



**HAL**  
open science

# Prévision de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques

Romain Soullignac

► **To cite this version:**

Romain Soullignac. Prévision de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. Français. NNT : 2014ENMP0087 . tel-01217919

**HAL Id: tel-01217919**

**<https://pastel.hal.science/tel-01217919>**

Submitted on 20 Oct 2015

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

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

École doctorale N°432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

**Doctorat ParisTech**

**T H È S E**

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris**

**Spécialité « Science et Génie des Matériaux »**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Romain SOULIGNAC**

le 18 Décembre 2014

**Prévision de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques**

**Lifetime prediction to spallation of thermal barrier coatings**

Directeurs de thèse : **Luc Rémy**

Maîtres de thèse : **Vincent Maurel**

**Alain Köster**

**M. Rafael ESTEVEZ**, Professeur, SiMap, Université Joseph Fourier de Grenoble

**M. Philippe LOURS**, Professeur, ICA, École Nationale Supérieure des Mines d'Albi

**M. Jean-Louis CHABOCHE**, Directeur de Recherche, MAS, ONERA

**M. Luc RÉMY**, Directeur de Recherche, CHT, École Nationale Supérieure des Mines de Paris

**M. Vincent MAUREL**, Maître de Recherche, CHT, École Nationale Supérieure des Mines de Paris

**M. Alain KÖSTER**, Docteur, CHT, École Nationale Supérieure des Mines de Paris

**M. Arnaud LONGUET**, Docteur, YQMM, Safran / Snecma

Rapporteur

Rapporteur

Président

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

**T  
H  
È  
S  
E**

**MINES ParisTech**

**Centre des Matériaux P.-M. Fourt**

10 rue Henri-Auguste Desbruères, 91003 Evry, France



---

Quand on voyage vers un objectif, il est très important de prêter attention au chemin. C'est toujours le chemin qui nous enseigne la meilleure façon d'y parvenir, et il nous enrichit à mesure que nous le parcourons.

---

*Paulo Coelho*

---

# REMERCIEMENTS

La page des remerciements, celle qui est probablement la plus simple et la plus difficile à écrire à la fois. On aimerait tous pouvoir sortir notre plus belle plume afin que chacun sache dans quelles conditions la thèse s'est déroulée et qui l'auteur compte remercier plus particulièrement. Ces personnes qui, volontairement ou non, parfois par leur générosité naturelle, leur sympathie à votre égard ou tout simplement leur conscience professionnelle ont permis à votre bébé de naître. A ces personnes, je leur dit simplement « Merci » !

Je vais tout d'abord rendre hommage à ces personnes qui, dans le contexte professionnel, ont contribué à faire en sorte que ce manuscrit existe. Merci messieurs les membres du Jury, MM. Rafael Estevez, Philippe Lours et Jean-Louis Chaboche, pour m'avoir éclairé de vos remarques, vos questions pertinentes ainsi que vos encouragements et félicitations, lors de la soutenance et dans les rapports qui l'ont permise. Mes plus sincères remerciements vont aux membres de l'équipe CHT du Centre des Matériaux qui m'ont encadré : Luc Rémy, pour sa parole franche et pleine de bon sens qui n'hésite jamais à nous rappeler le contexte de l'étude et ses limites ; Alain Köster, pour sa bonne humeur et son savoir-faire précieux pendant les essais ; et enfin Vincent Maurel, pour ses compétences de numéricien et son soutien sans faille, qui m'a toujours permis de voir la lumière au bout du tunnel.

Je tiens également à remercier Snecma Villaroche pour avoir financé ces travaux. D'un point de vue humain, j'aimerais avant tout exprimer ma plus profonde sympathie envers MM. Serge Selezneff et Arnaud Longuet, mes partenaires industriels. J'aimerais également remercier les ingénieurs, techniciens et chercheurs qui ont participé, de près ou de loin, au Projet de Recherche Concerté auquel cette thèse était rattachée. J'ai une pensée, notamment, pour Elizabeth, Zéline et Clara de Turboméca, Jonathan de Pprime et les autres que j'oublie sûrement !

Je ne peux pas non plus oublier mes chers techniciens que j'ai beaucoup embêté : Steve,

Matthieu, Sylvain et David. Et pour finir, j'adresse un grand merci à Vincent Guipont avec qui je suis très heureux d'avoir collaboré.

D'un point de vue plus personnel, j'aimerais remercier tous les doctorants que j'ai pu croiser au sein de laboratoire, notamment les membres du bureau B104 : Thomas, Konstantin, Pierre, Charlotte, Emma, F-X et surtout Agathe et Meriem, gros merci pour tout les filles ! Je n'oublie pas non plus ceux des bureaux voisins : Alice, Auréliane, MingHao, H-A, Fifou, Meriadeg, Aurélie, Caroline... Un gros merci également à la team foot du mercredi : Francky, Jojo, Fred, Georges, Greg et les autres, ça faisait du bien de se changer les idées en pleine semaine. J'en oublie encore beaucoup d'autres que ce soit au niveau des doctorants, des techniciens, des chercheurs ou même du personnel administratif, mais sachez que je ne vous oublie pas, vous avez tous contribué à la publication de ce document et je vous en remercie.

Et pour finir, je vais cette fois adresser mes plus chaleureux remerciements à ceux qui m'ont épaulé pendant la rédaction de ce manuscrit, voire plus. Tout d'abord un grand merci à ma famille, et particulièrement mon grand frère et mes beaux-parents, de m'avoir soutenu et d'avoir assisté à la soutenance malgré la distance. Un énorme merci à toute la team doctorants étendue de Pprime qui m'ont accueilli comme l'un des leurs pendant ces moments difficiles : Baptistou, Belette, Thibal, P'tit Louis, Améloche, Elodie, Benjamin, Bibé, Andrea, Rémix, Fannyx, Camille, Anaïs, Kelly et les autres... y'en a vraiment beaucoup trop ! Et la dernière mais non la moindre, celle qui m'a soutenue tout au long de mon périple, celle qui me fait la joie de vivre avec moi depuis bientôt 6 ans, et qui a accepté de m'épouser en cette belle année 2015, un très très grand MERCI à ma p'tite chérie d'amour. Et bon courage à toi pour cette fin de thèse éprouvante, j'ai confiance en toi et te souhaite de réussir à passer l'étape parfois si délicate de la soutenance. Je t'aime.

# LISTE DES ACRONYMES

**APVS** : Aluminisation en Phase Vapeur Snecma, est un procédé développé par Snecma de dépôt de la sous-couche, couplé à un traitement thermique.

**BC** : Bond Coat, est la sous-couche du revêtement barrière thermique.

**CCD** : Charge-Coupled Device, en français « dispositif à transfert de charge », est un type de capteur photographique.

**CMAS** : Calcium-Magnesium-AluminoSilicate, sont des éléments se déposant sur la barrière thermique qui dégradent fortement les propriétés mécaniques de la céramique.

**CVD** : Chemical Vapor Deposition, est un procédé de dépôt en phase vapeur.

**EBAT** : Endommagement des BARrières Thermiques, est un modèle de durée de vie développé par Snecma.

**EB-PVD** : Enhanced Beam Physical Vapor Deposition, est un procédé de dépôt physique en phase vapeur, assisté par un flux ionique.

**ESRF** : European Synchrotron-Radiation Facility, est un complexe scientifique basé à Grenoble pouvant générer des faisceaux de neutrons et de rayons X à forte énergie.

**FMT** : Fatigue Mécano-Thermique, désigne un essai cyclique thermique et/ou mécanique.

**IDZ** : Inter-Diffusional Zone, en français « zone d'inter-diffusion », est une zone se formant entre le substrat et la sous-couche où les principaux phénomènes de diffusion se produisent.



**LASAT** : LAser Shock Adhesion Test, est un test d'adhérence de couches minces utilisé au Centre des Matériaux.

**LED** : Light-Emitting Diode, en français « diode électroluminescente », est un composant électronique qui émet de la lumière lorsqu'il est alimenté.

**MEB** : Microscope Électronique à Balayage, est un dispositif d'imagerie utilisant un faisceau d'électrons.

**TCP** : Topologically Close-Packed, sont des précipités composés d'éléments d'alliages lourds qui se forment dans la zone d'inter-diffusion.

**TGO** : Thermally Grown Oxide, couramment appelé « oxyde de croissance », est une couche d'alumine se formant par l'oxydation de l'aluminium de la sous-couche.

**YSZ** : Yttria Stabilized Zirconia, en français « zircone stabilisée à l'yttrium », correspond à la couche de céramique des revêtements barrière thermique.

# TABLE DES MATIÈRES

<b>Introduction Générale</b>	<b>1</b>
<b>I Le Système barrière thermique Snecma</b>	<b>7</b>
Introduction	11
I.1 Un système multi-matériaux	12
I.1.1 Le substrat	12
I.1.1.a Élaboration	12
I.1.1.b Composition et microstructure	13
I.1.2 La sous-couche	14
I.1.2.a Élaboration de la sous-couche	14
I.1.2.b Composition et microstructure	16
I.1.3 Le revêtement céramique	17
I.2 Mécanismes d'endommagement	18
I.2.1 Effets de l'environnement	18
I.2.2 L'écaillage de la céramique par flambage	19
I.2.2.a Le frittage de la céramique	19
I.2.2.b La fissuration proche de l'oxyde	20
I.2.3 Endommagement microstructural des barrières thermiques	21
I.2.3.a Les effets de l'oxydation	21
I.2.3.b Les transformations de phase dans la sous-couche	23
I.2.3.c Les phénomènes de rumpling et de ratcheting	23
I.3 Caractérisation expérimentale de la durée de vie	25
I.3.1 Les différents modes de fissuration interfaciale	25

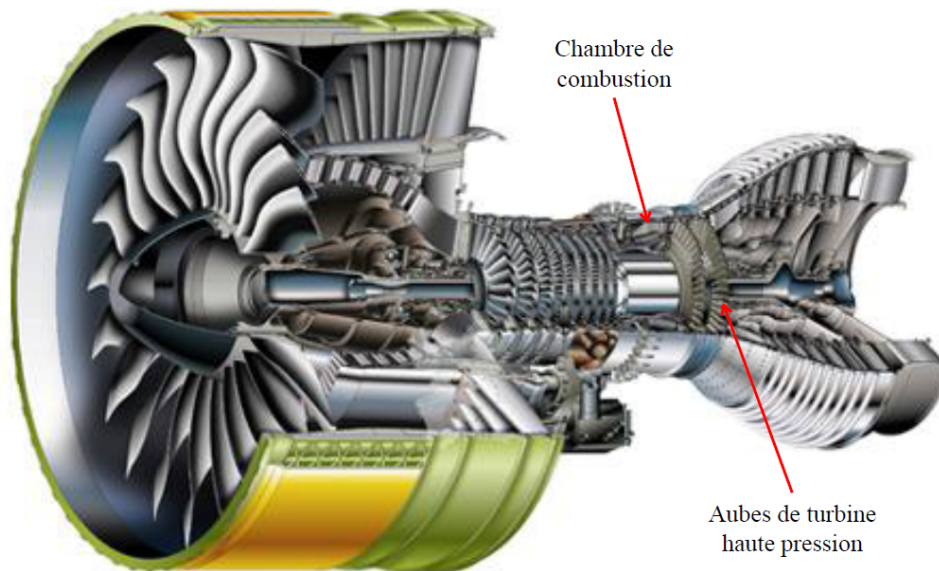
I.3.2	Les principaux essais d'adhérence . . . . .	26
I.3.2.a	L'essai d'indentation . . . . .	26
I.3.2.b	L'essai de flexion 4 points . . . . .	28
I.3.2.c	L'essai LASAT . . . . .	29
I.3.3	Conclusion . . . . .	31
I.4	Modélisation de la durée de vie à écaillage . . . . .	32
I.4.1	Le modèle EBAT . . . . .	32
I.4.2	Le modèle ONERA . . . . .	33
I.4.2.a	Modèle d'endommagement . . . . .	34
I.4.2.b	Modèle de durée de vie . . . . .	34
I.4.3	Le modèle Courcier . . . . .	35
I.4.3.a	Le module multi-barres . . . . .	36
I.4.3.b	Le modèle de durée de vie . . . . .	37
I.4.4	Influence de la rugosité locale . . . . .	39
I.4.5	Modélisation de la propagation de fissure d'interface . . . . .	40
I.4.6	Conclusion . . . . .	43
Conclusion	. . . . .	44
<b>II</b>	<b>Moyens expérimentaux et Méthodes d'analyse des essais</b>	<b>45</b>
Introduction	. . . . .	49
II.1	Les essais de caractérisation de la durée de vie . . . . .	50
II.1.1	L'essai de compression uniaxiale jusqu'à écaillage . . . . .	50
II.1.2	L'essai de propagation du délaminage en compression . . . . .	52
II.1.3	L'essai de compression <i>in situ</i> sur plaque mince . . . . .	54
II.1.4	Conclusion . . . . .	56
II.2	Procédés et Méthodes de Vieillessement . . . . .	57
II.2.1	La mesure de température . . . . .	57
II.2.2	Les vieillissements en fatigue thermique . . . . .	58
II.2.2.a	Les fours de fatigue thermique à Snecma . . . . .	58
II.2.2.b	Les fours de fatigue thermique au Centre des Matériaux . . . . .	59
Le four à lampes . . . . .	59	
Le four à axe vertical . . . . .	61	
Le four résistif . . . . .	62	
II.2.3	Les vieillissements en fatigue mécano-thermique (FMT) . . . . .	64
II.3	Procédés et méthodes d'analyse des éprouvettes . . . . .	67
II.3.1	Analyse macroscopique des éprouvettes . . . . .	67
II.3.1.a	Corrélation d'images . . . . .	67
II.3.1.b	La profilométrie en lumière blanche . . . . .	67
II.3.1.c	Microscopie optique numérique . . . . .	68

II.3.1.d	Méthode optique de mesure de la surface délaminée . . . . .	68
II.3.2	Analyse locale des éprouvettes . . . . .	69
II.3.2.a	Préparation des échantillons . . . . .	69
II.3.2.b	La microscopie optique (MO) . . . . .	70
II.3.2.c	La microscopie électronique à balayage (MEB) . . . . .	71
II.3.2.d	Méthodes d'imagerie tridimensionnelles aux rayons X . . . . .	72
Conclusion	. . . . .	74
<b>III</b>	<b>Caractérisation du revêtement barrière thermique</b>	<b>77</b>
Introduction	. . . . .	81
III.1	Caractérisation microstructurale de l'endommagement du revêtement barrière thermique . . . . .	83
III.1.1	L'interface entre la sous-couche et la céramique . . . . .	83
III.1.1.a	Évolution de l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde . . . . .	83
III.1.1.b	Évolution de la rugosité de l'interface . . . . .	88
III.1.1.c	Estimation de l'endommagement de l'interface . . . . .	90
III.1.2	La sous-couche . . . . .	93
III.1.2.a	La précipitation de phase $\gamma'$ dans la sous-couche externe. . . . .	93
III.1.2.b	La transformation de phase $\beta \rightarrow \gamma'$ dans la zone d'interdiffusion. . . . .	95
III.1.3	Conclusion . . . . .	99
III.2	Caractérisation expérimentale de l'adhérence de la céramique . . . . .	100
III.2.1	Les essais de compression jusqu'à écaillage . . . . .	100
III.2.1.a	Caractéristiques générales de l'essai . . . . .	100
III.2.1.b	Influence des vieillissements thermiques . . . . .	102
III.2.1.c	Influence des vieillissements en fatigue mécano-thermique . . . . .	103
III.2.2	Les essais de propagation du délaminage interfacial . . . . .	109
III.2.2.a	Caractéristiques générales de l'essai . . . . .	109
III.2.2.b	Influence des vieillissements thermiques . . . . .	110
III.2.2.c	Influence des vieillissements en fatigue mécano-thermique . . . . .	111
III.3	L'essai de compression <i>in situ</i> en laminographie . . . . .	113
Conclusion	. . . . .	118
<b>IV</b>	<b>Modélisation numérique et analytique du revêtement barrière thermique</b>	<b>121</b>
Introduction	. . . . .	125
IV.1	Analyse du rôle des défauts d'interface sur la propagation de fissure interfaciale	125
IV.1.1	Analyse préliminaire du mode de fissuration . . . . .	125
IV.1.2	Choix de la modélisation . . . . .	127
IV.1.2.a	Lois de comportement des couches du système . . . . .	129
IV.1.2.b	Loi de zone cohésive . . . . .	131

IV.1.2.c Étude de la convergence du calcul . . . . .	133
IV.1.3 Influence de défauts d'interface sur l'adhérence de la barrière thermique.	135
IV.1.3.a Influence de la rugosité . . . . .	135
IV.1.3.b Influence de défauts d'interface . . . . .	137
IV.1.3.c Cas test avec rugosité 3D . . . . .	139
IV.1.4 Conclusion . . . . .	141
IV.2 Modélisation de la durée de vie d'un système barrière thermique . . . . .	142
IV.2.1 L'énergie stockée dans la céramique . . . . .	143
IV.2.2 L'énergie à rupture de la céramique . . . . .	144
IV.2.3 Estimation de l'endommagement de l'interface . . . . .	148
IV.2.3.a Modélisation de l'oxydation . . . . .	148
IV.2.3.b Loi d'endommagement de l'interface . . . . .	152
IV.2.4 Calculs de durée de vie . . . . .	155
Conclusion . . . . .	158
<b>Conclusion Générale</b>	<b>161</b>
<b>A Modèle analytique du phénomène de Rumpling</b>	<b>165</b>
<b>B Analyse d'images de l'interface sous-couche / céramique</b>	<b>169</b>
<b>C Analyse d'images de la zone d'inter-diffusion</b>	<b>177</b>
<b>D Validation de la loi de comportement de l'AM1 en conditions de fatigue     mécano-thermique</b>	<b>185</b>
<b>TABLE DES FIGURES</b>	<b>187</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX</b>	<b>199</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	<b>201</b>

INTRODUCTION GÉNÉRALE

De part la flambée des prix des hydrocarbures et leur raréfaction, il est nécessaire de réduire leur consommation dans les turbines aéronautiques et d'améliorer les performances de ces dernières. La solution la plus simple consiste à augmenter la température des gaz brûlés, ce qui a pour effet d'augmenter le rendement et la puissance massique nette des moteurs. L'augmentation de la température de fonctionnement des pièces de structures des turboréacteurs, notamment les aubes mobiles, figure 1, devient alors critique.

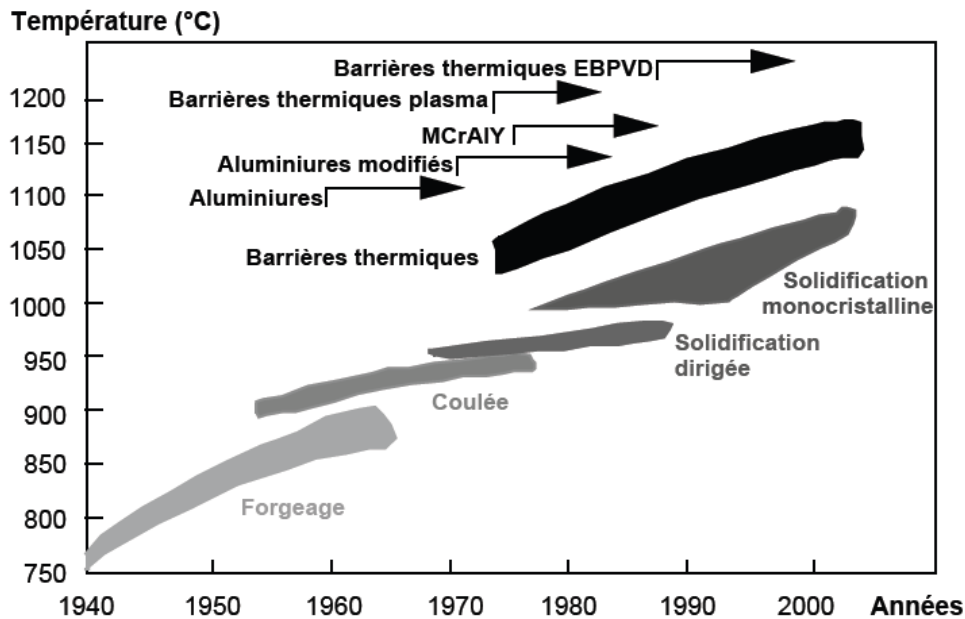


**Figure 1** – Vue éclatée du turboréacteur CFM-56 issu de la collaboration Safran-Snecma / General Electric.

En effet, ces pièces sont soumises à des contraintes mécaniques élevées en service, à cause de la force centrifuge induite par la rotation à grande vitesse de la turbine. La vitesse de rotation de la turbine est directement reliée à la pression en sortie de chambre de combustion, et donc à la température des gaz brûlés. Les contraintes dues aux efforts centrifuges, couplées à la température élevée de l'enceinte, augmentent le risque de rupture en fluage. L'amélioration des caractéristiques mécaniques à haute température, notamment en fluage, des aubes mobiles est donc une des problématiques principales des motoristes. Depuis les années 40, les procédés d'élaboration de ces pièces n'ont eu de cesse d'évoluer, figure 2.

Les polycristaux à base de nickel ou cobalt ont ainsi été remplacés par des monocristaux, principalement à base de nickel. L'absence de joints de grain améliorant nettement la résistance en fatigue et en fluage [Versnyder et Shank 1970, Gell *et al.* 1980] des pièces de structure des turboréacteurs. La géométrie des aubes mobiles a évolué pour permettre un refroidissement interne de l'aube par air « froid » (d'environ 600 °C). Par la suite, le flux d'air a également été dirigé en surface de l'aube afin de diminuer les échanges de chaleur convectifs avec les gaz brûlés.

Une protection de faible conductivité thermique a également été appliquée en surface des aubes mobiles. Cette protection, appelée barrière thermique, est composée de plusieurs



**Figure 2** – Évolution de la température supportée par les matériaux constitutifs des aubes de turbines en fonction de leurs procédés d'élaboration et de revêtement [Rickerby *et al.* 1993].

couches dont les objectifs sont de réduire la température du substrat et de le protéger de l'oxydation. Malgré toutes ces améliorations pour garantir l'intégrité des aubes, ces protections n'empêchent pas leur détérioration progressive. De même, malgré la protection apportée face à l'oxydation, le système barrière thermique n'empêche pas le phénomène. La durée de vie est donc fortement augmentée mais l'endommagement n'est pour autant pas stoppé.

La connaissance de cette durée de vie en fonction des chargements mécano-thermiques appliqués est nécessaire pour plusieurs raisons. D'un point de vue économique, il est rentable de connaître le moment opportun pour effectuer une maintenance des pièces revêtues selon l'utilisation : vols civils ou militaires. De plus, une estimation de la durée de vie des revêtements d'aube pourrait devenir un critère important de la conception des turboréacteurs de demain, puisque un modèle efficace en conception doit être capable de quantifier l'impact d'une température de fonctionnement ou d'une géométrie de moteur différente.

La plupart des modèles existants prennent rarement en compte la totalité des mécanismes d'endommagement des barrières thermiques, et quand ceux-ci sont relativement complets, ils ne sont applicables qu'à l'échelle locale. Le changement d'échelle est alors relativement difficile à mettre en place et le choix des hypothèses difficile à justifier.

L'objectif de cette étude est de mettre au point un modèle ingénieur de calcul de durée de vie d'un système revêtu. Ces travaux font partie de la tâche B2 du Programme de Recherche Concerté entrepris par Safran-Snecma, en collaboration avec le Centre des Matériaux, l'ONERA, l'Institut Pprime et Safran-Turboméca. Ils s'inscrivent également dans la continuité de plusieurs études sur l'AM1 [Fleury 1991, Hanriot 1993, Gaubert 2009] et les différents revêtements barrière thermique associés [Bickard 1998, Guerre 2002, Harvey *et al.*



2008, Courcier 2009, Chieux 2010, Sallot 2012]. L'ensemble des thèses traitant des barrières thermiques, réalisées au Centre des Matériaux en partenariat avec Snecma / Groupe Safran, et de leur domaine d'applicabilité est présenté au tableau 1.

Année	Thèse	Système barrière thermique	Essais entrepris
1998	A. Bickard	AM1 std + C1A + YSZ	Fatigue isotherme
-	-	-	FMT
2002	C. Guerre	AM1 std + NiAlPt + YSZ	Oxydation cyclique
-	-	AM1 bas S + NiAlPt + YSZ	Oxydation cyclique
-	-	-	FMT
2008	M. Harvey	AM1 std + C1A	Oxydation cyclique
-	-	AM1 bas S + NiAlPt	Oxydation cyclique
2009	C. Courcier	AM1 bas S + NiAlPt + YSZ	Oxydation isotherme
2010	M. Chieux	AM1 bas S + NiAlPt + YSZ	Oxydation cyclique
2012	P. Sallot	AM1 bas S + NiAlPt	Oxydation cyclique
-	-	-	FMT
2014	R. Soullignac	AM1 bas S + NiAlPt + YSZ	Oxydation cyclique
-	-	-	FMT

**Table 1** – Récapitulatif des thèses effectuées au Centre des Matériaux.

Le modèle de durée de vie développé au Centre des Matériaux lors de cette étude, s'appuie sur celui proposé par Courcier [Courcier 2009], enrichi par une base de données en fatigue thermique et en fatigue mécano-thermique. La modélisation proposée prend en compte les observations des études précédentes en apportant des informations supplémentaires sur le comportement en propagation du délaminage interfacial. Nous avons enrichi ces essais avec des mesure de suivi *in situ* du délaminage interfacial en surface et en volume. Les résultats d'essais sont mis en relation avec les observations locales de la microstructure correspondante, servant d'indicateurs de l'endommagement.

## Organisation du manuscrit

Le premier chapitre de ce manuscrit est une description du système barrière thermique Snecma, de son élaboration et de ses modes d'endommagement. Nous détaillerons ensuite les différents types d'essais mécaniques de caractérisation de l'adhérence des revêtements barrière thermique, leurs modélisations analytiques et numériques ainsi que les modèles de durée de vie associés disponibles dans la littérature.

Le second chapitre abordera les méthodes et moyens expérimentaux de caractérisation des systèmes barrières thermiques Snecma utilisés dans cette étude. Nous détaillerons notamment chaque essai, chaque type de vieillissement ainsi que les méthodes et moyens de mesure utilisés pour le dépouillement des résultats d'essais.

Le troisième chapitre détaille les mesures de l'évolution de la microstructure du revêtement barrière thermique, notamment au niveau de la couche d'oxyde et de la sous-couche.

L'ensemble de ces mesures permet de mettre en évidence l'influence de paramètres de vieillissement sur la durée de vie du système barrière thermique. Dans un deuxième temps, nous présenterons les résultats d'essais de compression pour provoquer un écaillage et propager le délaminage du revêtement barrière thermique, après des vieillissements préalables en fatigue thermique ou mécano-thermique.

Le quatrième et dernier chapitre présente les modélisations de la fissuration interfaciale et de la durée de vie des barrières thermiques que nous avons développé. Nous proposerons une modélisation par éléments finis du délaminage interfacial et de l'écaillage d'un assemblage céramique / métal, avec introduction d'éléments de zone cohésive [Soulignac *et al.* 2013]. Cette approche locale permet de prendre en considération l'influence de la géométrie d'interface sur la propagation d'une fissure d'interface. Enfin, nous détaillerons le modèle de durée de vie proposé suite aux observations effectuées durant cette étude. Ce modèle macroscopique se décline en deux grandes étapes : un module multi-barres, initialement développé par Harvey [Harvey *et al.* 2008] et Courcier [Courcier 2009, Courcier *et al.* 2011], donnant accès aux contraintes et déformations dans chacune des couches de manière indépendante, et un modèle de durée de vie basé sur une estimation de la ténacité par une approche énergétique [Thery *et al.* 2009, Vaunois 2013]. Les calculs de durée de vie sur calcul d'aube serviront de conclusion à ce chapitre.



CHAPITRE

I

LE SYSTÈME BARRIÈRE THERMIQUE  
SNECMA



## Sommaire

<b>Introduction</b> . . . . .	<b>11</b>
<b>I.1 Un système multi-matériaux</b> . . . . .	<b>12</b>
I.1.1 Le substrat . . . . .	12
I.1.1.a Élaboration . . . . .	12
I.1.1.b Composition et microstructure . . . . .	13
I.1.2 La sous-couche . . . . .	14
I.1.2.a Élaboration de la sous-couche . . . . .	14
I.1.2.b Composition et microstructure . . . . .	16
I.1.3 Le revêtement céramique . . . . .	17
<b>I.2 Mécanismes d'endommagement</b> . . . . .	<b>18</b>
I.2.1 Effets de l'environnement . . . . .	18
I.2.2 L'écaillage de la céramique par flambage . . . . .	19
I.2.2.a Le frittage de la céramique . . . . .	19
I.2.2.b La fissuration proche de l'oxyde . . . . .	20
I.2.3 Endommagement microstructural des barrières thermiques . . . . .	21
I.2.3.a Les effets de l'oxydation . . . . .	21
I.2.3.b Les transformations de phase dans la sous-couche . . . . .	23
I.2.3.c Les phénomènes de rumpling et de ratcheting . . . . .	23
<b>I.3 Caractérisation expérimentale de la durée de vie</b> . . . . .	<b>25</b>
I.3.1 Les différents modes de fissuration interfaciale . . . . .	25
I.3.2 Les principaux essais d'adhérence . . . . .	26
I.3.2.a L'essai d'indentation . . . . .	26
I.3.2.b L'essai de flexion 4 points . . . . .	28
I.3.2.c L'essai LASAT . . . . .	29
I.3.3 Conclusion . . . . .	31
<b>I.4 Modélisation de la durée de vie à écaillage</b> . . . . .	<b>32</b>
I.4.1 Le modèle EBAT . . . . .	32
I.4.2 Le modèle ONERA . . . . .	33
I.4.2.a Modèle d'endommagement . . . . .	34
I.4.2.b Modèle de durée de vie . . . . .	34
I.4.3 Le modèle Courcier . . . . .	35
I.4.3.a Le module multi-barres . . . . .	36
I.4.3.b Le modèle de durée de vie . . . . .	37
I.4.4 Influence de la rugosité locale . . . . .	39
I.4.5 Modélisation de la propagation de fissure d'interface . . . . .	40
I.4.6 Conclusion . . . . .	43
<b>Conclusion</b> . . . . .	<b>44</b>



## Introduction

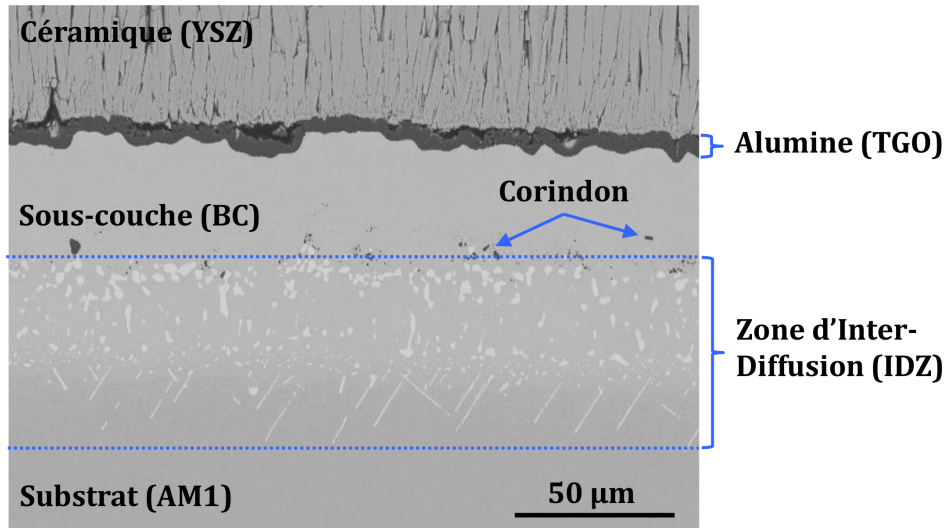
Les superalliages utilisés dans les moteurs d'avions ne sont pas tous identiques. Ils sont choisis en fonction de l'application et du coût de fabrication. Sur les aubes de turbine ou les pales de distributeurs haute pression, le choix s'est restreint aux monocristaux à base de nickel. Le matériau retenu par Safran / Snecma est l'AM1. En ce qui concerne les barrières thermiques, il existe également de nombreuses variantes. Par exemple, le dépôt de sous-couche peut être un composé  $MCrAlY$  [Dryepondt 2004, Raffaitin 2007, Texier 2013],  $NiAlCr$  tel que le C1A [Alam 2001, Harvey *et al.* 2008] ou équivalents [Bestor *et al.* 2011],  $NiAlPt$  comme dans cette étude, ou des couches  $NiAl$  dopées avec d'autres éléments réactifs tels que le zirconium [Hamadi 2009] ou le hafnium [Guo *et al.* 2008, Bestor *et al.* 2011].

Ce chapitre se divise en quatre grandes parties. Dans un premier temps, nous effectuerons une présentation complète du système barrière thermique utilisé sur les aubes de turbine haute pression des moteurs Snecma. Nous détaillerons notamment le rôle de chaque couche, leur élaboration, leur composition chimique ainsi que l'impact des éléments d'alliages sur les propriétés du système barrière thermique. Dans un second temps, nous détaillerons les principaux modes d'endommagement des diverses couches du système. Nous nous attarderons notamment sur les endommagements menant à la ruine par écaillage de la céramique. La troisième partie porte sur les essais de caractérisation expérimentale de la durée de vie des barrières thermiques, et notamment les essais d'adhérence de la céramique. Enfin, la dernière partie décrit les principaux modèles d'endommagement et de durée de vie de la littérature.



## I.1 Un système multi-matériaux

Le système barrière thermique développé par Snecma est un système multi-matériaux, figure I.1. Il est initialement constitué d'un substrat en superalliage monocristallin à base de nickel (AM1) et d'une couche de céramique (YSZ) à base de zircone  $ZrO_2$  partiellement stabilisée à l'yttrium  $Y_2O_3$ . La liaison entre ces deux couches principales est assurée par une sous-couche d'accroche (BC) riche en aluminium, permettant la formation à haute température d'une couche d'oxyde protectrice (TGO) à l'interface avec la céramique.



**Figure I.1** – Microstructure de la sous-couche d'un système barrière thermique vieilli 2000 cycles de 5 min à 1100 °C.

Un liseré de corindon issu de la préparation de surface du substrat marque la délimitation initiale avec la sous-couche. Le vieillissement thermique favorise la diffusion des éléments d'alliage du substrat vers la sous-couche et inversement, participant à la création d'une zone mixte, appelée zone d'inter-diffusion (IDZ).

### I.1.1 Le substrat

Le substrat est un superalliage monocristallin à base de nickel, l'AM1 dit bas soufre. Il a été choisi pour ses bonnes caractéristiques mécaniques dans une large gamme de température, et notamment pour sa résistance en fluage à haute température. Le choix d'un monocristal est essentiellement dû au fait que les joints de grains sont des sites privilégiés d'amorçage de fissures en fluage [Xie et Lou 2012].

#### I.1.1.a Élaboration

Les aubes et barreaux d'AM1 sont élaborés par solidification dirigée, figure I.2. Le métal en fusion est disposé dans un moule en céramique chauffé par induction. Le refroidissement est effectué avec un gradient thermique élevé afin d'éviter toute germination non désirée. Le

métal est coulé à travers un sélecteur de grains, afin de ne laisser croître qu'un seul grain. La pièce produite est alors orientée cristallographiquement selon les lignes de flux thermiques.

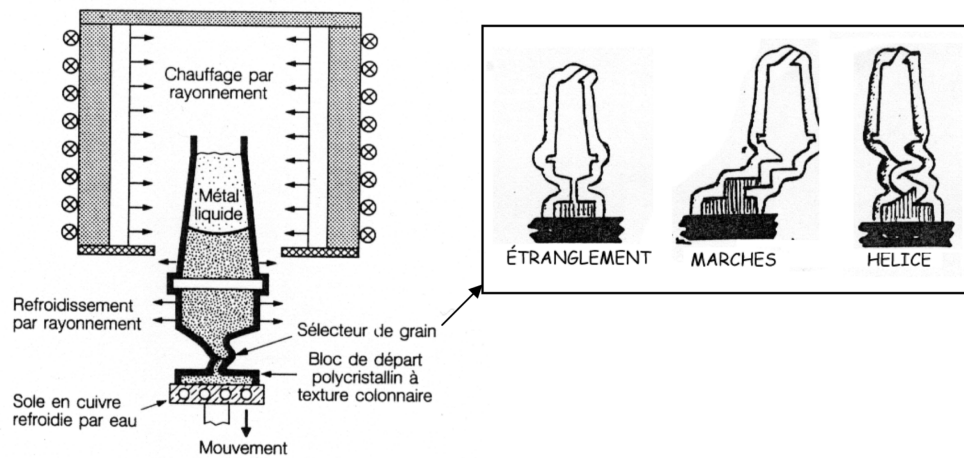


Figure I.2 – Principe de la méthode de solidification dirigée [Durand-Charre 1998].

### I.1.1.b Composition et microstructure

L'AM1 est constitué d'une matrice austénitique  $\gamma$  de structure cubique à faces centrées et de précipités  $\gamma'$  durcissants de structure cubique de type  $Ni_3(Al, Ti)$ . En forte proportion volumique (environ 70%), ces précipités  $\gamma'$  ont pour effet d'augmenter les caractéristiques mécaniques à haute température. Leur taille, visible à la figure I.3, est d'environ  $0.5 \mu\text{m}$ .

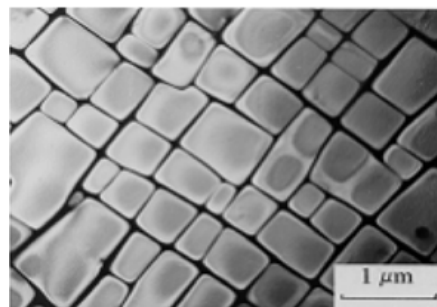


Figure I.3 – Microstructure biphasée  $\gamma/\gamma'$  de l'AM1 [Marchal 2006].

Les deux phases possédant des paramètres de maille proches, elles cristallisent de manière cohérente. La faible différence entre ces paramètres de maille crée toutefois des contraintes internes dans le substrat qui ont pour effet d'augmenter son durcissement et de réduire l'influence des dislocations [Sims *et al.* 1987]. Les deux phases constituant le substrat monocristallin étant cubiques, son comportement mécanique est anisotrope.

La composition chimique de l'AM1 est présentée dans le tableau I.1. Le substrat utilisé dans cette étude est de l'AM1 dit « bas soufre » par opposition à l'AM1 standard utilisé jusqu'aux années 2000 [Fleury 1991, Hanriot 1993, Bickard 1998]. En effet, le soufre a tendance

à migrer jusqu'aux interfaces et joints de grains. La présence de soufre dans ces zones sensibles, et notamment à l'interface entre l'oxyde et la sous-couche, est néfaste car il diminue l'adhérence de l'oxyde [Funkenbusch *et al.* 1985, Smialek *et al.* 1994].

Element	Ni	Co	Cr	Mo	W	Ta	Al	Ti	C	Fe	S
Min	Bal.	6	7	1.8	5	7.5	5.1	1			
Max	Bal.	7	8	2.2	6	8.5	5.5	1.4	0.01	0.2	0.2 ppm

**Table I.1** – Composition de l'AM1 (wt%) [Rouzou *et al.* 2004].

Les éléments d'alliage ont des rôles importants, tant au niveau des caractéristiques mécaniques qu'au niveau de la protection contre l'oxydation ou la corrosion. Le durcissement de la solution solide  $\gamma$  est assuré par le molybdène *Mo* et le tungstène *W*. Le cobalt *Co* améliore les propriétés mécaniques de la phase  $\gamma$  et augmente la température de solvus de la phase  $\gamma'$  [Ezugwu *et al.* 1999], permettant une température de fonctionnement plus élevée. Le durcissement de la phase  $\gamma'$  est quant à lui assuré par le titane *Ti* et le tantale *Ta*. Le chrome *Cr* est utilisé pour ses bonnes propriétés de résistance à l'oxydation et à la corrosion en formant des oxydes de chrome  $Cr_2O_3$ . De même, l'aluminium *Al* est présent pour sa capacité à former de l'alumine  $Al_2O_3$  à haute température augmentant la résistance à l'oxydation du superalliage.

Cependant, l'ajout de ces éléments d'alliage a pour effet de former des précipités appelés TCP. Ce sont des composés intermétalliques majoritairement rencontrés sous forme de grandes plaquettes [Sims *et al.* 1987]. Leur apparition dans les superalliages polycristallins dégrade fortement leurs propriétés mécaniques puisqu'ils apparaissent dans les joints de grains. Dans le cas des monocristaux, ces précipités sont beaucoup moins nocifs et apparaissent suivant des directions cristallographiques privilégiées [Rae *et al.* 2005, Sugui *et al.* 2010].

## I.1.2 La sous-couche

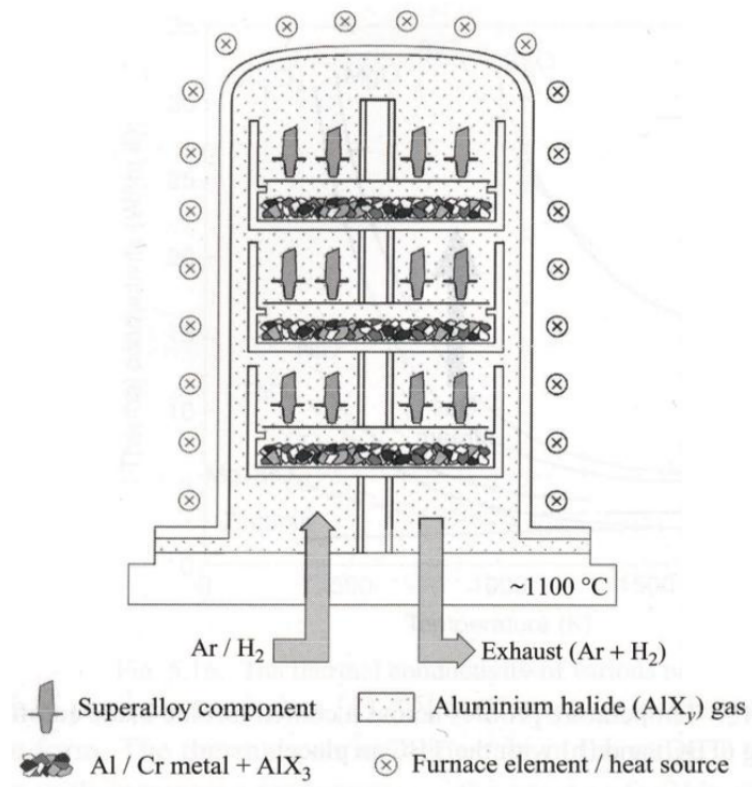
La sous-couche d'accroche a pour objectif principal de réaliser la liaison mécanique entre le superalliage et la céramique. Le choix technologique du matériau s'est porté sur un composé nickel-aluminium *NiAl* pour sa composition proche du substrat et sa très bonne tenue à l'oxydation, améliorée par l'ajout de platine *Pt*. Le procédé de dépôt de la sous-couche consiste en une succession d'étapes très importantes, que ce soit au niveau de la préparation de surface, du dépôt proprement dit ou des traitements thermiques.

### I.1.2.a Élaboration de la sous-couche

En premier lieu, le substrat subit une phase de sablage aux grains de corindon (grains d'alumine de dureté élevée) qui a pour effet de rendre sa surface relativement lisse. Des grains de corindon de quelques microns restent incrustés dans le métal au cours de cette étape.

L'étape suivante consiste à doper la surface du substrat en platine par dépôt électrolytique. Un traitement thermique de 30 min à 1050 °C permet alors sa diffusion dans le substrat. L'ajout de platine améliore nettement l'adhérence du revêtement au substrat et sa résistance à l'oxydation [Pint 2004].

La troisième et dernière étape est le dépôt de la sous-couche, ou « aluminisation ». Ce dépôt est réalisé par « pack-cementation », qui est un procédé de dépôt chimique en phase vapeur (CVD). Le procédé, présenté à la figure I.4, consiste à immerger les pièces à revêtir dans une caisse contenant une poudre à base d'aluminium, un ciment faisant office d'activateur ainsi qu'une poudre inerte telle que l'alumine. A haute température et sous environnement d'argon, la poudre d'aluminium réagit avec le ciment pour former un halogénure sous forme gazeuse. Ce gaz vient ensuite se décomposer en surface de la pièce à revêtir puis commence à diffuser.



**Figure I.4** – Principe du dépôt CVD par « pack-cementation » [Reed 2006].

Le procédé APVS (Aluminisation en Phase Vapeur Snecma) utilisé pour le revêtement de la sous-couche sur nos éprouvettes, consiste à réaliser conjointement le dépôt d'aluminium et un traitement thermique. Ce dernier permet aux éléments d'alliages du substrat et de la sous-couche de diffuser pendant le dépôt électrolytique.

### I.1.2.b Composition et microstructure

Le revêtement obtenu, présenté à la figure I.1, est constitué de deux zones : la sous-couche externe majoritairement composée de la phase  $\beta$ -NiAl d'environ 50  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, et une zone appelée zone d'inter-diffusion, constituée d'une phase  $\beta$ -NiAl, d'une phase  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al et de précipités TCP. Ces deux zones de la sous-couche sont délimitées par le liséré de corindons issus de la préparation de surface du substrat.

La composition initiale de la sous-couche externe est présentée au tableau I.2.

Element	Ni	Al	Pt	Cr	Co	Mo	W	Ta	Ti
Composition (at%)	39.9	35.8	12.6	4.5	3.4	0	0	0.3	0.7

**Table I.2** – Composition initiale de la sous-couche externe (at%) [Sallot 2012].

Au fur et à mesure du vieillissement thermique, les précipités TCP apparaissent dans la zone d'inter-diffusion proche du substrat. Leur morphologie est variable selon leur position : ils sont de forme quelconque lorsqu'ils sont présents dans la zone d'inter-diffusion et tendent à s'orienter suivant une direction privilégiée lorsqu'ils sont proches du substrat. La composition chimique de ces précipités est présentée dans le tableau I.3.

Element	Ni	Co	Cr	Mo	W	Ta	Al	Ti	Pt
Composition (wt%)	23.9	16.5	28.2	4.5	10.7	13	0.1	0.4	1

**Table I.3** – Composition chimique des TCP (at%) [Guerre 2002].

Ces précipités sont donc majoritairement composés d'éléments d'alliages lourds présents dans l'AM1, tels que le chrome *Cr*, le cobalt *Co*, le molybdène *Mo*, le tungstène *W* et le tantale *Ta*. La composition chimique des TCP est fortement dépendante de la composition chimique du substrat. Il en existe divers types, dont deux sont potentiellement présents dans notre système [Durand-Charre 1998] :

- i) la phase  $\mu$ , de formule chimique générale  $(Co, Fe, Ni)_7(MoWCr)_6$ , qui se forme dans l'AM1 [Sallot 2012] mais également dans des superalliages comme le MC2 [Le Grave-*rend et al.* 2011, Sugui *et al.* 2010] ou le CMSX-4 [Reed 2006].
- ii) les carbures, dont la présence reste relativement rare, due à la faible concentration de carbone *C* dans les superalliages. Des carbures de type  $M_{23}C_6$  ont cependant été observés dans les alliages CMSX-2 et AM1 [Veron *et al.* 1996]. D'autres types de carbures de type  $\eta$  de formule chimique générale  $(Fe, Co, Ni)_3(W, Mo, Ta)_3C$  ont notamment été détectés, dans le MC2.

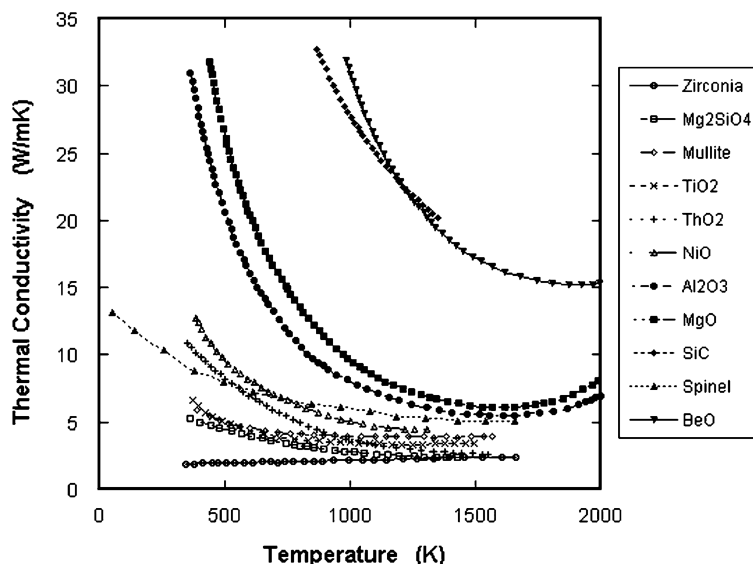
La sous-couche étant un revêtement aluminifère, elle produit à haute température un oxyde d'alumine  $Al_2O_3$ . Cette couche d'oxyde croît au fur et à mesure du vieillissement

thermique et protège ainsi le substrat de l'oxydation. De plus, l'oxyde formé réalise la liaison physique entre la sous-couche métallique et la couche de céramique.

La couche d'oxyde formée lors du traitement APVS est principalement formée d'alumine  $\alpha$ , forme stable de l'oxyde [Guerre 2002]. Les oxydes de transition de type  $\theta$ ,  $\gamma$  ou  $\delta$  sont absents puisqu'ils se forment à des temps très courts ou à des températures inférieures à la température de fonctionnement.

### I.1.3 Le revêtement céramique

Le revêtement céramique a pour principal objectif de réduire la température vue par le substrat. Ceci permet d'améliorer les caractéristiques mécaniques à chaud des aubes, notamment en fluage. La céramique est composée majoritairement de zircone  $ZrO_2$  stabilisée à l'yttrium  $Y_2O_3$ , qui possède une conductivité thermique très faible et relativement indépendante de la température, figure I.5.



**Figure I.5** – Évolution de la conductivité thermique de diverses céramiques en fonction de la température [Clarke 2003].

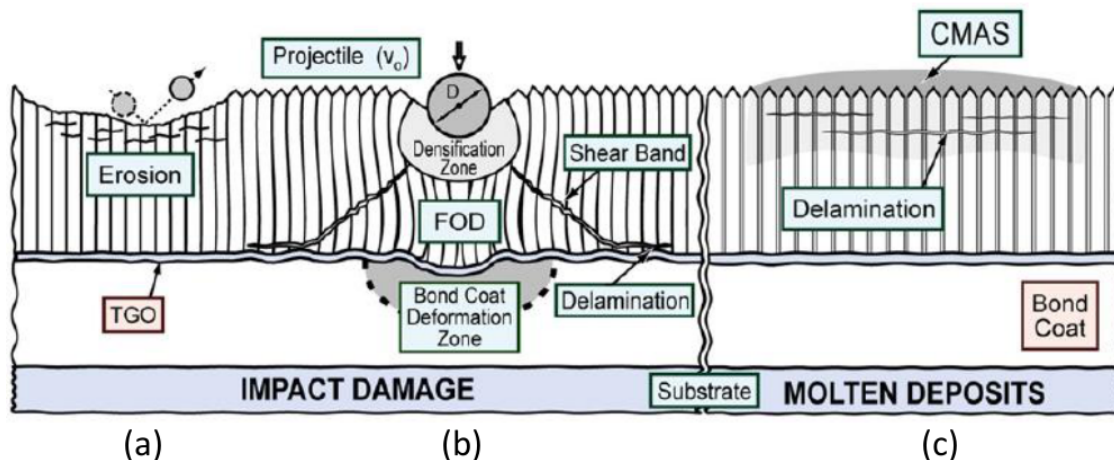
La couche de céramique est déposée par EB-PVD au « Ceramic Coating Center » de Châtellerault. La pièce à revêtir est placée sur un arbre mobile au milieu d'une chambre sous vide secondaire. Un faisceau d'électrons de forte énergie (de 20 à 25 kV) vient bombarder des lingots de zircone. La température en surface des lingots augmente et forme alors un bain de zircone liquide qui s'évapore ensuite dans le vide. Cette vapeur est ensuite dirigée préférentiellement vers le substrat par l'intermédiaire d'un faisceau d'ions. Ce procédé apporte une structure colonnaire à la céramique. Cette structure lui permet d'accommoder plus aisément les déformations dans le plan normal aux colonnettes. L'épaisseur de céramique déposée est comprise entre 125 et 150 nm.

## I.2 Mécanismes d'endommagement

Les barrières thermiques sont conçues pour résister à de fortes sollicitations thermiques et mécaniques en fonctionnement. Cependant, les effets de fatigue mènent à une dégradation de l'interface entre la sous-couche et la céramique, provoquant l'écaillage de cette dernière. De plus, des phénomènes de dégradation de la céramique par l'environnement peuvent survenir. Nous tenterons ici de dresser une liste des principaux mécanismes d'endommagement des systèmes barrière thermique répertoriés dans la littérature.

### I.2.1 Effets de l'environnement

En service, des dégradations de la céramique dues à l'érosion et à des impacts de projectiles, figure I.6(a) et (b), se produisent couramment. Dans les deux cas, la conséquence majeure de ces événements est la réduction de l'épaisseur de céramique, qui conduit à un échauffement en service du substrat, et par conséquent à une perte des caractéristiques mécaniques à chaud du système.



**Figure I.6** – Schéma des mécanismes d'endommagement des systèmes barrière thermique dus à l'environnement extérieur : (a) érosion (b) impact de grosses particules et (c) effets des CMAS [Evans *et al.* 2008].

Un autre phénomène extrêmement endommageant et de plus en plus critique pour les motoristes est la dégradation de la céramique par des dépôts de particules CMAS (Calcium-Magnesium-Aluminosilicate), figure I.6(c). Ces particules, qui sont rencontrées majoritairement dans des environnements sédimentaires, se déposent sur la céramique et se vitrifient à haute température [Mercer *et al.* 2005, Chen 2006]. Les conséquences de ce phénomène sont :

- i) une diminution de l'accommodation des déformations de la céramique au niveau du dépôt, qui provoque l'initiation de fissures transverses ;
- ii) une augmentation de la conductivité thermique de la céramique ;

iii) une modification de la composition chimique de la couche de céramique.

Aucune solution technologique ne permet, à l'heure actuelle, de s'affranchir de ces phénomènes. Cependant, une maintenance régulière des pièces revêtues permet de limiter l'impact de ces dégradations sur la durée de vie des systèmes barrières thermiques.

## I.2.2 L'écaillage de la céramique par flambage

L'écaillage de la céramique est le mode de rupture principal des barrières thermiques. Les notions de délaminage et d'écaillage définis par Bickard [Bickard 1998] ont été reprises dans cette étude.

- i) Le délaminage correspond à l'apparition d'une fissure parallèle aux interfaces. Ces fissures se développent globalement à l'interface entre la sous-couche et la céramique.
- ii) L'écaillage est défini comme la perte de tout ou partie du revêtement.

Le flambage par compression de la couche de céramique est le phénomène le plus critique pour la durée de vie des aubes. En effet, le dépôt de la céramique est effectué à haute température, et comme les coefficients de dilatation thermique de chaque couche sont différents, des contraintes internes dans chacune des couches du système barrière thermique apparaissent. En particulier, des contraintes de compression dans la céramique et dans l'oxyde à basse température. Un calcul analytique des contraintes et déformations dans chacune des couches du système barrière thermique a été proposé par Courcier [Courcier *et al.* 2011] et Harvey [Harvey 2011] et présenté en détail au paragraphe I.4.3.a.

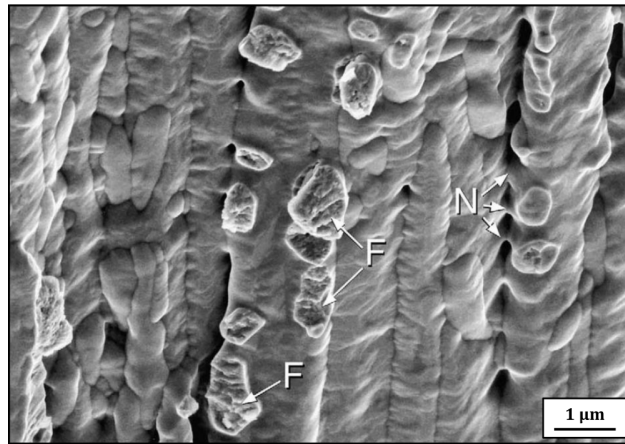
Ces contraintes de compression à température ambiante sur un système non vieilli ne suffisent pas à amorcer une fissuration de l'interface ou créer un écaillage. Cependant, elles permettent d'expliquer les écaillages sur pièces ayant subi un vieillissement thermique, cyclique ou isotherme, observés lors de phases de refroidissement.

### I.2.2.a Le frittage de la céramique

Le frittage de la céramique est un phénomène endommageant, même si sa fréquence d'apparition pour nos applications reste rare, dans la mesure où il n'intervient qu'à très haute température ( $T \geq 1150$  °C). Il se caractérise par une densification du revêtement céramique, provoquée par l'apparition de zones de contact entre les colonnettes [Lughi *et al.* 2004], figure I.7.

Ces zones de contact ont pour effet d'augmenter la rigidité de la céramique [Lughi *et al.* 2004, Kulkarni *et al.* 2004, Zhao *et al.* 2006] et, par conséquent, de moins bien accommoder les déformations mécaniques dans le plan de la couche.





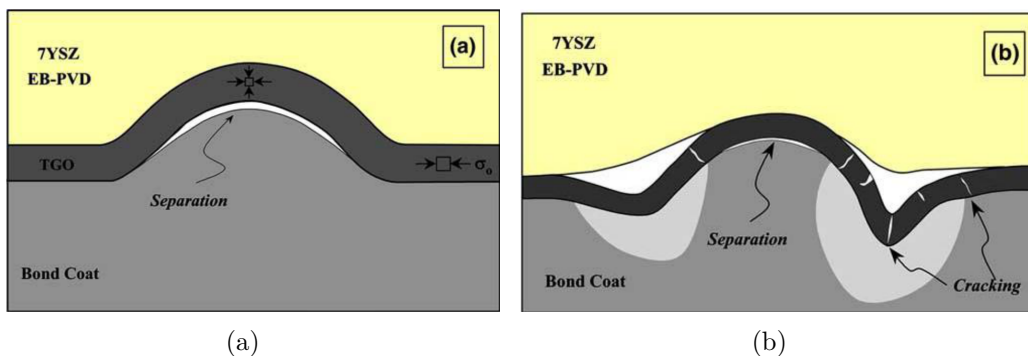
**Figure I.7** – Zones de contact entre les colonnettes de zircone après 50 h à 1150 °C [Lughi *et al.* 2004]. N représente les zones encore intactes et F les zones rompues.

### I.2.2.b La fissuration proche de l'oxyde

L'écaillage se produira toujours à partir de zones où l'adhérence est affaiblie [Bottega *et Maewal* 1983], comme par exemple des zones où la densité de fissures est importante. L'état de contraintes dans la sous-couche est modifié par la présence de ces fissures, ce qui provoque une instabilité élastique se manifestant par un flambage de la céramique.

Ces micro-fissures apparaissent majoritairement aux interfaces céramique / oxyde ou oxyde / sous-couche. En effet, les contraintes dans l'oxyde à haute température sont de l'ordre de 0,8 à 1,6 GPa et augmentent jusqu'à atteindre 3 à 4 GPa à température ambiante [Tomimatsu *et al.* 2004, Frachon 2009].

La rugosité de l'interface est responsable d'une augmentation locale de ces contraintes provoquant l'apparition de fissures d'interfaces et de micro-fissures dans l'oxyde [Gell *et al.* 1999b, Sridharan *et al.* 2004, Sridharan *et al.* 2005, Vaidyanathan *et al.* 2004, Kempshall *et al.* 2004], figure I.8. Elle est également responsable de la localisation de la rupture [Spitsberg *et al.* 2005].

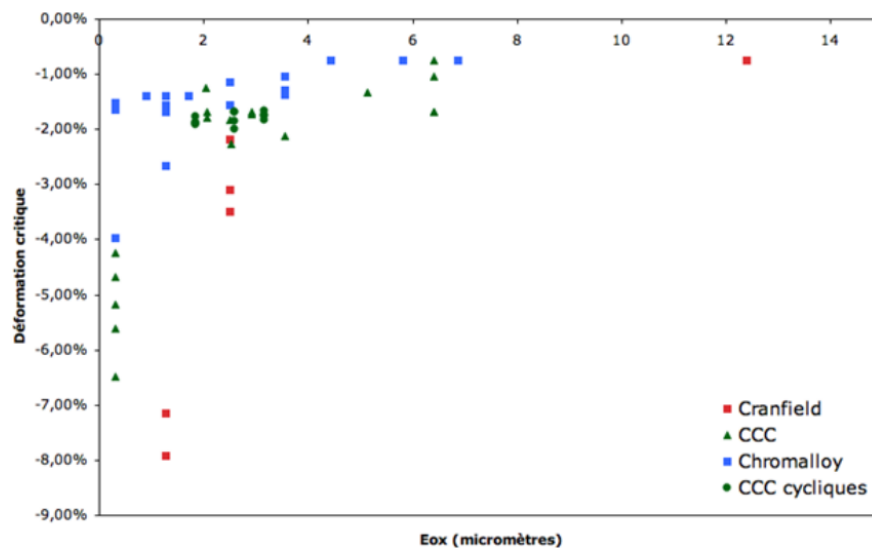


**Figure I.8** – Initiation (a) d'une fissure d'interface et (b) de micro-fissures dans l'oxyde à proximité d'une ondulation de l'interface [Vaidyanathan *et al.* 2004].

## I.2.3 Endommagement microstructural des barrières thermiques

### I.2.3.a Les effets de l'oxydation

De nombreuses études ont également montré l'effet néfaste de la température sur la tenue à l'écaillage de l'oxyde. Une méthode de caractérisation de l'adhérence du revêtement céramique par des essais de compression a été mise en place au Centre des Matériaux [Bickard 1998, Guerre 2002, Courcier 2009, Chieux 2010]. La déformation mécanique nécessaire à l'apparition d'une écaille, communément appelée « déformation critique », diminue en fonction du temps passé à haute température. Une représentation en épaisseur d'oxyde a été adoptée comme synthèse de ces travaux pour des vieillissements isothermes [de Bodman 2009], figure I.9.

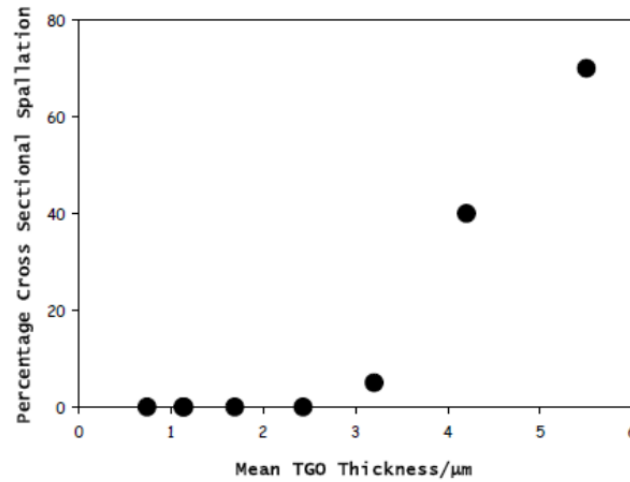


**Figure I.9** – Évolution de la déformation critique en fonction de l'épaisseur d'oxyde [de Bodman 2009].

Quel que soit le mode de vieillissement thermique, l'adhérence de la céramique diminue avec le temps de vieillissement. Ceci est en grande partie dû à la croissance de l'oxyde. Gray [Gray *et al.* 2003] montre que des écaillages de l'oxyde apparaissent lorsque l'épaisseur d'oxyde atteint une valeur critique, figure I.10, sur des éprouvettes revêtues d'une couche *MCrAlY* mais dépourvues de céramique. Gray constate des écaillages de l'oxyde pour une épaisseur de couche entre 2.5 et 3.2  $\mu\text{m}$ .

