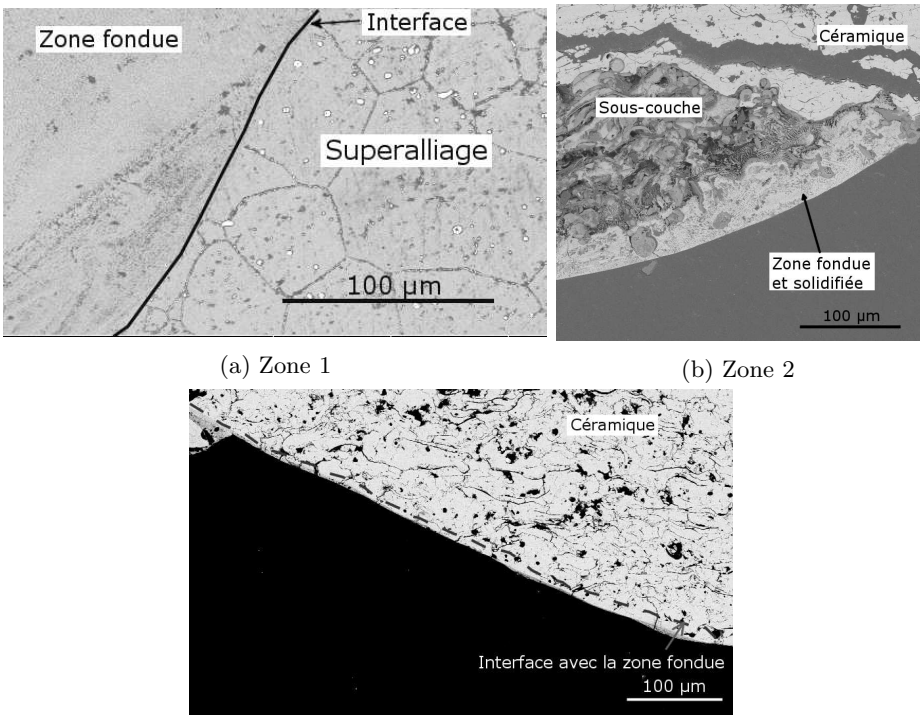
Les trois zones observées dans la figure 4.3 montre bien que la zone fondue et solidifée (au niveau du substrat et de la sous-couche) présente une microstructure différente de celle du substrat ainsi que de celle de la sous-couche. La zone fondue au niveau du substrat est composée d'une phase métallique. Les grains du substrat sont coupés au niveau de l'interface, sans modification de la taille de grain. Aucun grain n'est visible dans la zone fondue au niveau du substrat. Au niveau de la sous-couche, la zone fondue semble composée de plusieurs phases. Cette zone fondue est donc différente de celle présente au niveau du substrat. Le long de la céramique, la zone fondue et solidifiée ne contient que de la céramique. Selon nos observations, les parois des trous présentent systématiquement une couche fondue et solidifiée.

### 4.2.2 Effets d'origine mécanique

#### 4.2.2.1 Éjection de matière (liquide et gazeuse)

Lors du perçage laser par percussion, tant que le trou n'est pas débouchant, la matière éjectée (liquide et gaz) est rétro-propulsée hors du trou par la pression de vapeur des matériaux soumis au rayonnement laser. Cette pression a pour origine la détente du gaz lors de la vaporisation de la matière.

Pour un perçage incliné, la pression de vapeur s'exerçant sur le bord d'attaque est supérieure à celle s'exerçant sur le bord de fuite. En effet, comme le montre M. Schneider [Schneider, 2006] pour un perçage à 45°, la détente de vapeur est supersonique et s'effectue normalement à la surface et non dans l'axe du trou incliné. De plus, l'utilisation d'un gaz d'assistance (l'oxygène) participe à l'éjection des gouttelettes liquide et du gaz dans la direction normale, sur le bord d'attaque.




(a) Zone 1 (b) Zone 2

(c) Zone 3

FIGURE 4.3 – Observations MEB en électrons rétrodiffusés représentatives des zones fondues et solidifiées en bord de trou.

Cette pression exercée sur les bords du trou peut éventuellement affecter l'état mécanique du matériau en bord de trou. La figure 4.4 schématise les orientations des forces exercées lors du perçage.

La force exercée, notamment sur la céramique au niveau du bord d'attaque dans le cas d'un perçage incliné contribue à la création d'un moment de forces (bras de levier) sur la couche céramique qui participe à la propagation de la fissure à l'interface sous-couche / céramique. Cette force a notamment été évoquée par H. K. Sezer [Sezer and Li, 2009] et J. Girardot [Girardot, 2014].

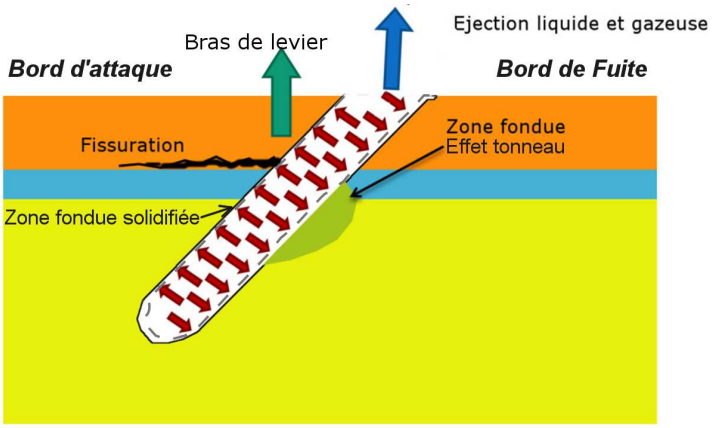



FIGURE 4.4 – Schéma de la pression d'éjection de la matière hors du trou (d'après[Girardot, 2010])

Dans le cas du perçage laser côté céramique, le volume de matière fondue et vaporisée dans les couches métalliques (substrat et sous-couche) est plus grand que dans la céramique (comme discuté dans le paragraphe 4.21 précédent). Cette dissymétrie de l'échauffement et du volume de matière fondu et vaporisé forme un décrochement entre les deux couches comme montré sur la figure 4.2. Ce manque de matière modifie l'éjection du métal liquide et gazeux hors du trou tant que le trou n'est pas débouchant. Cela provoque une pression supplémentaire sur la céramique lors de l'éjection de la matière.

#### 4.2.2.2 Modification des contraintes internes

Lors d'un perçage mécanique, la matière enlevée provoque nécessairement une redistribution des contraintes résiduelles pré-existantes dans la pièce. Dans le cas d'un perçage laser, le même phénomène se produit, mais la forte pression (de l'ordre de 1GPa sur une courte durée (inférieure à 1ms)) induite par la liquéfaction et la vaporisation de la matière (céramique et métallique) exerce des efforts de compression sur les parois du trou. Les parois du trou étant mises en compression par la pression de vapeur, les contraintes générées par cette mise en compression radiale conduiraient à des contraintes de traction perpendiculairement à la paroi du trou. Dans la direction longitudinale, des gradients de température entre la céramique et les couches métallique peuvent être à l'origine de contraintes thermiques. De plus, le liquide non éjecté hors du trou se solidifie sous forme d'un film plus ou moins épais le long des bords du trou. Cette partie solidifiée peut générer des contraintes de trempe longitudinales au bord du trou. Ces effets mécaniques induits d'origine thermique créent aussi des contraintes en traction dans la matière solidifiée. Enfin, l'augmentation locale de la température sans forcement un passage à l'état liquide provoque des écarts de dilatation entre les différents matériaux au cours du refroidissement. Ces écarts peuvent entrainer la génération de contraintes de cisaillement au niveau des interfaces.

Ces contraintes en cours de perçage peuvent modifier les contraintes résiduelles (relaxation des contraintes existantes, génération de nouvelles contraintes résiduelles) dans la matière, et ce à plus ou moins longue distance des bords du trou. Ces modifications de l'état mécanique en cours de perçage peuvent-elles affecter la fissuration et la propagation de la fissure à l'interface céramique/sous-couche ? Afin de commencer de répondre à ces questions, les profils des contraintes résiduelles sont mesurées après perçage (en bord de trou) et seront comparées à l'état initial pour évaluer l'influence réelle du perçage laser sur l'état des contraintes dans la matière (voir paragraphe 5.6, page 195).

### 4.2.3 Choix des conditions de perçage

Avant d'observer et d'analyser les phénomènes de fissuration à l'interface céramique/sous-couche, les conditions de perçage sélectionnées pour cette étude vont être spécifiées.

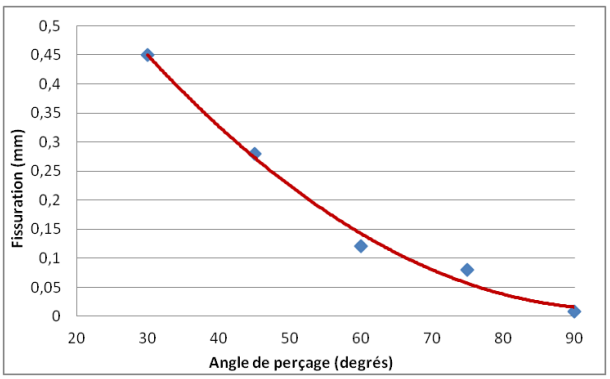



FIGURE 4.5 – Évolution de la longueur de fissure à l'interface sous-couche/céramique en fonction de l'angle de perçage mesurée pour un trou débouchant (20 impulsions), d'après les valeurs de H. K. Sezer[Sezer et al., 2006]

Des études ont montré que l'angle d'incidence avait une grande influence sur la taille de la fissure interfaciale. Ainsi, H.K.Sezer [Sezer et al., 2006] étudie la fissuration et l'épaisseur de zone fondue pour des essais de perçage à différents angles après 20 impulsions (trou débouchant et bords de trou nettoyés des scories par le grand nombre d'impulsions après débouchage) sur une barrière thermique plus fine que celle étudiée dans cette thèse. Il constate que pour un perçage à 90° par rapport à la surface, aucune fissure n'est visible en coupe au niveau des deux interfaces : entre la sous-couche et la céramique (SC/C) et entre le substrat et la sous-couche (S/SC). A 75°, une petite fissure (0,08 mm) commence à apparaitre, et la longueur mesurée de celle-ci augmente jusqu'à une incidence de 30° (angle minimal de l'étude) où la fissure atteint la longueur de $0,45mm$ qui n'est pas critique (selon les critères des constructeurs aéronautiques)

pour le fonctionnement d'une pièce de type chambre de combustion. L'ensemble des mesures réalisées dans cette étude sont rassemblées sur la figure 4.5 (on constate bien une relation directe entre la taille de la fissure et l'angle d'inclinaison avec une fissure d'autant plus prononcée que l'angle d'inclinaison est faible).

J. Girardot [Girardot, 2014] a lui aussi étudié l'influence de l'angle de perçage sur la fissuration sur une barrière thermique réalisée dans les même conditions que la barrière thermique dite "plasma référence" présentée dans le chapitre 3. La figure 4.6 montre l'évolution de la taille de fissure d'après les essais effectués dans notre étude pour des angles de 20° à 90° pour des trous complets après 8 impulsions. Les essais de cette thèse ont été réalisés avec le même laser que celles de J. Girardot [Girardot et al., 2013] et dans des conditions similaires (15 kW, 1ms par impulsion, perçage complet). Les valeurs de fissuration à l'interface céramique/sous-couche sont identiques pour nos deux études. Les valeurs obtenues sont toutefois beaucoup plus grandes que celles de H. K. Sezer [Sezer et al., 2006], mais la barrière thermique et les paramètres laser ne sont pas identiques, ce qui confirme l'importance des paramètres de réalisation de la barrière thermique et aussi des paramètres de perçage sur la fissuration. On peut cependant noter que les deux courbes de variation de la fissuration en fonction de l'angle de perçage suivent une loi puissance.

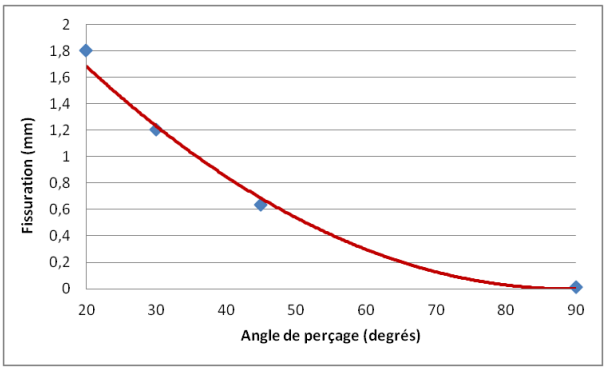



FIGURE 4.6 – Évolution de la longueur de fissure à l'interface sous-couche/céramique en fonction de l'angle de perçage après 8 impulsions de 1ms, 15kW chacune

Ce type d'allure traduit surtout une sensibilité extrême de la fissuration aux petits angles, ce qui rend l'étude de la fissuration en mode incliné très judicieuse pour détecter des comportements en fissuration différents, et si possible les améliorer. Cette relation entre l'angle de perçage et la fissuration interfaciale suit la même variation que celle de l'intensité du moment des forces exercées sur la céramique en fonction de l'angle de perçage [Girardot et al., 2013]. La fissuration interfaciale est liée à une force mécanique exercée sur la barrière thermique comme expliqué dans le chapitre 1.

Les angles et les fissures étudiées dans la suite de la thèse ne sont pas représentatives des conditions industrielles (moins sévères), mais l'objectif est de mieux comprendre les phénomènes et les étapes de génération et de propagation d'une fissure à l'interface sous-couche/céramique. L'angle le plus faible pouvant être obtenu avec les limites liées à l'encombrement du laser et l'accessibilité sur la pièce en position rasante est de 17°. Il s'agit d'une limite technologique. Des essais de perçage ont été réalisés pour ces positions extrêmes autour de 20° (entre 17° et 23° typiquement) pour vérifier si une légère variation d'angle autour de cette plage de cette valeur de 20° peut en effet agir drastiquement sur la fissuration (comme on pourrait s'y attendre d'après la figure 4.6).

Le graphique ci dessous montre l'évolution de la longueur de fissure à l'interface sous-couche/céramique en fonction du nombre d'impulsions sur une barrière thermique plasma référence pour des angles de perçage autour de 20°. Les valeurs sont obtenues par une moyenne sur deux échantillons percés de 4 trous chacun utilisant des essais de perçage interrompus.

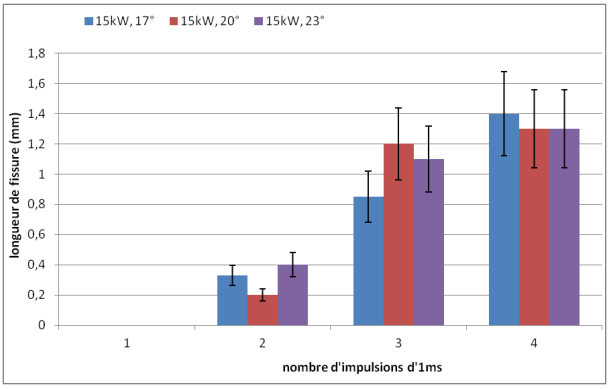



FIGURE 4.7 – Évolution de la longueur de fissure à l'interface sous-couche/céramique en fonction du nombre d'impulsions laser (de 1 à 4) de 1ms chacune

Pour les angles autour de 20°, on peut constater qu'une variation de l'angle de perçage de 3° a une influence sur la fissuration (variation de 0,3mm de la longueur de fissure), mais les variations de valeurs et l'incertitude associée (pour un même paramètre) sont trop grandes pour pouvoir déterminer de manière certaine l'influence de l'angle sur la fissuration pour des angles aussi sévères. Les écarts-type sont d'autant plus grand que la fissure est grande. Cet histogramme montre aussi que la taille de fissure n'est pas proportionnel au nombre d'impulsions laser. Ceci justifie l'importance d'observer après chaque impulsion indépendamment pour déterminer les phénomènes liés à la génération et la propagation de cette fissure. Le choix a été fait dans cette thèse de ne pas travailler à 20 impulsions, mais de comparer les toutes premières impulsions menant à la génération de la fissure, on ne peut donc pas comparer ces résultats à ceux de la littérature.

Par la suite, l'angle de 20° (angle très sévère) a été sélectionné pour réaliser les perçages inclinés. Par rapport aux angles moins sévères (30° ou plus), il permet d'obtenir une fissure au moins deux fois plus grande et les différences peu signifiantes des angles faibles (entre 17 et 23°) ne sont pas suffisantes pour justifier le choix d'un angle plus critique .

### 4.2.4 Caractéristiques du perçage à l'aide de la méthode "DODO" modifiée

L'objectif de l'utilisation d'une caméra rapide est l'observation de la formation d'un trou en cours de perçage. De plus, il est intéressant de vérifier s'il y a des différences entre un perçage à 90° et un perçage incliné. Avant de pouvoir faire ces observations, il est nécessaire de vérifier la représentativité d'un tel essai par rapport à un perçage conventionnel en pleine matière.

Le perçage par laser impulsionnel peut être caractérisé par plusieurs paramètres notamment la vitesse de perçage, la vitesse d'éjection de gaz et de liquide, la profondeur percée par impulsion et le diamètre du trou obtenu. Ce paragraphe est consacré à l'étude de la vitesse de perçage, du diamètre final du trou et de la profondeur percée en observant des trous en cours de perçage et après préparation métallographique (en coupe médiane). L'objectif est de pouvoir comparer ces valeurs à celles obtenues sur des perçages conventionnels.

Les thèses de M. Schneider et de M. Mostafa décrivent les éjections de gaz et de liquide observées par caméra rapide [Schneider, 2006][Mostafa, 2011]. Ils présentent l'utilisation d'une caméra rapide (100 000 images/seconde) pour filmer l'éjection de matière liquide et gazeuse à l'extérieur du trou en cours de perçage (à 90° ou incliné) pour des matériaux non revêtus. Cette méthode n'a pas été étudiée dans la littérature sur des matériaux revêtus.

Pour permettre l'observation et l'analyse de la formation d'un trou et de l'éjection de la matière hors du trou, une caméra rapide Photron Fastcam a été utilisée avec une fréquence de 100 000 images par seconde et une résolution de 128 × 80 pixels (référence et description de la caméra en annexe 1). Un enregistrement sous forme de film contenant l'impulsion complète de $1ms$ est composé de 180 images afin d'avoir des images avant, pendant et après une impulsion laser.

Dans cette thèse, l'influence de chaque impulsion laser sur la formation du trou et la modification de matière a été étudiée. Dans ce cadre, des observations ont été réalisées après une et deux impulsions laser pour une sélection de paramètres de perçage, même si ce nombre d'impulsions ne permet pas de percer complètement le matériau. La puissance crête étant un paramètre important, plusieurs puissances crêtes ont été sélectionnées : elles varient de 8 à 18kW (8kW, 10kW, 12kW, 15kW et 18kW) pour des essais à 90° et à 20°. Pour les essais à 90°, la première impulsion traverse les deux dépôts quelque soit le paramètre choisi. Pour les perçages inclinés, à 8kW, la première impulsion affecte seulement la céramique tandis qu'à 18kW, celle-ci permet de percer entièrement la céramique, la sous-couche et atteint une partie du superalliage.

Le principal objectif de cette thèse est de faire varier l'architecture d'interface et d'étudier son influence sur la fissuration interfaciale. Pour arriver à cet objectif principal, il est nécessaire de bien choisir les paramètres de perçage. L'objectif du paragraphe suivant est donc d'étudier l'influence des paramètres de perçage pour chaque impulsion laser de manière à générer le moins de modification de matière pouvant engendrer de la fissuration à l'interface céramique/sous-couche. Les essais de perçages laser étudiés dans les paragraphes suivants ont été réalisés en collaboration avec les laboratoire PIMM et Mathieu Schneider.

#### 4.2.4.1 Méthode "DODO" modifiée pour les barrières thermiques

**Méthode expérimentale**

La méthode utilisée est une adaptation de la méthode dite "DODO" introduite par M. Schneider [Schneider, 2006] [Schneider et al., 2010] puis réutilisée et modifiée par N. Revuz [Revuz, 2010] sur des métaux non revêtus. Cette méthode consiste à percer dans le plan de séparation entre deux plaques accolées d'un même matériau massif et homogène (comme un superalliage par exemple) comme indiqué sur le schéma de la figure 4.8.

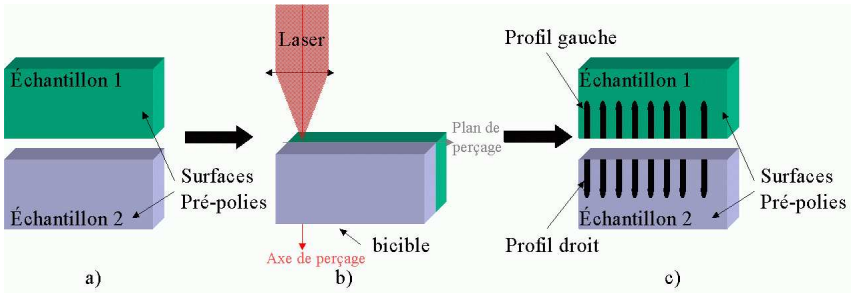



FIGURE 4.8 – Description du montage de perçage de la méthode DODO [Schneider, 2006]. a) Préparation des échantillons par polissage d'une face. b) Perçage à l'interface entre les deux matériaux. c) Observation directe des deux échantillons

Cette méthode présente l'avantage de visualiser directement un demi trou en s'affranchissant des problèmes de coupe micrographique et de polissage après perçage. A l'origine, cette méthode était réalisée à l'interface entre deux métaux identiques et non revêtus. L'adaptation de N. Revuz consistait à remplacer une des moitié à percer par une plaque de verre afin de visualiser un superalliage en cours de perçage. En modifiant ainsi la méthode DODO originelle, la thermique du perçage est modifiée (en effet, le verre est transparent à la longueur d'onde du laser Nd-YAG, la plaque de verre n'est donc pas fondue par le laser et modifie la thermique à l'interface verre/superalliage. N. Revuz a toutefois montré que les résultats obtenus par le perçage à l'interface verre/superalliage sont semblables d'un point de vue morphologique à ceux obtenus par un perçage en pleine matière.

Une adaptation de cette méthode développée pour percer des matériaux homogènes a été développée en vue de percer une barrière thermique. Dans ce cas, le matériau multicouche est collé (côté substrat) sur un support avec de la colle cyanoacrylate. L'ensemble est ensuite poli jusqu'au drap diamant $1\mu m$ pour que la face avant du support soit parfaitement plane et alignée avec la face du système barrière thermique.

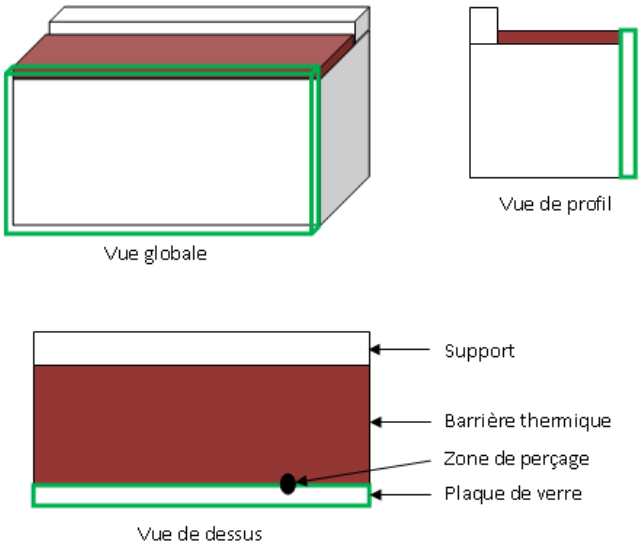



FIGURE 4.9 – Illustration de l'assemblage de la plaque de verre et du matériau à percer pour la méthode DODO modifiée.

Le schéma de l'assemblage verre + montage support / système barrière thermique est montré dans la figure 4.9. La céramique est positionnée sur le dessus et le superalliage est en contact avec le support. La planéité du métal et de la céramique en contact avec le verre est assuré par le polissage à 1µm.

Afin de maintenir fermement la plaque de verre au contact du montage, un étau a été utilisé. La pression exercée par l'étau aide à enlever l'air pouvant subsister entre la plaque de verre et l'échantillon. Afin de visualiser le perçage, le haut de l'échantillon est maintenu hors de l'étau (sur 1,5 mm environ).

La zone non maintenue par l'étau ne doit pas dépasser 1,5mm. Le risque de laisser une zone non maintenue trop grande est la création d'un écart entre la plaque de verre et la barrière thermique, ce qui rendrait le perçage non similaire à un perçage traditionnel car la matière liquide et gazeuse s'écoulerait par cet interstice.

Des essais de faisabilité ont été réalisés en perçant l'échantillon perpendiculairement à la surface de ce dernier (angle de perçage : 90°). L'échantillon a ensuite été incliné afin d'obtenir un angle de perçage de 20°. Une vue d'ensemble d'un échantillon avec des trous percés à 90° et à 20° par cette méthode est montré dans la figure 4.10.

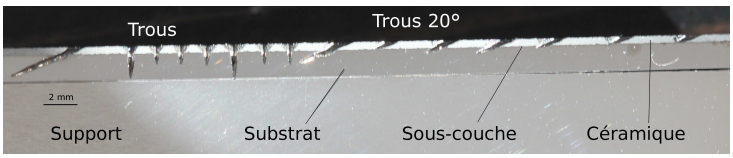
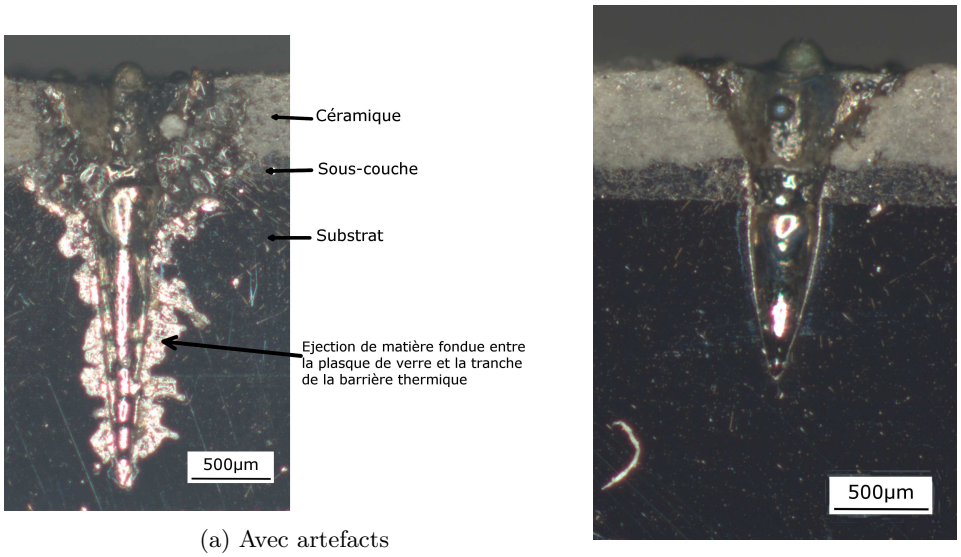



FIGURE 4.10 – Photos du support et de la barrière thermique percée selon la méthode DODO modifiée

La limite majeure et très importante de ces essais est la présence du verre sur la moitié de la zone à percer qui modifie l'homogénéité de l'absorption du laser par le matériau sur un demi-cercle. La fusion, la vaporisation et l'éjection de matière se produisent donc de manière dissymétrique [Revuz, 2010].

D'après ces essais préliminaires, l'observation des deux parties montre bien que le verre n'a pas été fondu ni vaporisé par le faisceau laser. Néanmoins, la chaleur transmise par conduction lors de la fusion et la vaporisation du métal et de la céramique provoque une légère fusion du verre durant le perçage. L'énergie dissipée par la fusion du verre et la dissymétrie géométrique du perçage conduisent à un trou laser moins profond et de diamètre inférieur à celui d'un perçage conventionnel ou celui que donnerait la méthode DODO sans plaque de verre (cette méthode n'a toutefois pas été testée sur des matériaux non massifs). Par ailleurs, pour certains échantillons, la plaque de verre n'était pas assez bien maintenue contre le métal et cela a provoqué une éjection de métal liquide sur les bords latéraux du trou et non par

le sommet du trou (la figure 4.11 présente ce défaut). Environ 1/3 des essais n'ont pas été exploités pour cette raison.




(a) Avec artefacts

(b) Sans artefacts

FIGURE 4.11 – Illustration des artefacts obtenus lorsque la plaque de verre n'est pas assez bien maintenue au contact de l'échantillon

**Phénoménologie du perçage laser hémi-cylindrique**

Les enregistrements des vues optiques réalisés à travers la plaque de verre durant le perçage laser d'un trou hémi-cylindrique permettent de visualiser l'environnement d'éjection de matière pendant la formation du trou au travers des trois couches. La figure 4.12 décrit les différentes zones observées durant le perçage d'un trou à 90° et à 20° .

- La zone contrastée en blanc, en dessous de la surface de l'échantillon, correspond à la matière en fusion. Cette zone est d'une luminosité très intense, ce qui rend les contours du trou peu contrasté. Cette luminosité est liée à la température de la matière liquide et gazeuse. Une meilleure précision aurait pu être apportée par une plus grande résolution d'image (12 pixels/mm pour les images réalisées dans cette thèse), mais cette résolution est suffisante pour observer la formation du trou et déterminer la vitesse de perçage.
- L'onde de choc formée par l'éjection de gaz est visible au-dessus de la surface de l'échantillon. M. Schneider [Schneider, 2006] décrit cette onde de choc comme étant la résultante de la détente supersonique de la vapeur formée par la sublimation de la matière. La localisation de l'onde de choc est constante par rapport à la surface de l'échantillon.
- Le gaz formé est propulsé hors du trou perpendiculairement à la surface de l'échantillon percé à 90°. Dans le cas des trous inclinés à 20°, le gaz est également éjecté perpendiculairement à la surface de l'échantillon au début du perçage, puis l'éjection gazeuse se redresse en direction de l'axe de perçage sous l'effet du gaz d'assistance.
- La matière liquide est éjectée hors du trou en périphérie de la phase gazeuse. La matière liquide éjectée est visible sous forme de particules liquides. Ces particules qui refroidissent très vite sont difficiles à détecter car elles sont moins lumineuses que la matière liquide dans le trou. La vitesse de refroidissement de la matière liquide dans le trou a été estimée à $215.10^3 K \cdot s^{-1}$ par J. Girardot [Girardot, 2014]. La vitesse de refroidissement des particules liquide hors du trou est du même ordre de grandeur que celle du liquide dans le trou. Pour pouvoir observer ces particules liquides, il est possible d'appliquer un filtre devant la caméra, mais ce filtre réduit la luminosité de la phase gazeuse, empêchant de visualiser l'onde de choc et la direction d'éjection des gaz.

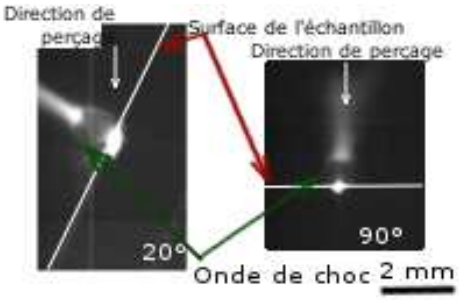



FIGURE 4.12 – Description de la formation d'un trou par perçage laser

A partir des clichés enregistrés, il n'a pas été possible de distinguer une signature lumineuse particulière (luminosité/forme) quand le perçage opère le passage de la céramique au métal. Toutefois, ces résultats ont été comparés à ceux obtenus par M. Schneider [Schneider et al., 2010] sur le même alliage nu et sans le verre. Il en ressort que l'onde de choc est similaire du point de vue de la forme et de la taille pour les deux essais (environ 1,5 mm). De plus, les éjections liquides et gazeuses sont orientées de la même manière.

#### 4.2.4.2 Vitesse de perçage pulse à pulse

La vitesse de perçage peut être mesurée par deux méthodes :

- La vitesse moyenne peut être déterminée à partir la profondeur percée mesurée après la fin de l'impulsion laser (en coupe métallographique ou avec la méthode dite "DODO" modifiée). La vitesse est déterminée par le rapport de la profondeur percée sur la durée d'impulsion.
- La vitesse instantanée peut être estimée en cours de perçage grâce à l'utilisation de la méthode décrite ci-dessus. La caméra rapide utilisée permet d'observer le trou en formation (à travers la plaque de verre) et donc de mesurer la profondeur percée en cours de perçage. On peut alors apprécier la variation de la vitesse de perçage durant une impulsion. De plus, la détermination de la vitesse instantanée doit permettre d'estimer la différence de la vitesse de perçage dans la céramique et celle dans le superalliage.

La vitesse de perçage a été déterminée par les deux méthodes et les résultats ont été comparés pour vérifier la cohérence des résultats. La caméra rapide permet d'obtenir une image toutes les 0,01 ms. Pour la mesure de la vitesse en cours de perçage, un relevé de profondeur a été effectué par analyse d'image toutes les dix images sauf pour le début de perçage (correspondant au perçage de la céramique) où une mesure a été réalisée toutes les deux images. Les figures 4.13 et 4.14 montrent la formation d'un trou à 90° et à 20° (première impulsion laser d'une milliseconde) pour l'échantillon plasma de référence. La figure 4.15 présente la formation d'un trou lors de la deuxième impulsion laser à 20°.

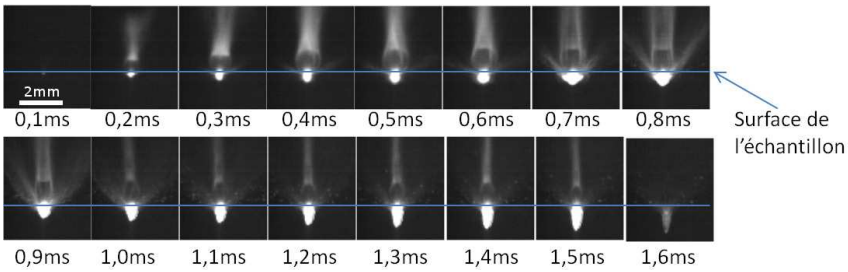



FIGURE 4.13 – Formation d'un trou percé à 90° par une impulsion laser de 15kW de puissance crête et d'une durée 1,5ms

La vitesse de perçage de la céramique a été mesurée à environ $12,0$ m.s$^{-1}$ contre environ $1,2$ m.s$^{-1}$ pour la couche de NiCrAlY et le substrat (Haynes 188) (pour un perçage à 15 kW). La vitesse moyenne mesurée est donc de $2,0$ m.s$^{-1}$. L'erreur de mesure liée à la résolution de l'image est de $\pm$ 40 µm. Si on compare cette valeur à la vitesse de perçage laser qui a été calculée à $2,5$ m.s$^{-1}$ par M. Schneider dans

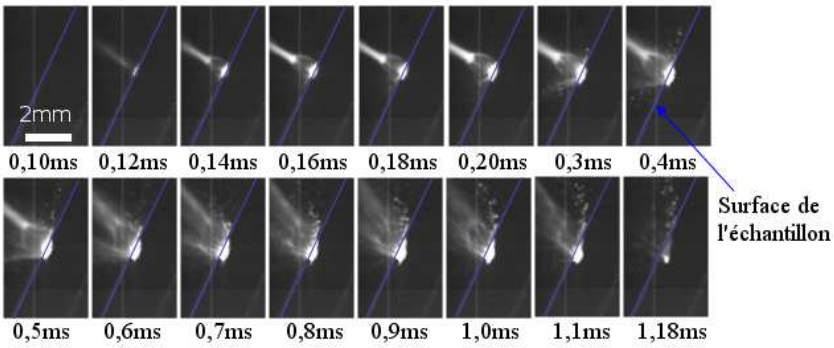



FIGURE 4.14 – Formation d'un trou percé à 20° par la première impulsion laser de 15kW de puissance crête et d'une durée 1ms

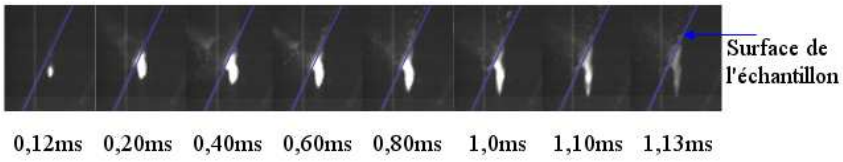



FIGURE 4.15 – Formation d'un trou percé à 20° par la deuxième impulsion laser

le cas d'un superalliage base nickel, on constate que la vitesse de perçage est un peu plus faible dans notre essai, mais reste du même ordre de grandeur. Cette diminution de la vitesse de perçage mesurée est en partie due à la perte d'énergie dans le verre et à la configuration hemi-cylindrique du perçage. Par conséquent, on confirme que de telles expériences ne peuvent pas être strictement considérées comme représentatives du perçage laser réel d'une barrière thermique.

Les images des figures 4.13 et 4.14 montrent des différences dans le panache gazeux et le liquide éjecté. Dans le cas du perçage à 90°, l'onde de choc est visible toute la durée de l'impulsion laser, tandis que pour le cas à 20°, l'onde de choc est masquée par les éjections de liquide à partir de 0,5ms de perçage. De plus, la matière liquide et gazeuse est éjectée perpendiculairement à la surface bien que la direction de perçage soit inclinée à 20°.

Lors de la deuxième impulsion à 20°, on se rend compte que la formation du trou n'est pas symétrique : en effet, l'effet tonneau, induisant une fusion plus importante de la matière métallique côté bord de fuite est visible. On constate sur les vidéos, que cet effet tonneau se produit le long de l'axe suivi par la matière éjectée.

#### 4.2.4.3 Profondeur percée

La profondeur percée est reliée à la vitesse de perçage et à la durée d'impulsion. La figure 4.16 montre l'évolution de la profondeur percée en fonction du temps de perçage (pour une impulsion laser) pour trois puissances crêtes : 8, 10 et 15kW avec un angle de 90°. La figure 4.17 donne cette évolution pour deux puissances crêtes : 10 et 18kW avec un angle de 20°.

Pour les perçages à 90°, la vitesse de perçage dans la céramique est de 12m.s$^{-1}$ pour le perçage à 15kW et de 6,4m.s$^{-1}$ pour les perçage à 10 et 8kW La céramique ne mesurant que 0,5 mm, cette épaisseur n'est peut être pas suffisante pour provoquer une différence notable entre les puissances crêtes de 8 et 10kW. La vitesse de perçage du métal est également constante durant toute l'impulsion laser, quelque soit la puissance choisie. Toutefois, la vitesse augmente avec la puissance : 1,24m.s$^{-1}$ pour le perçage avec une puissance de 15kW contre 0,94m.s$^{-1}$ pour le perçage avec une puissance de 8kW.

Pour les perçages à 20°, la même variation de la vitesse de perçage est constatée entre la céramique et le métal. La vitesse de perçage est rapide dans la céramique : 7,7m.s$^{-1}$ pour le perçage à 18kW et 5,9m.s$^{-1}$ pour le perçage à 10kW, avec toutefois un ralentissement par rapport au perçage à 90° (0,4m.s$^{-1}$ de moins pour une vitesse de 10kW). Puis stabilité de la vitesse de perçage dans le superalliage. Il aurait été

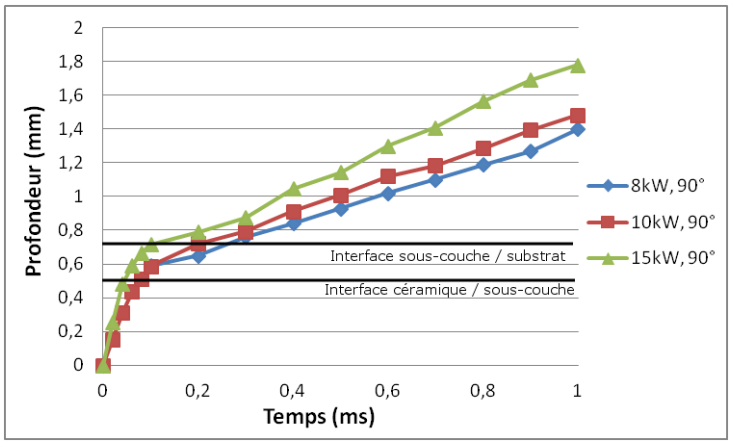



FIGURE 4.16 – Évolution de la profondeur percée à 90° par rapport à la surface en fonction du temps pour trois puissances crêtes (8, 10 et 15kW).

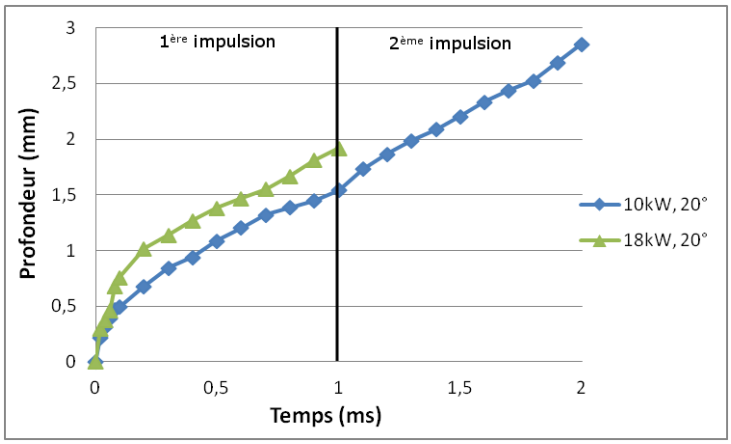



FIGURE 4.17 – Évolution de la profondeur percée à 20° par rapport à la surface en fonction du temps pour deux puissances crêtes avec une durée d'impulsion de 1ms

intéressant de faire la même expérience sans la couche de céramique pour vérifier si la variation de vitesse observée en début de perçage correspond au changement de matériau ou aussi à la phase d'initiation du perçage. La vitesse de perçage dans le superalliage augmente avec la puissance crête du laser : 1,1m.s$^{-1}$ pour le perçage avec une puissance de 10kW contre 2,3m.s$^{-1}$ pour le perçage avec une puissance de 18kW. Lors de la deuxième impulsion laser, on constate une vitesse de perçage plus élevée pendant l'initiation (0,2ms) puis la vitesse se stabilise. La vitesse de perçage du deuxième pulse est identique à celle du premier pulse.

On mesure des profondeurs percées sur des échantillons complets (Mesures réalisées après 1 impulsion laser car la deuxième impulsion traverse complètement l'échantillon à 90°) afin de vérifier que cette expérience de mesure par imagerie combinée à la méthode DODO modifiée est représentative de valeurs réelles. Les résultats de ces mesures sont donnés dans les tableaux 4.2 et 4.3. L'erreur commise lors des mesures sur les séries de clichés par caméra est de l'ordre de ±40µm. L'erreur commise lors de mesures au microscope optique est de l'ordre de ±10µm.

On constate un écart entre les valeurs mesurées (après une impulsion laser) par la caméra rapide avec celles mesurées sur les barrières thermiques percées selon la méthode DODO modifiée (observation au microscope) et celles mesurées après perçage en pleine matière et polissage de celui-ci (méthode classique). Les mesures effectuées par la caméra rapide montre une profondeur plus faible que la profondeur réelle mesurée au microscope (environ 50 µm). Cela est dû à la délimitation de la zone lumineuse détectée par la caméra. Cette luminescence correspond à la matière liquide qui est éjectée. De plus, une différence

| Méthode | Caméra | 1/2 trou | Méthode classique |
|---|---|---|---|
| 8kW | 1,4 mm | 1,42 mm | |
| 10kW | 1,48 mm | 1,53 mm | 1,62 mm |
| 15kW | 1,75 mm | 1,70 mm | 1,82 mm |

Tableau 4.2 – Tableau comparatif de la profondeur percée à 90° après une impulsion laser par la méthode du trou hemi-cylindrique et par la méthode classique (coupe métallographique)

de profondeur d'environ 100 µm est constatée entre la profondeur mesurée sur le demi trou obtenu par la méthode DODO modifiée et celle mesurée par métallographie en coupe après perçage en pleine matière. Cette différence est cohérente avec la dispersion d'énergie à travers le verre. Il est évident que la présence d'un matériau transparent au faisceau laser tel que la plaque de verre modifie la phénoménologie du perçage. Dans la méthode DODO traditionnelle, les deux parties de la matière à percer absorbent la même quantité d'énergie et se subliment en même temps. Dans l'adaptation présentée ici, le verre n'absorbe pas le rayonnement du faisceau. La matière en cours de perçage est refroidie par la présence d'une interface matière liquide/verre. Le verre absorbe donc une partie de la chaleur liée à l'échauffement de la matière. La quantité d'énergie perdue est assez difficile à quantifier et n'a pas été appréhendée plus précisément ici.

Cependant, même si les essais de perçage à 90° réalisés avec la méthode DODO modifiée ont montré des différences par rapport aux essais classiques, les résultats obtenus indiquent que la phénoménologie du perçage est similaire (onde de choc, direction d'éjection de la matière). Surtout, on constate que les mesures dimensionnelles faites sont en très bon accord et appuient les résultats de vitesse instantanée de perçage avec changement de régime entre la céramique et les métaux. Des essais complémentaires ont été réalisés sur des perçages à 20°. Le tableau 4.3 résume les profondeurs percées mesurées avec la méthode DODO modifiée et celles mesurées avec la méthode classique pour une et plusieurs impulsions laser. Les essais à 18kW n'ont pas été réalisés pour plusieurs impulsions, car on s'intéresse surtout à l'effet de la première impulsion et à la transition entre la céramique et le métal (ayant lieu dès la première impulsion pour le perçage avec une puissance crête de 18kW)

| Méthode | DODO modifiée | | | Classique | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Nombre d'impulsions | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| 10kW | 1,54 mm | 2,72 mm | 3,81 mm | 1,8 mm | 3,6 mm | 5,8 mm |
| 15kW | 1,69 mm | 3,05 mm | 4,13 mm | 1,85 mm | 4,01 mm | 6,7 mm |
| 18kW | 1,92 mm | 3,56 mm | | 1,96 mm | | |

Tableau 4.3 – Tableau comparatif de la profondeur percée par la méthode du demi trou et par la méthode classique. Mesures réalisées après 1, 2 et 3 impulsions laser à 20°

Les écarts de mesure de profondeur percée entre les trous à 20° percés avec la méthode DODO modifiée et avec la méthode classique sont en revanche très grands : 0,26 mm maximum pour la première impulsion, 1,0 mm maximum pour la deuxième impulsion et 2,6 mm maximum pour la troisième impulsion avec les trous "réels" plus profonds que les demi-trous. Ceci confirme que la méthode DODO modifiée sous-estime le rendement de perçage et que le perçage à 20° est plus sensible aux pertes d'énergie à cause du verre que celui à 90°. Ces résultats indiquent sans ambiguïté que la profondeur percée obtenue par la méthode DODO modifiée n'est pas représentative du perçage laser du système barrière thermique à 20°.

La profondeur percée n'étant pas le seul paramètre caractéristique du perçage laser, la forme des trous a aussi été analysée.

#### 4.2.4.4 Forme des trous

La forme des trous est un deuxième moyen d'apprécier la portée et les limites de la méthode DODO modifiée pour décrire les caractéristiques d'un trou et les modifications engendrées par le perçage. Pour

cela, le diamètre des trous du côté de la céramique a été mesuré avec un microscope optique. La mesure a été réalisée selon une droite positionnée au niveau de la surface de la céramique. Les altérations de la forme du trou dues à la présence de la plaque de verre dans la méthode DODO modifiée ne sont pas prises en compte dans ces mesures. La position de la mesure pour la première impulsion est donnée dans les figures 4.18 (DODO modifiée à 90°) et 4.19 (DODO modifiée à 20°). Les résultats obtenus sont donnés dans la figure 4.20.

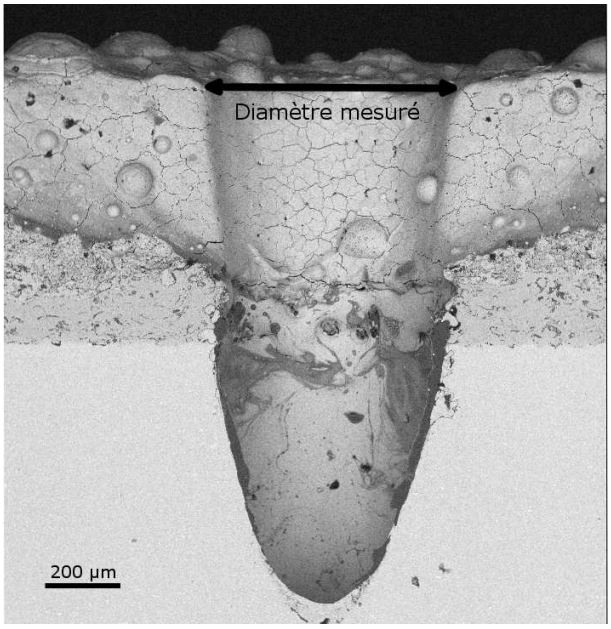



FIGURE 4.18 – Image MEB d'un trou à 90° réalisé par la méthode DODO modifiée

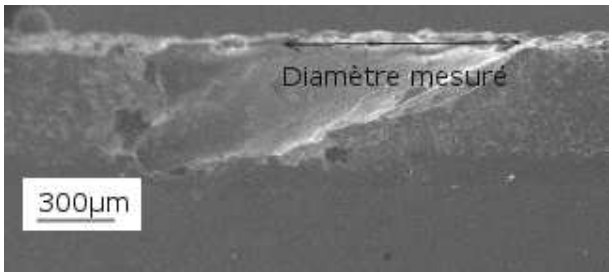
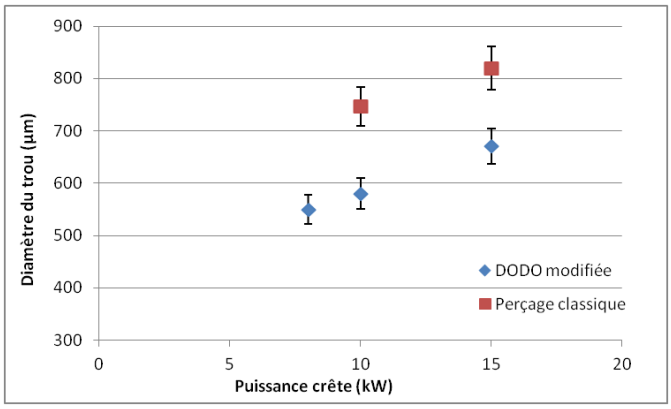


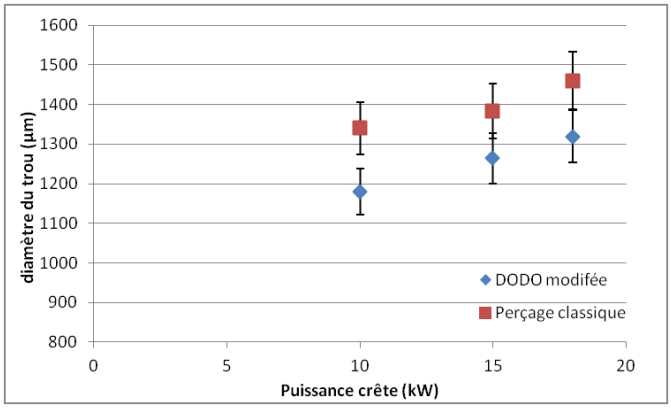

FIGURE 4.19 – Image MEB d'un trou à 20° réalisé par la méthode DODO modifiée

Comme pour la profondeur des trous, la matière enlevée lors de la première impulsion est moins importante dans le cas de la méthode DODO modifiée. En effet, le diamètre supérieur des trous percés par cette méthode est inférieur à celui mesuré sur un trou percé en pleine matière. La différence de diamètre est d'environ $200\mu m$. Cette différence est proportionnelle au diamètre des trous (diamètre pour le trou percé à 90° et grand axe de l'ellipse pour le trou percé à 20°). Toutefois, la morphologie du trou semble similaire pour les deux méthodes. La perte d'énergie dans le verre réduirait juste les dimensions du trou sans modifier la forme globale du trou.

Ces figures montrent aussi l'influence de la puissance crête sur le diamètre des trous. Plus la puissance crête augmente, plus le diamètre d'entrée augmente. Cette variation est linéaire pour les essais de perçage avec la méthode DODO modifée dans la plage de puissance étudiée aussi bien pour les trous à 90° que pour les trous à 20°. Toutefois, la variation de diamètre pour les perçages en pleine matière semble être plus grande pour les fortes puissances que pour les faibles puissances (90 µm de différence à 15 kW contre seulement 70 à 10 kW pour les perçages à 90° et respectivement 120 µm à 15 kW et 160 µm à 10 kW pour les perçages à 20°). Ainsi, pour les perçages en pleine matière, la variation de diamètre n'est pas




(a) 90°




(b) 20°

FIGURE 4.20 – Diamètres de trous percés sur barrière thermique en fonction de la puissance crête du laser

proportionnelle à la puissance crête. Cette observation, déjà constatée par [Yeo et al., 1994] est aussi valable pour les matériaux revêtus.

Des observations au MEB permettent de visualiser les caractéristiques des trous percés avec la méthode DODO modifiée. La figure 4.18 donne une vue d'ensemble d'un trou percé à 90° par une impulsion laser. Le trou est beaucoup plus évasé au niveau de la céramique par rapport à un trou percé en pleine matière. Cette zone évasée est présente au niveau de la zone de contact avec la plaque de verre. Elle mesure au maximum 100 µm de profondeur, soit 1/4 du rayon du trou. Cela indique donc que l'interaction laser matière est surtout modifiée au niveau de la céramique et près du verre. Ces effets n'ayant pas été observés sur la méthode DODO originale ou sur la méthode modifiée sur superalliage seul, on peut considérer que la présence de céramique est la cause de cet évasement. Après perçage, on constate sur la plaque de verre une marque fondue de la forme exacte du trou percé dans l'échantillon. Si seule la température atteinte par le verre était à l'origine de l'évasement au niveau de la céramique, ce même effet serait constaté au niveau du métal. On peut alors supposer que la présence de porosité ouverte en contact avec la plaque de verre perturbe la fusion et l'éjection de matière peut être à l'origine de cet effet.

Des échantillons percés à 20° par la méthode DODO modifiée ont aussi été observé au MEB pour étudier la forme du trou. La figure 4.19 présente un trou percé par cette méthode après une impulsion laser. Une zone évasée au niveau de la céramique et aussi visible sur ces trous à 20°, mais est moins large que pour les trous à 90° (environ 500 µm pour le trou à 20° contre 900 µm pour le trou à 90°). De plus, pour les trous à 20°, la zone évasée n'est présente que du côté bord de fuite. La forme des trous à 20° est similaire à celle d'un trou percé en pleine matière au niveau du bord de fuite et une partie évasée atteignant 500 µm de long à la surface de l'échantillon est présente au niveau de la céramique sur le bord d'attaque.

Cet essai ne peut donc pas être considéré comme représentatif d'un trou percé en pleine matière.

Néanmoins, si les valeurs mesurées par cette méthode sont sous-estimées par rapport à un perçage traditionnel, la physique du perçage est respectée et les modifications de matière observés sur les côtés du trou sont similaires à ceux d'un perçage classique.

## 4.3 Fissuration et modifications en bord de trou

Cette partie a pour but de décrire les observations des différentes modifications de matière en bord de trou tels que les zones fondues, les défauts de manque de matière et la fissuration (aux interfaces et en bord de trou). Pour cela, des perçages pulses à pulses sont analysés, permettant d'évaluer ces modifications au cours du perçage et après perçage débouchant. Cette technique sera adoptée pour les trous percés à 90° et à 20°. Les analyses sont réalisées sur des trous percés par la méthode DODO modifiée ainsi que par la méthode classique. Ces deux méthodes sont ainsi comparées. La méthode DODO modifiée ayant pour avantage principal la visualisation en profondeur des parois latérales du trou tandis que la méthode classique permet d'étudier les trous sans les artefacts présentés dans le paragraphe précédent.

La fissure à l'interface céramique /sous-couche se propage en volume, comme cela a été observé par J. Girardot [Girardot, 2010] selon une rupture cohésive. Il a mis en évidence expérimentalement la forme elliptique de la fissure, localisée au niveau du bord d'attaque du trou, le grand axe de la fissure étant situé selon le grand axe du trou (lui même de forme elliptique) percé par laser. Pour mesurer le chemin de la fissure en volume, des méthodes non destructives à savoir la tomographie X et la laminographie X ont été développées et employées dans cette thèse.

### 4.3.1 Analyse des trous percés à 90°

Les trous de refroidissement percés dans le domaine aéronautique sont majoritairement inclinés. Mais pour comprendre la modification de matière, il est utile d'étudier des trous percés à 90°. Cela permet de s'affranchir de l'angle favorisant un effet dissymétrique lors de l'éjection de gaz et de liquide sur la céramique du côté du "bord de fuite".

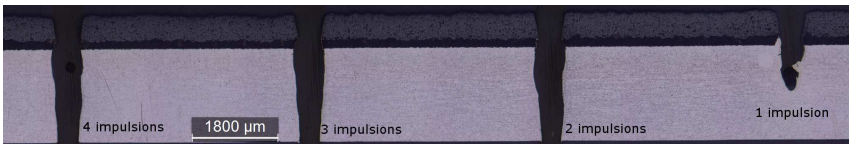



FIGURE 4.21 – Coupe micrographique de trous formés de 1 à 4 impulsions, percés à 90° (puissance crête de 15kW et 1ms par impulsion)

La figure 4.21 présente un échantillon percé de quatre trous avec un nombre d'impulsions variant de 1 à 4. Il faut deux impulsions laser avec une puissance crête de 15kW pour percer complètement la matière. Dans le suite de ce paragraphe, seules les deux premières impulsions sont décrites.

#### 4.3.1.1 Caractéristiques d'un trou percé à 90° après une impulsion laser

**Morphologie du trou obtenu**

Une impulsion laser à 15 kW de puissance crête permet de percer environ 1,8 mm dans le système barrière thermique (zircone yttriée + NiCrAlY + substrat) en 1 ms. Durant l'impulsion, la matière liquide et gazeuse est éjectée hors du trou parallèlement à l'axe de perçage. La figure 4.22 montre une vue en coupe micrographique (avec attaque chimique) d'un trou percé après une impulsion laser.

Comme l'a décrit J. Giradot [Girardot, 2014] grâce à une simulation du perçage laser sur métal massif, l'éjection du liquide par l'entrée du trou provoque un élargissement du diamètre du trou proche de la surface que l'on constate ici. Cet élargissement s'explique par un transfert de chaleur de la matière liquide aux parois du trou par convection. Le diamètre du trou est donc supérieur au diamètre du faisceau laser. On observe sur les échantillons revêtus ce même phénomène d'élargissement en entrée du trou, mais dans la céramique (le phénomène est indépendant du matériau).

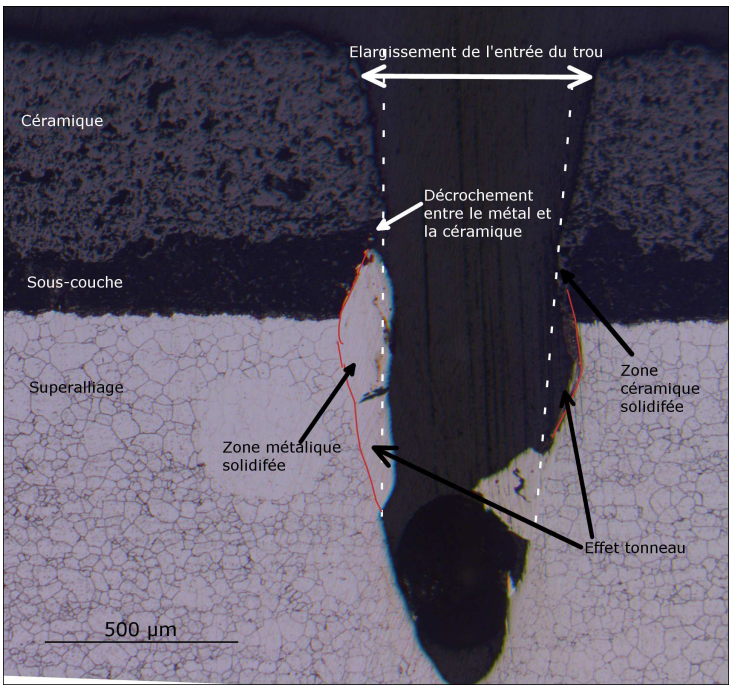



FIGURE 4.22 – Coupe micrographique d'un trou percé par une impulsion de 15kW (90°, 1ms)

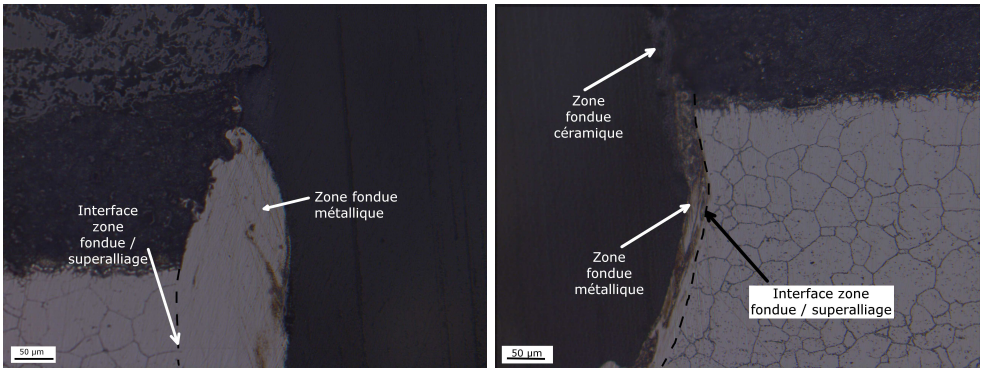
Le fond du trou à une forme arrondie, ce qui est cohérent pour un perçage avec une puissance crête supérieure à 7 kW. Le profil du bord du trou au niveau de la céramique est conique. Cette conicité est directement liée au phénomène d'élargissement du trou au niveau du diamètre d'entrée.

Un décrochement est visible dans le métal, il correspond à une augmentation de diamètre du trou, en dessous de la céramique. Cela est du à une une fusion plus importante du métal par rapport à la céramique, en relation avec les propriétés thermiques et optiques différentes de la céramique et des métaux. Ce décrochement n'est pas observé sur la partie droite du trou de la figure 4.22 car il est rebouché par de la céramique solidifiée (qui n'a pas pu être éjectée). Ce décrochement provoque une augmentation du diamètre du trou de 50 à 100 µm dans le métal par rapport à la partie inférieure de la céramique. En dessous de ce décrochement, un manque de matière est présent jusqu'à une profondeur de 500 µm dans le métal. K. Voisey [Voisey and Clyne, 2004] montre une discontinuité du champ de température entre la céramique et la sous-couche (environ 400 K) sur les bords du trou lors du perçage laser d'un système barrière thermique. Cette variation de température est liée à l'absorption différente du faisceau laser par les différents matériaux. Couplée à la réflexion du faisceau laser sur les parois, elle provoque une plus grande fusion de métal sous la couche de céramique appelé "effet tonneau". Cette cavité en forme de bulbe n'est pas forcément symétrique même pour un trou à 90° du fait des réflexions du laser sur la vapeur, le liquide et les parois du trou. De plus, ce bulbe peut recueillir ou piéger facilement la matière fondue qui se solidifie à cet endroit (avec des champs thermiques de refroidissement différents car associés à un plus grand volume de matière liquide) comme on peut le voir sur la figure 4.22 avec le remplissage du bulbe par du métal sur la partie gauche. Cette discontinuité de température et de diamètre pourrait contribuer notablement à la formation et la propagation d'une fissure juste à l'interface céramique/sous-couche car la matière liquide éjectée hors du trou pousse sur la céramique au niveau du décrochement et la différence de température peut générer des contraintes au niveau de l'interface.

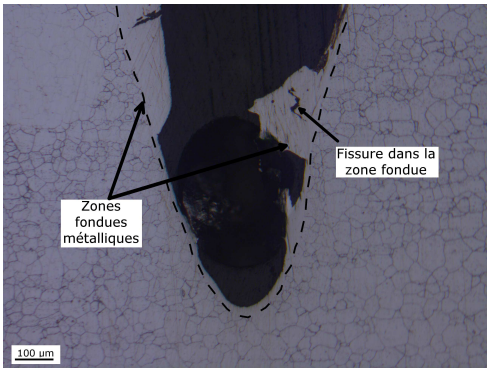
Pour limiter cette discontinuité géométrique, une stratégie de perçage a été étudiée. Elle consiste à percer la céramique avec une puissance crête supérieure à la puissance crête utilisée pour le perçage du métal. Ainsi, la puissance crête étant reliée au diamètre du trou, le diamètre percé dans la céramique devrait être toujours supérieur ou égal au diamètre percé dans le métal (percé alors avec une puissance crête moindre).

**Caractéristiques des zones fondues**

Lors de l'arrêt du faisceau laser, la matière qui n'a pas été éjectée hors du trou se solidifie le long des parois du trou. Une attaque chimique (décrite dans le chapitre 2) permet de révéler les zones fondues solidifiées en bord de trou. La figure 4.23 montre les différentes zones fondues observées sur le trou percé à 90° de la figure 4.22.




(a) Zone fondue métallique (b) Zone fondue céramique




(c) Fissuration dans la zone fondue

FIGURE 4.23 – Zones fondues observées sur un trou percé à 90° par une impulsion (15kW, 1ms)

La largeur moyenne de la zone fondue est de 20µm dans le métal et peut atteindre 130µm au niveau de la sous-couche et de la partie supérieure du métal.

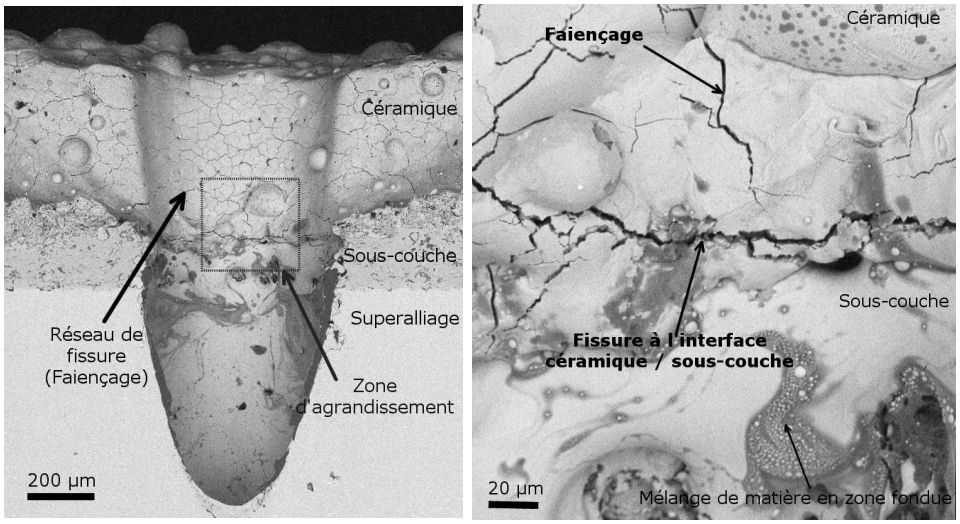
Des fissures sont visibles dans la zone fondue. Elles se forment lors du refroidissement rapide de la matière liquide non éjectée (quelques centaines de K en une centaine de micro secondes). Il s'agit de fissuration à chaud formées lors de la solidification, ne dépassant pas 70µm à ce stade. Ces fissures ne sont pas toujours débouchantes, mais sont majoritairement orientées longitudinalement par rapport à la surface.

Une zone métallique fondue puis solidifiée, visible sur la figure 4.23a, forme un amas à l'intérieur du trou. Ces amas ont été fréquemment observés sur les coupes micrographiques. Il est possible que cette zone soit liée à un défaut de polissage. Pour le vérifier, un trou réalisé par une impulsion de 15 kW à 90° par la méthode DODO modifiée a été observée au MEB (figure 4.18).

Des amas importants de liquide solidifié sur les bords du trou sont bien visibles. Ils peuvent expliquer la présence de la zone fondue en bord de trou sur la figure 4.23a. Ces amas semblent être composés d'un mélange de métal et de céramique. De même, sur le pourtour des bords latéraux du trou, des variations du volume de zone fondue sont observés. La composition de la zone fondue a été caractérisée en différents endroits sur les bords du trou. La zone fondue au niveau de la couche de céramique n'est composée que de céramique. La zone fondue au niveau du superalliage n'est composée que de métal. Seule la zone fondue au niveau de la sous-couche est composée d'un mélange de céramique, de sous-couche et du substrat. Ces observations sont valables aussi bien pour les essais pleine matière que pour les essais obtenus avec la méthode DODO modifiée.

**Caractéristiques de la fissuration**

Le paragraphe précédent a montré la présence de fissures perpendiculaires à la paroi du trou formées lors du refroidissement de la phase liquide non éjectée. Ces fissures forment au niveau de la céramique, un réseau qui s'étend perpendiculairement aux bords du trou dans toute la zone fondue. Pour observer le faciès et la distribution de ces fissures sur les parois du trou, on considère l'échantillon obtenu avec la méthode DODO modifiée. La figure 4.24 montre ce phénomène de fissuration sur la paroi de la céramique et en détail au niveau de l'interface céramique / sous-couche.




(a) Parois du trou (b) Interface céramique / sous-couche

FIGURE 4.24 – Vue MEB d'un trou percé par laser à 90° par la méthode DODO modifiée après une impulsion laser (15kW, 1ms)

Le réseau de fissures débouchantes s'étend sur toute la paroi du trou au niveau de la céramique. Il s'agit de fissures de trempe qui s'établissent lors du refroidissement formant un faïençage, que l'on observe aussi sur les dépôts plasma de céramique (également le siège d'un refroidissement rapide à partir d'un état liquide (splat)). Une fissure plus ouverte, due à la différence de coefficient de dilatation thermique est présente autour du trou de manière continue au niveau de l'interface céramique/sous-couche. La mesure de l'ouverture de cette fissure est de 10 µm environ, contre 1,5 à 5µm pour les autres. Une fissure apparait aussi à l'interface sous-couche / superalliage sur certains essais. Celles-ci sont provoquées à la fois par la trempe de la matière fondue et par l'écart de dilatation thermique entre les matériaux au niveau des interfaces.

#### 4.3.1.2 Caractéristiques d'un trou percé à 90° après deux impulsions laser

**Morphologie du trou obtenu**

Après deux impulsions laser à 90° (15kW, 1ms), le matériau est complètement percé (figure 4.25).

Le trou complet n'a pas une morphologie parfaitement rectiligne. La figure 4.26 montre un relevé dimensionnel du diamètre médian du trou pour 1 et 2 impulsions laser en fonction de la profondeur dans le trou.

On retrouve bien l'augmentation du diamètre au niveau de la sous-couche et de la zone supérieure du superalliage (bulbe). Le trou dans la céramique a une forme évasée de même dimension pour la première impulsion et la suivante. Il n'y a pas non plus de modification notable du diamètre dans la partie supérieure de la sous-couche.

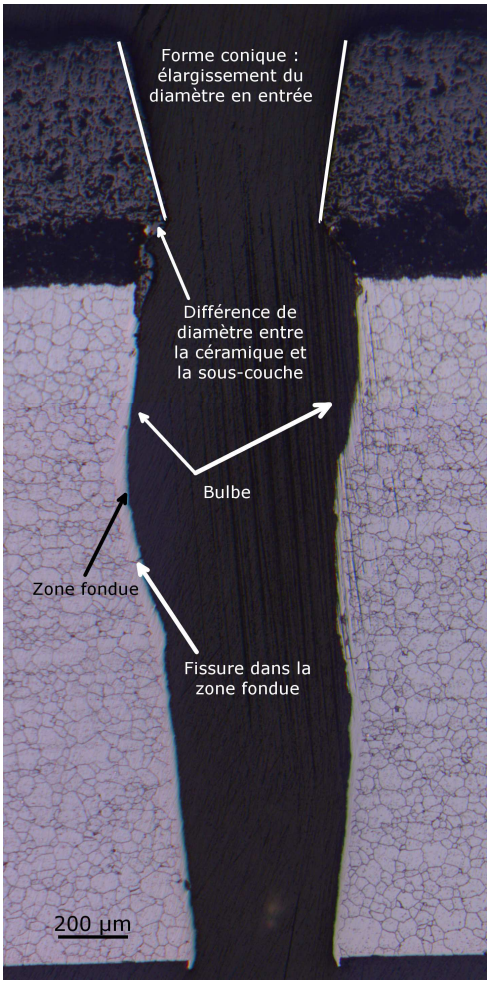



FIGURE 4.25 – Observation en coupe d'un trou percé à 90° par deux impulsions laser (15kW, 1ms) après attaque chimique

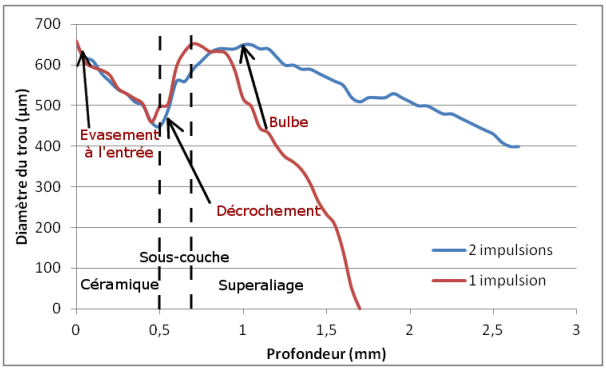



FIGURE 4.26 – Courbe de variation du diamètre d'un trou percé à 90° en fonction de la profondeur dans l'échantillon

### Caractéristiques des zones fondues

Lors de la deuxième impulsion laser, les amas solidifiés en bord de trou sont de nouveau fondus lors de la deuxième impulsion et sont éjectés hors du trou en partie par la sortie débouchante (côté substrat). L'épaisseur de la zone fondue le long du trou n'excède pas au final 20 µm environ. La figure 4.27 montre une vue de détail de la zone fondue observée dans le substrat après la deuxième impulsion.

### Caractéristiques de la fissuration

Une observation en coupe des bords de trous révèle des microfissures dans la zone fondue au niveau du

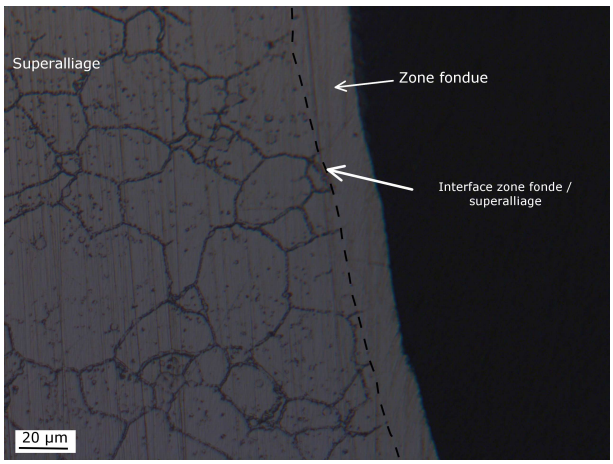
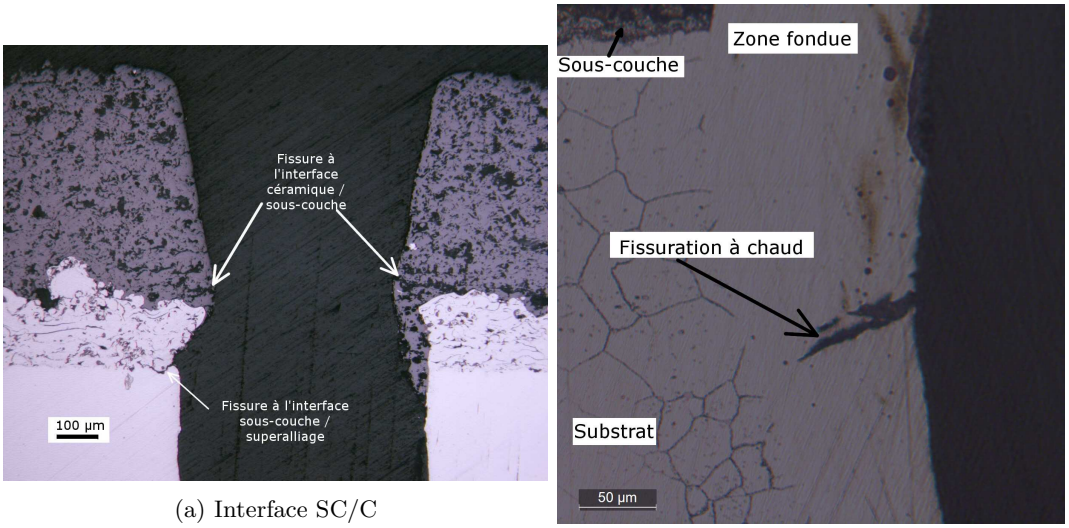



FIGURE 4.27 – Vue au microscope optique de la zone fondue au niveau du superalliage (2 impulsions, 1ms, 15kW, 90°)

métal. Celles-ci sont similaires à celles observées lors de la première impulsion, elles sont presque toujours débouchantes et ne se propagent pas dans le substrat. Il s'agit probablement de fissuration à chaud. La longueur de ces fissures dans la zone fondue peut atteindre 150 µm.




(a) Interface SC/C

(b) Zone fondue/solidifiée

FIGURE 4.28 – Fissuration interfaciale et le long des parois d'un trou percé laser (90°, 2 impulsions, 15kW)

A l'interface céramique/sous-couche, une fissure de petite taille peut être observée sur certains échantillons, comme sur la vue en coupe donnée sur la figure 4.28. Cette fissure interfaciale mesure 100µm au maximum sur les coupes micrographiques obtenues après perçage en plein matière. Les essais réalisés avec la méthode DODO modifiée présentent les mêmes fissures à l'interface céramique / sous-couche que celles obtenues lors de la première impulsion. Dans les conditions de perçage à 90°, seule la pression de recul dans le trou (notamment au niveau du décrochement), et les effets thermiques (trempe, dilatation) peuvent être à l'origine de cette fissuration.

### 4.3.2 Analyse des trous percés à 20°

Le perçage incliné se différencie du perçage à 90° par quatre points principaux :

- Il faut quatre impulsions laser de 15kW pour percer complètement la matière au lieu de deux pour un perçage à 90°.
- La pression de recul exercée dans le trou n'est pas colinéaire avec l'axe du trou.

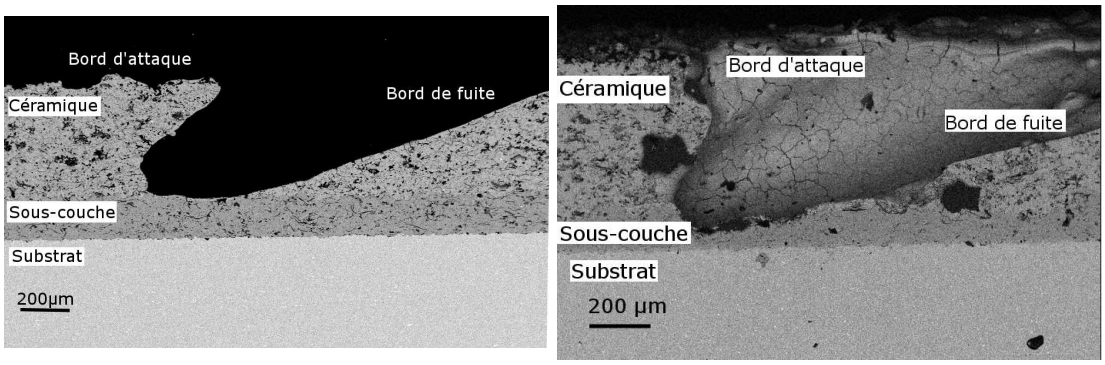
– L'aire du trou en surface est par construction plus grande et une force dissymétrique s'exerce de manière plus grande sur le bord d'attaque.
– La fissuration à l'interface céramique / sous-couche est amorcée à la première impulsion, mais se propage aux impulsions suivantes.

Pour la nomenclature, le numéro du trou étudié correspond au nombre d'impulsions réalisées.

#### 4.3.2.1 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après une impulsion laser

**Morphologie du trou obtenu**

Lors de la première impulsion dans les conditions sélectionnées (20°, 15kW, 1ms), seule la céramique (éventuellement un peu de sous-couche) est percée. Les bords de trou (bord d'attaque et bord de fuite) n'ont pas le même profil géométrique. En effet, si l'angle entre la surface et le bord de fuite est bien de 20°, celui entre le bord d'attaque et la surface de l'échantillon est d'environ 35°. Sur les enregistrements à la caméra rapide du perçage laser incliné (voir §2.4.2.2, page 55), on constate que la vapeur et le liquide sont éjectés perpendiculairement à la surface de l'échantillon. Ceci permet d'expliquer cette dissymétrie de l'angle du trou.




(a) Perçage pleine matière

(b) Méthode DODO modifiée

FIGURE 4.29 – Vue en coupe médiane d'un trou percé par 1 impulsion laser (20°, 15kW, 1ms)

La figure 4.29 montre une coupe micrographique du trou percé par une impulsion laser en pleine matière et par une impulsion avec la méthode DODO modifiée. A cette échelle, les bords de trou paraissent lisses, mais une observation plus détaillée montre des amas de zones fondues par endroits (cf. figure4.30).

Le fond du trou est arrondi, comme pour les perçage à 90°. Ce qui est cohérent et attendu avec un perçage à 15kW de puissance crête.

**Caractéristiques des zones fondues**

Après une impulsion laser, des zones fondues sont visibles en bord de trou dans la céramique. Leur épaisseur n'excède pas 10µm. Tout comme pour les trous à 90°, elles sont composées uniquement de céramique.

La figure 4.30 permet d'observer quelques détails des zones fondues présentes sur le fond et les parois du trou après une impulsion laser.

**Caractéristiques de la fissuration**

Aucune fissure n'est observable à l'interface céramique / sous-couche pour cette paramétrie. Seules des microfissures de faïençage sont visibles dans les zones fondues et se propagent dans la céramique en bord de trou tel qu'illustré dans la figure 4.30. Ces fissures sont similaires à celles observées à 90°.

Le réseau de microfissures est présent sur toute la paroi du trou n°1. Il a été constaté, comme pour les perçages à 90°, que les microfissures dans le plan de l'interface céramique / sous-couche sont plus ouvertes que celles présentes en périphérie du trou et loin de l'interface (environ 10µm d'ouverture).

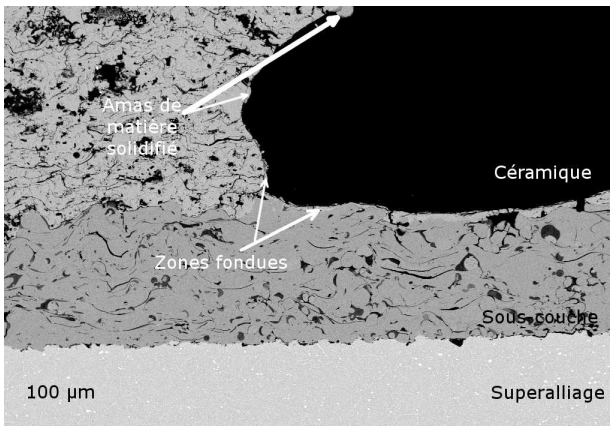



FIGURE 4.30 – Vue MEB en coupe médiane du trou percé par une impulsion laser (15kW, 1ms, 20°)

Ces observations peuvent sembler paradoxales. En effet, les observations sur les coupes micrographiques des perçages en pleine matière ne montrent pas de fissure à l'interface céramique / métal, mais la caractérisation du faïençage permet de visualiser une variation de l'ouverture des fissures de faïençage situées au niveau de cette interface. A ce stade, ces observations sont similaires à celles réalisées sur les trous à 90°.

#### 4.3.2.2 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après deux impulsions laser

**Morphologie du trou obtenu**

Lors de la deuxième impulsion dans les conditions sélectionnées (20°, 15kW, 1ms), le superalliage commence à être percé. Tout comme lors de la première impulsion, les bords de trou (bord d'attaque et bord de fuite) n'ont pas le même profil. L'angle mesuré au niveau de la céramique entre la surface et le bord de fuite est toujours de 20°, et celui entre le bord d'attaque et la surface de l'échantillon est d'environ 30° (tout comme pour le trou n°1).

La figure 4.31 montre une coupe micrographique du trou percé par deux impulsions laser en pleine matière et avec la méthode DODO modifiée.

Un enlèvement de matière dissymétrique (bulbe) se forme dès la deuxième impulsion à partir de la sous couche et sur environ 200 µm dans le métal du côté du bord de fuite. Cet effet "tonneau" ou bulbe a déjà été observé à 90°, mais est amplifié par le perçage incliné :

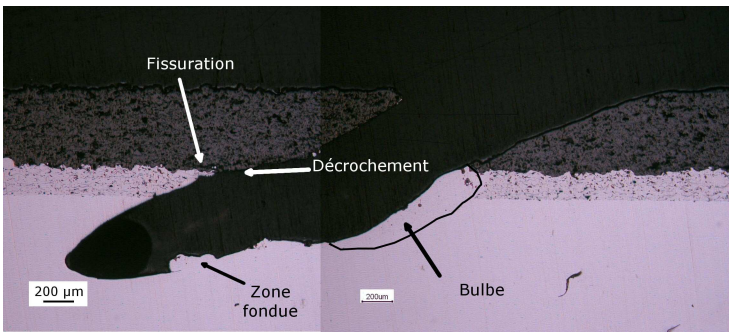
- La réflexion de l'onde laser sur les bords du trou ne se fait pas de manière symétrique lors d'un perçage incliné.
- La céramique n'ayant pas la même absorption de l'onde du laser que le métal, le perçage incliné se fait de manière asymétrique. Le métal absorbe plus le rayonnement, il est donc plus chauffé et fond plus. Cet effet produit le décrochement visible sur le bord d'attaque et est en partie responsable de la création du bulbe.
- Le faisceau laser arrivant avec un angle sur le matériau, l'interaction laser matière n'est pas homogène sur les parois : le bord de fuite est soumis à plus de rayonnement que le bord d'attaque, ce qui conduit à une plus grande fusion de la matière à cet endroit.

Cette zone avec enlèvement de matière est parfois comblée par de la matière solidifiée qui n'a pas été éjectée hors du trou. Il s'agit d'un mélange de matière issue de la sous-couche et du substrat.

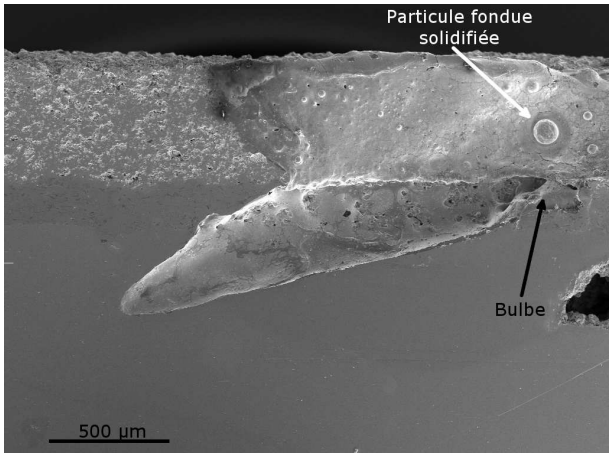
Comme pour la première impulsion, le fond du trou est arrondi, ce qui est en accord avec les résultats de J. Girardot [Girardot, 2014] sur des perçages inclinés.

**Caractéristiques des zones fondues**

Après deux impulsions laser, les bords du trou dans la céramique sont recouverts d'une couche fondue solidifiée. Tout comme lors de la première impulsion, leur épaisseur n'excède pas $10\mu m$. De plus, des amas de matière fondue et solidifiés sont présents sur les bords du trou comme illustré sur la figure 4.31. Le




(a) Perçage pleine matière




(b) Méthode DODO modifiée

FIGURE 4.31 – Vue en coupe médiane d'un trou percé par deux impulsions laser à 20° (15kW)

bulbe, issus de la dissymétrie de la fusion et la vaporisation de la matière peut se remplir d'un mélange de matière fondue et solidifié qui n'a pas été éjecté. La figure 4.32 montre les zones fondues présentes sur le bord de fuite au niveau de la céramique et des interfaces céramique / sous-couche / substrat après la deuxième impulsion laser.

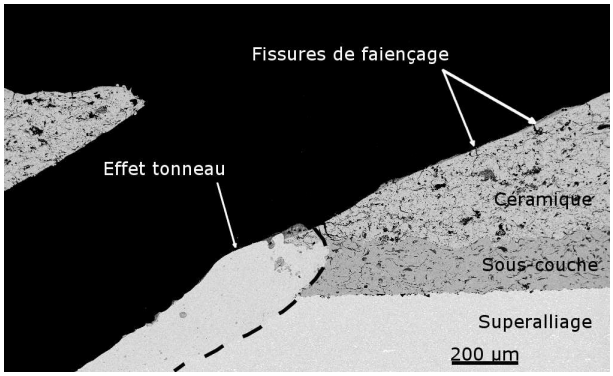



FIGURE 4.32 – Vue en coupe médiane au MEB du bord de fuite d'un trou percé par deux impulsions laser à 20° (15kW)

**Caractéristiques de la fissuration**

Lors de la deuxième impulsion, le superalliage commence à être percé et une fissure franche est observée à l'interface céramique / sous-couche. Cette fissure, visible sur la figure 4.33, n'excède pas quelques centaines de micromètres.