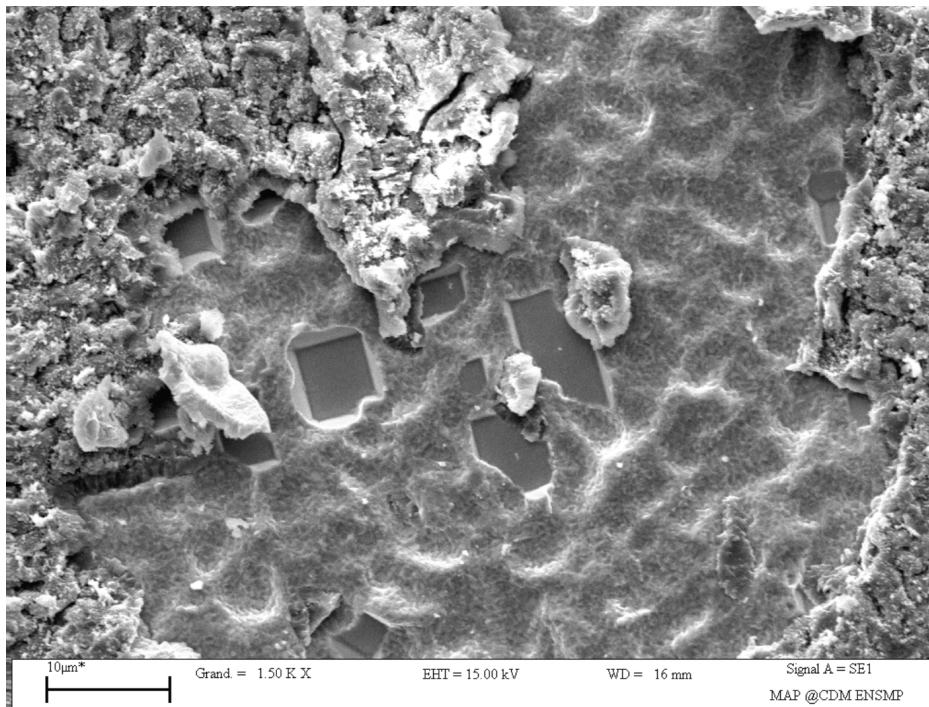
D'autres études sur des systèmes barrière thermique différents proposent des estimations de cette valeur critique comprise entre 2 et 4  $\mu\text{m}$  [Vaidyanathan *et al.* 2004, Jackson 2009]. Bien que l'épaisseur d'oxyde joue un rôle prépondérant sur la ruine des barrières thermiques, ce critère n'est pas intrinsèque puisqu'il dépend de la composition chimique des diverses couches du revêtement barrière thermique.

La baisse d'adhérence constatée après vieillissement thermique est également due à l'apparition de cavités à l'interface oxyde / sous-couche [Bickard 1998, Vaidyanathan *et al.*



**Figure I.10** – Évolution de la surface d'oxyde écaillée en fonction de l'épaisseur d'oxyde [Gray *et al.* 2003].

2000, Haynes *et al.* 2001, Guerre 2002], figure I.11. La cavitation est devenue beaucoup moins fréquente lorsque la désulfuration du substrat a été mise en place. Toutefois, le phénomène existe toujours [Courcier 2009].



**Figure I.11** – Cavités observées après écaillage de la barrière thermique pour un échantillon vieilli 72 h à 1050 °C [Courcier 2009].

La germination et la coalescence de cavités à l'interface oxyde / sous-couche est le phénomène responsable des écaillages observés en vieillissement isotherme à haute température [Bickard 1998]. Ce phénomène était critique sur la précédente génération d'AM1 « standard ». En effet, la ségrégation du soufre à l'interface avait pour effet d'augmenter l'apparition des cavités à l'interface [Rouzou *et al.* 2004, Hou 2003].

### I.2.3.b Les transformations de phase dans la sous-couche

A haute température se produisent également des transformations de phase dans la sous-couche. En effet, la sous-couche majoritairement  $\beta - NiAl$  laisse peu à peu place à des précipités  $\gamma' - Ni_3Al$ . D'après Tolpygo et Clarke [Tolpygo et Clarke 2000], cette transformation de phase s'accompagne d'une contraction volumique de 38%. Cependant, ce calcul est remis en cause car il ne prend pas en compte la stœchiométrie [Zhang *et al.* 2003].

De plus, dans les systèmes  $NiAlPt$ , à chaque refroidissement, la phase  $\beta - NiAl$  subit une transformation martensitique [Chen *et al.* 2003, Zhang *et al.* 2003, M. Reid et Robinson 2004]. Cette transformation réversible se traduit par une modification de volume d'environ 2% [Chen *et al.* 2003].

Evans affirme que ces deux transformations jouent probablement un rôle dans l'élévation de rugosité de l'interface mais qu'elles ne sont cependant pas critiques [Evans 2011], en particulier grâce à la forte accommodation de la couche à haute température.

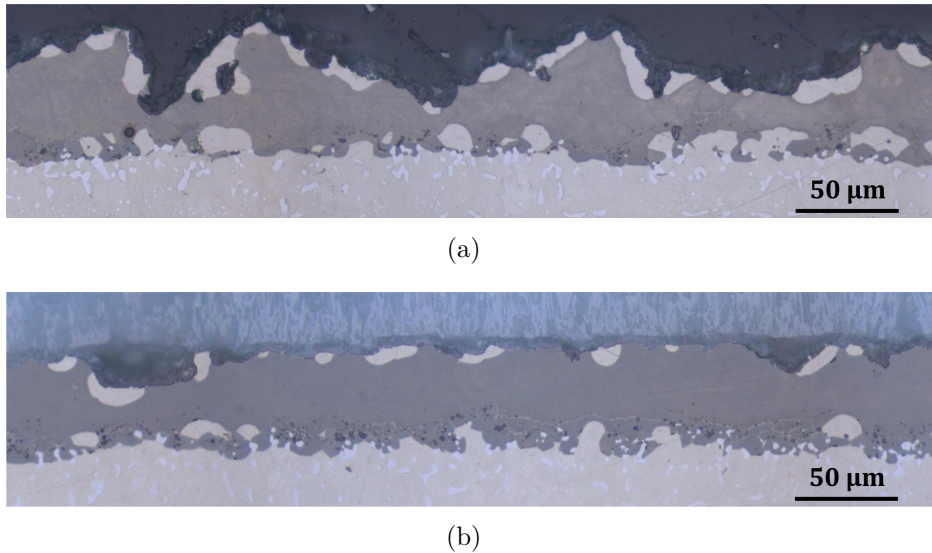
### I.2.3.c Les phénomènes de rumpling et de ratcheting

Le rumpling et le ratcheting sont des phénomènes observés lors de cyclages thermiques qui modifient le profil de rugosité de l'oxyde [Tolpygo et Clarke 2000, Tolpygo *et al.* 2004]. Bien que souvent confondus dans la littérature, ces deux termes désignent des comportements différents. Le rumpling désigne une ondulation de l'interface au-dessus et au-dessous de la ligne de référence du profil initial, alors que le ratcheting correspond à une ondulation uniquement au-dessous de cette ligne de référence. Pour le système de notre étude, qui sera détaillé ultérieurement, on retrouve cette distinction entre rumpling pour une zone écaillée, figure I.12(a), et ratcheting pour une zone où la couche de céramique est encore adhérente, figure I.12(b), et cela pour un même nombre de cycles d'oxydation.

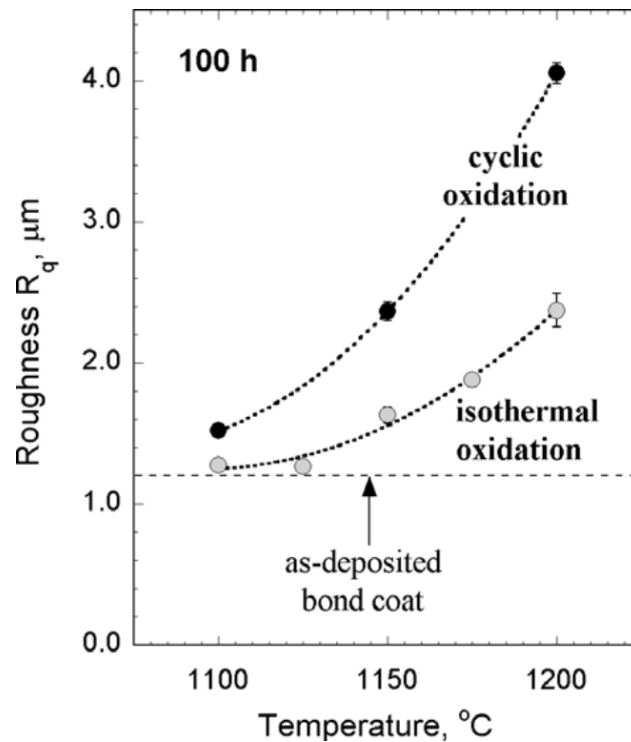
On notera comme différence majeure que le rumpling se produit lors de l'absence de céramique, tandis que le ratcheting a lieu alors que la céramique est encore présente. La céramique limite le déplacement de l'interface tant que celle-ci est encore adhérente. De nombreux auteurs [Lipkin *et al.* 1997, Gell *et al.* 1999a, Evans *et al.* 2001] expriment les contraintes d'adhérence de l'interface sous-couche / céramique sous forme d'une énergie stockée dans l'alumine.

On représente souvent les effets du rumpling par l'augmentation de la rugosité de l'oxyde. Cette rugosité est fortement dépendante de la température d'oxydation et de la fréquence de cyclage, figure I.13 [Tolpygo et Clarke 2007].

On a supposé que l'apparition du rumpling et du ratcheting était majoritairement due aux contraintes induites par les diverses transformations de phase dans la sous-couche. Cependant, il a été constaté que ces phénomènes étaient présents, même dans le cas où aucune transformation de phase n'avait lieu [Tolpygo et Clarke 2009]. L'hypothèse la plus probable est donc qu'ils sont principalement causés par les différences de coefficients de dilatation ther-



**Figure I.12** – Observations en microscopie optique des effets (a) du rumpling et (b) du ratcheting d’un échantillon vieilli 2400 cycles de 5 min à 1100 °C.



**Figure I.13** – Évolution de la rugosité en fonction de la température de vieillissement isotherme ou cyclique d’un échantillon non revêtu céramique, pour 100 h de temps de maintien [Tolpygo et Clarke 2007].

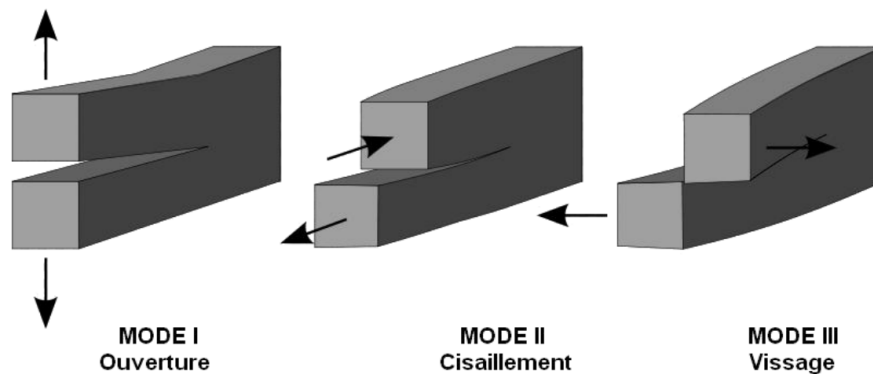
mique entre les couches. De par son comportement visco-plastique à haute température, la sous-couche relaxe les contraintes issues de ce désaccord dilatométrique. Cette relaxation de contraintes semble s’accompagner d’une déformation de croissance de l’oxyde qui se traduit par une déformation linéique de l’oxyde de 0.5% par cycle [Evans 2011].

## I.3 Caractérisation expérimentale de la durée de vie

La caractérisation de la durée de vie du système barrière thermique nécessite de pouvoir quantifier l'état de l'adhérence du revêtement barrière thermique selon son vieillissement. Il a été vu précédemment que les vieillissements, quels qu'ils soient, provoquaient l'apparition de pores et/ou de fissures à l'interface entre la sous-couche et la céramique, réduisant donc la surface encore adhérente, et par conséquent, l'adhérence globale du revêtement.

### I.3.1 Les différents modes de fissuration interfaciale

Avant de présenter les différents essais permettant une estimation de l'adhérence d'un revêtement, il est nécessaire de rappeler les bases de la mécanique de la rupture, et notamment les modes de propagation de fissure, figure I.14.



**Figure I.14** – Les différents modes de propagation d'une fissure.

La propagation de fissure en mode I est le cas le plus fréquent. Il correspond à une ouverture de fissure sous une sollicitation normale à l'interface. Le mode II est induit par une contrainte de cisaillement dans le plan de l'interface, perpendiculaire au front de fissure. La propagation de fissure en mode III, rarement rencontrée, se produit également en cas d'une sollicitation de cisaillement dans le plan de l'interface, mais celle-ci est colinéaire au front de fissure.

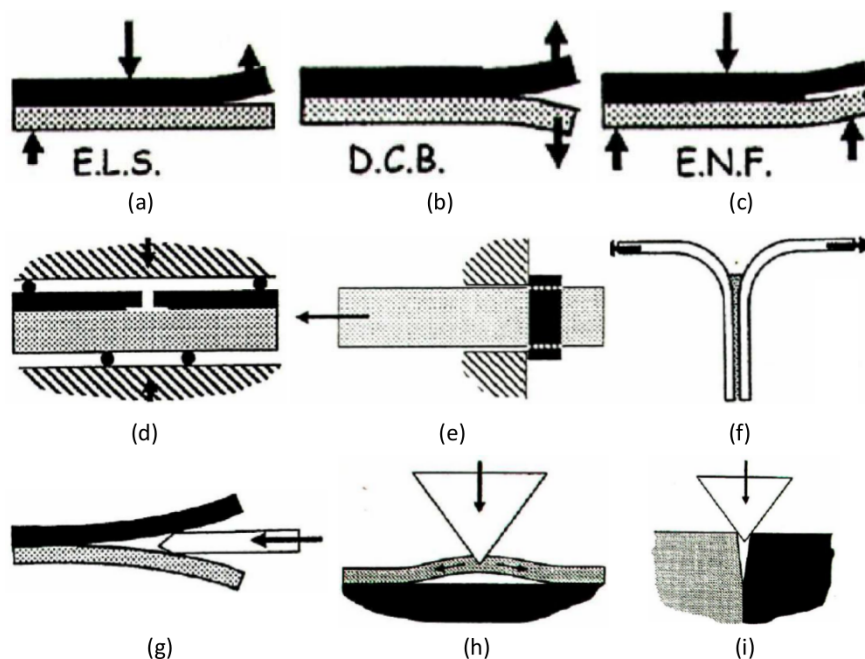
Dans un matériau fragile, isotrope et homogène, la fissure se réorientera toujours afin de se propager en mode I. Si le chargement global n'est pas en mode I pur, la pointe de fissure bifurquera pour respecter cette règle. En effet, le mode I est le mode de propagation qui nécessite le moins d'énergie.

Pour un système multi-matériaux, plusieurs scénarii sont possibles : soit la fissure suit l'interface, soit elle bifurque à travers l'un des matériaux. La ténacité d'une interface étant généralement plus faible que la ténacité d'un matériau, le cas d'une fissuration à une interface est relativement courant. Dans ce cas, la propagation n'est alors plus nécessairement en mode I pur, mais bien en mode mixte.

Dans le cas du système barrière thermique, la fissure suit majoritairement l'interface de plus faible ténacité. Celle-ci peut suivre l'interface oxyde / sous-couche, l'interface oxyde / céramique ou passer d'une interface à l'autre par micro-fissuration de l'oxyde.

### I.3.2 Les principaux essais d'adhérence

La caractérisation de l'adhérence peut être effectuée par l'estimation d'une énergie d'adhérence  $G_c$ , dépendante du mode de sollicitation. L'angle de mixité modale  $\psi$ , permet de quantifier l'impact du mode II sur le mode I de propagation de fissure. Plusieurs types d'essais, couvrant une large gamme de mixité modale, permettent d'accéder à la ténacité d'interface [Hutchinson et Hutchinson 2011], figure I.15.



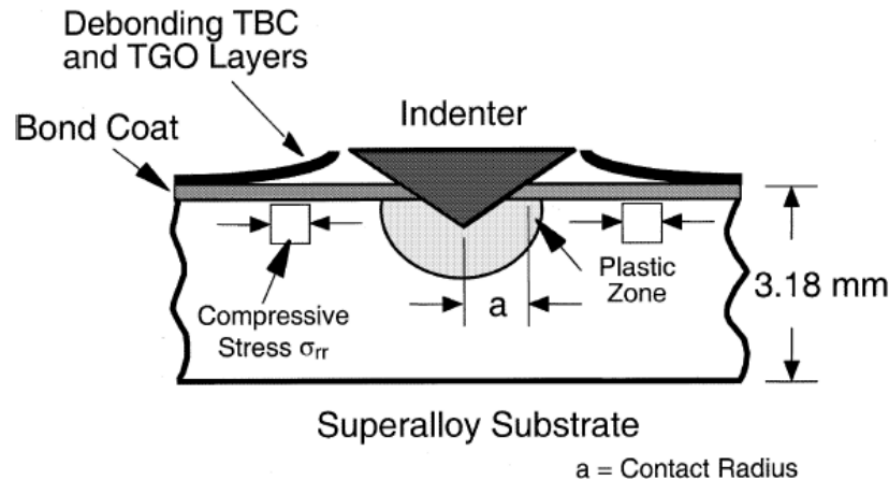
**Figure I.15** – Quelques exemples de tests d'adhérence [Dupeux 2004, Vaunois 2013] : (a) End Loaded Split, (b) Double Cantilever Beam, (c) End Notch Flexure, (d) Flexion 4 points en mode normal, (e) Cisaillement d'interface, (f) Peilage en T, (g) Clivage en coin, (h) Indentation normale et (i) Indentation interfaciale.

La liste des essais de caractérisation de la ténacité d'interface présentée ci-dessus est loin d'être exhaustive. On recense plus d'une centaine d'essais différents. Quelques essais, parmi les plus pertinents et les plus utilisés pour la caractérisation de l'adhérence du revêtement barrière thermique, sont présentés par la suite.

#### I.3.2.a L'essai d'indentation

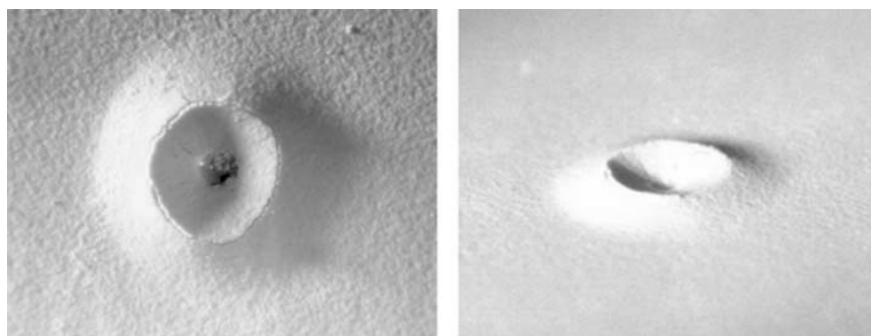
L'essai d'indentation a été utilisé pour déterminer la ténacité de l'interface d'un revêtement barrière thermique [Drory et Hutchinson 1996, Vasinonta et Beuth 2001]. Cette méthode de mesure de l'adhérence est adaptée pour des échantillons de faibles dimensions.

Le dépouillement de chaque essai d'indentation permet d'accéder à l'énergie d'adhérence à partir des mesures de la charge appliquée, du rayon de délaminage, de l'épaisseur de l'oxyde et de ses propriétés mécaniques. L'essai, figure I.16, semble particulièrement fiable pour des revêtements subissant des contraintes internes de compression.



**Figure I.16** – Schema d'un essai d'indentation [Vasinonta et Beuth 2001].

L'essai choisi est un essai de dureté Rockwell d'échelle C, c'est-à-dire avec un indenteur dont la forme est un cône en diamant à pointe arrondie. Le revêtement fragile est ici l'ensemble composé de la céramique et de l'oxyde, tandis que le substrat ductile est à la fois la sous-couche et le superalliage. La pénétration de l'indenteur dans le substrat provoque l'apparition progressive d'une zone déformée plastiquement. Des contraintes de compression dans le plan apparaissent dans cette même zone. Les déformations qui en découlent sont transmises au revêtement, servant alors de moteur à la propagation d'une fissure d'interface. Un résultat d'essai est présenté à la figure I.17.



**Figure I.17** – Observations en vue de dessus et de côté d'un échantillon après essai d'indentation [Vasinonta et Beuth 2001].

Le calcul de l'énergie d'adhérence du revêtement nécessite d'accéder aux contraintes et déformations dans le substrat. Compte tenu de la symétrie du système, les déformations dans le plan sont exprimées dans un repère cylindrique.

$$\epsilon_r = \epsilon_r^I + \epsilon_0^{eff} \epsilon_\theta = \epsilon_\theta^I + \epsilon_0^{eff} \quad (I.1)$$



avec  $\epsilon_0^{eff}$ , les déformations internes biaxiales dues au désaccord dilatométrique des couches,

$$\epsilon_r^I = \frac{dU}{dr} \text{ et } \epsilon_\theta^I = \frac{U}{r}, \text{ où } U \text{ est le déplacement radial de la surface du substrat.}$$

Dans le cas où un flambage de l'interface est observé, le taux de restitution d'énergie peut être approximé par l'équation :

$$G = \frac{E_{YSZ} \cdot h_{YSZ} + E_{TGO} \cdot h_{TGO}}{2(1 - \nu^2)} (\epsilon_r + \nu \epsilon_\theta)^2 \quad (\text{I.2})$$

avec  $E_{YSZ}$  et  $E_{TGO}$  sont respectivement les modules d'Young des couches de céramique et d'oxyde,

$h_{YSZ}$  et  $h_{TGO}$  sont respectivement les épaisseurs des couches de céramique et d'oxyde,

$\nu$  est le coefficient de Poisson, supposé commun aux deux couches.

### I.3.2.b L'essai de flexion 4 points

L'essai de flexion 4 points permet de mesurer une ténacité d'interface dont l'angle de mixité modale est d'environ  $42 - 50^\circ$  [Eberl *et al.* 2011]. Sur un système barrière thermique, une contreplaque ou raidisseur, est en général collé sur la céramique [Bahr *et al.* 2003, They *et al.* 2007, They 2007, Vaunois 2013] afin d'empêcher un contact ponctuel sur la céramique qui pourrait l'endommager. L'épaisseur du raidisseur est définie de manière à ce que l'interface soit positionnée au centre de l'échantillon. Une entaille verticale est réalisée depuis le raidisseur jusqu'au substrat pour favoriser l'apparition de la fissure. L'échantillon est positionné sur le banc d'essai, de sorte qu'il soit maintenu par 2 points de chaque côté, figure I.18.

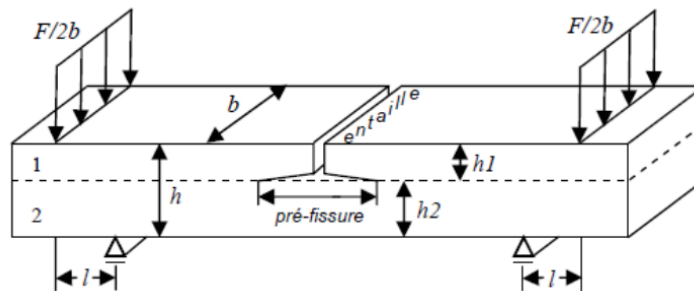
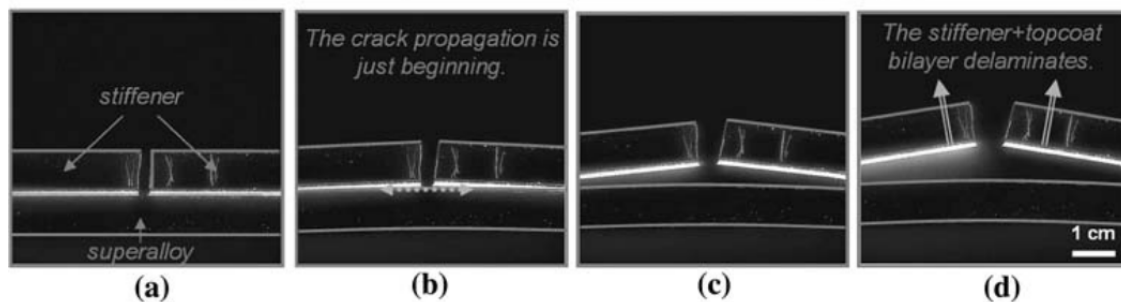


Figure I.18 – Principe de l'essai de flexion 4 points [They 2007].

Le désalignement des points d'appuis permet d'appliquer un chargement de flexion sur l'échantillon. Lorsque la contrainte appliquée est suffisante, une fissure à l'interface se développe. La propagation de cette fissure est stable jusqu'aux 2 points d'appuis les plus proches, figure I.19.



**Figure I.19** – Séquence vidéo de l'essai 4ENF [Thery *et al.* 2009] : (a) état initial, (b) amorçage de la fissure, (c) et (d) propagation de la fissure.

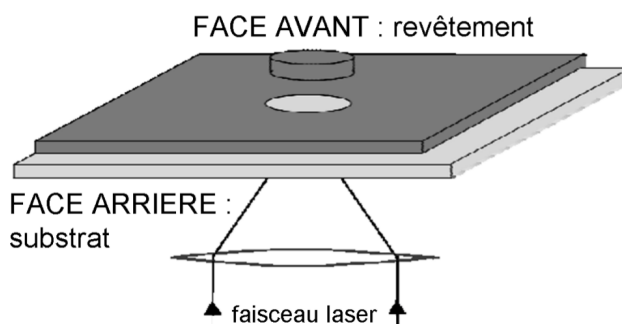
Le taux de restitution d'énergie  $G$  peut être calculé analytiquement, lorsque la fissure se propage entre les points d'appuis les plus proches de l'entaille. Les auteurs considèrent un bi-matériau et émettent comme hypothèse principale que l'énergie élastique stockée dans la partie délaminée du revêtement est négligeable [Charalambides *et al.* 1989].

$$G = \frac{3F_p^2 l^2 (1 - \nu_2)^2}{2E_2 h^3 b^2} \left( \frac{1}{\left(\frac{h_2}{h}\right)^3} - \frac{\eta}{\left(\frac{h_1}{h}\right)^3 + \eta \left(\frac{h_2}{h}\right)^3 + \frac{3\eta h_1 h_2}{h^2 \left(\frac{h_1}{h} + \eta \frac{h_2}{h}\right)}} \right) \quad (\text{I.3})$$

avec  $\eta = \frac{E_2(1-\nu_1)}{E_1(1-\nu_2)}$

### I.3.2.c L'essai LASAT

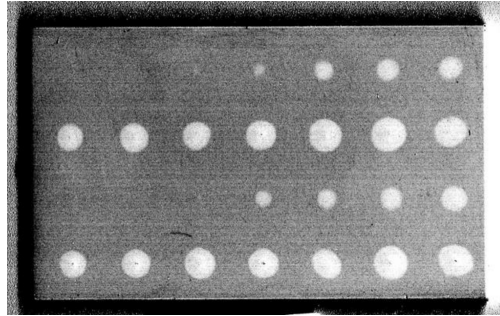
L'essai LASAT est un procédé expérimental de test d'adhérence des barrières thermiques à l'aide d'un impact LASER de très courte durée et à haute énergie [Fabre 2013, Begue *et al.* 2013], figure I.20.



**Figure I.20** – Schéma de principe de l'essai LASAT [Fabre 2013].

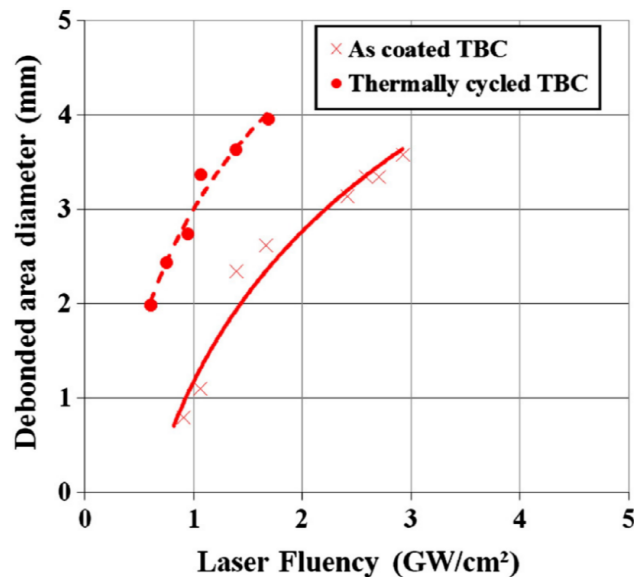
Le matériau impacté est momentanément transformé en un plasma permettant le transport de l'onde de choc dans le solide. L'application aux barrières thermiques a consisté à impacter le substrat dans sa partie non revêtue, ce qui entraîne la propagation d'une onde de compression jusqu'à la face revêtue. La réflexion de l'onde sur cette face provoquera la formation d'une onde de traction, qui au passage de l'interface substrat / revêtement pourra

alors provoquer une fissuration voire un écaillage, par l'intermédiaire de contraintes dynamiques pouvant atteindre la dizaine de gigapascals. La fissuration de l'interface se manifeste le plus souvent par l'apparition d'une cloque de délaminage et / ou d'un écaillage. La délimitation de la taille de la cloque de délaminage peut être effectuée en observant le contraste naturel de la céramique induit par l'impact LASER, phénomène optique appelé « tache blanche » [Fabre 2013], figure I.21.



**Figure I.21** – Mise en évidence de « taches blanches », représentatives du délaminage interfacial induit par impact LASAT [Fabre 2013].

Le diamètre des taches dépend de l'énergie déployée, du temps d'impact, du diamètre de focalisation, qui sont des paramètres de l'essai, mais également du vieillissement thermique de l'objet impacté [Begue *et al.* 2013] et de ses paramètres géométriques. Ce dispositif permet donc, pour des conditions d'essais et des échantillons identiques, d'évaluer l'adhérence relative de revêtements en fonction des paramètres de vieillissements appliqués, figure I.22.



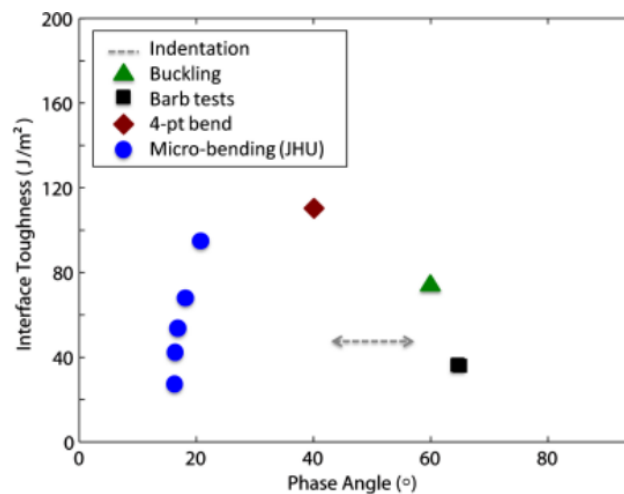
**Figure I.22** – Évolution du diamètre de tache en fonction de l'énergie d'impact pour un échantillon brut et un échantillon ayant subi un vieillissement thermique [Begue *et al.* 2013].

Cet essai permet de tester l'adhérence du revêtement sans avoir recours à un essai mécanique classique. Il est relativement rapide à mettre en œuvre et peut être effectué sur des

géométries complexes. Il est même possible de réaliser des tests d'adhérence en impactant directement la surface revêtue [Begue *et al.* 2013], dans le cas où la partie non revêtue du substrat n'est pas accessible.

### I.3.3 Conclusion

L'estimation de l'énergie d'adhérence d'un revêtement est l'objectif principal des essais de caractérisation des revêtements barrière thermique. Cependant, les énergies mesurées sur divers essais sont très différentes puisqu'elles dépendent de l'angle de mixité modale de chaque essai [Eberl *et al.* 2011, Hutchinson et Hutchinson 2011]. Ils permettent ainsi d'obtenir des estimations de la ténacité d'interface pour une gamme de chargement mixte entre les modes I et II, figure I.23.



**Figure I.23** – Valeurs de l'énergie d'adhérence d'un revêtement barrière thermique pour différents essais, et par conséquent, pour différentes mixités modales [Eberl *et al.* 2011].

En dehors de l'essai LASAT, qui caractérise l'adhérence de la barrière thermique sous sollicitation dynamique, les essais d'estimation de l'adhérence quasi-statiques sont basés sur une approche en fissuration. Cette approche pose un problème dans le cas d'une estimation de durée de vie en écaillage puisque les mécanismes d'écaillage et de propagation sont différents. Ainsi, des essais de caractérisation de l'écaillage ont été mis en œuvre afin d'estimer la durée de vie à partir d'autres paramètres que l'énergie d'adhérence interfaciale, tel que l'essai de compression [Guerre 2002].

## I.4 Modélisation de la durée de vie à écaillage

Les motoristes ne communiquent pas beaucoup sur leurs modèles de durée de vie. Cependant, il existe de nombreux modèles basés sur l'analyse des états de contraintes et de déformations des différentes couches constitutives d'un système barrière thermique. La plupart des modèles, qu'ils soient analytiques ou numériques, se distinguent par les lois de comportement choisies pour chacune des couches du système. L'objectif de cette partie est de présenter les modèles de durée de vie utilisés à Snecma et de faire un rapide état de l'art des voies d'amélioration possibles. Certains modèles analytiques sont utilisés pour accéder aux états de contraintes de chaque couche et seront également explicités.

### I.4.1 Le modèle EBAT

Le modèle EBAT (Endommagement des Barrières Thermiques) est un modèle de durée de vie développé par Snecma. Ce modèle ne nécessite pas la connaissance de l'état de contraintes ou de déformations dans les différentes couches du système. Il permet, en post-processeur d'un calcul éléments finis, l'évaluation de la durée de vie, définie comme la concurrence entre un endommagement dû aux sollicitations mécaniques et un endommagement dû à l'oxydation.

L'endommagement « mécanique » est uniquement défini pour des sollicitations en fatigue. Le fluage de l'aube est donc négligé. Cet endommagement suit une loi de type Manson :

$$N_R = \left( \frac{\Delta\sigma}{\sigma_f} \right)^{-b} \quad (\text{I.4})$$

avec  $N_R$ , le nombre de cycles à écaillage,

$\Delta\sigma$ , l'amplitude de contrainte imposée,

$\sigma_f$ , la contrainte critique d'arrachement de la couche d'oxyde,

$b$ , l'exposant de la loi de Manson.

Une loi linéaire a été choisie pour définir le cumul de l'endommagement.

$$D = \sum \frac{1}{N_R} \quad (\text{I.5})$$

L'amplitude de contrainte imposée est calculée en effectuant un équilibre des forces macroscopiques dans le système  $\{TGO - YSZ\}$ . Elle est dépendante de la courbure du système.

$$\Delta\sigma = \frac{1}{R} (h_{YSZ} \sigma_{YSZ} + h_{TGO} \sigma_{TGO}) \quad (\text{I.6})$$

avec  $R$ , le rayon de courbure,

$h_i$  et  $\sigma_i$ , respectivement les épaisseurs et les contraintes tangentielles de chaque couche.

La contrainte critique d'arrachement est choisie dépendante de l'épaisseur d'oxyde afin de tenir compte des effets de l'oxydation.

$$\sigma_f = \sigma_{f0} \left( 1 - \frac{h_{TGO}}{h_{crit}} \right) \quad (\text{I.7})$$

avec  $\sigma_{f0}$ , la contrainte critique d'arrachement de la couche d'oxyde, à l'état initial,

$h_{crit}$ , l'épaisseur critique de la couche d'oxyde.

L'épaisseur critique de la couche d'oxyde correspond au critère de rupture de la barrière thermique par oxydation. Elle a été déterminée à partir d'essais d'oxydation isotherme. La croissance de l'épaisseur d'oxyde suit une loi parabolique thermiquement activée.

$$h_{TGO}^2 = h_0^2 + A \left( t_{HT} \exp \left( -\frac{Q}{RT} \right) \right) \quad (\text{I.8})$$

avec  $t_{HT}$ , le temps,

$A$ , le coefficient d'oxydation,

$Q$ , l'énergie d'activation de l'oxydation,

$R$ , la constante des gaz parfaits,

$T$ , la température d'oxydation.

Ce modèle est relativement simple dans la prise en compte des phénomènes physiques observés sur les barrières thermiques. Il retranscrit de manière satisfaisante la localisation de l'endommagement et d'estimation de la durée de vie sur aubes et distributeurs de turbine haute pression des moteurs Snecma M88-2. Les hypothèses sont toutefois très restrictives puisque le modèle accorde, par exemple, une trop grande importance aux effets de la courbure du substrat.

## I.4.2 Le modèle ONERA

Le modèle de durée de vie développé par l'ONERA reprend les bases définies par Balint et Hutchinson [Balint et Hutchinson 2003, Balint et Hutchinson 2005], présentées en détails à l'annexe A. Vaunois [Vaunois 2013] y apporte toutefois quelques améliorations et développe ensuite un modèle de durée de vie à écaillage des revêtements céramique.

Ce modèle permet de tester l'influence de paramètres matériaux sur l'élévation de l'ondulation de l'interface, dans le but d'améliorer la durée de vie. Balint montre avec son modèle que la durée de vie augmente lorsque la résistance en fluage de la sous-couche augmente.

De plus, ce modèle vérifie alors les observations de Karlsson [Karlsson et Evans 2001] : la rugosité initiale est un paramètre important puisque cette dernière est d'autant plus endommageante à long terme qu'elle est élevée. Balint conclut que la relaxation des contraintes dans la sous-couche est le principal responsable de l'élévation de rugosité.

#### I.4.2.a Modèle d'endommagement

Le calcul de l'endommagement local est basé sur une formulation de type Lemaitre [Lemaitre et Chaboche 1985]. La formulation adoptée par Vaunois [Vaunois 2013] est une approche simplifiée de la loi d'endommagement isotrope de Lemaitre [Lemaitre et Lippmann 1992]. La prise en compte de l'histoire thermique dans l'endommagement est assurée par un terme imposant une dépendance à la température, de type Arrhenius :

$$\dot{d} = \left( \frac{\sigma_{eq}}{S} \right)^\beta \exp \left( -\frac{T_d^{(i)}}{T} \right) \dot{\epsilon}_{eq}^p \quad (\text{I.9})$$

avec  $\sigma_{eq}$ , la contrainte équivalente à l'interface,

$S$  et  $\beta$ , les paramètres du modèle d'endommagement à température fixée,

$T_d^{(i)}$ , le paramètre du modèle décrivant la dépendance à la température,

$\dot{\epsilon}_{eq}^p$ , le module de la vitesse de déformation plastique dans la couche voisine de l'oxyde.

La description de l'endommagement étant local, il est nécessaire d'effectuer un changement d'échelle pour définir l'endommagement macroscopique. Une formulation simple consistant à définir l'endommagement macroscopique égal au maximum de l'endommagement local a été choisie. L'énergie d'adhérence de la barrière thermique est alors décrite à l'aide d'une fonction exponentielle décroissante de l'endommagement :

$$G_C^{(i)} = G_{C_0}^{(i)} \exp \left( -D^{(i)} \right) \quad (\text{I.10})$$

avec  $G_{C_0}^{(i)}$ , le paramètre du modèle qui traduit l'énergie d'adhérence initiale,

$D^{(i)}$ , l'endommagement macroscopique, tel que  $D^{(i)} = \max(d^{(i)})$ .

#### I.4.2.b Modèle de durée de vie

La durée de vie du revêtement est déterminée par la confrontation de deux énergies : l'énergie d'adhérence de la céramique, qui décroît au fur et à mesure du vieillissement, et l'énergie stockée dans le système. Cette énergie stockée est définie comme l'énergie dissipée par la propagation de la fissure à l'interface.

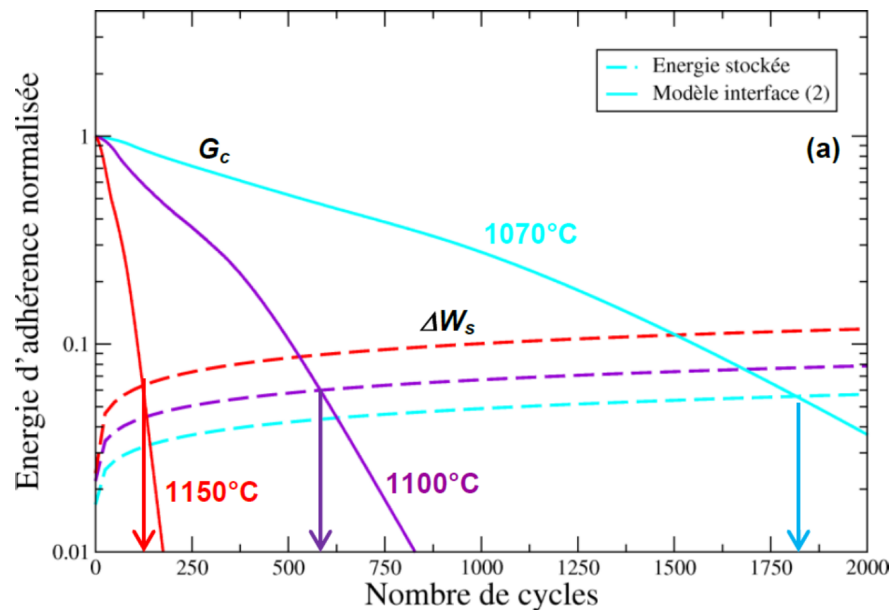
$$\Delta W_s = W_e^{(4)} = \frac{1 - \nu^{(4)}}{E^{(4)}} \left( \sigma_{11}^{(4)} \right)^2 h^{(4)} \quad (\text{I.11})$$

avec  $\nu^{(4)}$ , le coefficient de Poisson de la céramique,

$E^{(4)}$ , le module d'Young de la céramique,

$h^{(4)}$ , l'épaisseur de la couche de céramique.

Lorsque l'énergie d'adhérence  $G_C$  devient inférieure à l'énergie stockée  $\Delta W_s$ , alors l'écaillage de la céramique se produit [Evans *et al.* 2001, Thery *et al.* 2007]. Le modèle développé par Vaunois à l'ONERA, basé sur le modèle analytique de Balint [Balint et Hutchinson 2005], prend en compte de nombreux effets à l'échelle locale. Une définition en trois dimensions a été proposée afin de tenir compte de la multiaxialité du chargement mécanique dans le plan parallèle à la surface de la barrière thermique. La définition de l'endommagement local, puis macroscopique, par l'intermédiaire d'un changement d'échelle simple a été effectuée. Contrairement à Théry [Thery 2007], Vaunois propose une formulation de décroissance de l'énergie d'adhérence brutale [Vaunois 2013], figure I.24.



**Figure I.24** – Prédiction de la durée de vie des barrières thermiques par méthode énergétique [Vaunois 2013].

Ce choix de formulation a l'avantage de réduire les incertitudes sur la durée de vie. L'intersection des deux courbes d'énergie est beaucoup plus évidente que pour des formulations proposant une allure asymptotique de l'énergie de rupture.

### I.4.3 Le modèle Courcier

Le modèle de durée de vie développé par Courcier [Courcier *et al.* 2011] corrige les principaux défauts du modèle EBAT tout en conservant une grande rapidité de calcul : le



modèle a été implémenté dans un post-processeur de calculs éléments finis. Il est applicable à n'importe quelle géométrie d'aube et n'importe quel cycle thermo-mécanique imposé. Le critère de rupture est un critère linéaire basé sur une déformation uniaxiale critique pour provoquer un écaillage de la céramique par flambage.

#### I.4.3.a Le module multi-barres

Harvey et Courcier [Harvey 2011, Courcier *et al.* 2011] ont développé un module de calcul permettant d'avoir accès à l'état de contraintes et de déformations de chaque couche, en supposant un état de contraintes planes. Le calcul est alors indépendant d'une couche à l'autre, si ce n'est que le substrat impose ses déformations totales aux autres couches. En effet, la rigidité du substrat est supposée être nettement plus grande que celle des autres couches, de par son épaisseur.

$$\epsilon_{i,AM1}^{tot} = \epsilon_{i,BC}^{tot} = \epsilon_{i,TGO}^{tot} = \epsilon_{i,YSZ}^{tot} \epsilon_{i,j}^{tot} = \epsilon_{i,j}^m + \epsilon_{i,j}^{th} \quad (\text{I.12})$$

avec  $i = 22,33$

$j = \text{AM1, BC, YSZ}$

De plus, on suppose qu'aucune contrainte mécanique n'est générée dans la sous-couche et dans la céramique lors du dépôt à haute température.

$$\epsilon_{i,j}^{th} = \alpha_i^j(T) \Delta T - \epsilon_{i,0}^{th} = \alpha_i^j(T) \Delta T - \alpha_i^j(T_{\text{dépôt}})(T_{\text{dépôt}} - T_{ini}) \quad (\text{I.13})$$

En prenant en considération la croissance de la couche d'oxyde, ses déformations totales s'écrivent :

$$\epsilon_{TGO}^{tot} = \epsilon_{TGO}^m + \epsilon_{TGO}^{th} + \epsilon_{TGO}^{growth} \quad (\text{I.14})$$

$$\text{avec } \epsilon_{TGO}^{th} = \alpha_{TGO}(T) \Delta T \text{ et } \epsilon_{TGO}^{growth} = \begin{bmatrix} \epsilon_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \eta \epsilon_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \eta \epsilon_{11} \end{bmatrix}, \eta \in [0; 1]$$

Le coefficient  $\eta$  correspond à la différence de croissance de la couche d'oxyde dans le plan par rapport à la croissance hors plan, proposée par Evans [Evans *et al.* 2001].

Parmi les hypothèses simplificatrices de ce modèle, on retiendra qu'aucune interaction entre couches n'est prise en compte. Le rumpling ainsi que les gradients thermiques ne sont pas modélisés.

### I.4.3.b Le modèle de durée de vie

Le modèle de durée de vie est décomposé en deux grandes parties : un modèle d'endommagement interfacial faisant intervenir les propriétés microstructurales du revêtement et un calcul de flambage qui donne le critère de rupture de la céramique.

Il est important de rappeler que ce modèle est calculé en post processeur d'un calcul éléments finis. Etant donné qu'aucune interaction entre noeuds de maillage adjacents n'est modélisée, le calcul de flambage est effectué de telle manière que chaque noeud est susceptible de rompre indépendamment des autres. La taille de la zone flambée est alors ramenée à une taille d'éléments, soit environ  $1 \text{ mm}^2$ , ce qui pose un problème d'échelle, les zones écaillées sur aube étant beaucoup plus grandes (d'un facteur 100 environ).

L'écaillage est supposé apparaître sur une interface endommagée, et s'amorcer préférentiellement sur des défauts d'interface, porosités et / ou fissures. Le modèle envisagé par Courcier considère le flambage élastique d'un disque encastré :

$$\sigma_{crit} = 1.22 \frac{E_{YSZ}}{1 - \nu_{YSZ}^2} \left( \frac{h_{YSZ}}{R} \right)^2 \quad (\text{I.15})$$

avec  $\sigma_{crit}$ , la contrainte critique de flambage,

$E_{YSZ}$ , le module d'Young de la céramique,

$\nu_{YSZ}$ , le coefficient de Poisson de la céramique,

$h_{YSZ}$ , l'épaisseur de la couche de la céramique,

$R$ , le rayon du disque délaminé.

On introduit le terme d'endommagement  $D$  de l'interface par l'intermédiaire de la croissance de la surface délaminée.

$$D = \frac{S - S_0}{S_0} \quad (\text{I.16})$$

avec  $S$ , la surface délaminée,

$S_0$ , la surface délaminée initiale.

Courcier fait l'hypothèse d'un comportement parfaitement élastique de la céramique. En insérant le terme d'endommagement de l'équation I.16 dans l'équation de flambage I.15, le critère de rupture devient, en déformation :

$$\epsilon_{crit} = \frac{1.22}{1 - \nu_{YSZ}^2} \left( \frac{h_{YSZ}}{R_0} \right)^2 (1 - D) \quad (\text{I.17})$$

avec  $\epsilon_{crit}$ , la déformation critique au delà de laquelle l'écaillage se produit,

$R_0$ , le rayon du disque délaminé initial.

L'endommagement de l'interface prend en compte les effets de l'oxydation d'une part et le phénomène de ratcheting d'autre part. Ces deux effets ont été découplés suivant deux termes d'endommagement appelés respectivement  $D_{ox}$  et  $D_{ratch}$ .

$$D = 1 - (1 - D_{ox})(1 - D_{ratch}) \quad (\text{I.18})$$

Le terme d'endommagement dû à l'oxydation est défini par une loi puissance, fonction de l'épaisseur d'oxyde.

$$dD_{ox} = \left(\frac{m}{h}\right) \left(\frac{h_{TGO}}{h}\right)^{m-1} \quad (\text{I.19})$$

avec  $h_{TGO}$ , l'épaisseur d'oxyde,  
 $h_0$ , l'épaisseur d'oxyde initiale,  
 $h$  et  $m$ , les paramètres du modèle.

Le terme d'endommagement de ratcheting a pour objectif de prendre en compte les effets du cyclage thermo-mécanique : augmentation de la rugosité interfaciale et mécanismes d'oxydation. Ces phénomènes ont été modélisés par le produit de deux lois puissance : le premier terme étant strictement égal au terme d'endommagement dû à l'oxydation, le second étant une loi puissance, fonction de la plasticité cumulée dans la sous-couche.

$$dD_{ratch} = N \left(\frac{\Delta\epsilon_{v,cum}}{\epsilon_0}\right)^n \left(\frac{m}{h}\right) \left(\frac{h_{TGO}}{h}\right)^{m-1} + \left(\frac{\Delta\epsilon_{v,cum}}{\epsilon_0}\right)^n \left(\frac{h_{TGO}}{h}\right)^m dN \quad (\text{I.20})$$

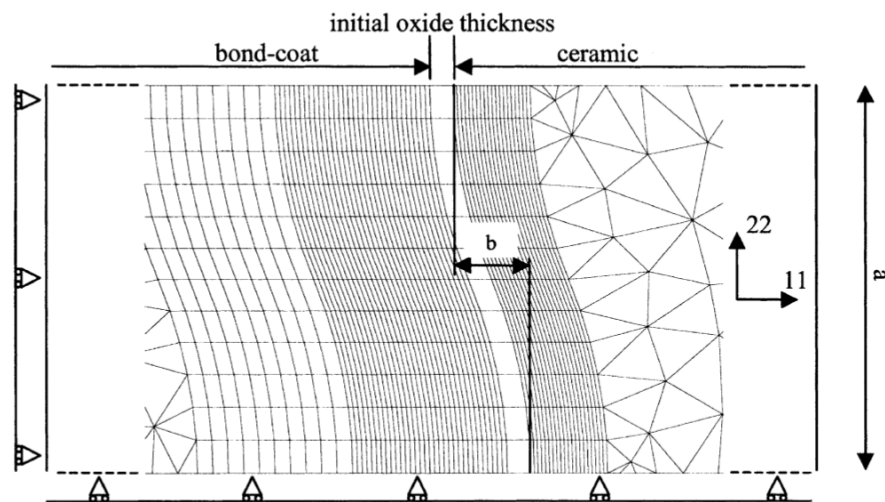
avec  $N$ , le nombre de cycles,  
 $\Delta\epsilon_{v,cum}$ , la déformation plastique cumulée sur un cycle,  
 $\Delta\epsilon_{v,cum}^0$ , la déformation plastique induite après dépôt,  
 $\epsilon_0$  et  $n$ , les paramètres du modèle.

La plasticité cumulée initiale et par cycle dans la sous-couche sont déterminées par le module multi-barres. Tout comme dans le modèle EBAT, la croissance de l'épaisseur d'oxyde suit une loi parabolique thermiquement activée, équation I.8.

Le modèle retranscrit fidèlement la localisation de l'endommagement sur une grande partie de l'aube. Cependant l'ordre de grandeur des durées de vie observées expérimentalement n'est pas respecté. Ce manque de robustesse étant probablement lié à une mauvaise prise en compte de l'effet du cyclage, car l'identification est basée sur des essais d'oxydation isotherme. Enfin le modèle prédit des écaillages en pied d'aube qui n'ont pas lieu d'être, zones où la plasticité cumulée est importante. De Bodman a montré que cet effet était probablement lié au manque de données en oxydation cyclique [de Bodman 2009].

#### I.4.4 Influence de la rugosité locale

L'analyse de l'endommagement des barrières thermiques EB-PVD montre une corrélation certaine entre la morphologie de l'oxyde et l'apparition d'endommagement sous forme de fissure ou de porosités de grande dimension par rapport à l'épaisseur de l'oxyde. Ce constat a poussé de nombreux auteurs à analyser l'influence de la rugosité locale sur les niveaux de contrainte et de déformation associés à un cyclage thermique. Ces analyses sont effectuées systématiquement sur un motif sinusoïdal supposé périodique et analysé en 2D ou 3D [Karlsson et Evans 2001, Karlsson *et al.* 2002, Evans *et al.* 2001, Busso *et al.* 2001, Caliez *et al.* 2002, Jinnestrand et Sjöström 2001]. Ainsi, il a pu être mis en évidence l'effet néfaste d'une forte rugosité (ratio entre l'amplitude et la longueur d'onde du motif sinusoïdal élevé), figure I.25, et l'importance d'une description réaliste du comportement des couches constitutives du système (en particulier la plasticité, le fluage de la sous-couche et le fluage de l'oxyde). En outre, cette approche permet de tester l'influence des changements de phase dans la sous-couche (transformation martensitique ou transformation de phase  $\beta \rightarrow \gamma'$ ), de la déformation de croissance accompagnant la formation de l'oxyde ou encore du frittage éventuel de la couche de céramique. Certains auteurs ont également analysé l'influence du chargement thermique sur la fissuration locale dans l'oxyde de croissance et / ou aux interfaces entre oxyde et céramique ou sous-couche [Hille *et al.* 2009]. Une synthèse analytique de ces approches a été proposée par Balint et Hutchinson [Balint et Hutchinson 2005] et modifiée par Vaunois [Vaunois 2013].



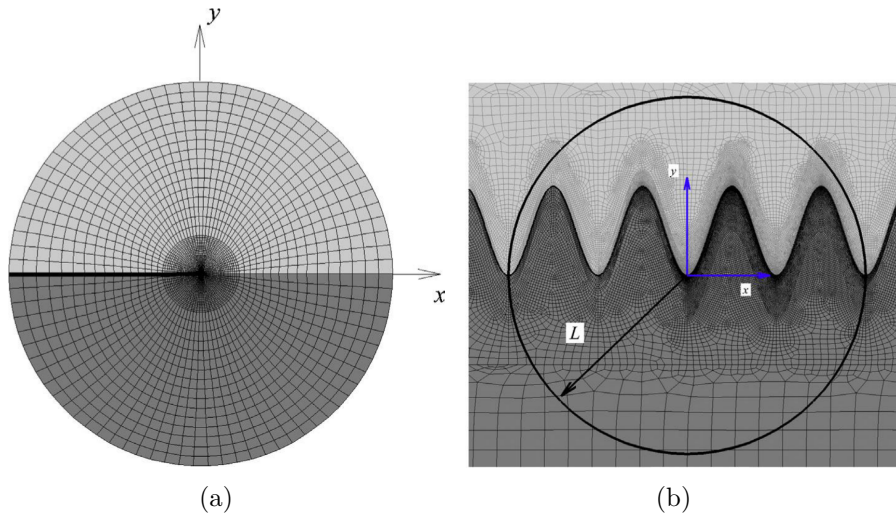
**Figure I.25** – Maillage d'un revêtement barrière thermique à l'échelle d'une rugosité locale, supposée périodique [Caliez *et al.* 2002].

Une des restrictions de ces approches est qu'elles ne permettent pas d'effectuer le changement d'échelle nécessaire pour passer de l'endommagement local à la rupture macroscopique de la couche céramique, ni à la propagation d'une fissure à plusieurs motifs contigus représentatifs de la complexité des interfaces réelles. Les propositions les plus abouties pour des analyses de morphologie complexe 2D ou 3D [Frachon 2009, Maurel *et al.* 2014] sont en effet

limitées à l'analyse de l'état mécanique et de l'endommagement local.

### I.4.5 Modélisation de la propagation de fissure d'interface

Récemment, l'emploi de modèles de zones cohésives a permis d'envisager la modélisation de la propagation d'une fissure d'interface dans des situations plus complexes que les méthodes analytiques ne le permettent. Ainsi, Cordisco et al [Zavattieri *et al.* 2008, Cordisco *et al.* 2012, Cordisco *et al.* 2014] ont analysé, avec une grande précision de maillage, l'influence de la rugosité locale sur une fissure d'interface pour une sollicitation macroscopique en mode I. Les auteurs ont pour cela appliqué des conditions aux limites spécifiques à une distance finie de l'interface modélisée, cette distance étant supposée grande par rapport à l'amplitude et à la longueur d'onde de rugosité, figure I.26.



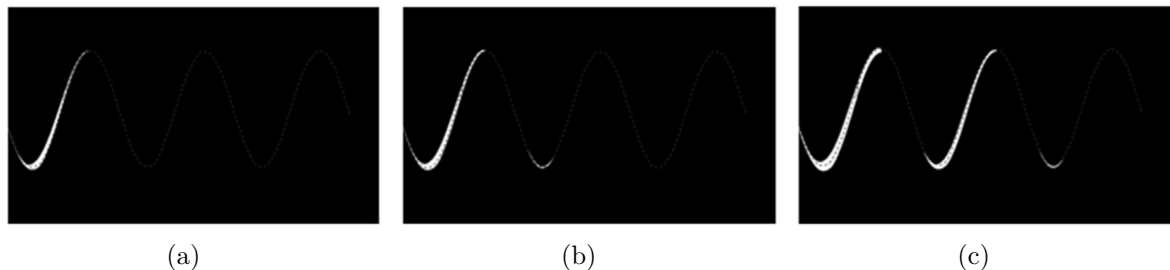
**Figure I.26** – (a) Maillage éléments finis utilisé pour la modélisation de l'essai de propagation de fissure en mode I. L'épaisse ligne noire horizontale représente une zone pré-fissurée ( $x < 0$ ). (b) Zoom sur la pointe de fissure ( $x = 0$ ) montrant la rugosité sinusoidale de l'interface. L'interface ( $x > 0$ ) est modélisée par des éléments de zone cohésive d'épaisseur nulle. La longueur  $L$  montre la zone sous sollicitations majoritairement en mode I [Cordisco *et al.* 2014].

C'est-à-dire que les auteurs ont traité le cas d'une fissure d'interface sinusoidale située dans un milieu infini. Ainsi les auteurs mettent en évidence que pour deux matériaux de propriétés élastiques distinctes, l'augmentation de la rugosité permet d'augmenter l'adhérence de l'interface. De même, le contraste élastique entre les deux matériaux, évalué par l'intermédiaire du paramètre de Dundur  $\alpha$  :

$$\alpha = \frac{\mu_1 (1 - \nu_2) - \mu_2 (1 - \nu_1)}{\mu_1 (1 - \nu_2) + \mu_2 (1 - \nu_1)} \quad (\text{I.21})$$

avec  $\mu_i = E_i / (2(1 + \nu_i))$  les modules de cisaillement du matériau  $i$ .

a une influence notable sur l'adhérence macroscopique de l'interface pour des ratios amplitude / longueur d'onde  $k/w$  supérieurs à l'unité (ce qui est un cas extrême par rapport aux cas couramment analysés pour les barrières thermiques). L'élévation de la ténacité macroscopique est expliquée par les auteurs par la création d'obstacles à la propagation de fissure.



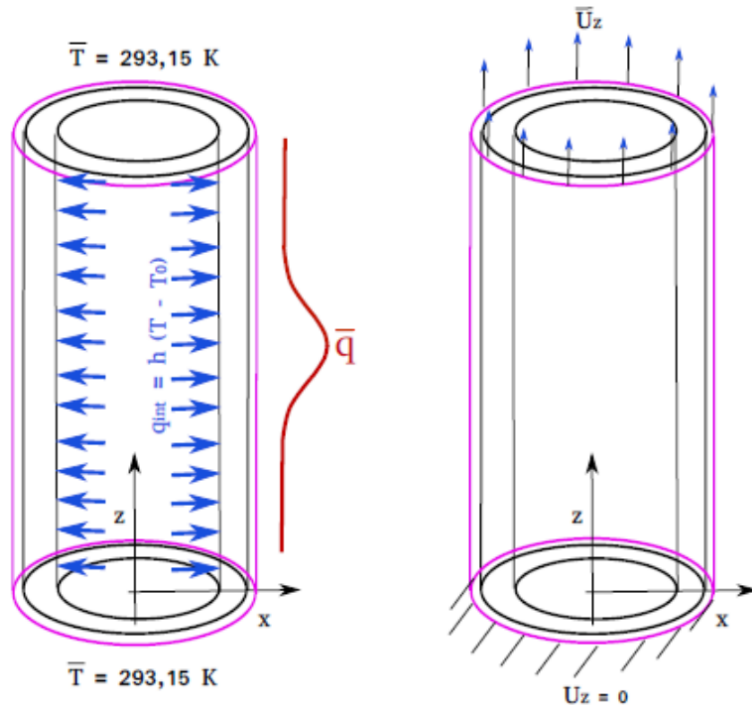
**Figure I.27** – Fissuration discontinue de l'interface pour  $\alpha > \alpha_{crit}$ . De nouvelles fissures se créent à mesure que le chargement augmente puis coalescent [Cordisco *et al.* 2012].

En outre, ils montrent que même pour un chargement macroscopique en mode I, un fort contraste élastique conduit à une instabilité d'endommagement se propageant d'une ondulation à l'autre par « sauts » successifs et ainsi à un mode II local prépondérant, figure I.27. En revanche, les auteurs n'analysent pas de façon approfondie l'influence d'un cisaillement macroscopique sur l'adhérence du système considéré.

Par ailleurs, Rakotomalala, également partenaire du projet PRC Structures Chaudes a mis en place une méthode efficace de modélisation de fissure d'interface en combinant de façon originale un modèle de zones cohésives thermique et mécanique [Rakotomalala 2014]. Cette modélisation est basée sur l'emploi d'éléments de type coques pour la modélisation de la couche céramique et une simplification de la modélisation où seul le substrat est représenté par des éléments volumiques. La rugosité d'interface n'est pas représentée dans cette étude car les temps de calculs deviendraient prohibitifs et ce malgré l'emploi de stratégies de calcul optimisées.

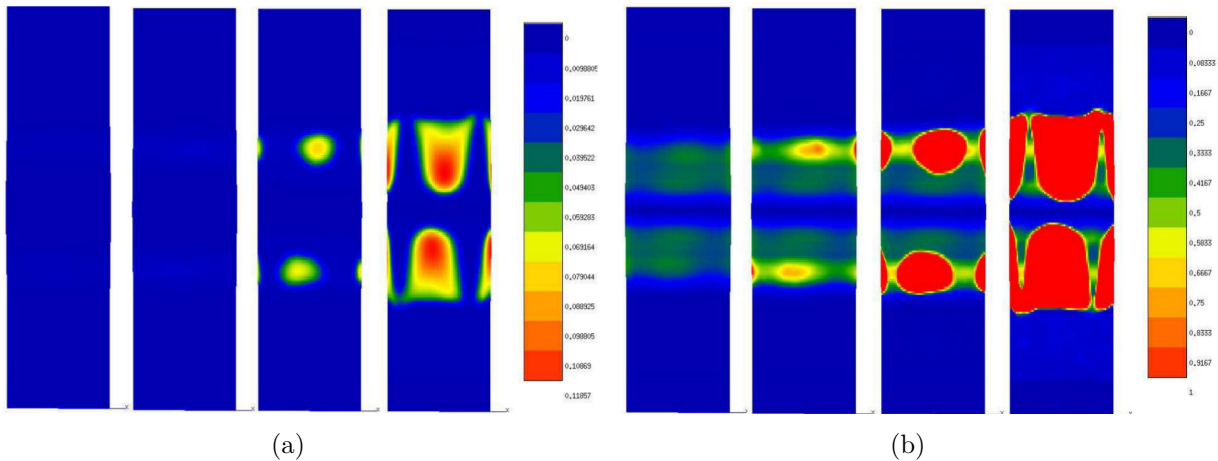
Rakotomalala propose ainsi l'analyse des modes d'endommagement pour des barrières thermiques déposées sur un substrat monocristallin en modélisant le cyclage thermique pour un tube, une éprouvette et une aube. Elle a ainsi pu mettre en évidence la prépondérance des gradients thermiques au chauffage et au refroidissement pour la localisation de l'endommagement d'interface pour un substrat isotrope. Un des résultats les plus illustratifs est obtenu sur un tube en traction soumis à un gradient thermique longitudinal de façon cyclique, pour un substrat anisotrope en plasticité cristalline, figure I.28.

Cet exemple révèle la localisation de l'endommagement sur les zones de plus fort gradient thermique accentuée par l'anisotropie du substrat monocristallin. En particulier, les directions  $\langle 001 \rangle$  voient les niveaux d'endommagement les plus importants pour une sollicitation dans la direction  $\langle 100 \rangle$ . On constate des localisations similaires pour la coalescence des



**Figure I.28** – Conditions aux limites thermiques et mécaniques appliquées au tube cylindrique [Rakotomalala 2014].

fissures qui en découlent et le flambage final de la couche de céramique mis en évidence par le saut de déplacement normal à l'interface, figure I.29.



**Figure I.29** – Évolution du (a) saut de déplacement normal de l'interface  $[[u_n]]$  (en mm) et (b) de l'endommagement interfacial  $d$ , au cours de la phase de refroidissement de la structure [Rakotomalala 2014].

Enfin, l'auteure suggère d'estimer le taux de biaxialité local par l'emploi du ratio  $\|\tau_t\| / \tau_n$ . Cela lui permet de montrer le champ de mixité modale qui s'apparente essentiellement à du mode II pur ( $\psi = 90^\circ$ ) dès qu'une fissure d'interface s'est propagée et cela dans la zone où la fissure progresse le plus significativement, alors que la mixité modale dépend de la sollicitation locale induite par les gradients thermiques et l'anisotropie du substrat dans la

phase d'initiation.

### I.4.6 Conclusion

Le choix de la modélisation à adopter dans cette étude devra essayer de prendre en compte de manière explicite ou implicite tous les effets réduisant l'adhérence de la barrière thermique. Pour cela, une estimation des contraintes et déformations dans chacune des couches est nécessaire et plusieurs choix de modélisation s'offrent à nous. Une modélisation numérique par calculs éléments finis est exclue à l'échelle de l'aube ou d'une éprouvette, car trop coûteuse en temps de calcul. Cependant, nous pouvons nous servir de modèles numériques pour tester des configurations particulières et orienter notre étude.

Des calculs analytiques à l'échelle d'une rugosité permettent d'accéder à l'état de contrainte et de déformation local. Ces modèles permettent de prendre en compte de nombreux phénomènes tels que le frittage, les transformations de phase ou les accroissements volumiques. Cependant, ces modèles sont très locaux et ne permettent pas de rendre compte des effets macroscopiques observés.

Rakotomalala propose une modélisation simplifiée du système barrière thermique, à l'aide d'un calcul de structure, dont l'interface substrat / céramique est modélisée par des éléments cohésifs [Rakotomalala 2014]. Elle montre notamment l'importance des gradients thermiques mais également de l'anisotropie du substrat sur la localisation et la morphologie des écaillages. Toutefois, la sous-couche et tous ses mécanismes d'endommagement évoqués précédemment sont ici négligés.



## Conclusion

Le contexte industriel est extrêmement concurrentiel et impose des critères de qualité, de fiabilité et bien évidemment économiques très forts. La prévision de la durée de vie des pièces critiques des turbines aéronautiques s'inscrit logiquement dans cette optique.

Les problématiques de durée de vie des barrières thermiques sont complexes et nécessitent de s'intéresser à de nombreux domaines de la science des matériaux. Il est donc nécessaire de recourir à des expertises multiples, alliant chimie, mécanique et métallurgie. Les vieillissements imposés en conditions d'utilisation combinent des endommagements intrinsèques et extrinsèques. Toutes ces sollicitations ne sont pas reproductibles en laboratoire, aussi beaucoup d'études se concentrent sur celles qui sont supposées les plus critiques en conditions réelles.

Notre étude porte sur un système barrière thermique Snecma soumis à des contraintes thermiques, mécaniques et d'oxydation. La corrosion ainsi que les impacts de projectiles et les dépôts CMAS n'ont été abordés qu'à titre informatif. La stratégie de caractérisation expérimentale de la durée de vie, initiée depuis la fin des années 90 [Bickard 1998], se démarque des essais usuels. Des essais de compression uniaxiale à température ambiante [Guerre 2002] nous permettent d'accéder à des valeurs de déformations critiques, valeurs pour lesquelles nous observons un écaillage macroscopique de la céramique. Chaque éprouvette subit un vieillissement, qu'il soit purement thermique ou mécano-thermique. Ceci permet d'apprécier l'influence de ces vieillissements sur l'adhérence de la céramique en utilisant la déformation critique à écaillage.

La modélisation de la durée de vie des barrières thermiques devra être la plus représentative des phénomènes physiques rencontrés sur aubes. L'analyse de la microstructure du revêtement couplée à des essais de fatigue thermique et mécano-thermique permet de mieux rendre compte du couplage de la thermique et de la mécanique, trop peu étudié dans la littérature.

CHAPITRE

II

MOYENS EXPÉRIMENTAUX ET  
MÉTHODES D'ANALYSE DES ESSAIS



## Sommaire

<b>Introduction</b> . . . . .	<b>49</b>
<b>II.1 Les essais de caractérisation de la durée de vie</b> . . . . .	<b>50</b>
II.1.1 L'essai de compression uniaxiale jusqu'à écaillage . . . . .	50
II.1.2 L'essai de propagation du délaminage en compression . . . . .	52
II.1.3 L'essai de compression <i>in situ</i> sur plaque mince . . . . .	54
II.1.4 Conclusion . . . . .	56
<b>II.2 Procédés et Méthodes de Vieillessement</b> . . . . .	<b>57</b>
II.2.1 La mesure de température . . . . .	57
II.2.2 Les vieillissements en fatigue thermique . . . . .	58
II.2.2.a Les fours de fatigue thermique à Snecma . . . . .	58
II.2.2.b Les fours de fatigue thermique au Centre des Matériaux . . . . .	59
Le four à lampes . . . . .	59
Le four à axe vertical . . . . .	61
Le four résistif . . . . .	62
II.2.3 Les vieillissements en fatigue mécano-thermique (FMT) . . . . .	64
<b>II.3 Procédés et méthodes d'analyse des éprouvettes</b> . . . . .	<b>67</b>
II.3.1 Analyse macroscopique des éprouvettes . . . . .	67
II.3.1.a Corrélation d'images . . . . .	67
II.3.1.b La profilométrie en lumière blanche . . . . .	67
II.3.1.c Microscopie optique numérique . . . . .	68
II.3.1.d Méthode optique de mesure de la surface délaminée . . . . .	68
II.3.2 Analyse locale des éprouvettes . . . . .	69
II.3.2.a Préparation des échantillons . . . . .	69
II.3.2.b La microscopie optique (MO) . . . . .	70
II.3.2.c La microscopie électronique à balayage (MEB) . . . . .	71
II.3.2.d Méthodes d'imagerie tridimensionnelles aux rayons X . . . . .	72
<b>Conclusion</b> . . . . .	<b>74</b>



## Introduction

L'objectif de la présente étude est de comprendre et de décrire l'influence de chargements thermo-mécaniques complexes sur la durée de vie à l'écaillage d'une barrière thermique. Pour cela, nous avons réalisé plusieurs pré-vieillissements en fatigue thermique ou mécano-thermique. L'analyse de ces essais est effectuée à l'échelle macroscopique, qui permet d'estimer directement l'influence de ces vieillissements sur l'adhérence de la barrière thermique. Des mesures locales permettent de faire le lien entre les évolutions microstructurales, dont la rugosité d'interface, et l'adhérence globale de la barrière thermique.

Nous avons également complété cette étude principale avec des essais et des observations originaux. Nous avons ainsi mis en place une analyse post-écaillage permettant un suivi du délaminage interfacial lors de l'essai de compression. Nous avons également développé un dispositif de compression sur plaques minces afin de pouvoir observer, *in situ* en laminographie aux rayons X, l'état d'endommagement du revêtement. Quelques échantillons ayant subi des vieillissements thermiques ont également pu être observés en tomographie aux rayons X. Ces deux méthodes d'imagerie ont l'avantage de nous permettre une observation en trois dimensions de notre microstructure.

Ce chapitre fait le point sur les moyens expérimentaux mis à disposition pendant l'étude. Nous décrivons également les protocoles d'essais, les méthodes d'analyses et de mesures effectuées sur les éprouvettes.

## II.1 Les essais de caractérisation de la durée de vie

Dans cette étude, l'écaillage est défini comme une perte locale du revêtement céramique. L'écaillage provoque alors la mise à nu de l'échantillon et donc une élévation de la température de surface du substrat, augmentant de manière significative l'endommagement de ce dernier. La durée de vie est considérée atteinte lorsque l'écaillage se produit.

### II.1.1 L'essai de compression uniaxiale jusqu'à écaillage

La caractérisation des systèmes barrière thermique effectuée dans cette étude est basée sur l'analyse d'essais de compression uniaxiale. Cet essai a été systématisé depuis plusieurs années au Centre des Matériaux [Guerre 2002, Harvey *et al.* 2008, Courcier 2009, Chieux 2010]. Il permet d'estimer l'adhérence d'un revêtement barrière thermique en provoquant sa rupture par flambage. Ces essais sont précédés d'un vieillissement en fatigue thermique ou mécano-thermique dont nous étudierons l'impact sur l'adhérence.

Les essais de compression uniaxiale sont effectués à température ambiante sur une machine de fatigue Instron® électro-mécanique, figure II.17, ou hydraulique, équipée d'une cellule de charge admettant 50 kN. La commande et l'acquisition des données d'essais sont effectuées par l'intermédiaire d'un programme codé sous Labview® permettant de gérer des cycles complexes en fatigue mécano-thermique.

La géométrie d'éprouvette utilisée, figure II.1, a été développée pour les essais de fatigue mécano-thermique [Malpeltu 1987]. Elle ne présente pas de singularité de géométrie dans la zone utile, ce qui la rend adaptée aux études des revêtements. Cependant, contrairement aux éprouvettes diabolos utilisées notamment par Guerre [Guerre 2002], la contrainte dans la zone utile est uniforme et rend incertaine la localisation de l'écaillage. Ces éprouvettes sont axisymétriques d'orientation cristalline principale  $\langle 001 \rangle$ . La désorientation cristalline de ces éprouvettes n'excède pas  $10^\circ$  entre l'axe de sollicitation et l'orientation cristalline  $\langle 001 \rangle$ . L'orientation cristalline secondaire est inconnue à réception.

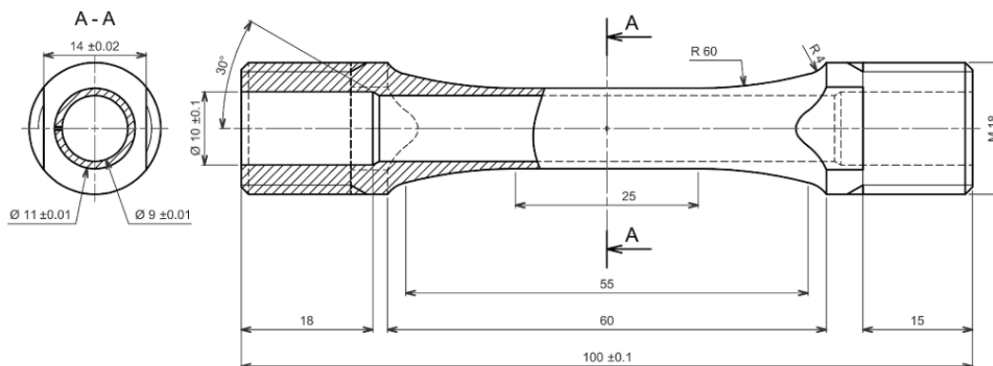
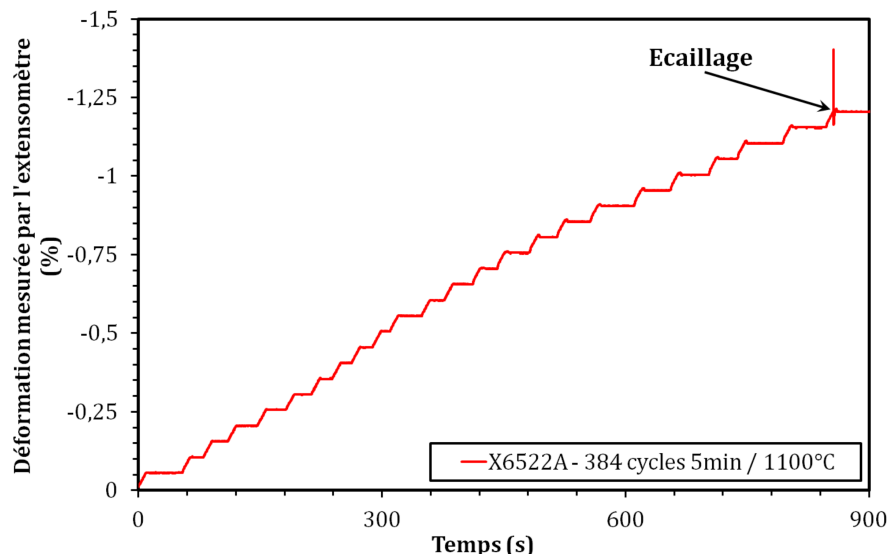


Figure II.1 – Plan de définition de l'éprouvette FMT M18.

Les éprouvettes sont positionnées entre des lignes d'amarrage en Inconel 718. Un serrage est réalisé en ajoutant des tiges en In100, dans le but d'annuler le jeu présent entre

le filetage de l'éprouvette et le taraudage de la ligne. Les têtes d'éprouvettes ont été préalablement revêtues d'une couche céramique protectrice permettant de limiter les phénomènes de soudage avec les lignes pouvant survenir à haute température. L'alignement, nécessaire afin de limiter les risques de flambage de l'éprouvette, est assuré en faisant fondre un métal à bas point de fusion au niveau de la ligne basse.

Les déformations sont calculées à partir d'un extensomètre à tiges d'alumine dont le déplacement relatif est mesuré par un pont de jauges. Leur écartement initial est d'environ 10 mm. Sa précision est de l'ordre du micromètre, soit 0.01 % de déformation. Les essais de compression uniaxiale pour provoquer l'écaillage sont pilotés en déformation, par paliers successifs de 0.05 %, figure II.2. Cette méthode permet de réaliser un contrôle visuel à chaque palier. Après écaillage, l'essai est arrêté au plus tard pendant le palier suivant. Dans certains cas, la sécurité de suivi de mesure de déformation s'enclenche et interrompt l'essai. Ceci arrive fréquemment quand l'écaillage se produit à proximité des branches de l'extensomètre.

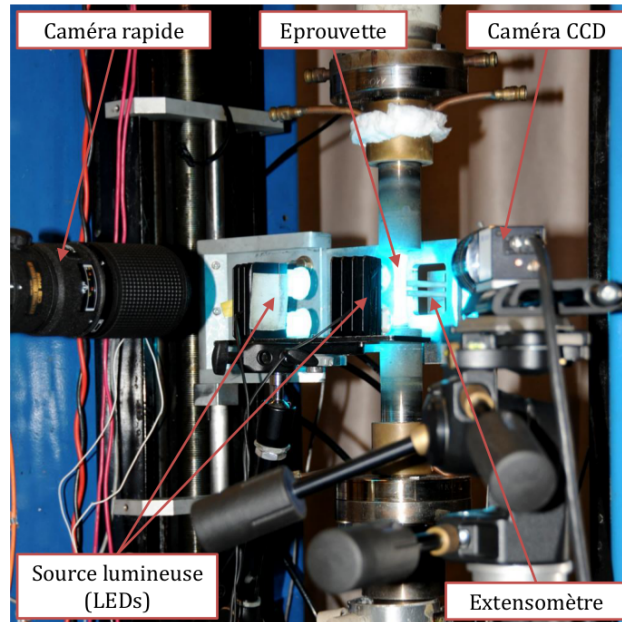


**Figure II.2** – Mesures des déformations de l'extensomètre pendant l'essai de compression menant à la rupture de l'éprouvette X6522A.

L'essai est suivi par deux caméras, figure II.3 : une caméra rapide et une caméra CCD de fréquence d'acquisition standard. La caméra CCD est un dispositif d'imagerie « de secours », dans le cas où l'écaillage n'a pas pu être capturé par la caméra rapide. Dans les conditions idéales d'essai, cette dernière nous permet d'obtenir un cliché de l'éprouvette environ 1/1000<sup>e</sup> de seconde avant le début de l'écaillage [Chieux 2010].

La taille de la mémoire flash de la caméra rapide étant limitée, une vitesse de capture élevée nous oblige soit à diminuer le temps maximal de film, soit à diminuer la taille de la zone d'intérêt. En outre, plus la vitesse de capture est élevée, plus le temps d'ouverture du diaphragme est faible. Par conséquent, la luminosité doit être importante : un éclairage à LEDs a ainsi été ajouté au dispositif [Harvey 2011]. Dans notre cas, la fréquence d'acquisition de la caméra rapide a été fixée à 1600 images par seconde, pour une résolution de 1200x800





**Figure II.3** – Mise en place de l'essai de compression pour provoquer l'écaillage.

pixels.

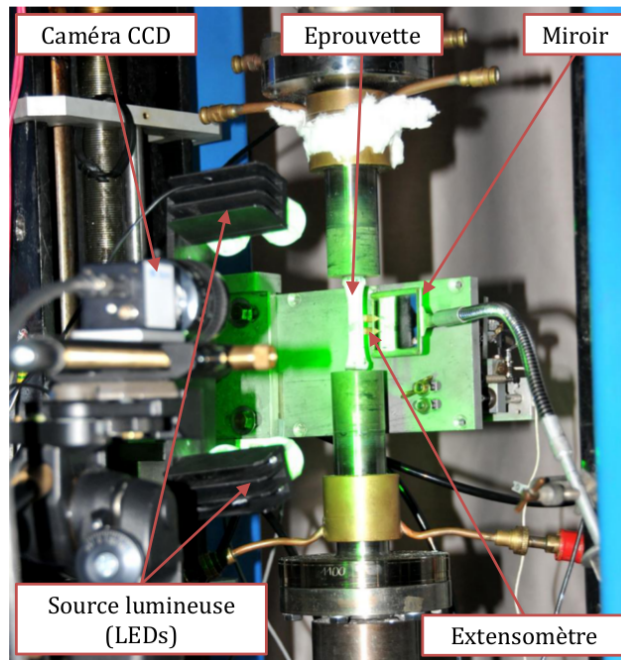
À la fin de cet essai, nous relevons la déformation critique à l'écaillage, qui correspond à la déformation vue par l'extensomètre juste avant l'apparition de la première écaille. Les observations effectuées par la caméra permettent de mesurer les déformations locales de la céramique par corrélation d'images.

### II.1.2 L'essai de propagation du délaminage en compression

Les essais de propagation du délaminage sont également des essais de compression uniaxiaux. Ils ont été réalisés après les essais de compression jusqu'à écaillage, après une interruption plus ou moins longue selon les éprouvettes, allant de quelques heures à quelques mois. Pendant l'essai, nous mesurons la déformation critique en propagation. Elle correspond à la déformation nécessaire pour initier la propagation du délaminage interfacial, après un retour à charge nulle.

Le protocole d'essai est quasi-identique à l'essai de compression pour provoquer l'écaillage. L'unique différence concerne les observations par caméra. Après écaillage, la fréquence d'acquisition de la caméra n'a plus besoin d'être aussi élevée. La propagation de la fissure d'interface est relativement lente. Les observations sont alors assurées par la caméra CCD dont la fréquence d'acquisition est fixée à 1 image par seconde, pour une résolution maximale de 1600x1200 pixels. Afin de gagner en surface visible d'éprouvette, un miroir a parfois été positionné d'un côté de celle-ci, figure II.4.

Les observations effectuées nous permettent de mesurer la surface délaminée pendant l'essai. Il est possible d'observer le front de délaminage en jouant sur le faible contraste entre les deux zones qu'il délimite. L'acquisition des images est effectuée pendant l'essai

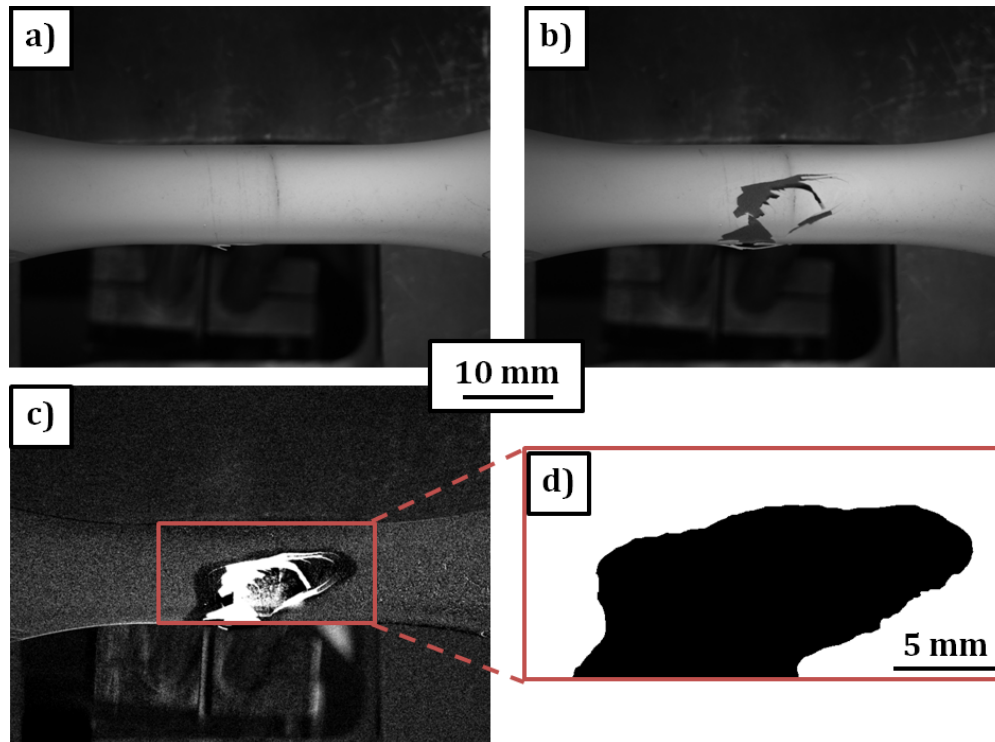


**Figure II.4** – Mise en place de l'essai de compression pour la propagation du délaminage.

donc il est impossible de savoir si l'analyse sera concluante. Dans cette configuration, le contraste est très faible, une simple retouche de luminosité et de contraste est insuffisante. Le protocole adopté a consisté à soustraire chaque image de calcul, figure II.5(b), à l'image de référence, figure II.5(a) puis, après soustraction, à étaler l'histogramme de niveaux de gris, figure II.5(c). Les zones blanches saturées correspondent aux zones écaillées visibles, les zones noires correspondent aux zones délaminées et les zones grises correspondent à des zones de l'éprouvette où le revêtement est encore adhérent. Pour la suite de l'étude, nous avons effectué un découpage suivant la zone utile visible de la caméra. Nous avons ensuite délimité manuellement le contour de la zone délaminée. L'image finale pour le calcul de la surface délaminée est une image binarisée où les pixels noirs correspondent à la zone délaminée totale, comprenant la zone écaillée, figure II.5(d).

La courbure de l'éprouvette est prise en compte dans le calcul de la surface délaminée. Pour cela, il est nécessaire de mesurer la taille de la zone utile de l'éprouvette afin de repérer son axe de symétrie. Cette opération permet également de connaître l'échelle, puisque nous connaissons la valeur du diamètre extérieur de l'éprouvette.

Nous obtenons, par cette méthode, une mesure de l'évolution de la surface délaminée  $S$  en fonction de la déformation macroscopique appliquée. Nous pouvons également en déduire une vitesse de propagation en fonction du chargement  $\Delta S/\Delta \epsilon$ . La méthode de dépouillement étant très chronophage, cette analyse d'images n'a été utilisée que pour quelques essais. Une méthode simplifiée basée sur les mêmes principes d'analyse d'images a été appliquée pour les autres essais. Elle a été utilisée afin de mesurer les surfaces délaminées  $S_{propag}^{ini}$  et  $S_{propag}^{fin}$  respectivement avant et après l'essai de propagation en compression. Cette méthode basée sur l'analyse de l'état final est détaillée à la section II.3.1.d.



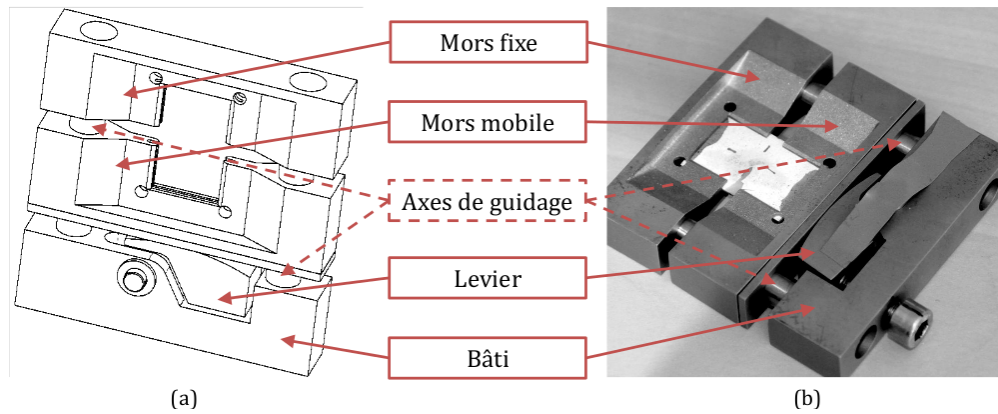
**Figure II.5** – Analyse d’images de l’essai de compression pour propager le délaminage : (a) image de référence, (b) image à analyser, (c) image résultat de la soustraction des deux images précédentes et de l’étalement de l’histogramme et (d) image obtenue après zoom sur la zone utile et délimitation de la surface délaminée.

### II.1.3 L’essai de compression *in situ* sur plaque mince

L’objectif principal de cet essai est d’améliorer notre compréhension des mécanismes du délaminage interfacial. Pour cela, nous avons mis au point un essai où nous essayons de mesurer l’évolution du front de délaminage en trois dimensions, et où nous cherchons à observer une éventuelle influence de la microstructure. Les observations sont effectuées en laminographie aux rayons X à l’ESRF, dont le détail de la méthode est présentée à la section II.3.2.d.

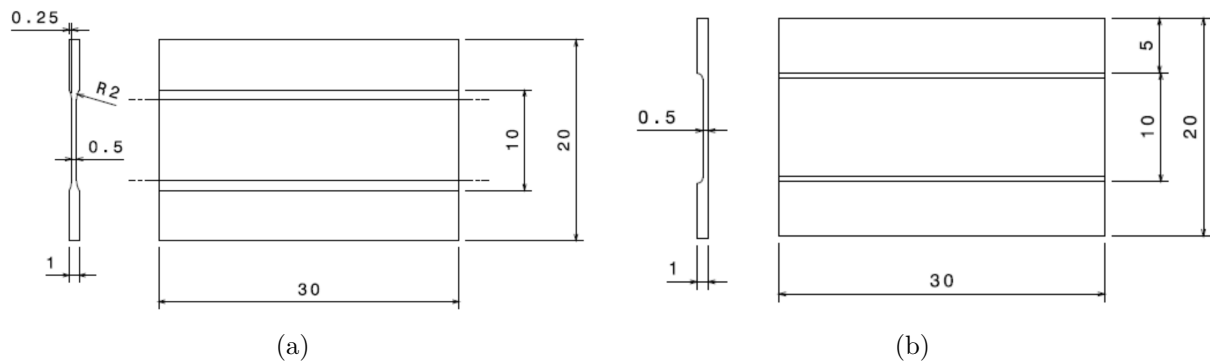
Le dispositif de compression *in situ*, figure II.6, a été conçu de manière à pouvoir appliquer une effort de compression sur plaques minces et conserver un angle de dégagement pour le faisceau de rayons X. Il est composé d’un mors fixe, d’un mors mobile, d’un bâti, de deux axes de guidage, d’une pièce articulée servant de bras de levier et d’une vis servant à appliquer l’effort.

Les éprouvettes initialement conçues pour l’essai *in situ* sont des éprouvettes plates de dimensions  $30 \times 20 \times 1 \text{ mm}^3$  amincies suivant une bande de 10 mm centrée et orientée suivant la longueur, figure II.7(a). Cependant, des difficultés d’approvisionnement de la matière nous ont conduit à utiliser une géométrie différente. Les éprouvettes utilisées ont alors été extraites de plaques de dimensions  $50 \times 30 \times 8 \text{ mm}^3$  revêtues. La découpe a été effectuée de manière à respecter les dimensions globales de  $30 \times 20 \times 1 \text{ mm}^3$  mais l’amincissement n’a pu être effectué



**Figure II.6** – (a) Schéma en vue isométrique et (b) photographie du dispositif de compression *in situ* sur plaques.

que d'un seul côté de l'éprouvette puisqu'elles étaient déjà revêtues, figure II.7(b).



**Figure II.7** – Plans de définition de (a) l'éprouvette initialement conçue et de (b) l'éprouvette utilisée pour l'essai de compression *in situ*.

Les éprouvettes ainsi préparées ont légèrement flambé lors de la découpe du fait des contraintes résiduelles présentes dans la céramique au moment du refroidissement après dépôt. Un mouchetis a été préalablement déposé sur l'éprouvette pour améliorer la mesure des déformations par corrélation d'images *in situ*.

Nous avons également réalisé des impacts LASER sur les éprouvettes, dans le but de délaminer localement la céramique. Pour cela, nous avons utilisé le dispositif LASAT [Fabre 2013, Begue *et al.* 2013], qui permet, à l'origine, de tester l'adhérence d'un revêtement et ses conditions d'élaboration. Nous avons, par conséquent, détourné son utilisation, dans le but de créer un défaut d'interface contrôlé et contrôlable, grâce au phénomène de « tache blanche », explicité à la section I.3.2.c. L'objectif de cette manipulation est de favoriser la propagation du front de délaminage dans une zone particulière, afin d'optimiser les observations en laminographie aux rayons X.

L'incrément de déformation entre chaque observation a été défini par un demi-tour de vis sur le dispositif de compression. Des observations au microscope optique numérique, section II.3.1.c, pour une estimation de la rugosité locale, et avec une caméra CCD avec

lumière stabilisée, pour une estimation des déformations locales par corrélation d'images, ont été effectuées avant et après chaque incrément de déformation et chaque observation en laminographie.

### II.1.4 Conclusion

Contrairement aux études précédentes, les essais de caractérisation de l'adhérence de la céramique ne se limite plus exclusivement à des essais de compression jusqu'à écaillage. La propagation de la fissure d'interface est également un critère d'observation. La caractérisation de l'adhérence du revêtement est donc réalisée par un essai de flambage et un essai de fissuration interfaciale. Notre objectif, dans le cadre de la mise au point d'un modèle de durée de vie, est de faire le lien entre la microstructure, l'endommagement et la durée de vie. L'essai de compression *in situ* s'inscrit dans cette démarche en permettant une observation complète du système barrière thermiques en 3D pour des états de compression conduisant au délaminage progressif et à l'écaillage de la céramique.

## II.2 Procédés et Méthodes de Vieillessement

Les éprouvettes utilisées pour les essais de compression subissent généralement un vieillissement préalable. Ce dernier peut être isotherme, en fatigue thermique ou en fatigue mécano-thermique. Le vieillissement isotherme n'a pas été effectué au Centre des Matériaux, les échantillons analysés nous ont été gracieusement prêtés pour analyse par l'Institut Pprime de Poitiers, partenaire du PRC « Structures Chaudes ». Tous les autres vieillissements ont été effectués sur diverses installations du laboratoire, qui seront décrites par la suite.

### II.2.1 La mesure de température

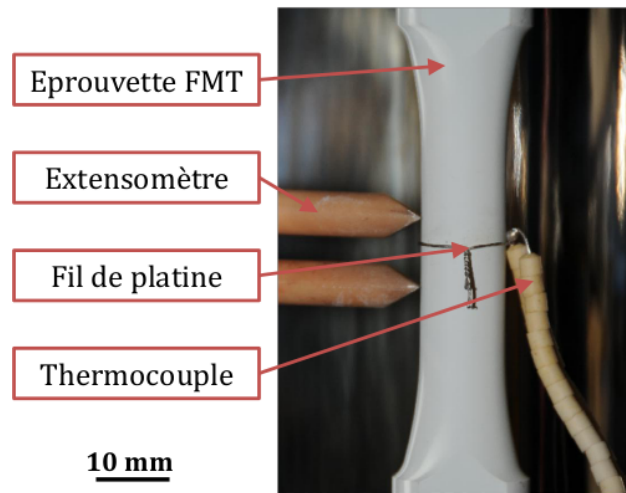
La mesure de température de tous les dispositifs de vieillissement thermique ou mécano-thermique doit permettre de conserver une très bonne précision de mesure entre 20 °C et 1100 °C, représentant notre gamme de température de travail. De plus, le dispositif de mesure choisi devra être robuste et ne pas se dégrader trop rapidement à haute température. Les caractéristiques des thermocouples usuels sont présentés au tableau II.1.

Type TC	Métal A (+)	Métal B (-)	Code couleur (+ / -)	Plages d'utilisation
B	Platine 30% Rhodium	Platine 6% Rhodium	Gris / Blanc	600 à 1700 °C
E	Nickel 10% Chrome	Constantan	Violet / Blanc	-40 à 900 °C
J	Fer	Constantan	Noir / Blanc	-40 à 750 °C
K	Chromel	Alumel	Vert / Blanc	-40 à 1200 °C
N	Nicrosil	Nisil	Rose / Blanc	-40 à 1200 °C
R	Platine 13% Rhodium	Platine	Orange / Blanc	0 à 1600 °C
S	Platine 10% Rhodium	Platine	Orange / Blanc	0 à 1600 °C
T	Cuivre	Constantan	Brun / Blanc	-40 à 350 °C

**Table II.1** – Domaine d'utilisation des thermocouples usuels, selon la norme EN-60584.

La mesure de température de tous nos dispositifs de vieillissement est assurée par un thermocouple type S, puisque sa gamme d'utilisation correspond à notre cahier des charges. Le choix d'un thermocouple de type K est envisageable pour des calibrations de courte durée. En effet, ce type de thermocouple s'oxyde très rapidement à 1100 °C, dégradant fortement sa précision de mesure lors de temps d'exposition prolongés. Les thermocouples utilisés sont des thermocouples soudés par point, figure II.8, puisqu'une soudure sur éprouvette n'est pas envisageable sur le revêtement céramique.

La bille de métal fondu produit par la soudure est appliquée contre la surface de l'éprouvette grâce à un fil de platine serré autour de l'éprouvette. Aucun autre contact électrique entre les deux branches du thermocouple n'est permis pour une mesure correcte de la température. L'isolation des branches est réalisée par des billes ou des tiges d'alumine frittées.

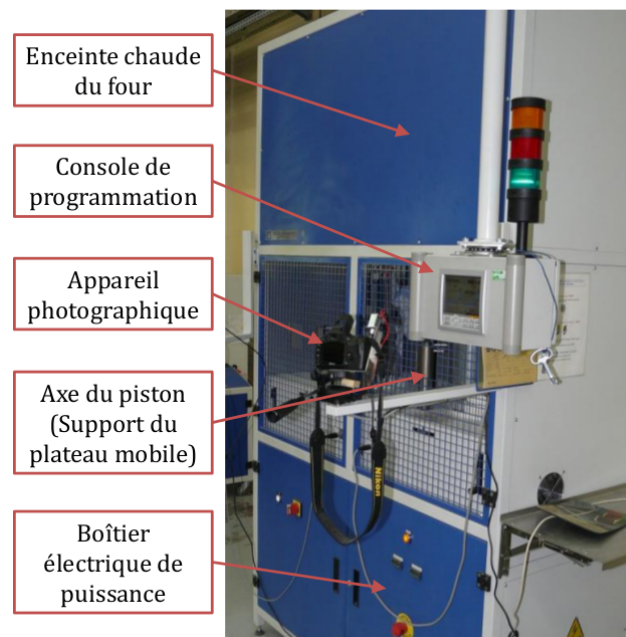


**Figure II.8** – Mise en place des thermocouples pour les vieillissements thermiques et en fatigue mécano-thermique sur four à lampes.

## II.2.2 Les vieillissements en fatigue thermique

### II.2.2.a Les fours de fatigue thermique à Snecma

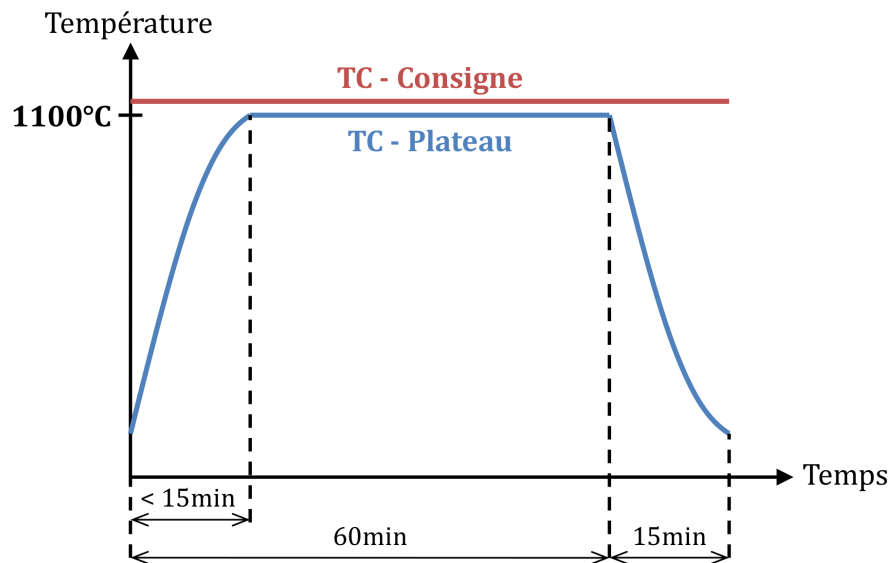
Les vieillissements en fatigue thermique effectués à Snecma, figure II.9, sont réalisés dans un four résistif dont la température est globalement maintenue à 1115 °C. Les pièces à vieillir sont disposées sur un plateau mobile. Un thermocouple positionné sur ce plateau permet de déterminer une mesure approximative de la température en surface des pièces. La régulation en température est effectuée par une console de programmation qui commande le piston du plateau mobile ainsi que l'arrivée d'air comprimé.



**Figure II.9** – Four de fatigue thermique Snecma [Soignon 2012].

D'après les spécifications, figure II.10, la montée en température doit être effectuée en

moins de 15 min. Les phases de chauffage et de maintien à 1100 °C ont une durée totale cumulée d'une heure. À la fin de chaque cycle, le plateau revient en position initiale et les échantillons sont refroidis par convection forcée, à l'aide d'air comprimé.



**Figure II.10** – Spécifications de la régulation en température des fours de fatigue thermique Snecma.

Ce type de four présente l'avantage de permettre un contrôle visuel entre chaque cycle. Un appareil photographique a été positionné sur le carénage du four et permet de réaliser des clichés des échantillons. Elle permet ainsi d'observer d'éventuels écaillages et donc de déterminer de manière plus précise la durée de vie de chaque échantillon. Le four permet également, grâce à sa taille, de réaliser des vieillissements pour un grand nombre de pièces. Cependant, compte tenu de sa taille, la température de l'enceinte n'est pas homogène. La position des pièces dans le four a une influence sur la durée de vie du revêtement barrière thermique [Soignon 2012].

### II.2.2.b Les fours de fatigue thermique au Centre des Matériaux

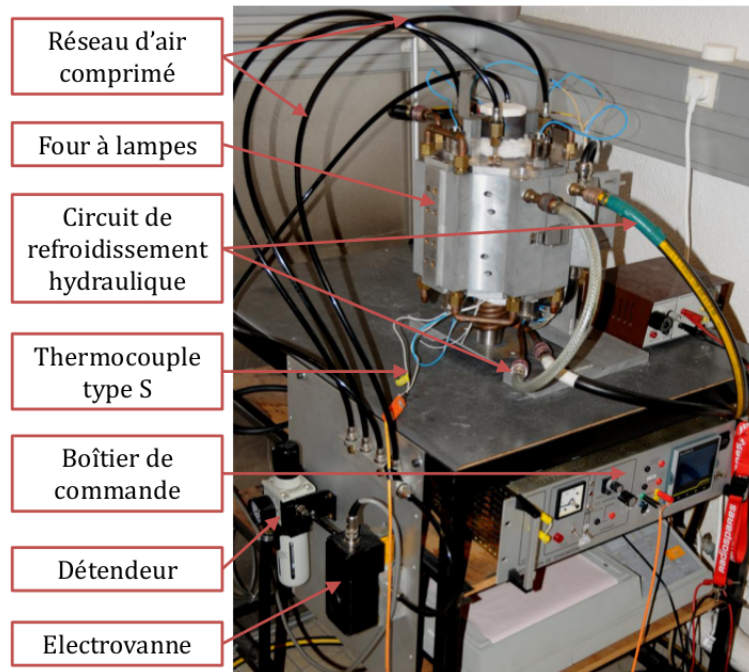
Les vieillissements en fatigue thermique ont été effectués sur plusieurs dispositifs. En effet, comme nous ne disposons pas de moyens de chauffage industriels nous permettant de vieillir un grand nombre d'échantillons à la fois, il a parfois été nécessaire d'utiliser plusieurs moyens différents en parallèle.

#### Le four à lampes

Le four à lampes, figure II.11, est le dispositif de chauffage le plus utilisé lors de cette étude. Le chauffage est assuré par quatre lampes de 1000 W placées à l'un des deux foyers de chaque lobe elliptique. Les autres foyers de chaque lobe sont coïncidents avec l'emplacement prévu de l'éprouvette. Cette géométrie permet de maximiser le rayonnement de chaque



lampe reçu par l'éprouvette. Compte tenu de la forte chaleur générée, les parois du four sont constamment refroidies par un réseau d'eau industrielle.



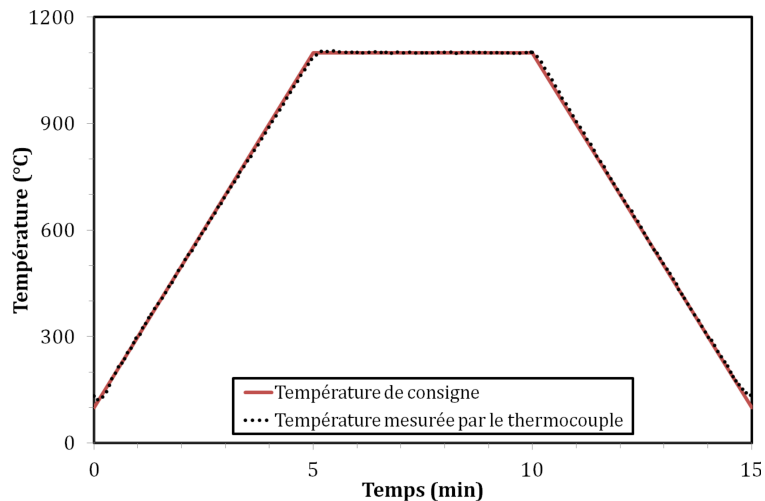
**Figure II.11** – Vue extérieure d'une four à lampes et de son instrumentation, utilisé pour les vieillissements en fatigue thermique.

La température de l'éprouvette, mesurée par un thermocouple type S, est réglée par le boîtier de commande Eurotherm®. Le refroidissement est effectué par un réseau d'air comprimé, dont le débit maximal est réglé au niveau du détendeur. L'air froid est distribué dans le four aux jonctions entre chaque lobe. Ce système permet une répartition homogène de la température sur les éprouvettes axisymétriques [Harvey *et al.* 2008].

Nous avons utilisé ce type de four pour réaliser des vieillissements en fatigue thermique dont la durée des paliers à 1100 °C est de 5 min, figure II.12. Les vitesses de chauffage et de refroidissement ont été fixées à 200 °C/min.

L'écart entre la consigne et la température mesurée par le thermocouple est très faible pendant toute la durée du cycle. La régulation en température est extrêmement rapide et précise, ce qui en fait un outil idéal pour les vieillissements thermiques cycliques. En effet, la réactivité et la précision du four sont d'autant plus nécessaire que le palier de température est court.

Toutefois, ce four nécessite un entretien rigoureux et régulier puisque la durée de vie des lampes est courte, environ 500 cycles de 5 min. Cette faible durée de vie peut s'expliquer par la succession d'allumages et d'arrêts des lampes due au cyclage, mais également l'élévation progressive de la puissance nécessaire pour atteindre la consigne. En effet, la haute température provoque l'apparition d'un dépôt de poussières d'oxyde de nickel sur les parois du four, diminuant leur propriété de réflexion de la lumière. De plus, nous avons parfois constaté des oxydations du câblage électrique des lampes pouvant conduire à leur rupture.

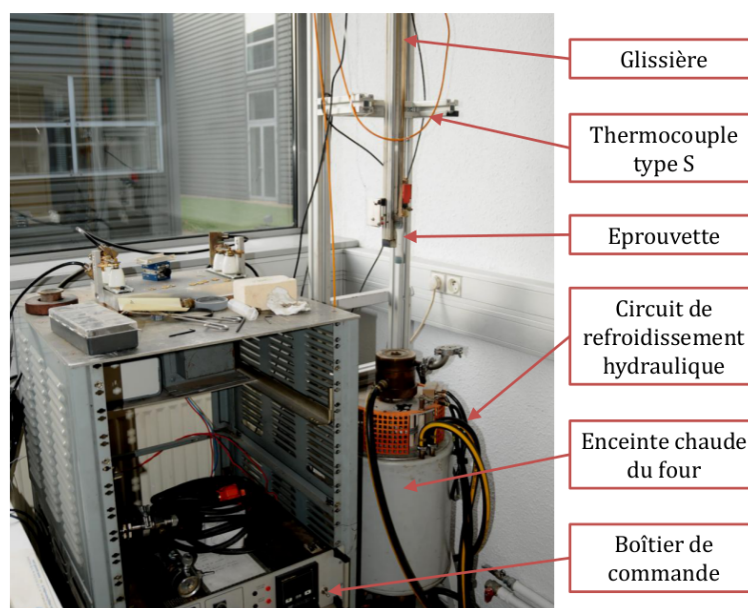


**Figure II.12** – Températures de consigne et de mesure du thermocouple lors d'un cycle de vieillissement en fatigue thermique sur four à lampes.

Ce four est équipé d'un dispositif détectant une rupture de lampes, qui provoque la coupure instantanée de l'alimentation des lampes. Outre l'aspect pratique, qui permet d'éviter des erreurs de vieillissement avec des cycles dont la température maximale n'est plus homogène et moins élevée que prévue, il permet également de ne pas endommager davantage les autres lampes.

### Le four à axe vertical

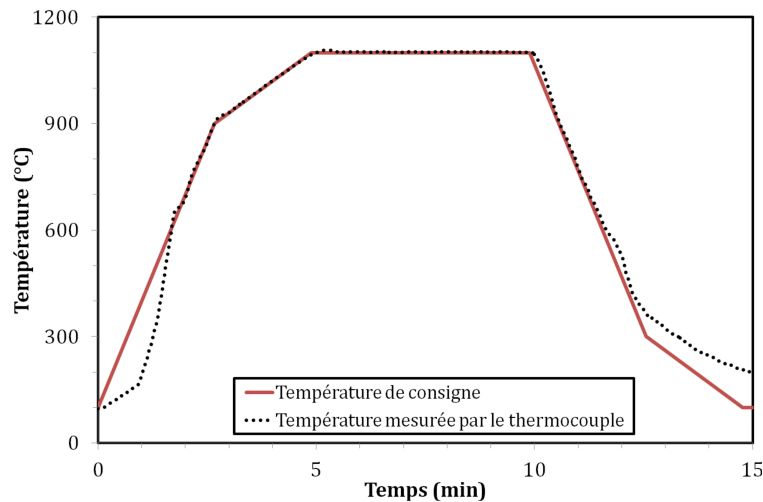
Le four à axe vertical, figure II.13 est un dispositif de vieillissement en fatigue thermique composé d'une enceinte stabilisée à 1115 °C et d'une glissière sur laquelle sont positionnés l'éprouvette et le thermocouple. Le principe de chauffage est relativement proche de celui utilisé à Snecma.



**Figure II.13** – Le four à axe vertical.

La régulation en température est assurée par le déplacement de la glissière. L'avantage de ce dispositif est qu'il permet de réaliser des vieillissements thermiques sur des éprouvettes de géométries diverses. L'encombrement maximal des éprouvettes correspond à un cylindre de 40 mm de diamètre et de 100 mm de longueur.

Le dispositif étant piloté par un moteur à courant continu, la vitesse de déplacement de l'axe vertical est limitée par la puissance du moteur. Ceci pose des problèmes de régulation pour les changements de pente brutaux, d'où la présence d'une pente adoucie dans la programmation à l'approche du palier à 1100 °C, figure II.14.



**Figure II.14** – Mesures de la température de consigne et de la température de l'éprouvette lors d'un cycle de vieillissement en fatigue thermique sur le four à axe vertical.

Le cycle proposé est légèrement différent du cycle utilisé sur four à lampes. En effet, outre les limitations de la régulation au niveau de la glissière, le refroidissement de l'éprouvette n'est effectué que par convection naturelle. Le temps alloué à la phase de refroidissement a été doublé afin de pouvoir atteindre une température la plus proche possible de la consigne de 100 °C en fin de cycle. Le temps de palier à haute température ainsi que le temps de chauffage restent inchangés.

### Le four résistif

Le dernier four utilisé dans cette étude est un four résistif. Ce dernier était auparavant un four de vieillissement isotherme que nous avons aménagé, en collaboration avec G. Bégué (doctorant au Centre des Matériaux), d'un dispositif de régulation en température, figure II.15.

Le four est composé d'une enceinte en céramique réfractaire dans laquelle sont positionnées deux résistances pouvant atteindre une température de 1600 °C. La régulation en température a consisté à automatiser la commande d'ouverture et de fermeture de la porte du four, et à mettre en place un système de refroidissement commandé par un boîtier Eurotherm®. Lorsque le boîtier délivre une puissance positive, la porte du four se ferme et cette

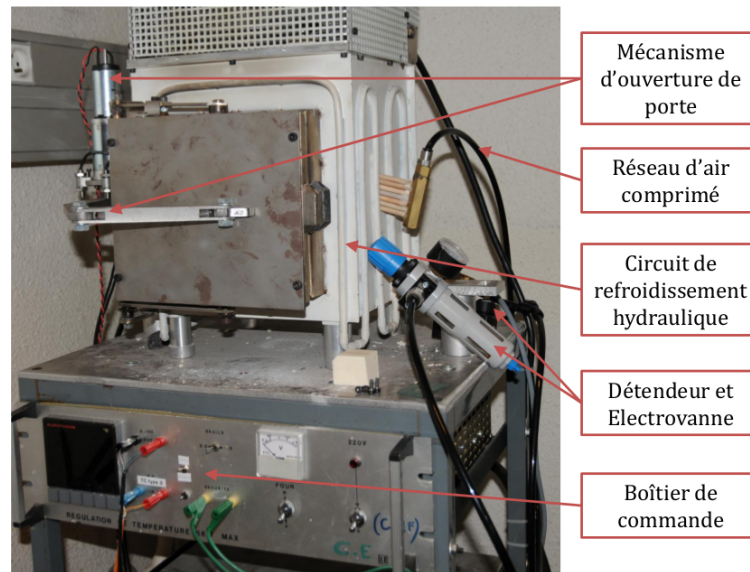


Figure II.15 – Le four résistif.

puissance est allouée aux résistances, augmentant ainsi la température de l'enceinte. Lorsque le boîtier envoie une commande de puissance négative, la porte du four s'ouvre et cette puissance est désormais allouée au flux d'air comprimé, par l'intermédiaire de l'électrovanne.

Contrairement aux autres fours, et notamment le four à lampes, l'inertie thermique de ce four est très élevée. Le cycle de vieillissement, figure II.16 a ainsi été modifié pour compenser l'inertie thermique. Les pentes ont été adoucies à la fin de la phase de chauffage et pendant la phase de refroidissement.

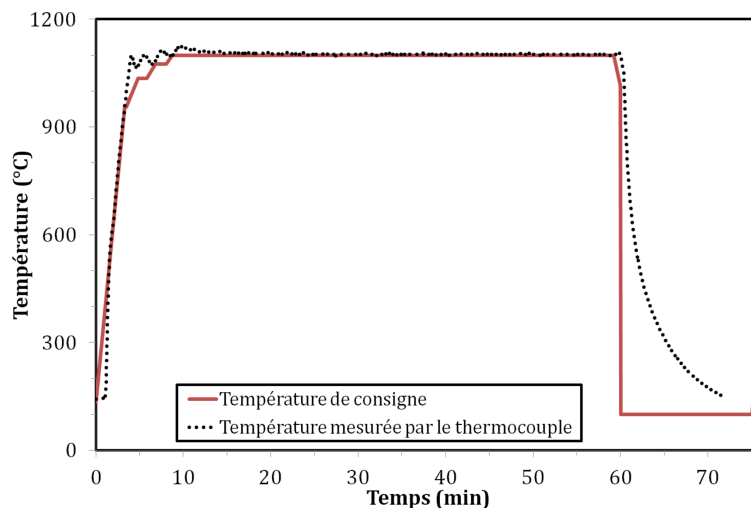


Figure II.16 – Températures de consigne et de mesure du thermocouple lors d'un cycle de vieillissement en fatigue thermique sur le four résistif.

Si ces modifications n'avaient pas été effectuées, nous aurions observé un dépassement important de la température maximale d'environ 50 °C. De même, pendant la phase de refroidissement, une pente trop rapide obligerait le système à mettre en route le flux d'air comprimé et l'ouverture de porte trop rapidement. Ceci provoquerait alors une chute de

la température plus rapide que la consigne, nécessitant alors au système d'augmenter la puissance du four temporairement pour compenser. La phase de refroidissement serait alors fortement instable. Enfin, étant donné que ces instabilités thermiques sont présentes pendant les régimes transitoires, il a été décidé d'utiliser ce dispositif pour des cycles de durée plus longue, typiquement 1 h. Ce four présente également l'intérêt de pouvoir être utilisé pour des températures nettement plus élevées que les fours à lampes.

### II.2.3 Les vieillissements en fatigue mécano-thermique (FMT)

Les essais de fatigue mécano-thermique font l'objet d'une attention particulière [Hahner *et al.* 2008] puisqu'ils sont très difficiles à mettre en œuvre. Dans le cas de systèmes barrière thermique, ces recommandations ont nécessité quelques ajustements, notamment au niveau du thermocouple, déjà abordées à la section II.2.1. Ces vieillissements ont exclusivement été effectués sur une machine de fatigue Instron® électro-mécanique, figure II.17.

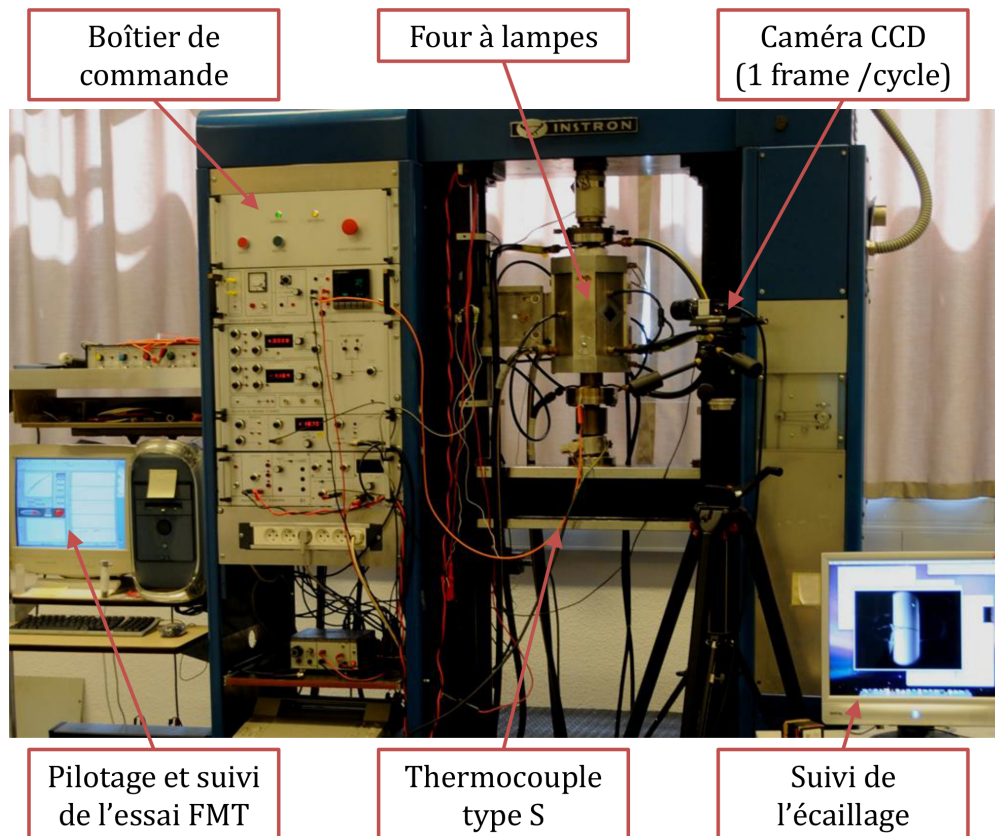
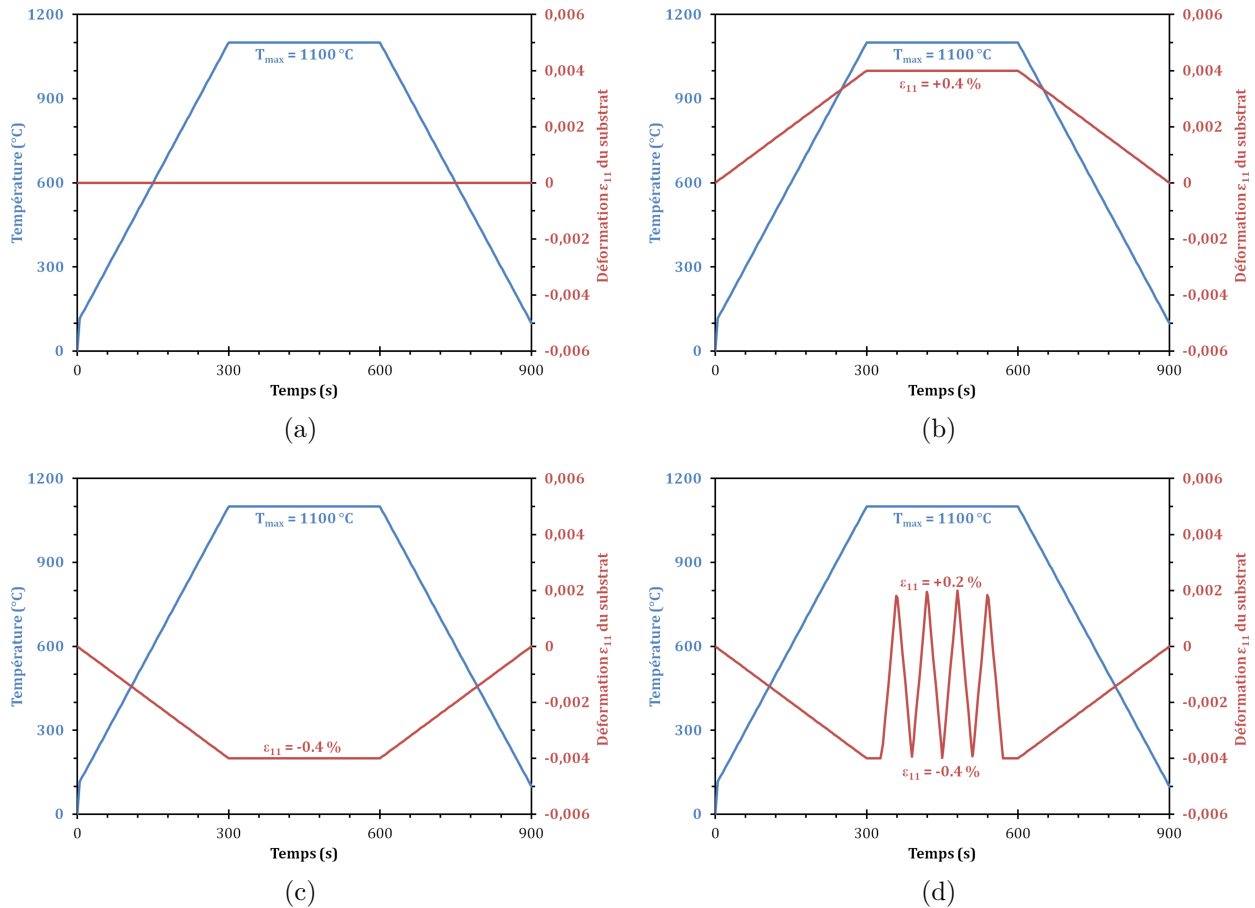


Figure II.17 – Dispositif d'essai de Fatigue Mécano-Thermique.

Le montage de l'éprouvette est identique aux essais de compression uniaxiale. Un four à lampes à 4 lobes elliptiques, d'une puissance maximale de 6000 W, remplace la plaque où était vissé le support de l'extensomètre. Ce dernier vient alors se positionner sur le four. Le refroidissement est assuré par un flux d'air comprimé et une électrovanne. La régulation en température de l'essai est effectuée par un boîtier Eurotherm® qui commande la puissance allouée au four et à l'électrovanne. La machine de fatigue et le boîtier sont reliés à

un ordinateur qui commande la consigne en température et en déformation par l'intermédiaire d'un programme Labview®. Les cycles de fatigue mécano-thermique, figure II.18, sont inspirés des cycles de vieillissements thermiques, auxquels nous rajoutons une composante mécanique pilotée en déformation. La durée du palier à 1100 °C est conservée.



**Figure II.18** – Graphes déformation-temps et température-temps représentant (a) le cycle de Fatigue Thermique et les cycles de Fatigue Mécano-Thermique (b) En Phase (c) Hors Phase et (d) Complexe.

Le cycle FMT En Phase subit une déformation mécanique qui augmente proportionnellement avec la température du cycle jusqu'à atteindre +0.4%. Le cycle FMT Hors Phase voit, au contraire, sa déformation atteindre -0.4%. Le cycle FMT dit « Complexe » a été défini dans le but de créer de la plasticité à haute température dans la sous-couche. Cependant, il crée également de la plasticité dans le substrat, réduisant fortement la durée de vie de l'éprouvette, estimée inférieure à 2000 cycles de fatigue [Fleury 1991], dans les conditions de déformation et de température définies.

Au début de chaque essai, une série de cycles thermiques, sans chargement mécanique appliqué, permet d'atteindre une stabilisation thermique. Cette phase permet de mesurer les déformations induites par les changements de température. Dans le cadre des essais FMT sur éprouvettes revêtues, il est suffisant de réaliser six cycles pour obtenir une évolution cyclique stable de la déformation thermique [Guerre 2002]. Les déformations mesurées par

l'extensomètre  $\epsilon_{th,stab}$  lors du dernier cycle sont alors enregistrées et seront soustraites aux mesures de l'extensomètre  $\epsilon_{extenso}$  pendant le cyclage mécano-thermique, puis comparées à la déformation de consigne  $\epsilon_{consigne}$  pour la régulation. Les phases de chauffage et de refroidissement, d'un delta de température de 1000 °C, correspondent à une déformation thermique d'environ 0.8 %.

$$\epsilon_{consigne} = \epsilon_{extenso} - \epsilon_{th,stab} \quad (\text{II.1})$$

Les essais sont interrompus régulièrement, tous les 200 cycles au maximum. Ces interruptions permettent de vérifier que l'écaillage ne s'est pas produit mais également de vérifier l'intégrité du four, l'état des lampes et du thermocouple. Une caméra CCD programmée pour prendre un seul cliché par cycle a été positionnée face à l'orifice du four, côté opposé à l'extensomètre pour vérifier *in situ* l'intégrité de l'éprouvette. Elle est photographiée pendant le palier à haute température afin de profiter d'une luminosité quasi-constante et stabilisée. Il est toutefois nécessaire d'appliquer une série de filtres polarisants en amont de la caméra CCD puisque la luminosité est bien trop élevée, la puissance allouée aux lampes des fours étant d'au moins 4000 W pendant le palier. Ce système ne permet toutefois d'observer que 180° de la circonférence totale de l'éprouvette.