L'observation au MEB permet de déterminer le chemin de la fissure dans un plan. La figure 4.33 montre deux microfissures joignant les bords du trou et la fissure interfaciale. Cela pourrait provenir de

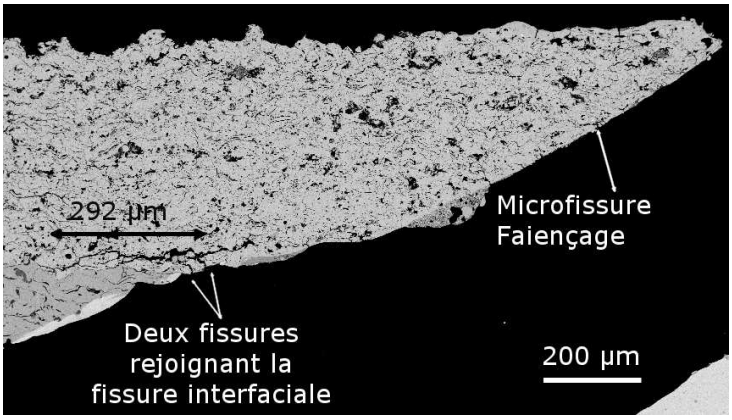



FIGURE 4.33 – Vue en coupe médiane au MEB du bord d'attaque d'un trou percé par deux impulsions laser à 20° (15kW)

deux amorces de fissures liées au faiençage qui se seraient propagées et rejointes pour former la fissure à l'interface céramique / sous-couche. Sur cette vue MEB, plusieurs embranchements sont visibles sur la fissure interfaciale. Ainsi, la fissure qui commence à se propager à la deuxième impulsion a déjà un profil qui évolue dans le volume de matière autour de l'interface : le chemin de fissure semble suivre le profil morphologique de l'interface céramique / sous-couche selon les espaces inter-lamellaires de la structure de la couche de céramique. La fissure se situe exclusivement dans la céramique. Elle semble se rapprocher de l'interface avec le métal en s'éloignant du trou. Dès que cette dernière atteint l'interface avec la sous-couche, une autre partie de la fissure se propage le long de la lamelle supérieure.

#### 4.3.2.3 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après trois impulsions laser

**Morphologie du trou obtenu**

La figure 4.34 montre une coupe micrographique du trou percé par trois impulsions laser en pleine matière et avec la méthode DODO modifiée.

Après la troisième impulsion dans les conditions sélectionnées (20°, 15kW, 1ms), les bords de trou paraissent plus réguliers que pour les deux premières impulsions. Cela est en partie dû au fait que le bulbe sert de réceptacle à la matière fondue puis solidifiée. Le bulbe est toujours présent et a été tracé sur la figure 4.34a.

Les bords d'attaque et de fuite ne sont pas similaires, à cause de la présence du bulbe côté bord de fuite et du décrochement côté bord d'attaque. Les angles mesurés entre la surface et la paroi du trou sont les mêmes que pour la deuxième impulsion.

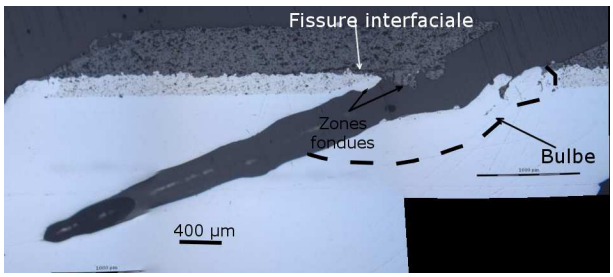
Le fond du trou a une forme arrondie. On peut toutefois observer une différence de la morphologie du trou entre la coupe micrographique réalisée sur un perçage en pleine matière et la vue du trou réalisé par la méthode DODO modifiée : ce dernier est moins profond et présente un fond pointu et non arrondi, signe que la puissance réelle transmise sur pièce était inférieure aux 15kW souhaités. Toutefois, sur les deux observations, la fissure interfaciale et le bulbe sont présents.

**Caractéristiques des zones fondues**

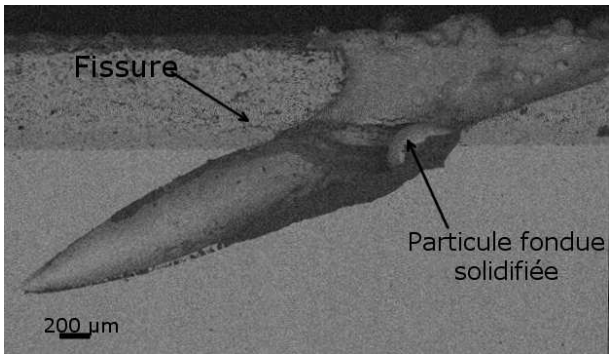
Tout comme après la deuxième impulsion laser, après trois impulsions laser, les bords du trou dans la céramique sont recouvert d'une couche fondue solidifiée. Leur épaisseur n'excède pas 10µm sauf au niveau du bulbe et des amas de matière solidifiés. Aucune différence significative n'est observée par rapport à la deuxième impulsion.

**Caractéristiques de la fissuration**

Lors de la troisième impulsion, la fissure continue de se propager au niveau de l'interface céramique / sous-couche, la longueur de la fissure peut alors atteindre plus de 1 mm (figure 4.35).




(a) Perçage pleine matière




(b) Méthode DODO modifiée

FIGURE 4.34 – Vue en coupe médiane d'un trou percé par trois impulsions laser à 20° (15kW)

Comme déjà observé à la deuxième impulsion, le fait que la fissure se propage sur plusieurs strates de lamelles est d'autant plus visible que la fissure est grande. Ainsi, à la troisième impulsion, les observations montrent bien que la fissure se rapproche de l'interface avec la sous-couche quand on s'éloigne de la paroi du trou. Dès que la fissure atteint l'interface, une autre partie de la fissure est propagée dans une strate supérieure et se propage jusqu'à atteindre l'interface. On peut noter que pour deux zones différentes percées pour le trou 2 et le trou 3, le chemin de fissure est le même. La propagation de la fissure est donc reproductible.

Aucune fissure à l'interface sous-couche / substrat n'est visible après la troisième impulsion laser.

#### 4.3.2.4 Caractéristiques d'un trou percé à 20° après quatre impulsions laser

**Morphologie du trou obtenu**

A la quatrième impulsion, le matériau est complètement percé et la fissure atteint sa taille maximale. En raison du débouchage du trou, la vapeur et le liquide sont éjectés par l'aval et non plus par l'amont du trou. A partir du moment où le trou est débouchant, le moment de force n'est plus exercé sur la céramique. De plus, la pression gazeuse dans le trou diminue fortement à cause de la diminution de quantité de matière à enlever. La figure 4.36 montre la morphologie du trou après quatre impulsions.

Le décrochement toujours situé en dessous de la céramique sur le bord d'attaque mesure 320µm. Cette valeur est stable entre la deuxième et la quatrième impulsion. Les angles mesurés entre la surface et la paroi du trou sont les mêmes que pour les impulsions précédentes.

**Caractéristiques des zones fondues**

Le bulbe formé à la deuxième impulsion est toujours présent et s'est agrandi par rapport à la deuxième impulsion. La surface du bulbe n'a pas été mesurée car le remplissage du bulbe par de la matière solidifiée n'est pas répétable d'un essai à l'autre, ce qui rend la mesure non représentative de l'enlèvement réel de matière. Aucune différence significative n'est observée par rapport à la troisième impulsion.

**Caractéristiques de la fissuration**

Lors de la quatrième et dernière impulsion pour obtenir un trou débouchant, la fissure continue de

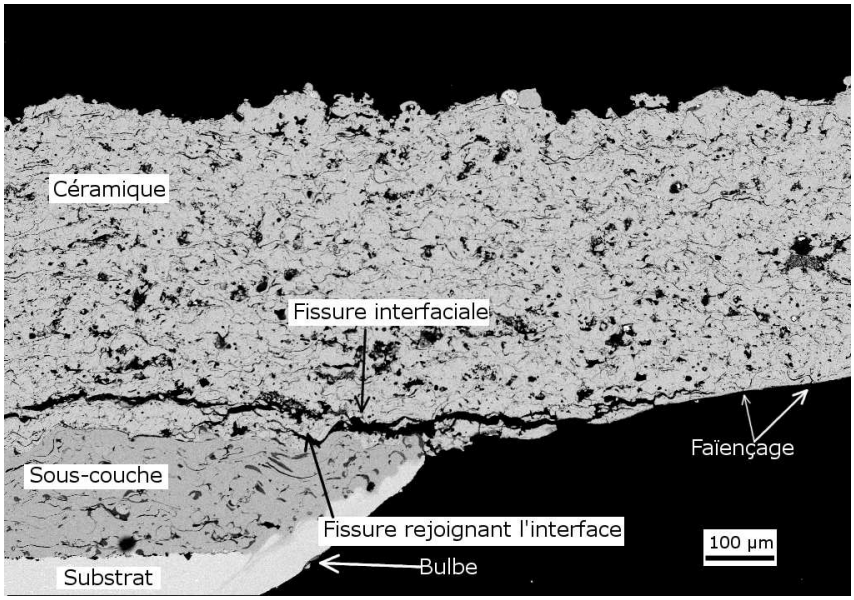



FIGURE 4.35 – Vue en coupe médiane au MEB du bord d'attaque d'un trou percé par trois impulsions laser à 20° (15kW)

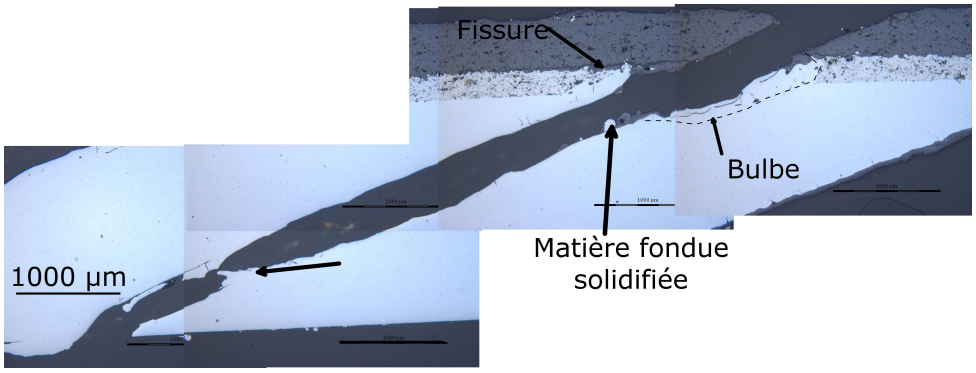
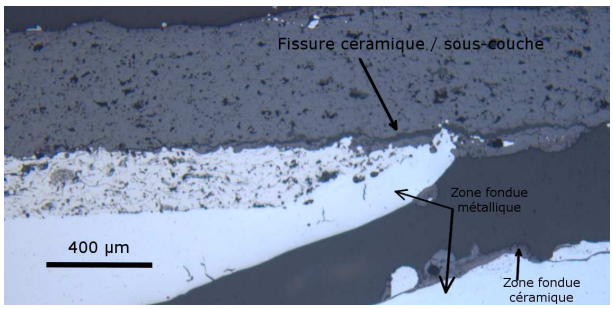



FIGURE 4.36 – Bords d'un trou percé par quatre impulsions laser

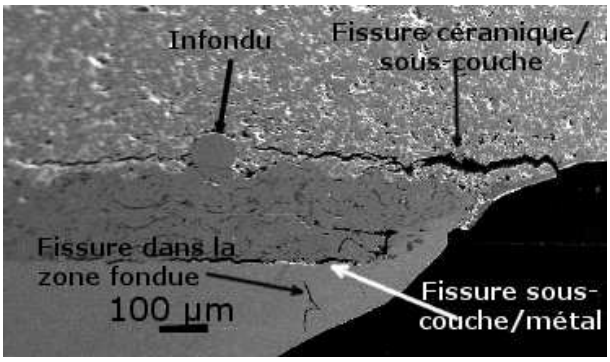
se propager au niveau de l'interface céramique / sous-couche, la longueur de la fissure atteint sa taille maximum de 1,9 mm environ pour cette paramétrie (figure 4.37). La fissure à l'interface céramique/sous-couche se propage toujours dans la céramique et la fissure à l'interface sous-couche/substrat se propage entre la sous-couche et le substrat.

Plus le perçage est incliné, plus le moment des forces appliquées sur la "corniche" de céramique est intense et plus la fissure à l'interface céramique / sous-couche se propagera. Sur certains échantillons, une fissure a été observée à l'interface sous-couche / super-alliage. Cette fissure ne dépassant pas 300 µm de longueur, elle ne peut pas être due à un moment de force comme pour la fissure à l'interface céramique / sous-couche. Elle peut cependant se propager à partir d'une amorce de fissure dans la zone fondue solidifiée, et éventuellement dans une zone avec un défaut de sablage du substrat.

Sur la figure 4.37b, un infondu (particule fondue par le plasma, mais solidifiée avant impact et piégée dans le dépôt sous forme sphérique) d'environ 50µm de diamètre est présent dans le dépôt de sous-couche proche de l'interface céramique/sous-couche. Il perturbe de façon flagrante la propagation de la fissure à l'interface céramique/sous-couche. Ce phénomène montre l'importance du profil morphologique de la surface de la sous-couche sur la propagation de fissure. Celle-ci continue de se propager plus loin, mais cet infondu a constitué un obstacle à contourner lors du parcours. Sur cet échantillon, la longueur de fissure mesurée est inférieure de 0,5 mm par rapport à la longueur de fissure moyenne mesurée sur les autres échantillons.




(a) Fissuration à l'interface céramique / sous-couche




(b) Fissuration à l'interface sous-couche / substrat

FIGURE 4.37 – Propagation de fissures aux interfaces céramique/sous-couche et sous-couche/substrat après quatre impulsions laser

#### 4.3.2.5 Bilan de l'analyse des perçages interrompus à 20°

Les observations des trous percés par la méthode DODO modifiée et en plein matière ont permis de déterminer les principales étapes de génération et de propagation de fissure aux interfaces.

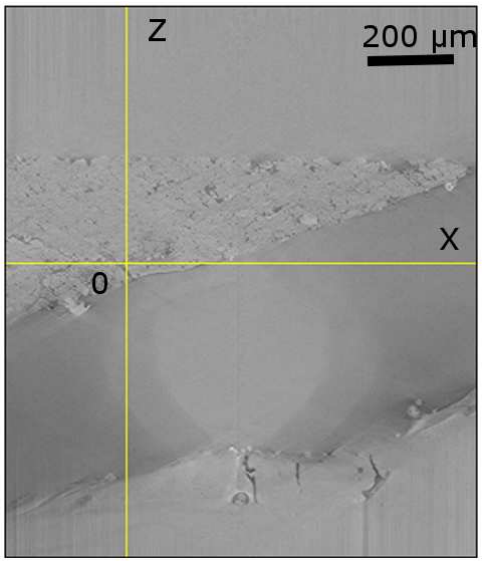
- Lors de la première impulsion laser, seule la céramique et un peu de la sous-couche est percée. Quatre impulsions sont nécessaires pour obtenir le perçage complet du système barrière thermique.
- Les parois du trou sont recouvertes d'une couche de matière fondue. Au niveau de la zone supérieure du métal, côté bord de fuite, un bulbe se forme et se rempli de matière fondue solidifiée.
- Du côté du bord d'attaque, un décrochement peut être noté entre la céramique et la sous-couche à partir de la deuxième impulsion. La longueur de ce décrochement est constante pour les impulsions deux à quatre.
- La fissure à l'interface céramique / sous-couche se forme à partir de la deuxième impulsion et se propage jusqu'au perçage complet du système.
- Cette fissure est amorcée à partir des microfissures de faiençage formées lors du refroidissement de la céramique fondue.
- Une fissure peut aussi se propager à l'interface sous-couche / substrat.
- La fissure à l'interface céramique / sous-couche se propage en volume dans la céramique : le long des lamelles constituant la couche de céramique, via les fissures interlamellaires et entre les couches par des fissures intralamellaires . La fissure se propage dans la céramique, parallèlement à l'interface céramique / sous-couche en épousant le profil de celle-ci.

Pour observer le chemin de fissure en s'affranchissant des défauts liés au polissage, une observation non destructive des échantillons en volume est utile. Elle permet de mieux connaitre la morphologie, la position et la taille de la fissure interfaciale dans un volume autour du trou.

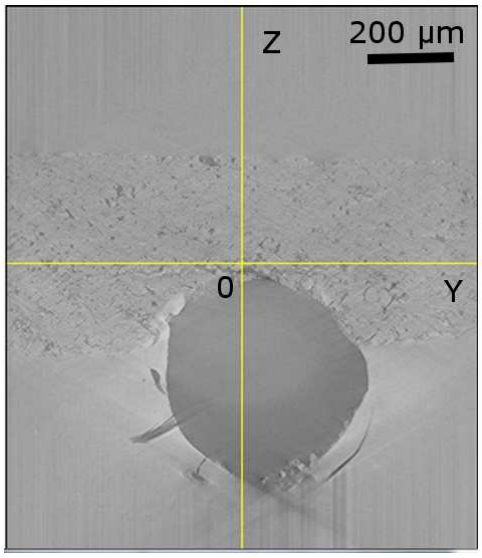
### 4.3.3 Observation non destructive de la fissure interfaciale

La tomographie X et la laminographie X sont deux méthodes d'observation et d'analyse non destructives. Elles permettent à partir de plusieurs images obtenues par rotation de l'échantillon d'obtenir

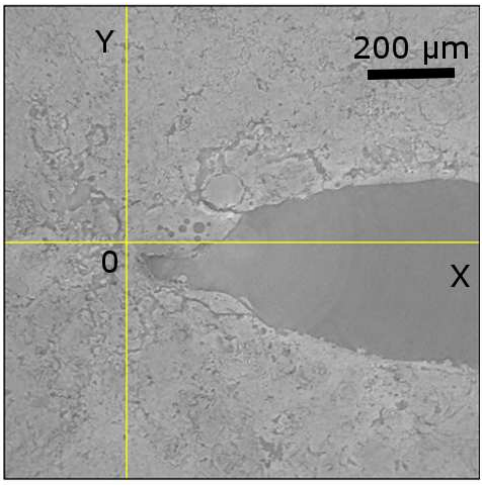
une image reconstruite en 3D. Par rapport à la tomographie qui utilise des échantillons à section ronde ou carré, l'avantage de la laminographie X est de pouvoir faire l'acquisition d'images représentatives de volumes positionnés dans l'épaisseur (limitée uniquement par le Z atomique des matériaux) d'une plaque. La mise en œuvre de deux méthodes a été décrite dans le chapitre 2 (§ 2.5.4, page 60).



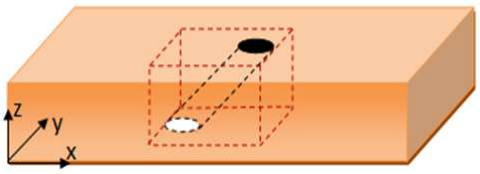

(a) Plan XZ, vue longitudinale




(b) Plan YZ, vue transversale




(c) Plan XY, vue de dessus




(d) Positionnement des plans

FIGURE 4.38 – Projections orthogonales du volume reconstruit par laminographie X selon les plans XZ, XY et YZ

D'après les résultats regroupés dans les paragraphes précédents, un perçage incliné à 20° avec des impulsions de 15 kW et de 1 ms chacune voit apparaitre une fissure à l'interface céramique/sous-couche dès la deuxième impulsion (la première n'affectant que la céramique et une partie de la sous-couche est sans effet sur l'interface d'intérêt). Il s'agit donc d'une étape d'amorçage de fissure cruciale pour la compréhension des phénomènes. Un échantillon percé de deux impulsions laser a donc été étudié pour être imagé par laminographie X pour obtenir la plus grande zone d'analyse possible autour du trou. La tomographie X a ensuite été utilisée pour enregistrer un échantillon percé de 4 impulsions de 15 kW de 1 ms. En effet, la tomographie de laboratoire utilisée bien qu'ayant une résolution moindre que la laminographie, permet d'analyser un échantillon plus épais ($1mm$ au lieu de $800\mu m$). Ces enregistrements ont permis d'observer la forme du trou dans les trois directions de l'espace. Ils permettent aussi de mesurer la superficie de fissure autour du trou ainsi que mieux localiser la fissure autour du trou.

#### 4.3.3.1 Observation de la fissure interfaciale par laminographie X (20°, 15kW, 2 impulsions)

Lors de la deuxième impulsion laser, une fissure qui mesure environ 200$\mu m$ au milieu du trou se forme. La figure 4.38 présente trois projections orthogonales pour lesquelles on peut ensuite balayer plan par plan le volume reconstruit selon ces trois directions orthogonales. Les clichés laminographiques dans les plans XZ (vue longitudinale) sont ceux parallèles au plan médian du trou et perpendiculaires au plan de l'interface. Cette série de plans contient celui qui donne une vue en coupe correspondant à la préparation classique 2D au milieu des trous percés. Les vues dans les plans YZ (vue transversale) sont orientées perpendiculairement à la fois au plan médian et au plan de l'interface. Ces vues donnent une image du pourtour complet du trou qui n'est généralement pas observée en coupe métallographique. Cela permet aussi d'apprécier la longueur transversale de la fissure interfaciale. Les vues dans les plans XY donnent une vue de dessus du trou (plans parallèles à l'interface) de l'échantillon. Ces vues permettent de retrouver le diamètre du trou tel que mesuré par les méthodes usuelles et d'examiner les fissures en volume dans les plans parallèles et perpendiculaire à l'interface et particulièrement au niveau de l'interface sous-couche / céramique.

**Observations du volume reconstruit selon le plan X (vue longitudinale)**

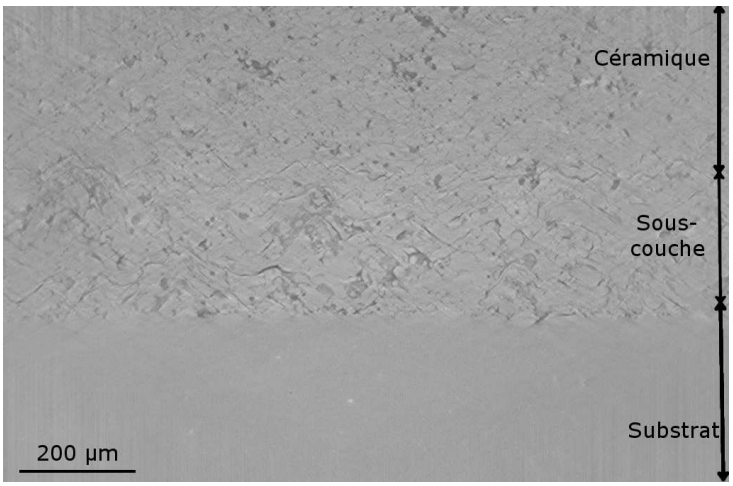
La figure 4.39 présente la barrière thermique percée par deux impulsions selon le plan XZ à différentes distances du milieu du trou. Loin du trou, on peut observer les contrastes et la résolution obtenus par le détecteur à l'ESRF par les différentes couches qui forment le système. Ces images sont rognées par rapport à la taille totale des coupes disponibles dans le volume de manière à mettre en avant les interfaces entre chaque couche. L'interface entre la sous-couche et la céramique est difficile à visualiser nettement à cause de la faible différence d'absorption des rayons X entre les deux couches et les contrastes associés.

Ces différentes images indiquent bien la localisation et l'étendue des fissures autour du trou. On peut aisément visualiser les fissures localisées dans le métal (correspondant aux fissures dans la couche fondue et solidifiée) et dans la céramique proche de l'interface avec la sous-couche. Les zones fondues et solidifiées sont aussi visibles, mais leurs interfaces avec le métal brut n'est pas bien contrastée.

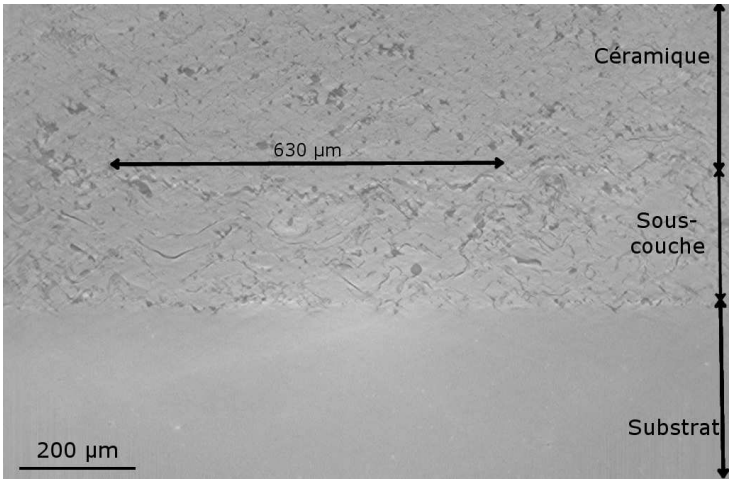
La figure 4.39a montre une coupe de l'échantillon dans le plan XZ loin du trou. La porosité mesurée dans la céramique est de 17% qui est une valeur similaire à celle mesurée par analyse d'image en coupe métallographie dans le chapitre 3 (§ 3.4.1.2, page 88) pour l'échantillon de référence. Les contrastes en niveaux de gris de cette image servent de référence pour différencier ensuite les zones fondues et solidifiées des zones non affectées par un changement d'état.

La figure 4.39b montre qu'en se rapprochant du trou, la fissure interfaciale apparait avant l'apparition de la zone fondue solidifiée et du trou. A cette position, la fissure interfaciale mesure 630 µm.

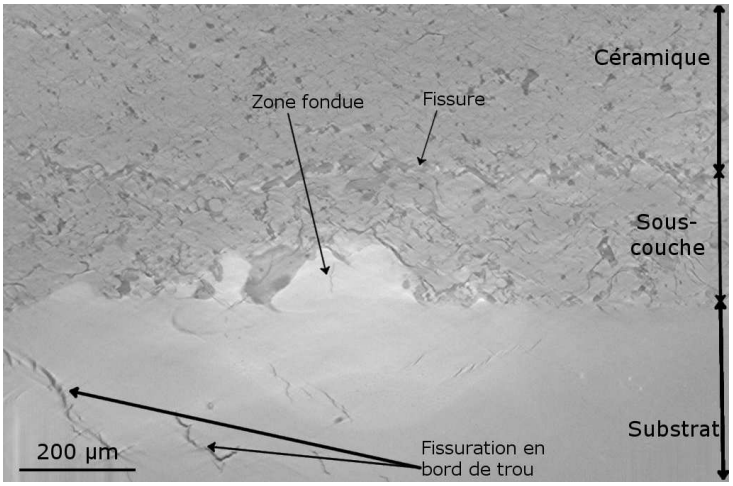
La figure 4.39c montre le début de la zone fondue sur les parois latérales du trou. Elle est située au niveau de l'interface sous-couche / substrat. Cette zone se distingue bien au niveau de la sous-couche (contraste gris plus clair) et plus difficilement au niveau du métal. Cette différence est liée à la variation de composition chimique entre la sous-couche, le substrat et la zone fondue. Cette dernière semble composée principalement de substrat sur ces images. Des fissures de refroidissement pouvant atteindre 200 µm sont présentes dans le métal au niveau de la zone fondue resolidifiée. Leur profondeur moyenne, mesurée perpendiculairement à la paroi du trou est de 50 µm. elles sont orientées perpendiculairement à l'axe du trou.



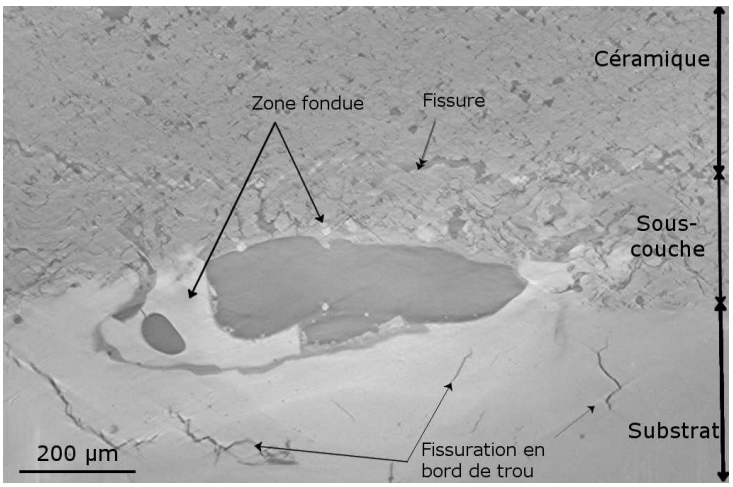

(a) Loin du trou



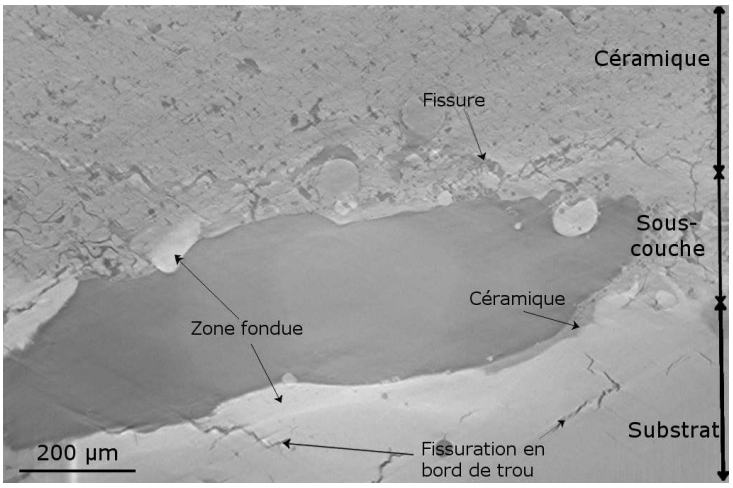

(b) 630$\mu m$ du milieu du trou



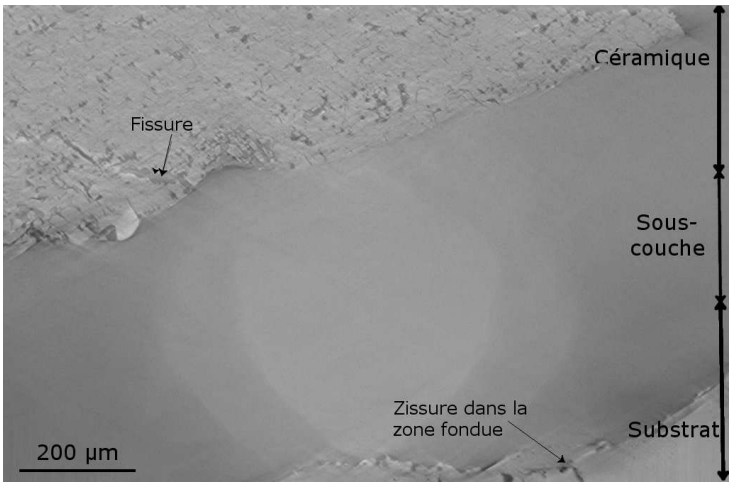

(c) 280$\mu m$ du milieu du trou




(d) 200$\mu m$ du milieu du trou.




(e) 140$\mu m$ du milieu du trou.




(f) Milieu du trou.

FIGURE 4.39 – Images issues de la reconstitution du volume par laminographie X dans le plan XZ

La figure 4.39d montre une vue latérale au niveau du début du trou. Ce dernier se forme au niveau de l'interface sous-couche / substrat, tout comme la zone fondue solidifiée. A cette position, la zone fondue contient un mélange de métal et de céramique provenant de la couche supérieure de la barrière thermique (contraste gris clair/gris foncé). La fissure interfaciale est présente tout au long de l'interface représentée sur la figure, mais ne dépasse pas le volume complet analysé.

La figure 4.39e montre une coupe dans le trou, positionné entre le bord latéral et le milieu du trou.

Le trou est toujours compris entre la sous-couche et la partie supérieure du substrat, ce qui traduit un enlèvement de matière plus étendu dans la partie métallique le long du bord de fuite (formation du bulbe). La zone fondue solidifiée contient toujours du métal et de la céramique. La fissure interfaciale dépasse le volume scanné.

La figure 4.39f concerne la coupe au milieu du trou. Les fissures dans la zone fondue sont moins grandes que sur les bords du trou. Les fissures situées en bord de trou seront étudiées plus en détail plus en avant de ce chapitre. La fissure à l'interface céramique / sous-couche dépasse à ce stade le volume complet reconstruit.

**Détermination de la largeur du trou dans le métal**

On peut considérer un trou percé à 90° comme un cylindre de 600 µm de diamètre. En inclinant la tête du laser, on devrait obtenir un trou de forme elliptique. La taille du petit axe de l'ellipse (a) étant équivalente à celle du diamètre du cylindre percé à 90° et celle du grand axe (b) peut se calculer en considérant l'intersection entre un plan incliné à 20° et le cylindre. On obtient alors une valeur théorique du grand axe de 1764µm.

Le diamètre du trou est mesurée manuellement dans le plan XZ grâce au logiciel ImageJ tous les 7µm au même endroit de l'image, dans le métal en dessous du bulbe pour s'affranchir de la déformation asymétrique du trou par le bulbe. Le graphique 4.40 présente le résultat obtenu.

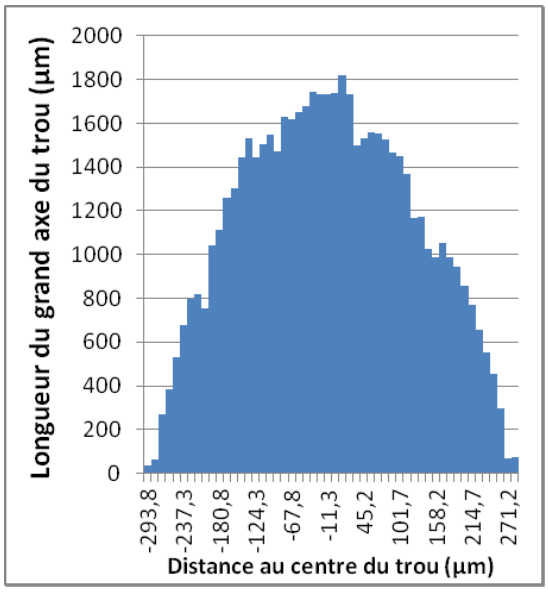



FIGURE 4.40 – Surface d'un demi-trou par incrément de 7µm

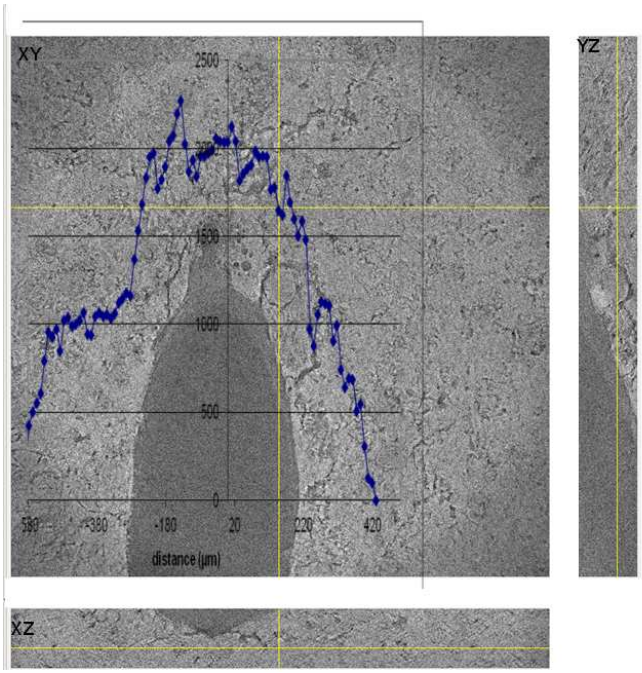
La forme elliptique est bien identique à celle observée en vue de dessus. Les observations en vue de dessus et la mesure des diamètres montrent que la forme du trou n'est pas parfaitement elliptique du fait de la couche fondue solidifiée qui forme des amas en bord du trou. Les contrastes ne sont pas suffisants pour tenir compte de la zone fondue solidifiée par seuillage simple en analyse d'image. Ces observations permettent de déterminer la taille réelle du trou : 599µm le long du petit axe de l'ellipse et 1818µm le long du grand axe. Ces valeurs sont donc tout à fait cohérentes avec la géométrie du perçage.

**Étude de la fissuration aux interfaces**

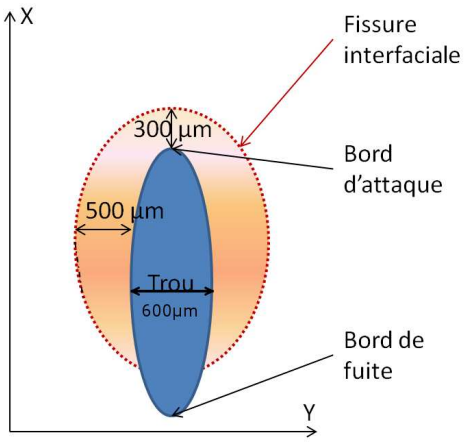
Une mesure de la longueur de la fissure interfaciale a été réalisée toutes les 10 images (environ tous les 7 µm) permettant ainsi de délimiter l'étendue de la fissure interfaciale autour du trou. Les difficultés d'analyse rencontrées sont liées à la taille limitée de l'enregistrement. En effet, le capteur permet d'obtenir une image de 2040 pixels de largeur, soit 1587 µm alors que le trou peut atteindre 1800 µm sur la longueur la plus grande (axe X), ce qui amène la fin de la fissure hors du champ. Il faudrait réaliser plusieurs enregistrements et les concaténer pour obtenir la fissure en entier. La difficulté serait alors de travailler

avec des volumes de données très importants nécessitant une capacité de mémoire et un processeur très performant.

Initialement, nous avions choisi d'étudier les performances de la laminographie en nous concentrant sur la zone d'amorçage de la fissure (trou n°2), ce qui a été réussi. On note au passage qu'un des attraits de cette méthode est de positionner facilement un point ou une zone de mesure choisi dans l'épaisseur d'une plaque. Cela en fait un outil de choix pour l'expertise approfondie de trous percés par laser. Ici, après reconstruction et rognage des zones sans intérêt, le fichier exploité est d'environ 1Go. Le volume étudié permet toutefois de mesurer la localisation de la fissure autour du trou et de mesurer sa taille sur les bords latéraux du trou.




(a) Mesure de la longueur de fissure




(b) Schéma de la forme de la fissure

FIGURE 4.41 – Position et étendue de la fissure à l'interface céramique/sous-couche. Vue de dessus (mesures réalisées sur le plan YZ)

On constate que la fissure interfaciale n'est pas symétrique de part et d'autre du plan médian du trou. La fissure à l'interface céramique/sous-couche après deux impulsions laser mesure (à partir de la paroi du trou)environ 300 µm au milieu du trou (selon l'axe X). Cette fissure s'étend jusqu'à 500 µm (selon l'axe Y) le long des parois latérales du trou. La fissure se propage donc plus selon l'axe X que selon l'axe Y lors de la deuxième impulsion. Il y a donc un intérêt fort à étudier la longueur de la fissure pour les impulsions suivantes pour vérifier comment la fissure se propage selon les différents axes. La figure 4.41 représente la taille de la fissure interfaciale mesurée selon l'axe Y en fonction de la distance par rapport au milieu du trou de part et d'autre du plan médian.

Afin d'observer en volume les fissures situées dans la zone fondue solidifiée, une augmentation du contraste puis un seuillage ont été utilisés sur le logiciel ImageJ pour binariser les images et segmenter le volume des fissures. Une vue avec un rendu 3D du trou et du réseau de fissures ont ainsi pu être obtenus avec le plugin 3D viewer (figure 4.42). On constate que les fissures dans la zone fondue métallique forment un réseau uniformément réparti sur les bords du trou. Ces fissures ont une taille de $50\mu m$ environ d'épaisseur mais une longueur pouvant dépasser $200\mu m$. Les fissures au niveau du bulbe ne sont pas connectées au réseau de fissure dans la zone fondue solidifiée au niveau du bord d'attaque et ne sont pas visibles sur la figure 4.42. Les fissures dans la zone fondue ne sont pas rectilignes, mais présentent des bifurcations.

La fissure interfaciale est très difficile à seuiller et segmenter numériquement du réseau de pores et de fissures intrinsèques du dépôt de céramique. Il s'agit d'une limite de la technique laminographique en

terme de résolution spatiale en relation avec la finesse des défauts observés.

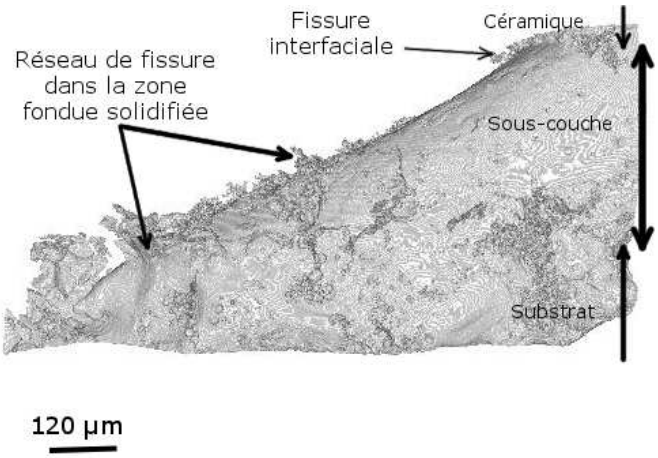



FIGURE 4.42 – Vue d'un rendu 3D du réseau de fissures autour du trou (après seuillage sur Image J)

Les observations du volume reconstruit pour la barrière thermique plasma de référence après deux impulsions dans le cadre d'un perçage incliné ont montré que le chemin de fissure suivait bien le profil morphologique de la sous-couche tout en restant au dessus de celui-ci. La position de la fissure est comprise entre $20\mu m$ et $50\mu m$ au dessus de l'interface. La résolution et le contraste obtenus sur ce volume n'ont pas été suffisants pour déterminer avec précision la position relative de la fissure par rapport à l'interface sur tout le volume de la fissure.

#### 4.3.3.2 Observation de la fissure par tomographie X (20°, 15kW, 4 impulsions)

Lors de la quatrième impulsion laser, la fissure interfaciale atteint sa taille maximale. Cette fissure peut mesurer jusqu'à 1,5 mm au milieu du trou dans le cas de la barrière thermique plasma de référence. En raison de la préparation de l'échantillon avant analyse par tomographie X, des arrachements de céramique ont pu se produire durant le polissage de l'échantillon. Toutefois, ces défauts ne sont présents que sur la surface polie, et non dans le matériau.

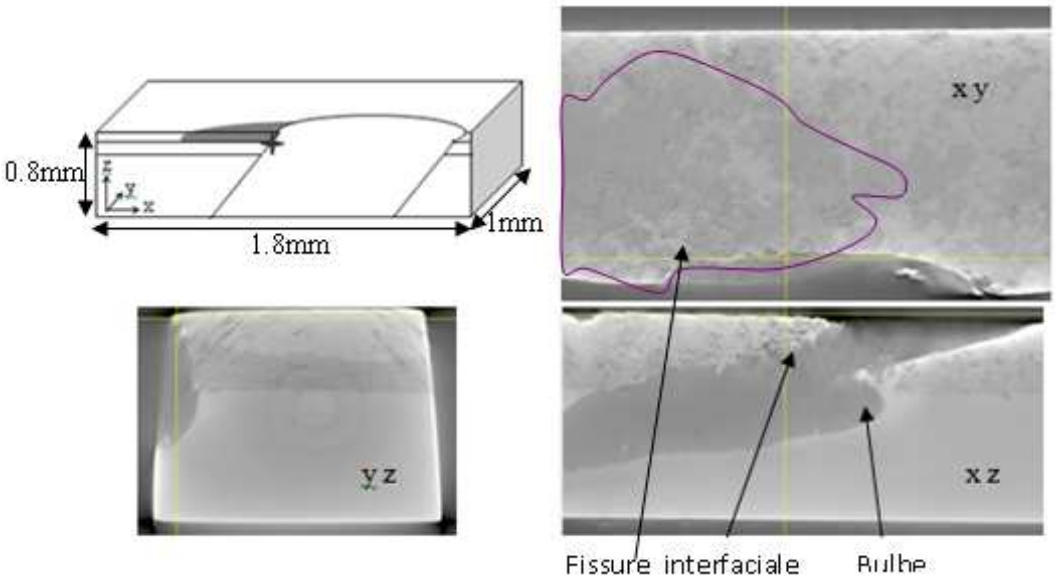


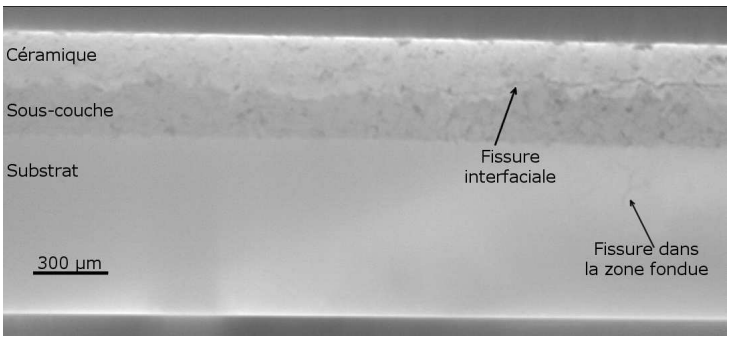

FIGURE 4.43 – Projections orthogonales du volume reconstruit par tomographie X selon les plans XZ, XY et YZ du trou percé (20° , 15kW, 4 impulsions)

L'échantillon analysé en tomographie X est donc un demi-trou d'un volume de $1,87mm^3$ (figure 4.43).