## II.3 Procédés et méthodes d'analyse des éprouvettes

Divers outils et méthodes ont été mis en place pour observer nos éprouvettes. Ces observations ont parfois été effectuées rapidement après essai, tandis que d'autres ont nécessité des préparations particulières. Cette section présente les moyens expérimentaux d'analyse macroscopique et microscopique de nos éprouvettes, ainsi que les méthodes de préparation ou de dépouillement des mesures.

### II.3.1 Analyse macroscopique des éprouvettes

#### II.3.1.a Corrélation d'images

Les essais instrumentés avec des caméras, tels que les essais de compression jusqu'à écaillage, de propagation du délaminage interfacial ou l'essai de compression *in situ* peuvent être utilisés pour la corrélation d'images. Les vieillissements FMT ne possèdent pas une luminosité suffisamment stable entre chaque clichés ne permettant pas une analyse fiable des déformations locales.

La corrélation d'images s'appuie sur l'analyse de deux images, une image dite de référence, et une image de travail. La méthode consiste à repérer un motif semblable entre les deux images et à mesurer les déplacements relatifs entre les motifs de deux images [Sutton *et al.* 1986]. Le logiciel utilisé dans cette étude est Correli®, développé au LMT Cachan [Hild *et Roux* 2006]. Chaque image est analysée dans une région d'intérêt (ROI) définie par l'utilisateur (par exemple, la zone utile de l'éprouvette), qui est elle-même subdivisée en plusieurs zones d'intérêts (ZOI). Le calcul des déplacements et déformations est effectué pour chaque ZOI, et permet ainsi de déterminer les déplacements et déformations de toute la ROI.

Les images utilisées pour analyse nécessitent de posséder un contraste élevé et la présence de marqueurs. En règle général, un mouchetis est déposé sur les zones à observer. Dans notre cas, le mouchetis n'a pas toujours été déposé puisque l'analyse des zones délaminées est rendue difficile par sa présence. La présence de traces induites par le thermocouple pendant le vieillissement thermique est suffisante pour effectuer la corrélation d'images.

#### II.3.1.b La profilométrie en lumière blanche

Le profilomètre 3D AltiSurf® est un outil de mesure topographique. Il a été principalement utilisé pour mesurer des rugosités de surface sur des zones écaillées.

Le profilomètre permet de mesurer des surfaces de grandes dimensions, à condition qu'elles soient relativement planes. En effet, l'écart maximal entre les extrema des mesures d'altitude est d'environ 800  $\mu\text{m}$  avec une précision de 0.25  $\mu\text{m}$ . La mesure de la topographie d'une surface est le résultat d'un compromis entre la taille de la surface à observer  $S_0 = l_x \cdot l_y$  et les pas de mesures dans le plan  $\Delta x$  et  $\Delta y$  afin de conserver un temps de mesure total  $t_{acq}$  convenable, puisque la fréquence d'acquisition  $f_{acq}$  des données est limitée.



$$f_{acq}.t_{acq} = N = \left(1 + \frac{l_x}{\Delta x}\right) \left(1 + \frac{l_y}{\Delta y}\right) \quad (\text{II.2})$$

avec  $N$ , le nombre de points de mesure,

$l_x$  et  $l_y$ , les longueurs suivant les axes  $x$  et  $y$  de la surface  $S_0$ .

Le pas de mesure minimal permis par le profilomètre est de 1  $\mu\text{m}$ . La surface totale mesurable peut, quant à elle, atteindre 100x100  $\text{mm}^2$ . Dans ces conditions, la mesure topographique prendrait plusieurs jours.

Dans notre cas, nous avons utilisé le profilomètre pour mesurer la topographie de surfaces relativement petites, toujours inférieures à 200  $\text{mm}^2$ , avec les pas de mesures les plus petits. Selon les éprouvettes, entre 45 min et 3 h ont été nécessaires pour l'acquisition des rugosités 3D.

### II.3.1.c Microscopie optique numérique

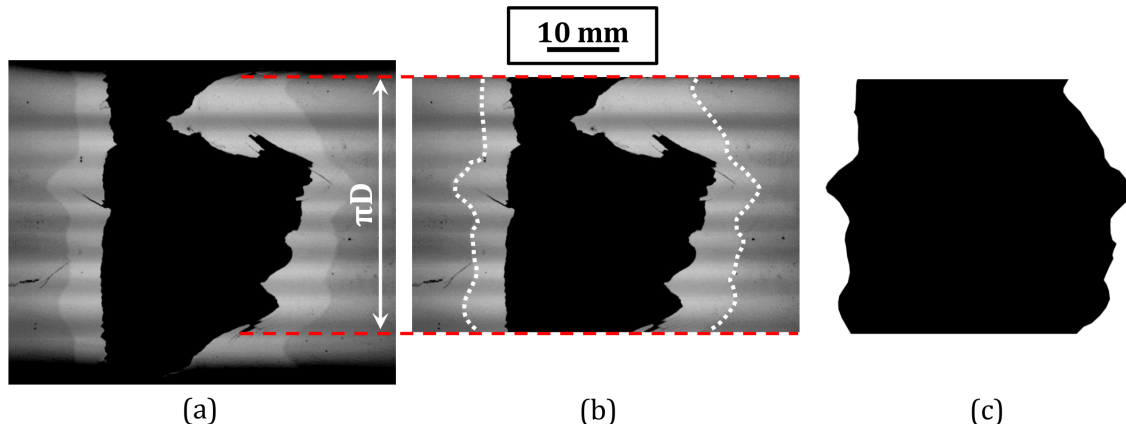
Le microscope optique numérique Keyence® est un outil de microscopie proposant une résolution maximale de 1600x1200 pixels. Il est possible de réaliser des observations, proches d'un microscope optique, à des grossissements de 50 à 2000. Il se distingue des méthodes d'observation usuelles de par sa palette de possibilités de mesure de profil par reconstruction numérique.

Dans notre étude, ce dernier a été peu utilisé, principalement à cause de sa difficulté à capter les nuances de blancs à fort grossissement. Il a principalement été utilisé pour mesurer des profils de rugosité à faible grossissement pendant l'essai de compression *in situ* sur plaque. En effet, le faisceau de rayons X a considérablement noirci la céramique pendant les observations en laminographie.

### II.3.1.d Méthode optique de mesure de la surface délaminée

Après chaque essai ayant entraîné un écaillage ou un délaminage visible, la surface complète de la zone délaminée est photographiée, par rotations successives de l'éprouvette sur un banc constitué de vis de positionnement. La méthode consiste à réaliser des photographies du contour de la zone utile, soit une dizaine de clichés environ. Ces images sont ensuite assemblées sous DoubleTake® et retouchées sous Gimp® afin d'améliorer le contraste entre la zone saine et la zone délaminée, figure II.19(a). Le principe est donc analogue au protocole développé pour l'essai de propagation du délaminage.

L'image obtenue est ensuite découpée suivant une longueur  $\pi D$  égale au périmètre d'une coupe de la zone utile, figure II.19(b). La zone délimitée par les traits blancs, représentant le front de délaminage, est ensuite extraite de manière à obtenir une image binaire, figure II.19(c). Le calcul de la surface délaminée est effectué par l'intermédiaire du logiciel ImageJ®.



**Figure II.19** – Images (a) assemblées révélant le front de délaminage, (b) découpée suivant une longueur  $\pi D$  égale au périmètre d'une coupe de la zone utile, et (c) seuillée afin d'obtenir une zone noire correspondant à la surface délaminée.

### II.3.2 Analyse locale des éprouvettes

Contrairement aux analyses macroscopiques, les analyses locales nécessitent une préparation dépendant du moyen expérimental utilisé. Dans tous les cas, la taille de l'éprouvette impose de réaliser une étape de découpe et de polissage. Dans un premier temps, nous détaillerons donc le protocole commun de préparation de tous les échantillons. Puis, pour chaque moyen expérimental présenté, nous préciserons les méthodes de préparation nécessaires à l'observation.

#### II.3.2.a Préparation des échantillons

La découpe des échantillons est effectuée par tronçonnage des éprouvettes à l'aide d'une scie à fil Well®. Elle permet, contrairement à une tronçonneuse usuelle, de limiter l'échauffement et les contraintes induites par la découpe, et ainsi l'endommagement de la céramique. La découpe est certes plus longue, mais l'intégrité de l'échantillon est préservée, ce qui permet de gagner du temps sur la phase de polissage.

La scie à fil est constituée d'une bobine de fil d'acier tressé de diamètre 0.2 mm sertie de grains de diamant et d'une poulie en roue libre. Le moteur commande la bobine de fil en rotation. Le guidage et la tension du fil sont assurés par la poulie. Le moteur alterne le sens de rotation de la bobine à faible fréquence. La vitesse de coupe est donc extrêmement lente. La vitesse d'avance est également très lente et définie par l'inclinaison de la scie par rapport au plan de travail. Plus l'angle d'inclinaison est élevé, plus la découpe sera rapide mais plus la durée de vie du fil sera réduite.

Les échantillons issus d'éprouvettes FMT sont tronçonnés sur une épaisseur d'environ 10 mm, de manière à conserver une épaisseur après polissage supérieure à 5 mm. Après découpe, les échantillons sont nettoyés à l'alcool en bain à ultrasons et séché sous flux d'air chaud. Ils sont ensuite enrobés avec une résine époxy à froid, choisie pour son faible retrait

pendant la polymérisation. Cette résine possède, de surcroît, l'avantage d'être transparente, ce qui permet de repérer rapidement les zones intéressantes pour l'observation. La polymérisation est considérée complète après 12 h.

Le polissage des échantillons s'effectue en deux phases. En premier lieu, l'échantillon est poli sur des papiers en carbure de silicium  $SiC$  de tailles de grain décroissante afin de réaliser une ébauche de polissage. Cette phase est complète lorsque l'échantillon est plan et que son état de surface ne comporte pas de rayure visible à l'œil. La finition est ensuite effectuée sur des draps de polissage diamantés et lubrifiés dont la taille de grain est également décroissante. On atteint alors une rugosité de surface proche du micron. L'arrêt du polissage doit être validé après observation à l'aide d'une loupe binoculaire. Le nettoyage de l'échantillon se fait en bain d'alcool dans un bac à ultrasons. En cas de pollution sévère, on effectuera au préalable un nettoyage en bain d'acétone.

### II.3.2.b La microscopie optique (MO)

La microscopie optique est utilisée pour observer la microstructure de la sous-couche. Cependant il est nécessaire de révéler les différentes phases constitutives de la sous-couche par attaque chimique, puisque celles-ci ne sont pas différenciables en l'état. L'échantillon est plongé dans une solution de Kalling non diluée pendant quelques secondes. Dans le cas où l'échantillon est relativement grand ou que l'échantillon est mis en place avec des supports métalliques, il peut arriver que l'attaque chimique soit hétérogène. Il est alors judicieux de concentrer les effets de l'attaque chimique dans une zone préférentielle d'observation. Deux solutions sont alors possible :

- i) La première technique consiste à recouvrir de vernis les zones indésirables puis de réaliser l'attaque chimique. Après un rapide nettoyage à l'alcool et une vérification sous loupe binoculaire de la microstructure, le nettoyage de l'échantillon doit se faire en bain d'acétone dans le bac à ultrasons, puis à l'alcool.
- ii) La seconde technique, plus simple, consiste à appliquer l'attaque chimique avec un coton-tige sur la zone d'intérêt. Le nettoyage peut toutefois devenir délicat si des fibres se sont déposés sur l'échantillon.

Les observations en microscopie optique sont ensuite effectuées sur le microscope Zeiss®. Chaque image, d'une résolution de 1360x1024 pixels, est obtenue à un grandissement de 50. Ces paramètres permettent l'observation, avec un niveau de détail correct, de la totalité de la sous-couche et de la zone d'inter-diffusion. Un plus fort grandissement n'est pas conseillé sur ce dispositif, les vibrations dégradant nettement la qualité des clichés.

Les images ainsi obtenues sont assemblées sous DoubleTake® sur une longueur de 2 à 3 mm. Une série de retouches est effectuée sous Gimp®, dans le but de mettre en évidence les éléments de microstructure délimitant les interfaces : l'interface oxyde / sous-couche, le liséré de corindons et l'interface  $\beta / \gamma'$  de la zone d'inter-diffusion.

Cette délimitation nous permet de mesurer des paramètres de microstructure propres à la sous-couche, telle que la fraction surfacique de phase  $\gamma'$  dans la sous-couche externe [Harvey *et al.* 2008] et l'épaisseur de zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$  [Sallot 2012]. Ces mesures sont effectuées sous Matlab®, par l'intermédiaire d'un script de calcul, détaillé à l'annexe C.

### II.3.2.c La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie optique à balayage nécessite l'obtention d'une surface d'échantillon conductrice, reliée électriquement au support amovible du microscope. Si tel n'était pas le cas, l'échantillon commencerait à « charger », *i.e.* il accumulerait localement des électrons. Cela provoquerait une saturation des blancs progressive de l'image. Les échantillons tronçonnés et polis au micron sont positionnés sur un socle en aluminium par l'intermédiaire d'un scotch à base de carbone. De la laque d'argent est ensuite appliquée sur le bord de l'échantillon afin de créer un contact électrique entre la face soumise au faisceau d'électrons et le socle. Après séchage, un dépôt d'*AuPd* est réalisé sous vide primaire sur la face supérieure afin de la rendre conductrice.

Les observations en microscopie électronique sont effectuées sur le MEB LEO®, en mode électrons rétrodiffusés. Elles ont été effectuées à des grossissements de 16 à 3500, suivant les besoins : observation de la microstructure globale, zoom sur un défaut dans une couche, observations du profil de l'oxyde ou faciès de rupture. La résolution maximale de la caméra du microscope est de 1024x768 pixels.

Le microscope électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés permet d'obtenir un contraste chimique de l'échantillon, dépendant du numéro atomique des phases présentes sur l'image. Plus le numéro atomique de la phase est faible, plus la phase apparaîtra sombre. Dans le cas des barrières thermiques, le contraste entre les phases de la sous-couche n'est pas suffisant pour que la différenciation soit évidente. C'est d'ailleurs la principale raison de l'observation de la microstructure de la sous-couche en microscopie optique. Au contraire, le contraste entre les couches de céramique, d'oxyde et la sous-couche est très marqué. Par conséquent, le MEB est idéal pour observer l'évolution microstructurale de la couche d'oxyde.

Concernant les observations du profil de l'oxyde, le grossissement est déterminé en fonction du vieillissement. Dans la plupart des cas, un grossissement de 1500 est suffisant. La seule exception concerne les états très faiblement vieillis, puisque la résolution relativement faible du microscope n'est pas suffisante pour l'observation de la couche d'oxyde. Dans ce cas, le grossissement choisi est de 2000.

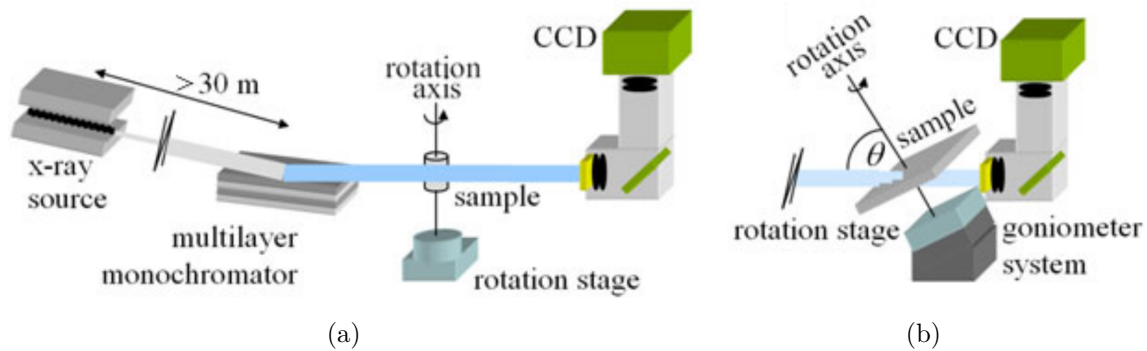
Les observations sont effectuées sur une longueur d'environ 1 mm et les clichés sont ensuite assemblés sous DoubleTake®. La délimitation de l'oxyde avec les autres couches étant nette, il est aisé d'en extraire le profil. Cette opération est effectuée sous Gimp®. L'estimation de l'endommagement de l'interface a également fait partie de l'étude microstructurale. Nous avons essayé d'estimer la fraction linéique endommagée, en utilisant le contraste, beaucoup moins net que précédemment, entre l'oxyde et les pores/fissures. Un script, codé sous

Matlab®, présenté à l'annexe B, nous permet de calculer tous ces paramètres géométriques.

### II.3.2.d Méthodes d'imagerie tridimensionnelles aux rayons X

La technique d'imagerie présentée dans ce paragraphe met en avant les moyens exploités à l'ESRF de Grenoble. Le site dispose du plus puissant et du plus stable des générateurs de rayons X en Europe. Les observations présentées dans cette étude ont été effectuées sur les « beamline<sup>1</sup> » ID15 et ID19.

Les méthodes d'imagerie tridimensionnelles aux rayons X utilisées dans cette étude sont la tomographie, figure II.20(a), et la laminographie aux rayons X, figure II.20(b). Ces deux techniques utilisent les rayons X en transmission pour une rotation complète de l'objet à observer.



**Figure II.20** – Comparaison entre le montage expérimental (a) en tomographie et (b) en laminographie (source : <http://www.esrf.eu>).

La principale différence entre la tomographie et la laminographie est l'inclinaison du support d'échantillon. Cependant, cette différence impose des géométries d'échantillons différentes :

- i) En tomographie, l'angle d'inclinaison est de  $90^\circ$ , ce qui impose de travailler sur des échantillons de faible section et globalement axisymétrique, typiquement des éprouvettes de forme cylindrique. Le rayon maximal de l'échantillon dépend de la puissance du faisceau et du type de matériau observé.
- ii) En laminographie, l'angle entre le faisceau et le plan incliné est compris entre  $25^\circ$  et  $35^\circ$  ( $\theta$  est alors compris entre  $65^\circ$  et  $55^\circ$ ), ce qui impose de travailler sur des échantillons de faible épaisseur, typiquement des plaques. Là encore, l'épaisseur dépend de la puissance du faisceau et du type de matériau observé, mais également de l'inclinaison : plus celle-ci est faible et plus l'épaisseur de l'échantillon doit être faible également.

Dans le cas d'un matériau à base de nickel, l'objet à observer peut mesurer plusieurs millimètres avant que le taux de rayons X transmis soit insuffisant pour une observation.

<sup>1</sup>littéralement « ligne de lumière », est un local où est acheminé une partie du faisceau à rayons X.

Cependant, dans le cas des systèmes barrières thermiques, où la céramique peut mesurer jusqu'à  $200\ \mu\text{m}$ , il est conseillé de ne pas dépasser le millimètre d'épaisseur totale.

La reconstruction des images est effectuée par l'intermédiaire d'un script Matlab®. Compte tenu du temps nécessaire pour chaque reconstruction, elles sont effectuées au Centre des Matériaux. Après reconstruction, il est possible de visualiser la microstructure de notre objet sur un volume maximal d'environ  $1600 \times 1600 \times 1600$  voxels, chaque voxel représentant un cube de  $1,07^3\ \mu\text{m}^3$ .

Cependant, comme chaque image est initialement codée sur 32 bits, un volume reconstruit a une taille d'environ 15 *Go*. Il est donc nécessaire de réduire l'espace disque pris par chaque reconstruction. Un codage des volumes reconstruits en 8 bits permet de diviser par 4 la taille des fichiers résultats. Lors de la compression, un étalement de l'histogramme est effectué en parallèle afin d'optimiser le contraste.

## Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit les moyens expérimentaux, les protocoles d'essais et les mesures effectuées sur les éprouvettes de fatigue mécano-thermique utilisées dans cette étude. Ces éprouvettes subissent, de manière générale, plusieurs étapes regroupant essais et analyses permettant de mesurer des grandeurs caractéristiques de l'essai et de l'endommagement :

- i) Vieillissement de l'éprouvette en fatigue thermique ou mécano-thermique. Les vieillissements sont définis par la température maximale  $T_{max}$ , le temps à haute température du cycle  $t_{HT}$ , le nombre de cycles  $N$  ainsi que la déformation mécanique appliquée à haute température  $\epsilon_m$ .
- ii) Essai de compression jusqu'à écaillage de la céramique, avec mesure de la déformation critique jusqu'à écaillage  $\epsilon_{spall}^{crit}$ . Accès aux déformations locales par corrélation d'images.
- iii) Mesure de la surface délaminée totale induite par l'essai d'écaillage  $S_{propag}^{ini}$ .
- iv) Essai de propagation du délaminage en compression, avec mesure de la déformation critique pour initier la propagation  $\epsilon_{propag}^{crit}$  et suivi *in situ* de la vitesse de propagation  $\Delta S/\Delta \epsilon$ . Accès aux déformations locales par corrélation d'images.
- v) Mesure de la surface délaminée totale induite par l'essai de propagation  $S_{propag}^{fin}$ .
- vi) Découpe et préparation des échantillons.
- vii) Dépôt de laque d'argent et d'*AuPd* sur les échantillons et observations en microscopie électronique à balayage.
- viii) Nettoyage des échantillons, attaque chimique et observations en microscope optique.
- ix) Assemblage des images obtenues en microscopie et mesure des paramètres géométriques de la microstructure : épaisseur moyenne de la couche d'oxyde  $h_{ox}$ , rugosité quadratique de la couche d'oxyde  $R_q$ , fraction linéique délaminée  $f_{del}^l$ , fraction surfacique de phase  $\gamma'$  dans la sous-couche externe  $f_{\gamma'}^s$  et épaisseur moyenne de la zone d'inter-diffusion principalement  $\beta h_{\beta-IDZ}$ .

En complément de ce protocole, nous avons réalisé des essais et des observations spécifiques à une géométrie d'éprouvette. C'est le cas de l'essai de compression *in situ* en lamino-graphie aux rayons X. Nous avons exploré une nouvelle façon d'analyser nos échantillons, au moyen d'observations tridimensionnelles. Nous avons également utilisé la tomographie aux rayons X sur quelques échantillons issus d'éprouvettes FMT. Enfin, le profilomètre nous a permis de réaliser des mesures de rugosité surfaciques sur des échantillons écaillés.

Les tableaux II.2 et II.3 récapitulent les principales caractéristiques des essais, des vieillissements et des méthodes de caractérisation utilisées.

Essais & Vieillissements	Commande	Mesures	Moyens d'observations
Compression jusqu'à écaillage	Déformation	$\epsilon_{spall}^{crit}$	Extensomètre Caméra rapide Caméra CCD
Propagation en compression	Déformation	$\epsilon_{propag}^{crit}$ $S_{del}$ $\Delta S/\Delta\epsilon$	Extensomètre Caméra CCD
Oxydation cyclique	Température	N	
FMT	Température Déformation	N $\sigma_{11}$	Extensomètre Caméra CCD

**Table II.2** – Récapitulatif des caractéristiques et des moyens d'observations utilisés lors des essais.

Moyens d'observations	Mesures	Résolution
Profilomètre AltiSurf®	$R_q^{3D}$	0.25 $\mu\text{m}$
Microscope Optique Keyence®	$R_q^{3D}$	1 $\mu\text{m}$
MEB LEO®	$R_q^{2D}$	0.2 $\mu\text{m}$
	$h_{ox}$	0.2 $\mu\text{m}$
	$f_{del}^l$	5%
Microscope Optique Zeiss®	$f_{\gamma'}^s$ $h_{\beta-IDZ}$	1% 1.5 $\mu\text{m}$
Banc d'observation	$S_{propag}^{ini} / f_{in}^{in}$	20 $\text{mm}^2$
Tomographie RX	$f_{\gamma'}^s$	1%
Laminographie RX	$f_{\gamma'}^s$	2 – 3%

**Table II.3** – Récapitulatif des caractéristiques des moyens d'observations de la micro-structure.





CHAPITRE

III

CARACTÉRISATION DU REVÊTEMENT  
BARRIÈRE THERMIQUE



## Sommaire

<b>Introduction</b> . . . . .	<b>81</b>
<b>III.1 Caractérisation microstructurale de l'endommagement du revêtement barrière thermique</b> . . . . .	<b>83</b>
III.1.1 L'interface entre la sous-couche et la céramique . . . . .	83
III.1.1.a Évolution de l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde . . . . .	83
III.1.1.b Évolution de la rugosité de l'interface . . . . .	88
III.1.1.c Estimation de l'endommagement de l'interface . . . . .	90
III.1.2 La sous-couche . . . . .	93
III.1.2.a La précipitation de phase $\gamma'$ dans la sous-couche externe. . . . .	93
III.1.2.b La transformation de phase $\beta \rightarrow \gamma'$ dans la zone d'interdiffusion. . . . .	95
III.1.3 Conclusion . . . . .	99
<b>III.2 Caractérisation expérimentale de l'adhérence de la céramique</b> . . . . .	<b>100</b>
III.2.1 Les essais de compression jusqu'à écaillage . . . . .	100
III.2.1.a Caractéristiques générales de l'essai . . . . .	100
III.2.1.b Influence des vieillissements thermiques . . . . .	102
III.2.1.c Influence des vieillissements en fatigue mécano-thermique . . . . .	103
III.2.2 Les essais de propagation du délaminage interfacial . . . . .	109
III.2.2.a Caractéristiques générales de l'essai . . . . .	109
III.2.2.b Influence des vieillissements thermiques . . . . .	110
III.2.2.c Influence des vieillissements en fatigue mécano-thermique . . . . .	111
<b>III.3 L'essai de compression <i>in situ</i> en laminographie</b> . . . . .	<b>113</b>
<b>Conclusion</b> . . . . .	<b>118</b>



## Introduction

La caractérisation du revêtement barrière thermique, et notamment de son endommagement, est présentée dans ce chapitre. Cette caractérisation se décompose en deux parties : une caractérisation expérimentale et une caractérisation microstructurale, qui dépendent du chargement thermo-mécanique appliqué à l'éprouvette pendant le vieillissement [Sallot 2012]. L'objectif de ce chapitre est donc de relier les sollicitations thermo-mécaniques appliquées au système barrière thermique à l'évolution de la microstructure du revêtement, représentatives de l'endommagement.

La caractérisation expérimentale du revêtement se base sur l'essai de compression à l'écaillage mis en place au Centre des Matériaux [Guerre 2002] mais également sur un essai de compression pour propager le délaminage interfacial. Chaque essai se distingue par son vieillissement en fatigue thermique ou mécano-thermique préalable. Le temps de vieillissement, aussi appelé « temps cumulé à haute température », correspond au temps total passé sur le palier de plus haute température. Par exemple, un échantillon ayant subi un vieillissement de 1200 cycles de 5 min de temps de palier à une température maximale  $T_{max}$  aura subi un temps de vieillissement,  $t_{HT} = N * t_{palier}$ , de 100 h. Le tableau III.1 regroupe la liste des éprouvettes de type FMT testées et le vieillissement correspondant.

Éprouvette	Type de Vieillessement	Nombre de cycles	Temps passé à 1100 °C (h)	Essai de compression
X6522B_0	Brut	0	0	Non
X7546K	Brut	0	0	Oui
X6522B_1	Fatigue thermique	75	6.25	Non
X6522B_2	Fatigue thermique	200	16.67	Non
X6522A	Fatigue thermique	384	32	Oui
X6522B_3	Fatigue thermique	1200	100	Non
X6522H	Fatigue thermique	1200	100	Oui
X6522C	Fatigue thermique	2000	166.67	Oui
X6522B_4	Fatigue thermique	2400	200	Non
X7664_2C2	Fatigue thermique	947	78.9	<i>in situ</i>
X6447F	FMT En Phase	353	29.4	Non
X6448C	FMT En Phase	1286	107.17	Oui
X6581A	FMT Hors Phase	669	55.75	Oui
X6448D	FMT Hors Phase	1068	89	Oui
X6581G	FMT Complexe	666	55.5	Oui

**Table III.1** – Récapitulatif des vieillissements et des essais de compression jusqu'à écaillage effectués sur des éprouvettes FMT.

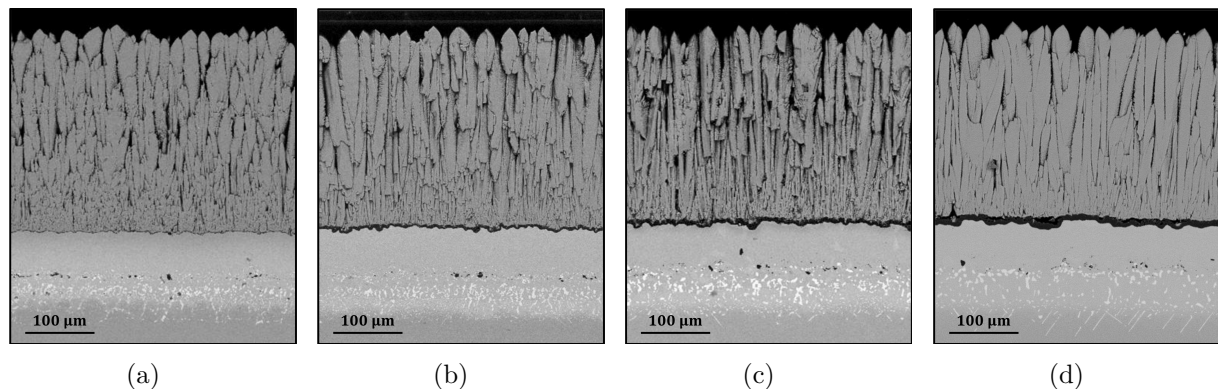
Dans l'optique de la mise en place d'un modèle de durée de vie, l'analyse de la microstructure doit être la plus exhaustive possible. Celle-ci porte principalement sur les effets de l'oxydation, de diffusion et de changement de phase induits par les pré-vieillissements.

Toutes ces mesures sont complétées par une analyse de la morphologie de la couche d'oxyde et de son endommagement.

Ce chapitre s'organise en trois sections. La première présente les mesures relatives à l'étude microstructurale du revêtement barrière thermique ainsi que l'évolution de la morphologie de l'interface, caractéristique des phénomènes de rumpling et de ratcheting décrits dans le chapitre précédent. La deuxième partie de ce chapitre est une synthèse de l'analyse macroscopique propre aux essais de compression. Enfin la dernière partie détaille la mise en place d'un essai original de caractérisation *in situ* du délaminage par laminographie aux rayons X.

### III.1 Caractérisation microstructurale de l'endommagement du revêtement barrière thermique

La caractérisation microstructurale du revêtement barrière thermique correspond à la mesure de paramètres morphologiques et à la mesure des phases en présence, dépendant des vieillissements appliqués. L'objectif est de déterminer des grandeurs dont l'évolution sera significative en fonction des sollicitations, afin de les utiliser comme paramètres d'endommagement. L'évolution de la microstructure en fonction des vieillissements, notamment en fatigue thermique est présentée à la figure III.1.



**Figure III.1** – Micrographies en microscopie électronique à balayage d'un système barrière thermique (a) à l'état de réception et vieillis (b) 384, (c) 1200 et (d) 2000 cycles de 5 min à 1100 °C.

La couche céramique ne semble pas subir de modifications importantes de sa morphologie au cours des vieillissements thermiques appliqués. Les phénomènes de frittage et d'érosion n'ont jamais été observés au cours de notre étude. Cependant, la morphologie de la couche d'oxyde comme les phases en présence dans la sous-couche évoluent de façon remarquable.

#### III.1.1 L'interface entre la sous-couche et la céramique

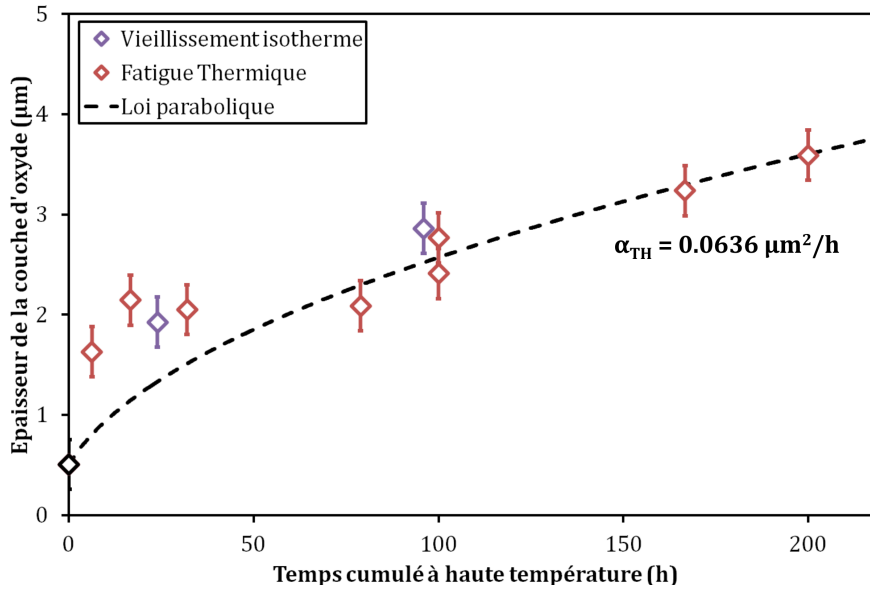
À l'interface entre la sous-couche et la céramique, il se forme lors du dépôt EB-PVD une couche d'alumine pour assurer la liaison de ces deux couches et protéger le système des effets néfastes de l'oxydation. La morphologie de la couche d'oxyde subit de nombreuses évolutions en fonction des vieillissements appliqués au système barrière thermique. Nous axerons les analyses autour de l'évolution de l'épaisseur d'oxyde, de la rugosité de l'oxyde et des défauts d'interface.

##### III.1.1.a Évolution de l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde

D'après Gray, des écaillages de l'oxyde apparaissent sur éprouvettes non revêtues céramique lorsque l'épaisseur d'oxyde atteint une valeur critique [Gray *et al.* 2003]. Ces écaillages



locaux sont la conséquence de l'apparition de fissures dans l'oxyde induites par les pré-  
vieillissements. Il est donc nécessaire de caractériser l'évolution de la couche d'oxyde, no-  
tamment sa dépendance à la température, au temps de vieillissement et au type de vieillisse-  
ment. Dans un premier temps, nous nous intéresserons à l'influence du type de sollicitation,  
isotherme ou en fatigue thermique, figure III.2.



**Figure III.2** – Influence du vieillissement thermique sur l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde pour des essais de vieillissements isothermes réalisés à 1100 °C, et de fatigue thermique pour des cycles entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. La courbe noire correspond à la loi de croissance parabolique présentée à l'équation III.1.

L'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde semble augmenter avec le temps passé à haute température, indépendamment du type de vieillissement, isotherme ou cyclique. Les formulations classiques de loi d'oxydation utilisent un modèle de croissance parabolique. Il est important de noter qu'à l'état de réception des éprouvettes, l'épaisseur de la couche d'oxyde est non nulle, ceci résultant d'une phase de pré-oxydation des éprouvettes durant le dépôt de la céramique. En prenant en compte ce critère, on définit alors la croissance de l'oxyde par la loi parabolique suivante :

$$\frac{dh_{ox}}{dt} = \left( \frac{\alpha_{TH}}{2} \right) \frac{1}{h_{ox}} \quad (\text{III.1})$$

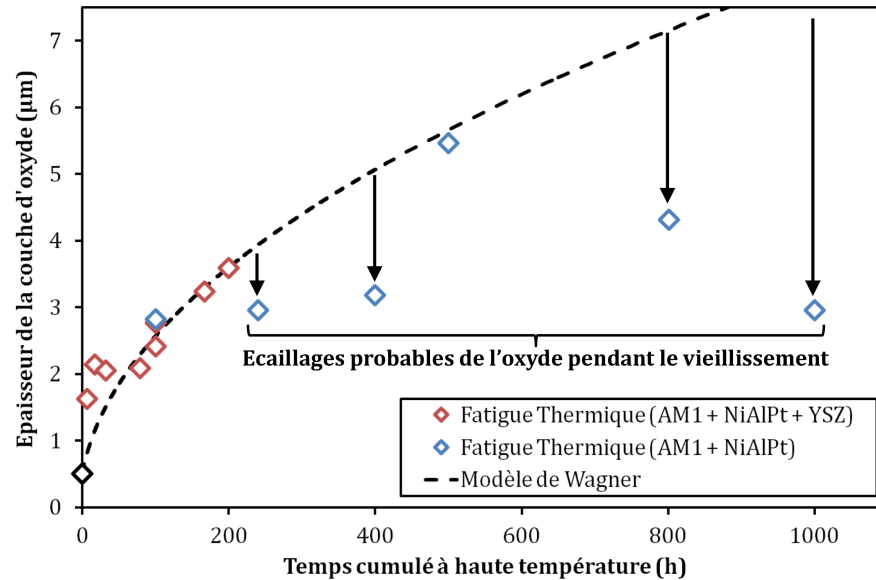
avec  $h_{ox}$  l'épaisseur de la couche d'oxyde,

$\frac{dh_{ox}}{dt}$  la vitesse de croissance de la couche d'oxyde,

$\alpha_{TH}$  un paramètre de croissance dépendant de la température et du matériau. Cette dépendance à la température est généralement décrite par une loi d'Arrhenius.

### Influence de la couche de céramique

La couche de céramique présente la particularité d'être poreuse et perméable à l'air. Il est intéressant de se demander si sa présence modifie la cinétique d'oxydation. Nous avons ainsi comparé nos mesures à celles effectuées par Sallot sur des éprouvettes disposant du même substrat et du même revêtement à l'exception de la céramique III.3 [Sallot 2012]. Les traitements thermiques sont quasi-identiques à l'exception d'une étape de pré-oxydation pour les échantillons revêtus de céramique.



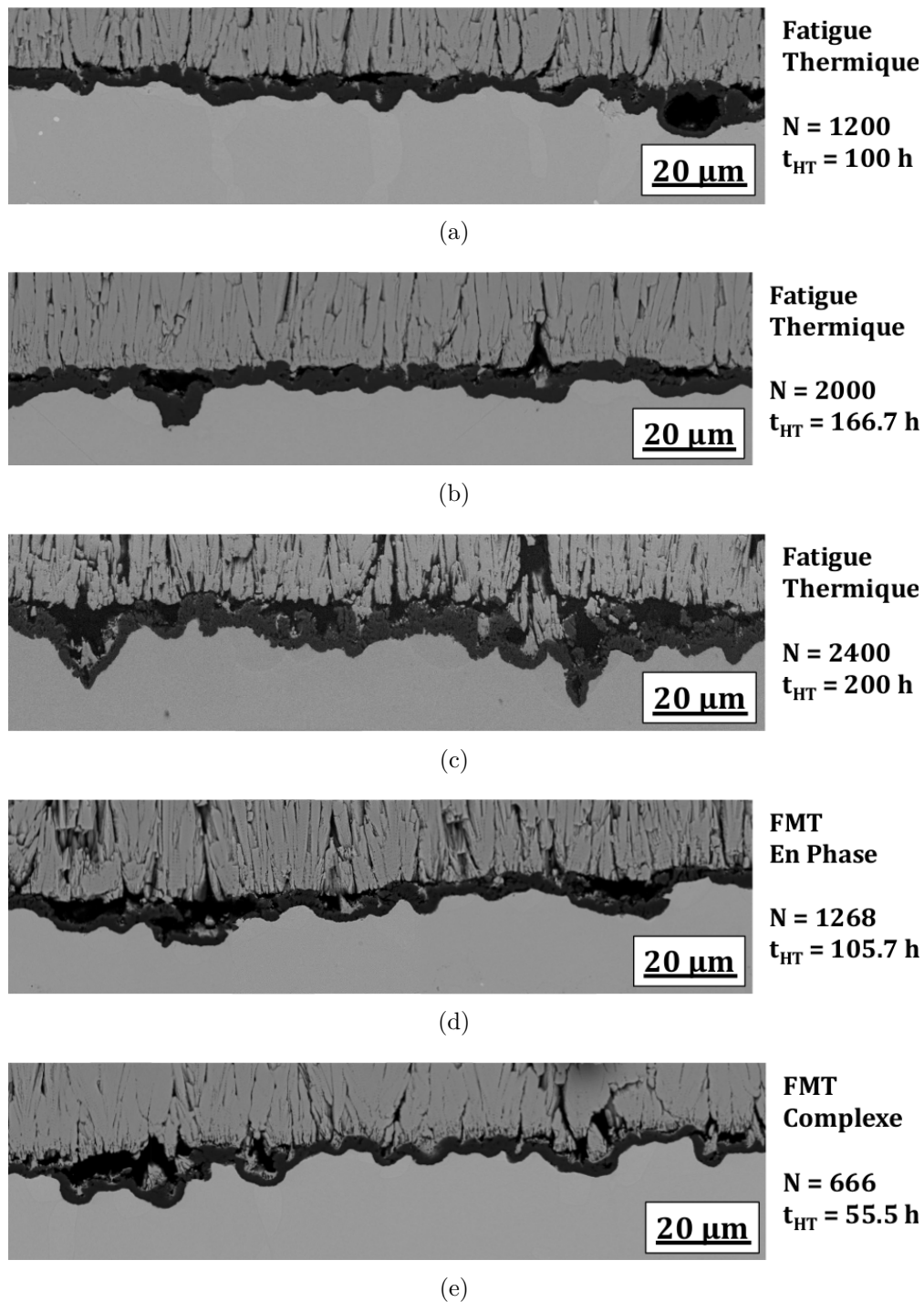
**Figure III.3** – Influence de la présence de céramique sur la croissance de la couche d'oxyde pour des cycles entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

Les mesures effectuées sur les systèmes non revêtus céramique sont extrêmement dispersées. Les mesures qui ne sont pas cohérentes avec la loi de croissance parabolique de l'oxyde correspondent à des échantillons dont le vieillissement est important, *i.e.* supérieur à 200 h à 1100 °C. Il est fort probable que des écaillages d'oxyde aient perturbé les mesures effectuées sur le système dépourvu de céramique. Ces écaillages pendant les vieillissements semblent apparaître à partir d'une épaisseur critique que l'on peut estimer, pour un revêtement *NiAlPt* sur un substrat en AM1, à environ 3  $\mu\text{m}$ .

### Influence des vieillissements en Fatigue Mécano-Thermique

La morphologie générale de la couche d'oxyde induite par un vieillissement en fatigue mécano-thermique, comparativement à un vieillissement en oxydation cyclique est présentée à la figure III.4. Il est important de garder à l'esprit que les temps d'oxydation sont différents.

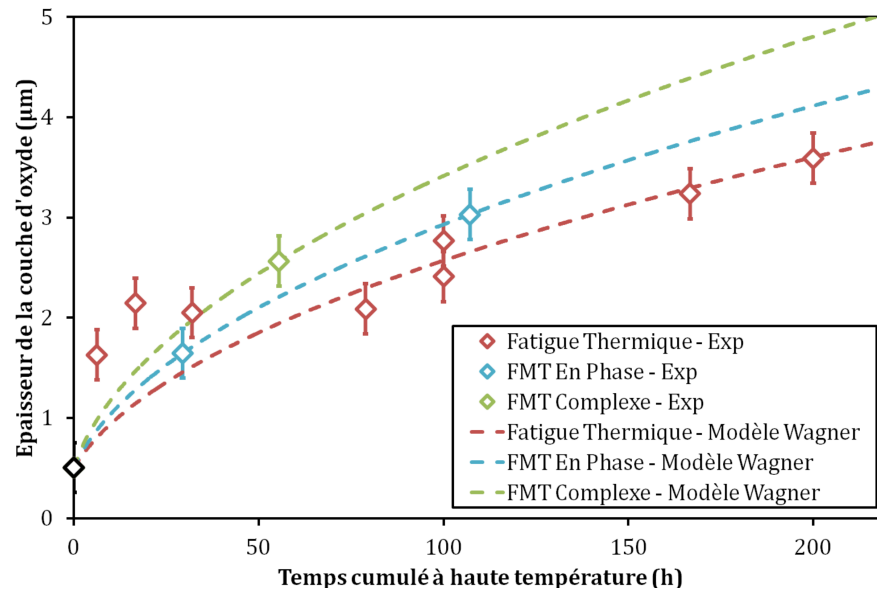
La morphologie de la couche d'oxyde, dans le cas de vieillissements en fatigue mécano-thermique est très différente de celle observée en fatigue thermique. L'endommagement de l'interface sous-couche / céramique, présent sous forme de décohésions locales et de microfissures, est beaucoup plus important pour les vieillissements en fatigue mécano-thermique. De plus, on observe l'apparition de zones où l'oxyde est localement plus épais. Les mesures



**Figure III.4** – Micrographies en microscopie électronique d'un système barrière thermique vieillis (a) 1200 (100 h), (b) 2000 (166.7 h), (c) 2400 (200 h) cycles de 5 min à 1100 °C, (d) 1268 (105.7 h) cycles FMT en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4$  % à 1100 °C) et (e) 666 (55.5 h) cycles FMT complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4$  %  $\leftrightarrow$  +0.2 % à 1100 °C).

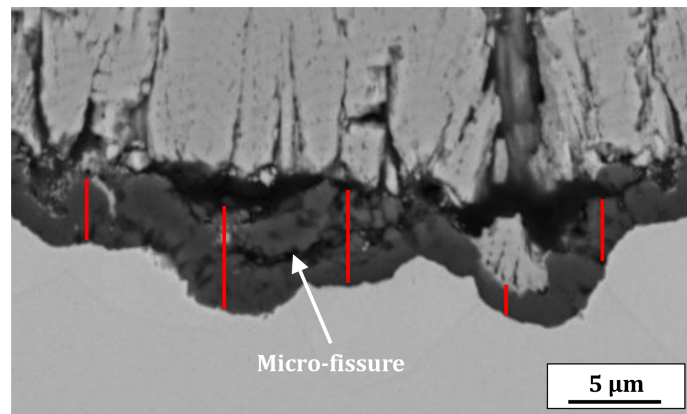
d'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde sont présentées à la figure III.5.

L'épaisseur moyenne de couche d'oxyde est en effet plus importante en fatigue mécano-thermique qu'en fatigue thermique, à temps de vieillissement équivalent. Dans le cas d'essais de fluage, Riallant observe que les épaisseurs d'oxydes sont d'autant plus importantes que la



**Figure III.5** – Évolution de l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$  à 1100 °C).

contrainte de fluage est élevée [Riallant 2014]. Cette augmentation de la vitesse de croissance de l'oxyde peut être expliquée par l'apparition de micro-fissures dans l'oxyde, figure III.6 [Bickard 1998, Guerre 2002, Hille *et al.* 2009] ou par le couplage entre les contraintes (ou les déformations) et la cinétique d'oxydation.



**Figure III.6** – Observation en microscopie électronique de micro-fissures dans l'oxyde pour un échantillon ayant subi un vieillissement de fatigue mécano-thermique en phase. Mise en évidence des épaisseurs locales d'oxyde par des traits verticaux rouges.

La cinétique de croissance de la couche d'oxyde à proximité de ces fissures est réinitialisée, provoquant une augmentation locale de son épaisseur, et impactant *de facto* l'épaisseur moyenne. Nous avons décrit l'influence du chargement sur la vitesse de croissance de l'épaisseur moyenne de l'oxyde par une modification du coefficient d'oxydation  $\alpha_{TH}$  de l'équa-

tion III.1, tableau III.2.

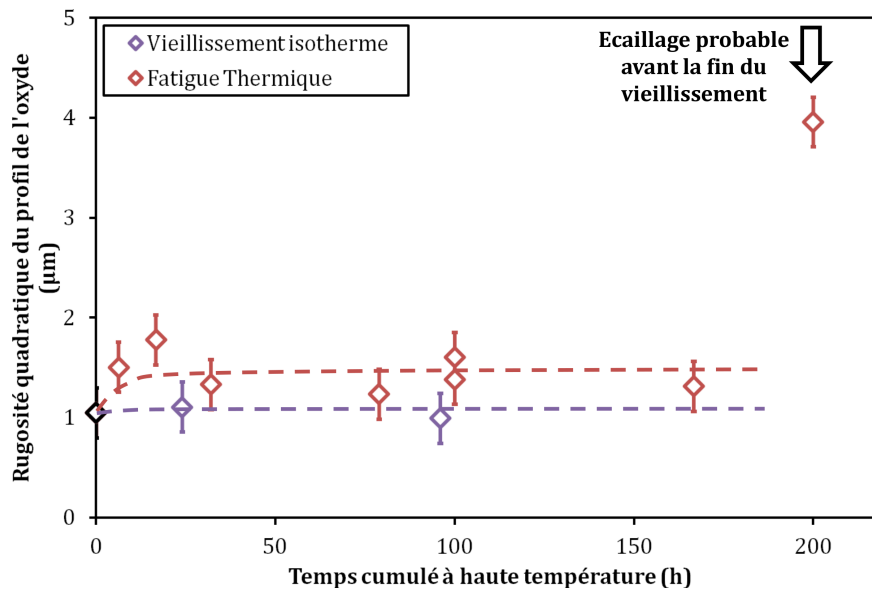
Vieillessement	$\alpha_{TH} (\mu\text{m}^2/\text{h})$
Fatigue Thermique	63.6e-3
FMT En Phase	83.4e-3
FMT Complexe	114.2e-3

**Table III.2** – Estimation des coefficients d’oxydation  $\alpha_{TH}$  pour les vieillissements en fatigue thermique et en fatigue mécano-thermique en phase et complexe.

L’essai d’écaillage a provoqué la rupture de l’intégralité de la zone utile pour les deux éprouvettes ayant subi un vieillissement en fatigue mécano-thermique hors phase. La mesure d’épaisseur d’oxyde n’a, par conséquent, pas pu être effectuée.

### III.1.1.b Évolution de la rugosité de l’interface

La couche d’oxyde est initialement relativement lisse car le procédé de dépôt présente une phase de sablage. Malgré cette précaution, elle présente des aspérités locales, qui creusent la sous-couche, dont l’amplitude augmente avec le nombre de cycles de vieillissement. Ce phénomène, communément appelé ratcheting, est induit par les phases de refroidissement du système barrière thermique [Evans *et al.* 2001]. Une analyse de la rugosité, figure III.7, semble donc indiquée pour décrire ce phénomène.



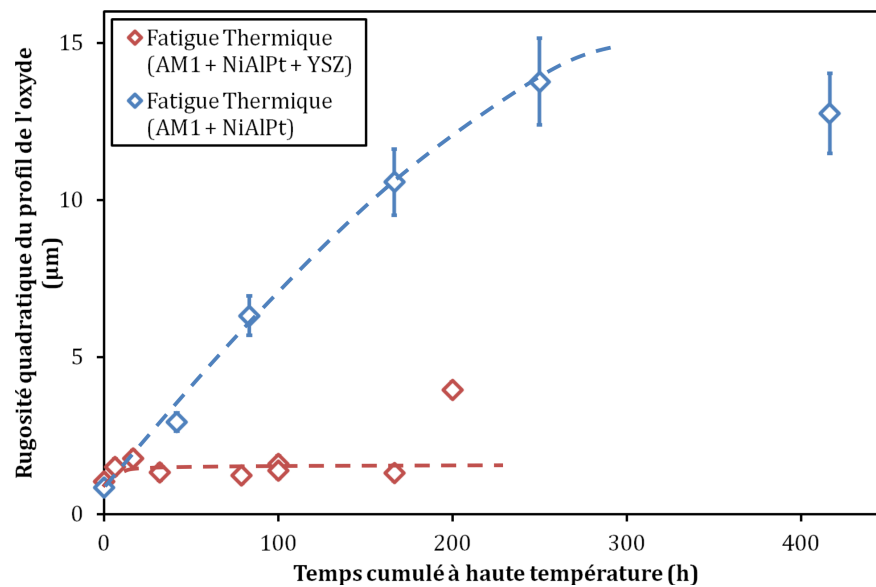
**Figure III.7** – Évolution de la rugosité  $R_q$  du profil moyen de la couche d’oxyde en fonction du temps cumulé à haute température pour des vieillissements isothermes à 1100 °C et cycliques entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

Le type de vieillissement, isotherme ou cyclique, a une influence sur la rugosité de l’interface. Le vieillissement isotherme ne la modifie quasiment pas, tandis que le vieillissement

cyclique a provoqué son augmentation jusqu'à une valeur qui semble saturer aux alentours de  $1.5 \mu\text{m}$ . L'aspect très local des aspérités est alors peu retranscrit par la mesure de la rugosité moyenne.

### Influence de la couche de céramique

Le point qui correspond au temps le plus élevé a été mesuré sur un échantillon ayant probablement écaillé au four. La rugosité de cet échantillon est très nettement supérieure à la saturation précédemment observée. La céramique semble limiter l'accentuation de la rugosité due à la fatigue thermique. Nous avons comparé nos mesures à celle de Sallot [Sallot 2012] afin d'estimer dans quelle mesure la céramique limite la déformation de la couche d'oxyde, figure III.8.



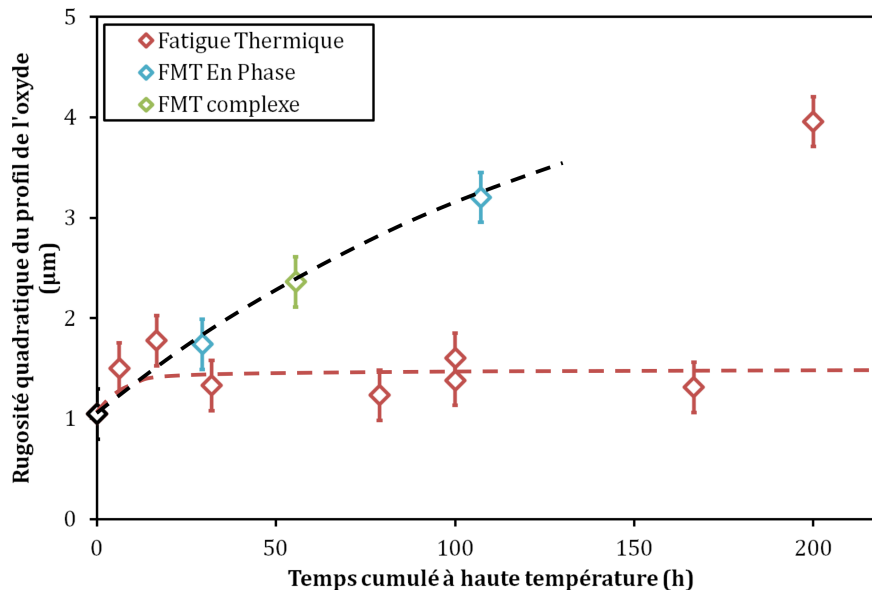
**Figure III.8** – Évolution de la rugosité  $R_q$  sur des éprouvettes revêtues et non revêtues céramique, pour des vieillissements thermiques cycliques entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

Dans le cas d'un système sans revêtement céramique, la rugosité de l'interface augmente rapidement jusqu'à la dizaine de microns, ce qui met en évidence l'effet de confinement de la couche de céramique sur l'accentuation de la rugosité.

### Influence des vieillissements en Fatigue Mécano-Thermique

Les mesures de rugosité sur éprouvettes ayant subi des vieillissements en Fatigue Mécano-Thermique sont présentées à la figure III.9.

La rugosité moyenne des échantillons pré-vieillis en fatigue mécano-thermique est plus élevée que celle des échantillons pré-vieillis en fatigue thermique. Il est probable que cette élévation de rugosité soit due au phénomène de ratcheting, qui apparaîtrait à un stade beaucoup plus avancé qu'en fatigue thermique compte tenu de l'endommagement de l'interface.



**Figure III.9** – Évolution de la rugosité quadratique  $R_q$  de la couche d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4 \%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \%$   $\leftrightarrow$   $+0.2 \%$  à 1100 °C).

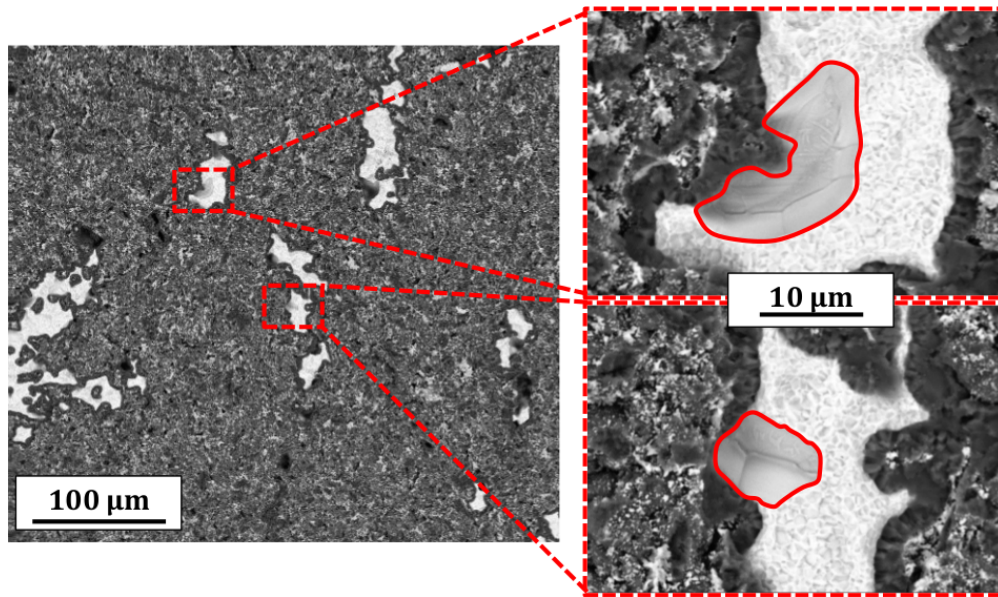
- i) Lors d'un vieillissement thermique, la croissance de l'oxyde est volumique. On estime la déformation linéique engendrée par la croissance de l'oxyde lors d'un cycle de fatigue thermique à environ 0.5 % [Evans 2011].
- ii) Comme le montre la figure III.4, l'endommagement de l'interface sous-couche / céramique semble plus important pour des vieillissements en fatigue mécano-thermique.

Ces deux effets se traduisent par l'apparition de fortes ondulations locales de l'interface, typique du ratcheting. L'augmentation de la rugosité moyenne est donc probablement similaire à ce qui a été observé lors de l'introduction d'un écaillage par choc laser : on retrouve une accélération de l'augmentation de rugosité comparable à celle observée sans confinement de l'oxyde par la céramique dès lors que des décohésions locales suffisamment étendues (de l'ordre de la dizaine de microns) sont présentes.

### III.1.1.c Estimation de l'endommagement de l'interface

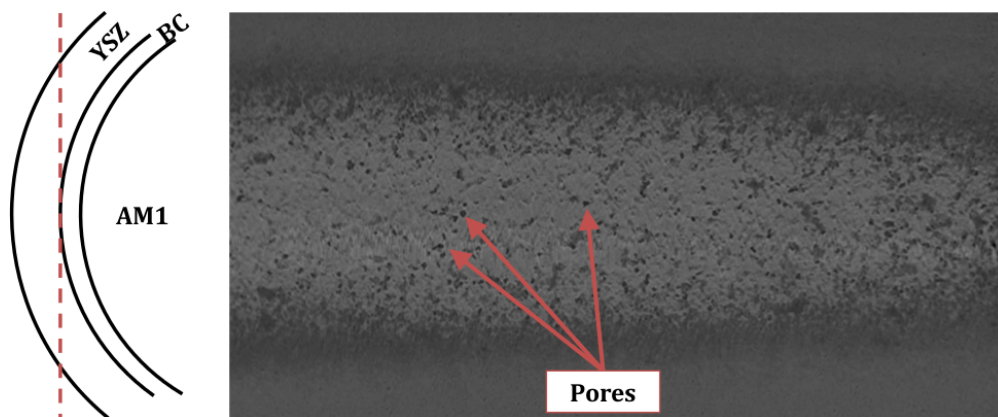
L'endommagement de l'interface peut être décomposé en deux grandes familles : les porosités et les fissures. Les porosités sont le résultat de la création de lacunes, probablement induite par les différences de diffusivité entre le nickel et l'aluminium dans la sous-couche [Suo *et al.* 2003]. L'oxydation favorise la nucléation, la croissance et la coalescence de ces lacunes pour créer des porosités principalement situées à l'interface oxyde / sous-couche [Remy *et al.* 2014], figure III.10.

Ces porosités ont pour principal effet de réduire la surface adhérente entre l'oxyde et la



**Figure III.10** – Pores à l’interface entre l’oxyde et la sous-couche, observés sur un faciès après rupture par écaillage. L’éprouvette a été préalablement vieillie 2000 cycles de 5 min à 1100 °C.

sous-couche. Bien que leur apparition ait été réduite en diminuant la teneur en soufre du substrat, nous constatons toujours leur présence [Courcier 2009]. La tomographie permet de visualiser efficacement les porosités puisqu’elles sont généralement homogènes et de taille suffisante compte tenu de la résolution du dispositif, figure III.11.



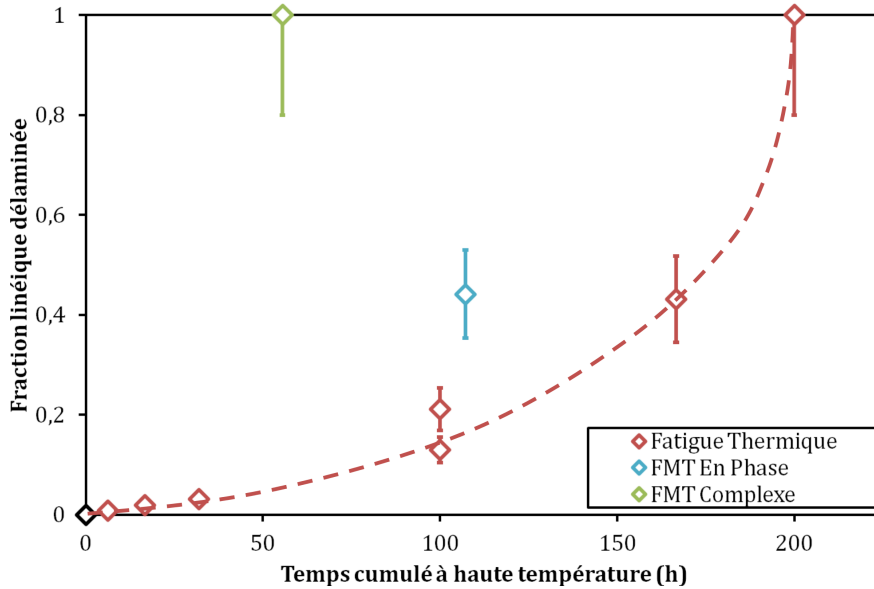
**Figure III.11** – Coupe, dans un plan tangent à l’interface, d’une reconstruction en tomographie d’un système barrière thermique ayant subi un pré-vieillessement de 1200 cycles de 5 min à 1100 °C. Les points noirs représentent des porosités sur lesquelles un oxyde d’alumine s’est formé.

Les fissures sont la deuxième grande famille de défauts d’interfaces. Dans le cas de la fatigue thermique, l’amorçage et la propagation de fissures sont majoritairement dues aux contraintes de cisaillement de l’interface induites par les désaccords dilatométriques entre couches.

Dans le but de quantifier l’endommagement de l’interface, nous avons mesuré, à partir de



nos observations en microscopie électronique à balayage, les longueurs projetées de chaque défauts d'adhérence de l'interface. Nous n'avons pas pris en compte la courbure de l'éprouvette puisque l'analyse est effectuée sur une zone inférieure à 1 mm, alors supposée quasi-plane. La longueur totale de fissure rapportée à la longueur totale projetée définit la proportion linéique délaminée sans distinction entre pores et fissures. Ce calcul, effectué à l'aide d'un script Matlab®, pour tous les vieillissements, figure III.12, est présenté à l'annexe B.



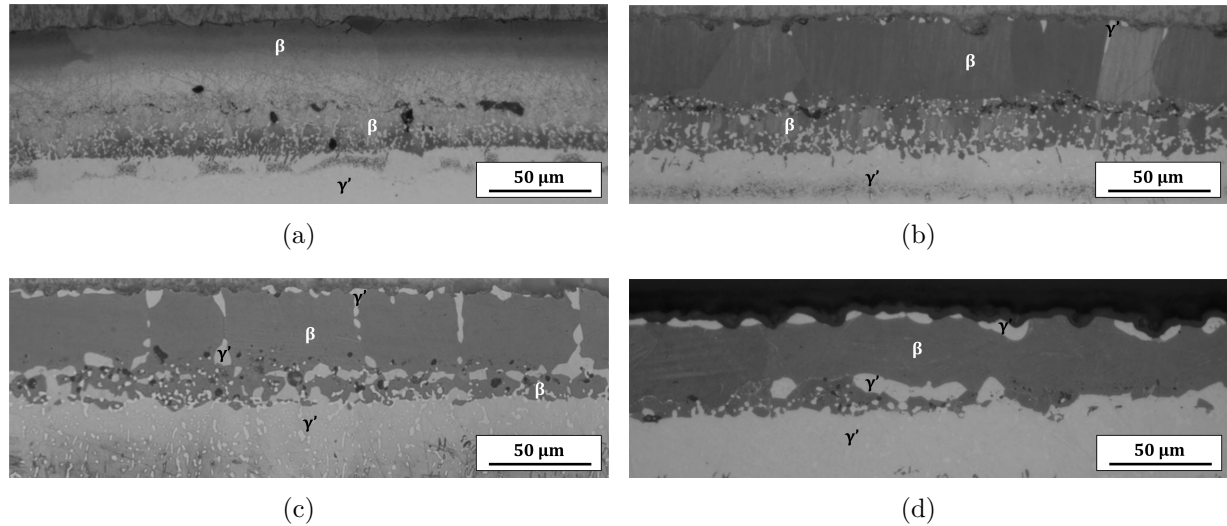
**Figure III.12** – Évolution de la fraction linéique d'interface délaminée en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$  à 1100 °C).

Il est important de noter que, dans la plupart des cas, un essai de compression uniaxiale a provoqué un écaillage local de la céramique. Afin de limiter les effets de l'endommagement induit par cette compression, les observations de l'état d'endommagement de l'interface ont été effectuées dans des zones non délaminées, les plus proches possible du centre de la zone utile de l'éprouvette. Par exemple, pour un vieillissement en fatigue thermique de 100 h, nous constatons la présence de deux mesures : la plus élevée correspond à un échantillon qui a subi l'essai de compression, tandis que le second a été effectuée sur un échantillon qui n'a pas subi d'essai mécanique. Dans le cas d'écaillages au cours du vieillissement, la fraction linéique délaminée a été automatiquement prise égale à 1.

Plus le taux de défauts d'interface est élevé, plus l'endommagement induit par un cycle de vieillissement sera important. Nous constatons également une forte influence du chargement mécanique puisque les éprouvettes ayant subi des vieillissements en fatigue mécano-thermique sont beaucoup plus endommagées, comparativement à un vieillissement en fatigue thermique.

### III.1.2 La sous-couche

L'interface entre la sous-couche et le substrat fait place à une zone d'inter-diffusion des éléments d'alliage qui évolue avec le vieillissement, figure III.13.



**Figure III.13** – Microscopie optique d'un système barrière thermique (a) à l'état de réception et vieillis (b) 384, (c) 1200 et (d) 2000 cycles de 5 min à 1100 °C. Les zones les plus claires de la sous-couche externe correspondent à la phase  $\gamma'$ , les zones gris foncé à la phase  $\beta$ . Les points noirs sont des résidus de sablage aux corindons.

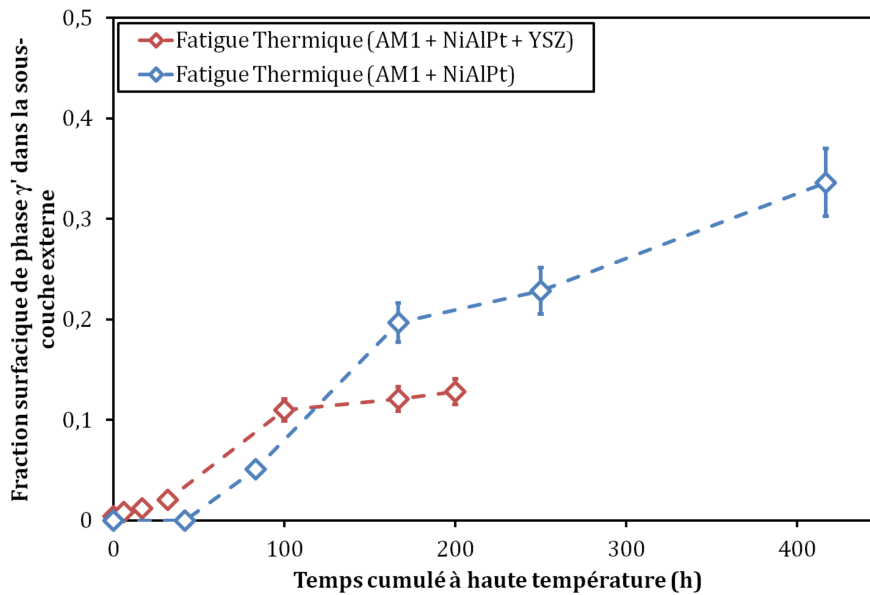
Le nickel du substrat migre vers la sous-couche tandis que l'aluminium migre de la sous-couche vers le substrat. Un flux supplémentaire d'aluminium lié à l'oxydation, appauvrit d'autant plus la sous-couche en aluminium, pour former de l'alumine à la surface de la sous-couche, *i.e.* à l'interface sous-couche / céramique. Cet appauvrissement en aluminium de la sous-couche combiné à la nécessité de conserver un équilibre chimique dans le système contribuent à la transformation de la phase  $\beta - NiAl$  en phase  $\gamma' - Ni_3Al$  dans la sous-couche [Stiger *et al.* 1999].

Ces transformations de phase sont matérialisées par l'apparition de la phase  $\gamma'$  dans la sous-couche externe à proximité des joints de grains initialement  $\beta$  et de l'interface sous-couche / oxyde, ainsi que par la disparition progressive de phase  $\beta$  dans la zone d'inter-diffusion. L'analyse de ces transformations de phase en fonction du vieillissement nous sera très utile dans notre recherche d'indicateurs fiables de l'endommagement des revêtements barrières thermiques.

#### III.1.2.a La précipitation de phase $\gamma'$ dans la sous-couche externe.

L'apparition de précipités de phase  $\gamma'$  dans la sous-couche externe a été observée pour des vieillissements en fatigue thermique sur des éprouvettes en AM1 revêtues  $NiAlPt$  [Rémy 2003, Harvey *et al.* 2008, Sallot 2012]. Ils sont généralement localisés aux joints de grains de la

sous-couche externe et à l'interface avec l'oxyde. Nous avons mesuré, par analyse d'images, la fraction de phase transformée dans la sous-couche, figure III.14, à l'aide d'un script Matlab® présenté à l'annexe C.



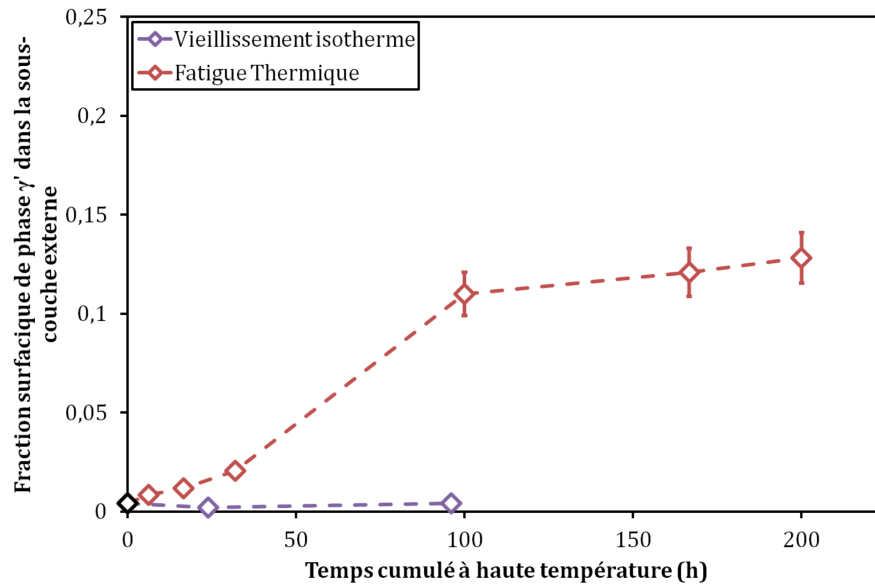
**Figure III.14** – Évolution de la fraction de phase  $\gamma'$  présente dans la sous-couche externe en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

La fraction surfacique de phase  $\gamma'$  dans la sous-couche externe augmente avec le vieillissement thermique cyclique [Darzens *et al.* 2003]. Contrairement aux mesures sur systèmes non revêtus, nous sommes capables de mesurer une faible proportion de phase transformée aux temps courts. De plus, nous observons une saturation de la transformation de phase dans le cas de système revêtus céramique, qui ne semble pas apparaître sur les systèmes non revêtus. Nous avons ensuite observé l'influence d'un vieillissement isotherme sur la précipitation, figure III.15.

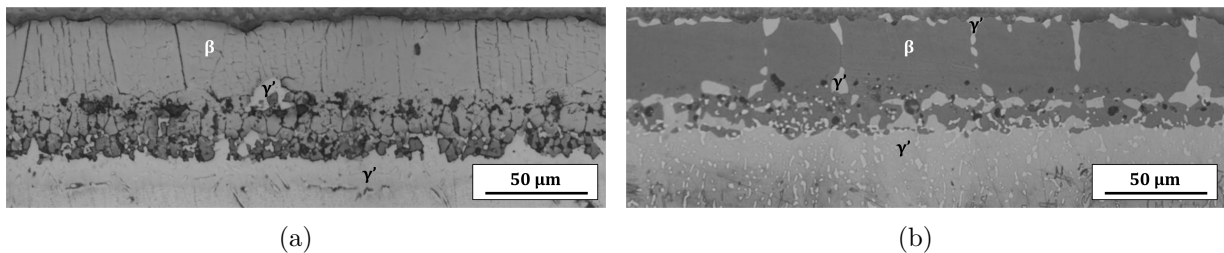
Nous constatons que, pour les éprouvettes ayant subi des vieillissements isothermes, la sous-couche est quasi exempte de phase  $\gamma'$ . Afin d'expliquer ce phénomène, des micrographies en microscopie optique ont été effectuées sur des échantillons dont les temps de vieillissement sont comparables, figure III.16.

Dans le cas d'un vieillissement isotherme, la précipitation existe mais elle est extrêmement rare, pour les durées d'oxydation analysées. Sallot a mis en évidence une différence sur la localisation de la transformation de phase [Sallot 2012]. En régime isotherme, le front de transformation se propage du substrat vers la surface, tandis qu'en régime anisotherme, la transformation se traduit principalement par de la précipitation aux joints de grains et à l'interface sous-couche / oxyde.

Les régimes transitoires de température ont donc une influence sur la précipitation. Il est intéressant de se demander si, par conséquent, un chargement mécanique a également une



**Figure III.15** – Évolution de la fraction de phase  $\gamma'$  présente dans la sous-couche externe pour des vieillissements isothermes à 1100 °C et en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.



**Figure III.16** – Micrographies en microscopie optique d'échantillons vieillissants (a) 96 h à 1100 °C et (b) 1200 cycles de 5 min (100 h) à 1100 °C.

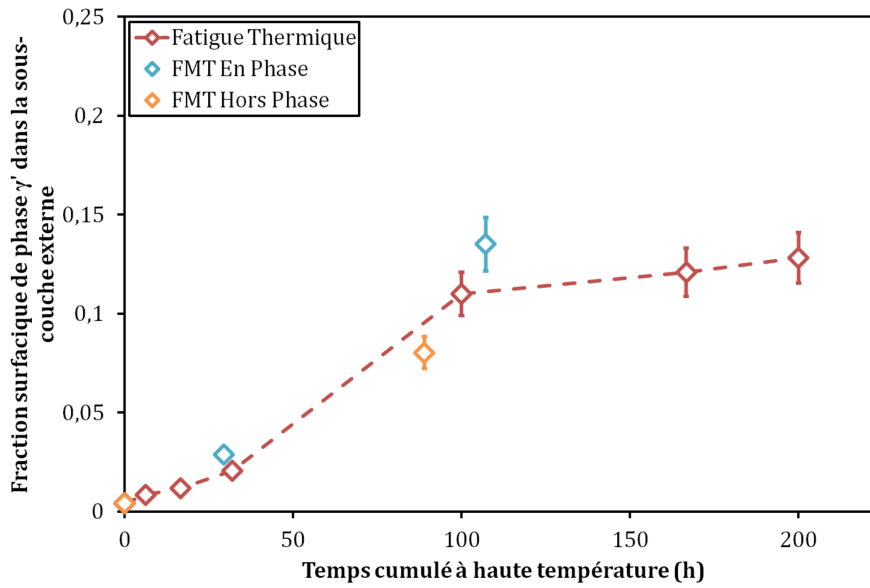
influence, figure III.17.

Nous n'observons pas d'influence remarquable de la déformation imposée à haute température sur la fraction surfacique de phase  $\gamma'$  transformée dans la sous-couche externe. Au contraire, Sallot observe une influence de la contrainte sur la transformation de phase [Sallot 2012]. Toutefois, les niveaux d'endommagement entre les deux études ne sont pas comparables.

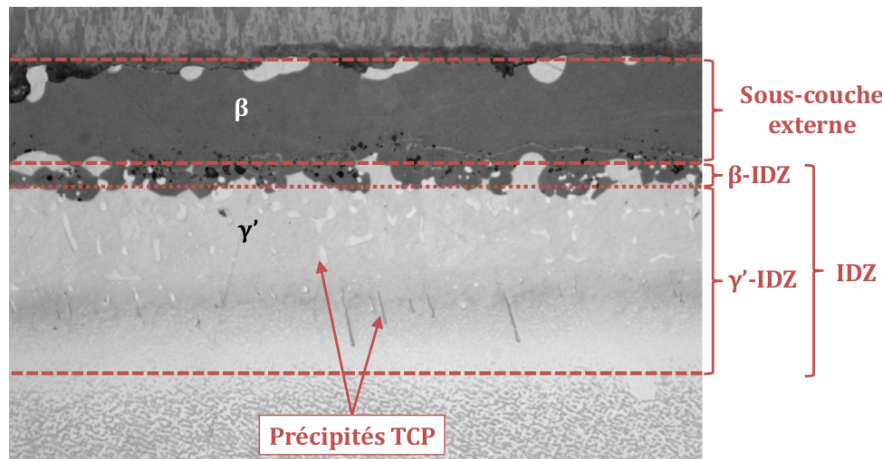
### III.1.2.b La transformation de phase $\beta \rightarrow \gamma'$ dans la zone d'inter-diffusion.

La transformation de phase  $\beta \rightarrow \gamma'$  dans la zone d'inter-diffusion se caractérise par l'avancée d'un front de transformation du substrat vers le revêtement. La zone d'inter-diffusion a été définie, dans le premier chapitre, comme la zone comprise entre la mise en radeau de la phase  $\gamma'$  du substrat [Le Graverend 2013] et les résidus de sablage aux corindons, figure III.18.

La zone d'inter-diffusion est la zone située entre le substrat  $\gamma/\gamma'$  et la sous-couche externe



**Figure III.17** – Évolution de la fraction de phase  $\gamma'$  dans la sous-couche externe en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C) et hors phase ( $\epsilon_{11} = -0.4\%$  à 1100 °C).



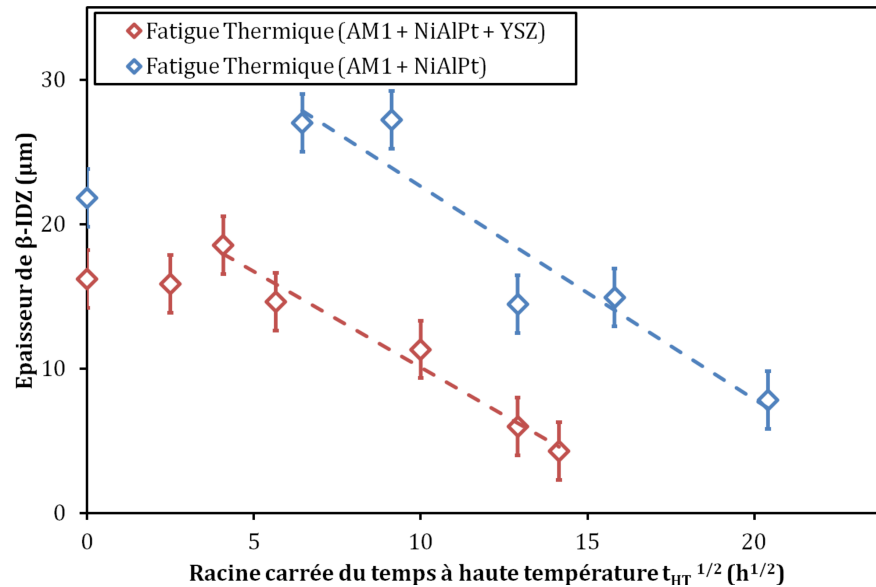
**Figure III.18** – Observation en microscopie optique de la zone d’inter-diffusion d’un échantillon ayant subi un vieillissement en fatigue thermique de 2400 cycles de 5 min à 1100 °C.

du revêtement. L’épaisseur de la partie de cette zone qui est principalement composée de phase  $\beta$ , correspond à la distance entre les résidus de corindon et l’interface moyenne entre les phases  $\beta$  et  $\gamma'$  [Sallot 2012]. Sallot présente ses résultats en fonction de la racine carrée du temps à haute température, figure III.19, en supposant que sa décroissance est régie par des mécanismes diffusionnels [Sallot 2012].

$$W_{\beta-IDZ} = W_0 - \sqrt{D_{eff}.t_{HT}} \quad (III.2)$$

avec  $D_{eff}$  le coefficient de décroissance de l'épaisseur de zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$ ,

$W_0$  un paramètre du modèle homogène à une épaisseur.



**Figure III.19** – Évolution de l'épaisseur de la zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$  en fonction du temps cumulé à haute température pour des éprouvettes revêtues et non revêtues céramique, vieillies en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

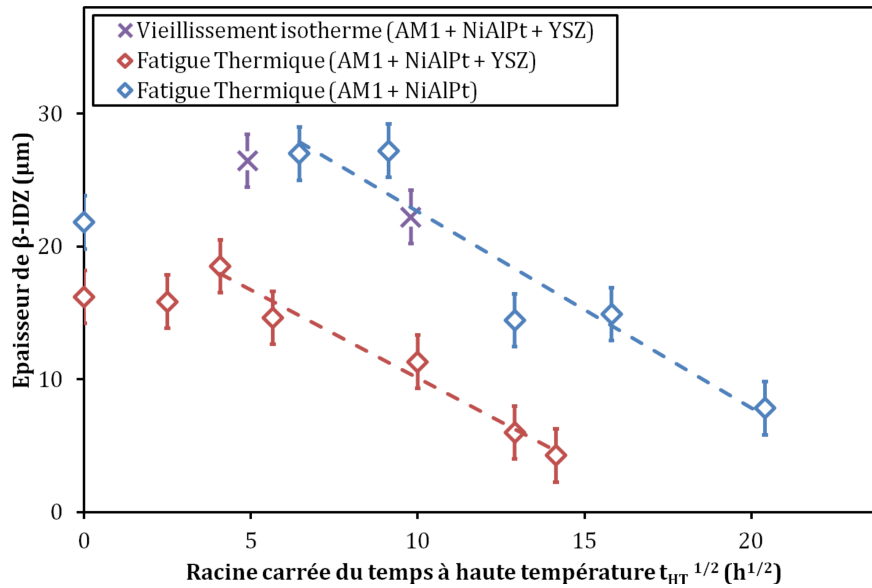
Dans les deux configurations, nous observons que la décroissance n'est pas immédiate puisque la zone voit d'abord son épaisseur croître, pendant une période de stabilisation chimique [Pedraza *et al.* 2006]. Malgré les différences de mesures entre les deux configurations, les cinétiques de décroissance de l'épaisseur de  $\beta$ -IDZ semblent cohérentes. La différence de mesure est présente à tous les moments du vieillissement, même à l'état initial, ce qui suggère soit une influence de la céramique, soit une différence sur l'épaisseur initiale de dépôt de sous-couche. Sallot constate également que la décroissance de cette zone est thermiquement activée et il propose une formulation de cette décroissance [Sallot 2012].

$$D_{eff} = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R.T}\right) \quad (\text{III.3})$$

Voyons maintenant l'influence d'un vieillissement isotherme, figure III.20.

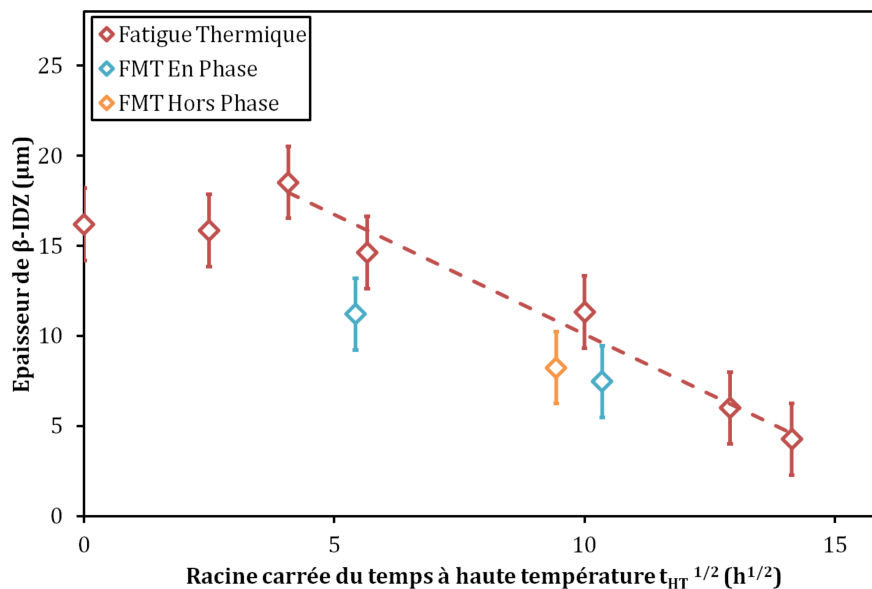
Le faible nombre de mesures sur éprouvettes vieillies en oxydation isotherme ne permet pas de conclure sur la décroissance de l'épaisseur de la zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$ . Toutefois, nous constatons que les mesures en oxydation isotherme sur systèmes revêtus sont du même ordre de grandeur que celles effectuées sur les éprouvettes non revêtues de l'étude de Sallot. Il est donc probable que les différences de mesures soient dues à la variabilité du procédé de dépôt, et notamment à l'épaisseur initiale de sous-couche.

L'influence des vieillissements en fatigue mécano-thermique est présentée à la figure III.21.



**Figure III.20** – Évolution de l'épaisseur de la zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$  en fonction du temps cumulé à haute température pour des éprouvettes revêtues et non revêtues céramique, vieilles par oxydation isotherme à 1100 °C et en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

Sallot avait observé une influence du chargement sur la cinétique de décroissance de l'épaisseur de zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$ .



**Figure III.21** – Évolution de l'épaisseur de la zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$  en fonction du temps cumulé à haute température pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C) et hors phase ( $\epsilon_{11} = -0.4\%$  à 1100 °C).

L'épaisseur de zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$  est toujours plus faible pour les vieillissements en fatigue mécano-thermique que pour les vieillissements en fatigue ther-

mique. La décroissance est donc accélérée par la composante mécanique du chargement. Cependant, le faible nombre de points de mesure ne permet pas de conclure sur la cinétique de décroissance.

### III.1.3 Conclusion

L'analyse de la microstructure a permis de caractériser l'endommagement du revêtement barrière thermique en fonction des divers chargements thermiques ou mécano-thermiques étudiés. Nous avons ainsi pu étudier l'évolution de paramètres géométriques mesurables sur la couche d'oxyde ainsi que la sous-couche.

Certains de ces paramètres n'ont pas pu être mesurés sur toutes les configurations de vieillissement possible. Par exemple, il est impossible de mesurer, de manière fiable, une épaisseur d'oxyde sur des éprouvettes écaillées. Il est donc assez peu rigoureux de baser une analyse microstructurale à partir d'épaisseurs d'oxydes sur des éprouvettes sans céramique. Sallot a d'ailleurs axé son analyse sur la sous-couche, et notamment l'épaisseur de zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$  [Sallot 2012]. Cependant, nous avons remarqué une forte incertitude concernant l'état initial du revêtement, ce qui ne permet pas de modéliser de manière fiable son évolution. L'évolution de la fraction de phase transformée dans la sous-couche n'est également pas idéale pour caractériser l'endommagement car aucune influence nette du chargement n'est mise en évidence. Cela est probablement dû au fait que la transformation de phase est encore trop faible pour les durées de vie considérées.

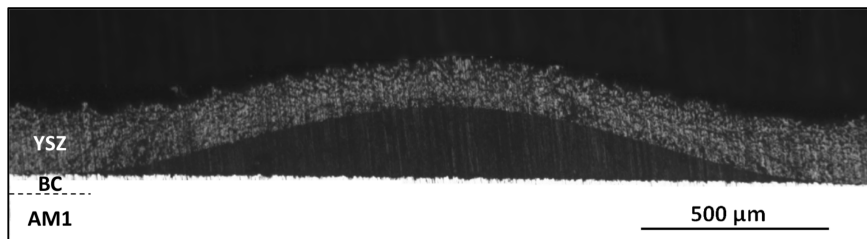
Les mesures les plus fiables pour caractériser l'endommagement sont donc l'épaisseur d'oxyde et la fraction linéique de défauts d'interface, bien que celle-ci soit majoritairement effectuée après les essais de compression. Ces deux paramètres peuvent être aisément décrits par des relations classiques d'oxydation et de fissuration. La rugosité est, par contre, difficilement exploitable car elle varie peu tant que l'interface n'est pas endommagée, ce qui ne permet pas de traduire une dépendance au cyclage thermique, que l'on sait pourtant critique.



## III.2 Caractérisation expérimentale de l'adhérence de la céramique

### III.2.1 Les essais de compression jusqu'à écaillage

Diverses études précédentes menées au Centre des Matériaux [Guerre 2002, Harvey *et al.* 2008, Courcier 2009, Chieux 2010] ont utilisé des essais de compression uniaxiale sur des éprouvettes préalablement vieilles afin de caractériser l'adhérence du revêtement, en mesurant une valeur de déformation critique menant à l'écaillage macroscopique de la couche de céramique. Ces essais mécaniques permettent de reproduire efficacement la ruine par délaminage, flambage puis écaillage, généralement attribuée aux déformations de compression dans la couche céramique, induites par les désaccords dilatométriques entre couches. L'écaillage de la céramique est généralement précédé par l'apparition d'une cloque de flambage, figure III.22.



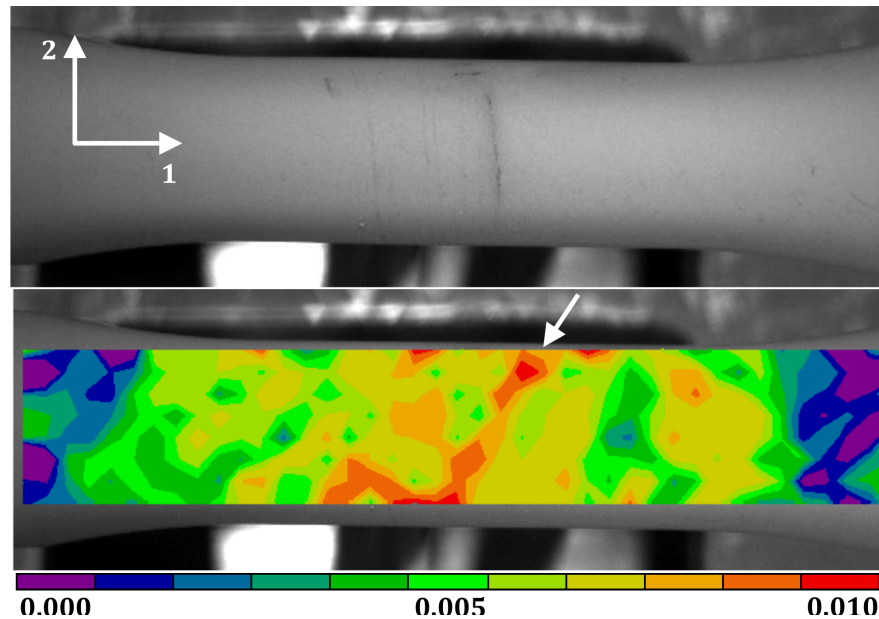
**Figure III.22** – Coupe transverse en microscopie optique d'une cloque de flambage induite par un essai de compression.

Il faut noter que les géométries des éprouvettes ne sont pas identiques pour toutes les études citées précédemment. De plus, un changement de procédé de fabrication du substrat impactant très nettement la durée de vie du revêtement a été opéré pendant celles-ci : la proportion de soufre dans le substrat a été nettement abaissée, diminuant sa ségrégation à l'interface et, par conséquent, la formation de porosités à l'interface sous-couche / oxyde [Bickard 1998, Guerre 2002, Rouzou *et al.* 2004]. Il est nécessaire de faire la distinction entre un système en AM1 standard et un système AM1 bas soufre puisque, dans les mêmes conditions de vieillissement thermique, le premier aura une adhérence bien inférieure au second, et par conséquent une plus faible durée de vie.

#### III.2.1.a Caractéristiques générales de l'essai

Cette méthode de caractérisation est intéressante puisqu'elle donne de manière très simple une estimation de l'adhérence de l'interface en fonction du vieillissement à l'aide d'un essai de compression uniaxiale. Toutefois, la rupture de la céramique dans ce type d'essai est majoritairement due à une localisation importante de la déformation suite à l'activation de bandes de glissement dans le substrat [Maurel *et al.* 2011], figure III.23. En effet, dans cette

étude, jamais un écaillage n'a été effectué pour une faible déformation, *i.e.* dans le régime élastique du comportement de l'AM1.



**Figure III.23** – Calcul des déformations  $\epsilon_{11}$  locales par corrélation d'images durant l'essai de compression ( $\epsilon_{11,extenso} = -1.0\%$ ). La flèche blanche désigne une bande de glissement.

Il convient alors de faire un choix entre une utilisation de données en déformations locales ou macroscopiques. Deux possibilités s'offrent à nous pour estimer les déformations locales : une analyse numérique ou une analyse par corrélation d'images.

Il est possible d'obtenir numériquement les valeurs des déformations locales en fonction de la déformation macroscopique appliquée en connaissant l'orientation primaire de l'éprouvette [de Bodman 2009]. Cependant les désorientations n'étant pas connues pour la grande majorité des éprouvettes, nous n'obtenons alors qu'une estimation de ces déformations. La corrélation d'images a été envisagée mais l'exploitation des images est longue et relativement complexe. Cette méthode nécessite la réalisation d'un mouchetis préalablement à l'essai de compression pour améliorer la qualité de la corrélation d'images, puisque le contraste initial de la surface de la céramique est faible. De plus, ce mouchetis est gênant pour le dépouillement des essais de propagation du délaminage, créant des artefacts lors de l'analyse d'images. Par souci d'efficacité, nous avons donc décidé d'utiliser les déformations macroscopiques obtenues par l'extensomètre.

Aucune correction, notamment sur l'influence du rayon de courbure [Bickard 1998], n'a été apportée. Nous avons fait le choix de représenter les données temporelles en « temps cumulé à haute température » pour comparer les différents vieillissements entre eux, la haute température étant ici la température de palier pendant l'oxydation.

III.2.1.b Influence des vieillissements thermiques

Dans le but d’observer l’influence du type de vieillissement imposé (oxydation isotherme ou cyclique), nous avons donc choisi de ne conserver que les bases de données d’essais effectués sur des systèmes équivalents chimiquement, quelles que soient les géométries d’éprouvettes testées. Les résultats des essais de compression jusqu’à un premier écaillage sont présentés à la figure III.24.

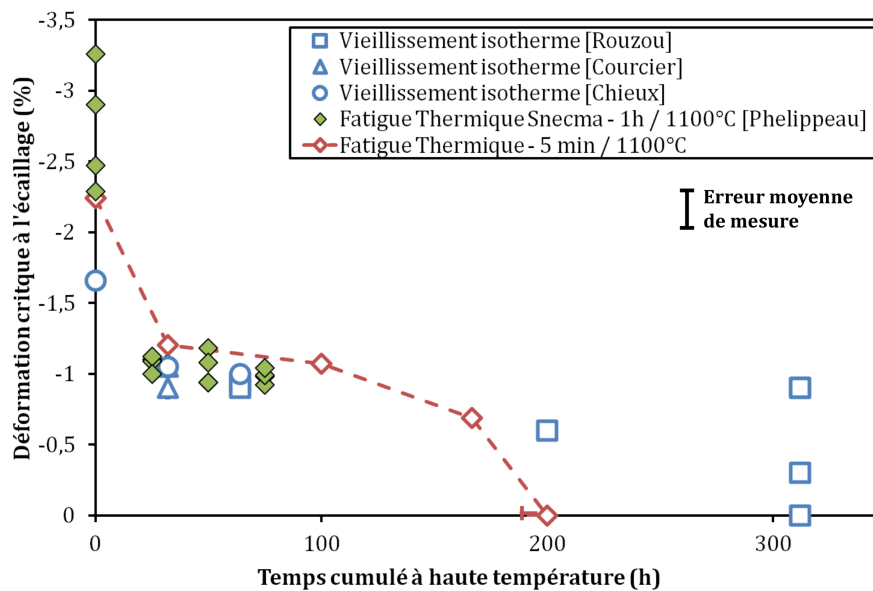


Figure III.24 – Évolution de la déformation critique à l’écaillage en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements isothermes à 1100 °C, en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min ou 1 h à 1100 °C.

La déformation critique à l’écaillage décroît en fonction du temps passé à haute température. De plus, la décroissance est plus lente pour un vieillissement isotherme que pour des vieillissements en fatigue thermique. Un échantillon vieilli par oxydation cyclique a donc une plus faible durée de vie que s’il avait subi une oxydation isotherme dans le cas présent, comme cela a été observé par Yanar [Yanar *et al.* 2011]. L’allure générale des courbes précédentes peut être analysée comme la succession de trois étapes :

- i) Une phase de décroissance très rapide de la déformation critique durant les premières heures d’oxydation. Comme nous avons pu le voir à la section III.1.1, l’état initial est relativement peu endommagé et l’épaisseur d’oxyde est faible.
- ii) Une seconde phase de décroissance, cette fois-ci beaucoup plus lente, comme en témoigne les points de mesure entre 25 h et 100 h de vieillissement.
- iii) Enfin, une phase de décroissance qui s’accélère, pour lesquels la variation de déformation critique est faible compte tenu des dispersions expérimentales, jusqu’à la rupture de la céramique.

Nous avons montré précédemment que l'interface sous-couche / céramique se dégradait progressivement avec le nombre de cycles thermiques ou mécano-thermiques. La diminution progressive de la déformation critique à l'écaillage est donc probablement corrélée à cette dégradation de l'interface. Après écaillage, nous pouvons observer le faciès de rupture, figure III.25, pour estimer au mieux le mécanisme ayant conduit à la rupture finale de la céramique.

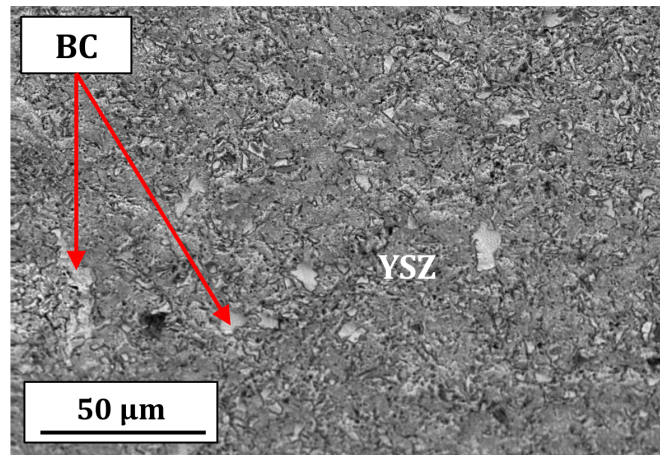
L'essai de compression sur l'état de référence provoque un écaillage dont la rupture s'est initiée principalement dans la couche de céramique, figure III.25(a). Nous constatons que la proportion de céramique résiduelle sur les faciès de rupture diminue à mesure que le vieillissement augmente, figures III.25(b) et III.25(c). Elle est d'ailleurs déjà minoritaire à 384 cycles de vieillissement, puisqu'il est relativement clair que la rupture se produit majoritairement dans l'oxyde et à l'interface céramique / oxyde. La décohésion à l'interface oxyde / sous-couche reste rare pour les conditions observées. À l'état brut, la fissure traversant principalement la base des colonnettes de céramique, la valeur élevée de déformation critique est sans doute liée à la ténacité de la céramique elle-même dans cette zone relativement dense, figure III.25(a). Pour des états vieillis, c'est soit l'oxyde, soit les interfaces céramique / oxyde et oxyde / sous-couche qui sont fissurées et dont les ténacités respectives sont probablement plus faibles que celle de la zircone yttrée. Ceci expliquant la forte chute de déformation critique après des vieillissements, même courts.

La fissure de délaminage peut également se propager jusqu'à la sous-couche, comme en témoigne la mise à nu du métal sur les trois faciès présentés. Quel que soit le vieillissement effectué, ces fissurations dans la sous-couche sont minoritaires et sont probablement dues à des défauts d'interface. Ces défauts peuvent être des porosités, voir section III.1.1.c, se développant à l'interface entre l'oxyde et la sous-couche pendant le vieillissement.

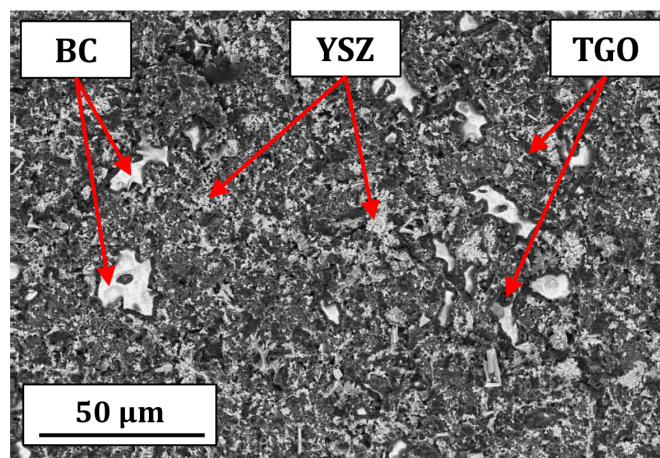
### III.2.1.c Influence des vieillissements en fatigue mécano-thermique

La même méthode de caractérisation a été appliquée aux essais de compression sur éprouvettes vieilles en fatigue mécano-thermique. Toutefois, afin de comparer les résultats avec les vieillissements en fatigue thermique, il est nécessaire de s'assurer que la déformation totale vue par l'éprouvette pendant la totalité de sa durée de vie est bien prise en compte. Il est par conséquent nécessaire de ne pas négliger les effets de la relaxation des contraintes dans l'AM1 qui surviennent pendant les vieillissements en fatigue mécano-thermique, figure III.26.

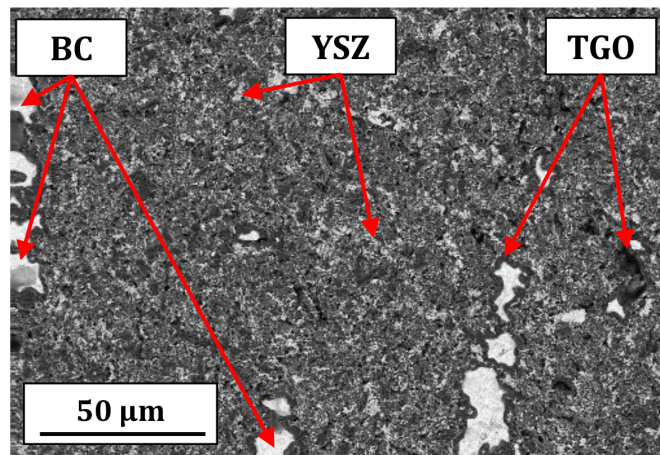
Pendant le vieillissement en fatigue mécano-thermique, une partie des contraintes sont relaxées à haute température. Lors de chaque refroidissement jusqu'à la température minimale du cycle, la contrainte dans le substrat est alors non nulle et équivaut à la totalité des contraintes relaxées jusque là. Par conséquent, les contraintes dans le substrat ne sont pas nulles à la fin du vieillissement. Or l'état d'équilibre est atteint lorsque celles-ci s'annulent. Lors du retour à charge nulle, le substrat va donc se déformer. La déformation mesurée par l'extensomètre correspond à la déformation résiduelle  $\epsilon_{11, res}$  induite par le vieillissement en



(a)

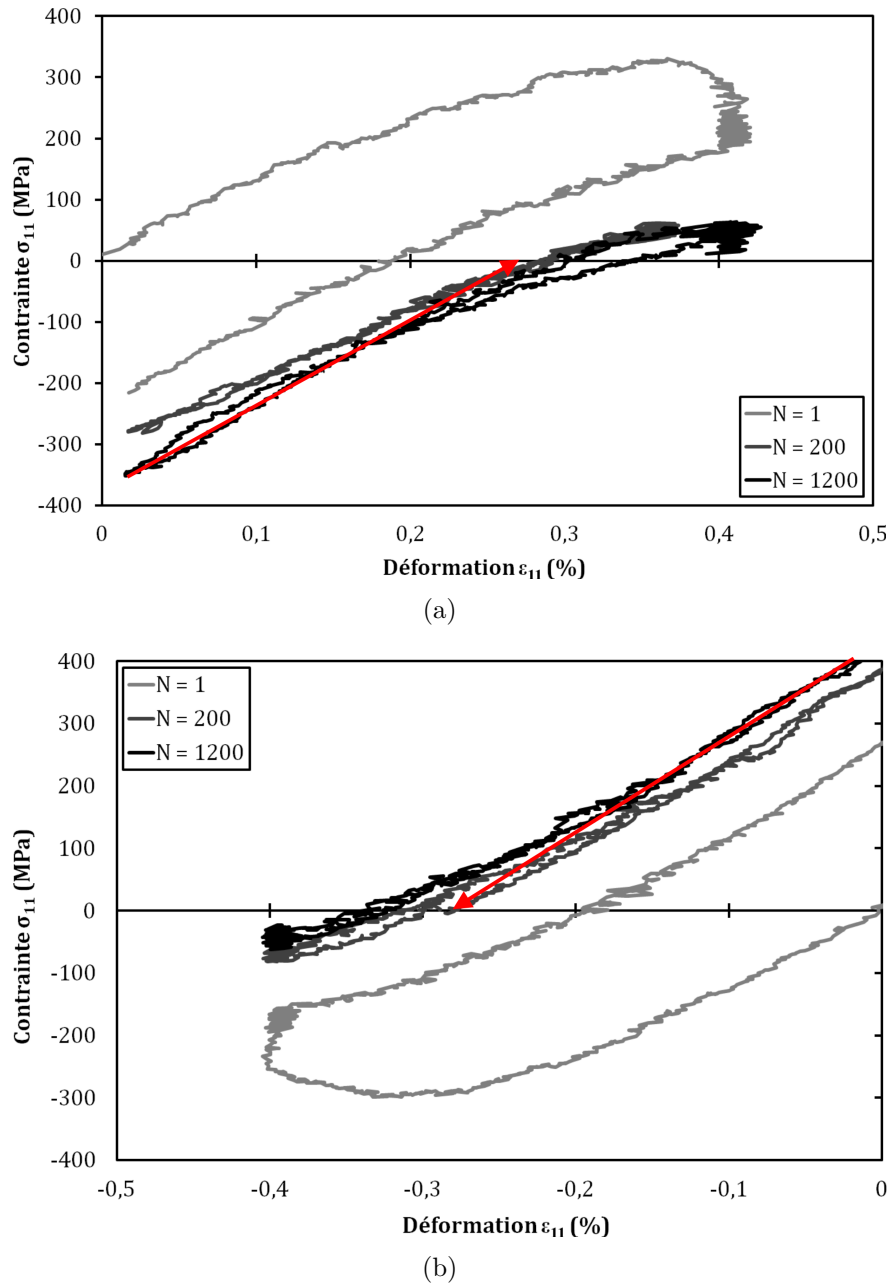


(b)



(c)

**Figure III.25** – Faciès de rupture (a) d'un état non vieilli, (b) d'un état vieilli 384 cycles (32 h) et (c) d'un état vieilli 2000 cycles (167 h) de 5 min à 1100 °C. Les zones blanches correspondent à des ruptures dans la sous-couche. Les contours noirs correspondent à l'oxyde. La céramique est grise et forme des colonnettes brisées.



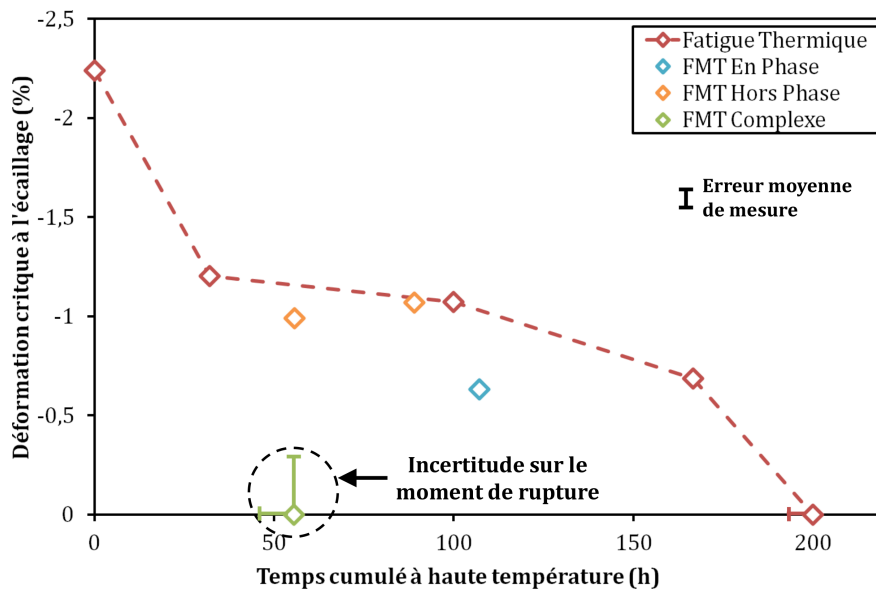
**Figure III.26** – Cycles contraintes-déformations macroscopiques dans le substrat pour le 1<sup>er</sup>, 200<sup>e</sup> et 1200<sup>e</sup> cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique (a) en phase et (b) hors phase. Les flèches rouges représentent le retour à charge nulle en fin d'essai.

fatigue mécano-thermique. La transition entre le vieillissement en fatigue mécano-thermique et l'essai d'écaillage nécessite le repositionnement de l'extensomètre et sa remise à zéro. La déformation à laquelle l'éprouvette est soumise au cours de l'essai d'écaillage par compression est donc la somme de la déformation résiduelle et de la déformation de compression imposée mécaniquement.

$$\epsilon_{11,meca}^{BT} = \epsilon_{11,comp}^{BT} + \epsilon_{11,res}^{AM1} \quad (III.4)$$

avec  $\epsilon_{11,mecc}^{BT}$  la déformation mécanique totale subie par l'éprouvette,  
 $\epsilon_{11,comp}^{BT}$  la déformation mécanique appliquée pendant l'essai de compression,  
 $\epsilon_{11,res}^{AM1}$  la déformation résiduelle induite par le vieillissement en fatigue mécano-thermique et le retour à charge nulle.

Les déformations résiduelles sont prises en compte dans le calcul de la déformation critique, sauf lorsque l'écaillage se produit pendant le vieillissement en fatigue mécano-thermique, puisque le retour à charge nulle se produit uniquement à la fin du vieillissement. Les déformations critiques jusqu'à l'écaillage pour les vieillissements en fatigue mécano-thermique sont présentées à la figure III.27 et rappelées au tableau III.4.

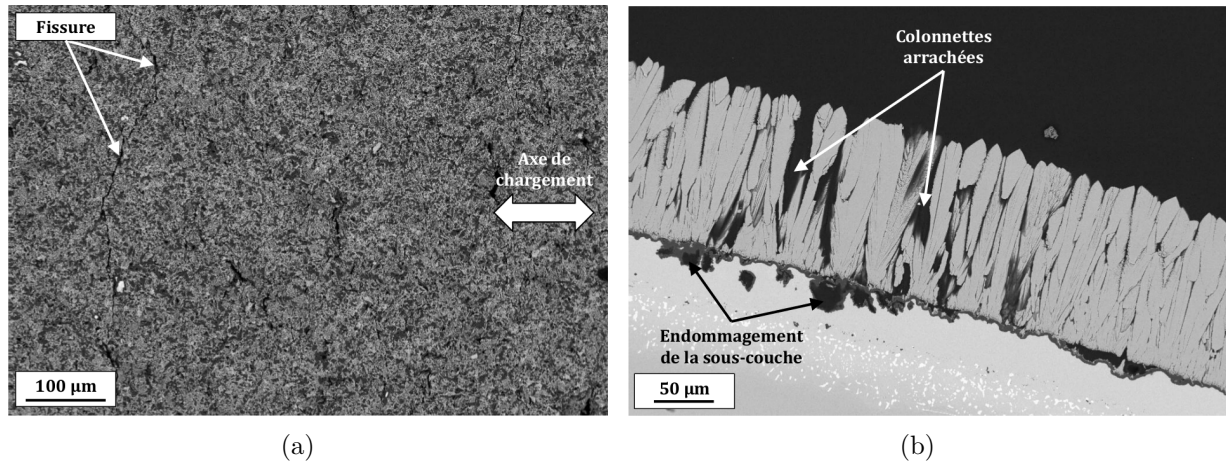


**Figure III.27** – Évolution de la déformation critique à l'écaillage en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C), hors phase ( $\epsilon_{11} = -0.4\%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$  à 1100 °C).

Les vieillissements hors phase ne semblent avoir qu'une influence minimale sur l'évolution de la déformation critique nécessaire pour provoquer l'écaillage de la céramique. Le vieillissement en phase présente, quant à lui, un abattement assez marqué de la déformation critique par rapport à un vieillissement thermique cyclique équivalent. Ces constatations sont relativement surprenantes dans la mesure où la durée de vie à l'écaillage d'un superalliage revêtu barrière thermique est réputée être réduite pour des vieillissements hors phase par rapport à des vieillissements en phase [Wright 1998].

La rupture, dans le cas de l'éprouvette vieillie en fatigue mécano-thermique complexe, a eu lieu pendant le vieillissement, qui plus est, à un faible nombre de cycles. Cependant, le suivi par caméra, qui n'observe que 180° de l'éprouvette, n'a pas permis de déceler le moment

de rupture. Elle a eu lieu soit pendant le retour à charge nulle, auquel cas l'incertitude est sur la déformation critique à  $N = N_f$ , soit pendant le cyclage où la déformation critique est nulle mais le nombre de cycles à rupture incertain. Un examen de la rupture a été entrepris en microscopie électronique à balayage, figures III.28.



**Figure III.28** – Micrographies MEB (a) du faciès de rupture et (b) d'une coupe transverse de l'éprouvette ayant subi un vieillissement en fatigue mécano-thermique complexe.

L'analyse du faciès de rupture révèle la présence de longues fissures relativement perpendiculaires au sens de chargement dans la sous-couche, figure III.28(a). Ces fissures peuvent être liées à un état de traction à basse température au cours du cycle thermo-mécanique. En effet, la relaxation des contraintes de compression à haute température conduit à un état de traction à basse température où la sous-couche est fragile [Angenete et Stiller 2002, Breton 2013]. Par ailleurs, l'analyse d'une coupe métallographique, perpendiculaire au sens de chargement, figure III.28(b), met en évidence un endommagement très prononcé de la sous-couche présentant des aspérités très profondes (10 à 15 μm) typiques de l'endommagement de la sous-couche induit par de la fatigue thermique. Cet état d'endommagement est remarquablement avancé vu le faible nombre de cycles. De plus, on constate l'arrachement de quelques colonnettes de céramique, alors que celles-ci étaient adhérentes pour tous les autres essais observés.

Nous avons estimé la plasticité cumulée par cycle  $\Delta\epsilon_{v,cum}$  dans la sous-couche, pour chaque type de vieillissement, à l'aide du module multi-barres [Courcier *et al.* 2011] présenté à la section I.4.3.a. Les résultats du calcul sont présentés au tableau III.3.

La plasticité cumulée par cycle  $\Delta\epsilon_{v,cum}$  dans la sous-couche est plus de dix fois supérieure pour le vieillissement en fatigue mécano-thermique complexe, comparativement à un vieillissement thermique cyclique, ce qui peut être corrélé au caractère très endommageant du vieillissement complexe.

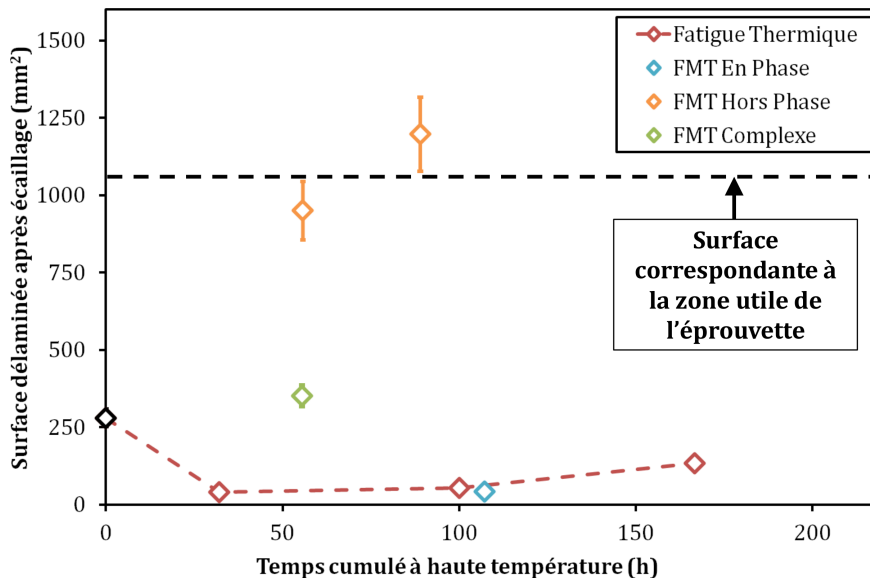
### Analyse des morphologies d'écaillage



Type de Vieillessement	$\Delta\epsilon_{v,cum}$
Fatigue Thermique	$33.e^{-4}$
FMT En Phase	$88.e^{-4}$
FMT Hors Phase	$60.e^{-4}$
FMT Complexe	$449.e^{-4}$

**Table III.3** – Estimation de la plasticité cumulée par cycle  $\Delta\epsilon_{v,cum}$  pour les vieillissements en fatigue thermique et mécano-thermique en phase, hors phase et complexe.

Nous avons constaté des différences entre les morphologies d'écaillage pendant les essais de compression pour les différents vieillissements appliqués. La surface délaminée induite par l'essai de compression correspond à la surface autour de l'écaille qui n'est plus adhérente à l'oxyde. Elle est mesurée, figure III.29, sur un « banc macroscopique » en utilisant une caractéristique de la céramique : le changement de teinte induite par un délaminage interfacial, phénomène de « tache blanche » mis en évidence par Fabre [Fabre 2013].



**Figure III.29** – Évolution de la surface délaminée à l'interface sous-couche / céramique après écaillage en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4 \%$  à 1100 °C), hors phase ( $\epsilon_{11} = -0.4 \%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \% \leftrightarrow +0.2 \%$  à 1100 °C).

Dans le cas de vieillissements en fatigue thermique, la surface délaminée induite par l'essai de compression est de faible dimension et augmente avec le temps de vieillissement. Elle est également de faible dimension dans le cas du vieillissement en phase. Cependant, il n'y a pas eu de véritable écaillage lors de l'essai : une fissure axiale s'est développée dans la céramique, rendant impossible le flambage. La surface délaminée est beaucoup plus importante pour les vieillissements hors phase, à tel point que la totalité de la zone utile a

été écaillée. Ce constat peut expliquer le paradoxe précédent : si la déformation critique à l'écaillage, trouvée pour un essai en phase est plus faible que pour un essai hors phase pour un temps équivalent, cela provient peut être de cette forte différence dans le mode de rupture et la surface effectivement écaillée. La partie mécanique des sollicitations mécano-thermiques a donc un effet non négligeable sur le mécanisme d'écaillage lors d'un essai de compression.

### III.2.2 Les essais de propagation du délaminage interfacial

La propagation de la surface délaminée est un mécanisme d'endommagement de la céramique observé sur pièces, au même titre que l'écaillage. Les essais de compression uniaxiale, utilisés pour la propagation du délaminage, nous permettent d'obtenir des informations qualitatives sur la ténacité de l'interface soumise à une sollicitation en mode II. Le cisaillement macroscopique de l'interface est le moteur principal de la propagation de la fissure. De plus, contrairement aux essais d'écaillage, les essais de propagation du délaminage ne souffrent pas de la dispersion des résultats d'essais inhérents à l'instabilité du flambage.

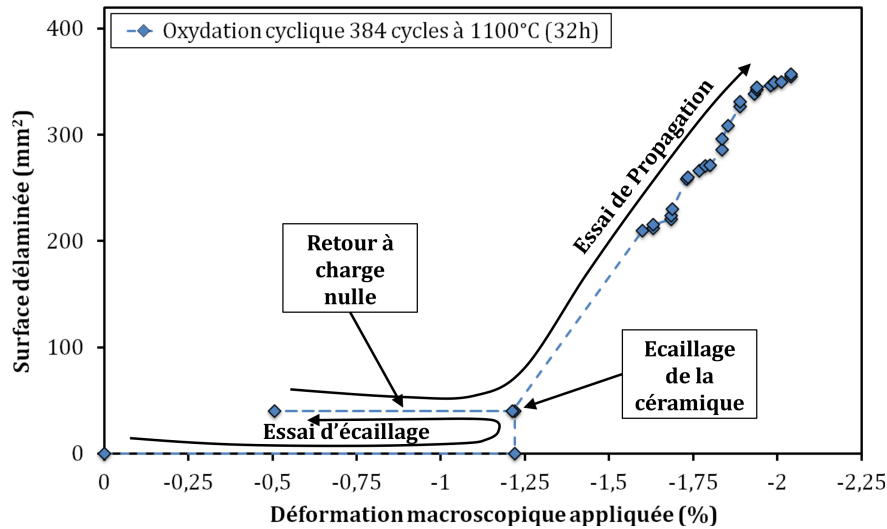
#### III.2.2.a Caractéristiques générales de l'essai

Ces essais ont été effectués sur les éprouvettes dont la surface adhérente de céramique était encore relativement importante par rapport à la surface de la zone utile. C'est pour cette raison qu'aucun essai de propagation n'a été effectué sur les éprouvettes ayant subi un vieillissement en fatigue mécano-thermique hors phase, la totalité de la zone utile étant écaillée.

L'essai de propagation est réalisé après l'essai d'écaillage. Cependant, l'éprouvette est démontée entre les deux essais afin de subir une série de mesures, notamment de surface délaminée sur « banc macroscopique ». La propagation de la fissure d'interface est observée *in situ* à l'aide d'une caméra CCD, puis étudiée par analyse d'images. Le protocole d'analyse d'images utilisé pour le calcul des surfaces délaminées, figure III.30, est présenté en détail à la section II.1.2. Il est basé sur la propriété optique de changement de teinte de la céramique lorsque l'interface est délaminée [Fabre 2013].

Nous avons également représenté les résultats de l'essai de compression jusqu'à écaillage. Nous avons ainsi supposé que la surface délaminée est nulle jusqu'à l'apparition de la première écaille. Dans tous les cas, la mesure serait impossible car une zone délaminée doit être d'une dimension macroscopique pour être détectable. Nous avons également supposé que la zone délaminée n'est pas modifiée par le retour à charge nulle en fin d'essai. L'essai de propagation se caractérise par deux étapes successives :

- i) une étape de compression sans rupture jusqu'à une déformation critique de propagation,



**Figure III.30** – Évolution de la surface délaminée à l’interface sous-couche / céramique en fonction de la déformation de compression appliquée sur une éprouvette vieilles 384 cycles en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

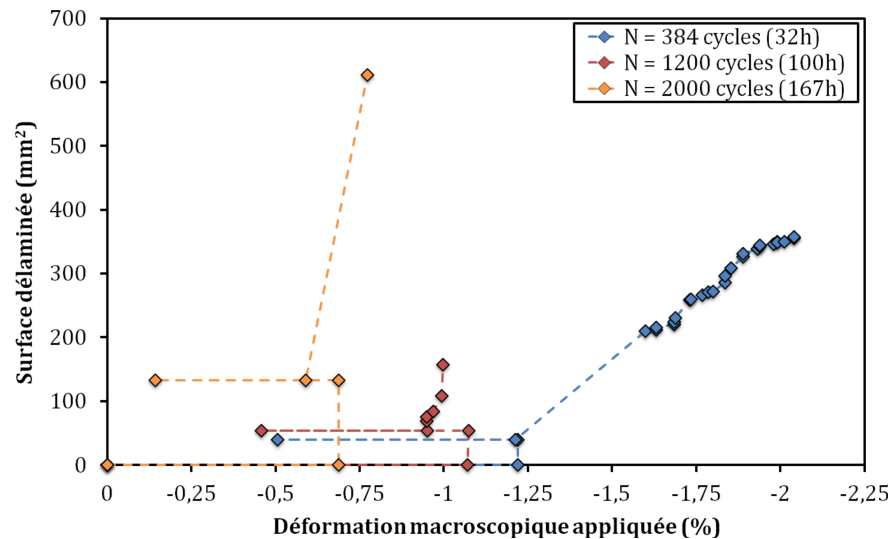
- ii) une étape de compression où chaque incrément de déformation participe à la propagation de la fissure d’interface.

Dans une première approche, nous estimerons que la surface délaminée croît de manière relativement linéaire en fonction de la déformation macroscopique appliquée, une fois le seuil de propagation atteint. Cette observation nous a permis d’alléger le protocole de mesure : à chaque fin d’essai de compression, que ce soit pour provoquer l’écaillage ou pour propager le délaminage, nous avons mesuré la surface délaminée sur le banc macro. Sur les courbes de propagation, nous pouvons synthétiser la déformation critique à écaillage, la surface délaminée après écaillage, la déformation critique en propagation et l’évolution de la surface délaminée que l’on peut traduire par une vitesse de propagation moyenne  $\Delta S/\Delta \epsilon$  (en  $\text{mm}^2/\%$ ).

### III.2.2.b Influence des vieillissements thermiques

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à l’influence du vieillissement en fatigue thermique, figure III.31.

Ces essais de propagation sont cohérents avec les résultats des essais de compression jusqu’à écaillage : la déformation critique est d’autant plus faible que le temps de vieillissement thermique est important. Nous remarquons également que la surface délaminée induite par la propagation de l’écaillage semble augmenter avec le vieillissement. Cette remarque n’est valable que pour des fissures qui se propagent dans les mêmes conditions. L’état brut ne peut ainsi être comparé aux autres essais puisque la rupture a majoritairement eu lieu dans la céramique et non dans l’oxyde.



**Figure III.31** – Évolution de la surface délaminée à l’interface sous-couche / céramique en fonction de la déformation de compression appliquée, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4 \%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \%$  ↔  $+0.2 \%$  à 1100 °C).

Tout comme la déformation critique à l’écaillage, la déformation nécessaire au début de la propagation est dépendante du vieillissement thermique. Cette déformation est généralement inférieure à celle nécessaire pour provoquer l’écaillage de la céramique. L’amorçage de l’écaillage semble donc nécessiter plus d’énergie que pour provoquer la propagation en mode II. Enfin, la vitesse moyenne de propagation de la fissure est également impactée puisque celle-ci est d’autant plus rapide que le vieillissement est important.