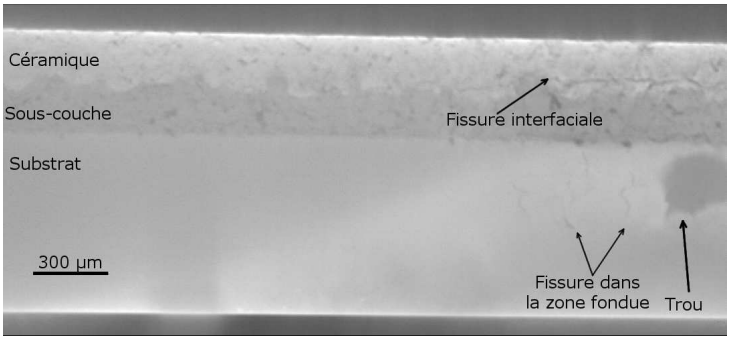
La résolution obtenue est de $2,2\mu m$/pixel. Cette résolution est beaucoup plus faible qu'en laminographie X ($0,7\mu m$/pixel). La figure 4.43 montre les projections orthogonales selon les trois plans principaux du volume ainsi obtenu. Les contrastes sont différents de ceux obtenus en laminographie : ils permettent de discriminer par analyse d'image (Image J) facilement les trois couches composant le système barrière thermique.

**Observations du volume reconstruit selon le plan XZ**

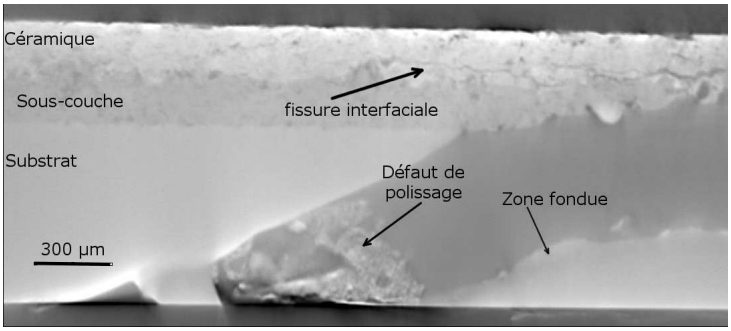
La figure 4.44 présente la barrière thermique plasma percée par quatre impulsions selon le plan XZ à différentes distances du milieu du trou. Ces différentes images indiquent bien la localisation des fissures non seulement à l'interface céramique/sous-couche, mais aussi au niveau de la zone fondue solidifiée. En vue d'observer la fissure à l'interface céramique/sous-couche du côté du bord d'attaque, le bord de fuite n'a pas été reconstruit. Seul le bord d'attaque sera donc montré sur les figures suivantes.




(a) $253\mu m$ du milieu du trou.




(b) $200\mu m$ du milieu du trou.




(c) Milieu du trou.

FIGURE 4.44 – Images issues de la reconstitution du volume par tomographie X dans le plan XZ selon différentes positions plus ou moins éloignées du milieu du trou

La figure 4.44a montre une coupe de l'échantillon dans le plan XZ en bord de trou. La fissure interfaciale apparait bien avant l'apparition de la zone fondue solidifiée et du trou. Au niveau du bord du trou, la fissure mesure déjà plus de 1100 µm. La figure 4.44b montre une coupe dans le plan XZ au niveau du début du bord du trou. Ce dernier se forme au niveau dans le substrat et non à l'interface sous-couche/substrat comme pour la deuxième impulsion. Les fissures dans la zone fondue solidifiée mesurent

entre 100 et 200µm de long. A ce niveau, la fissure mesure déjà plus de 1260 µm. La figure 4.44c concerne la coupe au milieu du trou. Les fissures dans la zone fondue ne sont pas visibles. La fissure interfaciale mesure plus de 1500 µm.

**Étude de la fissuration aux interfaces**

La fissure à l'interface céramique/sous-couche mesure après quatre impulsions laser environ 1800 µm au milieu du trou (selon l'axe X). Cette fissure s'étend jusqu'à 800 µm de chaque côté du trou (direction Y), contre seulement 500 µm lors de la deuxième impulsion. Les contrastes entre la sous-couche et la céramique étant meilleurs sur le volume obtenu par tomographie à l'institut Navier que pour le volume obtenu en laminographie à l'ESRF, il a été possible d'observer plus en détail la propagation de la fissure à l'interface céramique/sous-couche. La fissure principale suis parfaitement l'interface avec une distance moyenne de 35 µm. La distance varie en fonction de la morphologie de la sous-couche. Lors de la présence d'un pic sur le profil, la fissure se rapproche de l'interface jusqu'à une distance minimale de 10 µm. Après le pic, la distance entre la fissure et l'interface augmente jusqu'à environ 50 µm. La résolution du volume reconstruit n'est cependant pas suffisante pour visualiser les différentes branches de la fissure lui permettant de se propager entre plusieurs lamelles de la couche de céramique, comme cela fut observé sur les coupes micrographiques (paragraphe 4.3.2).

La longueur de fissure au milieu et le long de l'axe principal de perçage est en accord avec celle obtenue par métallographie classique. Le chemin de fissure peut ainsi être mieux observé et a bien une forme ellipsoïdale. Toutefois, comme la morphologie de la fissure n'est pas purement plane, elle ne peut pas être visualisée sur une seule image en un seul plan parallèle à la surface. En raison des limites existantes à la fois dans le contraste et la résolution, la porosité dans la sous-couche et dans la céramique n'est pas mesurable. Un seuillage manuel au bord du trou a permis de visualiser le volume de matière autour du demi-trou. La figure 4.45 illustre ce volume reconstruit par le logiciel Avizo.

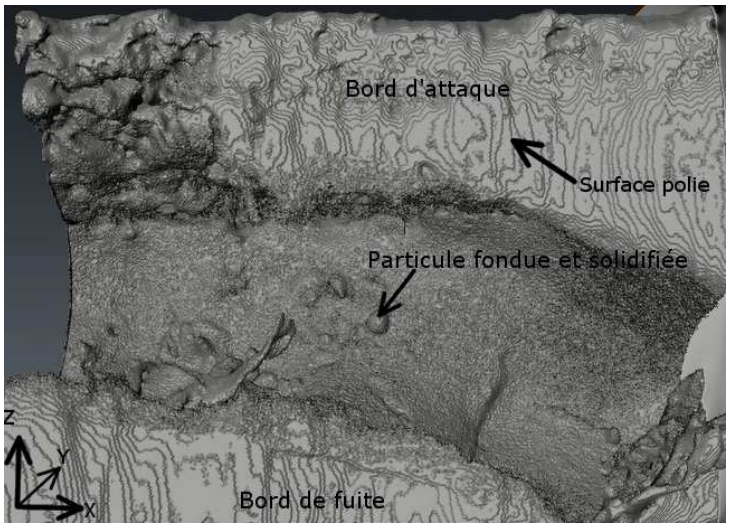



FIGURE 4.45 – Image avec rendu 3D du volume reconstruit par tomographie X d'un demi-trou percé laser (20°, 4 impulsions, 15kW)

Cette représentation met en évidence que les parois du trou sont plutôt lisses. Seuls quelques amas de matière fondue solidifiée sont visibles sur les bords du trou. Lors de la quatrième impulsion, le bulbe est en partie rebouché par de la matière fondue resolidifiée. La résolution de la tomographie X ne permet pas de distinguer les zones fondues et solidifiées en bord de trou et le métal de base non affecté par le laser.

#### 4.3.3.3 Bilan des observations non destructives

Les volumes reconstruits par tomographie et laminographie X ont permis de visualiser les parois d'un trou percé à 20° après 2 et 4 impulsions laser. Les fissures à l'interface céramique/sous-couche et dans le zone fondue et solidifiée dans le métal ont pu être observées. Dans la zone fondue et solidifiée au niveau

du métal, un réseau de fissure est formé sur tout le tour du trou. Les fissures dans le bulbe ne sont pas connectées aux fissures sur le bord de fuite. Toutes ces fissures se propagent perpendiculairement aux parois du trou. La fissure à l'interface céramique / sous-couche se propage toujours dans la céramique et au dessus des pics du profil de la sous-couche. La fissure interfaciale a bien une forme ellipsoïdale. Elle est localisée le long des parois latérales du trou (petit axe de l'ellipse) et côté bord d'attaque (grand axe de l'ellipse). Les valeurs de longueur de fissure maximum étudiées en coupes micrographiques sont bien retrouvées avec une observation non destructive. La mesure de la longueur de la fissure par coupe micrographique est donc valide. Dans le suite de ce chapitre, les longueurs de fissure se feront sur des coupes micrographiques. Ces observations non destructives confirment bien que dès la deuxième impulsion laser, une fissure s'est propagée à l'interface céramique / sous-couche dans le plan XY. Pour limiter cette fissuration, une étude des paramètres laser et leur influence sur la fissuration va être menée.

## 4.4 Étude de paramètres de perçage pour limiter la fissuration interfaciale

Dans le début de ce chapitre, il a été constaté que la fissure apparaissait lorsque le substrat commençait à être percé (lors de la deuxième impulsion pour un perçage à 15 kW avec 1 ms par impulsion). Les différences d'absorption du rayonnement laser entre la céramique et le substrat implique une largeur de trou différente dans la céramique et dans le substrat. En effet, à puissance équivalente, un enlèvement de matière important (bulbe) est observé en dessous de la couche de céramique. Afin de réduire ce phénomène et ainsi réduire la pression s'exerçant sur la céramique lors de l'éjection de matière, des perçages laser ont été réalisés en modifiant la puissance crête du laser entre la première impulsion et les impulsions suivantes. Pour cela, des essais spécifiques ont été mis en place. Le tableau 4.4 décrit les différents jeux de paramètres utilisés.

| Numéro de l'essai | puissance | | durée d'impulsions |
|---|---|---|---|
| | 1$^{\text{ère}}$ impulsion | suivantes | |
| ref | 15kW | 15kW | 1ms |
| 2 | 15kW | 10kW | 1ms |
| 3 | 18kW | 7kW | 1ms |
| ref2 | 20kW | 20kW | 1ms |
| 4 | 20kW | 15kW | 1,5ms |
| 5 | 20kW | 10kW | 1,5ms |

Tableau 4.4 – Tableau de paramètres des essais de perçage avec modification de la puissance crête du laser après la première impulsion.

La figure 4.46 présente les résultats des mesures de la longueur de fissure à l'interface céramique/sous-couche effectuées sur des perçages interrompus pour les paramètres du tableau 4.4.

On peut constater que la variation de la puissance crête du laser après la première impulsion permet de réduire d'un tiers la longueur de la fissure interfaciale : variation de 1,5 à 1 mm pour le passage d'une puissance de 15 kW à 10 kW. En ce qui concerne la variation de puissance de 20 kW à 15 kW avec une augmentation de la durée d'impulsion pour maintenir une énergie totale apportée à la matière constante, l'influence de la variation de puissance sur la fissuration est moindre (passage de 1,3 mm à 1,1 mm). Pour chaque essai, la fissuration suit toujours la morphologie de la sous-couche.

Ces essais ont été confirmés par d'autres résultats du projet ANR ULTRA dont cette thèse fait parti. En faisant varier la première impulsion par rapport aux suivantes, il est possible de réduire encore plus la longueur de fissure. Toutefois, ces résultats ont été obtenus par la modification des angles de perçage entre la première impulsion et les suivantes. Dans cette thèse, nous avons souhaité conserver un angle de 20° pour toutes les impulsions.

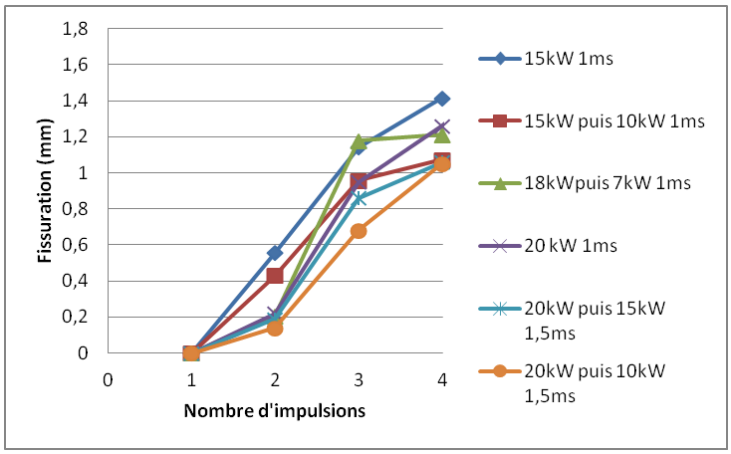



FIGURE 4.46 – Variation de la fissuration interfaciale en fonction de différentes stratégies de perçage.

## 4.5 Conclusion

Ce chapitre, consacré à l'étude du perçage laser du système barrière thermique plasma de référence, a montré les étapes de formation d'un trou et a présenté les phénomènes responsables de l'initiation et la propagation de la fissure à l'interface céramique / sous-couche. Des essais à 90° et à 20° ont été réalisés pour estimer l'influence de l'angle de perçage sur la forme du trou et la fissuration. Le schéma 4.47 résume la forme typique des trous obtenus lors d'un perçage à 20° par des essais interrompus (de 1 à 4 impulsions laser) et la profondeur percée à chaque impulsion.

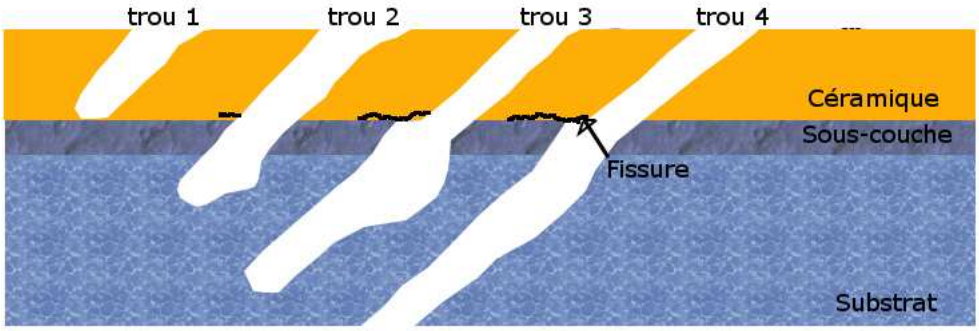



FIGURE 4.47 – Évolution de la forme d'un trou et de la longueur de fissure en fonction du nombre d'impulsions laser pour un perçage incliné à 20°

Lors du perçage à 90°, deux impulsions laser suffisent à percer complètement l'échantillon. Un manque de matière est présent dans la sous-couche, juste en dessous de la céramique. Ce décrochement est amplifié lors d'un perçage incliné. Il gène l'évacuation de la matière liquide et gazeuse hors du trou, générant une force sur la couche de céramique. Cette force ne conduit pas à de la fissuration pour les perçages à 90°, mais contribue à la propagation de celle-ci pour les perçages inclinés.

De plus, pour les perçages inclinés, le décrochement n'est visible que du côté du bord d'attaque. De l'autre côté du trou (bord de fuite), le manque de matière forme un bulbe. La présence de ce bulbe est reliée à l'angle d'éjection de la matière hors du trou : perpendiculairement à la surface sur trou et non dans l'axe du perçage. La position de ce bulbe est dans l'axe d'éjection de la matière hors du trou.

Lors du perçage laser à 20° d'une barrière thermique conventionnelle et pour une puissance crête du laser ne dépassant pas 20 kW (1ms par impulsion), seule la céramique (et en partie la sous-couche) est percée par la première impulsion et aucune macro fissure n'apparait à l'interface céramique / sous-couche. Toutefois, des microfissures sont présentes sur toute la paroi du trou au niveau de la céramique

(faïençage). Lors de la deuxième impulsion, une fissure apparait à l'interface céramique / sous-couche. Elle mesure quelques centaines de micromètres seulement. Cette fissure se propage ensuite à chaque impulsion supplémentaire et ce jusqu'à perçage complet du matériau (4 impulsions). Elle mesure alors plus de 1,2 mm.

Ce chapitre a permis de conclure que la fissure interfaciale est amorcée à partir des microfissures présentes dans la couche fondue de céramique. La propagation de la fissure à l'interface sous-couche / céramique se produit parallèlement à l'interface à quelques dizaines de microns au dessus de celle-ci. La fissure se propage entre les lamelles du dépôt de céramique ainsi qu'au travers des fissures interlamellaires présentes dans le dépôt de céramique.

Pour mieux observer la morphologie du trou, des zones fondues et de la fissuration, des observations non destructives ont été réalisées par tomographie et laminographie X. Elles ont permis de mettre en évidence la forme de la fissure interfaciale et de visualiser le chemin de cette fissure dans la céramique le long de l'interface. De plus, une reconstruction 3D du réseau de fissure dans la zone fondue et solidifié au niveau du métal a été présenté. Il permet de mettre en évidence la connection entre la fissure à l'interface céramique / sous-couche et les pores de la couche de céramique.

Afin de réduire la longueur de fissure interfaciale, une stratégie de perçage consistant à modifier la puissance crête du laser après la première impulsion a été mise en place (réduction de la puissance crête de 15 kW pour la première impulsion à 10 kW pour les impulsions suivantes). Cette stratégie de perçage permet de réduire d'un tiers la fissure.

# Bibliographie

[Debout, 2007] Debout, V. (2007). *Contribution à l'Etude des Propriétés Optiques de Dépôts Plasma de Zircone Yttriée : Influences de leurs Caractéristiques Microstructurales et Physico-chimiques.* PhD thesis, Université de Limoges.

[Girardot, 2010] Girardot, J. (2010). Etude de la nocivité des défauts liés au perçage laser sur la tenue de pièces moteur en alliage base cobalt. rapport de stage, PIMM, Paris.

[Girardot, 2014] Girardot, J. (2014). *Interaction laser/matière en régime de perçage par percussion : Analyse expérimentale, Modélisation et Simulation numérique.* PhD thesis, Arts et Métiers ParisTech.

[Girardot et al., 2013] Girardot, J., Schneider, M., Berthe, L., and Favier, V. (2013). Investigation of delamination mechanisms during a laser drilling on a cobalt-base superalloy. *Journal of Materials Processing Technology*, (213) :1682–1691.

[Mas, 2003] Mas, C. (2003). *Modélisation physique du procédé de découpe de métaux par laser.* PhD thesis, Université Paris VI.

[Mostafa, 2011] Mostafa, M. (2011). *Etude du perçage et du soudage laser : dynamique du capillaire.* PhD thesis, Université de Bourgogne-Dijon.

[Prevost, 2007] Prevost, M.-A. (2007). *Etude de nouvelles céramiques pour barrière thermique.* PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie (Paris VI).

[Revuz, 2010] Revuz, N. (2010). *Etude de l'endommagement d'un superalliage monocristalin à base de nickel induit par microperçage laser milliseconde.* PhD thesis, Ecole nationale supérieure des mines de Paris.

[Schneider, 2006] Schneider, M. (2006). *Perçage profond par laser : analyse des processus physiques.* PhD thesis, Université de paris VI, Paris.

[Schneider et al., 2010] Schneider, M., Berthe, L., Muller, M., and Fabbro, R. (2010). A fast method for morphological analysis of laser drilling holes. *Journal of Laser Applications*, 22 :127–132.

[Sezer and Li, 2009] Sezer, H. and Li, L. (2009). Mechanisms of acute angle laser drilling induced thermal barrier coating delamination. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 131 :1–6.

[Sezer et al., 2006] Sezer, H. K., Li, L., Schmidt, M., Pinkerton, A. J., Anderson, B., and Williams, P. (2006). Effect of beam angle on haz, recast and oxide layer characteristics in laser drilling of tbc nickel superalloys. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(15) :1972–1982.

[Voisey and Clyne, 2004] Voisey, K. T. and Clyne, T. W. (2004). Laser drilling of cooling holes through plasma sprayed thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 176(3) :296–306.

[Yeo et al., 1994] Yeo, C., Tam, S., Jana, S., and Lau, M. W. (1994). A technical review of the laser drilling of aerospace materials. *Journal of Materials Processing Technology*, 42 :15–49.

# Chapitre 5

# Influence de l'architecture d'interface sur le perçage laser

## Sommaire


5.1 Introduction . . . . . **169**
5.2 Rappel des architectures d'interface . . . . . **169**
5.3 Présentation des paramètres de perçage laser . . . . . **170**
5.4 Caractéristiques des trous lors de perçages interrompus . . . . . **172**
5.4.1 Allure globale des trous percés à 90° et 20° . . . . . 172
5.4.1.1 Trous percés à 90° : 4 impulsions . . . . . 172
5.4.1.2 Trous percés à 20° : de 1 à 10 impulsions . . . . . 173
5.4.2 Caractéristiques dimensionnelles et zones fondues des trous percés à 20° . . . 173
5.4.2.1 Profondeur . . . . . 173
5.4.2.2 Diamètres . . . . . 174
5.4.2.3 Zones fondues . . . . . 176
5.4.3 Observations 3D non destructives par laminographie X (2 impulsions, 20°) . . 177
5.4.3.1 Observations des échantillons par laminographie X . . . . . 177
5.4.3.2 Analyse de la fissure interfaciale au stade de l'amorçage . . . . . 182
5.5 Évolution de la fissuration en cours de perçage . . . . . **185**
5.5.1 Étude de la fissuration pulse à pulse à 20° . . . . . 185
5.5.2 Influence de l'architecture d'interface . . . . . 191
5.5.2.1 Influence de caractéristiques morphologiques . . . . . 191
5.5.2.2 Influence de caractéristiques mécaniques . . . . . 192
5.5.3 Influence de la stratégie de perçage . . . . . 194
5.6 Evolution des contraintes résiduelles après perçage complet à 90° . . . . . **195**
5.6.1 Détermination des contraintes résiduelles autour d'un trou percé laser . . . . 195
5.6.2 Effets du perçage laser sur les contraintes internes en bord du trou . . . . . 196
5.6.3 Évolution des contraintes résiduelles dans le système plasma référence . . . . 197
5.6.4 Évolution des contraintes résiduelles dans les systèmes cold spray . . . . . 198
5.6.5 Évolution des contraintes résiduelles dans le système plasma gradient . . . . . 200
5.6.6 Synthèse . . . . . 201
5.7 Conclusions . . . . . **202**
Bibliographie . . . . . **205**

## 5.1 Introduction

Le chapitre précédent décrit en détail les caractéristiques de la formation d'un trou par laser dans une barrière thermique industrielle ainsi que les phénomènes de fissuration induits par ce procédé pour des perçages à 90° et à 20°. En utilisant des paramètres de perçage laser sévères (20°, 15kW, 1ms par impulsion), il a été mis en évidence qu'une fissure majeure s'amorçait à l'interface sous-couche / céramique dès que le superalliage était affecté par le laser ; c'est-à-dire à la deuxième impulsion laser pour ce système de référence percé en mode incliné. Puis, grâce à des essais interrompus, on observe que cette fissure se propage lors des impulsions suivantes dans un volume de céramique proche de l'interface selon un chemin qui est visiblement influencé par la rugosité de la surface sous-couche / céramique. Dans ce chapitre, on souhaite étudier si une modification de l'architecture morphologique et mécanique autour de l'interface peut permettre de limiter la fissuration interfaciale du système lors du perçage. Plus généralement, on souhaite examiner comment cette architecture peut affecter les caractéristiques génériques des trous percés dans l'éventualité d'une application industrielle. Dans le chapitre 3, ont été réalisés et classés différents systèmes barrière thermique dont la sous-couche a été volontairement modifiée de manière à varier de manière effective la zone de l'interface (morphologie, composition) entre la céramique et le métal et l'état mécanique du système complet (profils de contraintes résiduelles et de dureté). Ce faisant, on souhaite évaluer l'influence de ces critères morphologiques et mécaniques qui sont généralement mis en relation avec la notion d'adhérence appliquée aux dépôts projetés sur la phénoménologie et la tenue à fissuration lors du perçage laser. Le bilan des architectures d'interfaces portées à l'étude est rappelé en début de ce chapitre. Pour cela, à partir de perçages réalisés à 90° et 20° sur tous les systèmes architecturés, on interroge à nouveau la réponse des différents systèmes soumis à un perçage sévère à partir des essais interrompus. On pratique de 1 à 4 impulsions laser pour analyser la formation du trou et la genèse de la fissure interfaciale et 10 impulsions pour achever un trou complet percé afin d'évaluer la forme finale du trou et sa fissure interfaciale pour des conditions plus proches des conditions réelles industrielles. A partir de ces essais, les caractéristiques significatives des trous et le chemin de fissure à l'interface céramique/sous-couche sont décrits pulse à pulse en fonction des architectures d'interface.

Sur la base d'une sélection d'architectures suffisamment distinctes, on souhaite enrichir les analyses issues des observations 2D usuelles réalisées dans le plan médian des trous avec des images laminographiques 3D des volumes percés. Il s'agit de mieux appréhender l'étendue des défauts engendrés sur le pourtour du trou dans les zones affectées par les phénomènes dûs à l'interaction avec le laser. Pour aborder cette démarche, on vise plutôt une analyse de trous pour le nombre de pulse qui correspond à la phase d'amorçage de la fissure céramique/sous-couche. L'ensemble de ces analyses doivent permettre d'appréhender mieux l'influence des différents critères des architectures mis-en-œuvre sur la tenue à la fissuration des barrières thermiques projetées lors du perçage en percussion. Cette discussion, notamment sur les effets thermiques et/ou mécaniques engendrés lors du perçage, peut être étoffée grâce à l'examen des contraintes résiduelles redistribuées dans le volume autour de trous percés à 90° après l'opération de perçage.

## 5.2 Rappel des architectures d'interface

Neuf systèmes barrière thermique ont été sélectionnés pour leurs caractéristiques morphologiques et mécaniques qui seront étudiés par le biais d'essais de perçage laser interrompus. Les caractéristiques morphologiques ont donné lieu à différents types d'architecture selon un classement schématique de la morphologie introduit dans la figure 3.8, page 83 (cf. Chapitre 3). On peut distinguer les interfaces dites « surfaciques » de celles dites « volumiques » selon par exemple que l'amplitude en hauteur du motif géométrique de la surface (typiquement Rz) est respectivement très inférieure ou du même ordre de grandeur que l'épaisseur du dépôt dont on considère la morphologie. Parmi les interfaces surfaciques on peut alors distinguer la nature du motif : 1D (interface lisse ou polie par exemple) ou 2D. Pour ces motifs 2D constitués de pics et vallées on peut ensuite envisager des motifs aléatoires (rugosité) ou structurés

qui sont plutôt aux échelles du micromètre ou du nanomètre dans le cas des interfaces surfaciques. Pour ce qui concerne les interfaces volumiques, on peut aussi concevoir des motifs 2D aléatoires ou structurés (qui sont alors plutôt à l'échelle de quelques dizaines de micromètres voire proche du millimètre) mais aussi des motifs 3D. Dans ce dernier cas, il est possible alors de parler d'interface volumique "composite". Mais, comme en 2D, le motif 3D peut-être envisagé aléatoirement ou de manière structurée. Dès lors, les neuf systèmes peuvent être identifiés selon cette approche que l'on rappelle dans la figure 5.1 en indiquant les valeurs significatives des paramètres d'amplitude des profils de rugosité de la sous-couche Ra, Rz, Rsk et Rku (sauf pour la série des gradients). Si le substrat sablé donne l'interface avec le Ra le plus faible (3,13 µm), les quatre autres cas nous permettent de balayer des Ra allant de 11 à 19 µm environ. Pour les valeurs de Rz, on voit que l'on peut résumer les différents cas selon trois domaines d'amplitude totale : ∼30µm, ∼70µm et ∼120 µm. Pour les facteurs d'asymétrie Rsk, on voit que des valeurs traduisant des symétries différentes sont obtenues (Rsk >0, Rsk <0 et Rsk≈0) ainsi que pour les facteurs d'aplatissement Rku (Rku >3, Rku< 3 et Rku≈3). L'ensemble de ces paramètres témoignent de profils de rugosité très différents complétés par le cas des gradients que l'on ne peut qualifier par un simple paramètre de rugosité.

D'un point de vue mécanique, les systèmes étudiés présentent trois types de profil de dureté avec un écart significatif entre le substrat métallique et le dépôt céramique (de 500 à 700 Hv environ selon les cas) et un adoucissement très local dans la céramique près de l'interface céramique/sous-couche due à la présence du métal à proximité de la zone sollicitée par l'indentation. On distingue les différents cas grâce au niveau de dureté intermédiaire dans la sous-couche (cf figure 3.32, page 111, chapitre 3). Il y a les cas où la sous-couche est au même niveau que le substrat et les cas où la sous-couche est nettement plus dure que le substrat selon différents niveaux suivant les cas. Le niveau de dureté dans la sous-couche peut-être homogène (plateau intermédiaire) ou évoluer de manière monotone (cas des 3 gradients pour lesquels on exprime juste une dureté moyenne représentative du gradient dans le tableau 5.1). Ces aspects mécaniques en relation avec une filiation de la caractéristique sur le système complet sont complétés par les profils des contraintes résiduelles avant perçage pour quatre des systèmes jugés très éloignés du point de vue des effets mécaniques engendrés pendant la fabrication (plasma référence, plasma gradient et cold spray et cold spray détensionné). De ces différents profils de contraintes résiduelles, on note surtout la présence de gradients de contraintes à l'interface sous-couche/substrat : soit traction → compression ou l'inverse. Les niveaux de contraintes résiduelles et les gradients enregistrés au niveau de l'interface d'intérêt majeur céramique/sous-couche sont nettement plus faibles voire nuls. Un cas existe (cold spray détensionné) avec un système totalement relaxé avant perçage. Les cas cold spray et gradient laissent apparaître un pic de contraintes résiduelles au sein de la sous-couche.

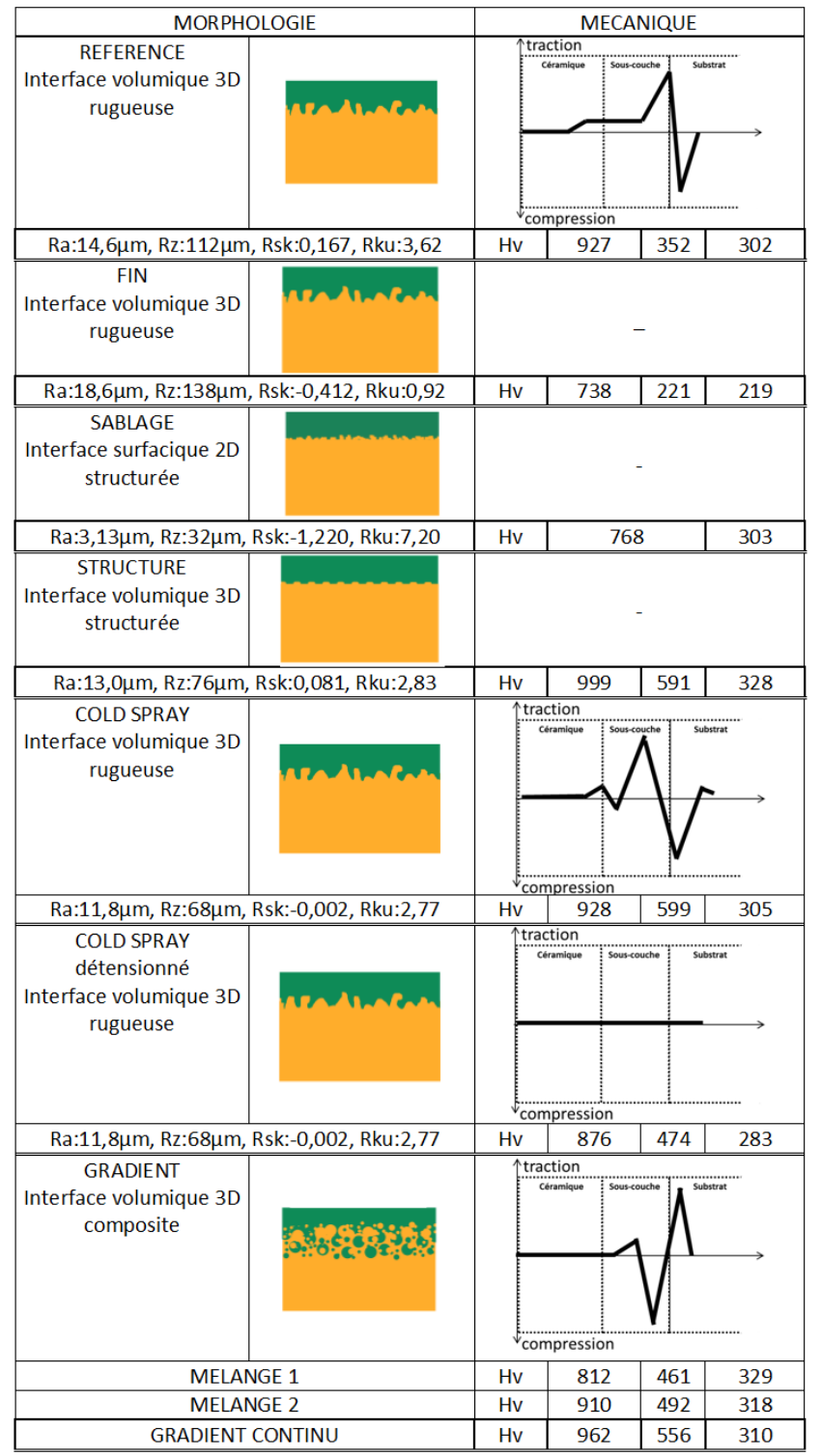
La suite de ce chapitre va permettre de mieux positionner nos différentes architectures par rapport à cette schématisation et la réponse au perçage interrompu. Dans une première partie, les coupes micrographiques des 12 échantillons après dépôt de céramique seront présentées. Les paramètres de rugosité représentatifs des surfaces seront analysés en relation avec des observations de surface (MEB, profilomètre 3D) sur les échantillons de sous-couche prélevés avant dépôt de céramique (sauf mélanges et gradient NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ qui ne peuvent pas être prélevés).

## 5.3 Présentation des paramètres de perçage laser

Afin de déterminer l'influence du perçage laser sur les différentes barrières thermiques, trois stratégies de perçage ont été étudiées : un perçage de référence à 15kW et deux stratégies où la puissance varie entre la première impulsion et les impulsions suivantes. Ce sont les paramètres sélectionnés d'après les résultats du chapitre 4 sur la cas plasma référence : la variation de puissance entre la première impulsion et les suivantes permet de réduire la fissuration interfaciale au stade de son initiation, sans modifier la morphologie du trou (bulbe, zone fondue). Les différents paramètres de perçage sont décrits dans le tableau 5.1.

| Stratégies | puissance crête | | durée | angle |
|---|---|---|---|---|
| | $1^{ère}$ impulsion | impulsions suivantes (2 à 10) | | |
| 90° | 15 kW | 15 kW | 1 ms | 90° |
| Ref | 15 kW | 15 kW | 1 ms | 20° |
| Gradient faible | 15 kW | 10 kW | 1 ms | 20° |
| Gradient fort | 18 kW | 7 kW | 1 ms | 20° |

Tableau 5.1 – Récapitulatif des stratégies de perçage étudiées



| MORPHOLOGIE | | MECANIQUE | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| REFERENCE<br>Interface volumique 3D<br>rugueuse | | traction / compression (Céramique, Sous-couche, Substrat) | | | |
| Ra:14,6µm, Rz:112µm, Rsk:0,167, Rku:3,62 | | Hv | 927 | 352 | 302 |
| FIN<br>Interface volumique 3D<br>rugueuse | | – | | | |
| Ra:18,6µm, Rz:138µm, Rsk:-0,412, Rku:0,92 | | Hv | 738 | 221 | 219 |
| SABLAGE<br>Interface surfacique 2D<br>structurée | | - | | | |
| Ra:3,13µm, Rz:32µm, Rsk:-1,220, Rku:7,20 | | Hv | 768 | | 303 |
| STRUCTURE<br>Interface volumique 3D<br>structurée | | - | | | |
| Ra:13,0µm, Rz:76µm, Rsk:0,081, Rku:2,83 | | Hv | 999 | 591 | 328 |
| COLD SPRAY<br>Interface volumique 3D<br>rugueuse | | traction / compression (Céramique, Sous-couche, Substrat) | | | |
| Ra:11,8µm, Rz:68µm, Rsk:-0,002, Rku:2,77 | | Hv | 928 | 599 | 305 |
| COLD SPRAY<br>détensionné<br>Interface volumique 3D<br>rugueuse | | traction / compression (Céramique, Sous-couche, Substrat) | | | |
| Ra:11,8µm, Rz:68µm, Rsk:-0,002, Rku:2,77 | | Hv | 876 | 474 | 283 |
| GRADIENT<br>Interface volumique 3D<br>composite | | traction / compression (Céramique, Sous-couche, Substrat) | | | |
| MELANGE 1 | | Hv | 812 | 461 | 329 |
| MELANGE 2 | | Hv | 910 | 492 | 318 |
| GRADIENT CONTINU | | Hv | 962 | 556 | 310 |

FIGURE 5.1 – Rappel des différentes architectures et des aspects morphologiques et mécaniques

Pour chaque paramètre, sept trous ont été réalisés : deux trous à 90° réalisés avec quatre impulsions et positionnés de part et d'autres des trous inclinés pour servir de trous d'alignement du plan médian et cinq trous à 20° réalisés avec un nombre croissant d'impulsions (de 1 à 4 impulsions puis 10 impulsions). La fissure à l'interface céramique/sous-couche d'un système barrière thermique apparait lors de la deuxième impulsion laser lors des perçages inclinés. C'est pourquoi, dans cette thèse, un intérêt tout particulier est porté à l'analyse des trous formés par 1 et 2 impulsions laser et sur l'influence des architectures d'interface sur les premiers stades de la fissuration.

## 5.4 Caractéristiques des trous lors de perçages interrompus

### 5.4.1 Allure globale des trous percés à 90° et 20°

En résumé, quelle que soit l'architecture d'interface étudiée, l'allure globale des trous est similaire : formation d'un bulbe dès le perçage du substrat, présences de particules fondues et solidifiées en bord de trou pour les trous formés par 2 à 4 impulsions. Parois du trou à 10 impulsions lisses (hormis au niveau du bulbe). La figure 5.2 montre l'allure dans le plan médian des trous obtenus avec les paramètres de perçages de référence à 15kW.

FIGURE 5.2 – Forme des trous complets percés à 90° et pour des perçages interrompus de 1 à 10 impulsions à 20° (15kW, 1ms). Ex : sous-couche cold spray..

#### 5.4.1.1 Trous percés à 90° : 4 impulsions

Les deux trous à 90° de chaque côté des trous inclinés ont une forme en V : le diamètre d'entrée est supérieur au diamètre de sortie. La couche fondue et solidifiée en bord de trou est plus épaisse dans le métal en dessous de la couche céramique. Un évasement symétrique dans le métal en dessous de la céramique est toujours observé (équivalent au bulbe dissymétrique observé à 20°). La présence d'une fissure à l'interface céramique / sous-couche lors des perçages à 90° n'est pas systématique quel que soit le système barrière thermique. Le tableau 5.2 résume les longueurs maximales de fissure interfaciale mesurées pour les différents systèmes. Malgré une gamme de taille de fissures très faible, les résultats des

| Sous-couche | Longueur de fissure |
|---|---|
| Plasma référence | 100 µm |
| Plasma structuré | 0 µm |
| Cold spray | 210 µm |
| Cold spray détensionné | 140 µm |
| Plasma gradient | 0 µm |
| Plasma mélange 1 | 0 µm |
| Plasma mélange 2 | 0 µm |

Tableau 5.2 – Mesure de la longueur de la fissure interfaciale après quatre impulsions laser à 90°

mesures sur un trou complet à 90° (sans effet d'inclinaison) montrent déjà une sensibilité plus grande à la fissuration des deux systèmes avec sous-couche cold spray avec une longueur de fissure deux fois plus grande que pour le système plasma référence qui est légèrement fissuré tandis que la structuration laser et la présence d'un gradient conduisent à des trous complets non défectueux.

#### 5.4.1.2 Trous percés à 20° : de 1 à 10 impulsions

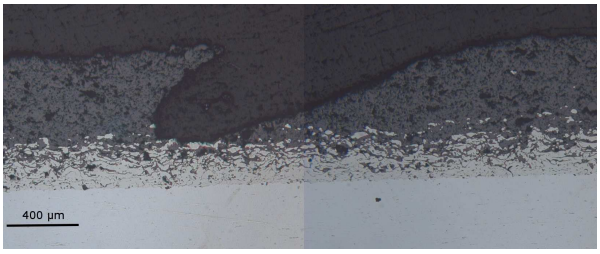
La première impulsion ne perce que la céramique et la sous-couche excepté pour la barrière thermique plasma fin et le système sablé où le superalliage commence déjà à être percé. Un bulbe est présent sur tous les échantillons sur le bord de fuite au niveau de la partie supérieure du superalliage. Il apparait dès que le superalliage commence à être percé, comme constaté et détaillé dans le chapitre 4 (§ 4.3.2.2, 147) au sujet du cas plasma référence. Les bords des trous sont recouverts d'une couche de métal fondu puis solidifié au niveau de la sous-couche et du superalliage. Pour tous les échantillons étudiés, le trou réalisé à 10 impulsions perce complètement le système et les bords du trou sont rectilignes (pas d'amas de zones fondues solidifiées). Toutefois, le bulbe est toujours présent bien qu'en parti rempli par de la matière fondue et solidifiée. La fissure interfaciale apparait sur le bord d'attaque dès que le superalliage est percé soit lors de la seconde impulsion pour toutes les architectures et selon les résultats établis dans le chapitre 4 (§ 4.3.2.2, 147).

### 5.4.2 Caractéristiques dimensionnelles et zones fondues des trous percés à 20°

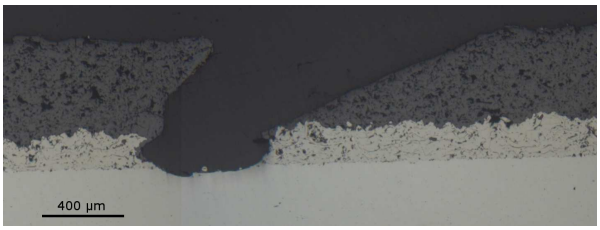
Bien que l'allure globale des trous soit similaire pour tous les systèmes barrière thermique, quelques différences sont néanmoins observées notamment au niveau de la profondeur percée lors de la première impulsion et au niveau de la formation du bulbe lors de la deuxième impulsion. Dans les paragraphes suivants, seules les deux premières impulsions sont étudiées plus en détail pour chaque architecture d'interface de manière à les différencier.

#### 5.4.2.1 Profondeur

Pour tous les échantillons étudiés à l'exception du système barrière thermique plasma fin et du système sablé, la première impulsion laser soit à 15 kW ou à 18 kW ne perce que le revêtement céramique ou céramique + sous-couche comme le montrent les quatre exemples (sur neuf) sélectionnés pour leur différence notable d'architecture d'interface sur la figure 5.3.

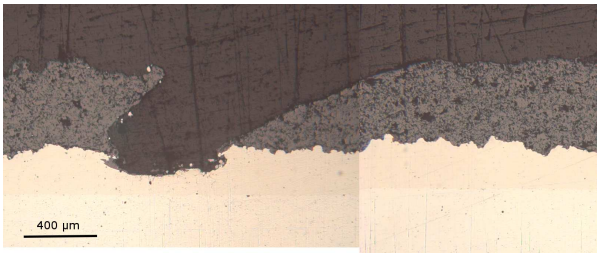



(a) Système plasma gradient. 15kW, 1 imp, 20°




(b) Système plasma structuré. 15kW, 1 imp, 20°

(c) Système plasma fin. 15kW, 1 imp, 20°




(d) Système cold spray. 15kW, 1 imp, 20°

FIGURE 5.3 – Observations de l'allure du trou percé par une impulsion laser pour différentes architectures d'interface. 15kW, 1 imp, 20°

Dans le cas du système plasma fin, le trou formé lors de la première impulsion à une allure proche de celle des trous formés par deux impulsions sur les autres systèmes. De plus, pour les systèmes pour lesquels la sous-couche commence à être percée, tel que le plasma structuré ou le cold spray, un bulbe

se forme dès la première impulsion. Cela confirme bien la relation entre la formation du bulbe et les premières étapes du perçage du métal. Néanmoins, le bulbe étant partiellement rempli par du liquide solidifié, son volume n'est pas répétable d'un essai à l'autre. Il n'a donc pas été possible d'établir une relation entre la profondeur percée et la morphologie du bulbe. Après la première impulsion, il ne reste que du métal à percer pour tous les systèmes et la vitesse de perçage dans le métal devrait être la même pour tous les échantillons. Seules les deux premières impulsions présentent donc des évolutions différentes au niveau de la profondeur percée. La figure 5.4 ci-dessous indique la profondeur percée par le laser, mesurée sur une coupe micrographique pour chaque système barrière thermique étudié.