### III.2.2.c Influence des vieillissements en fatigue mécano-thermique

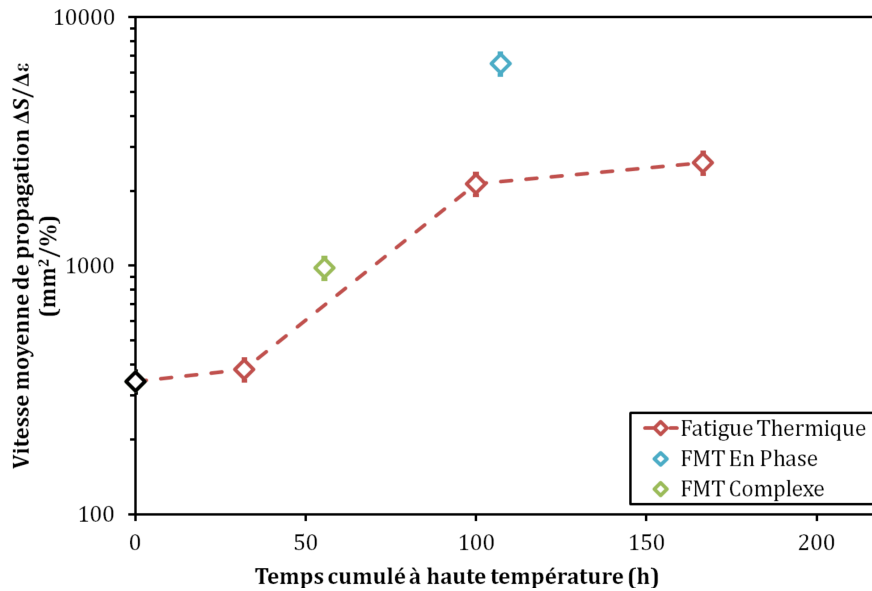
Nous ne possédons aucune donnée en propagation pour les vieillissements hors phase puisque l’intégralité de la zone utile s’est écaillée pendant le premier essai de compression. De même, il nous est impossible de conclure sur l’écaillage pendant le vieillissement en fatigue mécano-thermique complexe. Les principaux résultats des essais de compression sur éprouvettes vieilles en fatigue mécano-thermique sont comparés aux essais sur éprouvettes vieilles en fatigue thermique, tableau III.4.

Le mode de sollicitation de l’interface dans l’essai de compression sur des systèmes écaillés est très différent de celui des essais d’écaillage par flambage. Il est alors possible d’estimer, à l’aide de la mesure de la vitesse de propagation, l’évolution de l’adhérence de l’interface en fonction des vieillissements subis, figure III.32.

Bien que la dépendance de la vitesse moyenne de propagation au temps cumulé soit difficile à décrire, nous constatons qu’elle est plus élevée à fort vieillissement. Il est possible d’en conclure que la ténacité de l’interface en mode II diminue avec le temps de vieillissement.

Types de Vieillessement	Nombre de cycles	$\epsilon_{crit}$ (%)	$S_{del}$ ( $mm^2$ )	$\epsilon_{propag}$ (%)	$\Delta S/\Delta\epsilon$ ( $mm^2/\%$ )
FMT En Phase	1286	-0.63	42	-0.6	6522
FMT Hors Phase	669	-0.99	950	-	-
FMT Hors Phase	1068	-1.07	1197	-	-
FMT Complexe	666	Entre -0.32 et 0	351	-0.73	981
Fatigue Thermique	384	-1.20	40	-1.21	382
Fatigue Thermique	1200	-1.07	54	-0.95	2139
Fatigue Thermique	2000	-0.69	133	-0.59	2601
Brut	0	-2.24	280	-2.1	343

**Table III.4** – Tableau récapitulatif des mesures effectuées lors des essais de compression sur éprouvettes vieilles en fatigue thermique et mécano-thermique et sur éprouvettes non vieilles.



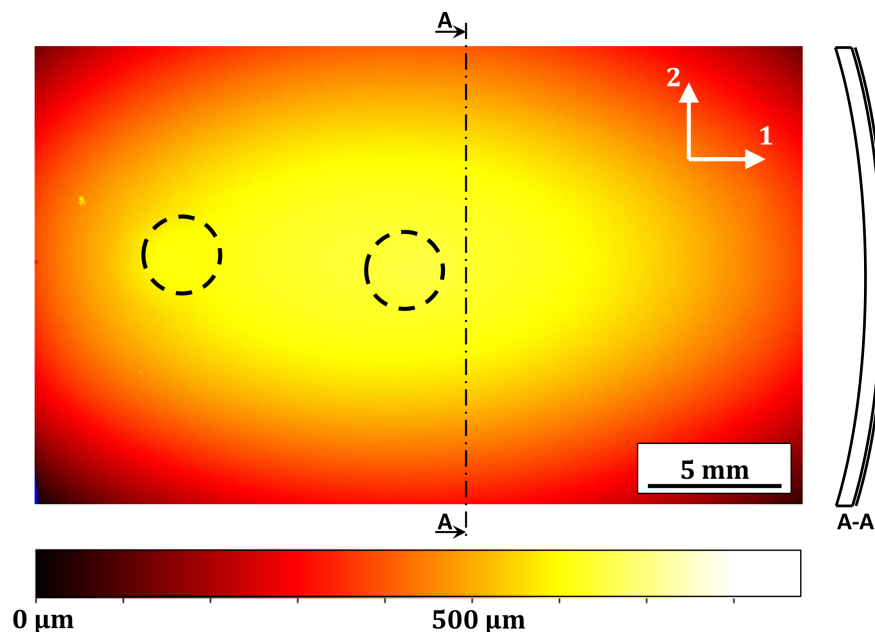
**Figure III.32** – Évolution de la vitesse moyenne de propagation du délaminage interfacial en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$  à 1100 °C).

C'est également le cas avec la composante mécanique du vieillissement, puisque les vitesses moyennes de propagation sont plus élevées pour les éprouvettes vieilles en fatigue mécano-thermique, comparativement aux vieillissements en fatigue thermique.

### III.3 L'essai de compression *in situ* en laminographie

L'objectif de cet essai est d'obtenir des images en trois dimensions issues de la laminographie lors d'un essai de compression, afin de suivre la progression du front de délaminage en fonction de la microstructure et notamment des défauts d'interface. Le dispositif et le principe de l'essai ont été détaillés à la section II.1.3. Le principe de la laminographie est expliqué à la section II.3.2.d.

L'échantillon utilisé pour l'essai de compression a été extrait d'une plaque en AM1 revêtue. Il mesurait, après usinage,  $30 \times 20 \times 2 \text{ mm}^3$  et disposait d'une épaisseur réduite de 0,8 mm au centre. Nous avons alors constaté un défaut apparu après la découpe : les contraintes résiduelles introduites lors du dépôt de céramique effectué à haute température se sont relaxées, provoquant un bombé de l'éprouvette, figure III.33.

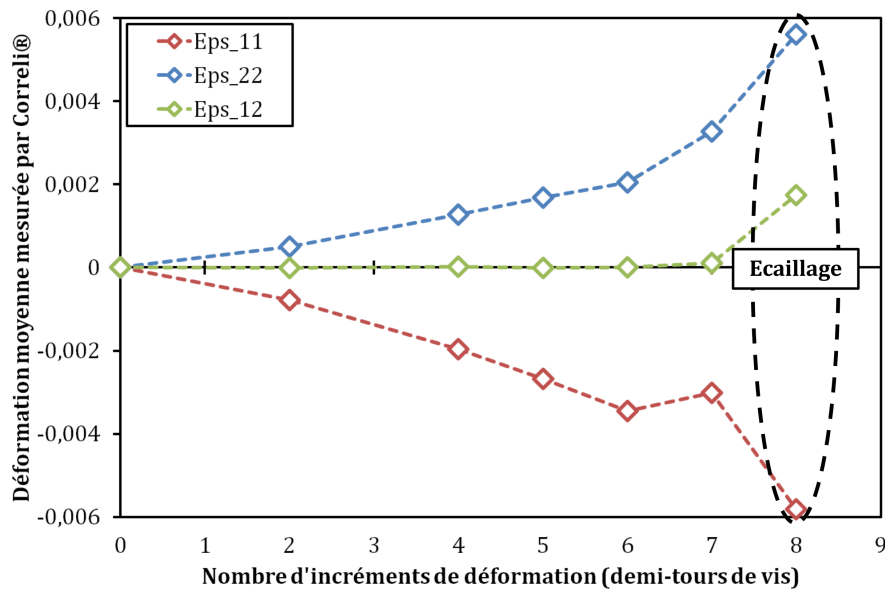


**Figure III.33** – Mesure de la topographie de la plaque mince avant essai. Les cercles noirs représentent les zones d'impact LASER.

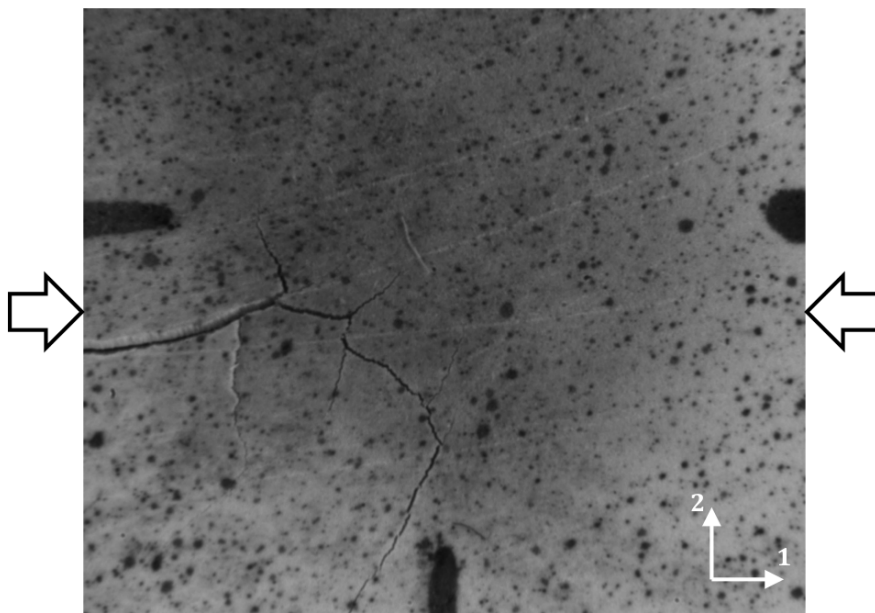
La plaque a ensuite été vieillie 947 cycles de 5 min entre 300 °C et 1100 °C. Deux impacts LASER ont été effectués au centre de l'éprouvette afin de créer des zones délaminées de dimensions contrôlées. Les impacts ont été réalisés par le dispositif LASAT [Fabre 2013, Begue *et al.* 2013], sur la face revêtue de la plaque mince. Le profilomètre nous révèle que les délaminages créés sont des cercles d'environ 2 mm de diamètre. Enfin, un mouchetis a été appliqué afin de pouvoir mesurer les déformations locales par corrélation d'images, figure III.34. En effet, aucune mesure de charge n'est disponible avec le dispositif utilisé.

La brusque augmentation des déformations  $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  et  $\epsilon_{12}$  est une conséquence de l'écaillage de la céramique. Ce dernier, qui eut lieu dans la zone impactée, provoqua une fissuration de la céramique, figure III.35.

À la fin de l'essai, nous avons mesuré le profil topographique de la plaque, figure III.36,



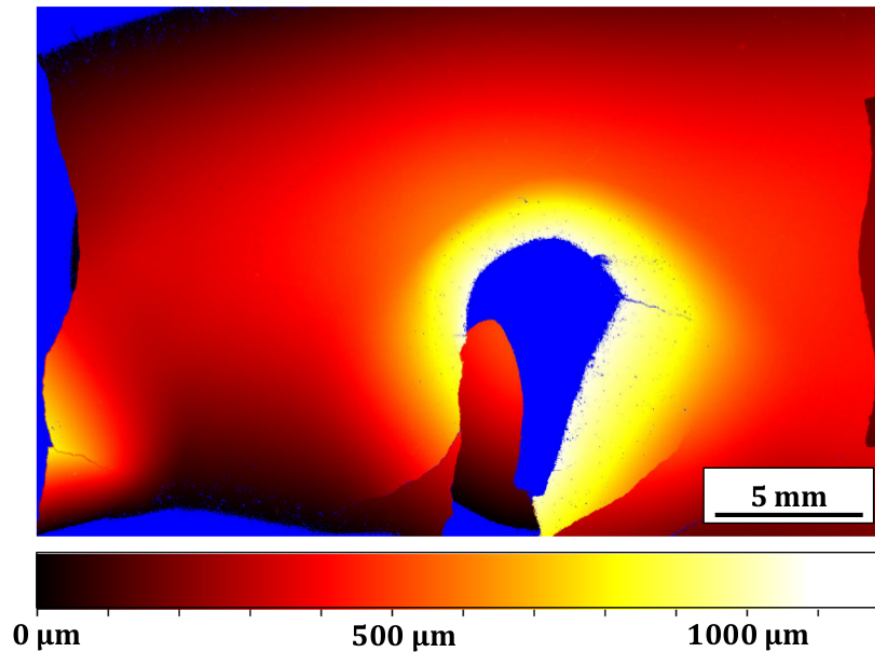
**Figure III.34** – Évolution des déformations moyennes  $\epsilon_{11}$ ,  $\epsilon_{22}$  et  $\epsilon_{12}$  dans la zone observée pendant l'essai de compression *in situ*.



**Figure III.35** – Fissuration du revêtement céramique de la plaque mince induit par un écaillage de la céramique proche de la zone observée, lors du 8<sup>e</sup> demi-tour de vis de l'essai de compression *in situ*. Le chargement est appliqué horizontalement.

afin d'évaluer la surface délaminée. En bleu sont représentés les points non mesurés par le profilomètre car en dehors de la limite d'acquisition du capteur.

La différence d'altitude entre les bords et le centre de la plaque correspond au bombé de cette dernière. Nous constatons deux écaillages distincts du revêtement céramique sur la plaque. L'écaillage sur la gauche est apparu relativement tôt et ne s'est pas propagé. Il est probable qu'il ne soit qu'un effet de bord, induit par le contact de la céramique avec les glissières du dispositif de compression. L'écaillage principal est apparu dans la zone impactée



**Figure III.36** – Mesure de la topographie de la plaque mince après l'essai de compression *in situ*. Les points de mesures bleus correspondent à des zones situées en dehors de la limite d'acquisition du capteur. Le chargement est appliqué horizontalement.

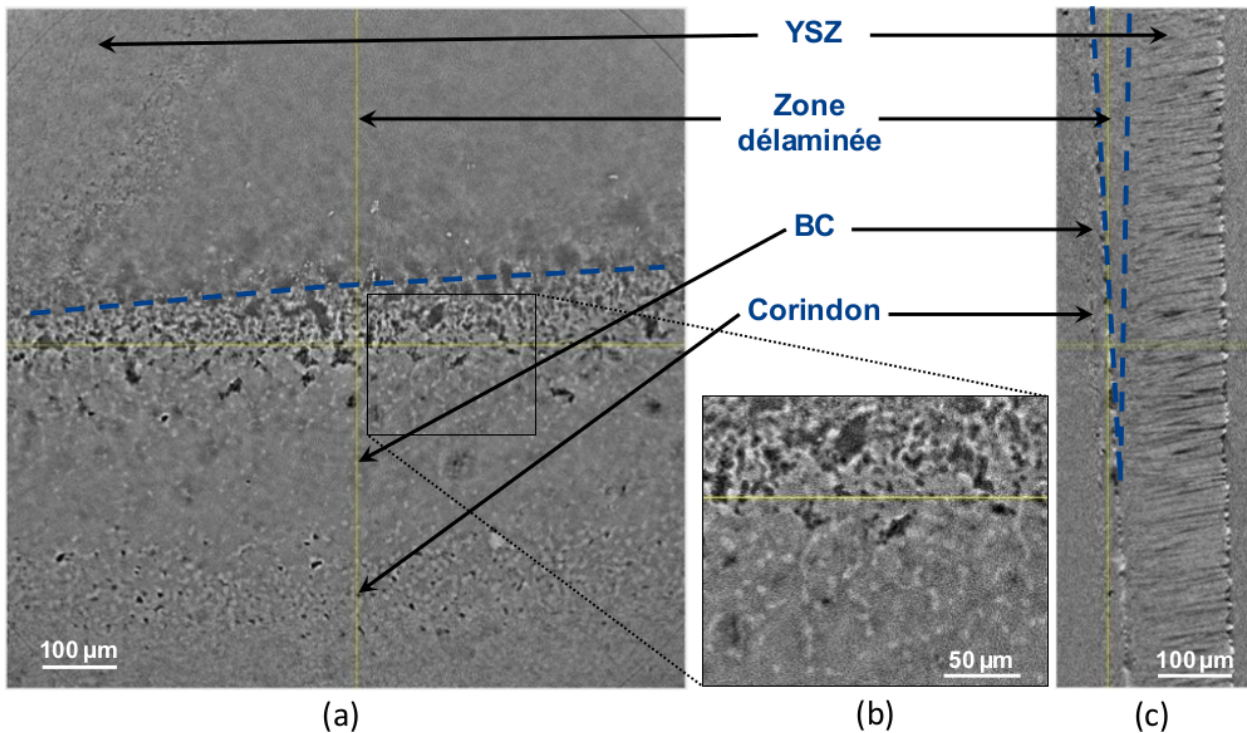
et s'est instantanément propagé vers un bord de l'éprouvette. Le front de délaminage a ensuite été observé par laminographie, figure III.37.

Sur les images obtenues en laminographie, l'AM1 n'est pas visible mais toutes les couches du revêtement le sont :

- i) la céramique, aisément reconnaissable par sa structure colonnaire,
- ii) la sous-couche externe, composée d'une matrice grise et de précipités blancs  $\gamma'$  probablement situés aux joints de grains et points triples des grains  $\beta$  de sous-couche.
- iii) la zone d'inter-diffusion, repérée par le liséré de corindons.

L'interface entre la céramique et la sous-couche est beaucoup plus difficile à apprécier. Une zone constituée de matrice grise, de précipités blancs et de taches noires se forme dans la partie supérieure de la sous-couche. Ces taches noires sont probablement des porosités, recouverts d'une fine couche d'oxyde, comme souvent observé en coupe métallographique. Au dessus de l'interface, nous observons une large bande délimitée en deux zones : la couche de céramique, reconnaissable aux colonnettes et probablement une zone de vide puisque floue. La délimitation de cette zone correspond donc au passage entre une zone adhérente de céramique et une zone délaminée : le front de délaminage. Ces observations par laminographie mettent en évidence que même pour un état très avancé de dégradation de la sous-couche, les porosités de grande dimension restent indépendantes les unes des autres avant le passage du front de fissure, figure III.37(a) et (b). La résolution n'est pas suffisante pour affirmer si des fissures





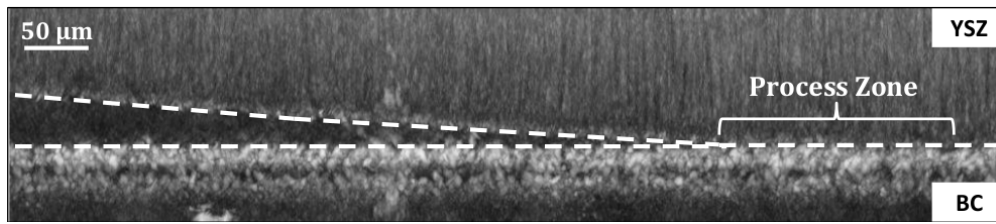
**Figure III.37** – Mise en évidence du front de délamination à partir d'un volume reconstruit par laminographie aux rayons X (a) et (b) dans un plan parallèle aux couches, et (c) en coupe transverse, d'un échantillon vieilli 947 cycles entre 300 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

liées à ces endommagements coalescent avant l'arrivée du front de propagation. Quoiqu'il en soit, il semble qu'il existe une zone de largeur finie de transition entre la zone adhérente de la céramique et la zone où la céramique est décollée. Ce point évoque la présence d'une « process zone », où l'endommagement mécanique, lié à la propagation d'une fissure macroscopique, se superpose à l'endommagement lié au cyclage thermo-mécanique principalement mis en évidence par des porosités de grandes dimensions.

La résolution des images est d'environ 1 μm. Bien que très bonne, cette résolution est insuffisante à l'échelle des observations d'interface usuelles en coupe métallographique. En effet, les épaisseurs d'oxyde et les rugosités sont impossibles à mesurer, les porosités et les fissures ne sont observables que si elles sont de grandes dimensions et ouvertes. Une analyse d'images, consistant à afficher les valeurs maximales de niveaux de gris de chaque pixel sur une zone de 200 tranches successives du front de délamination, nous permet de mettre en évidence les interfaces, la pointe de fissure et la probable « process zone », figure III.38.

Cet essai est difficilement comparable aux essais de compression sur éprouvettes de type FMT. Le vieillissement de la plaque, réalisé sur le four à axe vertical, est légèrement différent puisque la température minimale du cycle est de 300 °C. Les dimensions des écailles ne sont également pas du même ordre de grandeur, principalement car la géométrie générale des éprouvettes et notamment la courbure des éprouvettes sont très différentes.

En conclusion, l'essai de compression *in situ* a surtout montré qu'il était possible de



**Figure III.38** – Mise en évidence de la « process zone » à proximité du front de délaminage d'un échantillon vieilli 947 cycles entre 300 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C.

réaliser un dispositif de compression permettant un écaillage, avec de fortes contraintes de conception géométrique, permettant une visualisation en laminographie. Ce type d'essai pose néanmoins de nombreuses contraintes d'exécution : les reconstructions sont longues et ne couvrent qu'un volume d'environ 4 mm<sup>3</sup>. Cela impose de savoir où et quoi observer et une grande précision quant à la position de l'échantillon, ce qui nécessite une très bonne vision dans l'espace de la part de l'opérateur. Enfin, comme cela est souvent le cas pour des essais avec démontage, il est très délicat de retrouver le même emplacement dans l'image reconstruite entre deux niveaux de chargement successifs, et surtout sans reconstruction complète des images tri-dimensionnelles, de pouvoir s'assurer que la zone de délaminage a bien été captée. C'est pourquoi nous n'avons pas pu mesurer explicitement l'avancée du front par laminographie.

## Conclusion

L'objectif général de ce chapitre était d'observer et de comprendre les mécanismes d'endommagement engendrés par l'application de chargements thermiques et mécano-thermiques. Pour cela, nous avons estimé l'adhérence du revêtement à l'aide d'essais de compression uniaxiale sur des éprouvettes pré-vieillies en fatigue, et relié ces résultats d'essais à des mesures de paramètres microstructuraux, représentatifs de l'endommagement. La modélisation de la durée de vie des barrières thermiques pourra donc être basée sur certains de ces paramètres, en se basant sur leur capacité à retranscrire les effets de l'endommagement observé lors des essais de caractérisation, notamment par la perte d'adhérence du revêtement.

Les résultats des essais de compression jusqu'à écaillage montrent une influence forte du vieillissement. De plus, les paramètres de chargement appliqués modifient non seulement l'adhérence du revêtement, mais également les mécanismes de rupture menant à l'écaillage. Les essais de compression pour propager le délaminage ont été effectués afin de compléter la caractérisation. Ces essais, qui sollicitent l'interface sous-couche / céramique majoritairement en cisaillement, permettent d'estimer l'adhérence de l'interface pour des sollicitations globalement en mode II, en mesurant la vitesse moyenne de propagation du délaminage interfacial. Certains vieillissements n'ont pas pu être étudiés. Par exemple, les essais de compression sur des éprouvettes vieilles en fatigue mécano-thermique hors phase ont provoqué des écaillages sur l'intégralité de la zone utile, empêchant d'étudier la propagation ultérieure.

L'analyse microstructurale porte sur la mesure de paramètres relatifs à l'évolution de l'interface proche de l'oxyde, et à l'évolution chimique de la sous-couche. La fraction surfacique de phase  $\gamma'$  dans la sous-couche externe est un paramètre qui présente une évolution nette en fatigue thermique, mais beaucoup moins en fatigue mécano-thermique. De plus, les fractions mesurées sont encore relativement faibles, ne permettant pas de différencier de manière claire deux types de chargement. Après une phase de stabilisation chimique, l'épaisseur de la zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$  est décroissante, et dépend du chargement appliqué. Cependant, nous avons mis en évidence une forte influence de l'état initial. Concernant l'oxyde, l'évolution de la rugosité n'est pas significative de l'endommagement sur système revêtu puisque celle-ci est quasi-constante en fatigue thermique. Nous observons toutefois une forte influence du chargement mécanique. La fraction linéique de défauts d'interface mesure le taux de fissures et de porosités concomitant à l'oxyde. Cette mesure présente des évolutions significatives pour des chargements en fatigue thermique et mécano-thermiques, bien que celle-ci soit très locale. Enfin, l'évolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde retranscrit parfaitement les effets des vieillissements thermo-mécaniques, cependant les effets de fatigue n'ont pas d'influence.

Cette étude a été complétée par un essai de compression *in situ* sur plaques minces en laminographie aux rayons X. Cet essai, original dans sa démarche et sa réalisation, a permis de visualiser la formation de défauts d'interface induit par le chargement de compression,

ainsi que le front de délaminage, révélant une « process zone » où l'endommagement dû au chargement mécanique, est localement plus élevé.



CHAPITRE

IV

MODÉLISATION NUMÉRIQUE ET  
ANALYTIQUE DU REVÊTEMENT  
BARRIÈRE THERMIQUE



## Sommaire

<b>Introduction</b> . . . . .	<b>125</b>
<b>IV.1 Analyse du rôle des défauts d'interface sur la propagation de fissure interfaciale</b> . . . . .	<b>125</b>
IV.1.1 Analyse préliminaire du mode de fissuration . . . . .	125
IV.1.2 Choix de la modélisation . . . . .	127
IV.1.2.a Lois de comportement des couches du système . . . . .	129
IV.1.2.b Loi de zone cohésive . . . . .	131
IV.1.2.c Étude de la convergence du calcul . . . . .	133
IV.1.3 Influence de défauts d'interface sur l'adhérence de la barrière ther- mique. . . . .	135
IV.1.3.a Influence de la rugosité . . . . .	135
IV.1.3.b Influence de défauts d'interface . . . . .	137
IV.1.3.c Cas test avec rugosité 3D . . . . .	139
IV.1.4 Conclusion . . . . .	141
<b>IV.2 Modélisation de la durée de vie d'un système barrière thermique</b>	<b>142</b>
IV.2.1 L'énergie stockée dans la céramique . . . . .	143
IV.2.2 L'énergie à rupture de la céramique . . . . .	144
IV.2.3 Estimation de l'endommagement de l'interface . . . . .	148
IV.2.3.a Modélisation de l'oxydation . . . . .	148
IV.2.3.b Loi d'endommagement de l'interface . . . . .	152
IV.2.4 Calculs de durée de vie . . . . .	155
<b>Conclusion</b> . . . . .	<b>158</b>





## Introduction

Nous avons vu précédemment que le nombre de cycles d'oxydation comme le chargement mécanique à haute température conduisent à la ruine par écaillage de la barrière thermique. De façon concomitante, les évolutions microstructurales de la sous-couche et de l'oxyde sont également sensibles aux paramètres de chargement thermo-mécanique appliqués. Nous allons ici dans un premier temps essayer d'estimer l'influence de la morphologie d'interface sur la propagation de fissure interfaciale pour conforter la modélisation de la durée de vie à l'écaillage de la barrière thermique réalisée à une échelle macroscopique.

L'analyse de la décohésion de l'interface à l'aide de la laminographie a permis de mettre en évidence l'existence d'une zone d'endommagement progressif entre la zone délaminée et la zone adhérente. Cette « process zone » nous encourage à utiliser une modélisation de la fissuration d'interface à l'aide d'un modèle de zone cohésive. La démarche consiste ici à utiliser cette modélisation de l'endommagement de l'interface pour étudier l'influence de la rugosité d'interface sur l'adhérence. En effet, de nombreux auteurs utilisent la description d'une interface rugueuse pour justifier l'amorçage d'une décohésion mais en général ne proposent pas l'analyse en propagation et, en particulier, n'analysent pas la transition initiation / propagation du délaminage. L'hypothèse la plus fréquente étant qu'un critère local, la contrainte maximale par exemple, permet d'estimer la ruine macroscopique par écaillage.

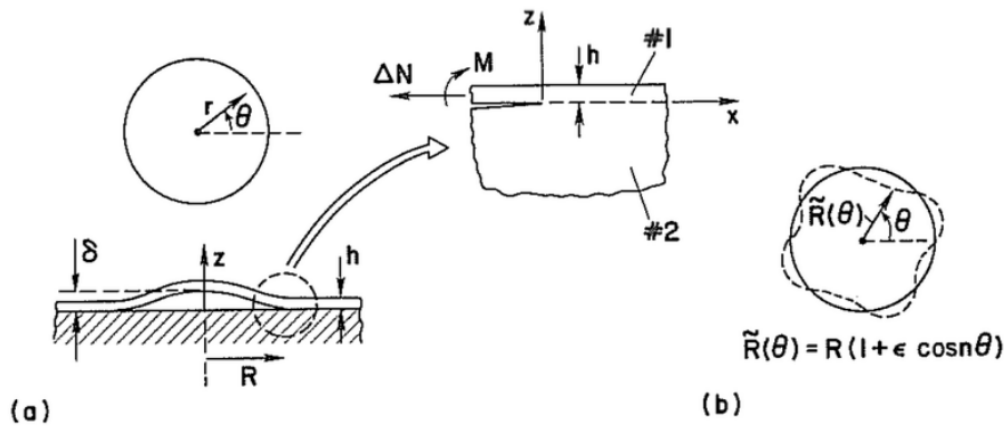
La complexité des évolutions microstructurales décrites précédemment ne peut pas nous permettre de mettre en œuvre une modélisation de la durée de vie à l'écaillage tenant compte de ces évolutions locales. En effet, l'objectif de cette modélisation de la durée de vie est de pouvoir être appliquée à un calcul sur pièce et son temps de calcul doit donc nécessairement être le plus court possible. C'est pourquoi nous avons privilégié un post-processeur de calcul permettant d'intégrer les paramètres de chargement appliqués au système barrière thermique.

## IV.1 Analyse du rôle des défauts d'interface sur la propagation de fissure interfaciale

### IV.1.1 Analyse préliminaire du mode de fissuration

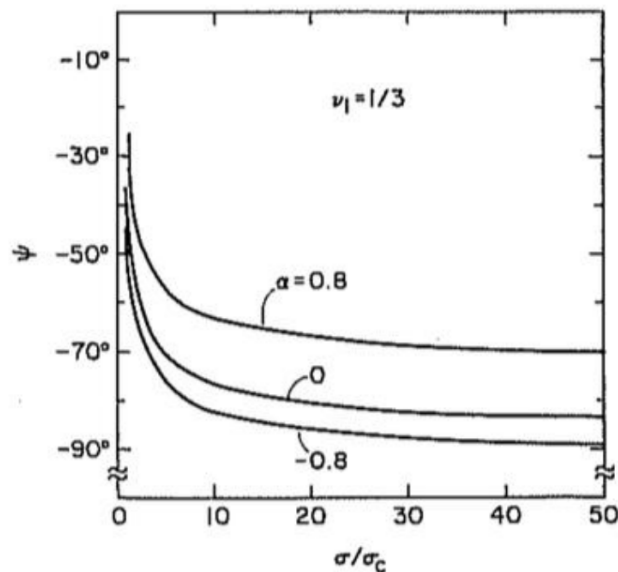
Afin de préciser le mode de fissuration interfacial au cours de l'essai d'écaillage et de délaminage, nous pouvons nous appuyer sur la modélisation analytique d'un disque soumis à une sollicitation de compression provoquant son flambage proposée par Hutchinson [[Hutchinson et al. 1992](#)], figure IV.1.

Cette analyse ne prend pas en compte la rugosité locale de l'interface et doit donc être vue comme une analyse macroscopique du flambage de la céramique conduisant à son écaillage. La sollicitation de compression (équi-bi-compression pour Hutchinson) correspond avant rupture à une sollicitation en mode II. En effet, quel que soit le lieu de la fissure, céramique / oxyde



**Figure IV.1** – (a) Conventions de notations pour la modélisation analytique d'un disque soumis à une sollicitation de compression. (b) Perturbations du front de délaminage de forme circulaire [Hutchinson *et al.* 1992].

ou oxyde / sous-couche, le paramètre de Dundur  $\alpha$  est négatif et conduit à un angle de mixité modale proche de  $-90^\circ$ , figure IV.2. Avant rupture, le résultat développé par Hutchinson montre que le mode I peut influencer la rupture mais toujours avec une prépondérance pour le mode II.

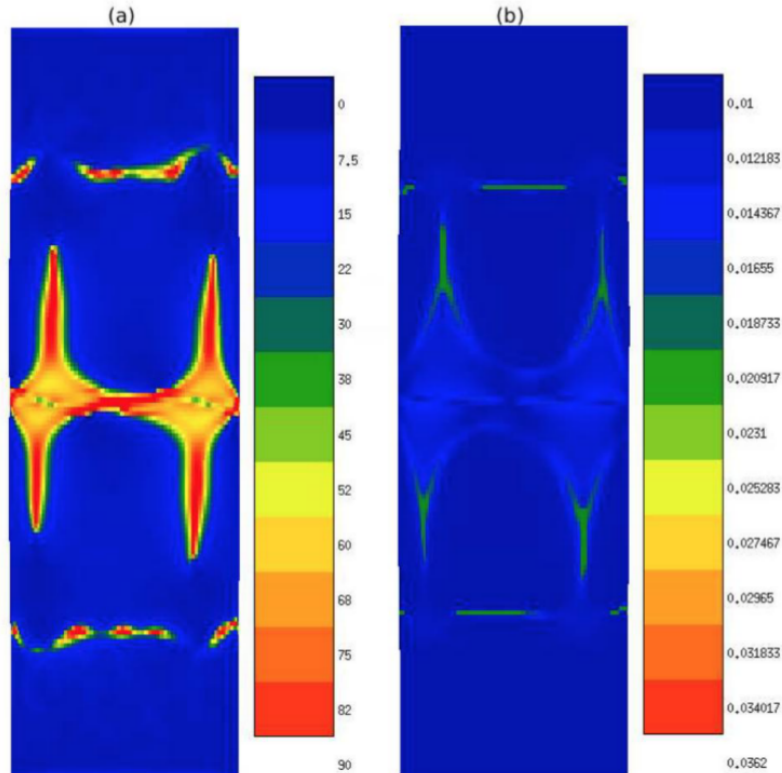


**Figure IV.2** – Angle de mixité  $\psi$  en fonction du rapport  $\sigma/\sigma_c$  pour trois valeurs du coefficient de Dundur  $\alpha$  entre le revêtement et le substrat pour un disque encastré en compression.  $\sigma_c$  représente la contrainte critique à écaillage du revêtement [Hutchinson *et al.* 1992].

Enfin, si on introduit la rugosité locale des interfaces considérées, cette fois-ci, même en considérant un mode de cisaillement macroscopique, le mode d'ouverture aura une contribution importante sur la propagation de fissure. Tant qu'aucune fissure macroscopique ne s'est propagée, la formulation analytique proposée par Hutchinson n'est plus applicable.

Pour décrire au mieux les conditions expérimentales, il faudrait utiliser un maillage complet de l'éprouvette. Compte tenu de sa dimension (100 mm de longueur et une zone revêtue

céramique d'environ 60 mm) et de la précision requise pour l'utilisation de zone cohésive (élément de l'ordre du micron), un calcul complet de l'éprouvette n'était pas envisageable sans recourir à un calcul parallèle qui n'a pas été souhaité dans cette étude. Des calculs sur éprouvette complète sans modélisation de défauts d'interface ont ainsi été menés par Noémie Rakotomalala dans le cadre global du projet PRC [Rakotomalala 2014]. Les résultats de simulation sur un tube revêtu soumis à un gradient thermique montrent en particulier que la mixité modale évolue en fonction de la taille de la zone fissurée et en fonction de la position analysée, figure IV.3



**Figure IV.3** – (a) Angle de mixité des modes de sollicitation  $\psi$  ( $^{\circ}$ ) et (b) des taux de restitution d'énergie critique  $G_c(\psi)$  (N/mm) à  $t = 2.4s$ , aux points de Gauss de l'interface comprise entre  $z = 5$  et 65 mm. Le paramètre  $\beta$  vaut 0.5 [Rakotomalala 2014].

Par ailleurs, les mesures de champs de déformation par corrélation d'images, cf. figure III.23, mettent en évidence que la localisation de bandes de glissement du substrat était fortement corrélée à l'apparition des écailles. Or la largeur de ces bandes excède rarement le millimètre pour les configurations analysées.

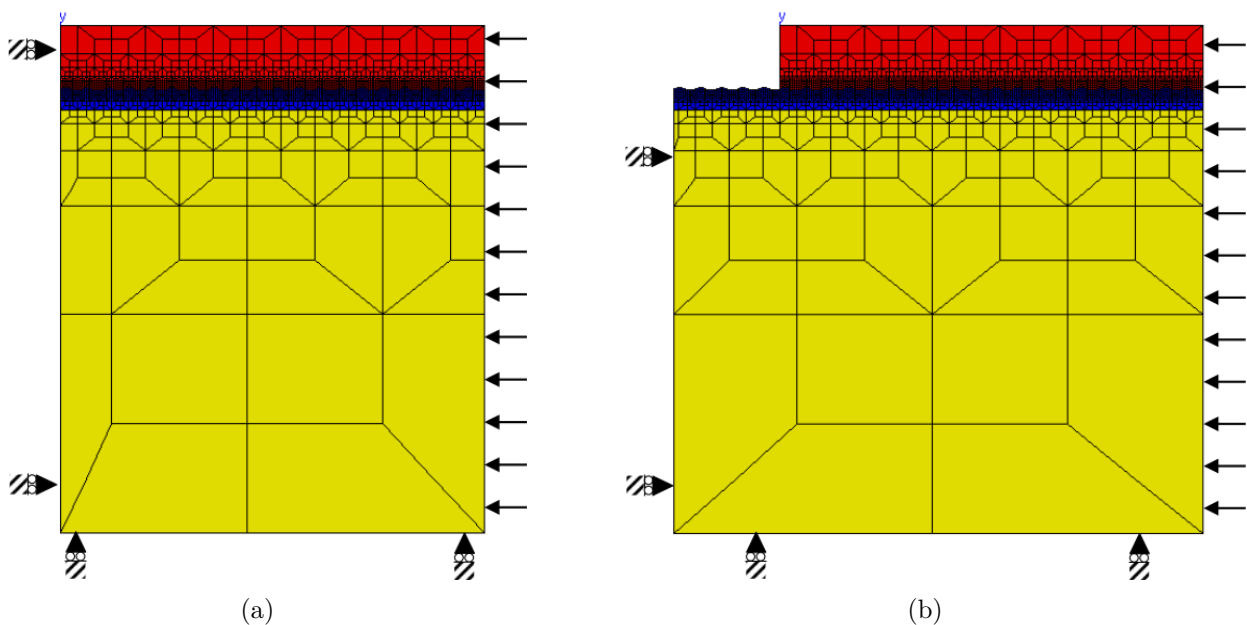
### IV.1.2 Choix de la modélisation

Nous avons donc privilégié ici l'analyse d'un sous-volume de l'éprouvette dont la dimension de l'ordre du millimètre permet de raffiner suffisamment le maillage pour analyser les défauts d'interface et de pouvoir effectuer un calcul séquentiel. Idéalement, pour représen-

ter correctement l'influence de la taille macroscopique de la zone délaminée, il aurait fallu mailler entièrement l'éprouvette avec une interface rugueuse. On verra par la suite que ce choix par défaut limite intrinsèquement l'analyse du flambage.

La modélisation d'un système barrière thermique n'est pas aisée puisque la complexité du système ne peut être entièrement retranscrite par un calcul numérique, d'une part par le coût de calcul prohibitif mais surtout par les méconnaissances des couplages thermo-mécaniques et métallurgiques à l'œuvre dans un tel système. Plusieurs choix de modélisation ont été opérés dans le but d'être le plus représentatif des observations expérimentales, tout en simplifiant au maximum le maillage et le type de calcul. L'objectif des calculs présentés par la suite est de comprendre l'influence de paramètres géométriques et d'endommagement sur l'amorçage et la propagation d'une fissure d'interface pour une sollicitation de compression permettant de reproduire les conditions expérimentales des essais de propagation présentés au chapitre précédent.

Nous avons choisi de ne considérer que trois couches du système : substrat, sous-couche et céramique. La couche d'oxyde ne sera pas maillée explicitement afin de nous affranchir d'un raffinement du maillage à l'interface, augmentant considérablement le nombre d'éléments et donc le temps de calcul. L'interface sous-couche / céramique sera modélisée à l'aide d'éléments de zones cohésives. Nous ne distinguerons pas de zone d'inter-diffusion entre la sous-couche et le substrat, et assimilerons son comportement à celui du substrat. Dans un premier temps, la modélisation sera simplifiée en utilisant un maillage bi-dimensionnel. Les maillages ainsi que les conditions aux limites utilisés dans cette étude, pour modéliser les essais d'écaillage et de propagation, sont présentés à la figure IV.4.

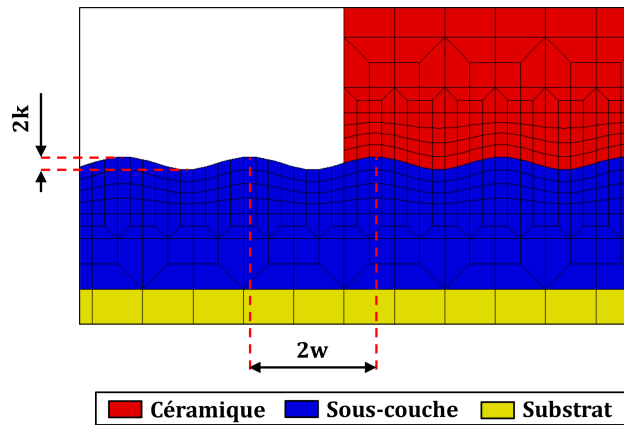


**Figure IV.4** – Maillages et conditions aux limites pour modéliser les essais de compression (a) jusqu'à écaillage et (b) pour propager le délaminage.

Les épaisseurs de chacune des couches sont choisies en fonction des observations en microscopie et des conditions d'usinage et de dépôt : l'épaisseur du substrat est fixée à 1 mm, l'épaisseur de sous-couche est choisie égale à 50  $\mu\text{m}$ , tandis que la céramique mesure 150  $\mu\text{m}$ . La couche d'oxyde n'a pas été maillée, cependant elle est ici modélisée par l'ajout d'éléments cohésifs à l'interface céramique / sous-couche. Le type d'éléments (linéaire ou quadratique) ainsi que la taille de maille minimale, seront discutés lors de l'étude de convergence.

La longueur du maillage utilisée pour simuler l'essai d'écaillage est de 1 mm tandis que celle de l'essai de propagation est de 1.25 mm. La différence de longueur maillée correspond à une zone qui est volontairement non revêtue de céramique, censée représenter une zone pré-écaillée.

Une ondulation de l'interface, figure IV.5 a été ajoutée afin de rendre compte de la rugosité d'interface. Celle-ci a été choisie sinusoïdale par souci de simplicité.



**Figure IV.5** – Maillage de l'interface entre la sous-couche et la céramique avec profil rugueux sinusoïdal.

Les paramètres d'onde  $w$  et  $k$  pour le calcul de référence sont présentées au tableau IV.1.

Demi-amplitude $k$ ( $\mu\text{m}$ )	Demi-longueur d'onde $w$ ( $\mu\text{m}$ )
2.5	25

**Table IV.1** – Valeurs de l'amplitude et de la longueur d'onde du profil de rugosité sinusoïdal fixées pour le calcul de référence.

#### IV.1.2.a Lois de comportement des couches du système

Les lois de comportement de la sous-couche et de la céramique sont identiques à celles du module multi-barres, section I.4.3.a.

##### Le substrat

L'expérience a montré que lors des essais de compression, du fait de l'utilisation d'un substrat monocristallin, nous observons l'apparition de bandes de glissement localisant la

déformation. Leur apparition augmente localement l'endommagement de l'interface puisque c'est à proximité de celles-ci que l'écaillage se produit. Rien n'indique cependant qu'elles soient les seules responsables de la propagation. Dans un premier temps, nous avons considéré le substrat élastique isotrope, dont les paramètres de la loi de comportement sont explicités au tableau IV.2. Compte tenu de l'échelle de maillage proche du millimètre, ainsi que des observations effectuées lors de la corrélation d'images, nous considérons une zone de petites dimensions où la déformation locale induite par l'essai de compression est maximale.

Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson
137.5	0.31

**Table IV.2** – Valeurs des paramètres de la loi de comportement élastique utilisée pour l'AM1 à 20 °C.

### La sous-couche

Le comportement de la sous-couche est défini par une loi d'écoulement plastique de type Norton avec deux écrouissages cinématiques, linéaire et non-linéaire [Caliez *et al.* 2002].

$$\dot{\epsilon}_p = \left( \frac{\|\sigma - \sum_i X_i\| - R_0}{K} \right)^n \quad (\text{IV.1})$$

avec  $R_0$  la limite d'élasticité,

$K$  et  $n$  les paramètres de la loi de Norton,

$X_1 = \frac{C_1}{D_1} (1 - e^{-D_1 \epsilon_p})$  le premier écrouissage cinématique, non linéaire,

$X_2 = C_2 \epsilon_p$  le second écrouissage cinématique, linéaire.

Les paramètres de la loi de comportement de la sous-couche sont explicités au tableau IV.3. Le vieillissement thermique de la sous-couche n'est pas pris en compte dans cette étude numérique.

Module d'Young (GPa)	Coefficient de Poisson	Limite d'élasticité $R_0$ (MPa)	Exposant de Norton $n$	Paramètre de Norton $K$
188	0.31	260	7.7	18

**Table IV.3** – Valeurs des paramètres de la loi de comportement élasto-visco-plastique utilisée pour la sous-couche à 20 °C.

La zone d'inter-diffusion est rarement modélisée. Dans notre cas, nous avons considéré qu'elle avait sensiblement les mêmes propriétés mécaniques que le substrat, *i.e.* un comportement élastique isotrope.

### La céramique

De par sa structure colonnaire, la céramique possède un comportement isotrope transverse, de telle sorte que le module d'élasticité dans le plan soit homogène et plus faible que le module d'élasticité hors plan [Johnson *et al.* 1998]. Les paramètres de la loi de comportement sont explicités dans le tableau IV.4. Nous n'avons pas pris en compte le phénomène de frittage de la céramique, celui-ci étant peu probable aux températures testées.

Composantes du tenseur de rigidité	$y_{1111}$	$y_{2222}$	$y_{1122}$	$y_{1212}$
(GPa)	21	200	5	8.33

**Table IV.4** – Valeurs des composantes du tenseur de rigidité de la céramique.

#### IV.1.2.b Loi de zone cohésive

La loi cohésive utilisée dans cette étude a été initialement proposée par Needleman [Needleman 1990]. Elle est basée sur une variable scalaire de l'endommagement  $\lambda$  telle que :

$$\lambda = \sqrt{\left(\frac{\langle U_N \rangle}{\delta_N}\right)^2 + \left(\frac{\|\vec{u}_T\|}{\delta_T}\right)^2} \quad (\text{IV.2})$$

avec  $\langle U_N \rangle$  la partie positive du déplacement normal à l'élément d'interface,

$\|\vec{u}_T\|$  la norme du vecteur déplacement tangentiel à l'élément d'interface,

$\delta_n$  et  $\delta_t$  les valeurs maximales que peuvent atteindre respectivement les composantes normale et tangentielle du déplacement de l'élément. Au delà de ces valeurs, l'élément est considéré rompu.

Les composantes de la contrainte normale  $T_N$  et de cisaillement  $T_T$  sont définies par :

$$\begin{aligned} T_N &= \frac{u_N}{\delta_N} F(\lambda_{max}) \\ T_T &= \alpha \frac{u_T}{\delta_T} F(\lambda_{max}) \\ F(\lambda) &= \frac{27}{4} \sigma_{max} (1 - \lambda)^2 \end{aligned} \quad (\text{IV.3})$$

avec  $\alpha$ , un paramètre pondérant l'impact de la partie tangentielle de la contrainte par rapport à la partie normale,

$\sigma_{max}$ , la contrainte maximale admissible par l'élément cohésif.

Les paramètres de la loi cohésive utilisés pour l'étude des défauts d'interface sont présentés au tableau IV.5. La valeur du paramètre  $\alpha$  a été fixée à 1, afin de ne pas privilégier de mode de rupture.

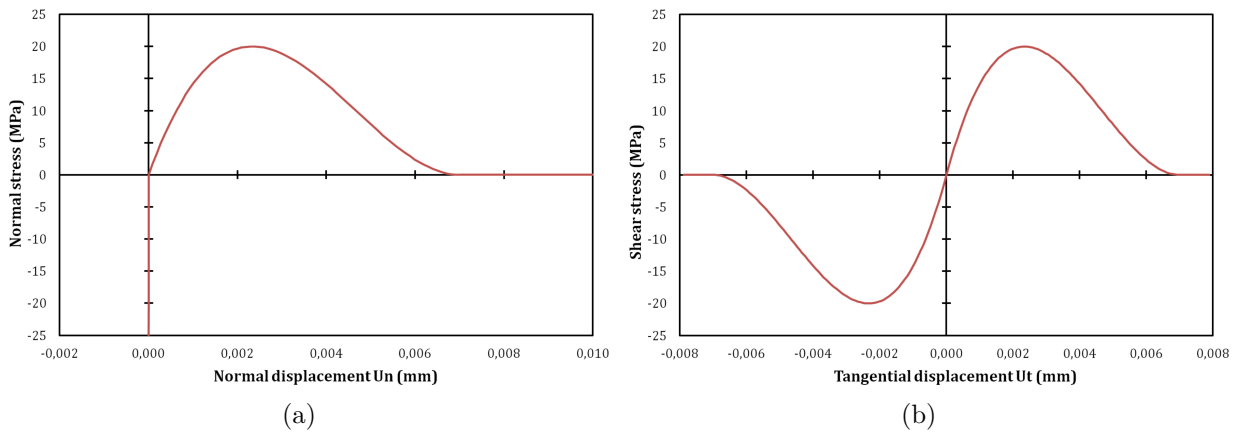
Ce type de loi permet une estimation de l'endommagement de l'interface en fonction de la



$\delta_N$ ( $\mu\text{m}$ )	$\delta_T$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma_{max}$ (MPa)
7	7	20

**Table IV.5** – Valeurs des paramètres de la loi cohésive utilisés pour l'étude de l'influence des défauts d'interface.

force et du déplacement appliqué à chaque élément. Lorsque la valeur de l'endommagement  $\lambda$  atteint la valeur unitaire, alors l'élément est considéré rompu et sa rigidité devient nulle en traction et en cisaillement. Seul un déplacement normal négatif induit des efforts de compression. Une représentation conventionnelle de la loi de zone cohésive en contrainte / déplacement est proposée à la figure IV.6.



**Figure IV.6** – Modèle de comportement de la loi cohésive de Needleman sous chargement (a) normal et (b) tangentiel à l'élément d'interface.

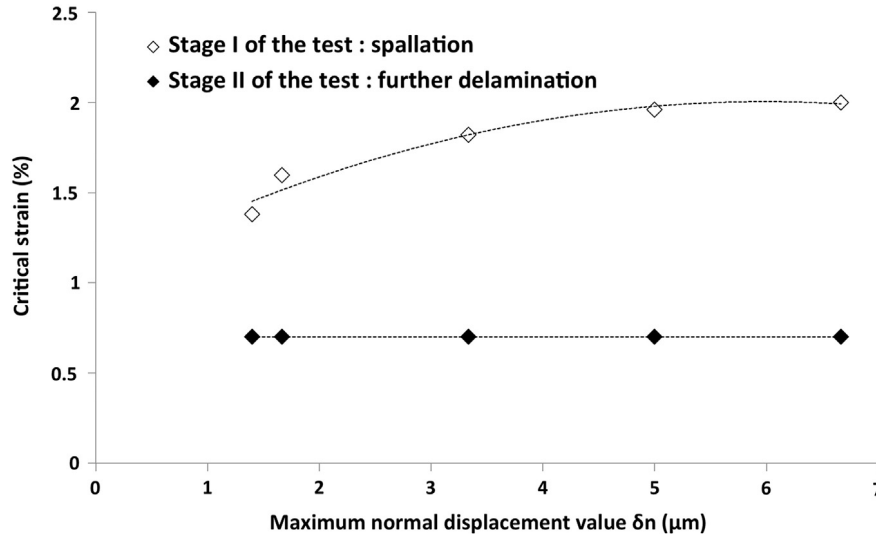
La loi est similaire dans sa description en traction et en cisaillement. Cependant, chaque élément cohésif est doté d'une caractéristique de non-interpénétration, interdisant le déplacement normal en compression.

### Remarques sur l'essai de compression pour provoquer l'écaillage

L'étude paramétrique ne sera, par la suite, effectuée que sur l'essai de compression en conditions de propagation de fissure interfaciale. La modélisation de l'essai de compression pour induire un écaillage s'est avérée problématique. En effet, des calculs préliminaires montraient la nécessité d'introduire une instabilité afin de provoquer le flambage puis l'écaillage. Cette instabilité a été modélisée sous la forme d'un effort de perturbation appliqué à un nœud de la céramique, provoquant un déplacement hors plan de la céramique [Soulignac *et al.* 2013]. Cependant, le moment de rupture est fortement dépendant de l'effort appliqué. La méthode utilisée n'est donc peut-être pas adéquate. En conditions réelles, nous n'avons observé des écaillages que pour des déformations importantes du substrat. La perturbation est alors probablement apportée par le déplacement hors plan de l'interface lors de l'activation de bandes de glissement. Un calcul utilisant une loi de comportement du substrat avec

plasticité cristalline permettrait de tester cette hypothèse afin de provoquer un écaillage sans ajout d'une perturbation extérieure mais nécessiterait le recours à un maillage complet de l'éprouvette, ce qui conduirait à un coût de calcul jugé prohibitif.

Lors de nos calculs préliminaires, nous avons également mis en avant la forte sensibilité du calcul aux conditions de sollicitations en ouverture de fissure, puisque le moment de rupture est dépendant du paramètre  $\delta_n$  de la loi cohésive [Soulignac *et al.* 2013], figure IV.7.



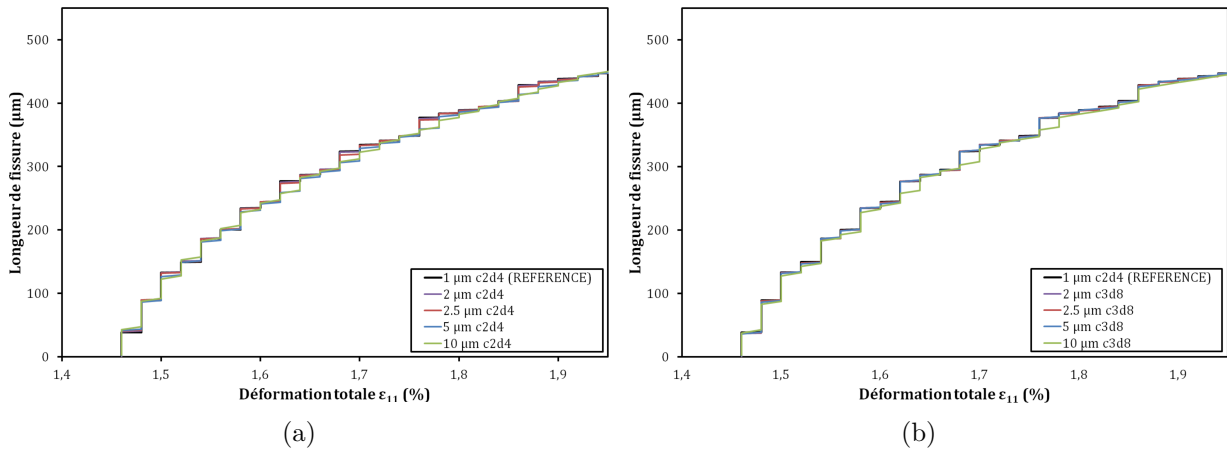
**Figure IV.7** – Influence du paramètre  $\delta_n$  de la loi cohésive sur le comportement en écaillage et en propagation de l'essai de compression [Soulignac *et al.* 2013].

Il est également possible que nos choix de modélisation ne soient pas les plus adaptés pour simuler l'écaillage. Le phénomène étant macroscopique, avec des tailles de zones écaillées de quelques millimètres, la longueur de notre maillage n'est sans doute pas suffisante. Dans notre cas, l'instabilité du calcul était élevée puisque nous avons des problèmes de convergence juste après la rupture des premiers éléments cohésifs. De plus, nous avons volontairement omis de prendre en compte les contraintes résiduelles dans chaque couche, induits par les écarts dilatométriques. Ces écarts modifient l'état de contrainte initial du système, en introduisant un cisaillement des interfaces. Dans le cas de notre calcul de propagation, cela influencerait uniquement sur l'initiation de la rupture, mais ne modifierait pas le mécanisme de propagation. En outre, le mécanisme d'écaillage permet de relaxer une partie des contraintes résiduelles induites par les sollicitations thermo-mécaniques. Pour toutes ces raisons, on supposera que son absence n'est pas préjudiciable dans l'analyse de la propagation de fissure après un premier écaillage. En revanche, négliger les contraintes résiduelles dans le cas du calcul de compression jusqu'à écaillage peut être sujet à discussion.

#### IV.1.2.c Étude de la convergence du calcul

Nous proposons ici de procéder à une analyse de l'influence des paramètres de maillage sur les résultats de propagation de fissure d'interface pour le maillage décrit figure IV.4 et des

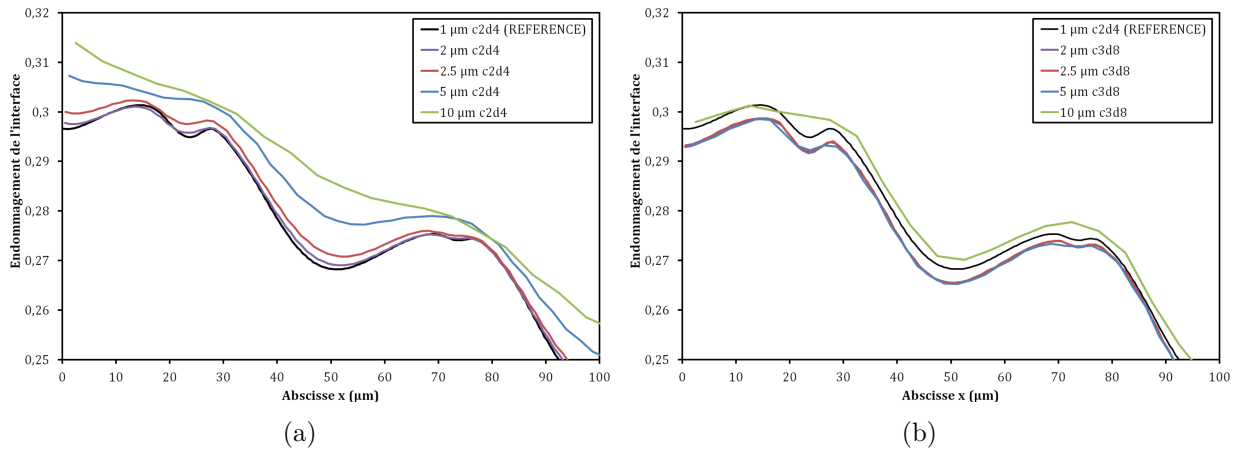
paramètres de rugosité fixés, tableau IV.1. La convergence du calcul est vérifiée en comparant, pour différentes tailles de maille et différents types d'éléments, des valeurs représentatives de notre calcul. Les lois de comportement de chaque couche sont présentées au début de ce chapitre. Nous avons testé des éléments linéaires (c2d4) et quadratiques (c3d8) dont la maille mesure entre 1 et 10  $\mu\text{m}$ . Le calcul pour des éléments quadratiques de 1  $\mu\text{m}$  s'est avéré extrêmement couteux en temps de calcul et n'a pas été effectué. Dans un premier temps, nous avons choisi d'observer l'évolution de la longueur de fissure en fonction de la déformation macroscopique appliquée à la cellule, figure IV.8, lors de l'essai de compression pour propager le délaminage.



**Figure IV.8** – Évolution de la longueur de fissure d'interface en fonction du chargement en mode II, à partir de maillages utilisant (a) des éléments linéaires, et (b) des éléments quadratiques. Le calcul avec des éléments linéaires de 1  $\mu\text{m}$  sert de référence pour les comparaisons.

La taille de maillage n'a semble-t-il pas de réelle influence sur l'amorçage et la propagation de la fissure d'interface. Ce paramètre ne permet pas d'assurer la validation de la convergence du calcul. Nous nous sommes alors intéressés à un paramètre plus local : la valeur de l'endommagement  $\lambda$  des premiers éléments d'interface situées le long des deux premières ondulations, figure IV.9. La déformation totale en compression pour l'analyse a été fixée à 1 %.

Nous constatons, figure IV.9, une influence de la taille de maillage. L'utilisation d'éléments linéaires est peu concluante puisque la convergence n'est pas atteinte, figure IV.9(a). Cette observation est confirmée en comparant avec les valeurs de l'endommagement  $\lambda$  pour des calculs utilisant des éléments quadratiques, figure IV.9(b). En effet, les courbes correspondant aux calculs utilisant des éléments quadratiques de 2  $\mu\text{m}$ , 2.5  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  sont pratiquement confondues. Le calcul utilisant des éléments quadratiques de 10  $\mu\text{m}$  ne converge pas. La modélisation des essais a donc été effectuée avec des éléments quadratiques dont la taille minimale des éléments est de 5  $\mu\text{m}$ .



**Figure IV.9** – Évolution de l'endommagement  $\lambda$  des premiers éléments d'interface pour une déformation en compression de 1 %, à partir de maillages utilisant (a) des éléments linéaires, et (b) des éléments quadratiques. Le calcul avec des éléments linéaires de 1  $\mu\text{m}$  sert de référence pour les comparaisons.

### IV.1.3 Influence de défauts d'interface sur l'adhérence de la barrière thermique.

Nos paramètres de maillage et de calcul étant dorénavant fixés pour le cas de référence, nous pouvons tester la réponse en propagation de fissure en modifiant les propriétés de l'interface. Les deux paramètres étudiés dans ce chapitre concernent la rugosité et la présence de défauts modélisés par des pré-fissures interfaciales.

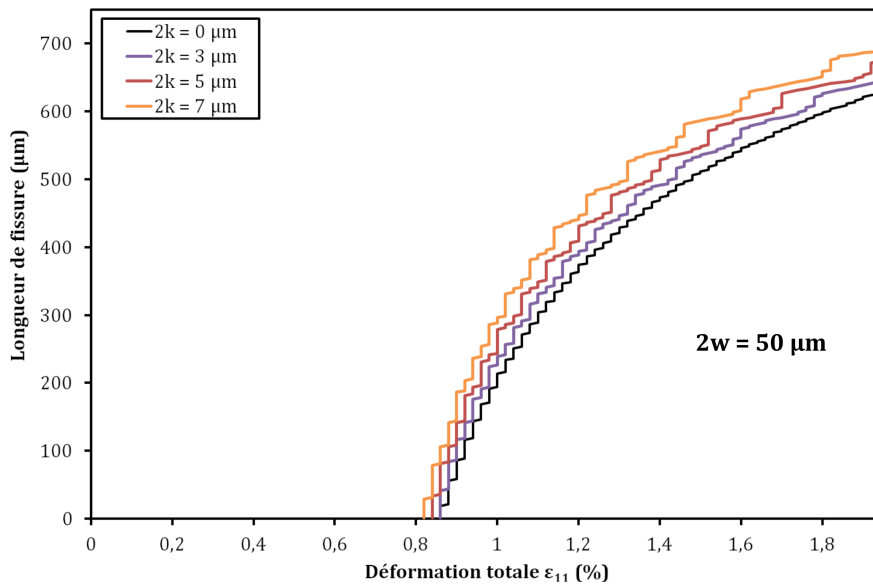
#### IV.1.3.a Influence de la rugosité

La rugosité du profil de la couche d'oxyde joue un rôle majeur au niveau de l'endommagement de l'interface puisqu'elle induit une élévation locale des contraintes [Karlsson et Evans 2001, Busso *et al.* 2001, Caliez *et al.* 2002, Balint et Hutchinson 2003, Frachon 2009]. Ces études sont basées sur l'analyse d'un motif élémentaire d'un profil rugueux, généralement considéré sinusoïdal.

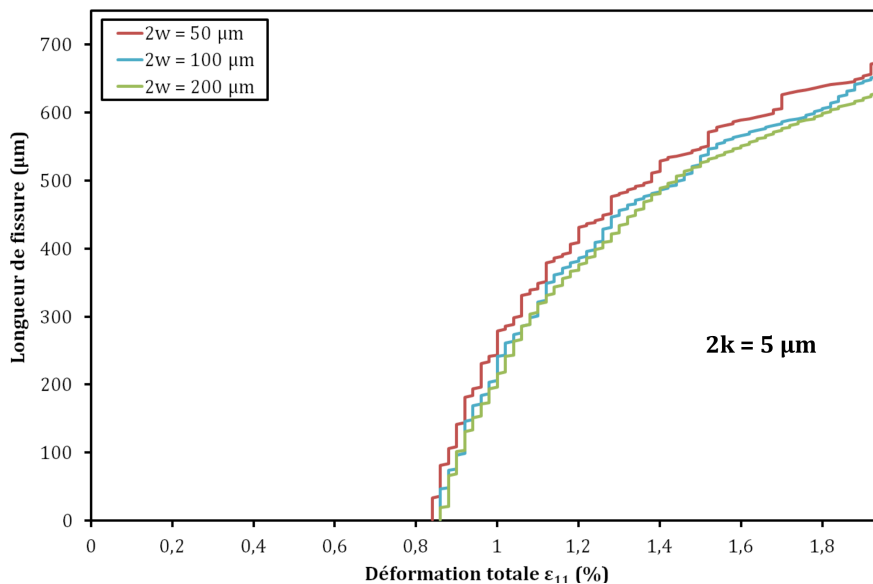
Afin d'observer son influence sur la réponse en propagation de fissure, plusieurs calculs numériques ont été effectués en modifiant soit la demi-longueur d'onde  $w$ , soit la demi-amplitude de rugosité  $k$  du profil sinusoïdal, respectivement figures IV.10a) et b).

Une rugosité de forte amplitude ou de faible longueur d'onde conduit à l'initiation de fissure pour une déformation plus faible, ce qui diminue les propriétés d'adhérence globale de la céramique.

Dans un deuxième temps, nous avons testé plusieurs configurations pour l'initiation de la rugosité d'interface en pointe de fissure. Nous avons ainsi inséré un déphasage de la rugosité en conservant les dimensions du maillage. Ce calcul a montré qu'il n'y a aucune influence de ce déphasage sur la réponse macroscopique en propagation de fissure. Concrètement, si



(a)



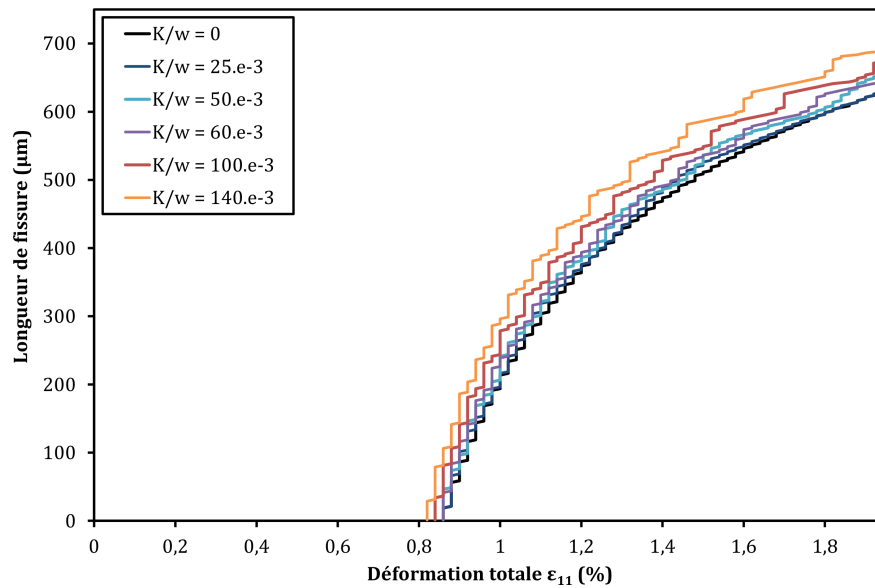
(b)

**Figure IV.10** – Calculs numériques de la propagation d’une fissure d’interface en fonction de (a) la longueur d’onde et (b) l’amplitude d’une rugosité sinusoïdale. Les figure (a) et (b) présentent respectivement des calculs à amplitude fixée ( $2k = 5 \mu\text{m}$ ) et à longueur d’onde fixée ( $2w = 50 \mu\text{m}$ ). La courbe rouge présente sur les deux graphes correspond au calcul pour le profil sinusoïdal de référence.

une fissure se propage localement plus rapidement dans un creux ou un pic de rugosité, la rugosité globale n’a aucun impact sur la fissuration.

L’adhérence générale de la céramique, pour une sollicitation macroscopiquement en mode II, pourrait être directement reliée aux paramètres de la rugosité, de telle sorte qu’une faible longueur d’onde ou une forte amplitude provoque une rupture précoce des éléments d’interface. Le rapport  $k/w$  devient ainsi le nouveau paramètre de l’étude de propagation de

fissure, présentée à la figure IV.11.



**Figure IV.11** – Influence du rapport  $k/w$  représentatif de la rugosité, sur le comportement en propagation de fissure du système barrière thermique considéré.

Plus le rapport  $k/w$  est élevé, plus l'amorçage de la fissuration intervient à faible déformation. Par conséquent, lorsque la rugosité augmente, la ténacité de l'interface en mode II, d'un point de vue macroscopique, diminue, alors que la ténacité de l'interface en mode I augmente [Zavattieri *et al.* 2008, Cordisco *et al.* 2012, Cordisco *et al.* 2014].

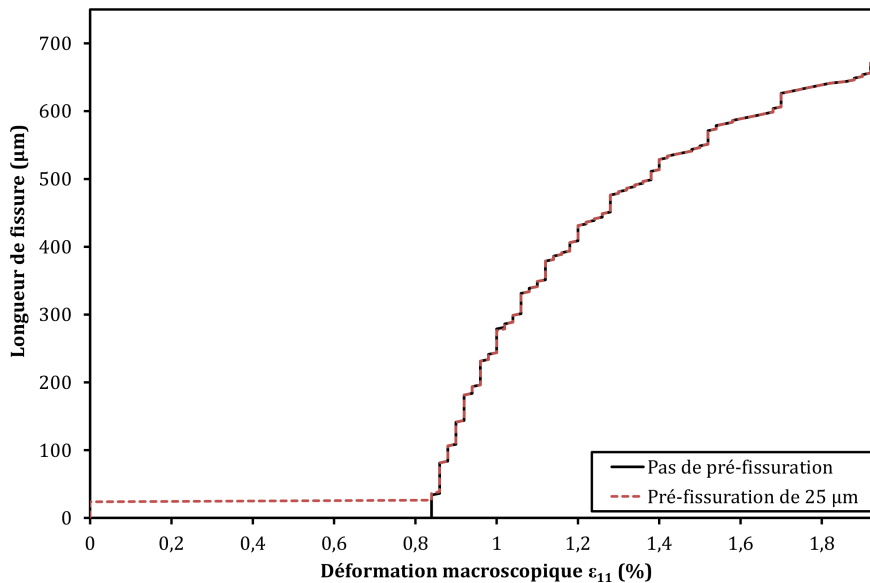
#### IV.1.3.b Influence de défauts d'interface

L'objectif est de simuler l'influence de défauts d'adhérence à l'interface entre la sous-couche et la céramique. Nous avons modélisé la présence de fissures en modifiant l'état initial de l'endommagement de certains éléments cohésifs de l'interface. Le paramètre d'endommagement  $\lambda$  a ainsi été fixé à 1 dans les zones où nous voulions simuler une pré-fissuration.

Un élément dont la variable d'endommagement  $\lambda$  vaut 1 est considéré rompu. Il n'interagit alors plus avec les deux éléments des couches qui ont servi à le créer. Seule la condition de non-interpénétration est conservée. La longueur de fissure est définie par le nombre d'éléments successifs rompus, pondéré par la taille de chaque élément.

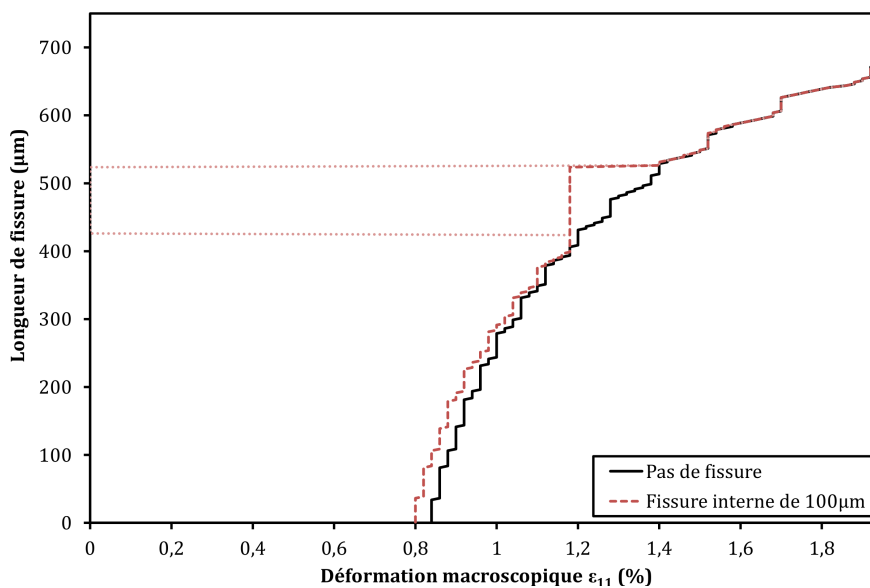
Nous avons testé plusieurs configurations de pré-fissuration. Le premier calcul étudie l'influence d'une pré-fissuration au niveau de la jonction entre la zone revêtue et la zone écaillée, figure IV.12. En pratique, nous ne connaissons pas la longueur exacte de fissure induite par l'essai d'écaillage.

La présence d'une pré-fissure à proximité de la zone écaillée n'a aucune influence sur le comportement en propagation de fissure. Le calcul nous montre qu'il ne fait ainsi que « rattraper » le comportement en propagation qu'il aurait eu sans celle-ci. L'incertitude de mesure expérimentale de la surface délaminée n'a donc *a priori* aucune conséquence.



**Figure IV.12** – Influence d’une pré-fissuration sur la propagation de fissure.

Nous nous sommes également intéressés à l’impact d’une fissure interne présente dans la zone revêtue. Cette fissure de longueur 100  $\mu\text{m}$  a été introduite au centre de la zone revêtue, figure IV.13. La fissure a été choisie délibérément longue afin de maximiser son influence sur le délaminage de l’interface.

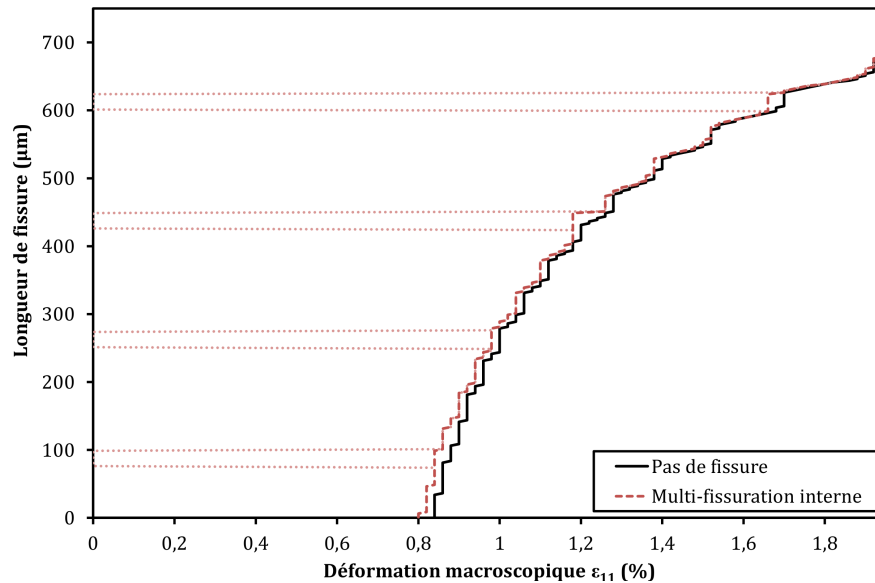


**Figure IV.13** – Influence d’une fissure de 100  $\mu\text{m}$  au milieu d’une zone adhérente de 1 mm sur la propagation de fissure. La zone pré-fissurée est délimitée par des lignes pointillées horizontales.

La présence de la fissure au sein d’une zone adhérente diminue la déformation nécessaire pour amorcer la propagation, cependant elle ne modifie pas l’évolution du délaminage au delà de sa position, dans la mesure où l’on retrouve la même évolution que pour une interface saine.

Le troisième et dernier calcul concernant les défauts d’interface a été effectué sur une

interface multi-fissurée, figure IV.14. Quatre fissures de 25  $\mu\text{m}$  ont été introduites à intervalles réguliers dans le maillage. La longueur cumulée de fissure de l'état initial est donc identique à celle du calcul précédent. Ce calcul est beaucoup plus représentatif de l'état d'endommagement que l'on peut rencontrer expérimentalement.



**Figure IV.14** – Influence de plusieurs fissures de 25  $\mu\text{m}$  dans une zone adhérente de 1 mm sur la propagation de fissure. La zone pré-fissurée est délimitée par des lignes pointillées horizontales.

Les observations effectuées sur le calcul précédent sont ici confirmées : chaque pré-fissure agit sur le comportement en propagation de la zone entre sa position et la pointe de fissure. Nous noterons également que pour les hypothèses retenues, les valeurs de la déformation nécessaire à l'amorçage sont équivalentes pour les deux calculs.

### IV.1.3.c Cas test avec rugosité 3D

Cette section fait référence aux résultats de calcul utilisant des zones cohésives en trois dimensions [Soulignac *et al.* 2013]. Celui-ci a été effectué afin d'observer l'influence d'une rugosité complexe sur l'endommagement local de l'interface sous-couche/céramique. Le maillage est semblable à l'essai d'écaillage puisque la céramique est présente sur la totalité de la surface. Les lois de comportement de chaque couche sont identiques aux calculs précédents. Des éléments cohésifs remplacent également la couche d'oxyde. La loi de comportement utilisée pour les zones cohésives est identique, mais les paramètres  $\delta_n$ ,  $\delta_t$  et  $\sigma_{max}$  sont différents, tableau IV.6.

La rugosité complexe adoptée est définie suivant les deux directions du plan. Elle a été extrudée à partir de la configuration en deux dimensions et modifiée suivant les directions x et z afin de lui conférer un profil rugueux irrégulier.



$\delta_N$ ( $\mu\text{m}$ )	$\delta_T$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma_{max}$ (MPa)
8.4	1.4	30

**Table IV.6** – Valeurs des paramètres de la loi cohésive pour le calcul de compression sur un maillage en trois dimensions.

$$f(x) = a_1 \sin\left(\frac{2\pi x}{w_1} + \beta_1\right) + a_2 \sin\left(\frac{2\pi x}{w_2}\right) \quad (\text{IV.4})$$

$$g(x, z) = a_3 \sin\left(\frac{2\pi x}{w_1} + \frac{2\pi z}{w_3} + \beta_2\right) + a_4 \sin\left(\frac{2\pi z}{w_4}\right) + a_5 \sin\left(\frac{2\pi z}{w_5}\right) \quad (\text{IV.5})$$

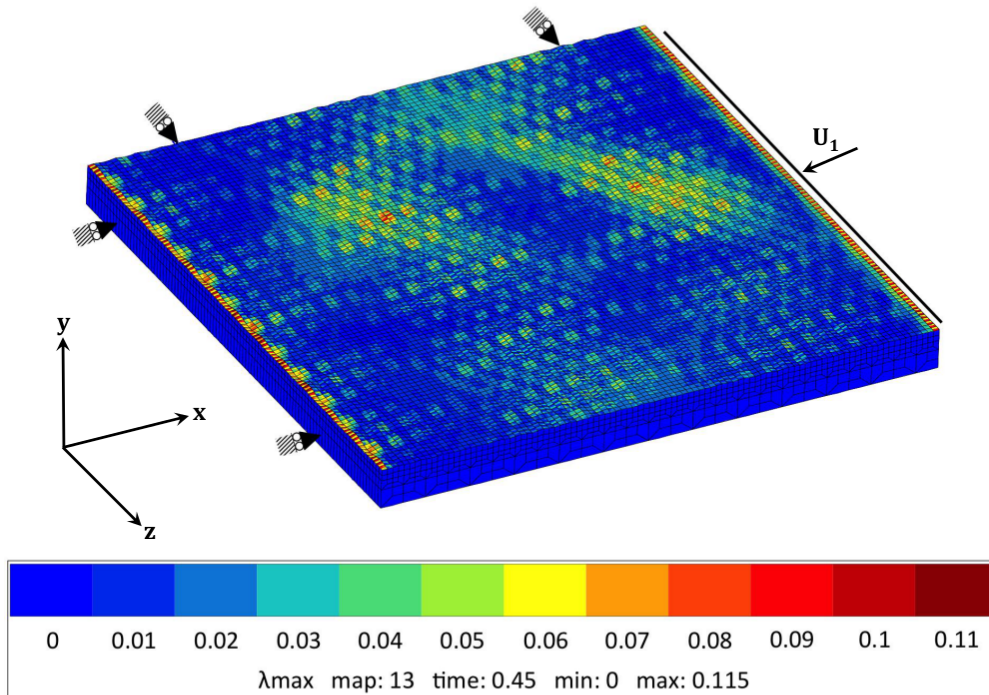
$$y(x, z) = f(x)g(x, z) \quad (\text{IV.6})$$

Les coefficients  $a_i$  et  $w_i$  sont présentés au tableau IV.7.

$a_1$	$w_1$	$a_2$	$w_2$	$a_3$	$w_3$	$a_4$	$w_4$	$a_5$	$w_5$
12.5	100	50	20	20	40	16	70	25	40

**Table IV.7** – Valeurs des coefficients de l'équation de rugosité 3D. Les coefficients  $a_i$  et  $w_i$  sont exprimés en  $\mu\text{m}$ .

L'endommagement de l'interface induit par la compression suivant la direction  $x$  est présenté à la figure IV.15.



**Figure IV.15** – Endommagement  $\lambda$  des éléments cohésifs d'un profil rugueux suite à une compression suivant l'axe  $x$  [Soulignac *et al.* 2013].

L'endommagement interfacial obtenu, figure IV.15 ressemble à la morphologie des écailles observées expérimentalement. Les sites d'amorçage de fissures sont généralement situés dans les zones où la contrainte de cisaillement est la plus élevée. Dans ce modèle, la localisation de l'endommagement est la conséquence d'une rugosité 3D complexe. Les zones les plus endommagées interagissent entre elles, créant une zone endommagée plus grande que les perturbations locales. Ces zones peuvent coalescer pour des niveaux de sollicitations plus élevées pour finalement créer une large zone délaminée pouvant mener à un écaillage par flambage. Cependant, ce calcul n'a pu être mené jusqu'à écaillage. En effet, l'endommagement lié aux conditions aux limites prend le pas ici sur l'endommagement induit par le profil rugueux.

### IV.1.4 Conclusion

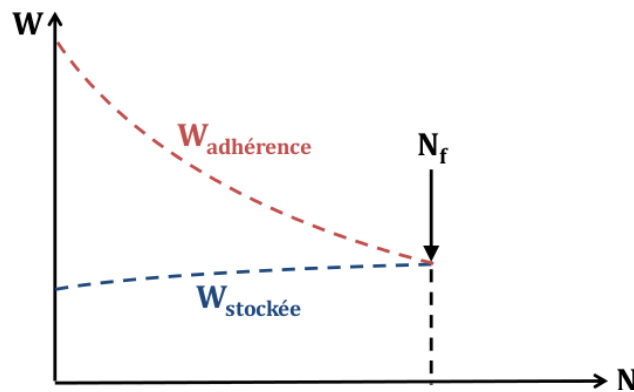
L'analyse numérique de l'écaillage et de la propagation du délaminage a été effectuée sur un sous-volume de l'éprouvette en deux dimensions, représentatif d'une coupe suivant la longueur.

La modélisation de l'essai d'écaillage n'est pas concluante. En effet, nous avons vu que la déformation critique à l'écaillage n'intervient que lorsqu'une perturbation est introduite dans le calcul. De plus, les paramètres de modélisation de la perturbation influencent la valeur de la déformation critique. Par conséquent, il est nécessaire de considérer d'autres moyens d'introduire une perturbation, comme par exemple, un déplacement hors plan de l'interface.

La modélisation de l'essai de propagation du délaminage a permis de tester l'influence de paramètres d'interface. Nous avons ainsi observé que la propagation de fissure est favorisée lorsque l'interface est pré-fissurée, mais également lorsque la rugosité d'interface est élevée.

## IV.2 Modélisation de la durée de vie d'un système barrière thermique

La modélisation de la durée de vie du revêtement barrière thermique considéré dans cette étude est principalement basée sur les observations expérimentales du chapitre précédent. La durée de vie est définie par une compétition entre deux énergies, figure IV.16 : une énergie stockée  $W_s$  dans le système représentative des divers chargements à l'instant considéré, et une énergie d'adhérence (ou énergie à rupture)  $W_r$ , dépendante de l'histoire thermo-mécanique du revêtement [Thery *et al.* 2009, Frachon 2009, Vaunois 2013]. Le moteur de croissance de l'énergie stockée est supposé être la déformation de croissance de l'oxyde, le frittage éventuel de la céramique [Thery *et al.* 2009, Frachon 2009] alors que l'endommagement est le plus souvent attribué à la perte d'adhérence au cours du vieillissement par modification locale des oxydes de croissance et / ou ruine de l'oxyde ou par le phénomène de rumpling / ratcheting [Vaunois 2013].



**Figure IV.16** – Évolution théorique des énergies stockée (en bleu) et d'adhérence (en rouge). Le croisement des deux courbes définit le moment de l'écaillage au cycle  $N_f$ .

Le but de cette étude est d'estimer l'évolution de la courbe d'énergie à rupture en fonction du vieillissement et de calculer, pour tout type de chargement, l'énergie stockée dans la céramique. Lorsque l'énergie stockée devient supérieure à l'énergie à rupture, l'écaillage se produit. La durée de vie correspond au cycle où cet évènement se produit pour la première fois.

$$N_f = N(W_s > W_r) \quad (\text{IV.7})$$

De nombreuses études estiment les énergies d'adhérence / stockées globales de la couche d'oxyde et de la couche céramique [Evans 2011, Hutchinson et Hutchinson 2011, Zhu *et al.* 2015]. Nous avons fait le choix de n'estimer que l'énergie stockée dans la couche céramique car c'est la rupture de cette couche par flambage puis écaillage que nous souhaitons décrire. En outre, une analyse élastique du comportement de la couche céramique est raisonnable

alors que l'évolution de la couche d'oxyde est notablement plus complexe du fait du fluage à haute température et de l'endommagement local de la sous-couche.

La couche de céramique étant homogène dans son épaisseur, les énergies sont calculées dans une tranche, et sont donc surfaciques. Cette modification permet de prendre en compte la variabilité de l'épaisseur de céramique  $h_{YSZ}$ , dont on sait la dépendance, notamment en condition de flambage.

### IV.2.1 L'énergie stockée dans la céramique

Cette approche se démarque du dernier modèle développé par Courcier dans sa thèse. En effet, il avait opté pour une formulation du critère de rupture par flambage d'un disque encastré. Cette formulation faisait intervenir uniquement la déformation  $\epsilon_{11}$  de l'essai de compression uniaxiale. Nous avons opté pour une formulation énergétique afin de retranscrire le chargement biaxial que subit la céramique, provoqué par le vieillissement et par l'essai de compression.

$$W_s^{YSZ} = \frac{1}{2} h_{YSZ} \sum_{i=11,22} \sigma_i^{YSZ} : \epsilon_i^{m,YSZ} \quad (\text{IV.8})$$

avec  $h_{YSZ}$  l'épaisseur de céramique,

$\sigma_i^{YSZ}$ ,  $i = 11, 22$  les contraintes dans la céramique,

$\epsilon_i^{m,YSZ}$ ,  $i = 11, 22$  les déformations mécaniques de la céramique.

Les calculs présentés dans cette section sont effectués à partir du module multi-barres développé par Courcier et Harvey, section I.4.3.a. Ce module permet d'accéder aux contraintes et déformations de chaque couche, avec l'hypothèse que le substrat impose ses déformations totales.

La loi de comportement de l'AM1 développée par Snecma, est définie élasto-viscoplastique orthotrope. L'annexe D regroupe les comparaisons entre les essais de fatigue mécano-thermique et les calculs numériques associés.

L'énergie stockée, évaluée à chaque instant du calcul, varie énormément pendant toute la durée de cycle. Le critère d'écaillage consiste à vérifier si la valeur de cette énergie dépasse la valeur de l'énergie à rupture. Comme les durées de vie sont exprimées en nombres de cycles, le critère n'a besoin d'être vérifié qu'une seule fois par cycle. De plus, l'évolution de l'énergie à rupture est obligatoirement décroissante puisque l'endommagement est une fonction croissante du nombre de cycles. Il suffit alors de comparer le niveau maximal atteint par l'énergie stockée pendant chaque cycle à l'énergie à rupture à la fin de chaque cycle.

## IV.2.2 L'énergie à rupture de la céramique

L'énergie à rupture  $W_r$  est évaluée à partir de la valeur de l'énergie stockée au moment de la rupture. La plupart des écaillages ayant été provoqués par des essais de compression, il est nécessaire de faire intervenir les déformations mécaniques de l'AM1 dans le calcul analytique des déformations et contraintes de la céramique.

$$\begin{aligned}
 \epsilon_i^{m,YSZ} &= \epsilon_i^{tot,YSZ} - \epsilon^{th,YSZ} \\
 &= \epsilon_i^{tot,AM1} - \epsilon^{th,YSZ} & i = 11, 22 \\
 &= \epsilon_i^{m,AM1} + \epsilon^{th,AM1} - \epsilon^{th,YSZ}
 \end{aligned} \tag{IV.9}$$

avec  $\epsilon_i^{tot,AM1}$  et  $\epsilon_i^{tot,YSZ}$ ,  $i = 11, 22$  les déformations totales respectivement du substrat et de la céramique,

$\epsilon^{th,AM1}$  et  $\epsilon^{th,YSZ}$  les déformations thermiques respectivement du substrat et la céramique,

$\epsilon_i^{m,AM1}$  et  $\epsilon_i^{m,YSZ}$ ,  $i = 11, 22$  les déformations mécaniques respectivement du substrat et de la céramique.

Le module multi-barres est utilisé pour calculer les contraintes et déformations dans chaque couche pour des chargements en fatigue. Bien qu'il puisse être utilisé pour des cas de chargements plus simples tels que les essais de compression uniaxiale, nous avons opté pour un calcul analytique. En effet, ce calcul ne servira que pour l'identification des coefficients du modèle, et les équations utilisées sont relativement simples puisque le comportement de la céramique a été choisi purement élastique.

Concernant les vieillissements en fatigue mécano-thermique, le calcul se termine par un retour à déformation totale nulle, ce qui n'est pas le cas en conditions réelles. En effet, le substrat relaxe une partie des contraintes à haute température, ce qui a pour effet de générer des contraintes dans le substrat lors des phases de refroidissement. De plus, en fin d'essai, l'éprouvette retourne à son état d'équilibre. Il est donc nécessaire de prendre en compte les déformations résiduelles induites par ce retour élastique à charge nulle. Ces déformations résiduelles correspondent aux valeurs des déformations visco-plastiques dans l'AM1 à la fin du calcul multi-barres.

Pour la majorité des vieillissements effectués lors de cette étude, la température de cyclage varie entre 100 °C et 1100 °C tandis que l'essai de compression est effectué à température ambiante. Il est donc nécessaire de prendre en compte la déformation thermique, issue de ce refroidissement. Nous avons choisi d'inclure ce refroidissement dans nos notations concernant le retour à charge nulle (RCN).

$$\epsilon_{i,RCN}^{m,YSZ} = \epsilon_i^{m,YSZ} + \Delta\epsilon_{cooling} + \epsilon_i^{vp,AM1}[t = t_f] \quad i = 11, 22 \tag{IV.10}$$

avec  $\epsilon_{i,RCN}^{m,YSZ}$ ,  $i = 11,22$  les déformations mécaniques de la céramique dans le plan après retour à charge nulle,

$\epsilon_i^{m,YSZ}$ ,  $i = 11,22$  les déformations mécaniques de la céramique dans le plan avant retour à charge nulle,

$\Delta\epsilon_{cooling}$  l'incrément de déformation mécanique de la céramique résultant d'un refroidissement de 100 °C à 20 °C,

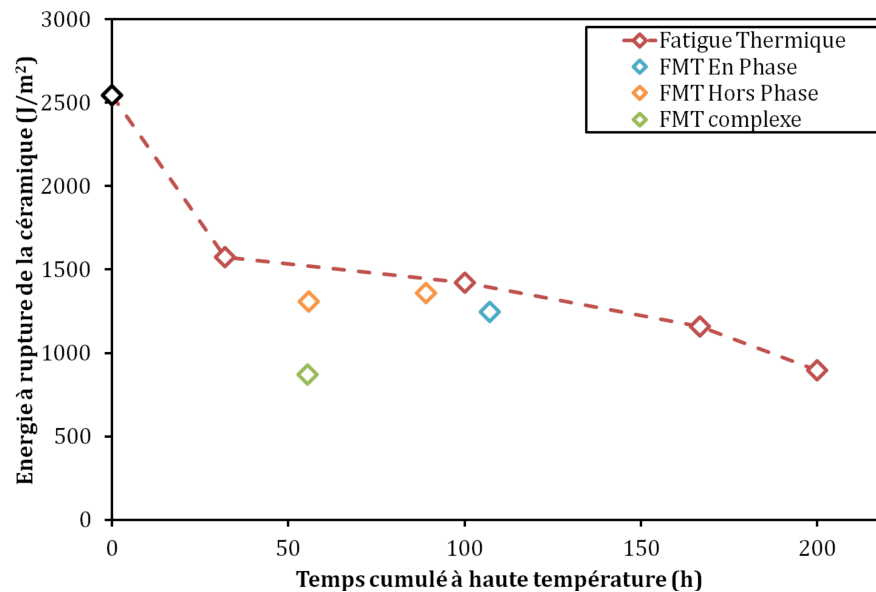
$\epsilon_i^{vp,AM1}[t = t_f]$ ,  $i = 11,22$  les déformations viscoplastiques de l'AM1 dans le plan à l'instant  $t_f$ , dernier instant du calcul multi-barres.

Comme le comportement de la couche de céramique est purement élastique, alors la contrainte suit un comportement linéaire en fonction de la déformation dans toutes les directions du plan. Le calcul des contraintes dans la céramique est obtenu par la loi de Hooke.

$$\sigma_{RCN}^{YSZ} = C \cdot \epsilon_{RCN}^{m,YSZ} \quad i = 11,22 \quad (IV.11)$$

avec  $C$  la matrice de rigidité de la céramique.

Les énergies à rupture obtenues pour chaque essai de compression ou de durée de vie exposés au chapitre précédent, sont présentées à la figure IV.17.

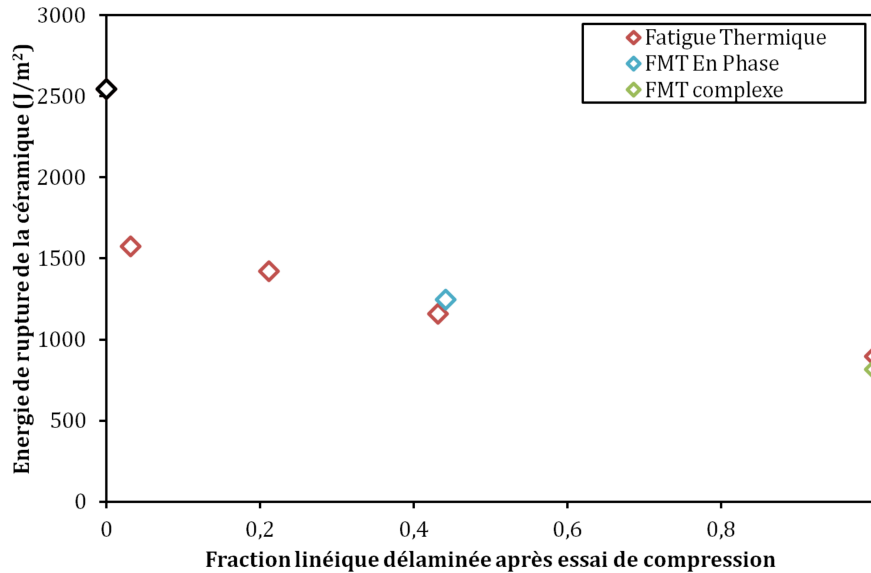


**Figure IV.17** – Estimation des énergies à rupture des essais de fatigue thermique et mécano-thermique. Les traits pointillés représentent une proposition de l'évolution de l'énergie en fonction du vieillissement.

Les essais de compression en fatigue thermique montrent que l'énergie à rupture de la céramique est en constante décroissance au cours de sa durée de vie, avec notamment une forte chute dès les premiers cycles de vieillissement. Cet effet a déjà été observé pour des vieillissements isothermes pour lesquels la mesure d'une déformation critique à l'écaillage

chute brutalement après les premières heures d'oxydation [Courcier 2009, de Bodman 2009]. La décroissance de l'énergie à rupture est encore plus rapide pour les vieillissements en fatigue mécano-thermique.

Nous avons choisi de représenter ces valeurs de l'énergie à rupture à partir d'un critère d'endommagement : la fraction linéique délaminée, figure IV.18.

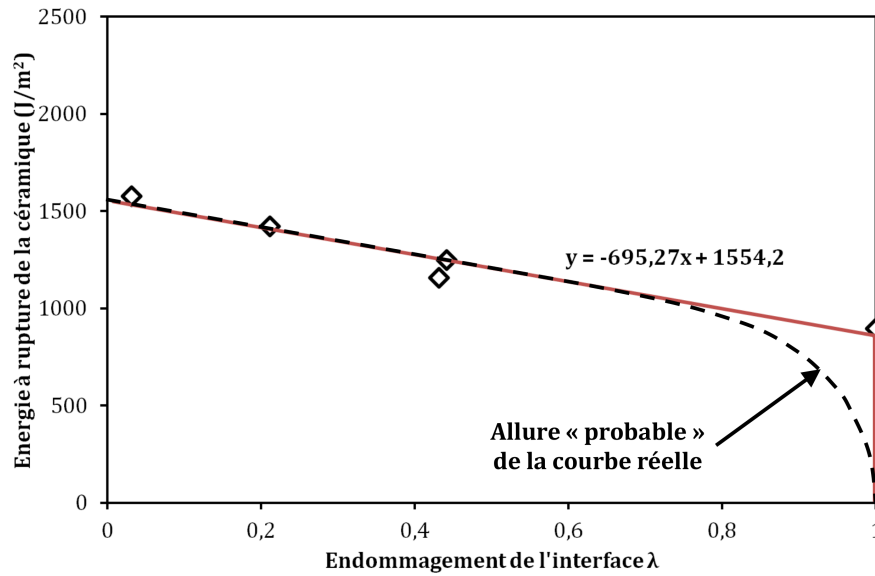


**Figure IV.18** – Évolution de l'énergie à rupture de la céramique en fonction de la fraction linéique délaminée, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$  à 1100 °C).

Si l'on s'attarde aux valeurs prises par l'énergie à rupture sur les deux points à durée de vie, correspondant à des éprouvettes vieilles en fatigue thermique et mécano-thermique complexe, on constate que leurs valeurs sont proches. Leur endommagement est considéré maximal ( $\lambda = 1$ ), tandis que l'énergie à rupture n'est pas nulle, ce qui peut paraître déroutant. En effet, on considère alors que l'énergie stockée dans la céramique est suffisante pour provoquer un écaillage spontané. Ceci correspond à un cas idéal pour la modélisation, dû notamment au fait que l'énergie est calculée juste avant que la rupture ne se produise, tandis que la mesure de la fraction linéique délaminée est impossible, et que, juste après rupture, cette dernière est maximale. On peut alors uniquement décrire cette courbe asymptotiquement, figure IV.19.

L'énergie à rupture de la céramique décroît à mesure que la fraction linéique délaminée augmente. En première approche, nous avons défini cette décroissance linéaire en ne considérant pas les mesures effectuées à l'état brut, car la rupture s'est effectuée dans la céramique et non à l'interface céramique / oxyde, figure IV.19.

En effet, comme discuté dans le chapitre précédent, le mode de rupture de la barrière thermique sur un échantillon brut est différent des échantillons vieillis puisque la rupture se produit dans la céramique et non dans l'oxyde.



**Figure IV.19** – Estimation à partir des résultats expérimentaux et modélisation analytique de l'énergie à rupture de la céramique en fonction de la fraction linéique délaminée.

$$W_r = W_0 \cdot f(\lambda) \quad (\text{IV.12})$$

$$f(\lambda) = (1 - a \cdot \lambda) \quad (\text{IV.13})$$

avec  $\lambda \in [\lambda_0, 1]$  la fraction linéique délaminée,

$\lambda_0$  la valeur de l'endommagement où la rupture ne se produit plus dans la céramique mais à l'interface céramique / oxyde,

$\lambda_1$  la valeur de l'endommagement où la rupture se produit probablement à un niveau d'énergie plus faible.

$W_0$  et  $a$  sont les paramètres de la loi linéaire.  $W_0$  est homogène à une énergie surfacique tandis que  $a$  est sans unité. Les valeurs de ces paramètres sont présentés au tableau IV.8.

Énergie de rupture de référence $W_0$ ( $J/m^2$ )	Coefficient d'influence de l'endommagement $a$
1554.2	0.45

**Table IV.8** – Valeurs des paramètres de la loi linéaire décrivant l'évolution de l'énergie à rupture de la céramique.

La fraction linéique délaminée sert d'indicateur de l'endommagement de l'interface. Il regroupe toutes les décohésions de l'interface, endommagement volumique de la sous-couche comme fissures interfaciales.



### IV.2.3 Estimation de l'endommagement de l'interface

Nous avons vu précédemment que l'énergie à rupture ne dépendait que de l'endommagement de l'interface. L'influence du vieillissement doit donc être prise en compte dans la définition de l'endommagement par l'intermédiaire de paramètres de chargement thermiques et mécaniques.

Malgré l'évolution très marquée de l'endommagement en fatigue thermique, il est difficile de mettre en évidence l'influence du chargement mécanique pour les quelques points de mesure dont nous disposons. Dans notre étude, le paramètre de microstructure le plus à même de caractériser les chargements en fatigue thermique et mécano-thermique est l'épaisseur d'oxyde. Nos partenaires industriels possèdent une base de données sur le système dorénavant conséquente.

#### IV.2.3.a Modélisation de l'oxydation

Généralement, l'épaisseur d'oxyde peut être décrite par une loi parabolique dont la dépendance à la température est basée sur une loi d'Arrhenius. Cette formulation doit être discrète afin de pouvoir être utilisable pour des cycles de fatigue quelconques.

$$h_{ox}^2(N) = h_{ox}^2(N - 1) + \Delta h_{ox}^2(T, t, \sigma) \quad (\text{IV.14})$$

Nous avons fixé la mesure de l'épaisseur d'oxyde à l'état initial, *i.e.* à réception des éprouvettes, à 0.5  $\mu\text{m}$ , en nous basant sur des mesures effectuées sur deux échantillons non vieillis. Cette épaisseur correspond à une pré-oxydation utilisée de façon standard sur les revêtements barrières thermiques Snecma.

L'équation IV.14 propose une définition incrémentale de la variation du carré de l'épaisseur de l'oxyde. L'incrément est calculé à chaque cycle et dépend de la température, du temps et des contraintes subis par l'échantillon pendant le dit-cycle.

$$\Delta h_{ox}^2(T, t, \sigma) = \int_{cycle} \alpha \cdot \exp\left(-\frac{Q_0}{R.T}\right) \cdot F(x) dt \quad (\text{IV.15})$$

avec  $x$  le paramètre choisi pour décrire l'influence du chargement mécanique sur l'oxydation.

La fonction  $F$ , représentative du chargement mécanique, est relativement complexe à déterminer puisqu'elle doit prendre en compte plusieurs observations expérimentales. Très souvent, des formulations exponentielles avec dépendance de la thermique sont proposées [Seo *et al.* 2009], équation IV.16.

$$F(x) = \exp\left(\frac{\beta \cdot x}{k.T}\right) \quad (\text{IV.16})$$

avec  $k = 1.38.10^{-23}$  J/K la constante de Boltzmann,

$\beta$  le coefficient d'influence de la contrainte sur l'oxydation, homogène à un volume.

Cependant, cette formulation attribue au chargement mécanique un effet prépondérant sur l'oxydation, notamment à faible température. En effet, on attribue souvent le chargement mécanique comme un catalyseur, le chargement thermique devant rester le paramètre principal de l'oxydation. Dans notre cas, nous avons voulu limiter l'influence du chargement mécanique à basse température tout en conservant ses effets à 1100 °C. Nous avons donc opté pour une formulation linéaire de l'influence de la contrainte.

$$F(x) = 1 + \frac{x}{x_0} \quad (\text{IV.17})$$

avec  $x_0$  un paramètre d'influence du chargement mécanique.

Le paramètre  $x_0$  est homogène à une déformation ou une contrainte selon le choix de la variable attribuée au modèle. Nous avons choisi d'utiliser une variable mécanique de la couche d'oxyde pour décrire l'influence du chargement mécanique sur l'oxydation, contrairement à d'autres études où les paramètres substrat ont été utilisés [Seo *et al.* 2009, Sallot 2012].

Afin d'affiner notre choix de variable, il nous a été nécessaire d'utiliser une loi de comportement la plus fiable possible. Celle-ci reprend la formulation et les valeurs des paramètres de la loi utilisée par Frachon [Frachon 2009]. Le calcul des déformations mécaniques de la couche d'oxyde se fait à partir du calcul des déformations thermiques. Nous n'introduisons pas de croissance linéique supplémentaire de l'oxyde dans le plan [Courcier 2009, Evans 2011]. Les valeurs des coefficients de dilatation thermique sont présentées au tableau IV.9.

Temperature (°C)	Coefficient de dilatation thermique ( $1.10^{-6}$ /°C)
20	9.0
200	9.2
400	9.6
600	10.1
800	10.8
1000	11.7
1100	12.2

**Table IV.9** – Valeurs des coefficients de dilatation thermique de l'oxyde [Cheng *et al.* 1998].

L'oxyde est considéré isotrope et visco-plastique. La dépendance à la température des propriétés élastiques de l'oxyde est supposée linéaire.

$$E(\text{GPa}) = 410 - 0.41 * T \quad (\text{IV.18})$$

$$\nu(GPa) = 0.23 - 2.10^{-5} * T \quad (IV.19)$$

avec  $T$  exprimé en Kelvin.

Le comportement en fluage est défini par une loi puissance. La dépendance à la température est incluse dans la loi en introduisant un terme d'Arrhenius.

$$\dot{\epsilon}_{vp} = A. \exp\left(-\frac{Q}{R.T}\right) \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^n \quad (IV.20)$$

avec  $\sigma_{eq}$  la contrainte équivalente de Von Mises

Le module multi-barres nous permet d'accéder aux composantes du tenseur des déformations et du tenseur des contraintes dans la couche d'oxyde. Notons que le calcul multi-barres est effectué en contraintes planes, la composante hors plan  $\sigma_{33}$  est par conséquent nulle.

Notre choix de la variable mécanique représentative de l'effet du chargement mécanique sur l'oxydation s'est portée sur une contrainte dans l'oxyde. Cependant plusieurs formulations sont possibles et certaines sont exposées ci-dessous. La liste n'est pas exhaustive.

i) La pression hydrostatique :

$$x = p = tr(\sigma) = \frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (IV.21)$$

ii) La contrainte de Von Mises :

$$x = \sigma_{mises} = \sqrt{\sigma_{11}^2 + \sigma_{22}^2} \quad (IV.22)$$

iii) La contrainte de traction maximale dans le plan :

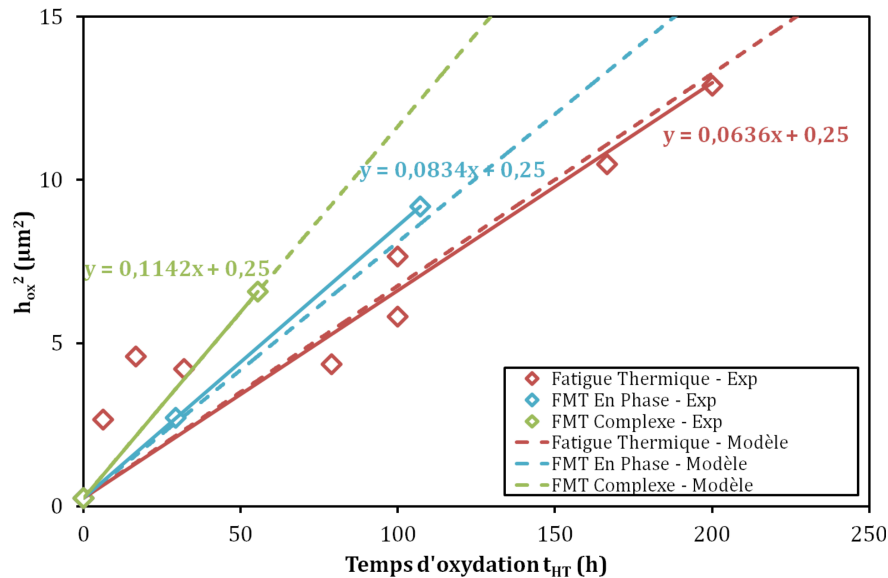
$$x = \langle \sigma \rangle = \sqrt{\max(0, \sigma_{11})^2 + \max(0, \sigma_{22})^2} \quad (IV.23)$$

Notre choix s'est porté sur la dernière formulation. En effet, nous avons supposé que les efforts de compression ne participent pas à la cinétique d'oxydation [Diebel *et al.* 2006], puisque la fissuration de l'alumine est probablement le principal responsable de l'augmentation de la cinétique d'oxydation [Hille *et al.* 2009].

Afin d'être utilisable dans une formulation utilisant un calcul éléments finis, l'équation IV.15 a été discrétisée. Afin de simplifier le calcul, les valeurs dépendantes du temps ( $\langle \sigma \rangle$  et  $T$ ) ont été moyennées sur chaque pas de temps. Ce type de calcul sera d'autant plus fiable que le pas de temps sera petit.

$$\Delta h_{ox}^2(T, t, \sigma) = \sum_{i=1}^n \alpha. \exp\left(-\frac{Q_0}{R.T}\right) \left(1 + \frac{\langle \sigma \rangle}{\sigma_0}\right) (t_i - t_{i-1}) \quad (IV.24)$$

L'identification a été effectuée à partir des mesures effectuées sur les vieillissements en fatigue thermique et mécano-thermique de cette étude, figure IV.20.



**Figure IV.20** – Mesures expérimentales et modélisation analytique de l'évolution du carré des épaisseurs d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4 \%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \%$  ↔  $+0.2 \%$  à 1100 °C).

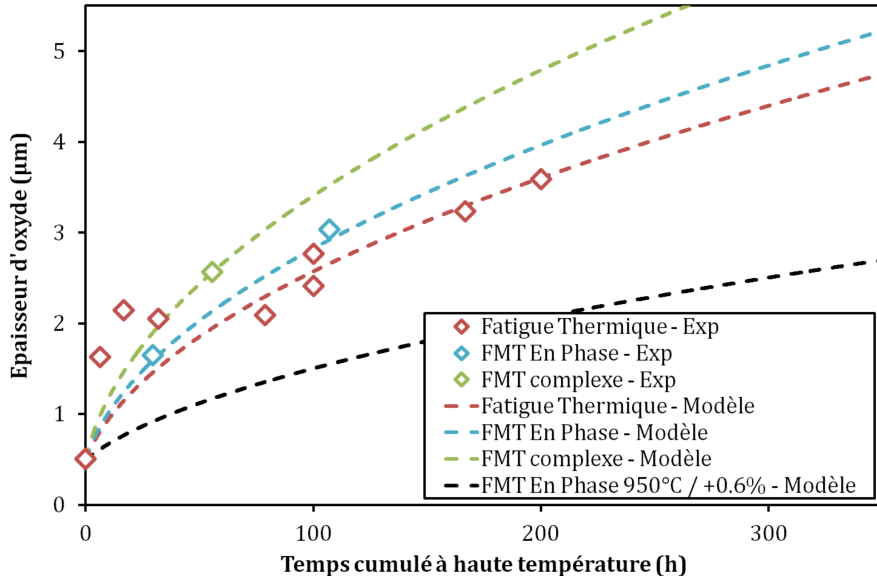
Nous avons également testé numériquement un vieillissement en fatigue mécano-thermique en phase à basse température (950 °C) et fort chargement mécanique ( $\Delta\epsilon = +0.6\%$ ) afin de vérifier que le modèle ne prédise pas une épaisseur d'oxyde trop importante. Les valeurs de chaque paramètre du modèle d'oxydation sont reportées au tableau IV.10.

Énergie d'activation $Q_0$	Constante des gaz parfaits $R$	Coefficient de croissance de l'oxyde $\alpha$	Coefficient d'influence de la contrainte $\sigma_0$
245.10 <sup>3</sup> J/mol	8.314 J/mol/K	21.10 <sup>3</sup> µm <sup>2</sup> /s	150 MPa

**Table IV.10** – Valeurs des paramètres de la loi d'oxydation de la couche d'alumine.

La figure IV.21 rappelle les mesures effectuées et présente l'évolution de l'épaisseur d'oxyde pour les vieillissements étudiés.

La dispersion expérimentale des mesures des épaisseurs d'oxyde est le principal problème de l'identification des lois d'oxydation. Il est nécessaire de tester plusieurs configurations de vieillissement en faisant varier les paramètres de température, les temps de vieillissement, la fréquence de cyclage, ainsi que la déformation appliquée en fatigue mécano-thermique. Enfin, il serait nécessaire de ne pas tester en compression ces échantillons afin de garantir leur intégrité.



**Figure IV.21** – Mesures expérimentales et modélisation analytique de l'évolution des épaisseurs d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C et  $\epsilon_{11} = +0.6\%$  à 950 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$  à 1100 °C).

#### IV.2.3.b Loi d'endommagement de l'interface

La dernière étape de la modélisation consiste à faire le lien entre l'endommagement de l'interface et l'épaisseur d'oxyde. Des ruptures locales de l'oxyde ont été observées à partir d'une épaisseur d'oxyde critique dans le cas de systèmes non revêtus [Lughi *et al.* 2004]. Ces ruptures sont dues à l'apparition de fissures dans l'oxyde qui se développent d'autant plus que l'oxyde est épais [Evans 2011]. Nos mesures montrent que la fraction linéique délaminée, qui mesure le taux de décohésions de l'interface, peut être formulée à l'aide d'une fonction puissance, typique de la propagation de fissure. Une formulation discrète de l'évolution de l'endommagement est proposé à l'équation IV.25.

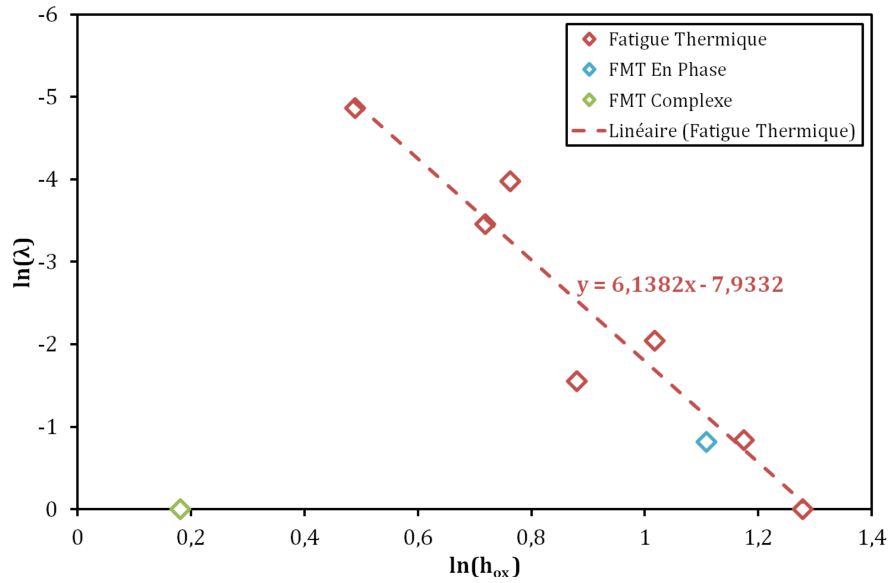
$$\Delta\lambda(N) = \frac{n}{h_{crit}} \left( \frac{h_{ox}}{h_{crit}} \right)^{n-1} \Delta h_{ox}(N) \quad (IV.25)$$

avec  $\Delta\lambda(N) = \lambda(N) - \lambda(N - 1)$

$$\Delta h_{ox}(N) = h_{ox}(N) - h_{ox}(N - 1)$$

Nous avons choisi d'insérer la notion d'épaisseur critique  $h_{crit}$ , représentant l'épaisseur d'oxyde pour laquelle un écaillage local est généralement observé. La première étape de l'identification consiste à déterminer les paramètres de la loi d'endommagement pour le vieillissement en fatigue thermique de 5 min de temps de palier, figure IV.22.

L'exposant  $n$  a été fixée pour tous les chargements. Nous considérons que c'est l'épaisseur d'oxyde critique  $h_{crit}$  qui doit retranscrire la dépendance au chargement thermo-mécanique.



**Figure IV.22** – Graphique représentant  $\ln(\lambda) = f(\ln(h_{ox}))$ . La pente de la droite correspond à l'exposant  $n$  de la loi d'endommagement.

Afin de décrire cette dépendance, nous avons besoin d'un paramètre mécanique dont la valeur serait représentative du phénomène qui crée majoritairement les fissures d'interfaces : l'ondulation du profil de l'oxyde induite par les phénomènes de rumpling / ratcheting.

Le module multi-barres ne permet pas de calculer les déformations hors plan des différentes couches, et donc encore moins l'élévation de rugosité induite par le rumpling / ratcheting. Afin de modéliser cette dépendance au vieillissement, nous avons utilisé la déformation plastique cumulée dans la sous-couche  $\Delta\epsilon_p(N)$  évaluée par cycle, qui rend compte de l'effet de cumul de l'endommagement observé en fatigue mécano-thermique [Courcier 2009, Courcier *et al.* 2011].

$$h_{crit} = h_0 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta\epsilon_p(N)}{\Delta\epsilon_{p0}}\right) \quad (\text{IV.26})$$

avec  $h_0$  l'épaisseur critique de la couche d'oxyde en cas d'absence de contraintes dans la sous-couche,

$\Delta\epsilon_{p0}$  le coefficient d'influence de la plasticité cumulée par cycle, dans la sous-couche.

Cependant, la relaxation des contraintes de la sous-couche n'est pas suffisamment prise en compte dans l'évolution de la plasticité cumulée. Cet effet se traduit par une déformation constante sur les paliers à haute température, ne permettant pas de retranscrire l'effet de la fréquence de cyclage thermique sur l'endommagement de l'interface. Nous avons ainsi décidé d'introduire une dépendance au cyclage en se basant sur les observations expérimentales. Vaunois a effectué des mesures de durée de vie en vieillissement isotherme et cyclique [Vaunois 2013]. Il montre notamment que les durées de vie des systèmes barrières thermiques vieillis

en oxydation isotherme ou cyclique sont quasi-équivalentes et proches du millier d'heures, tableau IV.11. Ainsi, nous avons utilisé ses résultats d'essais à durée de vie afin de compléter notre analyse de l'effet de fréquence de cyclage.

Opérateur	Type de vieillissement	Palier à 1100 °C	Durée de vie (h)
Soulignac	Oxydation cyclique	5 min	190 - 200
Vaunois	Oxydation isotherme	-	1300
Vaunois	Oxydation cyclique	1 h	620 - 1380

**Table IV.11** – Durées de vie expérimentales des systèmes barrières thermiques  $AM1 + NiAlPt + YSZ$  pour des vieillissements en fatigue thermique à 1100 °C.

La dépendance à la fréquence de cyclage est introduite dans l'équation IV.26 par l'intermédiaire de l'épaisseur critique  $h_0$ .

$$h_0 = h_{max} \cdot \left[ 1 - B_0 \cdot \exp \left( - \frac{\Delta h_{tempo}^2}{\Delta h_0^2} \right) \right] \quad (IV.27)$$

avec  $\Delta h_{tempo}^2 = \Delta h^2 (T, t, \langle \sigma \rangle = 0)$  l'incrément d'épaisseur d'oxyde carrée sans prise en compte du chargement mécanique,

$\Delta h_0^2$  un paramètre homogène à une épaisseur d'oxyde carrée représentatif de l'effet de fréquence,

$B_0$  un paramètre de limitation tel que  $0 < \alpha < 1$ ,

$h_{max}$  l'épaisseur critique maximale de l'épaisseur d'oxyde, atteint pour un vieillissement en oxydation isotherme.

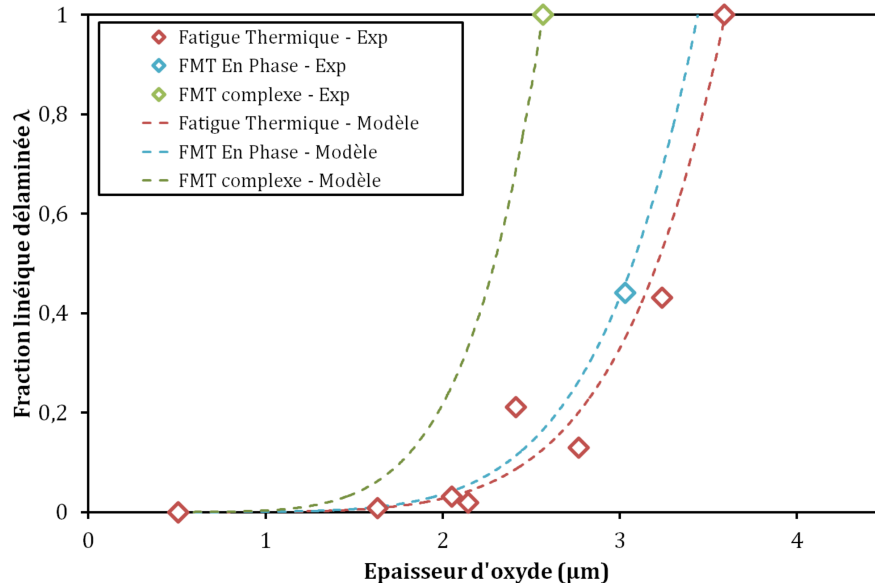
Ce modèle a été développé à partir d'hypothèses sur les conditions limites expérimentales. Tout d'abord, nous avons fixé l'épaisseur critique maximale de l'épaisseur d'oxyde à l'aide du vieillissement le moins endommageant pour l'interface, *i.e.* celui qui minimise les contraintes : l'oxydation isotherme. L'incrément d'épaisseur d'oxyde carrée, dépourvu de l'influence du chargement mécanique, sert de paramètre principal pour l'identification de l'effet de la fréquence de cyclage. Le paramètre  $\alpha$  a été introduit pour permettre l'identification mais également pour que le modèle ne prédise pas une rupture immédiate de la céramique pour des cycles sans temps de palier, type LCF. Les paramètres de la loi sont rapportés dans le tableau IV.12.

Coefficient d'influence de la plasticité	Incrément d'épaisseur d'oxyde carrée	Paramètre de limitation	Épaisseur critique maximale
$\Delta \epsilon_{p0}$	$\Delta h_0^2$ ( $\mu\text{m}^2$ )	$B_0$	$h_{max}$ ( $\mu\text{m}$ )
0.124	0.0175	0.69	8.7

**Table IV.12** – Paramètres de la loi linéaire décrivant l'épaisseur critique à écaillage.

Ce type de modèle permet de retranscrire relativement fidèlement l'endommagement

de l'interface pour tous les types de vieillissement étudiés. Les conditions limites ont été soigneusement étudiées afin de limiter les artefacts de calcul. Les évolutions expérimentales et analytiques de la fraction linéique de défauts à l'interface sous-couche / céramique en fonction de l'épaisseur d'oxyde en fonction du type de vieillissement sont présentées à la figure IV.23



**Figure IV.23** – Mesures expérimentales et modélisation analytique de l'endommagement de l'interface sous-couche / céramique en fonction de l'épaisseur d'oxyde, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$  à 1100 °C).

#### IV.2.4 Calculs de durée de vie

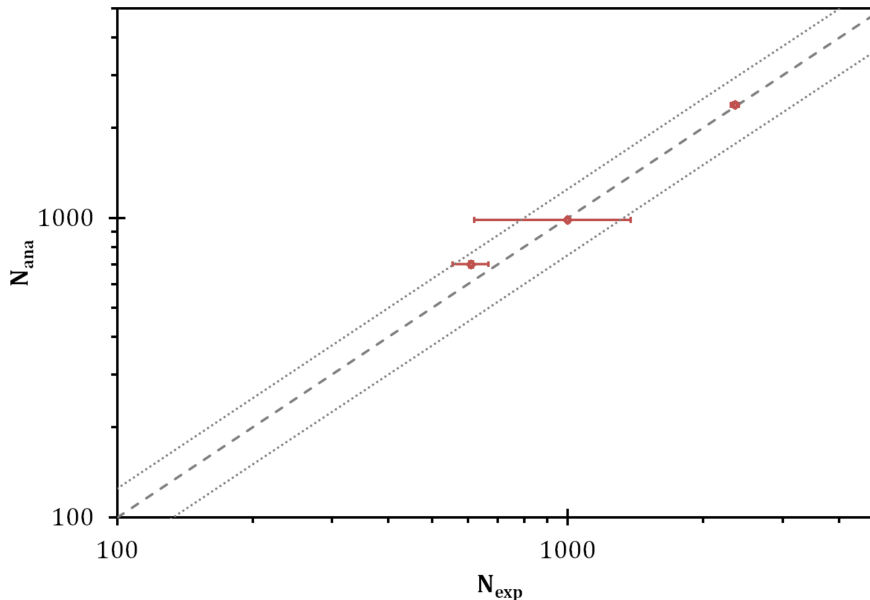
Une estimation de la durée de vie des quatre types de vieillissement étudiés a été effectuée analytiquement. Les résultats sont répertoriés dans le tableau IV.13 et sont comparés aux valeurs expérimentales.

Type de Vieillissement	Durée de vie		
	Expérimentale	Analytique (min)	Analytique (max)
Oxydation cyclique 5 min	2300-2400	2341	2427
Oxydation cyclique 1 h [Vaunois 2013]	620-1380	966	1001
FMT En Phase	>2200	1785	1802
FMT Hors Phase	?	2585	2726
FMT Complexe	555-666	683	717

**Table IV.13** – Estimations analytiques des durées de vie en fonction du type de vieillissement.



Les durées de vie analytiques sont définies entre deux bornes qui correspondent à la prise en compte ou non du retour à charge nulle. En résumé, la borne inférieure correspond à la durée de vie dans l'hypothèse où la rupture à 20 °C se produit après vieillissement, tandis que la borne supérieure définit une rupture pendant le vieillissement. Les comparaisons entre durées de vie expérimentales et analytiques sont présentées à la figure IV.24.