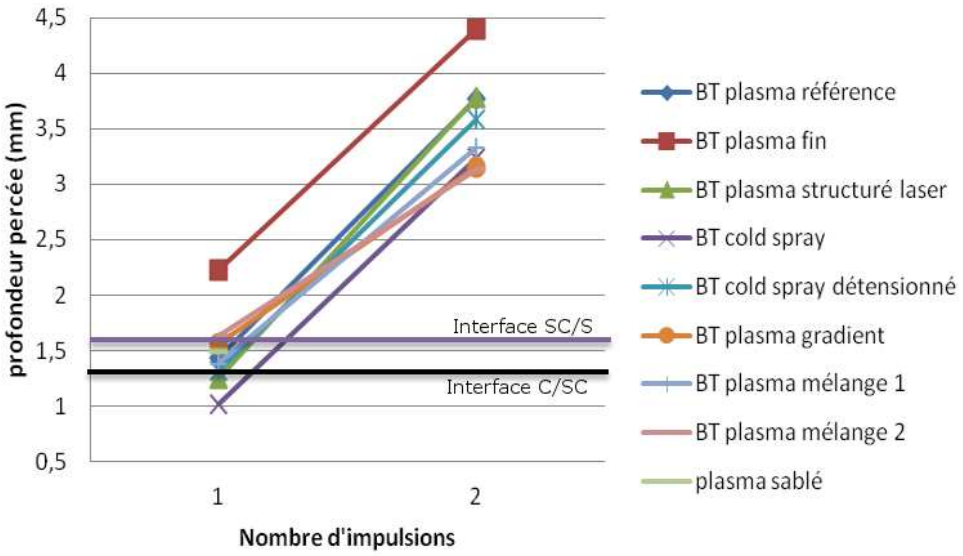


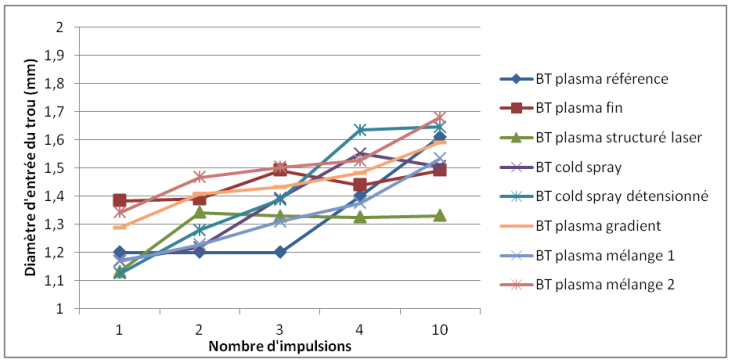

FIGURE 5.4 – Profondeur percée des différents systèmes barrière thermique après 1 et 2 impulsions laser (15kW, 20°)

On constate que sauf pour l'échantillon plasma fin, la profondeur percée varie entre 1,0mm et 1,6mm. Après la deuxième impulsion, le même écart est observé avec des profondeurs percées comprises entre 3,1mm et 3,7mm excepté pour la barrière thermique avec sous-couche plasma fine. Ces mesures indiquent qu'il n'est pas possible de classer ces architectures d'interface uniquement à partir des mesures de profondeur percée par les deux premières impulsions, excepté pour le système plasma fin. Il serait intéressant de comparer ces résultats au volume de matière éjecté à chaque impulsion pour les différentes configurations étudiées. Il n'a toutefois pas été possible de comparer ce volume du fait du bulbe présent dès la seconde impulsion laser.

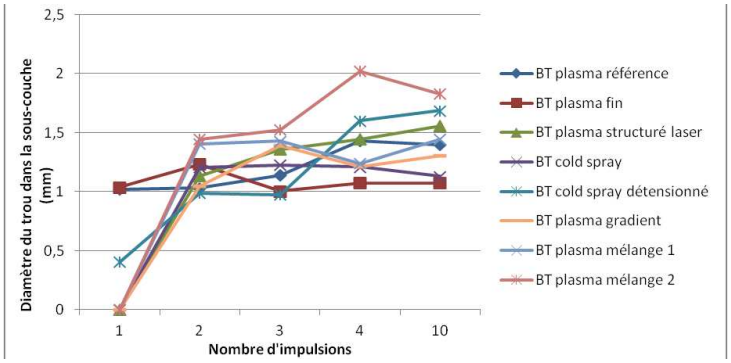
#### 5.4.2.2 Diamètres

Le diamètre des trous dépend de la localisation de la mesure dans le trou (entrée, sortie, zone supérieure du substrat, sous-couche...). Les diamètres mesurés sont représentatifs du grand axe de l'ellipse formée dans le plan parallèle à l'interface. Ils correspondent aux mesures usuelles réalisées en coupe sur des systèmes barrières thermiques percés laser. Une différence notable est mesurée entre le diamètre à l'entrée du trou et le diamètre dans la sous-couche : 1,4 mm en moyenne en entrée du trou contre 1,1 mm à l'entrée de la sous-couche (2 impulsions laser). Cette différence s'explique par l'agrandissement du diamètre du trou lors de l'éjection de la matière liquide et gazeuse. De plus, le diamètre à l'entrée de la sous-couche évolue en fonction du nombre d'impulsions laser : 1,1mm pour la deuxième impulsion contre 1,4mm en moyenne pour la dixième impulsion. Les diamètres mesurés au niveau de la sous-couche varient en fonction du bulbe. Ils peuvent ainsi donner une indication sur la variation de la taille du bulbe en fonction de l'architecture d'interface. Les diamètres à l'entrée du trou, dans la sous-couche et à la sortie du trou sont regroupés dans la figure 5.5.

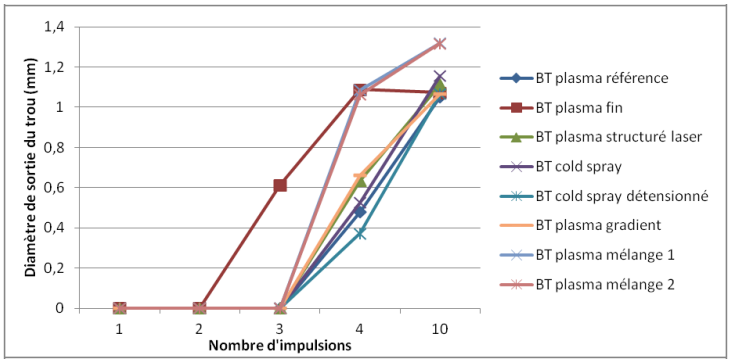
Les différentes architectures d'interface peuvent être classées selon trois groupes en fonction de leur




(a) Diamètre d'entrée




(b) Diamètre dans la sous-couche




(c) Diamètre de sortie

FIGURE 5.5 – Comparaison des diamètres du trou mesurés en coupe : en entrée et en sortie des trous interrompus des échantillons étudiés pour un perçage à 15kW

diamètre d'entrée :

- Les systèmes plasma référence, cold spray, cold spray détensionné et plasma mélange 1 (sans sous-couche de NiCrAlY avant la couche de mélange) ont un diamètre qui s'agrandit quand le nombre d'impulsions laser augmente : le diamètre à l'entrée passe de 1,15 mm (1 impulsion laser) à 1,55 mm (10 impulsions laser)
- Les systèmes plasma fin, plasma gradient, plasma mélange 2 ont un diamètre qui augmente en fonction du nombre d'impulsions laser : le diamètre d'entrée passe de 1,35 mm après 1 impulsions à 1,55 mm après 10 impulsions laser.
- Le système plasma structuré laser voit son diamètre augmenter uniquement lors des deux premières impulsions puis il est constant quel que soit le nombre d'impulsions supplémentaires

Le diamètre dans la sous-couche varie en fonction des systèmes barrières thermique. On peut noter que ce diamètre varie peu à partir de la deuxième impulsion quand le substrat a commencé d'être percé. Les variations de diamètre observées entre la deuxième et la dixième impulsion sont liées à la présence du bulbe ainsi qu'aux erreurs de mesure et de polissage. La valeur du diamètre dans la sous-couche est

du même ordre de grandeur que la valeur du diamètre d'entrée (compris entre 1,1 mm et 1,7 mm). Vu que la forme du trou dans la céramique est conique, un diamètre similaire à l'entrée du trou et dans la sous-couche montre bien l'agrandissement du trou au passage dans le métal.

Le diamètre de sortie est inférieur au diamètre d'entrée d'environ 40% (diamètre moyen d'environ 1,4 mm en entrée contre 1,1 mm en moyenne en sortie (pour dix impulsions). Lors de la quatrième impulsion laser qui perce complètement le matériau, les parties liquide et gazeuse sont évacuées par la sortie du trou. La forme conique du trou, bien visible à 90° se retrouve donc aussi lors d'un perçage à 20°. Le système barrière thermique fin ayant une épaisseur deux fois plus faible que les autres échantillons est percé complètement dès la troisième impulsion laser. Toutefois, le diamètre final est similaire aux autres échantillons. Bien que le diamètre du faisceau ne soit que de 330 µm au plan focal, ce diamètre augmente en s'éloignant du plan focal. C'est pourquoi, même si le diamètre de sortie du trou après l'impulsion permettant de déboucher est d'environ 600 µm, une interaction laser / matière est encore possible. Le trou continu donc de s'élargir pendant une impulsion puis reste stable jusqu'à 10 impulsions. Cette constatation a été vérifiée sur l'échantillon plasma référence avec des essais interrompus allant de 1 à 10 impulsions laser. Sur la figure 5.5 c, on constate que pour les systèmes plasma mélange 1 et 2, le diamètre de sortie à la quatrième impulsion est égal au diamètre percé dans le système plasma fin et est donc plus large que pour les autres échantillons (1,1 mm contre 0,5 mm en moyenne). Le diamètre de sortie final pour ces deux échantillons est alors plus élevé que pour les autres échantillons (1,3 mm contre 1,1 mm).

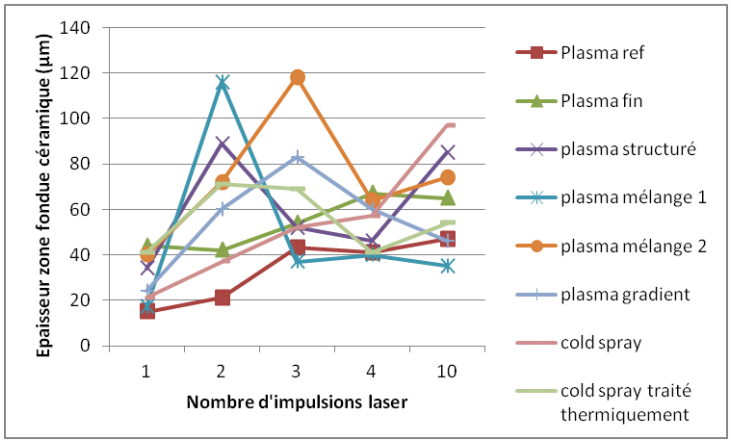
Les différents systèmes barrière thermique réagissent donc différemment à l'impact du laser au regard des diamètres des trous obtenus, mais il n'est toutefois pas possible de relier ces différences de diamètre aux caractéristiques morphologique ou mécanique de ces systèmes. Les différentes architectures d'interface sont donc similaires au regard des diamètres percés.

#### 5.4.2.3 Zones fondues

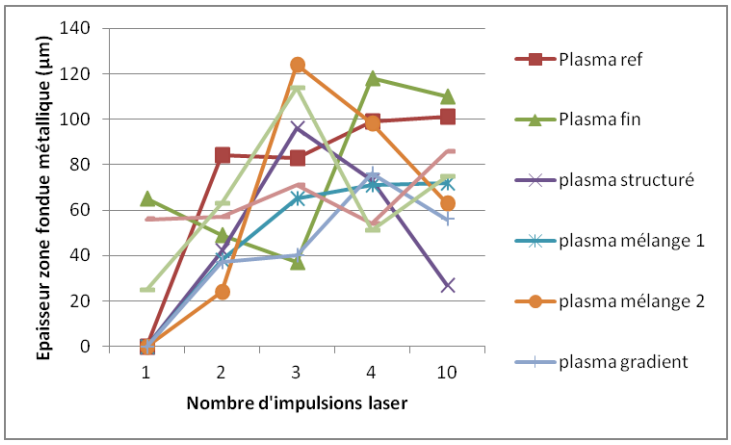
Trois types de zones fondues et solidifiées peuvent être observés sur les bords des trous :

- Une zone fondue et solidifiée formée de céramique et située le long de la couche de céramique
- Une zone fondue et solidifiée composée de métal le long de la sous-couche et du substrat
- Une zone fondue et solidifiée composée principalement de métal et parfois de céramique au niveau de la partie supérieur du substrat et de la sous-couche côté bord de fuite (bulbe)

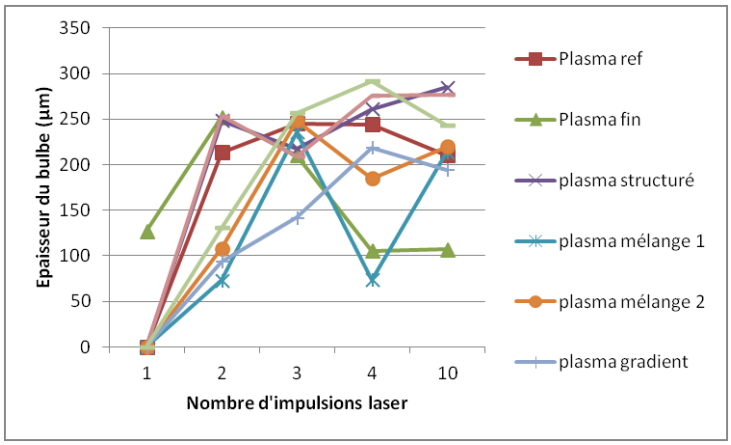
La zone fondue et solidifiée dans la céramique mesure en moyenne 25 µm le long du trou, mais des variations sont visibles en fonction du nombre d'impulsions. Ainsi, la matière fondue et solidifiée, déposée sur les bords du trou peut former des amas, augmentant localement l'épaisseur de la zone fondue. De plus, le bulbe forme un manque de matière parfois comblé par de la matière fondue et resolidifiée. Les épaisseurs de matière fondue et solidifiée sur les bords du trou le long de la céramique, du métal ainsi que l'épaisseur de matière fondue solidifiée dans le bulbe sont présentés dans la figure 5.6.




(a) Céramique




(b) Métal




(c) Bulbe

FIGURE 5.6 – Épaisseur maximale de la zone fondue le long de la couche céramique, de la couche métallique, et au niveau du bulbe en fonction de l'architecture d'interface (15 kW, 20°, 1 à 10 impulsions)

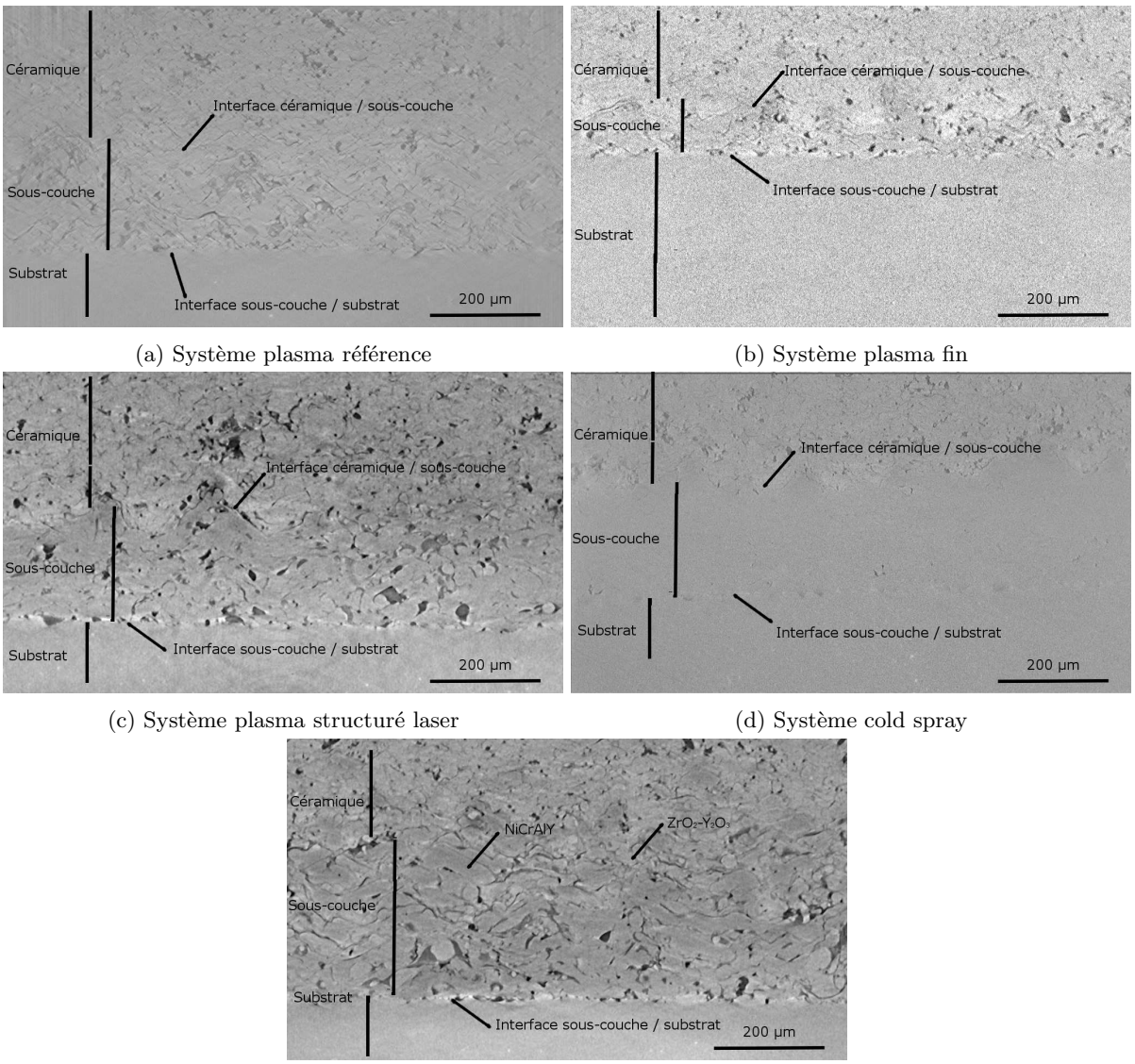
### 5.4.3 Observations 3D non destructives par laminographie X (2 impulsions, 20°)

Des éprouvettes ont été analysées par laminographie X afin d'étoffer les observations sur des architectures qui ressortent des observations précédentes : plasma référence, fin, structuré, cold spray et gradient et de manière à observer le trou et sa périphérie (jusqu'à 600 µm autour du centre du trou). L'observation s'effectue sur un trou percé par deux impulsions laser de 15kW. Dans ce cas, la taille de fissure est minimale et correspond à la phase d'amorçage que l'on peut donc enregistrer et reconstruire à partir d'un seul volume tomographique. Les systèmes choisis sont donc aussi en fonction d'aspects morphologiques et mécaniques bien différents afin de permettre de mieux déterminer l'étendue de cette fissure dans les trois directions de l'espace et d'étudier le chemin de fissure le long de l'interface (position de la fissure par rapport aux pics de rugosité) dès la phase d'amorçage. Ce choix a été fait aussi à cause de la limitation du temps de faisceau alloué à l'ESRF.

#### 5.4.3.1 Observations des échantillons par laminographie X

Tous les échantillons enregistrés en laminographie X ont une épaisseur comprise entre 0,75 et 0,8 mm. Le volume balayé est donc d'environ 2mm$^3$. La figure 5.7 suivante montre une série de vues 2D extraites de chaque volume reconstruit loin du trou et caractéristiques des dépôts non endommagés (environ 0,6 mm du centre du trou). Les différentes couches peuvent être bien distinguées à l'œil par leur différence de contraste. On observe également les pores globulaires et les détails des fissures orientées caractéristiques des dépôts plasma. Dans la sous-couche NiCrAlY par plasma, les lignes d'oxydes sont bien visibles tandis

que le dépôt CoNiCrAlY obtenu par cold spray est dense et exempt d'oxydes à l'échelle de l'observation. Toutefois, les faibles différences de nuance de gris entre la céramique et le métal au sein des couches, la taille submicronique de la plupart des défauts rendent le seuillage difficile (difficulté très visible dans la sous-couche à gradient). On retrouve ici une limitation de la technique déjà observée en tomographie conventionnelle sur des dépôts plasma céramique à l'ESRF [Amsellem, 2008]. Il serait possible d'obtenir de meilleurs contrastes en utilisant des échantillons plus fins, mais cela réduirait la zone d'observation du trou et ne permettrait pas de visualiser le trou, la fissure interfaciale et les trois couches dans le même volume.




(a) Système plasma référence

(b) Système plasma fin

(c) Système plasma structuré laser

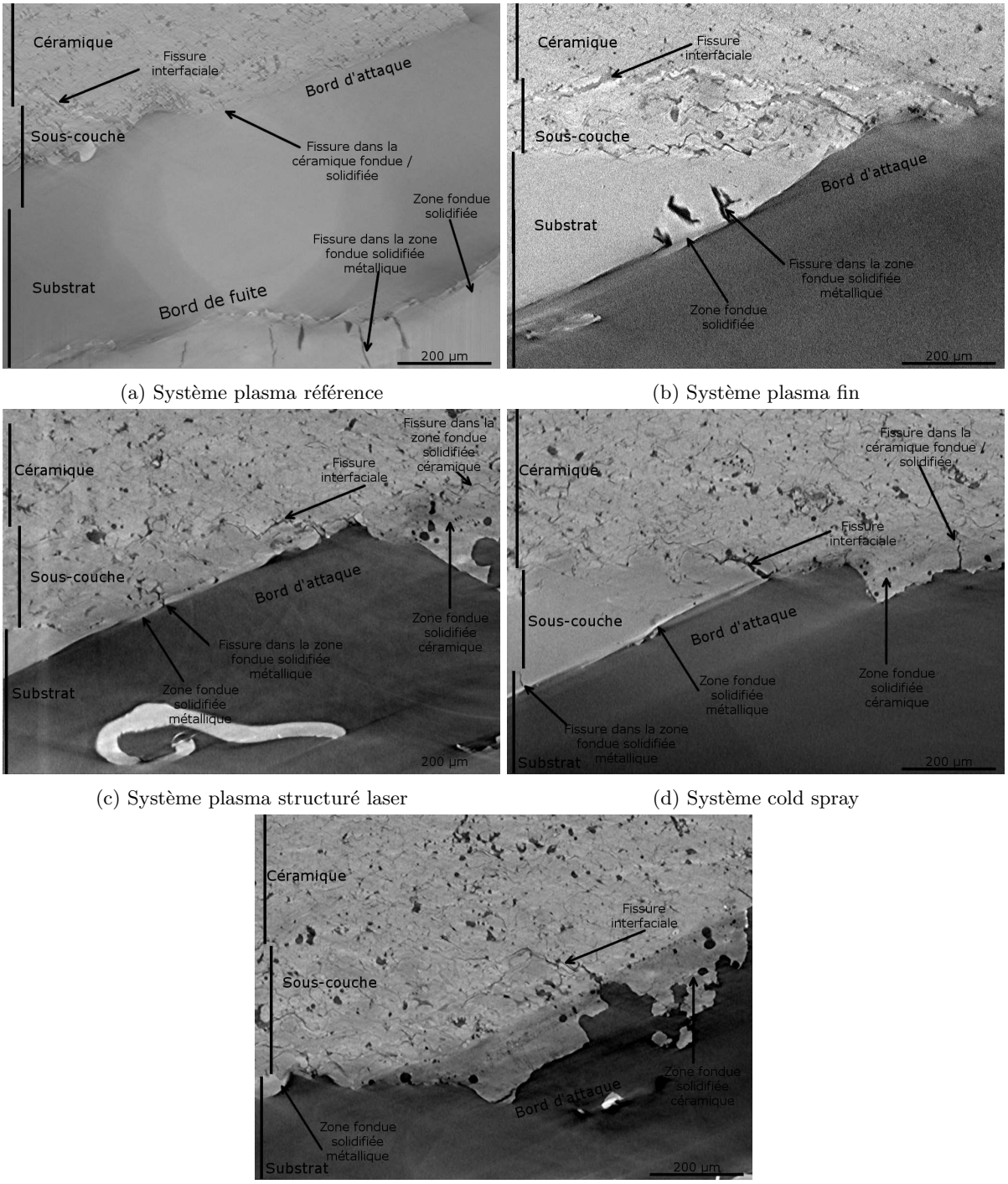
(d) Système cold spray

(e) Sous-couche à gradient de composition

FIGURE 5.7 – Vues laminographiques des barrières thermiques sans endommagement (loin du trou) pour différentes architectures d'interfaces.

La figure 5.8 illustre les différences entre chaque échantillon analysé par laminographie X au milieu du trou cette fois. Il est nécessaire de préciser ici que les images présentées sont tronquées par rapport au volume total reconstruit pour ne présenter que la zone en pointe de l'amorçage de la fissure au niveau du bord d'attaque de chaque échantillon. Sur ces échantillons, les bords des trous qui sont recouverts d'une zone fondue resolidifiée présentent des fissures (dans la céramique et dans le métal). La profondeur de ces fissures dépend de l'épaisseur de la zone fondue. Toutefois, ces fissures ne se propagent pas dans les zones non fondues. Elles sont orientées perpendiculairement aux parois du trou. Elles sont générées lors du refroidissement et la solidification de la couche liquide après perçage. Elles sont visibles dans la zone

métallique (figure 5.8 (a), (b)) et dans la zone céramique (figure 5.8 (c)). Des observations dans le volume ont permis de montrer que certaines fissures sont connectées entre elles.




(a) Système plasma référence

(b) Système plasma fin

(c) Système plasma structuré laser

(d) Système cold spray



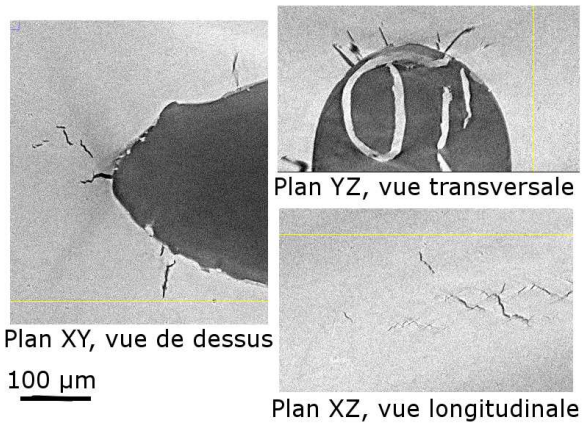

(e) Système plasma gradient

FIGURE 5.8 – Vues laminographiques des barrières thermiques avec différentes architectures d'interfaces (plan médian du trou)

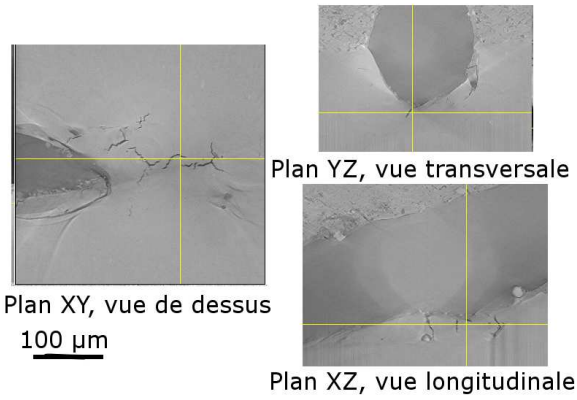
Ces connections sont plus ou moins importantes selon l'échantillon, comme l'illustre la figure 5.9 avec l'exemple des systèmes plasma fin, plasma référence et plasma gradient représentatifs des observations du trou vers le centre du bord d'attaque dans les 3 plans principaux en vue de desssus XY, en vue transversale (YZ) et en vue longitudinale (XZ) qui est le plan médian usuel.

Les observations des volumes obtenus par laminographie permettent de visualiser les fissures selon de nombreux plans médians 2D pour composer une observation 3D qui permet de suivre visuellement des

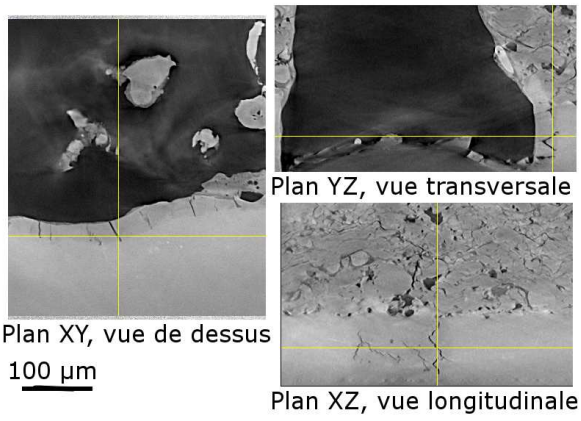
détails dans les différentes directions de l'espace. Cela permet de mettre en évidence les connections entre les microfissures situées dans la zone fondue solidifiée. De plus, elle permet de visualiser les orientations des fissures et de mesurer leur longueur maximale sans les artefacts de polissage. La figure 5.9 montre bien que les microfissures sont localisées sur toutes les parois du trou (bord d'attaque, bord de fuite et bords latéraux). Elles sont plus nombreuses dans la sous-couche et dans la partie supérieure du substrat (zone du bulbe). Cela peut s'expliquer par le fait que la zone fondue solidifiée est plus épaisse à cet endroit. Dans le volume périphérique du trou en vue longitudinale XZ, des fissures connectées et orientées cette fois perpendiculairement à l'interface peuvent être détectées dans le métal, la sous-couche et dans la céramique. Ces fissures peu profondes sont perpendiculaires à l'interface sont particulièrement visibles dans le cas de la sous-couche à gradient et cold spray. Il aurait été intéressant de les comparer avec le cas de la sous-couche cold spray détensionnée.




(a) Système plasma fin



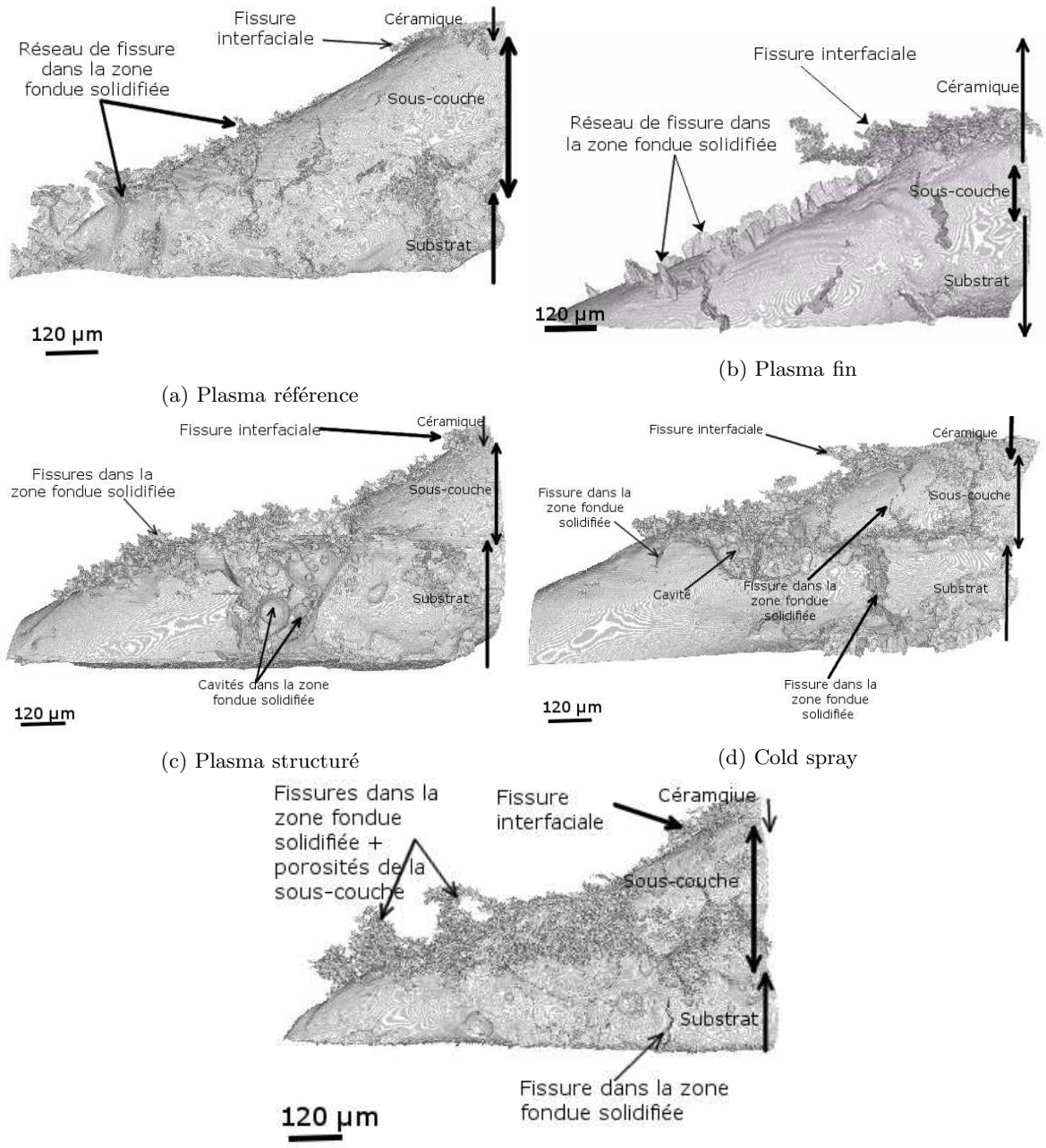

(b) Système plasma référence




(c) Système plasma gradient

FIGURE 5.9 – Observations selon les plans XY, XZ et YZ du réseau de fissures dans la zone fondue et solidifiée métallique pour trois architectures d'interface.

L'inconvénient principal de cette méthode d'observation est la durée de la prise de vue et le temps de traitement et d'analyse des données obtenues. Pour les différents systèmes étudiés, le réseau de fissure dans le métal fondu et solidifié n'est pas situé au même endroit dans la matière. Pour le système plasma fin, il est réparti sur le bord d'attaque principalement. Pour le système plasma structuré, comme pour le système plasma gradient, peu de fissures sont observées dans la zone fondue métallique, et elles ne forment pas toutes un réseau. Enfin, pour les systèmes plasma référence et cold spray, le réseau est uniquement localisé sur les bords latéraux et le bord d'attaque du trou mais pas au niveau du bord de fuite. Ces fissures mesurent jusqu'à 150 µm de long dans la zone métallique .




(a) Plasma référence

(b) Plasma fin

(c) Plasma structuré

(d) Cold spray

(e) Plasma gradient

FIGURE 5.10 – Réseau de fissure 3D autour du trou pour les différentes architectures d'interfaces

Les observations en laminographie X pourrait permettre d'isoler et de segmenter le volume occupé par les vides, c'est-à-dire le réseau de micro-fissures dans la zone fondue près de l'interface. La figure 5.10 offre un rendu 3D de ce réseau pour les 5 échantillons scannés. Comme les vides associés au trou percé laser, la porosité des dépôts et les fissures (dont celle d'intérêt) ont toutes les mêmes contrastes en niveaux de gris sur les volumes reconstruits, le seuillage numérique automatique intègre tous les vides connectés. En effet, ces images en rendu 3D sont obtenues grâce à un seuillage des pixels ayant la même plage de niveaux de gris, connectés entre eux à partir du trou. Cette segmentation ne permet donc pas de visualiser les fissures qui ne sont pas interconnectées. Pour tous les échantillons, dans la couche de céramique, des variations locales des niveaux de gris liés à la présence de porosités, rendent difficile la séparation univoque de la fissure interfaciale. Les volumes segmentés de la figure 5.10 ne montrent donc pas le volume total occupé par la fissure interfaciale mais uniquement les pixels voisins connectés entre eux. Toutefois cela peut à nouveau mettre en évidence des différences entre les 5 architectures d'interfaces sélectionnées pour cette analyse approfondie. Par ailleurs, on visualise mieux le volume scanné et l'on vérifie que la laminographie

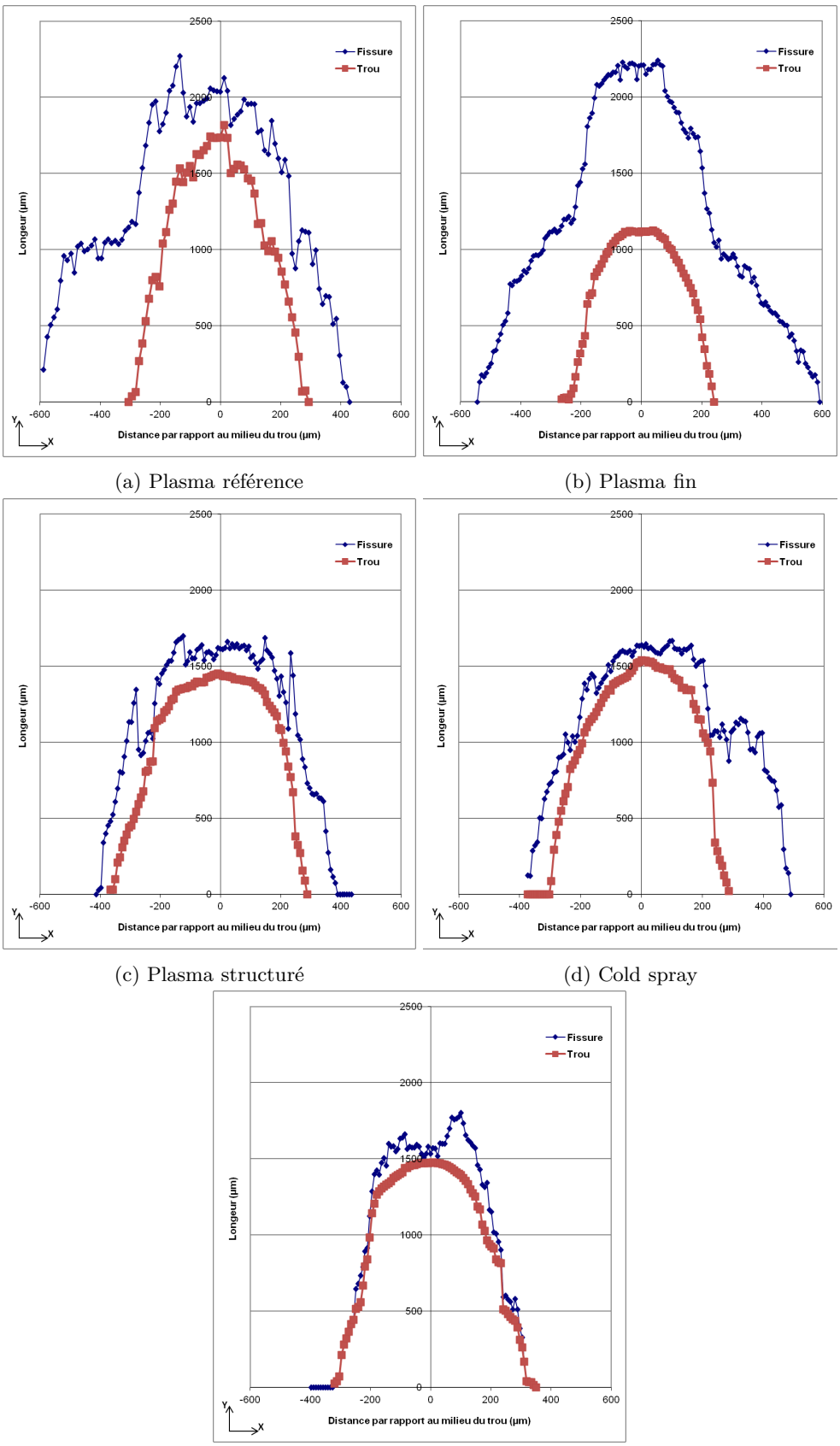
permet facilement d'isoler une zone précise dans l'épaisseur d'une barrière thermique échantillon avec un échantillon sous forme d'une plaque. Même si cette méthode est lourde, cela ouvre des perspectives intéressantes pour le contrôle non destructif et l'évaluation volumique de pièces industrielles revêtues.

Selon la segmentation simple mise en œvre, la condition plasma fin présente une fissure plus prononcée à l'interface céramique/sous-couche. De plus, les bords latéraux du trou présentent un réseau de fissure important non relié à la fissuration à l'interface céramique/sous-couche. L'échantillon plasma structuré présente une zone fondue resolidifée en bord de trou comportant de nombreuses cavités vides (de forme sphérique). Ces dernières masquent la présence des micro-fissures dans la zone fondue. L'échantillon cold spray contient un réseau de micro-fissures localisées dans la sous-couche, juste en dessous de l'interface avec la céramique et perpendiculaires à l'interface. Cet échantillon possède un faible nombre de micro-fissures dans la zone fondue et solidifiée métallique, ces dernières étant localisées uniquement sur les bords latéraux du trou. La densité du dépôt cold spray favorise la discrimination des fissures par rapport aux autres sous-couches. Le réseau de fissure de l'échantillon plasma gradient est parasité par la porosité dans la sous-couche biphasée. Cette sous-couche composite présente une différence notable avec les autres échantillons : la présence de fissures intra et inter-lamellaires dans le dépôt de sous-couche au niveau des phases de céramique. Ces fissures, ainsi que la porosité ouverte sont connectées au trou percé par laser. De plus, quelques micro-fissures dans la zone fondue solidifiée sont visibles au niveau du substrat principalement au niveau des bords latéraux. Le réseau de fissure contenu dans la zone fondue et resolidifiée métallique est proche pour tous ces échantillons. Il est composé de plusieurs microfissures, toujours perpendiculaires à la surface du trou. Elles ne sont pas toutes reliées les unes aux autres, ont une forme rectiligne et mesurent 50µm en moyenne de profondeur pour une longueur variant de 150µm à 500µm selon un chemin avec des bifurcations. Dans la zone fondue et resolidifiée céramique, les microfissures présentes ne peuvent pas être visualisées par cette méthode car elles sont connectée au réseau de porosités et de fissuration intra et interlamellaire intrinsèque au dépôt de céramique par plasma.

#### 5.4.3.2 Analyse de la fissure interfaciale au stade de l'amorçage

Les volumes reconstruits après laminographie permettent de mesurer l'étendue de la fissure interfaciale dans toutes les directions. A cause des contrastes proches et de la résolution, la taille de la fissure a dû être mesurée manuellement sur les bords du trou. Cette mesure est effectuée en balayant les piles d'images dans le plan XZ (plan usuel en 2D) pour obtenir la position de début et de fin de fissure dans chaque plan. Cela permet de projeter la forme de la fissure sur le plan XY (vue de dessus). La figure 5.11 regroupe ces mesures pour les différentes sous-couches étudiées.

Ces relevés dimensionnels montrent bien que la fissure interfaciale dans le système barrière thermique avec sous-couche à gradient de composition est très petite : elle ne se propage pas le long de l'axe Y (perpendiculaire à la direction de perçage) à plus de 300 µm de l'axe du trou (contre 400 µm minimum pour les autres configurations). De plus, la longueur maximum de la fissure interfaciale pour ce système est de 400 µm (dans l'axe Y, à partir du bord du trou) contre au moins 800 µm pour les autres barrières thermiques.




(a) Plasma référence

(b) Plasma fin

(c) Plasma structuré

(d) Cold spray

(e) Plasma gradient

FIGURE 5.11 – Relevé dimensionnel dans le plan interfaciale sous-couche / céramique de la fissure pour les différentes sous-couches à partir des clichés laminographiques (2 impulsions, 15kW)

Enfin, la longueur de la fissure mesurée selon l'axe X ne dépasse pas 100µm au milieu du trou pour

le système plasma gradient, 200µm pour les systèmes cold spray et plasma structuré, 300µm pour le système plasma référence et dépasse les 1000µm pour le système plasma fin. Ainsi, dès le deuxième trou, la barrière thermique avec sous-couche à gradient de composition sort du lot avec une très faible sensibilité à la fissuration. Le système plasma structuré présente aussi une faible sensibilité à la fissuration par rapport aux autres systèmes (longueur maximum de fissure selon l'axe X inférieure à 600µm. Ces mesures devront être validées par la suite avec les analyses en coupe métallographique du trou complet et comparées aux autres échantillons ayant des designs comparables.

L'étendue de la fissure n'est pas symétrique de part et d'autre du milieu trou pour les systèmes plasma référence et cold spray. Cette différence entre les deux bords latéraux pourrait s'expliquer par un défaut lors du réglage de l'angle de perçage ou par la présence d'une singularité à l'interface sous-couche/céramique (infondu local ou dépôt plus poreux localement). Cette dissymétrie peut générer une décohésion de la barrière thermique lors du perçage de plusieurs trous rapprochés comme sur les chambres de combustions industrielles. Sur tous les profils excepté le système plasma gradient, on peut constater que la longueur de la fissure interfaciale (mesurée selon l'axe X) reste constante sur 100 µm de part et d'autre du plan médian du trou (entre -100µm et +100 µm). Cela met en évidence qu'une erreur de positionnement inférieure à 100 µm lors d'un polissage des échantillons en coupe métallographique n'a pas d'influence majeure sur la longueur de la fissure interfaciale.

Les observations des volumes reconstruits montrent aussi une variation de l'ouverture de la fissure interfaciale en fonction de la position par rapport au trou. En effet, proche du plan médian du trou, la fissure interfaciale est plus ouverte que le long des bords latéraux du trou. Cette observation est bien visible sur le plan YZ est sur la figure 5.12.

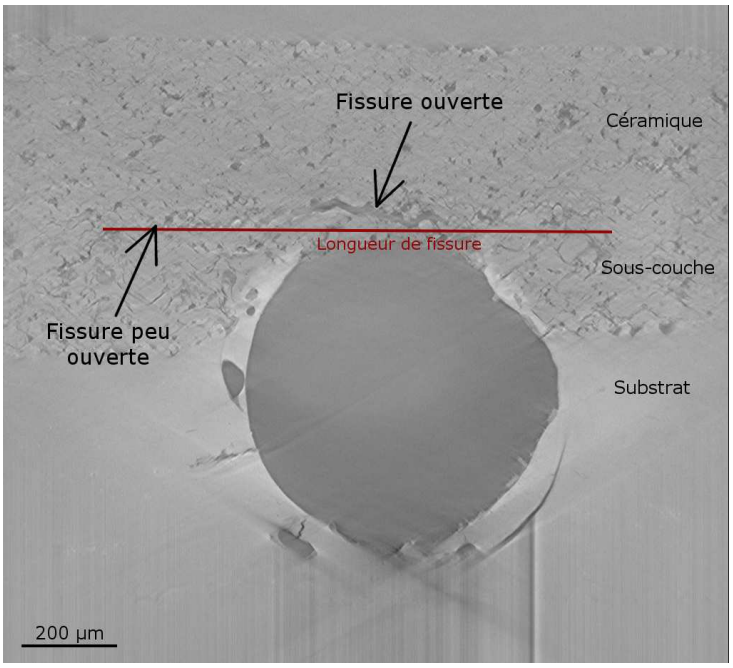



FIGURE 5.12 – Observation de l'ouverture de fissure dans le plan YZ pour l'échantillon plasma standard

A partir de ces mesures dans les volumes reconstruits, les échantillons peuvent être classés par leur sensibilité à la fissuration interfaciale après deux impulsions laser :

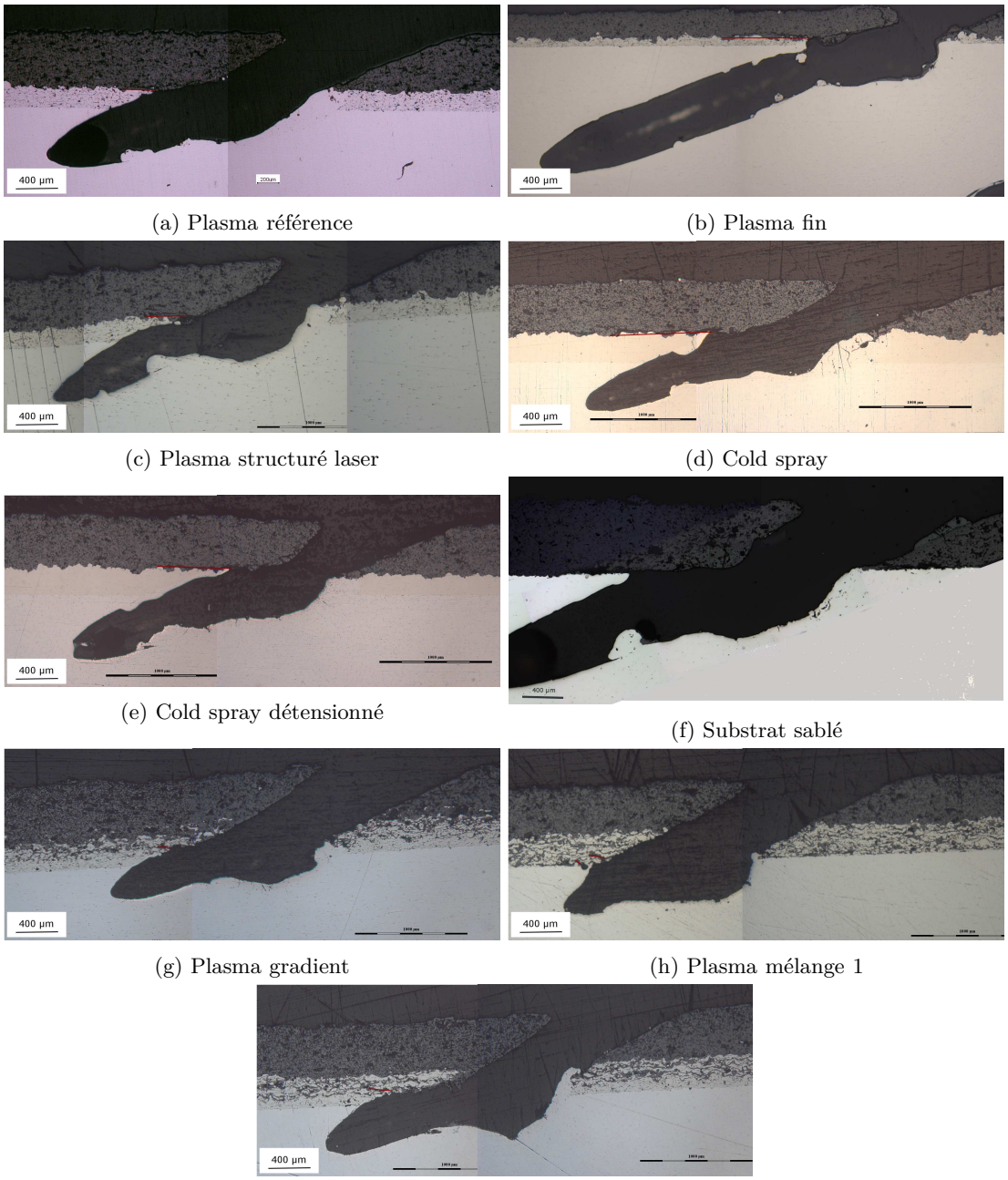
- Systèmes peu sensibles à la fissuration (longueur maximale <400µm et largeur <600 µm) : Plasma gradient
- Systèmes moyennement sensibles à la fissuration (longueur maximale <800 µm et largeur<800 µm) : Plasma structuré
- Systèmes sensibles à la fissuration (longueur maximale >800µm avec longueur au milieu du trou <400 µm et largeur <1000 µm) : Plasma référence et cold spray

– Systèmes très sensibles à la fissuration (longueur maximale >800 µm avec longueur au milieu du trou >400 µm) : Plasma fin

## 5.5 Évolution de la fissuration en cours de perçage

La fissuration à l'interface céramique / sous-couche a été étudiée sur les différents systèmes barrières thermiques pour les quatre stratégies de perçages choisies (voir tableau 5.1).

### 5.5.1 Étude de la fissuration pulse à pulse à 20°




(a) Plasma référence (b) Plasma fin

(c) Plasma structuré laser (d) Cold spray

(e) Cold spray détensionné (f) Substrat sablé

(g) Plasma gradient (h) Plasma mélange 1

(i) Plasma mélange 2

FIGURE 5.13 – Coupe micrographique des trous percés par 2 impulsions laser pour les différentes architectures d'interface (15kW, 1 ms)

Sur les volumes obtenus par laminographie, deux types de fissures sont créées et observables après perçage laser :

- Les fissures dans les zones fondues resolidifiées qui tapissent le pourtour du trou (dans le métal et dans la céramique) sans se propager dans le métal de base ou le dépôt de céramique
- Les macro-fissures aux interfaces dans la zone entre la sous-couche et la céramique ou entre la sous-couche et le substrat

Ces différentes fissures vont être mesurées et leurs chemins de fissure comparés pour les différents systèmes barrière thermique étudiés en fonction du nombre d'impulsions laser.

Pour toutes les barrières thermiques étudiées, à l'exception des barrières thermiques avec une sous-couche plasma de mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$, une fissure se propage à l'interface sous-couche / céramique. La figure 5.13 met en avant la zone d'amorçage de la fissure lors de la deuxième impulsion laser pour tous les échantillons étudiés (voir liste figure 5.1). La longueur de la fissure interfaciale est soulignée par un trait rouge .

Pour tous les échantillons excepté les systèmes plasma gradient, mélange 1 et 2, la fissure principale est bien amorcée à l'interface céramique/sous-couche. Cette fissure se propage beaucoup plus pour l'échantillon substrat sablé qui ne possède pas de sous-couche. Pour l'échantillon plasma gradient, la fissure est amorcée au sein même de la sous-couche à environ 150 µm de hauteur par rapport à la surface du substrat, à l'endroit où la composition de sous-couche devient visuellement nettement plus riche en $ZrO_2$-$Y_2O_3$ qu'en NiCrAlY . Pour l'échantillon plasma mélange 1 (mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ seul), la fissure est amorcée à l'interface substrat/sous-couche. Enfin, pour l'échantillon plasma mélange 2 (première sous-couche NiCrALY + mélange NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$), la fissure est initiée à l'interface première sous-couche/mélange. Dans tous les cas, la fissure est amorcée et se propage dans la céramique à l'endroit d'une zone localement plus riche en céramique.

Le graphique de la figure 5.14 résume la longueur de fissure interfaciale lors de la deuxième impulsion pour toutes les architectures d'interface.

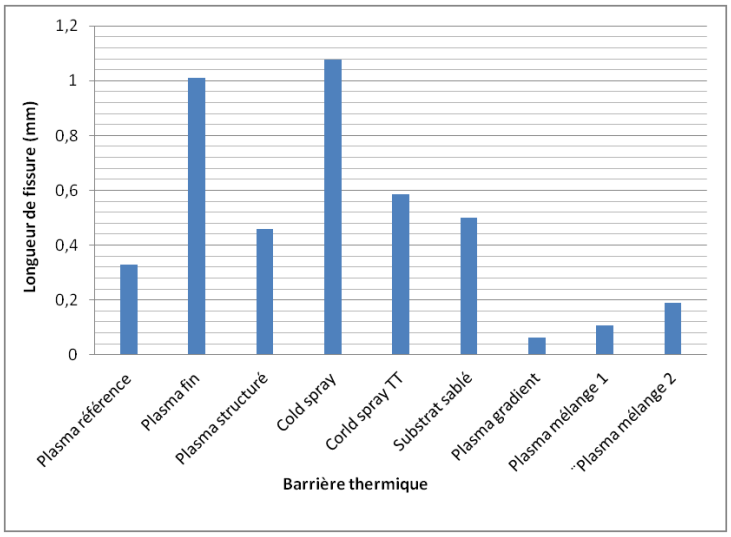



FIGURE 5.14 – Longueur de la fissure interfaciale (interface sous-couche /céramique) pour les différents systèmes barrière thermique après deux impulsions laser (15kW, 1ms)

En résumé, on peut regrouper et ordonner les différents systèmes selon leur sensibilité à l'amorçage de la fissuration :

- Sensibilité faible (longueur de fissure inférieure à 0,2 mm) : cette catégorie regroupe les barrières thermiques plasma gradient, plasma mélange 1 et 2. Plusieurs fissures peuvent apparaitre à différents niveaux dans la sous-couche. Ces fissures restent néanmoins de longueur réduite et leurs longueurs cumulées ne dépassent pas 0,2 mm. Les systèmes de cette catégorie sont relatifs à une interface composite.
- Sensibilité intermédiaire (longueur de fissure entre 0,2 et 0,6 mm) : cette catégorie regroupe les

barrières thermiques plasma référence, plasma structuré, cold spray détensionné et substrat sablé. Ces barrières thermiques ont des interfaces céramique / métal très variées selon des états mécaniques et morphologiques très éloignés mais la longueur de fissure à la deuxième impulsion ne permet pas de les différencier nettement. Leur résistance à la propagation de fissure permettra par la suite de classer de manière plus précise la sensibilité de ces systèmes.

– Sensibilité élevée (longueur de fissure supérieure à 0,6 mm) : cette catégorie contient les barrières thermiques cold spray et plasma fin. Cette dernière barrière thermique est très sensible à la fissuration. Dès la deuxième impulsion laser, on constate que la fissure se propage très facilement à l'interface céramique / sous-couche comme illustré sur la figure 5.15. Pour les échantillons ce cette catégorie, la fissure est amorcée dans les plans inter-lamellaires de la couche de céramique. Elle chemine majoritairement en suivant les pics de rugosité de l'interface sous-couche / céramique.

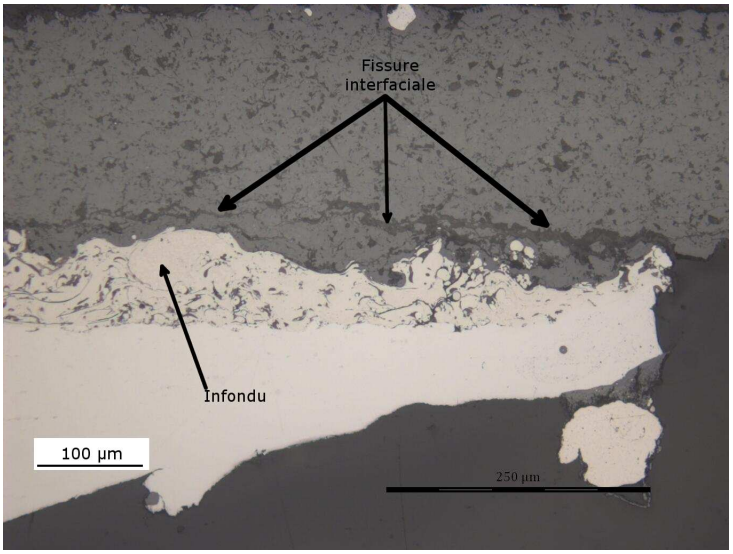
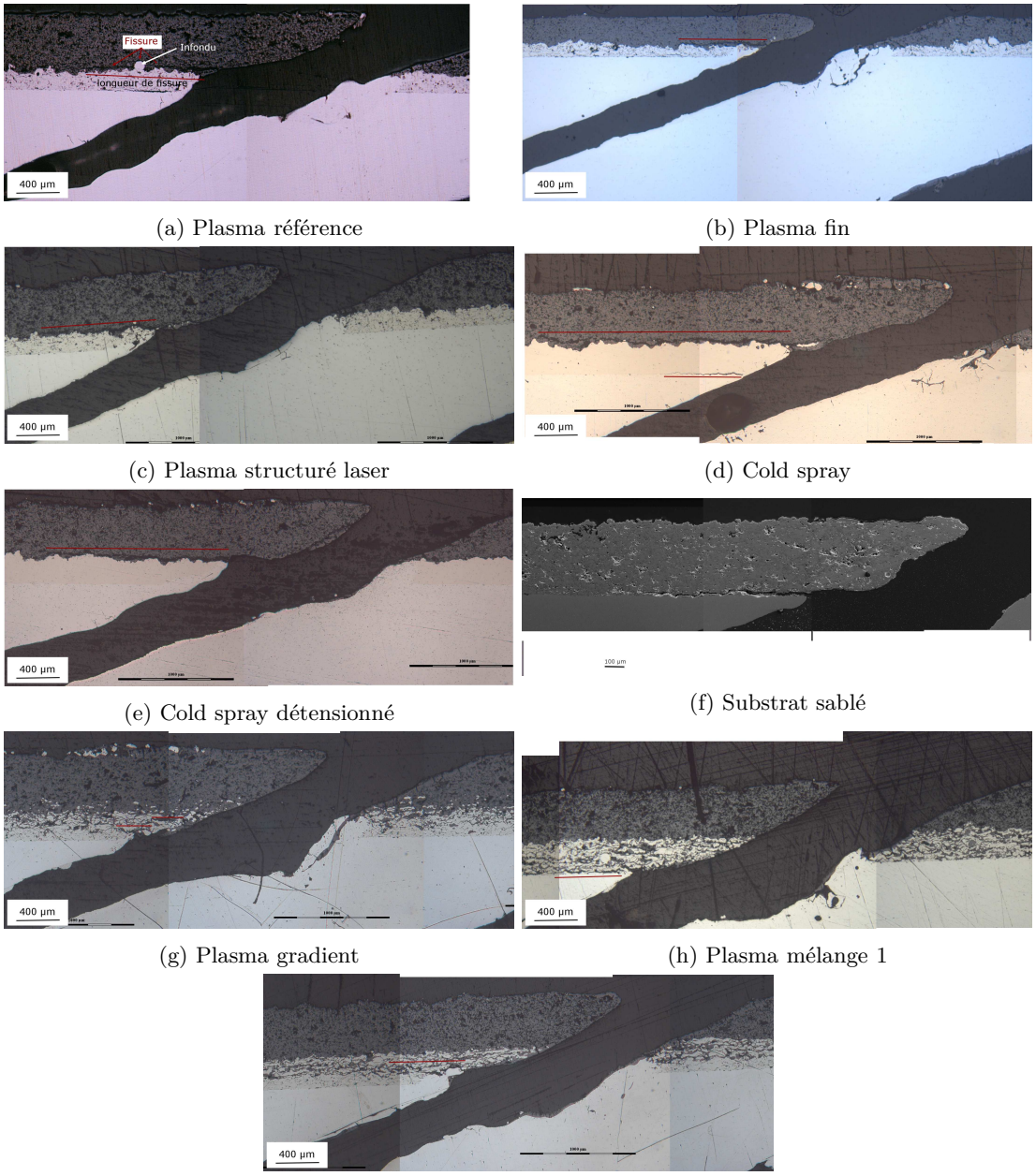



FIGURE 5.15 – Propagation de la fissuration interfaciale dès la deuxième impulsion laser pour la barrière thermique plasma fin (15kW, 1ms)

Ces résultats diffèrent de ceux obtenus par laminographie X pour le système cold spray qui se retrouve donc très sensible à la fissuration. En effet, lors des analyses non destructives menées après deux impulsions laser, la fissure interfaciale générée ne dépassait pas 200 µm au milieu du trou. Cette différence pourrait s'expliquer par une mauvaise préparation métallographique favorisant une fissuration parasite mais un deuxième échantillon préparé a conduit à la même fissure remplie de résine d'enrobage). On pense donc plutôt à une hétérogénéité locale sur l'échantillon analysé par laminographie X ayant limité la propagation de la fissure à cet endroit. Pour tous les autres échantillons étudiés en laminographie X, la longueur de fissure mesurée en coupe micrographie est du même ordre de grandeur que celle mesurée sur les volumes reconstruits.

Afin d'affiner le classement précédent, la sensibilité à la propagation de fissure a été étudiée après le perçage complet des systèmes barrières thermiques (10 impulsions laser). La figure 5.16 rassemble les observations des trous finaux.

Ces observations après dix impulsions laser permettent de visualiser la fissure interfaciale après propagation (soulignée par un trait rouge ). On constate différents cas de propagation de la fissure. En effet, pour le système plasma gradient, la fissure se propage dans la sous-couche à deux altitudes différentes par rapport à l'interface avec le substrat, 120 µm et 200 µm respectivement. Ces deux zones correspondent à des zones ayant une proportion de céramique plus élevée comme au moment de la création de la fissuration. En effet, sur la figure 5.16 (g), on constate bien au niveau de chaque fissure, une couche plus riche en céramique.




(a) Plasma référence

(b) Plasma fin

(c) Plasma structuré laser

(d) Cold spray

(e) Cold spray détensionné

(f) Substrat sablé

(g) Plasma gradient

(h) Plasma mélange 1

(i) Plasma mélange 2

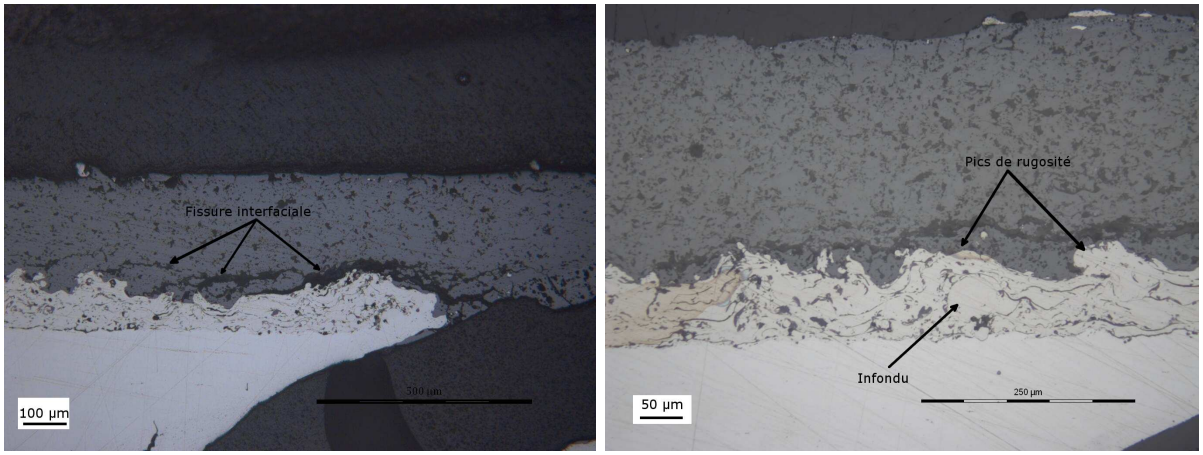
FIGURE 5.16 – Coupe micrographique des trous complets pour les différentes architectures d'interface (10 impulsions, 15kW, 1 ms)

La fissure suit parfaitement la morphologie locale de la couche intermédiaire de céramique. Pour le plasma mélange 1, ce type de comportement se traduit par une fissure interfaciale localisée dans la première strate de céramique qui est directement en contact avec le substrat pour notre cas d'échantillon. Cela conduit donc à une fissure à la première interface substrat/sous-couche dans ce cas et montre probablement l'importance d'avoir une première couche métallique projetée sinon on se retrouve dans le cas d'un dépôt de céramique directement sur substrat sablé. Toujours avec ce même comportement liée à la distribution des couches céramique dans la zone de mélange, le système plasma mélange 2 (sous-couche puis mélange 50/50) a une fissure interfaciale qui se propage bien dans la céramique mais cette fois vers l'interface entre la sous-couche et la couche de mélange. Pour ces trois systèmes en mélange, la fissuration dépend donc bien de la composition locale de la sous-couche qui influence sa ténacité de par sa structure composite ductile/fragile.

En revanche, pour le système substrat sablé, la fissure interfaciale finale s'est propagée uniquement à l'interface substrat/céramique selon un mode de rupture totalement adhésif. Dans ce cas particulier,

l'endommagement interfacial est gouverné par la ténacité de l'interface entre les deux matériaux (qui dépend généralement de la rugosité et de l'épaisseur du dépôt).

Pour les autres systèmes (plasma référence, plasma fin, plasma structuré, cold spray et cold spray détensionné), la fissure se propage entre les premières lamelles du dépôt de céramique, en suivant et ouvrant les fissures intra et inter-lamellaires du dépôt pré-existantes. On constate que la fissure tend à rejoindre la surface de la sous-couche au cours de son cheminement, et dès que celle-ci est atteinte, la fissure est de nouveau visible quelques lamelles plus haut dans le dépôt de céramique (figure 5.17 (a)). Ainsi, pour ces dépôts, la zone la plus sensible à la fissuration est située à environ 50 µm au-dessus de l'interface sous-couche/céramique. La fissuration est donc plus en relation avec la ténacité de la céramique seule mais même si la fissure ne suit pas exactement le profil de la sous-couche métallique, sa proximité la conduit à rencontrer des pics de rugosité (éventuellement des infondus) (figure 5.17 (b)). Ainsi la morphologie de la sous-couche joue un rôle important sur le chemin de fissure et la portée de la fissure.




(a) Suivant les fissures intra-lamellaires (b) Suivant les pics de rugosité

FIGURE 5.17 – Propagation de la fissuration interfaciale après dix impulsions laser pour la barrière thermique plasma fin

A partir des observations micrographiques des différents échantillons, la longueur de la fissure interfaciale a été mesurée après dix impulsions laser et reportée sur la figure 5.18. Sur cette figure on rappelle les valeurs obtenues après 2 impulsions (cf. Fig 5.14).

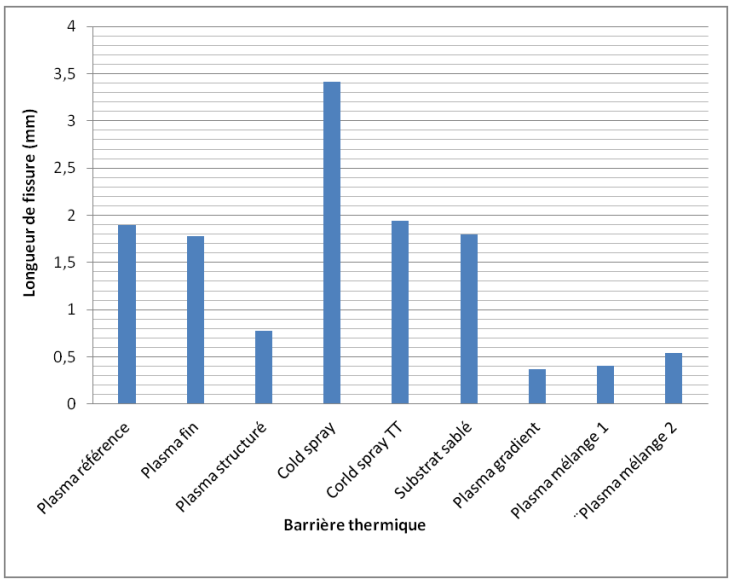



FIGURE 5.18 – Longueur maximale de fissure dans le dépôt obtenu après perçage laser par dix impulsions laser (15kW, 1ms) et rappel pour 2 impulsions laser

Ce graphique permet d'affiner le classement des systèmes en fonction de leur sensibilité à la fissuration finale :

- Sensibilité très faible (fissure finale inférieure à 0,5 mm) : cette catégorie regroupe uniquement les barrières thermiques plasma gradient, plasma mélange 1 et 2. Ces barrières thermiques sont donc très résistantes à la fissuration par perçage laser en relation avec la présence de plusieurs fissures dans la céramique mais de longueurs réduites.
- Sensibilité faible (fissure finale entre 0,5 et 1,5 mm) : cette catégorie contient uniquement la barrière thermique plasma structuré. Ce cas montre un effet bénéfique de la structuration par rapport à la référence.
- Sensibilité modérée (fissure finale entre 1,5 mm et 2 mm) : cette catégorie regroupe finalement les systèmes plasma référence, plasma fin, substrat sablé et cold spray détensionné dont la fissure finale est quasiment de taille identique.
- Sensibilité forte (fissure finale supérieure à 2 mm) : cette catégorie contient uniquement la barrière thermique avec sous-couche cold spray qui conduit à la fissure interfaciale la plus grande de l'étude. De plus, sur ce cas on a remarqué une seconde fissuration à l'interface substrat/sous-couche ce qui témoigne de la très grande sensibilité aux effets du perçage laser de cette barrière thermique.

Si l'on se réfère aux deux classements établis à 2 puis à 10 impulsions qui correspondent respectivement à la phase d'amorçage de la fissure et à la phase finale de la propagation de la fissure interfaciale, il semble bien que le classement initial après 2 impulsions soit reproduit au final après 10 impulsions sauf pour deux cas qui viennent contredire cette tendance. Le premier cas concerne le plasma fin dont la fissure finale est du même ordre que les autres cas de sensibilité modérée alors que la fissure amorcée était déjà largement prononcée (1 mm) à la deuxième impulsion. Le second cas correspond au plasma structuré qui au contraire montre au final un sensibilité faible à la fissuration tandis qu'au stade de l'amorçage, la fissure était du même ordre que les autres systèmes. Pour corroborer ces observations, on reporte cette fois le suivi des mesures de longueur de fissure après chaque impulsion pour les différents systèmes étudiés (figure 5.19).

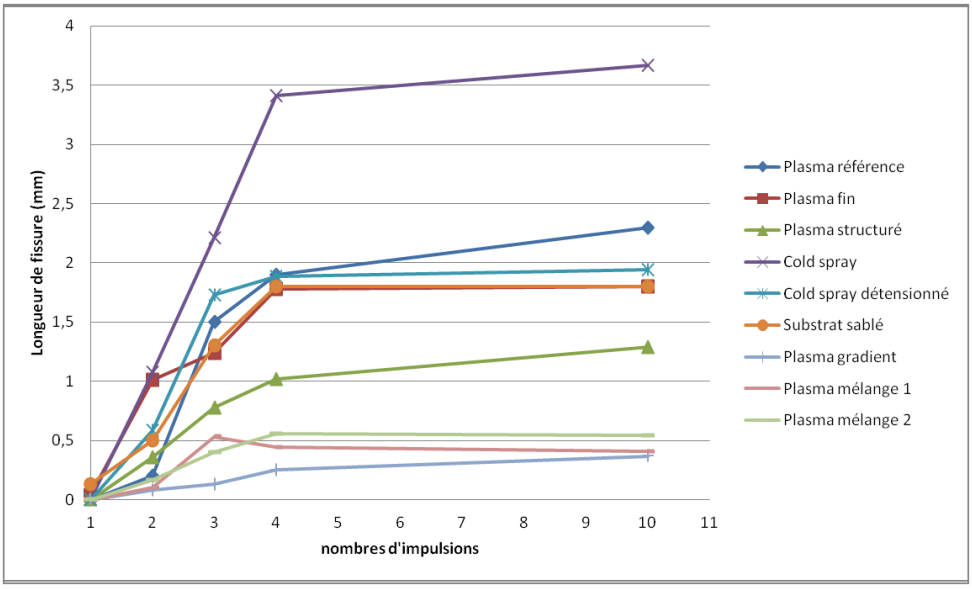



FIGURE 5.19 – Relevé des longueurs de fissure interfaciale en fonction du nombre d'impulsions.

Sur cette figure 5.19, on retrouve bien évidemment les classements des figures 5.14 et 5.18 par rapport à la sensibilité comparée à la création et à la fissuration finale et qui ont conduit aux commentaires précédents. On note cependant que quels que soient les systèmes étudiés, la taille de la fissure finale est très largement conditionnée par la taille de la fissure après la quatrième impulsion. Au-delà, la fissure n'évolue plus beaucoup pour tous les systèmes. Ce nombre d'impulsions correspond à l'étape d'enlèvement de matière où le trou est déjà débouchant, ou devient débouchant selon l'épaisseur totale du système

à percer. L'influence de l'épaisseur est surtout présente pour l'échantillon plasma fin pour lequel la profondeur relative du trou dans le métal est beaucoup plus grande dès la deuxième impulsion. Ainsi à ce stade, la pression totale engendrée par la matière éjectée vers le haut est plus grande et par conséquent la fissure amorcée nettement supérieure aux autres cas (sauf cold spray brut). Mais, dans ce cas précis, le débouchage intervient plus tôt (dès la troisième impulsion) et donc au final même si le système semble plus sensible à la fissuration, il conduit à une fissure de taille comparable au système de référence plus épais. En conséquence, l'examen d'un système et la comparaison de la fissuration avec d'autres pourrait s'arrêter au stade du trou débouchant (4 impulsions dans notre cas). Ce protocole peut dépendre aussi nettement de l'angle de perçage qui conditionne énormément la profondeur à percer pour des angles très petits comme celui porté à l'étude ici. Bien entendu, l'examen de la progression de la fissure entre les impulsions 2 et 3 puis 3 et 4 renseignent également beaucoup sur le comportement vis-à-vis de la propagation de la fissure. Dans notre plan d'expérience, les progressions donnent des résultats homogènes pour les différents systèmes. Cela se traduit par une fissure qui est bien progressive. De plus, on établit que lorsque la progression est importante (pente des courbes de la figure 5.19) cela conduit à la fissure totale la plus élevée. Au-delà de l'évidence énoncée : « c'est la fissure qui progresse le plus qui donne la fissure finale la plus grande », on montre surtout que la nature de l'interface peut effectivement jouer de manière drastique sur cette propagation. C'est un résultat important qui faisait l'objet de cette thèse. Les deux cas les plus significatifs sont les cas de la sous couche cold spray ou à l'évidence la ténacité de la zone interfaciale (essentiellement celle de la céramique à proximité du métal) n'est pas très élevée tandis que pour le cas de la sous-couche plasma structurée laser, il y a un bien effet morphologique qui agit sur cette ténacité de la zone d'interface. Il reste à savoir si l'on peut expliquer les différences et ressemblances de comportement à travers les choix faits a priori pour construire les différentes architectures.

### 5.5.2 Influence de l'architecture d'interface

Sur la base des observations des trous et des chemins de fissures à différents stade du perçage et selon les mesures de l'étendue des fissures (tracé rectiligne entre le début et la fin de la fissure) résumés dans les figures 5.18 et 5.19, on revient sur les données des architectures rappelées dans la figure 5.1 et décrites en détail dans le chapitre 3.

#### 5.5.2.1 Influence de caractéristiques morphologiques

**Interfaces "volumiques" : Cas de NiCrAlY/$ZrO_2$ en mélange**

L'examen des différents cas fait ressortir nettement le comportement des trois sous-couches en mélanges métal/céramique projetés (co-projection ou projection de mélange). Il s'agit d'un résultat très important car les trois cas mis en œuvre conduisent à une fissure interfaciale de taille extrêmement réduite pour un perçage impulsionnel de type industriel. Cette solution applicable industriellement visant à composer un mélange intermédiaire ne peut se traiter morphologiquement en termes de rugosité de surface mais plutôt en fonction de la distribution spatiale des phases et de l'homogénéité de cette distribution dans un mélange ou le long d'un gradient. Dans cette thèse, il n'a pas été développé d'outils particuliers pour l'étude approfondie de ces mélanges résultants de paramètres opératoires choisis pour les besoins de l'étude. Mais, au regard des bons résultats et notamment de la localisation des fissures (qui peuvent être multiples) dans des zones localement plus riches en céramique, éventuellement sous forme de strates céramique relativement étendues, on conçoit aisément que le comportement de la couche est en relation directe avec la morphologie du mélange métal/céramique. On peut aussi adjoindre la distribution de la porosité dont on a vu qu'elle pouvait varier en fonction de la proportion des phases et qui peut intervenir dans la définition de la morphologie optimisée d'une sous-couche en mélange. Selon les connaissances dans le domaine, cette morphologie d'un bi matériau projeté peut se construire morphologiquement sous forme d'un multicouche stratifiés (« mille-feuille ») ou encore sous forme d'un mélange si possible homogène ou graduel tel que cela a été tenté dans cette thèse. Dans ce dernier cas, on souhaite une distribution isotrope en fonction de la hauteur dans la sous-couche mais on constate qu'il est parfois difficile de s'écarter d'une structure stratifiée et anisotrope offrant de multiples chemins de fissuration

orientés parallèlement à l'interface. La maîtrise morphologique de la distribution de phase en projection plasma est un champ d'étude à part entière pour la maîtrise de propriétés des « cermets » fabriqués ainsi [Ansar, 2004] [Toru et al., 2015].

**Interfaces « surfaciques » : NiCrAlY Plasma, CoNiCrAlY cold spray et substrats sablés**

A partir des résultats obtenus qui montrent bien l'influence des sous-couches sur la progression de la fissure et la gamme variée des rugosités mise en œuvre, il est opportun de revenir sur les paramètres de rugosité de surface afin de conclure sur les effets escomptés préalablement.

Tout d'abord si l'on considère les deux cas de la sous-couche cold spray de CoNiCrAlY sans et avec traitement thermique de détensionnement, on constate une amélioration très nette bien que les paramètres de rugosité soient rigoureusement identiques. Dans ce cas, cela ouvre sur d'autres aspects mécaniques ou physico-chimiques qui pourraient contribuer à modifier la ténacité de l'interface. Les aspects physico-chimiques ne peuvent être écartés même si dans notre cas l'oxyde créé sous air est d'épaisseur nanométrique. Ce point resterait à approfondir.

A partir de cette comparaison qui invalide plutôt un effet de rugosité pour une gamme de Ra de 12µm et Rz de 68µm (avec un profil régulier et symétrique), on peut comparer deux autres cas issus également d'une même sous-couche (plasma de NiCrAlY) mais dont on modifie volontairement la rugosité par un post-traitement de structuration laser qui abaisse surtout le Rz (effet d'écrêtage) et homogénéise la symétrie du profil. Dans ce cas, l'abaissement de la rugosité se traduit par une limitation de la fissuration ce qui montre bien un effet de rugosité lié à la structuration laser. Pour ce cas particulier, qui est bénéfique par rapport à l'effet recherché, on met en évidence la limite des paramètres de rugosité retenus qui ne rendent pas bien compte par exemple des effets de motifs en lignes croisées selon un intervalle de quelques dizaines de micromètres et surtout d'autres effets morphologiques à une échelle micrométrique cette fois en relation avec la création de mini-vaguelettes par le laser. On peut envisager que ce type de modification peut affecter l'étalement et le contact de la céramique au moment du dépôt et la tenue mécanique interfaciale résultante. Ce champ d'investigation impliquant une structuration multi-échelle reste ouvert et mériterait un approfondissement suite à ces travaux.

Dès lors, sur la base de paramètres de rugosité pourtant assez éloignés de Ra=3 à 19 µm environ on note un comportement similaire pour le plasma référence, plasma Fin et cold spray détensionné et substrat sablé. Pour ce dernier, le résultat est d'autant plus difficile à interpréter que la rupture est adhésive tandis que pour les autres elle est plutôt cohésive. Ce qui se traduit par le fait inattendu que la sous-couche semble inopérante par rapport à un dépôt sans sous-couche. Ce constat est un peu en contradiction avec les discussions autour des mesures de la force à rupture sur des plots collés qui donnent toujours un gain d'adhérence sur les dépôts avec sous-couche. Cependant, le mode de sollicitation complexe mis en œuvre par le perçage laser peut conduire à des modes de rupture également complexes qu'il faudrait approfondir à la lumière de ces travaux (y compris pour les sous-couches en mélange) par des essais ad hoc.

#### 5.5.2.2 Influence de caractéristiques mécaniques

Pour cette discussion, on dispose des profils de dureté pour l'ensemble des systèmes et des contraintes résiduelles pour 4 cas (plasma référence ou gradient et cold spray brut ou détensionné, cf. figure 5.1). D'un point de vue général, il faut noter les variations importantes en dureté qui existent toujours entre une céramique et un superalliage pour un système barrière thermique. Ces variations en dureté traduisent indirectement deux capacités bien différentes de déformation et de transfert de ces déformations lors d'un chargement mécanique et montrent le rôle important que peut jouer la sous-couche pour accommoder des transferts de déformation. A partir des mesures effectuées par la méthode du trou, ce sont des niveaux élevés des contraintes résiduelles qui sont enregistrées dans les couches et de surcroît avec des gradients abrupts de type traction/compression synonymes de cisaillement important dans la zone de l'interface. Il est donc légitime de s'interroger sur l'influence des contraintes résiduelles ainsi que des caractéristiques d'accommodation et de transfert des déformations lors de l'enlèvement de matière par perçage laser en présence d'effets mécaniques et thermiques brefs, intenses et localisés provoqués par le laser de perçage.

Selon toutes vraisemblances, le cas des sous-couches cold spray brute et détensionnée qui possèdent la même rugosité permet de démontrer un effet mécanique bénéfique sur la sous-couche modifiée par traitement thermique. Ce traitement agit à la fois sur la dureté et les contraintes résiduelles et conduit à un abaissement marqué de la fissuration. La barrière thermique, avant passage au four, présente des gradients de contraintes importants (effets mécaniques et thermiques lors du procédé) et une dureté élevée intermédiaire entre la céramique et le substrat. Cependant, cette dureté élevée témoigne d'un écrouissage fort de la sous-couche brute et donc d'une limite de sa capacité d'accommodation élastique et plastique. L'adoucissement de la sous-couche après le traitement thermique maintient un niveau de dureté intermédiaire mais restaure une capacité d'accommodation. C'est le cas de la plupart des dépôts métalliques par cold spray traités thermiquement qui deviennent moins rigides et récupèrent un comportement plastique. Ceci semble bénéfique lors du perçage laser ainsi que la relaxation des contraintes internes. Il semble donc que la présence de gradients dans la sous-couche contribue à l'endommagement interfacial. Notons dans ce cas que du CoNiCrAlY par cold spray, le dépôt est en traction au sein de la sous-couche. Il est possible que des contraintes en compression puissent avoir un autre effet. Par ailleurs, il est a noté que le traitement thermique favorise aussi la liaison entre le substrat et le dépôt de sous-couche (pas de seconde fissure).

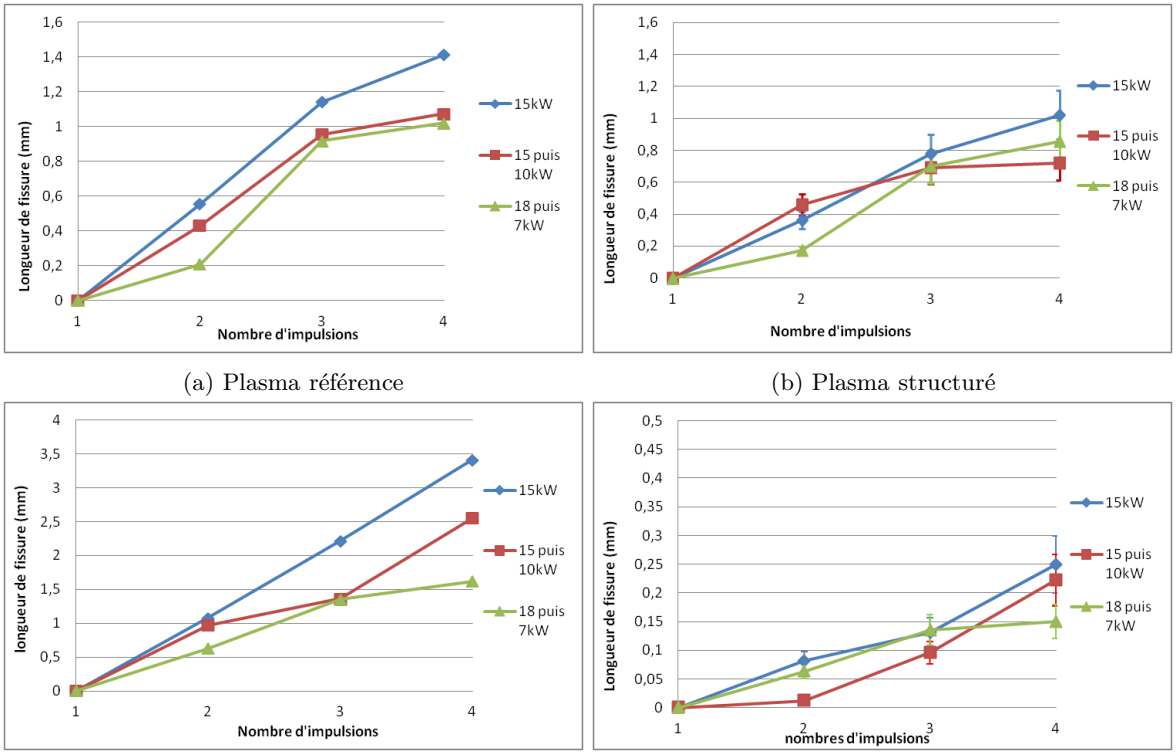
Dans le cas des interfaces volumiques, on met bien en évidence un gradient de dureté en relation avec la proportion de matériaux dur/fragile et mou/ductile. Dans ce cas, la résultante est bien le fruit d'un effet composite qui conduit à un mélange des propriétés avec l'obtention de propriétés intermédiaires que l'on met bien en évidence au travers des mesures de dureté. Au regard de la résistance à la fissuration de ces architectures, on vérifie ici l'intérêt d'accommoder les propriétés (par strates ou en gradient monotone), notamment les propriétés mécaniques. Pour ce qui concerne les contraintes résiduelles, le cas analysé montre des gradients importants en relation avec les aspects thermiques particuliers à ce cas (projection sans interruption et loi de mélange autour des coefficients de dilatation). On montre de ce fait que la présence de contraintes résiduelles et de gradients n'est pas forcément dommageable à la tenue au perçage laser (comme précédemment). En revanche, dans ce cas on peut noter que les contraintes dans la sous-couche sont essentiellement en compression mais on ne peut pas en conclure plus sur un effet en relation avec le signe des contraintes dans la sous-couche. Par ailleurs, l'examen des chemins de fissures dans ces sous-couches en mélange a montré un effet très marqué et probablement prédominant de la morphologie de la microstructure composite sur la propagation de la fissure dont le trajet semble stoppé par la présence du métal ce qui traduit bien l'effet composite recherché. L'examen de telles architectures détensionnées auraient aidé à mieux appréhender le rôle particulier des contraintes résiduelles sur ces interfaces constituées en mélange. Au-delà de cette étude, si ces dépôts relativement contraints fissurent très peu lors du perçage, il est probable que tous les effets de redistribution des déformations autour du trou dus à l'enlèvement de matière soient restitués à la pièce et non sous forme d'endommagement lors du perçage laser.

Si l'on examine maintenant, les cas plasma référence et plasma fin qui se comportent de manière assez proche du cold spray détensionné lors du perçage, on ne peut conclure facilement sur un effet en relation avec les duretés qui sont toujours très proches de celle du substrat. En ce sens, ces cas ne se distinguent pas beaucoup du cas du substrat sablé sans sous-couche. On peut donc suggérer un effet limité en termes d'accommodation mécanique intermédiaire de la sous-couche NiCrAlY par rapport à un cas sans sous-couche par exemple. En revanche, pour ce qui concerne le cas de NiCrAlY plasma structuré laser, on mesure un niveau de dureté moyen plus élevé (à cœur et en surface de la sous-couche, cf. figure 3.23, 101, chapitre 3). On peut alors supposer que la sous-couche subit une modification microstructurale lors du traitement laser. Ce pourrait-être un effet thermique que l'on pourrait mettre en relation avec l'augmentation de dureté avérée sur des sous-couche plasma NiCrAlY ayant subi un traitement thermique à 800°C (cf. Figure 3.23, chapitre 3). Dès lors, même si l'on ne peut se référer aux profils des contraintes résiduelles dans ce système structuré (non évalués dans cette thèse), il y a ici un indice qui laisse supposer peut-être un effet mécanique de durcissement et/ou de relaxation dans la sous-couche qui pourrait se combiner avec l'effet morphologique avéré et décrit précédemment pour expliquer la meilleure tenue de ce système. On note cependant un profil de contraintes résiduelles avec

gradient et plutôt en traction dans la sous-couche dans le cas de plasma référence. Malheureusement, les choix restrictifs faits a priori pour la détermination des profils des contraintes résiduelles n'a pas permis d'examiner l'effet d'un traitement thermique sur les contraintes résiduelles dans une sous-couche plasma NiCrAlY (y compris ceux potentiellement générés par un traitement superficiel par le laser de structuration). Fort des résultats en fissuration lors du perçage, il conviendrait d'approfondir ces analyses mécaniques.

### 5.5.3 Influence de la stratégie de perçage

Nous avons vu dans le chapitre 4 que l'utilisation de stratégies de perçages consistant à réduire la puissance du laser entre la première impulsion et les suivantes permet de diminuer la longueur de la fissuration interfaciale. Les graphiques suivants montrent la variation de la longueur de fissure en utilisant les stratégies de perçage pour quatre systèmes représentatifs des quatre catégories de sensibilité à la fissuration interfaciale.




(a) Plasma référence (b) Plasma structuré

(c) Cold spray (d) Plasma gradient

FIGURE 5.20 – Fissuration interfaciale pour quatre architectures et trois stratégies de perçage étudiés

Pour tous les échantillons étudiés, l'utilisation des deux stratégies de perçages différentes avec la diminution de la puissance crête du laser entre la première impulsion et les impulsions suivantes diminue la fissuration interfaciale. En fonction de l'architecture d'interface, la diminution engendrée varie d'intensité. Pour l'échantillon plasma référence, les deux stratégies ont le même résultat : la longueur de la fissure interfaciale est réduite de 20%. Pour les systèmes plasma gradient et plasma mélange 1 et 2, la diminution de la longueur de fissure est assez faible, mais elle représente toutefois environ 25 % pour la stratégie 15 puis 10kW (soit 20µm) et 40% pour la stratégie 18 puis 7kW (soit 100µm). Pour le système cold spray qui est le plus sensible à la fissuration, l'effet des stratégies de perçage est le plus important de ceux analysés. La stratégie de perçage 15-10kW permet de réduire la fissure de 25% (soit -0,9mm par rapport à la référence) et la stratégie 18-7kW permet de réduire la fissure de 50% (soit -2,8mm par rapport à la référence). Enfin, le système plasma structuré est celui qui présente la plus faible réduction de la fissure interfaciale avec une diminution de 15% de la longueur de fissure (soit 150µm) pour la stratégie 18-7kW et de 28% (soit 280µm) pour la stratégie 15-10kW.

Ainsi, l'optimisation des paramètres de perçages via la modification de la puissance du laser entre la première impulsion et les suivantes permet de réduire significativement la longueur de la fissure interfaciale.

Toutes les architectures d'interface voient leur longueur de fissure réduite avec l'utilisation de la stratégie de perçage 18kW puis 7kW. Cela s'explique par l'augmentation du diamètre du trou dans la barrière thermique par rapport au substrat. En effet, lors d'un perçage à iso-paramètre, le diamètre du trou dans la céramique est inférieur à celui dans la sous-couche (effet tonneau). L'éjection de la matière hors du trou avant que le trou ne soit débouchant exerce donc une pression sur la céramique côté bord de fuite (bras de levier). L'utilisation des stratégies de perçage permet donc de réduire la différente de diamètre entre la céramique et la sous-couche et donc la force du bras de levier.

## 5.6 Evolution des contraintes résiduelles après perçage complet à 90°

La présence de contraintes résiduelles au sein du dépôt peut influer sur la sensibilité à la fissuration de l'interface céramique/sous-couche. La présence de pics de contraintes au sein des couches ou de fort gradients de contraintes au niveau des interfaces risque de les fragiliser au moment du perçage car elles sont soumises à du cisaillement dans le plan de l'interface. Ainsi, les systèmes barrières thermiques ayant par exemple un gradient de contraintes résiduelles traction/compression (sous-couche cold spray) ont une sensibilité différente à la fissuration qu'un système ayant un gradient de contraintes compression/traction (sous-couche plasma gradient). De même, le dépôt de sous-couche par cold spray traitée thermiquement conduit à une amélioration notable du comportement en fissuration. Pour étudier plus avant un effet des contraintes résiduelles lors du perçage, il paraît judicieux de tenter la détermination des contraintes résiduelles après le perçage laser. L'enlèvement de matière lors du perçage laser relaxe les contraintes résiduelles présentes dans le matériau autour du trou. Il est aussi possible que les effets thermiques et mécaniques lors du perçage laser modifient les contraintes résiduelles présentes avant perçage. Les résultats de l'étude de la fissuration interfaciale après perçage laser permettront peut-être de discuter des effets sur cette fissuration de la modification des contraintes internes lors du perçage. Par ailleurs, il peut y avoir un intérêt à connaître l'état de contraintes après perçage dans le cas d'une fabrication industrielle pour laquelle de nombreux trous sont percés à proximité les uns des autres.

L'examen des contraintes résiduelles après perçage laser se porte sur les quatre cas pour lesquels les contraintes avant perçage sont connues et qui résultent également d'un comportement en fissuration interfaciale différent (plasma référence, cold spray avec ou sans détensionnement et plasma gradient) lors d'un perçage sévère à 20°. Le système plasma gradient de composition possède un gradient de contraintes résiduelles traction/compression/traction (+160/-350/+500MPa) au sein même de la sous-couche. Le système cold spray possède un gradient de contraintes traction/compression (+400/- 400MPa) dans la sous-couche, mais le substrat n'est pas en traction comme pour le plasma gradient. Le système plasma référence possède un profil de contraintes inverse par rapport aux deux autres : compression/traction (-80/+400MPa) à l'interface sous-couche/céramique et un substrat fortement en compression. De plus, il s'avère que le système cold spray ayant subi un traitement thermique de détensionnement est en effet totalement détensionné (maximum 20MPa).

### 5.6.1 Détermination des contraintes résiduelles autour d'un trou percé laser

Un protocole spécifique a été développé dans cette thèse pour déterminer les contraintes résiduelles par la méthode du trou incrémental. Afin de déterminer l'influence du perçage en préservant la symétrie de la méthode du trou, les contraintes résiduelles ont été déterminées en bord d'un trou percé laser à 90°. Les perçages laser à 90° sont réalisés avec 4 impulsions (15 kW, 1 ms). Le trou obtenu est de forme conique et mesure 600µm de diamètre. La méthode du trou incrémental est utilisée ici avec des mesures optiques (cf. chapitres 2 (§ 2.6.1, page 62) et 3 (§ 3.5.3, page 104). Cette méthode a aussi été

utilisée pour des dépôts plasma de zircone yttriée avec différents substrats et températures de dépôt [Montay et al., 2002] à l'aide de jauges collées. Mais la méthode ainsi que la mesure optique n'ont jamais été utilisées sur un matériau en présence d'un trou déjà percé. Ces essais ont été réalisés en collaboration avec le Professeur Guillaume Montay (Laboratoire LASMIS, UTT, Troyes). Pour appliquer cette méthode, on fait l'hypothèse que le trou percé par laser est parfaitement cylindrique et parfaitement centré au milieu du trou percé mécaniquement par un foret de diamètre 2 mm. Deux essais d'usinage incrémental ont été réalisés sur le système barrière thermique plasma référence pour évaluer la répétabilité de cette méthode. Les résultats obtenus montrent une bonne reproductibilité des mesures comme le montre les deux profils obtenus sur un échantillon plasma référence (figure 5.21). Les autres mesures n'ont pas été doublées. L'hypothèse est faite que les profils mesurés sont bien représentatifs des échantillons étudiés.

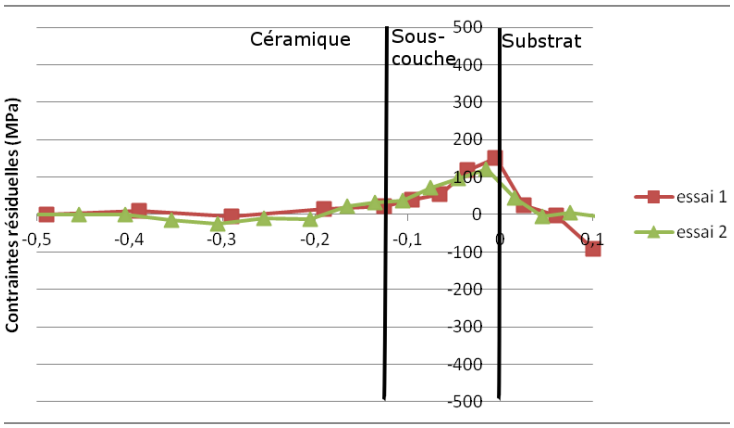



FIGURE 5.21 – Répétabilité des profils de contraintes résiduelles sur un système plasma référence percé à 90°

### 5.6.2 Effets du perçage laser sur les contraintes internes en bord du trou

Pour aborder de manière phénoménologique l'étude des contraintes résiduelles après le perçage laser, on peut envisager différents effets, dont certains avérés, qui peuvent modifier l'état des contraintes résiduelles autour du trou. Dans notre cas, le diamètre du foret de 2 mm pour un trou laser de diamètre de 600µm englobe un volume de matière au-delà du rayon sur une distance d'environ 700µm. Ce volume est assez important au regard des épaisseurs de zones resolidifiées (50-100µm au rayon typiquement ) et des zones affectées thermiquement (non présentes dans le cas de ce perçage) mais il est représentatif de l'espace occupé par une fissure. Ainsi, selon la méthode du trou modifiée pour notre étude on considère plutôt des effets induits à moyenne distance et qui ne sont pas considérés généralement dans l'analyse du perçage laser des barrières thermiques.

Même si l'interaction est brève, des effets intenses à la fois thermique et mécanique peuvent être envisagés sur le pourtour du trou. Ces effets sont subis simultanément car on rappelle que les trois matériaux sont percés en une seule impulsion. Il convient également de considérer les orientations possibles des déformations potentielles engendrées par ces effets : dans le plan des couches selon une direction radiale (dans la plan XY) ou longitudinale selon la hauteur du trou (axe Z). La méthode du trou détermine les contraintes dans le plan XY (hypothèse de contraintes isotropes).

Lors d'un perçage laser, la matière enlevée provoque une relaxation mécanique du champ de contraintes résiduelles dans le plan XY. C'est d'ailleurs sur ce type de relaxation que se fonde la méthode du trou. Il en est forcément de même pour le perçage laser. Au sujet des effets d'origine thermique, des contraintes de trempe longitudinales sont générées lors de la solidification et le refroidissement dans la zone fondue en bord de trou. Ces contraintes en traction dans la couche sont relaxées en partie car elles génèrent un réseau de microfissures sur le pourtour du trou (faiençage) dont l'ouverture est plus importante au niveau de l'interface du fait des différences de coefficient de dilatation thermique ($\alpha_{céramique} < \alpha_{sous?couche}$). On peut cependant envisager un équilibrage de ces contraintes avec des contraintes longitudinales en

compression dans le volume d'intérêt mais probablement juste au-delà des zones fondues. Il est difficile par la méthode du trou concentrique d'appréhender avec une grande précision l'évolution possible des contraintes dans cette direction longitudinale mais cela pourrait être envisagé (perçage avec des forets de diamètres variables par exemple) et apporter ainsi des informations sur des effets à courtes distances. En revanche, si l'on se réfère aux très hautes températures atteintes par la matière enlevée (liquide/vapeur), on peut envisager des effets thermiques avec des gradients prononcés à moyenne distance (quelques centaines de micromètres, cf. figure 4.1, page 125). Si l'on considère ces gradients homogènes en Z, selon la profondeur du trou (hypothèse probablement erronée), ces gradients thermiques peuvent introduire des contraintes longitudinales pour chacune des couches au refroidissement. En effet, si le cœur de la couche est plus froid que la paroi chaude, ces contraintes longitudinales seront alors plutôt en traction en surface lors d'un refroidissement homogène. Au cours de ce refroidissement, les écarts de coefficient de dilatation sont susceptibles aussi de générer des rééquilibrages locaux aux interfaces qui peuvent entrainer du contraintes résiduelles cette fois dans le plan XY [Zhai et al., 2016]. Bien évidemment ces contraintes se superposent aux contraintes existantes et relaxées pendant l'enlèvement de matière et dépendent beaucoup des propriétés thermiques de chaque couche (capacité calorifique et diffusivité thermique) et de la distance sur laquelle les gradients thermiques peuvent s'étendre.

A la complexité des effets thermiques dans les différentes directions peut s'ajouter des effets mécaniques dus à la pression gazeuse qui s'exerce sur la paroi du trou en sus des effets liés à l'éjection de matière liquide. De manière schématique et simplifiée, si l'on considère un effet de compression isostatique dans le trou, on peut avoir des effets de contraintes résiduelles dans chaque couche du fait des modules d'Young et limite élastique différentes entre les couches. Toujours schématiquement, dans la direction longitudinale, l'effet de pression peut s'apparenter à un effet de grenaillage et devrait conduire à des contraintes de compression en surface. Les observations dans la couche fondue (fissure de trempe) ne vont pas dans ce sens et laissent supposer un effet de pression limité. La pression est probablement largement dissipée et déviée avec la couche liquide à expulser vers l'entrée puis vers la sortie du trou. Il est probable qu'il faille négliger également ces effets de pression dans la direction radiale (qui conduirait à des déformations différentes et potentiellement à des contraintes résiduelles dans chaque couche du fait des modules d'Young différents).

### 5.6.3 Évolution des contraintes résiduelles dans le système plasma référence

La figure 5.22 montre la différence de contraintes résiduelles obtenues sur une barrière thermique brute de fabrication et sur une barrière thermique percée par laser à 90°.

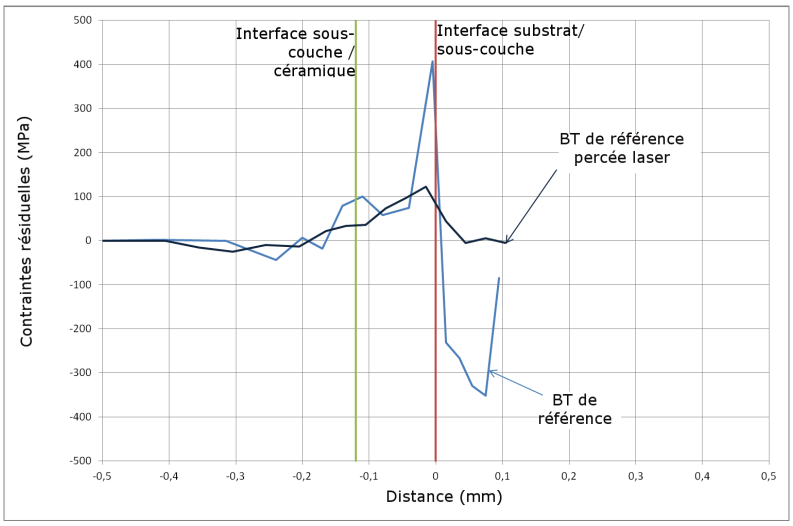



FIGURE 5.22 – Profil des contraintes résiduelles avant et après perçage laser dans la barrière thermique plasma référence

On constate qu'après perçage laser, les gradients de contraintes présents sont atténués. Les contraintes

résiduelles dans la céramique diminuent de moitié, passant de -50MPa à -25MPa au milieu du dépôt et de 100MPa à 50MPa proche de l'interface avec la sous-couche. Les contraintes résiduelles en traction dans la sous-couche passent de 400MPa à 100MPa et les contraintes en compression dans le substrat passent de -350MPa à 0MPa. Plus aucun gradient marqué de contraintes résiduelles n'est présent aux niveaux des interfaces. Les valeurs obtenues pour une profondeur dans le superalliage supérieure à 0,1 mm ne sont pas étudiées. Les données obtenues montrent bien que le perçage laser d'un système barrière thermique relaxe les contraintes présentes dans le matériau via l'enlèvement de matière. Pour ce système barrière thermique de référence, on montre que le perçage laser ne génère pas de contraintes résiduelles supplémentaires.

### 5.6.4 Évolution des contraintes résiduelles dans les systèmes cold spray

Le système barrière thermique cold spray possède des contraintes en traction dans la sous-couche à l'interface céramique / sous-couche (400 MPa, contre seulement 100 MPa pour le système plasma référence). Il contient aussi des contraintes en compression dans la sous-couche proche de l'interface avec le substrat (-400 MPa), zone ayant des contraintes en traction (400 MPa) pour le système de référence (plasma).

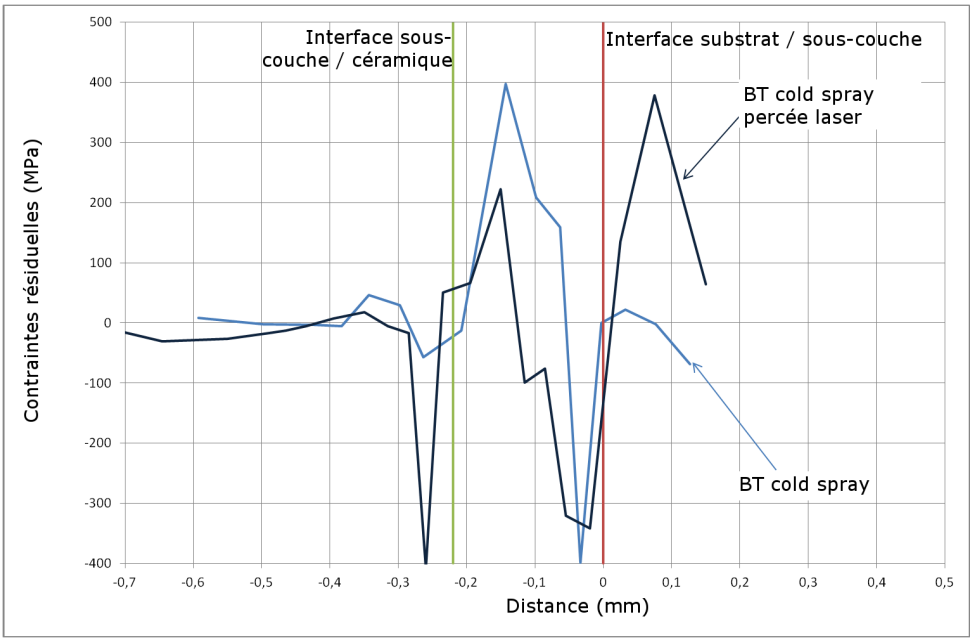



FIGURE 5.23 – Profil des contraintes résiduelles avant et après perçage laser dans la barrière thermique cold spray

La figure 5.23 résume les profils de contraintes résiduelles dans l'échantillon cold spray avant et après perçage laser. Contrairement au système plasma référence, le système cold spray ne voit pas seulement ces contraintes résiduelles relaxées lors du perçage laser. Des contraintes sont générées lors du perçage laser et elles modifient les contraintes déjà présentes dans le système avant perçage. On constate une mise en compression de la céramique proche de l'interface avec la sous-couche et l'augmentation de la différence de contraintes entre la céramique et la sous-couche de 170 MPa (passage de 450 MPa à 620 MPa). De plus, les contraintes résiduelles dans la sous-couche (en traction proche de l'interface avec la céramique et en compression proche de l'interface avec le substrat) diminuent après perçage laser passant de 400 MPa à 220 MPa pour les contraintes en traction et de -400MPa à -340MPa pour les contraintes en compression. Enfin, dans le substrat, des contraintes en traction sont générées. La modification du profil après perçage laser sur le système cold spray brut de dépôt se traduit donc par une superposition de contraintes en compression dans la céramique et en traction dans le substrat. La sous-couche est très peu modifiée avec cependant une augmentation de la traction près de l'interface avec la céramique. Sur la

base de ces constats, on pourrait envisager un effet thermique au refroidissement (propagation de chaleur dans le plan XZ lors du perçage) en accord avec la différence des coefficients de dilatation.

Le système cold spray détensionné ne contient pratiquement pas de contraintes résiduelles avant perçage à 90°. L'analyse des contraintes résiduelles de ce système après perçage laser montre donc l'influence réel du perçage laser sur les contraintes résiduelles. La figure 5.24 donne les variations de contraintes résiduelles dans l'échantillon cold spray détensionné avant et après perçage laser.

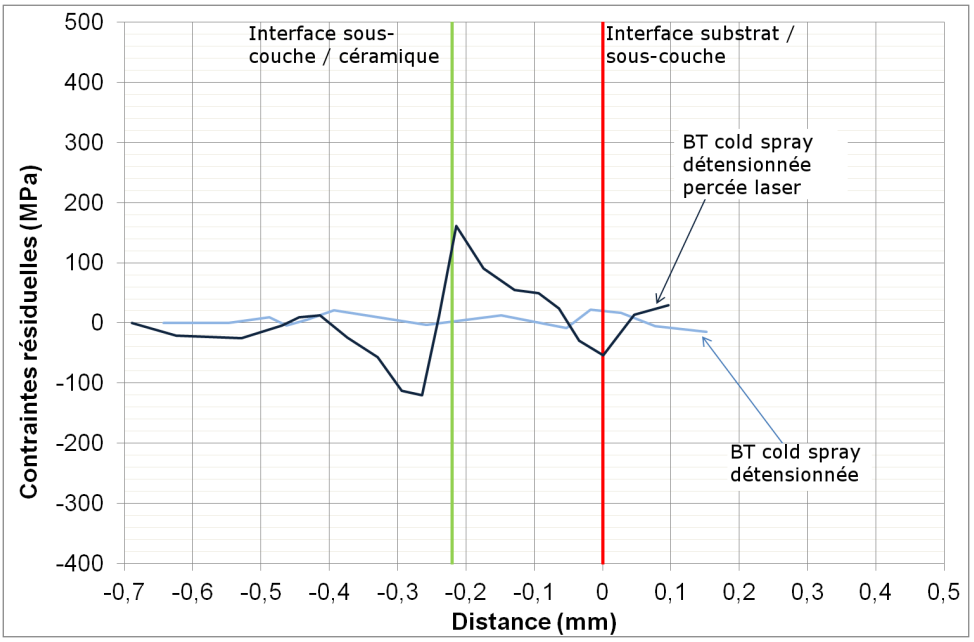



FIGURE 5.24 – Profil des contraintes résiduelles avant et après perçage laser dans la barrière thermique cold spray détensionnée

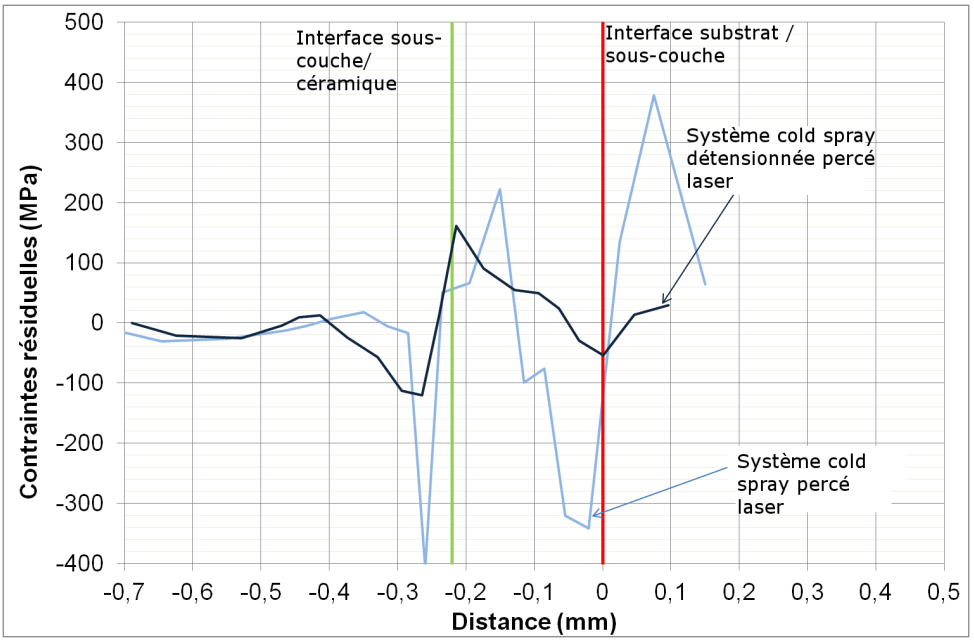



FIGURE 5.25 – Comparaison des profils de contraintes résiduelles après perçage laser pour deux barrières thermique initialement contrainte ou détensionné

Cette expérience met en évidence que le perçage laser génère des contraintes en compression dans la céramique à l'interface avec la sous-couche qui est en traction ainsi que des contraintes légèrement en compression dans la sous-couche au niveau de l'interface avec le substrat. Ceci est en accord avec les variations de contraintes résiduelles avant et après perçage laser de ce même système barrière thermique

brut de fabrication sauf pour la contrainte dans le substrat qui reste inchangée cette fois. Le système étant non contraint avant le perçage laser, les contraintes résiduelles obtenues proviennent uniquement du perçage laser. Les contraintes résiduelles générées par ce procédé pour cet échantillon forment un gradient à l'interface de 280 MPa entre la céramique et la sous-couche et un gradient interfacial de 50 MPa entre la sous-couche et le substrat (mesures effectuées sur le profil après perçage laser).

La figure 5.25 compare les profils de contraintes résiduelles après perçage des systèmes barrière thermique avec sous-couche cold spray brut et détensionné.

La comparaison de ces deux courbes montre bien que traitement de détensionnement avant perçage réduit de trois quart les contraintes en compression après perçage (diminution de 380 MPa des contraintes en compression dans la céramique à l'interface avec la sous-couche et de 310 MPa des contraintes en compressions dans la sous-couche à l'interface avec le substrat). Le traitement de détensionnement avant perçage permet aussi de réduire les contraintes en traction dans la sous-couche et dans le substrat (diminution de 60 MPa des contraintes en traction dans la sous-couche à l'interface avec la céramique et de 360 MPa des contraintes en traction dans le substrat à l'interface avec la sous-couche).

Sur la base de ces expériences, l'introduction de contraintes résiduelles autour du trou que l'on attribue probablement à une origine thermique lors du perçage laser sur ce système cold spray CoNiCrAlY (brut ou détensionné) diffère du comportement de la sous-couche plasma NiCrAlY. Dans le premier cas la sous-couche est dense et exempte d'oxydes tandis que la seconde est poreuse et oxydées. Il est probable que les propriétés thermiques et le transfert de chaleur induit par le perçage entre la céramique et le substrat soient bien différents pour ces deux cas. Cela pourrait expliquer les différences mesurées et la sensibilité accrue du système cold spray lorsque soumis aux effets d'origine thermique.

### 5.6.5 Évolution des contraintes résiduelles dans le système plasma gradient

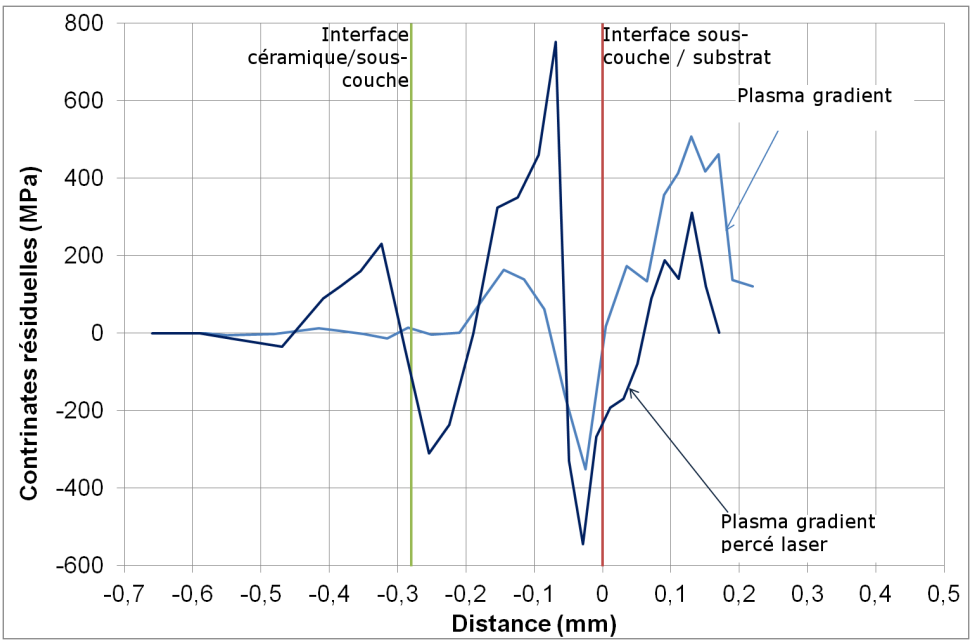



FIGURE 5.26 – Profils des contraintes résiduelles dans une barrière thermique avec une sous-couche à gradient

La figure 5.26 reprend les profils de contraintes résiduelles dans la barrière thermique avec gradient de composition NiCrAlY/$ZrO_2$-$Y_2O_3$ avant et après perçage laser. La barrière n'est pas contrainte au niveau de l'interface céramique/sous-couche avant le perçage (interface totalement relaxée). Par ailleurs, la sous-couche composite est soumise à des contraintes résiduelles en traction puis en compression proche de l'interface avec le substrat lui-même en traction dans cette zone interfaciale. Après perçage, des contraintes en traction (220 MPa) sont présentes dans la céramique proche de l'interface avec la sous-couche tandis

que des contraintes en compression (-300 MPa) sont générées dans la sous-couche riche en céramique proche de l'interface avec la céramique seule. Le gradient de contraintes résiduelles à l'interface vaut alors 520 MPa avec un profil de type traction/compression. Ce profil de contraintes résiduelles diffère des trois cas précédents et est même de type opposé à ceux (identiques) obtenus pour les deux sous-couches cold spray percées. Le reste de la sous-couche à gradient de composition possède un gradient de contraintes de type compression/pic de traction/compression avant et après perçage laser mais plus intense dans ce dernier cas : augmentation des contraintes en traction de 180 MPa à 700 MPa dans la sous-couche et augmentation des contraintes en compression de -350 MPa à -510 MPa dans la sous-couche proche de l'interface avec le substrat. Les contraintes résiduelles en traction dans le substrat sont augmentées de 150MPa par le perçage laser.

Si l'on considère les deux profils de la figure 5.26, on remarque que l'allure du profil est identique sauf à l'interface céramique/sous-couche pour laquelle un gradient apparait comme sur les cas issus de sous-couches cold spray mais cette fois avec la céramique en traction. Sur la base des conditions de fabrication déjà mentionnées précédemment, en l'occurrence sans interruption du substrat à la céramique, il avait été proposé d'expliquer le profil particulier des contraintes résiduelles par une exposition plus intense de ces dépôts aux contraintes d'origine thermique. L'absence ou le faible niveau de contraintes dans la zone d'interface céramique/sous-couche s'expliquait plus par une accommodation par microfissuration en cours de projection (valable pour tous les cas). Dans le cas du perçage laser, on suggère que ces contraintes d'origine thermique amplifient le profil préexistant et en crée un nouveau à l'interface céramique/sous-couche. Si cette sous-couche peut être schématisée à nouveau simplement comme un enchainement de deux couches de compositions différentes (l'une riche en céramique près de la céramique et l'autre riche en NiCrAlY près du substrat), on peut tenter d'expliquer à nouveau le profil interne de la sous-couche et dans le substrat après perçage comme celui obtenu avant perçage par un effet superposé des contraintes thermiques au refroidissement. Mais cela ne peut pas expliquer la traction dans la céramique sauf à considérer un rééquilibrage à cet endroit. Rééquilibrage dû à la fois à l'enlèvement de matière et peut-être aux contraintes thermiques induites. Il faut surtout bien constater que malgré l'enlèvement de matière, le perçage laser de cette sous-couche ne relaxe pas mais amplifie les contraintes. Il y a donc une particularité qui reste à élucider. Cela montre à nouveau l'influence très spécifique du mélange de céramique et de métal sur la réponse au perçage laser et la réponse aux effets thermiques. Ce mélange doit jouer également sur la propagation de la chaleur dont résulterait l'introduction de ces contraintes.

Ce système étant le moins sensible à la fissuration interfaciale, on peut supposer que le profil de contrainte, différent de celui des autres systèmes étudiés a une influence sur la tenue à la fissuration lors du perçage laser. Notons néanmoins que c'est ce système le plus contraint avant et avec augmentation des contraintes résiduelles après perçage qui conduit à la fissuration la moins élevée lors du perçage à 20°. Ainsi, l'absence de contraintes au niveau de l'interface céramique/sous-couche avant perçage semble limiter la sensibilité à la fissuration de cette interface, mais la présence d'un gradient de type compression/traction au sein de la sous-couche augmente peut-être le risque de fissuration au milieu de la sous-couche. Une étude de ces gradients mais ayant été préalablement détensionnés (si cela est possible à réaliser) serait à mener pour aider à cette élucidation.

### 5.6.6 Synthèse

Pour les quatre cas de barrières thermiques étudiés, on montre que le perçage laser modifie les contraintes résiduelles présentes dans la matière. D'une part, l'enlèvement de matière lors du perçage relaxe une partie des contraintes résiduelles présentes dans le système avant perçage. D'autre part, on suggère que des contraintes résiduelles plutôt d'origine thermique peuvent être générées par le perçage laser lui-même :

- Les différences de coefficient de dilatation thermique entre chaque couche composant le système barrière thermique provoquent, lors du refroidissement, des contraintes en compression dans la céramique proche de la sous-couche et en traction dans la sous-couche. Elles génèrent aussi des contraintes en compression dans la sous-couche proche du substrat et en traction dans le substrat

($\alpha_{sous_couche} > \alpha_{céramique}$ et $\alpha_{substrat} > \alpha_{sous_couche}$).

- Le refroidissement brusque de la couche liquide et le gradient de température généré par le laser en bord de trou génère des contraintes de trempe sur toute la paroi du trou. Ce sont des contraintes longitudinales de compression dans la matière solide en bord de trou et en traction dans la matière fondue puis solidifiée.
- La pression de recul dans le trou exerce durant le perçage une force sur les parois du trou pouvant générer des contraintes de compression dans la matière mais il est peu probable que ces contraintes interviennent car elles sont dissipées dans l'évacuation de la couche liquide.

L'analyse des différents systèmes barrière thermique montre une réponse différente selon le système. Le système plasma référence met en évidence la relaxation simple tandis que cold spray détensionné met en évidence la génération de contraintes d'origine thermique lors du perçage laser. Le rôle et la nature de la sous-couche est ainsi mise en avant avec des effets différents probablement en relation avec les propriétés thermiques et mécaniques de la sous-couche. Le cas du plasma gradient et du cold spray brut sont déjà très contraints avant perçage laser présentent une variation de contraintes résiduelles non négligeable après perçage laser ce qui interroge sur l'effet de relaxation qui est visiblement non prépondérant pour ces cas.

## 5.7 Conclusions

Au cours de ce chapitre, les différentes architectures d'interfaces de barrières thermiques créées ont été percées par laser de manière interrompue pour étudier leur sensibilité à la fissuration aux différents stades de l'enlèvement de matière. Cette fissuration ainsi que la morphologie des trous ont été comparées avec celles obtenues dans le cas de référence d'une sous-couche plasma de NiCrAlY pour des trous percés à 90° et à 20° (angle sévère) qui a été détaillée dans le chapitre précédent. A partir de critères de comparaison établis à partir des caractéristiques morphologiques de la surface de sous-couche (paramètres de rugosité essentiellement) et mécaniques des systèmes complets, une tentative a été menée pour établir une relation entre ces données et sur l'observation du comportement en fissuration. Les architectures sélectionnées sont très différentes car elles font appel à des matériaux et procédés très variés (plasma, cold spray et laser). Ces procédés sont tous applicables industriellement excepté le cas d'un substrat sablé sans sous-couche mais qui a également été envisagé pour les besoins de cette étude systématique de la fissuration. L'objectif principal était de montrer et d'expliquer dans quelles mesures et selon quelles tendances une modification d'architecture des matériaux constitutifs peut améliorer ou non la tenue à la fissuration céramique/métal lors d'un perçage laser impulsionnel de type industriel.

Les différents cas étudiés, y compris si l'on examine des épaisseurs plus fines, n'affectent pas de manière drastique les allures et dimensions des trous percés par rapport à la référence industrielle. Le fait marquant au sujet de l'allure des trous concerne la présence systématique d'un bulbe symétrique à 90° et dissymétrique à 20° dans le métal de base quelle que soit l'architecture d'interface. Ce bulbe qui témoigne d'un effet local de confinement de l'interaction laser-matière lors du passage au perçage du métal massif. Il est situé juste en dessous de la couche de céramique pour un perçage du côté céramique. Cette singularité géométrique témoigne surtout d'une concentration locale de l'effort mécanique qui s'applique en levier sur la partie saillante de céramique. Il est difficile en revanche d'en apprécier les caractéristiques morphologiques et dimensionnelles du fait du remplissage partiel par de la matière solidifiée à cet endroit. Cependant, les tentatives visant à modifier la stratégie de perçage incliné à 20° sur quelques architectures montrent qu'il est possible d'agir significativement sur la fissuration finale en agissant sur la première étape du perçage, c'est-à-dire lorsque le métal de base est atteint, que le bulbe est créé et que la fissure est amorcée. En effet, l'usinage seul de la céramique n'entraîne jamais de fissure interfaciale qui est générée presque toujours à la seconde impulsion à 20° lorsque le métal est pénétré (fonction des épaisseurs et de l'angle). Ainsi, si la création d'un bulbe semble inévitable quelle que soit la stratégie de perçage et l'architecture de barrière thermique, on montre que la pratique d'un perçage plus intense à la première impulsion puis des impulsions moins sévères aux suivantes peut atténuer significativement la fissuration

sans pour autant l'éliminer dans les conditions de l'étude. En conséquence, l'examen de l'allure des trous qui est identique pour les différentes architectures permet de démontrer que les différentes fissurations obtenues sont bien la résultante des architectures d'interface mises en œuvre. L'examen de la fissuration selon le protocole appliqué est donc bien une méthode qui permet de comparer semi-quantitativement et discriminer une tenue mécanique des interfaces soumises au perçage impulsionnel.

| Sensibilité | Système Barrière thermique |
|---|---|
| **Fissuration 90°** | |
| Pas de fissure | plasma gradient<br>plasma mélange 1<br>plasma mélange 2<br>plasma structuré |
| Fissuration | plasma référence<br>cold spray<br>colds spray détensionné |
| **Fissuration 20°** | |
| Sensibilité très faible | plasma gradient<br>plasma mélange 1<br>plasma mélange 2 |
| Sensibilité faible | plasma structuré laser |
| Sensibilité moyenne | plasma référence<br>plasma fin<br>substrat sablé<br>cold spray détensionné |
| Sensibilité forte | cold spray |

Tableau 5.3 – Classement des différentes architecture d'interface en fonction de leur sensibilité à la fissuration pour des perçages à 90° et à 20°

Quelle que soit l'architecture d'interface étudiée, une fissure est observée à l'interface sous-couche/céramique après perçage à 20°. Toutefois, la longueur de la fissure dépend grandement de l'architecture d'interface utilisée. Les différents systèmes barrière thermique peuvent être classés en fonction de la fissuration ou non après perçage à 90° et en fonction de la longueur de fissure obtenue après un perçage laser incliné à 20° (voir tableau 5.3). Le classement fait à partir des observations sur les tirs à 20° correspond à des valeurs proches pour chaque gamme considérée mais bien différenciées entre les gammes. Cela témoigne de comportements à la fissuration très éloignés. Ce classement est proche également du classement qui serait fait juste après l'amorçage de la fissure, ce qui montre bien l'étape cruciale que constitue l'amorçage initial par rapport à la fissuration finale. Il y a donc un intérêt à étudier l'amorçage de la fissuration. Cela a été fait de manière totalement non destructive par laminographie. Avec cette technique d'imagerie 3D, on peut reporter manuellement la longueur maximale de la fissure en chaque plan et tracer une projection de la surface fissurée parallèlement à l'interface. On vérifie alors l'allure elliptique de la fissure dès la deuxième impulsion. Des outils spécifiques d'analyse d'images et de segmentation 3D doivent être développés pour ce type d'analyse volumique et pour exploiter plus avant ce type d'imagerie. En effet, malgré la résolution élevée à l'ESRF, le faible contraste entre les phases et le vide, la présence de nombreux pores et fissures dans les matériaux de départ rendent difficile une détection complète de la fissure d'intérêt. Cependant pour des fissures plus grandes (donc mieux détectables probablement), cette technique pourrait être développée plus et serait très intéressante, notamment pour l'expertise de trous percés à proximité les uns des autres. Un des intérêts est également l'observation des réseaux de fissures courtes (50-100µm) dans et a proximité de la zone fondue sur tout le pourtour du trou.

L'ensemble des expériences constitue un corpus de résultats important à relier aux caractéristiques de ces couches. Cela traduit donc des tenues mécaniques au perçage bien différentes avec un apport notable

de la structuration laser et un effet très bénéfique des mélanges NiCrAlY+$ZrO_2$-$Y_2O_3$ par rapport aux autres cas. Si la sous-couche cold spray brute de projection est la plus sensible, les autres cas sont au final assez proches du cas de référence, y compris pour le cas sans sous-couche ce qui est assez surprenant.

Tout d'abord le cas des mélanges NiCrAlY+$ZrO_2$-$Y_2O_3$ ou interfaces « volumiques » composites montrent tous une sensibilité très faible à la fissuration à 20°. L'examen micrographique montre que ce sont plusieurs petites fissures qui sont amorcées dans des zones plutôt riches en métal et une fissure principale inférieure à 500µm après 10 impulsions laser pour ces trois cas. C'est donc un effet « composite » local qui contribue bien à contenir la fissuration. Cependant, il est très intéressant de noter que ces systèmes stables vis-à-vis de la fissuration sont des systèmes qui présentent des profils de contraintes résiduelles avec plusieurs gradients aux interfaces. La présence de ces gradients d'origine thermique lors de la fabrication témoigne en fait de la bonne accommodation thermomécaniques et du couplage fort qui existe entre les couches. Ceci est dû à l'effet gradient entre la céramique et le métal. L'ensemble de ces effets contribue à la stabilité de la liaison lors du perçage. En revanche, si l'on confirme, à partir des mesures faites, que le perçage laser peut introduire des contraintes résiduelles localement (surtout à l'interface céramique/sous-couche), alors il est important de considérer des effets potentiels à l'échelle de la pièce. Il serait intéressant d'étudier l'effet du détensionnement avant perçage sur ces mélanges NiCrAlY+$ZrO_2$-$Y_2O_3$ par plasma. De même, l'étude plus poussée de paramètres plasma visant à l'obtention de mélanges et de gradients le plus homogènes possible pourrait améliorer la compréhension des effets de la distribution spatiale des deux phases (et de la porosité) sur la tenue à la fissuration de ces matériaux à gradient.

Pour le cas des interfaces « surfaciques », on montre d'une part que les effets de rugosité ne permettent pas de discriminer la plupart des cas. Soit que pour deux rugosités identiques la fissuration est largement différente (cold spray brut et détensionné), soit que pour deux rugosités très différentes la fissure finale est du même ordre de longueur (plasma NiCrAlY et sablage seul). Ce constat tendrait à déconsidérer la rugosité comme paramètre prépondérant pour la tenue à la fissuration interfaciale lors du perçage. Cependant, un effet morphologique significatif est mis en évidence avec la structuration laser qui écrête homogénéise la symétrie du profil en créant des motifs réguliers (lignes croisées séparées de quelques dizaines de micromètres)et des mini-vaguelettes (« ripples ») qui modifie la morphologie à une échelle submicronique non identifiable par les paramètres de rugosité standards. Ce type de structuration multi-échelle reste à étudier dans le cas des dépôts projetés. Par ailleurs, si les ruptures sont généralement cohésives avec des chemins de fissures majoritairement dans la céramique mais influencés par la présence de la sous-couche rugueuse, cette rupture est adhésive pour le cas du substrat sablé. Il s'agit d'un effet de rugosité (faible contre élevée) sur le mode de rupture mais qui ne conduit pas à une différence de longueur de fissure lors du perçage. L'adhérence de la céramique (mesurée en traction généralement) n'est donc pas a priori un bon indicateur de la tenue au perçage laser. Un essai mécanique plus représentatif pourrait aider à mieux quantifier la résistance des systèmes. Par exemple un essai d'ouverture de fissure (essai de clivage en coin) à partir d'une éprouvette pré-entaillée. Dans la réalité, on a montré que le réseau de fissure (faïençage) à l'interface des zones fondues crée bien une pré-entaille interfaciale.

Seul le cas des sous-couches cold spray (même rugosité) permet de démontrer un effet mécanique bénéfique observé sur la fissuration de la sous-couche cold spray détensionnée (profil totalement relaxé avant perçage) et adoucie (ductilité accrue). Une meilleure capacité d'accommodation est restaurée et l'élimination d'un pic en traction dans la sous-couche contribue à une meilleure résistance à l'endommagement interfacial.

Grâce aux mesures de contraintes résiduelles après perçages (sur 4 cas), il ressort bien la relaxation dû à l'enlèvement de matière dans un cas (plasma référence) mais dans les autres, on met en évidence l'apparition de contraintes internes nouvelles induites par le perçage autour du trou pratiqué à 90°. Ces essais mériteraient d'être approfondis mais il semble bien qu'un effet thermique vienne contribuer aux effets de relaxation par l'enlèvement de matière, notamment en générant des gradients à l'interface céramique/sous-couche sujette aux plus grands écarts de coefficient de dilatation. Cette démarche d'analyse des contraintes résiduelles suite au perçage laser mériterait d'être approfondie et répétée sur différents cas. L'apport d'un calcul mécanique numérique simple pourrait aussi aider à appréhender mieux et discriminer les effets de relaxation uniquement liés à l'enlèvement de matière à partir d'un profil de

contraintes résiduelles existant dans une barrière thermique avant perçage.

# Bibliographie

[Amsellem, 2008] Amsellem, O. (2008). *Simulations 2D et 3D de Microstructure d'Alumine Projetee Plasma Pour l'Etude de ses Proprietes Mecaniques et Electriques.* PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.

[Ansar, 2004] Ansar, S. A. (2004). *Co projection d'alumine et d'acier inoxydable par plasma d'arc.* PhD thesis, Universite de Limoges.

[Montay et al., 2002] Montay, G., Cherouat, A., Lu, J., Baradel, N., and Bianchi, L. (2002). Development of the high-precision incremental-step hole-drilling method for the study of residual stress in multi-layer materials : influence of temperature and substrate on $zro_2/y_2o_3$ 8 wt. *Surface and Coatings Technology*, 155 :152–160.

[Toru et al., 2015] Toru, D., Quet, A., Meneses, D. D. S., del Campo, L., and Echegut, P. (2015). Influence of microstructure and composition on optical properties of plasma sprayed $al/al_2o_3$ cermets. *J. Phys. Chem.*, 119(10) :5426–5433.

[Zhai et al., 2016] Zhai, Z., Wang, W., and Mei, X. (2016). Simulation and experimental study on laser drillingof nickel-based alloy with thermal barrier coatings. *Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 9.

# Conclusion générale

Cette thèse a permis de mettre en évidence l'influence de la sous-couche sur la fissuration engendrée par le perçage laser. L'influence de l'état morphologique et mécanique de la sous-couche a donc été analysée et corrélée avec les endommagements induits par le perçage laser impulsionnel.

## Synthèse des résultats

Ainsi, durant ce travail de thèse, des méthodes d'analyse des trous, destructives et non destructives ont été mises en place :

- Une adaptation de la méthode DODO a été réalisée permettant d'étudier un demi-trou percé à travers un matériau multi-couche telle qu'une barrière thermique.
- Les contraintes résiduelles modifiées par le perçage laser ont pu être déterminées grâce à la méthode du trou incrémental réalisée autour d'un trou percé par laser à 90°. Cette méthode doit encore être approfondie pour bien maitriser les différents effets du perçage sur les contraintes résiduelles.
- La laminographie et la tomographie X ont été utilisées pour observer de manière non destructive les contours des trous ainsi que la fissure engendrée par le perçage laser.

Ainsi, au travers de cette étude, les points suivant ont été mis en évidence :

- La fissure interfaciale entre la sous-couche et la céramique, que l'on peut observer lors de perçages inclinés à des angles inférieurs à 45° est générée dès la première impulsion laser par le cumul de la pression de recul dans le trou ainsi que par de la différence de dilatation thermique entre les différentes couches composant la barrière thermique. Dès la deuxième impulsion laser, la fissure se propage à partir des amorces crées par la première impulsion. La propagation de la fissure dépend de la pression de recul, de l'épaisseur de la couche de céramique, de la différence de coefficient de dilatation thermique entre la sous-couche et la couche de céramique ainsi que de l'adhérence de la couche sur la sous-couche.
- La réalisation d'un gradient de composition au sein du dépôt de barrière thermique permet de réduire drastiquement la longueur de la fissure interfaciale.
- La modification de la morphologie de l'interface sous-couche / céramique a une influence sur la propagation de la fissure interfaciale. Ainsi, la structuration de surface permettant de maitriser la morphologie de la surface montre un intérêt particulier pour des applications de perçage laser.
- La détermination des contraintes résiduelles après perçage laser et la comparaison avec les contraintes résiduelles déjà présentes avant perçage a montré que le perçage provoque une relaxation des contraintes résiduelles présentes dans la matière, mais les effets thermiques liés au procédé de perçage laser génèrent de nouvelles contraintes résiduelles, localisées principalement au niveaux des interfaces entre chaque couche.
- Le détensionnement des systèmes barrières thermiques via un traitement thermique réduit les contraintes résiduelles dans les dépôts ainsi que la fissuration interfaciale générée par le perçage laser.

## Perspectives

Ce travail ouvre de nombreuses perspectives pour de futurs travaux ou applications. Tout d'abord, l'analyse de la modification des contraintes résiduelles s'est révélée complexe au vu du nombre de facteurs pouvant influer sur la variation des contraintes résiduelles. Il serait intéressant de réaliser des trous de manière mécanique dans un système barrière thermique afin de relaxer les contraintes, puis de réaliser une détermination de contraintes par la méthode du trou incrémental pour pouvoir comparer les résultats à ceux obtenus par perçage laser. De plus, une simulation numérique des effets thermiques aiderait à la compréhension des phénomènes mis en jeux.

Les bienfaits du détensionnement sur la réduction de la fissuration interfaciale ont été démontrés sur des dépôts cold spray et plasma. Il serait intéressant de vérifier ces effets sur d'autres systèmes ayant déjà une bonne résistance à la fissuration tels que les systèmes plasma gradient et plasma structuré.

Les problématiques industrielles résident principalement dans le phénomène de fissuration interfaciale pouvant générer un décollement de la couche de céramique. Il serait donc intéressant d'étudier les systèmes ayant présentés de bons résultats du point de vue fissuration interfaciale (plasma gradient, plasma mélange et plasma structuré) de manière à étudier leur tenue en cyclage thermique avant et après perçage laser.

De plus, dans l'industrie, les trous réalisés sont rapprochés, ce qui peut impacter les trous adjacents, notamment d'un point de vue thermique. Il serait intéressant d'étudier comment ce comporte nos systèmes face au perçage d'un motif dense de type industriel.

Enfin, l'utilisation de méthodes non destructives telles que la tomographie et laminographie X a montré un réel intérêt quand à la détection et la localisation de défauts en 3D tels que les fissures. Une telle application pourrait être étendue à des pièces plus complexes pour anticiper des usures ou ruptures prématurées.

## Conférences et articles

Guinard, C. ; Guipont, V. ; Jeandin, M. ; Morgeneyer, T. ; Proudhon, H. ; Girardot, J. & Schneider, M. Analyse non Destructive des Défauts Engendrés par le Perçage Laser des Barrières Thermiques Laserap'7, 2012

Guinard, C. ; Guipont, V. ; Proudhon, H. ; Jeandin, M. ; Girardot, J. ; Schneider, M. ; Berthe, L. & Martin, A. Study of Delamination Induced by Laser Drilling of Thermally Sprayed TBC Interfaces Thermal Spray, 2012

Guinard, C. ; Guipont, V. ; Jeandin, M. & Montay, G. Study of the residual stress distribution of thermally-sprayed TBCs involving various interfaces and laser drilling ITSC, 2014

# Annexes

# Annexe 1 : Caractéristiques de la caméra rapide

Cette annexe présente les caractéristiques techniques de la caméra rapide Photron de cette thèse. Celle-ci a été utilisée dans nos travaux avec une fréquence d'images de 100 000 images par seconde et une résolution de $128 \times 80$ pixels$^2$.

## Superb light sensitivity, speed and resolution defines Photron's APX-RS high-speed system as the industry leader.

The ultima APX-RS provides full mega pixel resolution images at frame rates up to 3,000 frames per second (fps), 512 x 512-pixels resolution at 10,000fps and at reduced frame rates to an unrivaled frame rate of 250,000fps.

Utilizing Photron's advanced CMOS sensor technology, the APX-RS provides the higher light sensitivity than any other comparable high-speed imaging system. Designed as a solid one piece camera, able to withstand shock forces as high as 100G's. Both color and monochrome models are available, both with excellent anti-blooming capabilities.

A user selectable 'Region Of Interest' function enables the active image area to be defined in steps of 128 pixels wide by 16 pixels high to allow the most efficient use of frame rate, image resolution and memory capacity for any event. Up to 20 commonly used configurations can be saved to memory for future operation.

Available with Gigabit Ethernet, FireWire and fiber optic communications, this compact camera can provide exposure durations as short as 2 microseconds and is easily operated in the field with or without a computer through use of the supplied remote keypad; enabling full camera setup, operation and image replay. When a PC is used, Photron's PFV software makes setting up and operating multiple cameras easy and intuitive.

### BENEFITS

FireWire, Gigabit Ethernet and Optical Interfaces available for maximum flexibility and fastest image download and reliable camera control, regardless of distance

High-G proven for reliable operation in the harshest environments. A sealed unit is available for reliable use in hot and dusty locations

Now available with 16GB memory option for longer recording times such as 12 seconds at 1,000 full resolution frames per second

Full 1024 x 1024-pixels resolution up to 3,000 fps

10,000 fps at 512 x 512-pixels

250,000 fps at reduced resolution – an industry record

Global electronic shutter to 2μs

IRIG or GPS timing is recorded in real time on every frame – not appended later

User selectable 'Region Of Interest' function

SLOW MOTION IMAGING SOLUTIONS

Photron®

www.photron.com
image@photron.com

:

## SPECIFICATIONS

| Frame Rate (fps) | Max. Resolution | | Record Time (seconds) | | | Record Time (frames) | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | Horizontal | Vertical | 2GB | 8GB | 16GB | 2GB | 8GB | 16GB |
| 60 | 1,024 | 1,024 | 34.1 | 102.4 | 204.8 | 2,048 | 6,144 | 12,288 |
| 125 | 1,024 | 1,024 | 16.4 | 49.2 | 98.3 | 2,048 | 6,144 | 12,288 |
| 250 | 1,024 | 1,024 | 8.2 | 24.6 | 49.2 | 2,048 | 6,144 | 12,288 |
| 500 | 1,024 | 1,024 | 4.1 | 12.3 | 24.6 | 2,048 | 6,144 | 12,288 |
| 1,000 | 1,024 | 1,024 | 2.0 | 6.1 | 12.3 | 2,048 | 6,144 | 12,288 |
| 2,000 | 1,024 | 1,024 | 1.0 | 3.1 | 6.1 | 2,048 | 6,144 | 12,288 |
| 3,000 | 1,024 | 1,024 | 0.7 | 2.0 | 4.1 | 2,048 | 6,144 | 12,288 |
| 5,000 | 768 | 768 | 0.7 | 2.2 | 4.4 | 3,641 | 10,923 | 21,845 |
| 9,000 | 640 | 480 | 0.8 | 2.3 | 4.7 | 6,991 | 20,972 | 41,943 |
| 10,000 | 512 | 512 | 0.8 | 2.5 | 4.9 | 8,192 | 24,576 | 49,152 |
| 10,000 | 512 | 528 | 0.8 | 2.4 | 4.8 | 7,944 | 23,831 | 47,663 |
| 15,000 | 384 | 384 | 1.0 | 2.9 | 5.8 | 14,564 | 43,691 | 87,381 |
| 30,000 | 256 | 256 | 1.1 | 3.3 | 6.6 | 32,768 | 98,304 | 196,608 |
| 50,000 | 256 | 144 | 1.2 | 3.5 | 7.0 | 58,254 | 174,763 | 349,525 |
| 70,000 | 128 | 128 | 1.9 | 5.6 | 11.2 | 131,072 | 393,216 | 786,432 |
| 100,000 | 384 | 48 | 1.2 | 3.5 | 7.0 | 116,508 | 349,525 | 699,051 |
| 150,000 | 128 | 48 | 2.3 | 7.0 | 14.0 | 349,525 | 1,048,576 | 2,097,152 |
| 210,000 | 256 | 16 | 2.5 | 7.5 | 15.0 | 524,288 | 1,572,864 | 3,145,728 |
| 250,000 | 128 | 16 | 4.2 | 12.6 | 25.2 | 1,048,576 | 3,145,728 | 6,291,456 |

| | |
|---|---|
| **Sensor** | 10-bit CMOS (Bayer system color, single sensor) with 17µm pixels, 16.7ms to 2µs global electronic shutter independent of frame rate and overexposure protection |
| **Saved Image Formats** | AVI, JPEG, PNG (10-bit), TIFF, FTIF (10-bit), BMP, and Bayer and RS-170 Video output. Images can be saved with or without image or comment data |
| **Extended Dynamic Range** | Selectable from 4 presets to prevent over exposure |
| **Phase Lock** | Enables cameras to be synchronized precisely together to a master camera or external source |
| **Triggering** | Selectable positive or negative TTL 5Vp-p, switch closure |
| **Lens Mount** | Interchangeable F-mount and C-mount supplied standard. Optional High-G block mount |
| **Data Display** | Frame Rate, Shutter Speed, Trigger Mode, Date or Time (can be switched), Status (Playback/Record), Real Time, Frame Count, Resolution System or IRIG time, and user-edited comments can be displayed beside or in the saved image area for all formats |
| **Video Output** | NTSC or PAL. Live video during recording. Ability to zoom and pan within image via keypad |
| **Dual Speed Recording™** | Enables the recording speed to be changed, up or down, by a factor of 2, 4 or 8 during a recording |
| **Timing** | Internal clock or external source such as IRIG or GPS. Indicators show current status of timing source |
| **Event Markers** | Ten user-entered event markers mark specific events within the image sequence in real time. Immediately accessible through software |
| **Recording Modes** | Start, End, Center, Manual, Random, Random Reset, Random Center, Random Manual, and Dual Speed Recording™ |
| **Partitioning** | Up to 64 memory segments for multiple recordings in memory |
| **Camera Control** | Through supplied keypad and RS-422A. And either via the Photron Gigabit Optical Network, Gigabit Ethernet or FireWire |
| **Software** | Includes image rotation and ability to save images with or without time codes or comment data |
| **Shock** | 100G @ 10ms any axis |
| **Dimensions** (no lens mount) | H 6.24" (158.6mm) (add 2.13" [54mm for handle and feet] x W 5.17" (131.4mm) x L 11.39" (289.2mm) |
| **Weight** | 10.8lb (4.9kg) |

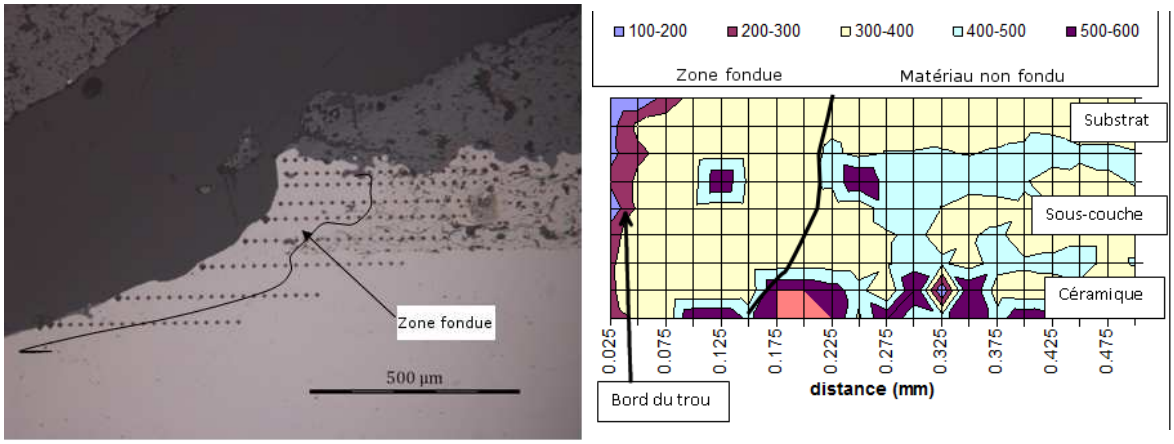
# Annexe 2 : Mesure de dureté sur les bords de trou

## Impact mécanique du perçage

Des mesures de dureté ont été effectuées sur un trou percé par deux impulsions laser et un trou percé par quatre impulsions laser. Les mesures ont été effectuées de chaque côté du trou (bord d'attaque et bord de fuite).

### Trou formé par deux impulsions

Les variations de dureté ont été tracées de manière à obtenir une cartographie de dureté :




(a) Coupe micro (b) Cartographie de dureté

FIGURE 5.27 – Vue en coupe et cartographie des essais de dureté au bord d'un trou percé par deux impulsions laser

On constate que la dureté est plus faible sur les bords du trou (promiscuité avec la résine pouvant fausser les résultats). Cette variation s'étend sur environ $50\mu m$. Au niveau de la zone fondue dans le métal, la dureté est identique à celle dans le substrat non fondu. Au niveau de la sous-couche, la dureté est inférieure dans la zone fondue que dans la sous-couche ($350HV$ au lieu de $400HV$). La zone fondue est composée majoritairement de substrat : il s'agit du substrat liquide qui s'est solidifié au moment de l'arrêt du faisceau laser).

### Trou formé par quatre impulsions

Pour le trou à 4 impulsions, deux échantillons similaires ont été utilisés afin de vérifier la répétabilité des mesures.

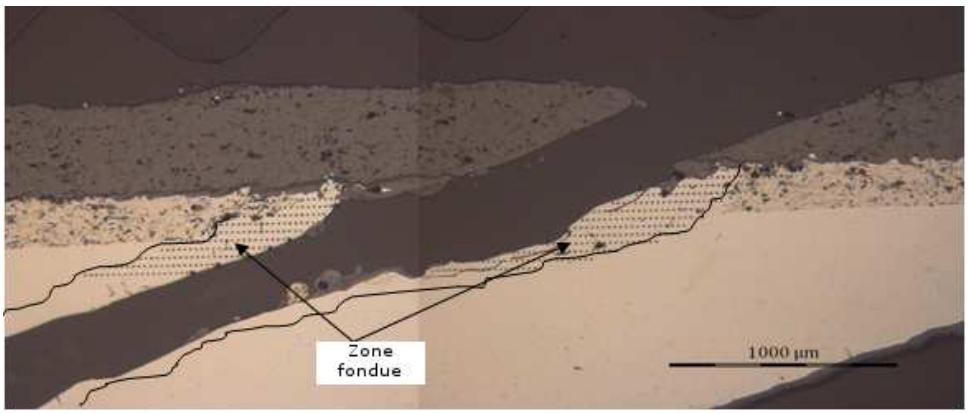



FIGURE 5.28 – Vue en coupe d'un trou percé par deux impulsions laser

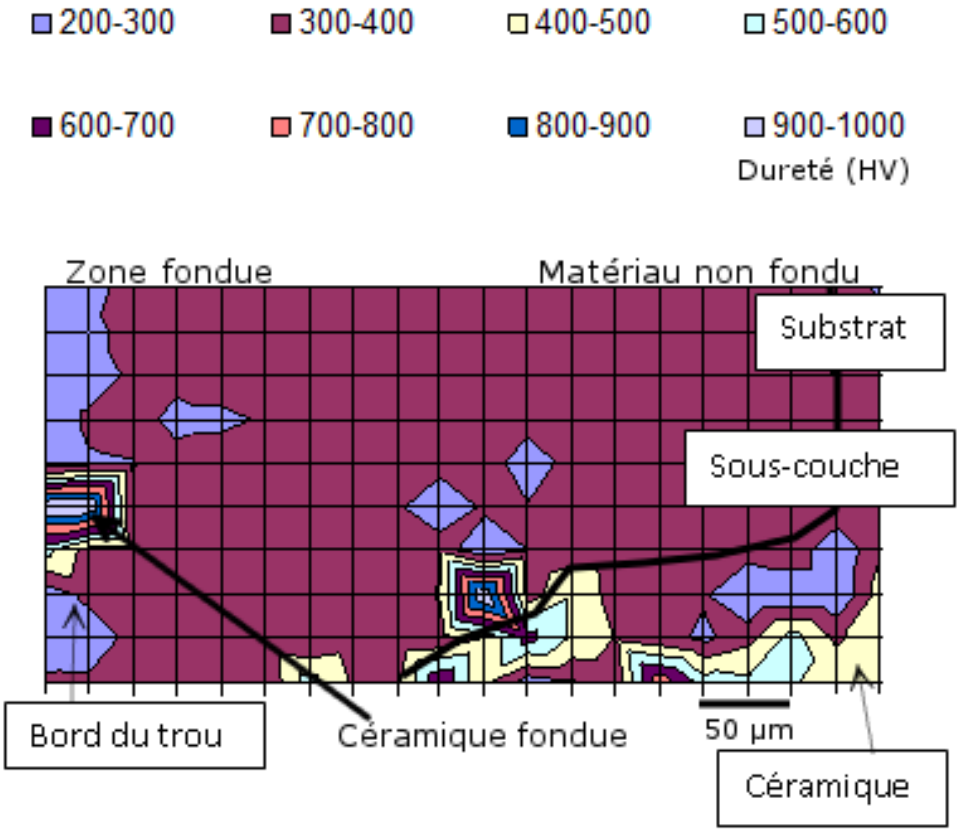



FIGURE 5.29 – Cartographie des essais de dureté au bord d'un trou percé par deux impulsions laser

Les variations de dureté ont été tracées de manière à obtenir une cartographie de dureté : On constate que la dureté est plus faible sur les bords du trou sur la partie supérieure du trou. Cette variation s'étend sur environ $50\mu m$ comme pour le trou percé par deux impulsions. Pour la partie inférieure du trou, la dureté est constante. Au niveau de la zone fondue dans le métal, la dureté est identique à celle dans le substrat non fondu. Au niveau de la céramique, la dureté dans la zone fondue est plus proche de la dureté de la céramique massive que de celle du dépôt. En effet, on constate que dans la zone fondue de céramique, il n'y a pas de porosités.

Des pics de dureté sont observés dans la zone fondue, correspondant à des zones riches en céramique. Ces zones sont situées en dessous de la couche de céramique, indiquant que la céramique fondue n'a pas seulement été éjectée hors du trou mais s'est aussi écoulée sur les bords. On peut supposer que la céramique liquide s'est écoulée après l'arrêt du faisceau laser, mais la solidification est trop rapide pour qu'un tel phénomène ait lieu. La céramique étant plus dense que le métal, elle s'écoule vers le bas de l'échantillon.

# Annexe 3 : Essais de projection Cold Spray des poudres MCrAlY

Durant cette thèse, des travaux ont été menés afin de tester les modifications d'interface et d'oxydation de la sous-couche déposée par Cold Spray en fonction de la composition et de la granulométrie de la poudre utilisée.

Le tableau 5.5 décrit les différents essais effectués. La figure 5.30 expose les granulométries des poudres utilisées. Les essais sont réalisés sur un substrat base cobalt Haynes 188 d'épaisseur 2mm.

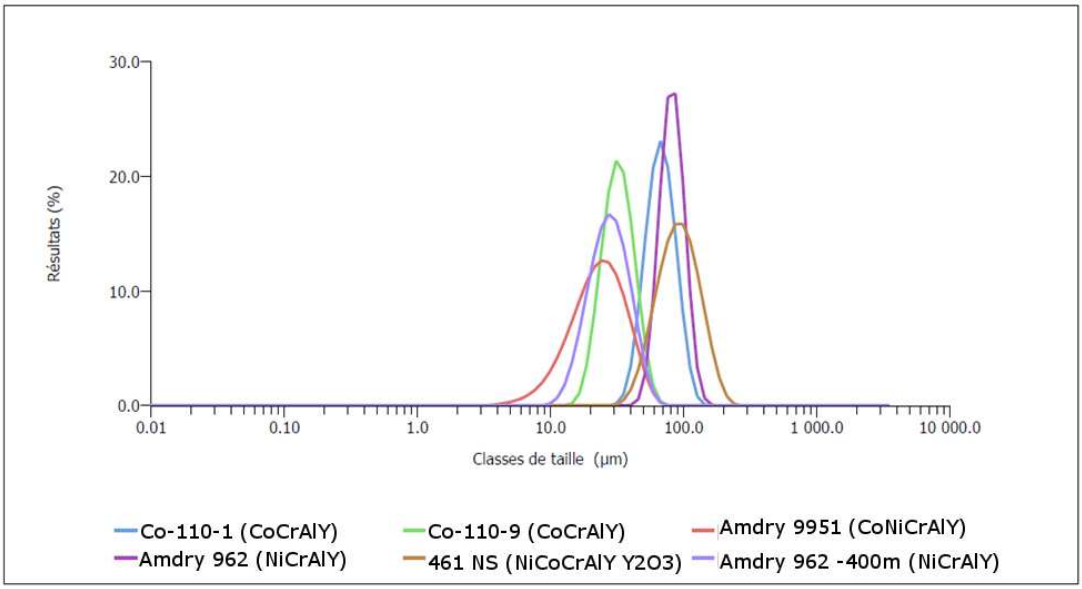



FIGURE 5.30 – Distribution granulométrique des poudres MCrAlY testées

Sur tous les échantillons exceptés pour la poudre Amdry 9951, aucun dépôt n'est obtenu. Les observations MEB montrent des surfaces érodées. Sur certains échantillons observés après projection des poudres fines, des particules semblent avoir adhéré en nombre insuffisant pour former un dépôt. La figure **??** montrent des exemples des observations MEB réalisées sur ces échantillons. Les surfaces des échantillons dont la projection de poudre est réalisés sous hélium présentent un nombre plus important de particules que ceus dont la projection est réalisée sous azote. La poudre Amdry 9951 montre quand à elle après projection sous azote ainsi que sous hélium un dépôt dense dont l'épaisseur dépasse les 100µm.

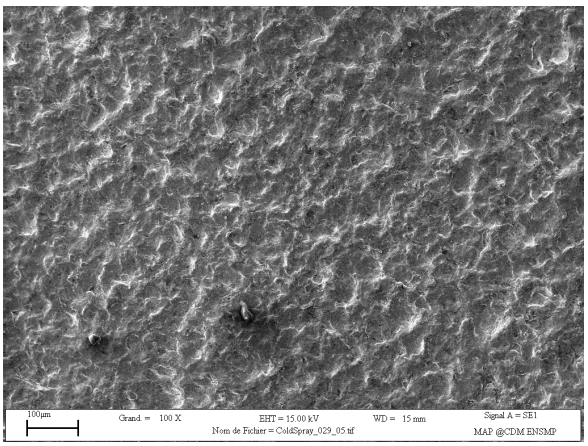
5 échantillons par paramétrie ont été réalisés. Ils sont pesés et mesurés avant et après projection. Le tableau suivant présente le gain ou perte de masse moyen pour chaque paramétrie ainsi que la hauteur mesurée avant et après projection.

| Poudre | | Application |
|---|---|---|
| Désignation | Fournisseur | |
| **Poudres à base NiCrAlY** | | |
| AMDRY 962 | Sulzer Metco | Azote (600 ° C, 80$m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm)<br>*ou* Helium (500 ° C, 80 $m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm) |
| AMDRY 962 -400mesh | Sulzer Metco | Azote (600 ° C, 80$m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm)<br>*ou* Helium (500 ° C, 80$m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm) |
| **Poudres à base CoCrAlY** | | |
| C0-110-1 | Praxair | Azote (600 ° C, 80$m^3/h$, 30 bar, 1 passe à 40 mm)<br>*ou* Helium (500 ° C,80 $m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm) |
| C0-110-9 | Praxair | Azote (600 ° C, 80 $m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm)<br>*ou* Helium (500 ° C, 80$m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm) |
| **Poudres composites à base NiCrAlCoY et composite** | | |
| 461NS | Sulzer Metco | Azote (600 ° C, 80 $m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm)<br>*ou* Helium (500 ° C, 80$m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm) |
| **Poudres à base CoNiCrAlY** | | |
| Amdry 9951 | Sulzer Metco | Azote (600 ° C, 80 $m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm)<br>*ou* Helium (500 ° C, 80$m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm) |
| **Mélanges de poudres CoNiCrAlY et Zircone yttriée** | | |
| Amdry9951<br>Metco 204NS-G | Sulzer Metco<br>Sulzer Metco | Azote (600 ° C, 80 $m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm)<br>*ou* Helium (500 ° C, 80$m^3/h$ , 30 bar, 1 passe à 40 mm) |

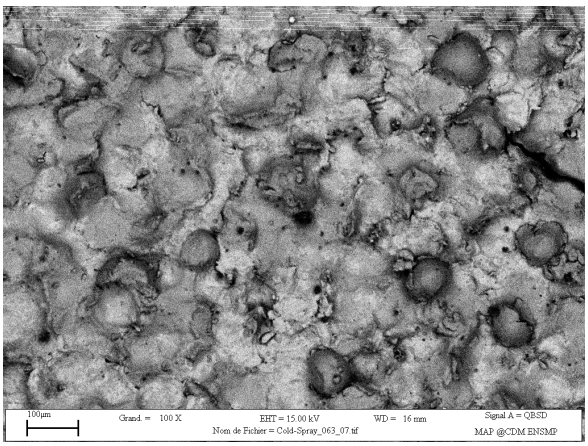
Tableau 5.4 – Les différentes poudres testées

| Poudre | Gaz | Prise de masse (gr) | épaisseur de dépôt (µm) |
|---|---|---|---|
| AMDRY 962 | Azote | -0.014 | 84 |
| AMDRY 962 | Hélium | -0.002 | 74 |
| AMDRY 962 -400mesh | Azote | -0.008 | 29 |
| AMDRY 962 -400mesh | Hélium | -0.006 | 47 |
| Co-110-1 | Azote | -0.015 | 11 |
| Co-110-1 | Hélium | -0.066 | 32 |
| Co-110-9 | Azote | -0.009 | 25 |
| Co-110-9 | Hélium | -0.032 | 14 |
| Metco 461NS | Azote | -0.002 | 23 |
| Metco 461NS | Hélium | -0.014 | 22 |
| Amdry 9951 | Azote | +0.204 | 118 |
| Amdry 9951 | Hélium | +0.754 | 326 |

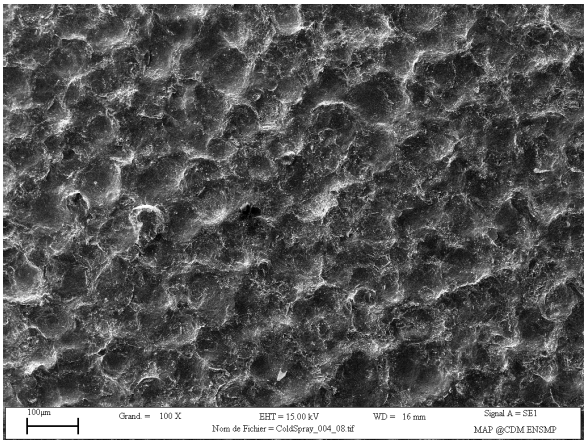
Tableau 5.5 – Prise de masse et d'épaisseur des différentes poudres testées



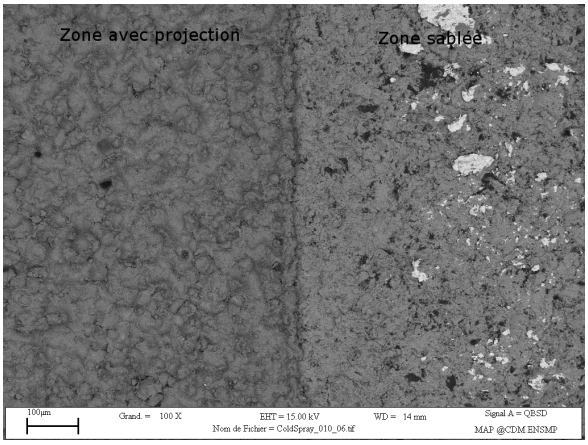

(a) "AMDRY 962" ($N_2$)



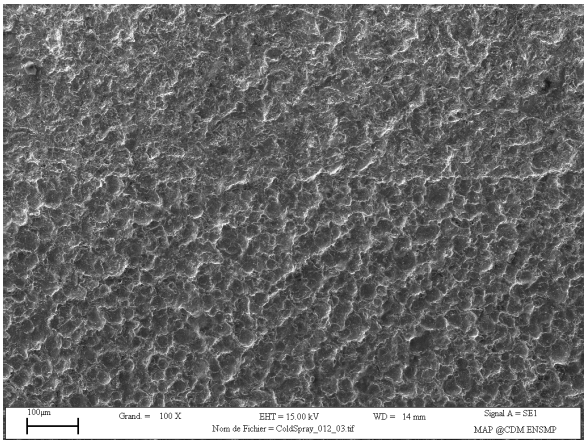

(b) "AMDRY 962" (He)



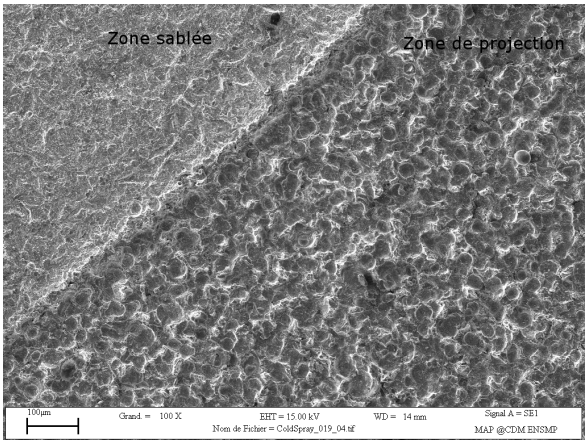

(c) "AMDRY 962-400mesh" ($N_2$)



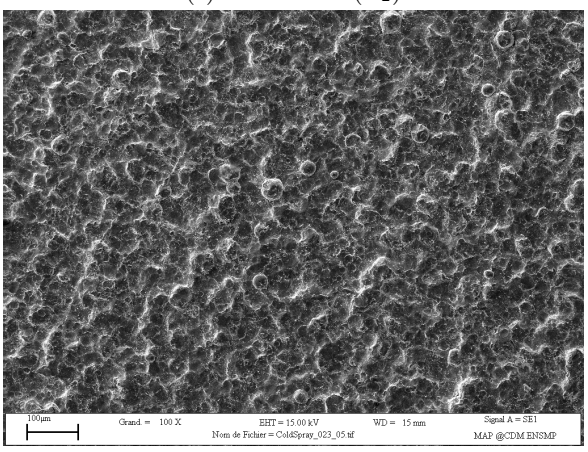

(d) "AMDRY 962-400mesh" (He)



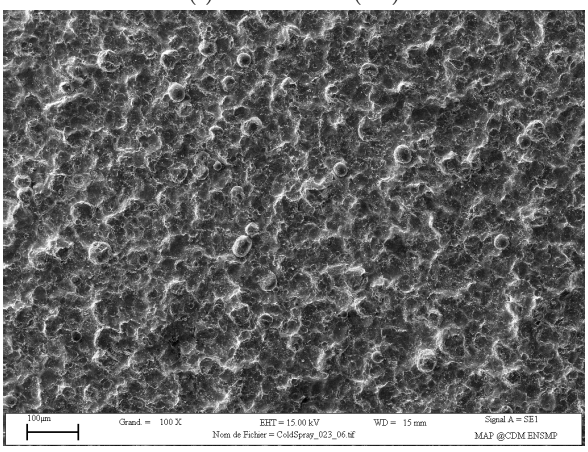

(e) "CO-110-9" ($N_2$)



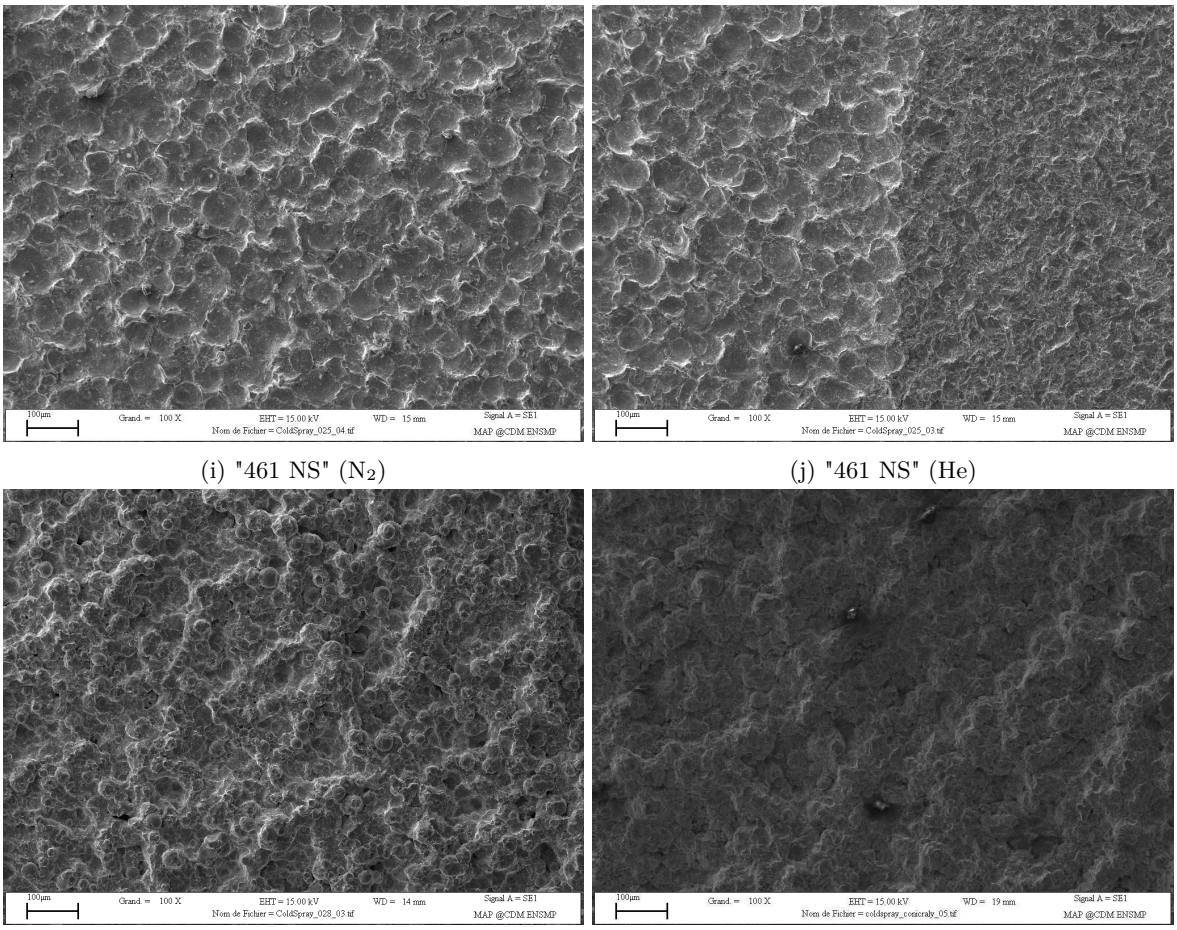

(f) "CO-110-9" (He)




(g) "CO-110-1" ($N_2$)




(h) "CO-110-1" (He)




(i) "461 NS" ($N_2$) (j) "461 NS" (He)

(k) "AMDRY 9951" ($N_2$) (l) "AMDRY 9951" (He)

FIGURE 5.31 – Vue MEB (SE) de la surface des échantillons après projection pour les différentes poudres étudiées

## Résumé

De nombreuses pièces aéronautiques telles que les chambres de combustion sont percées d'une multitudes de trous de refroidissement. Ce perçage, généralement effectué par un laser de puissance peut induire des endommagements dans la matière percée. Sur les systèmes barrières thermiques, une fissuration pouvant conduire à l'écaillage de la barrière thermique se produit à l'interface céramique/sous-couche lors du perçage laser. Cette thèse présente des éléments de compréhension des phénomènes de formation et de propagation de la fissure interfaciale. Pour cela, un protocole spécifique a été utilisé, consistant en la réalisation de perçage interrompus. De plus, afin de comprendre l'influence de la sous-couche et de l'interface sous-couche / céramique sur cette fissuration, une large gamme d'échantillons aux propriétés morphologiques et mécaniques bien distincts ont été sélectionnés. Pour cela, la sous-couche a été modifiée par la variation des paramètres de projection, du procédé de projection ainsi que par des post traitements sur la sous-couche. Le lien entre ces interfaces et les endommagements liés au perçage laser sont présentés au travers d'observations 2D et 3D, destructives et non destructives ainsi que par l'étude des modifications des contraintes résiduelles avant et après perçage laser pour différentes barrières thermiques. De manière a réduire encore la fissure interfaciale, plusieurs stratégies de perçage sont étudiées via la variation de la puissance laser entre les différentes impulsions laser nécessaires pour percer le matériau multicouches. Les résultats obtenus offrent des perspectives intéressantes pour améliorer la résistance à la fissuration des pièces aéronautiques.



## Mots Clés

Barrières thermiques, plasma, perçage laser, fissuration, laminographie, contraintes résiduelles



## Abstract

Many aircraft engines parts such as combustion chambers are drilled with numerous cooling holes. These holes, generally performed by a high power laser machine can induce damages in the part materials. On thermal barrier coatings systems, cracking can lead to spalling of the coating occurs at the ceramic / bond-coat layer interface during laser drilling. This thesis presents elements of understanding of the interfacial crack formation end propagation phenomena. In this purpose, a specific protocol was used, consisting of interrupted drilling process. Moreover, in order to understand the influence of the bond coat and the ceramic / bond coat interface on cracking, a wide range of samples with specific morphological and mechanical properties were selected. With this in mind, the bond coat was modified by varying spraying parameters, spraying process and also by post treatments on the bond coat. The link between these interfaces and the associated damages due to laser drilling are presented through 2D and 3D observations, destructive and non-destructive, as well as the study of residual stress modification before and after laser drilling for several thermal barrier coatings systems. For further reducing the interfacial crack, several drilling strategies are considered through the laser peak power variation between the different laser pulses needed to drill through the multi-layer material. The results offer interesting perspectives for improving crack resistance of aeronautical engines parts.



## Keywords

Thermal Barrier Coating, plasma spray, laser drilling, cracking, laminographie, residual stress