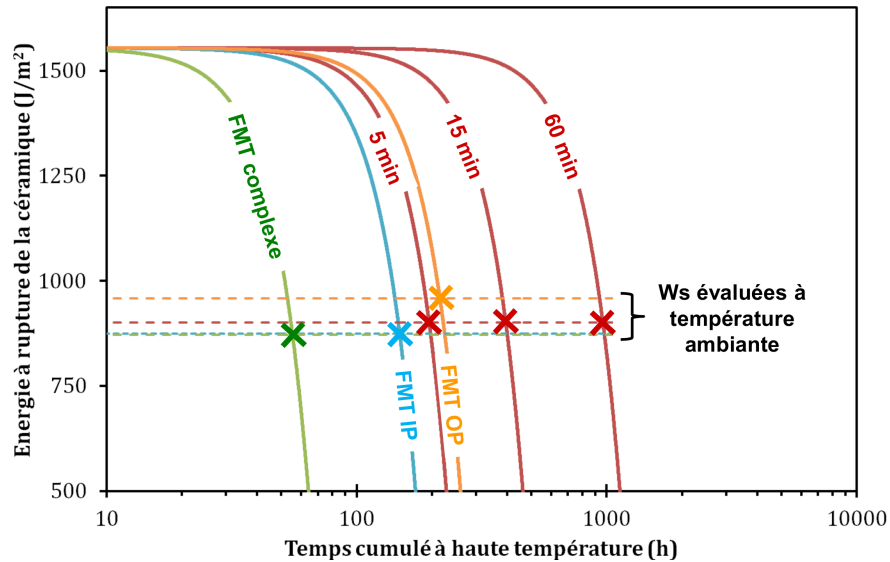


**Figure IV.24** – Comparaisons entre les durées de vie expérimentales et analytiques des vieillissements, respectivement de gauche à droite, en fatigue mécano-thermique complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \% \leftrightarrow +0.2 \%$  à 1100 °C) et en fatigue thermique d'1 h et de 5 min à 1100 °C.

L'énergie stockée dans la céramique est plus élevée dans le cas où nous considérons un retour à charge nulle après vieillissement, ce qui a pour effet de diminuer la durée de vie. Nous avons fait le choix de toujours nous placer dans cette configuration pour nos futures comparaisons, puisque c'est le cas le plus critique.

Nous avons également testé numériquement des vieillissements en fatigue thermique de 15 et 60 minutes de temps de palier à 1100 °C. Les calculs de durée de vie sont présentés en représentant les énergies à rupture et stockées dans la céramique avec prise en compte du retour à charge nulle, figure IV.25.

Comparativement à un vieillissement en fatigue thermique de temps de palier équivalent, les vieillissements en fatigue mécano-thermique en phase ont des durées de vie plus faible. Au contraire, le vieillissement hors phase propose une durée de vie plus élevée, ce qui semble contraire aux observations de Wright [Wright 1998], bien que les cycles étudiés soient sensiblement différents. L'identification pourrait être complétée puisque nous ne possédons pas de mesures expérimentales de l'épaisseur d'oxyde ou de l'endommagement de l'interface pour ce type de vieillissement. Toutefois, l'ordre de grandeur des durées de vie est proche. Cependant, si on s'intéresse à l'état général du revêtement après écaillage, la zone endommagée est plus grande pour des chargements en fatigue mécano-thermique hors phase, figure III.29. Enfin,



**Figure IV.25** – Modélisation analytique des énergies à rupture et stockée dans la céramique en fonction du temps passé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5, 15 et 60 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$  à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$  à 1100 °C).

nous ne possédons pas de résultats d'essais de fatigue mécano-thermique à durée de vie, excepté le vieillissement complexe, qui présente par ailleurs une durée de vie très nettement inférieure à une sollicitation en fatigue thermique.

Le modèle de durée de vie rend correctement compte des effets de fréquence observés expérimentalement. L'ajout d'une composante temporelle dans l'équation de l'endommagement de l'interface, équation IV.27, par l'intermédiaire d'un couplage sur la croissance de l'oxyde, a permis de modéliser l'effet de la relaxation des contraintes dans la sous-couche, absent de la loi de comportement utilisée. Le modèle confirme que la fréquence de cyclage est particulièrement critique pour la durée de vie du revêtement.

## Conclusion

La modélisation des essais d'écaillage est relativement complexe puisque les mécanismes d'écaillage étudiés sont issues d'un flambage de la céramique, et qu'elle nécessite l'introduction d'une perturbation. Cette perturbation peut prendre plusieurs formes et celle envisagée pour le calcul a révélé une forte influence sur l'écaillage. Plusieurs solutions de maillage et des conditions aux limites ont été envisagées afin de corriger ces problèmes.

- i) La longueur de maillage utilisée n'est probablement pas suffisante pour modéliser le phénomène d'écaillage. Cependant, nous ne modélisons pas les fissures verticales dans la céramique, donc l'écaillage numérique se produirait quoi qu'il arrive sur la totalité de la longueur maillée.
- ii) Par soucis de simplicité, la modélisation des contraintes résiduelles dans le système barrière thermique induites par le dépôt à haute température n'a pas été effectuée. Toutefois, nous savons que leur absence réduit l'état de contraintes de cisaillement de l'interface, qui est un moteur de l'endommagement.
- iii) La simulation de l'écaillage a nécessité l'introduction d'une instabilité provoquant numériquement le flambage et l'écaillage de la céramique. Une loi de comportement du substrat avec plasticité cristalline doit être testée pour permettre de remplacer le critère actuel, trop restrictif.

Dans la modélisation de l'essai de propagation en compression, la présence de l'écaillage crée des contraintes de cisaillement importantes. La rugosité provoque également l'apparition de contraintes d'ouverture, accélérant l'initiation de la propagation de la fissure d'interface. La présence de fissures dans la zone globalement adhérente provoque le même effet. La ténacité de l'interface est donc fortement impactée par la rugosité et les micro-fissures d'interface, dont leur apparition est fortement dépendante du vieillissement.

La modélisation de la durée de vie du système barrière thermique est basée sur la compétition entre deux énergies : l'énergie à rupture de l'interface sous-couche / céramique et l'énergie stockée dans la céramique. Lorsque cette dernière devient supérieure ou égale à la première, alors l'interface est considérée rompue et l'écaillage se produit.

L'énergie à rupture est estimée à l'aide d'un modèle d'endommagement dépendant de l'histoire des sollicitations thermo-mécaniques. De fait de la sensibilité de paramètres micro-structuraux, tels que l'épaisseur d'oxyde ou la fraction linéique délaminée à l'interface, aux chargements thermo-mécaniques, nous avons opté pour un modèle de fissuration de l'interface dépendant de l'épaisseur d'oxyde. En effet, il a été observé que des écaillages locaux apparaissent plus régulièrement lorsque la couche d'oxyde atteint une épaisseur critique. Le modèle de fissuration ainsi que le modèle de croissance de la couche d'oxyde retranscrivent leur dépendance aux sollicitations thermo-mécaniques, comme il a été observé expérimentalement.

Le modèle rend compte de l'effet de la fréquence de cyclage thermique, ainsi que de la contrainte mécanique appliquée pendant le vieillissement. Toutefois, il est nécessaire de tenir compte du fait que l'identification a été effectuée sur un faible nombre d'essais, et que l'estimation de la durée de vie de cycles complexes pourraient être impactée.



CONCLUSION GÉNÉRALE

Cette étude a été initiée par Snecma dans le cadre du Projet de Recherche Concertée « Structures Chaudes ». L'objectif est de proposer une modélisation de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques, la plus représentative de la phénoménologie d'endommagement observée, tout en étant le moins coûteux possible en temps de calcul. Sur la base des études précédemment effectuées au Centre des Matériaux, le modèle s'inscrit dans un post-processeur d'un calcul éléments finis [Courcier 2009, Sallot 2012].

La méthode de caractérisation des revêtements barrière thermique utilise des essais de compression pour estimer l'adhérence de la couche de céramique. Ces essais mis en place par Guerre [Guerre 2002] ont été largement repris depuis comme essai de caractérisation d'écaillage de la céramique [Courcier 2009, Chieux 2010] ou de l'oxyde [Harvey 2011, Sallot 2012]. Ces essais sont effectués sur des éprouvettes préalablement vieilles en fatigue thermique ou mécano-thermique. Nous avons également complété l'analyse par des essais originaux :

- Essai de compression uniaxiale pour étudier la propagation du délaminage interfacial.
- Essai de compression *in situ* en laminographie aux rayons X afin d'observer l'avancée du front de délaminage interfacial.

Ces essais sont instrumentés avec des suivis optiques afin d'optimiser leur analyse macroscopique. Les images ainsi récoltées nous permettent d'accéder aux déformations locales et à la mesure de front de délaminage ou, tout simplement, de nous assurer de l'intégrité du revêtement pendant les vieillissements. Une analyse microstructurale est également menée de front afin de faire le lien entre sollicitations thermo-mécaniques et évolution de la microstructure. Le revêtement barrière thermique subit de nombreuses modifications à l'échelle microscopique, par oxydation, diffusion et changements de phases, majoritairement dans la sous-couche et sa périphérie. Nous nous sommes particulièrement intéressés à l'évolution de la couche d'oxyde, en épaisseur et en rugosité. Nous avons également estimé un taux de défauts à l'interface, ainsi que les fractions surfaciques de phase transformée dans des zones particulières, telles que la sous-couche externe et la zone d'inter-diffusion. Tous ces paramètres présentent des évolutions qui dépendent de la température, de la fréquence de cyclage, de la présence de céramique et / ou du chargement mécanique du substrat.

Le modèle de durée de vie diffère du modèle précédemment proposé par le Centre des Matériaux. Tout d'abord, celui-ci prend en compte le caractère multi-axial du chargement mécanique de la couche de céramique, par l'intermédiaire d'un calcul énergétique. Par ce choix, nous nous rapprochons de la méthode d'analyse employée à l'ONERA [Thery 2007, Vaunois 2013] bien que leur caractérisation de l'écaillage soit principalement effectuée à partir d'essais de fissuration. Nous avons constaté que nos essais de caractérisation ont toujours provoqué des écaillages pour des sollicitations en compression élevées, de sorte que la céramique a toujours rompu après activation de bandes de glissement dans le substrat. Cela met en évidence la nécessité de la présence d'une instabilité, tout du moins à vieillissement intermédiaire,

pour provoquer un écaillage. Cette observation est confirmée par les difficultés rencontrées pour modéliser l'écaillage par un calcul éléments finis. Nous pourrions alors penser que l'incertitude de l'instant de l'écaillage serait alors trop grande pour estimer correctement la durée de vie d'un revêtement barrière thermique. Toutefois, nous avons constaté une forte dépendance de l'énergie à rupture dans la céramique à l'endommagement de l'interface. Cet endommagement, mesuré par une fraction linéique de défauts d'adhérence à l'interface, est lui même fortement dépendant du vieillissement. L'objectif principal de l'étude revient donc à estimer cet endommagement en fonction de paramètres microstructuraux qui dépendent des sollicitations mécano-thermiques. Nous avons ainsi choisi d'estimer l'évolution de l'endommagement comme une fonction de l'épaisseur d'oxyde. Le type de chargement a d'ailleurs une influence directe sur l'endommagement par l'intermédiaire de la plasticité cumulée dans la sous-couche induite par un cycle. De plus, l'évolution de l'épaisseur d'oxyde est également dépendante du chargement. Nous avons opté pour une formulation de sorte que la contrainte de traction dans le plan de l'oxyde accélère la croissance de l'oxyde à une température donnée.

Le modèle proposé n'a pu être validé par souci de temps. Le choix de la modélisation est justifiable, cependant, il s'appuie sur des hypothèses qui n'ont pas été vérifiées, notamment concernant les résultats d'essais à durée de vie en fatigue mécano-thermique. De plus, nous n'utilisons pas les résultats de propagation du délaminage par compression : la déformation critique nécessaire pour provoquer une rupture locale d'une zone proche d'une écaille est plus faible que pour une zone non écaillée. Cela est majoritairement dû à la différence de mécanisme de rupture, qui n'est alors plus du flambage mais de la fissuration. Enfin, la taille de la zone écaillée n'est pas non plus prise en compte. Il faudrait introduire une notion de dépendance à l'état (écaillé ou non) des éléments adjacents dans le calcul éléments finis pour retranscrire ces deux effets. C'est cependant loin d'être aussi simple à implanter qu'à décrire.





## ANNEXE

## A

# MODÈLE ANALYTIQUE DU PHÉNOMÈNE DE RUMPLING

## Modèle analytique de Balint

Le modèle de rumpling de Balint et Hutchinson [Balint et Hutchinson 2005] décrit de manière analytique le fluage de la sous-couche et ses interactions avec l'oxyde et la céramique. Le système barrière thermique et ses paramètres nécessaires pour définir le comportement de la sous-couche, de la TGO et la céramique sont présentés à la figure A.1. Concernant le substrat, seul son coefficient de dilatation thermique  $\alpha^{(1)}$  est pris en compte dans la modélisation.

La couche d'oxyde est supposée élastique isotrope, parfaitement plastique de module d'Young  $E^{(3)}$ , de coefficient de Poisson  $\nu^{(3)}$ , de coefficient de dilatation thermique  $\alpha^{(3)}$  et de limite d'élasticité  $\sigma_R^{(3)}$ . On suppose également que l'oxyde d'épaisseur  $h^{(3)}$  est rugueux et décrit une sinusoïde d'amplitude  $\delta_0$  et de longueur d'onde  $2L$ .

Le comportement de la sous-couche, d'épaisseur  $h^{(2)}$ , et de paramètres d'élasticité isotrope  $E^{(2)}$ ,  $\nu^{(2)}$  et  $\alpha^{(2)}$  est définie dans le domaine inélastique par une loi puissance, fonction du taux de déformation  $\dot{\epsilon}_R^{(2)}$  et de la limite d'élasticité  $\sigma_R^{(2)}$ . Le taux de déformation total est alors décrit par l'équation :

$$\dot{\epsilon}_{ij}^{(2)} = \frac{1 + \nu^{(2)}}{E^{(2)}} \dot{\sigma}_{ij}^{(2)} - \frac{\nu^{(2)}}{E^{(2)}} \dot{\sigma}_{kk}^{(2)} \delta_{ij} + \alpha^{(2)} \dot{T} \delta_{ij} + \frac{3}{2} \dot{\epsilon}_R^{(2)} \left( \frac{\sigma_e^{(2)}}{\sigma_R^{(2)}} \right)^{n^{(2)}-1} \frac{s_{ij}^{(2)}}{\sigma_R^{(2)}} \exp \left( -\frac{T_R^{(2)}}{T} \right) \quad (\text{A.1})$$

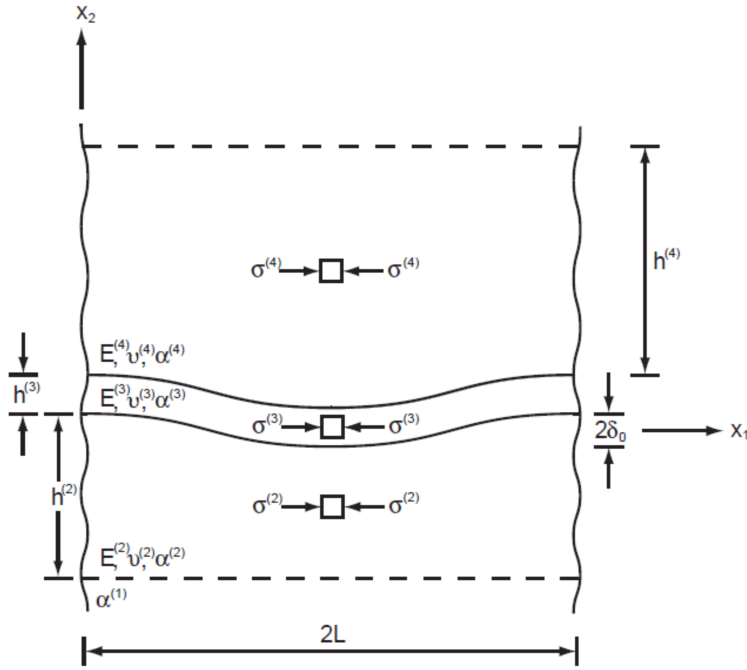


Figure A.1 – Modélisation du système barrière thermique [Balint2005]

### Améliorations du modèle analytique

L'ONERA a utilisé les observations de Balint et Hutchinson [Balint et Hutchinson 2003, Balint et Hutchinson 2005] pour développer un modèle de durée de vie des barrières thermiques. Cependant, dans sa configuration actuelle, le modèle analytique proposé n'est pas complet. Plusieurs modifications ont été apportées afin d'être utilisé en post-processeur d'un calcul éléments finis.

En premier lieu, le modèle 2D devient un modèle 3D en introduisant une évolution de la rugosité dans le plan. Cette dernière est traduite par l'équation en double cosinus A.2 [Vauinois 2013].

$$w_{tot} = (\delta_0 + \delta(t)) \cos\left(\frac{\pi x_1}{L}\right) \cos\left(\frac{\pi x_3}{L}\right) \quad (\text{A.2})$$

Les déformations imposées aux couches du revêtement ne sont plus uniquement thermiques mais totales, ce qui permet donc de simuler des cas de chargement mécanique et thermique.

$$\underline{\epsilon}^{(1)} = \underline{\epsilon}^{e(1)} + \underline{\epsilon}^{in(1)} + \underline{\epsilon}^{th(1)} \quad (\text{A.3})$$

Cette décomposition est également valable pour chacune des autres couches. Par ailleurs, les déformations inélastiques sont explicitées pour chacune des trois couches du revêtement :

$$\begin{cases} \underline{\epsilon}^{in(2)} = \underline{\epsilon}^{p(2)} + \underline{\epsilon}^{mt(2)} \\ \underline{\epsilon}^{in(3)} = \underline{\epsilon}^{p(3)} + \underline{\epsilon}_{eff}^G \\ \underline{\epsilon}^{in(4)} = \underline{\epsilon}^{p(4)} \end{cases} \quad (\text{A.4})$$

avec  $\underline{\epsilon}^{p(k)}$ , le tenseur de déformation plastique ou viscoplastique de la couche ( $k$ ),  
 $\underline{\epsilon}^{mt(2)}$ , le tenseur des déformations issues de la transformation martensitique dans la sous-couche,  
 $\underline{\epsilon}_{eff}^G$ , le tenseur des déformations issues de la croissance de l'alumine.

La déformation plastique de la sous-couche (2) et de la céramique (4) est extraite puis intégrée à partir de l'équation de fluage [A.1](#).

$$\underline{\epsilon}^{p(k)} = \int_0^t \frac{3}{2} \dot{\epsilon}_R^{(k)} \exp\left(-\frac{T_R^{(k)}}{T}\right) \left(\frac{\sigma_e q^{(k)}}{\sigma_R^{(k)}}\right)^{n^{(k)}} \frac{\underline{s}^{(k)}}{\sigma_R^{(k)}} dt \quad (\text{A.5})$$

Le changement de volume induit par la transformation martensitique de la sous-couche [[Chen et al. 2003](#)] est traduit par l'introduction d'une déformation dans le plan liée à cette transformation :

$$\epsilon_{11}^{mt(2)} = \epsilon_{33}^{mt(2)} = \alpha_{mt}^* (T_{C2} - T_{C1}) z \quad (\text{A.6})$$

L'avancée de la transformation martensitique est décrite par la variable  $z$ , équation [A.7](#). Lorsque  $z = 0$ , alors la sous-couche est entièrement austénitique, lorsque  $z = 1$ , la sous-couche est entièrement martensitique.

$$\dot{z} = \begin{cases} \frac{\dot{T}}{T_{C2} - T_{C1}} \text{ si } T_{C2} < T < T_{C1} \text{ et } \dot{T} < 0 \\ \frac{\dot{T}}{T_{H1} - T_{H2}} \text{ si } T_{H1} < T < T_{H2} \text{ et } \dot{T} > 0 \text{ et } z = 0 \end{cases} \quad (\text{A.7})$$

L'ONERA a essayé de corriger d'éventuelles erreurs de la modélisation 2D en se rapprochant le plus d'une forme de rugosité réelle : une rugosité définie dans le plan a donc été introduite. La croissance de l'amplitude de rugosité est alors décrite par :

$$\dot{\delta}^{(2)} = L\dot{\epsilon}_R^{(2)} \exp\left(-\frac{T_R^{(2)}}{T}\right) \left(\frac{p^{(2)}}{\sigma_R^{(2)}}\right) \left[ a(n^{(2)}, r_\sigma) \left(\frac{\sigma_{eq}^{(2)}}{\sigma_R^{(2)}}\right)^{n^{(2)}-1} + b(n^{(2)}) \left|\frac{p^{(2)}}{\sigma_R^{(2)}}\right|^{n^{(2)}-1} \right] \quad (\text{A.8})$$

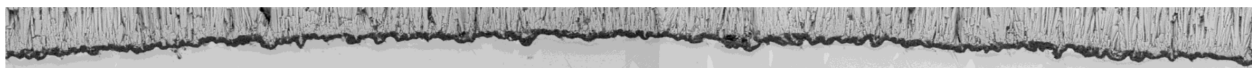
avec  $a(n, r_\sigma)$  et  $b(n)$ , les paramètres du modèle.

## ANNEXE

### B

# ANALYSE D'IMAGES DE L'INTERFACE SOUS-COUCHE / CÉRAMIQUE

L'analyse d'images de l'interface sous-couche / céramique permet de mesurer les paramètres microstructuraux relatifs à la couche d'oxyde. Elle est effectuée à partir d'un assemblage de clichés permettant d'observer l'interface sur une longueur d'environ 500  $\mu\text{m}$ , figure B.1. Nous estimons que cette longueur est suffisante pour être représentative de la rugosité sur l'intégralité de l'éprouvette. Le grandissement des images est compris entre 1500 et 2000, selon les vieillissements, afin d'avoir une résolution correcte pour l'observation de l'oxyde.



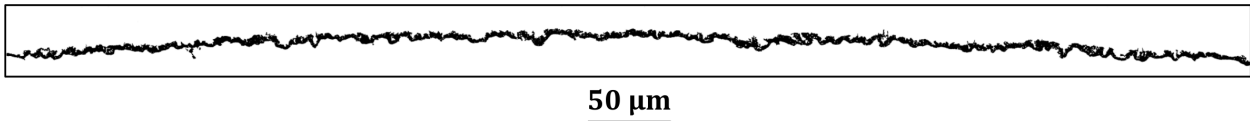
50  $\mu\text{m}$

**Figure B.1** – Assemblage de clichés MEB d'un système barrière thermique vieilli 1200 cycles de 5 min à 1100 °C

### Calcul des paramètres du profil de l'oxyde

L'assemblage d'images obtenu est binarisé afin de mettre en évidence l'épaisseur d'oxyde. Il est parfois nécessaire d'ajuster les paramètres de luminosité et de contraste afin de faciliter le seuillage. Les éventuelles aberrations obtenues par le seuillage sont corrigées manuellement.

Le profil de l'oxyde est extrait, figure B.2, et analysé à l'aide d'un script Matlab® qui calcule l'épaisseur moyenne d'oxyde et la rugosité.



**Figure B.2** – Profil de l'oxyde obtenu après binarisation et correction des aberrations

Le script Matlab® principal permettant le calcul des épaisseurs d'oxyde et de rugosité, est présenté ci-dessous :

```
1  clc
2  clear all
3  close all
4
5  %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
6  % LISTE DES FICHIERS %
7  %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
8
9  %%% ECHANTILLONS CYCLES TMF
10
11 % file_name_tiff={'Ass_X6447F_341_TMF_IP.tiff'};
12 % G=1500;
13
14 % file_name_tiff={'Ass_X6448C_1200_TMF_IP.tiff'};
15 % G=1500;
16
17 % file_name_tiff={'Ass_X6581G_638_cplx.tiff'};
18 % G=1500;
19
20 %%% ECHANTILLONS CYCLES 5 MIN
21
22 % file_name_tiff={'Ass_X6522B_ref.tiff'};
23 % G=2000;
24
25 % file_name_tiff={'Ass_X6522B_75.tiff'};
26 % G=1500;
27
28 % file_name_tiff={'Ass_X6522B_200.tiff'};
29 % G=1500;
30
31 % file_name_tiff={'Ass_X6522A_384.tiff'};
32 % G=1500;
33
34 % file_name_tiff={'Ass_X6522B_1200.tiff'};
35 % G=1500;
36
37 % file_name_tiff={'Ass_X6522H_1200.tiff'};
38 % G=1500;
39
40 % file_name_tiff={'Ass_X6522C_2000.tiff'};
41 % G=1500;
42
43 % file_name_tiff={'Ass_X6522B_2400.tiff'};
44 % G=1500;
45
```

## ANNEXE B. ANALYSE D'IMAGES DE L'INTERFACE SOUS-COUCHE / CÉRAMIQUE

```
46 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
47 % CRITERE DE GRANDISSEMENT %
48 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
49
50 %%% ATTENTION, verifier le grandissement avant calcul !
51
52 % Sur photographie G=1500
53 % 134pixels = 10 microns soit 13,5 pixels/micron
54 % Sur photographie G=2000
55 % 35pixels = 2 microns soit 17,5 pixels/micron
56
57 pix_mic = G/112.5; % donne la conversion en pixels/micron
58
59 Prec=1;
60 % Précision de l'optimisation
61 % 1=précis/long
62 % 100=imprécis/rapide
63
64 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
65 % LECTURE DE L'IMAGE %
66 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
67
68 A=imread(char(file_name_tiff));
69 % imshow(A)
70
71 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
72 % INITIALISATION DES PARAMETRES %
73 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
74
75 x=length(A(1,:));
76 y=length(A(:,1));
77
78 borneinf=[-1e10 0];
79 bornesup=[1e10 1e10];
80
81 x0 = x/2;
82 y0 = 5500*pix_mic;
83 r0 = 5500*pix_mic;
84
85 Ep = zeros(x,1);
86 Ord_A = zeros(x,1);
87 moy_img = zeros(x,1);
88 ecart = zeros(x,1);
89 ecart_reel_2 = zeros(x,1);
90
91 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
92 % CALCUL DE L'EPAISSEUR D'OXYDE %
93 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
94
95 for i=1:x
96     Ep(i)=length(find(A(:,i)==0)); %nb de points noirs par tranche
97     if Ep(i)==0
98         else Ord_A(i)=mean(find(A(:,i)==0)); %Ordonnees moyennes des points noirs
99     end
100 end
101
102 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
103 % CALCUL DU PROFIL MOYEN %
104 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
```



```

105
106 % Gestion des cas ou le profil moyen est nul
107 % Correction par ligne droite sur les bords ou affine au milieu
108
109 if Ep(1)==0
110     j=1;
111     while Ep(1+j)==0
112         j=j+1;
113     end
114     for k=1:j-1
115         Ord_A(k)=Ord_A(j);
116     end
117 end
118
119 if Ep(x)==0
120     j=1;
121     while Ep(x-j)==0
122         j=j+1;
123     end
124     for k=1:j-1
125         Ord_A(x-k+1)=Ord_A(x-j);
126     end
127 end
128
129 for i=2:x-1
130     if Ep(i)==0
131         j=1;
132         while Ep(i+j)==0
133             j=j+1;
134         end
135         for k=1:j
136             Ord_A(i+k-1)=[Ord_A(i+j)-Ord_A(i-1)]/(j+1)+Ord_A(i-1);
137         end
138     end
139 end
140
141 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
142 % OPTIMISATION %
143 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
144
145 %options d'optimisation
146 options = optimset('Display','iter',...
147     'MaxFunEvals',2000,...
148     'MaxIter',1000,...
149     'TolFun',1e-40,...
150     'TolX',1e-40);
151
152 %fonction d'optimisation
153 [param,FVAL,EXITFLAG]=fminsearch(@(param) CostSeuil_img_curv_fix
154 (param, borneinf, bornesup, x, Ord_A, Prec, r0), ...
155     [x0,y0], options);
156
157 %parametres optimises
158 x_centre = bornes(param(1), borneinf(1), bornesup(1));
159 y_centre = bornes(param(2), borneinf(2), bornesup(2));
160 %r_cercle = bornes(param(3), borneinf(3), bornesup(3));
161 %R=r_cercle/pix_mic/1000 %affichage du rayon en mm
162
163 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

```

```

164 % CALCUL DE LA RUGOSITE %
165 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
166
167 Delta_Ep=0;
168 Delta_hox=0;
169
170 for i=1:x
171     Ep_corr(i) = Ep(i)*(abs(Ord_A(i)-y_centre)/r0);
172     Delta_Ep = Delta_Ep + Ep_corr(i);
173     %calcul incremental des epaisseurs
174     moy_img(i)=y_centre-sqrt(r0^2-(i-x_centre)^2);
175     ecart(i)=(moy_img(i)-Ord_A(i))*(abs(Ord_A(i)-y_centre)/r0);
176     %calcul incremental des ecarts au profil
177     ecart_2(i)= ecart(i)*ecart(i);
178 end
179
180 ecart_type_hox = std(Ep_corr)/pix_mic
181 Ep_tot = Delta_Ep/x/pix_mic % Mesure d'épaisseur d'oxyde
182 RMS = sqrt(sum(ecart_2(:))/x)/pix_mic % Mesure de rugosité quadratique
183
184 for i=1:x
185     Delta_hox = Delta_hox + (Ep(i)-Ep_tot)^2;
186 end
187
188 Erreur_Ep = 2/pix_mic + sqrt(Delta_hox)/x/pix_mic %Erreur de mesure + dispersion
189
190 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
191 % AFFICHAGE DES PROFILS REEL ET MOYEN %
192 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
193
194 figure
195 hold on
196 absc=[1:x];
197 %axis equal
198 plot(absc, Ord_A(absc));
199 plot(absc, moy_img(absc), '-r');

```

Le script précédent fait appel à un fonction *CostSeuil\_img\_curv.m*, qui définit l'équation du profil de l'oxyde. Nos éprouvettes étant cylindriques, le profil défini est un cercle dont le rayon est fixé à 5500  $\mu\text{m}$ .

```

1 function cout=CostSeuil_img_curv_fix
2 (param, borneinf, bornesup, x, Ord_A, Prec, r0)
3
4 x_centre = bornes(param(1), borneinf(1), bornesup(1));
5 y_centre = bornes(param(2), borneinf(2), bornesup(2));
6 r_cercle = r0;
7
8 Cout = zeros(x,1);
9 for i=1:Prec:x
10     moy_img(i) = y_centre-sqrt(r_cercle^2-(i-x_centre)^2);
11     cout_temp = (moy_img(i)-Ord_A(i)).^2;
12     Cout(i) = sum(cout_temp);
13 end
14
15 cout = sum(Cout);

```

Le script fait également appel à une fonction *bornes.m* qui permet de définir les domaines

de recherche des paramètres optimaux.

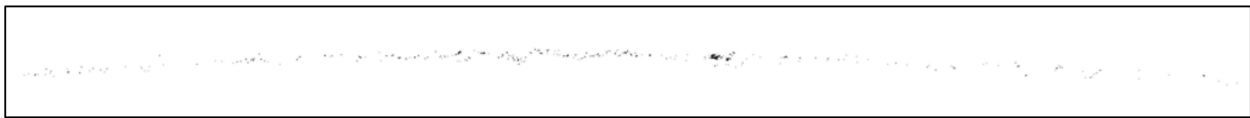
```

1 %vecteur ramene aux bornes
2 function y=bornes(x, borninf, bornsup)
3 y=max(borninf, min(x, bornsup));

```

### Calcul de la fraction linéique de défauts d'interface

L'assemblage d'images obtenu est, cette fois-ci, binarisé afin de mettre en évidence les fissures et porosités d'interface. Afin d'optimiser la mise en évidence, un ajustement du contraste et de la luminosité est bien souvent nécessaire. Les défauts d'interface sont extraits, figure B.3, et analysés à l'aide d'un script Matlab® qui calcule les propriétés des défauts d'interface.



50 μm

**Figure B.3** – Défauts de l'interface mis en évidence par la binarisation de l'assemblage de clichés MEB

L'image obtenue ne possède que peu de pixels noirs puisque les défauts d'interface pour cet échantillon sont peu nombreux. Le détail du script Matlab® est présenté ci-dessous.

```

1  clc;
2  clear all;
3  close all;
4
5  %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
6  % LECTURE DU FICHER IMAGE %
7  %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
8
9  %%% REFERENCE IMAGE
10 % data_ref = imread('Ass_75c_X6522B1.png');G=1500;
11 % data_ref = imread('Ass_200c_X6522B2.png');G=1500;
12 % data_ref = imread('Ass_384c_X6522A.png');G=1500;
13 % data_ref = imread('Ass_1200c_X6522B3.png');G=1500;
14 % data_ref = imread('Ass_1200c_X6522H.png');G=1000;
15 % data_ref = imread('Ass_2000c_X6522C.png');G=1000;
16 % data_ref = imread('Ass_2400c_X6522B4.png');G=1000;
17 %
18 % data_ref = imread('Ass_1200c_X6448C_FMTIP.png');G=1500;
19 % data_ref = imread('Ass_638c_X6581G_FMTcplx.png');G=1500;
20
21 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
22 % CALCUL GRANDISSEMENT %
23 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
24
25 %G=1500; 10microns = 133.5 pix
26 %G=1000; 10microns = 89pix
27
28 Grand = 0.0089*G; % en pix/microns
29

```

## ANNEXE B. ANALYSE D'IMAGES DE L'INTERFACE SOUS-COUCHE / CÉRAMIQUE

```
30 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
31 % APPLICATION DU SEUILLAGE %
32 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
33
34 Seuil_microns = 0.5; %microns
35 Seuil = floor(Seuil_microns*Grand)
36
37 for i=1:size(data_ref,2)
38     nb_pix(i)=sum(data_ref(:,i));
39     if nb_pix(i)>=Seuil
40         del_x(i)=1;
41     else del_x(i)=0;
42     end
43 end
44
45 Frac_lin_del=sum(del_x(:))/length(del_x)*100
46
47 compteur=0;
48 i=1;
49 del_x(size(data_ref,2))=0; %correction pour ne pas planter le calcul
50
51 while i<=size(data_ref,2)
52     if del_x(i)==1
53         compteur=compteur+1;
54         j=1;
55         while del_x(i+j)==1
56             j=j+1;
57         end
58         i=i+j-1;
59         Longueur(compteur)=j;
60     end
61     i=i+1;
62 end
63 Nb_fissures=compteur;
64 Taille_MOY_Fissure = mean(Longueur(:))/Grand
65 Taille_MIN_Fissure = min(Longueur(:))/Grand
66 Taille_MAX_Fissure = max(Longueur(:))/Grand
67
68 cpt_corr=0;
69 for k=1:length(Longueur)
70     L_add(k)=(Longueur(k)>Seuil)*Longueur(k);
71     if L_add(k)==0
72         cpt_corr=cpt_corr+1;
73     end
74 end
75 Taille_MOYCORR =sum(L_add(:))/(length(L_add)-cpt_corr)/Grand
76
77 L_real = Longueur/Grand;
78 pas_hist=0.2;
79 x=[pas_hist/2:pas_hist:ceil(Taille_MAX_Fissure)];
80 y=hist(L_real,x)/size(data_ref,2)*Grand*1000;
81 bar(x,y)
82 xlabel('Longueur de fissure (microns)');
83 ylabel('Densité de fissures (mm-1)');
84 %title('OXYDATION CYCLIQUE 2400c');
85 title('FMT_cplx_638c');
```

Ce programme permet de calculer la fraction linéique délaminée mais propose également

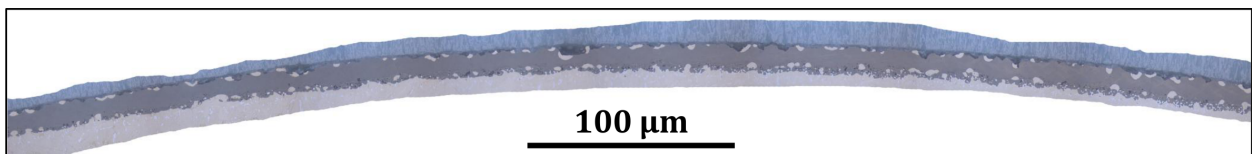
des histogrammes permettant de visualiser le type de défauts rencontrés, notamment la présence ou non de fissures longues.

## ANNEXE

## C

ANALYSE D'IMAGES DE LA ZONE  
D'INTER-DIFFUSION

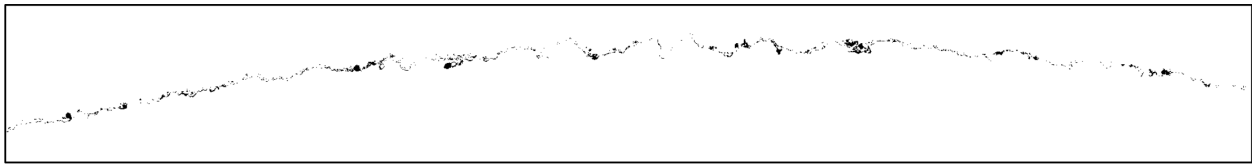
L'analyse d'images de la zone d'inter-diffusion permet de mesurer des paramètres microstructuraux, représentatif de l'endommagement des barrières thermiques. Elle est effectuée à partir d'un assemblage de clichés permettant d'observer la zone sur une longueur d'environ 500  $\mu\text{m}$ , figure C.1.



**Figure C.1** – Assemblage de clichés MEB d'un système barrière thermique vieilli 2400 cycles de 5 min à 1100 °C

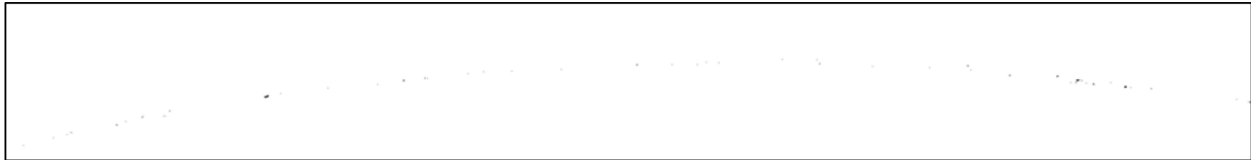
Le calcul des deux paramètres de changement de phase de la sous-couche nécessite la reconnaissance numérique de ces zones. Pour cela, nous devons délimiter plusieurs interfaces ainsi que les phases à observer. Dans un premier temps, l'image de référence ci-dessus doit être codée en niveaux de gris pour les futures binarisations. Les images obtenues doivent être de la même taille et révéler le profil moyen de l'oxyde C.2(a), le liséré de corindons C.2(b), l'interface moyenne entre les phases  $\beta$  et  $\gamma'$  C.2(c) ainsi que les précipités  $\gamma'$  C.2(d) dans la sous-couche externe.

Le principe de calcul consiste à calculer les rayons et les coordonnées du centre de cercles concentriques représentant l'oxyde, le liséré de corindons et l'interface  $\beta / \gamma'$ .



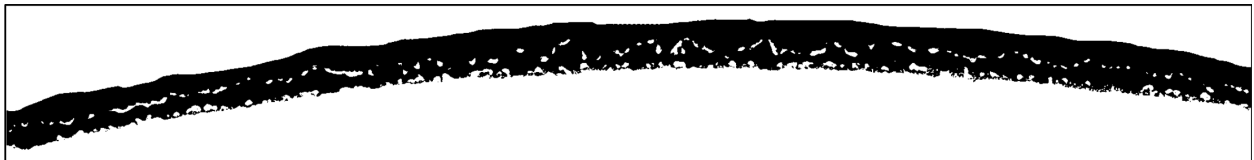
**100  $\mu\text{m}$**

(a)



**100  $\mu\text{m}$**

(b)



**100  $\mu\text{m}$**

(c)



**100  $\mu\text{m}$**

(d)

**Figure C.2** – Mise en évidence après binarisation (a) du profil de l'oxyde, (b) du liséré de corindons, (c) de l'interface  $\beta / \gamma'$  et (d) des précipités  $\gamma'$  dans la sous-couche.

- i) La première étape du calcul consiste à calculer le rayon et le centre du cercle définissant le profil du liséré de corindons. Dans la suite des calculs, les coordonnées du centre des cercles sont fixées aux valeurs calculées.
- ii) Á l'aide du centre du cercle, nous déterminons le rayon du cercle définissant l'interface  $\beta / \gamma'$ .
- iii) Lors de la troisième étape, nous déterminons le rayon du cercle définissant le profil de l'oxyde.
- iv) La dernière étape consiste à calculer les deux paramètres de l'étude.

La fraction surfacique de phase  $\gamma'$  dans la sous-couche externe est le rapport entre le

nombre de pixels blancs et le nombre de pixels totaux de la figure C.2(d) compris dans la zone définie par les cercles représentant l'oxyde et le liséré de corindons. L'épaisseur de zone d'inter-diffusion principalement  $\beta$  est la différence entre les rayons des cercles définissant le liséré de corindons et l'interface  $\beta / \gamma'$ . Le script principal du calcul des paramètres est présenté ci-dessous.

```

1  clc ;
2  clear all ;
3  close all ;
4
5  %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
6  % CHOIX IMAGE %
7  %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
8
9
10 %Fichier = 'Ech_Fanny_Nb1';
11 %Fichier = 'Ech_Fanny_Nb2';
12 %Fichier = 'Ech_Fanny_Nb3';
13 %Fichier = 'Ech_Fanny_Nb4';
14 %Fichier = 'Ech_Fanny_Nb5';
15 %Fichier = 'Ech_Fanny_Nb6';
16 %Fichier = 'Ech_Fanny_Nb7';
17
18
19 Fichier = 'X6522B_ref';
20 %Fichier = 'X6522B_75';
21 %Fichier = 'X6522B_200';
22 %Fichier = 'X6522B_1200';
23 %Fichier = 'X6522B_2400';
24 %Fichier = 'X6522A';
25 %Fichier = 'X6522Abis';
26 %Fichier = 'X6522C_2000';
27
28 %Fichier = 'X6447F_341_IP';
29 %Fichier = 'X6448D_1200_OP';
30 %Fichier = 'X6448C_1200_IP';
31
32
33 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
34 % LECTURE IMAGE %
35 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
36
37 data{1}={['./', Fichier, '/', Fichier, '_COR.png'}];
38 data{2}={['./', Fichier, '/', Fichier, '_IDZ.png'}];
39 data{3}={['./', Fichier, '/', Fichier, '_TGO.png'}];
40 data{4}={['./', Fichier, '/', Fichier, '_gamma.png'}];
41
42 A=imread(char(data{1}), 'logical');
43 B=imread(char(data{2}), 'logical');
44 C=imread(char(data{3}), 'logical');
45 D=imread(char(data{4}), 'logical');
46
47
48 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
49 % CORRECTION IMAGE %
50 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
51
52 Rognage = floor(0.1*size(A,2));

```



```

53
54 for i=1:(size(A,2)-2*Rognage)
55     A_Rogn(:,i)=A(:,(i+Rognage));
56     B_Rogn(:,i)=B(:,(i+Rognage));
57     C_Rogn(:,i)=C(:,(i+Rognage));
58     D_Rogn(:,i)=D(:,(i+Rognage));
59 end
60
61
62 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
63 % CALCUL DES POINTS NECESSAIRES A L'OPTIMISATION %
64 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
65
66 for j=1:size(A_Rogn,2)
67
68     Compt_ord_A(j)=0;
69     Nb_ord_A(j)=0;
70     Compt_ord_C(j)=0;
71     Nb_ord_C(j)=0;
72
73     for i=1:size(A_Rogn,1)
74         if A_Rogn(i,j)==1
75             Compt_ord_A(j)=Compt_ord_A(j)+i;
76             Nb_ord_A(j)=Nb_ord_A(j)+1;
77         end
78         if B_Rogn(i,j)==1
79             B_opti(j)=i;
80         end
81         if C_Rogn(i,j)==1
82             Compt_ord_C(j)=Compt_ord_C(j)+i;
83             Nb_ord_C(j)=Nb_ord_C(j)+1;
84         end
85     end
86
87     if Nb_ord_A(j)==0
88         A_opti(j)=0;
89     else A_opti(j)=Compt_ord_A(j)/Nb_ord_A(j);
90     end
91     if Nb_ord_C(j)==0
92         C_opti(j)=0;
93     else C_opti(j)=Compt_ord_C(j)/Nb_ord_C(j);
94     end
95
96     if B_opti(j) < A_opti(j)
97         B_opti(j)=A_opti(j);
98     end
99
100 end
101
102
103 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
104 % REDUCTION DU NB DE PTS DE CALCUL PAR MOYENNAGE %
105 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
106
107 Nb_pt = 20;
108
109 Nb_pt_tranche = floor(size(A_opti,2)/Nb_pt);
110
111 for j=1:Nb_pt

```

```

112 Val_nul_A=0;
113 Val_nul_B=0;
114 Val_nul_C=0;
115 A_NBP=0;
116 B_NBP=0;
117 C_NBP=0;
118 for i=1:Nb_pt_tranche
119     if A_opti((j-1)*Nb_pt_tranche+i)==0;
120         Val_nul_A=Val_nul_A+1;
121     end
122     if B_opti((j-1)*Nb_pt_tranche+i)==0;
123         Val_nul_B=Val_nul_B+1;
124     end
125     if C_opti((j-1)*Nb_pt_tranche+i)==0;
126         Val_nul_C=Val_nul_C+1;
127     end
128     A_NBP=A_NBP+A_opti((j-1)*Nb_pt_tranche+i);
129     B_NBP=B_NBP+B_opti((j-1)*Nb_pt_tranche+i);
130     C_NBP=C_NBP+C_opti((j-1)*Nb_pt_tranche+i);
131 end
132 A_red(j)=A_NBP/(Nb_pt_tranche-Val_nul_A);
133 B_red(j)=B_NBP/(Nb_pt_tranche-Val_nul_B);
134 C_red(j)=C_NBP/(Nb_pt_tranche-Val_nul_C);
135 end
136
137
138 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
139 % CALCUL DU RAYON & COORD DU CERCLE DEFINISSANT LE CORINDON %
140 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
141
142 borneinf_COR=[0 0 0];
143 bornesup_COR=[size(A_opti,2) 1e6 1e6];
144
145 x0 = size(A_opti,2)/2;
146 y0 = 1e4;
147 r0 = 6500;
148
149 %options d'optimisation
150 options = optimset('Display','iter',...
151     'MaxFunEvals',2000,...
152     'MaxIter',1000,...
153     'TolFun',1e-40,...
154     'TolX',1e-40);
155
156 %fonction d'optimisation
157 [param,FVAL,EXITFLAG]=fminsearch(@(param) CostSeuil_COR
158 (param, borneinf_COR, bornesup_COR, A_red, Nb_pt_tranche),...
159 [x0,y0,r0], options);
160 %parametres optimises
161 x_centre = bornes(param(1), borneinf_COR(1), bornesup_COR(1));
162 y_centre = bornes(param(2), borneinf_COR(2), bornesup_COR(2));
163 r_cercle_COR = bornes(param(3), borneinf_COR(3), bornesup_COR(3));
164
165
166 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
167 % CALCUL DU RAYON DU CERCLE DEFINISSANT L'IDZ %
168 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
169
170 borneinf_IDZ=[r_cercle_COR-500];

```

```

171 bornesup_IDZ=[r_cercle_COR+500];
172
173 %fonction d'optimisation
174 [param,FVAL,EXITFLAG]=fminsearch(@(param) CostSeuil_IDZ
175 (param, borneinf_IDZ, bornesup_IDZ, B_red, Nb_pt_tranche, x_centre, y_centre), ...
176 [r_cercle_COR], options);
177 %parametres optimises
178 r_cercle_IDZ = bornes(param(1), borneinf_IDZ(1), bornesup_IDZ(1));
179
180
181 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
182 % CALCUL DU RAYON DU CERCLE DEFINISSANT LA TGO %
183 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
184
185 borneinf_TGO=[r_cercle_COR-500];
186 bornesup_TGO=[r_cercle_COR+500];
187
188 %fonction d'optimisation
189 [param,FVAL,EXITFLAG]=fminsearch(@(param) CostSeuil_TGO
190 (param, borneinf_TGO, bornesup_TGO, C_red, Nb_pt_tranche, x_centre, y_centre), ...
191 [r_cercle_COR], options);
192 %parametres optimises
193 r_cercle_TGO = bornes(param(1), borneinf_TGO(1), bornesup_TGO(1));
194
195
196 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
197 % COORDONNES DES CERCLES IDZ, COR & TGO %
198 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
199
200 ABSC=[1:Nb_pt];
201 absc_reel(ABSC) = Nb_pt_tranche/2 + Nb_pt_tranche*(ABSC-1);
202 Cercle_opti_COR(ABSC) = y_centre-sqrt(r_cercle_COR^2-(absc_reel(ABSC)-x_centre).^2);
203 Cercle_opti_IDZ(ABSC) = y_centre-sqrt(r_cercle_IDZ^2-(absc_reel(ABSC)-x_centre).^2);
204 Cercle_opti_TGO(ABSC) = y_centre-sqrt(r_cercle_TGO^2-(absc_reel(ABSC)-x_centre).^2);
205
206
207 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
208 % CALCUL DE LA FRACTION GAMMA' %
209 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
210
211 Abs_img=[1:size(D_Rogn,2)];
212 Circ_opt_COR(Abs_img) = y_centre-sqrt(r_cercle_COR^2-(Abs_img-x_centre).^2);
213 Circ_opt_TGO(Abs_img) = y_centre-sqrt(r_cercle_TGO^2-(Abs_img-x_centre).^2);
214
215 Nb_pix_SC=0;
216 Nb_pix_gamma=0;
217 Tol=5;
218
219 for k=1:size(D_Rogn,2)
220     for l=floor(Circ_opt_TGO(k))-Tol:ceil(Circ_opt_COR(k))+Tol
221         Nb_pix_SC=Nb_pix_SC+1;
222         if D_Rogn(l,k)==0
223             Nb_pix_gamma=Nb_pix_gamma+1;
224         end
225     end
226 end
227 Frac_gamma=Nb_pix_gamma/Nb_pix_SC*100
228
229 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

```

```

230 % TRACE DES POINTS ET DU CERCLE %
231 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
232
233 figure
234 hold on
235 axis equal
236 plot ( absc_reel (ABSC) , A_red (ABSC) , 'dk ' );
237 plot ( absc_reel (ABSC) , B_red (ABSC) , 'db ' );
238 plot ( absc_reel (ABSC) , C_red (ABSC) , 'dr ' );
239 plot ( absc_reel (ABSC) , Cercle_opti_COR (ABSC) , '-k ' );
240 plot ( absc_reel (ABSC) , Cercle_opti_IDZ (ABSC) , '-b ' );
241 plot ( absc_reel (ABSC) , Cercle_opti_TGO (ABSC) , '-r ' );
242
243 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
244 % HAUTEUR D'IDZ %
245 %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
246
247 H_IDZ_reel = r_cercle_COR-r_cercle_IDZ;
248
249 %GRANDISSEMENT AU ZEISS x50 ::: 100pixels = 20microns%
250
251 H_IDZ=H_IDZ_reel*(20/100)
252 Diam_Ep=r_cercle_COR*(20/100)*2

```

Le script précédent fait appel à plusieurs fonctions d'optimisation aux moindres carrés pour déterminer les coordonnées du centre et les rayons des cercles définis précédemment.

i) Script de calcul des paramètres du cercle définissant le liséré de corindons.

```

1 function cout_COR=CostSeuil_COR
2 (param, borneinf_COR, bornesup_COR, A_red, Nb_pt_tranche)
3
4 x_centre = bornes (param (1), borneinf_COR (1), bornesup_COR (1));
5 y_centre = bornes (param (2), borneinf_COR (2), bornesup_COR (2));
6 r_cercle_COR = bornes (param (3), borneinf_COR (3), bornesup_COR (3));
7
8 Cout = zeros (length (A_red));
9
10 for i=1:length (A_red)
11     absc_reel (i) = Nb_pt_tranche/2 + Nb_pt_tranche*(i-1);
12     Ord_th_COR (i) = y_centre-sqrt (r_cercle_COR^2-(absc_reel (i)-x_centre)^2);
13     Cout_COR (i) = (A_red (i)-Ord_th_COR (i)).^2;
14 end
15
16 cout_COR = sum (Cout_COR);

```

ii) Script de calcul du rayon du cercle définissant le profil de l'oxyde.

```

1 function cout_TGO=CostSeuil_TGO
2 (param, borneinf_TGO, bornesup_TGO, C_red, Nb_pt_tranche, x_centre, y_centre)
3
4 r_cercle_TGO = bornes (param (1), borneinf_TGO (1), bornesup_TGO (1));
5
6 Cout = zeros (length (C_red));
7
8 for i=1:length (C_red)
9     absc_reel (i) = Nb_pt_tranche/2 + Nb_pt_tranche*(i-1);
10    Ord_th_TGO (i) = y_centre-sqrt (r_cercle_TGO^2-(absc_reel (i)-x_centre)^2);

```

```

11     Cout_TGO(i) = (C_red(i)-Ord_th_TGO(i)).^2;
12 end
13
14 cout_TGO = sum(Cout_TGO);

```

iii) Script de calcul du rayon du cercle définissant l'interface  $\beta / \gamma'$ .

```

1 function cout_IDZ=CostSeuil_IDZ
2 (param, borneinf_IDZ, bornesup_IDZ, B_red, Nb_pt_tranche, x_centre, y_centre)
3
4 r_cercle_IDZ = bornes(param(1), borneinf_IDZ(1), bornesup_IDZ(1));
5
6 Cout = zeros(length(B_red));
7
8 for i=1:length(B_red)
9     absc_reel(i) = Nb_pt_tranche/2 + Nb_pt_tranche*(i-1);
10    Ord_th_IDZ(i) = y_centre-sqrt(r_cercle_IDZ^2-(absc_reel(i)-x_centre)^2);
11    Cout_IDZ(i) = (B_red(i)-Ord_th_IDZ(i)).^2;
12 end
13
14 cout_IDZ = sum(Cout_IDZ);

```

Le script fait également appel à une fonction *bornes.m* qui permet de définir les domaines de recherche des paramètres optimaux.

```

1 %vecteur ramene aux bornes
2 function y=bornes(x, borninf, bornsup)
3 y=max(borninf, min(x, bornsup));

```

ANNEXE

D

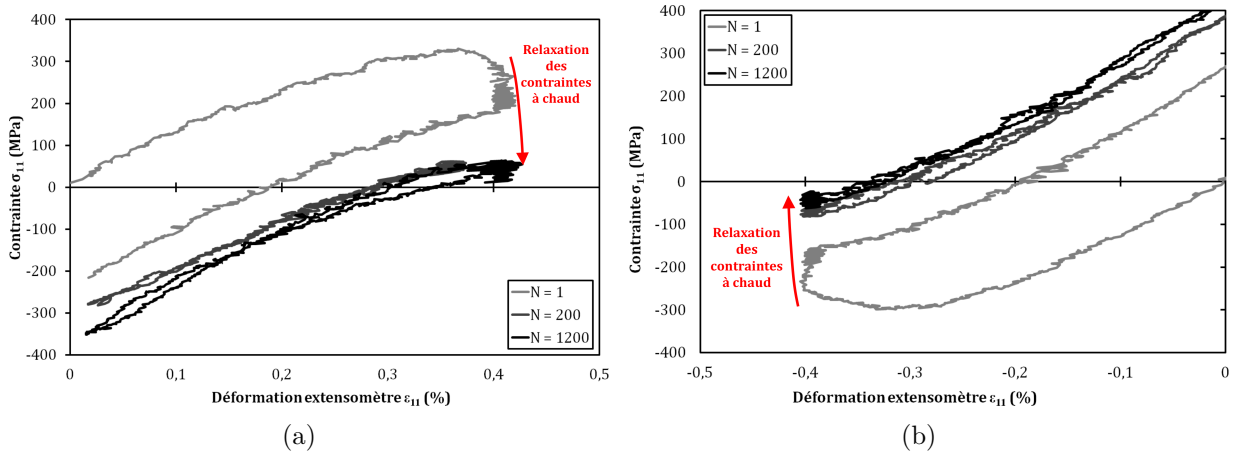
VALIDATION DE LA LOI DE  
COMPORTEMENT DE L'AM1 EN  
CONDITIONS DE FATIGUE  
MÉCANO-THERMIQUE

La loi de comportement de l'AM1 utilisé dans cette étude, et notamment dans le module multi-barres a été définie dans le cadre du Projet de Recherche Concerté. L'objectif de cette annexe est de comparer les résultats expérimentaux et numériques sur un système composé d'AM1 revêtu.

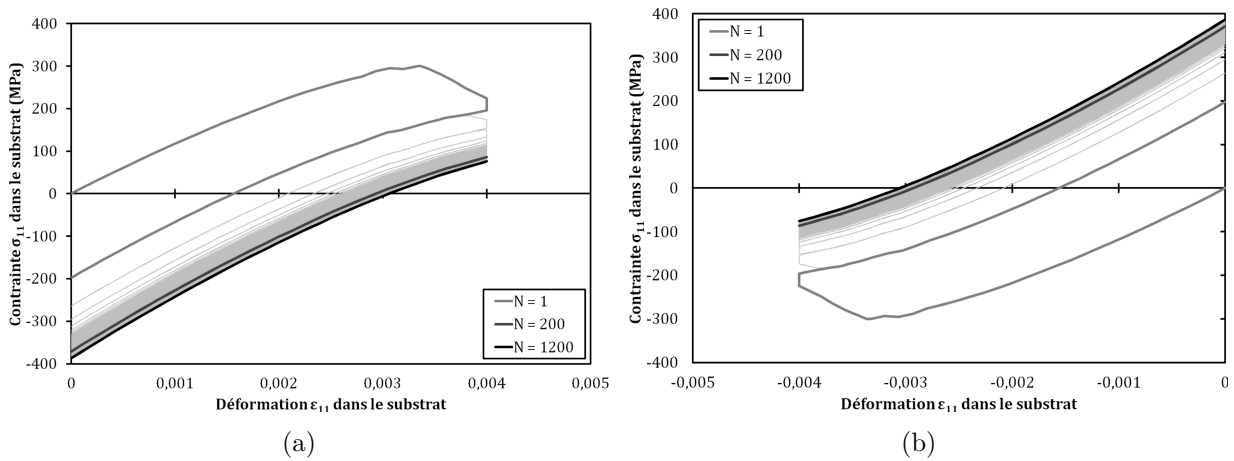
Dans un premier temps, nous comparons le comportement de l'AM1 pour des chargements en fatigue mécano-thermique en phase, hors phase et complexe. Les résultats expérimentaux présentés à la section [III.2.1.c](#) sont rappelés à la figure [D.1](#).

La loi de comportement de l'AM1 est supposée élasto-viscoplastique orthotrope. Nous ne testerons pas l'influence de la désorientation principale, car nous ne possédons pas de données expérimentales. Nous avons supposé que l'axe de l'éprouvette est coïncident avec la direction cristallographie  $\langle 001 \rangle$ . Les chargements en fatigue mécano-thermique en phase et hors phase ont été reproduits sur un élément de volume, et sont présentés à la figure [D.2](#).

Le modèle reproduit de manière relativement fidèle le phénomène de relaxation mais possède toutefois quelques défauts. Nous constatons, par exemple, que les valeurs de contraintes



**Figure D.1** – Cycle contraintes-déformations expérimentaux dans le substrat pour le 1<sup>er</sup>, 200<sup>e</sup> et 1200<sup>e</sup> cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique (a) en phase et (b) hors phase.



**Figure D.2** – Cycles contraintes-déformations numériques dans le substrat pour le 1<sup>er</sup>, 200<sup>e</sup> et 1200<sup>e</sup> cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique (a) en phase et (b) hors phase.

ne sont pas totalement respectées, l'erreur est de  $\pm 50$  MPa tout au long du vieillissement. Ces écarts sont dus à la grande difficulté de mise en œuvre de l'essai.

Nous avons considéré que la loi était suffisamment précise pour nos applications.

# TABLE DES FIGURES

1	Vue éclatée du turboréacteur CFM-56 issu de la collaboration Safran-Snecma / General Electric. . . . .	2
2	Évolution de la température supportée par les matériaux constitutifs des aubes de turbines en fonction de leurs procédés d'élaboration et de revêtement [Rickerby <i>et al.</i> 1993]. . . . .	3
I.1	Microstructure de la sous-couche d'un système barrière thermique vieilli 2000 cycles de 5 min à 1100 °C. . . . .	12
I.2	Principe de la méthode de solidification dirigée [Durand-Charre 1998]. . . . .	13
I.3	Microstructure biphasée $\gamma/\gamma'$ de l'AM1 [Marchal 2006]. . . . .	13
I.4	Principe du dépôt CVD par « pack-cementation » [Reed 2006]. . . . .	15
I.5	Évolution de la conductivité thermique de diverses céramiques en fonction de la température [Clarke 2003]. . . . .	17
I.6	Schéma des mécanismes d'endommagement des systèmes barrière thermique dus à l'environnement extérieur : (a) érosion (b) impact de grosses particules et (c) effets des CMAS [Evans <i>et al.</i> 2008]. . . . .	18
I.7	Zones de contact entre les colonnettes de zircone après 50 h à 1150 °C [Lughi <i>et al.</i> 2004]. N représente les zones encore intactes et F les zones rompues. . . . .	20
I.8	Initiation (a) d'une fissure d'interface et (b) de micro-fissures dans l'oxyde à proximité d'une ondulation de l'interface [Vaidyanathan <i>et al.</i> 2004]. . . . .	20
I.9	Évolution de la déformation critique en fonction de l'épaisseur d'oxyde [de Bodman 2009]. . . . .	21
I.10	Évolution de la surface d'oxyde écaillée en fonction de l'épaisseur d'oxyde [Gray <i>et al.</i> 2003]. . . . .	22



I.11	Cavités observées après écaillage de la barrière thermique pour un échantillon vieilli 72 h à 1050 °C [Courcier 2009]. . . . .	22
I.12	Observations en microscopie optique des effets (a) du rumpling et (b) du ratcheting d'un échantillon vieilli 2400 cycles de 5 min à 1100 °C. . . . .	24
I.13	Évolution de la rugosité en fonction de la température de vieillissement isotherme ou cyclique d'un échantillon non revêtu céramique, pour 100 h de temps de maintien [Tolpygo et Clarke 2007]. . . . .	24
I.14	Les différents modes de propagation d'une fissure. . . . .	25
I.15	Quelques exemples de tests d'adhérence [Dupeux 2004, Vaunois 2013] : (a) End Loaded Split, (b) Double Cantilever Beam, (c) End Notch Flexure, (d) Flexion 4 points en mode normal, (e) Cisaillement d'interface, (f) Pelage en T, (g) Clivage en coin, (h) Indentation normale et (i) Indentation interfaciale. . . . .	26
I.16	Schema d'un essai d'indentation [Vasinonta et Beuth 2001]. . . . .	27
I.17	Observations en vue de dessus et de côté d'un échantillon après essai d'indentation [Vasinonta et Beuth 2001]. . . . .	27
I.18	Principe de l'essai de flexion 4 points [Thery 2007]. . . . .	28
I.19	Séquence vidéo de l'essai 4ENF [Thery <i>et al.</i> 2009] : (a) état initial, (b) amorçage de la fissure, (c) et (d) propagation de la fissure. . . . .	29
I.20	Schéma de principe de l'essai LASAT [Fabre 2013]. . . . .	29
I.21	Mise en évidence de « taches blanches », représentatives du délaminage interfacial induit par impact LASAT [Fabre 2013]. . . . .	30
I.22	Évolution du diamètre de tache en fonction de l'énergie d'impact pour un échantillon brut et un échantillon ayant subi un vieillissement thermique [Begue <i>et al.</i> 2013]. . . . .	30
I.23	Valeurs de l'énergie d'adhérence d'un revêtement barrière thermique pour différents essais, et par conséquent, pour différentes mixités modales [Eberl <i>et al.</i> 2011]. . . . .	31
I.24	Prévision de la durée de vie des barrières thermiques par méthode énergétique [Vaunois 2013]. . . . .	35
I.25	Maillage d'un revêtement barrière thermique à l'échelle d'une rugosité locale, supposée périodique [Caliez <i>et al.</i> 2002]. . . . .	39
I.26	(a) Maillage éléments finis utilisé pour la modélisation de l'essai de propagation de fissure en mode I. L'épaisse ligne noire horizontale représente une zone pré-fissurée ( $x < 0$ ). (b) Zoom sur la pointe de fissure ( $x = 0$ ) montrant la rugosité sinusoidale de l'interface. L'interface ( $x > 0$ ) est modélisée par des éléments de zone cohésive d'épaisseur nulle. La longueur $L$ montre la zone sous sollicitations majoritairement en mode I [Cordisco <i>et al.</i> 2014]. . . . .	40

I.27	Fissuration discontinue de l'interface pour $\alpha > \alpha_{crit}$ . De nouvelles fissures se créent à mesure que le chargement augmente puis coalescent [Cordisco <i>et al.</i> 2012]. . . . .	41
I.28	Conditions aux limites thermiques et mécaniques appliquées au tube cylindrique [Rakotomalala 2014]. . . . .	42
I.29	Évolution du (a) saut de déplacement normal de l'interface $[[u_n]]$ (en mm) et (b) de l'endommagement interfacial $d$ , au cours de la phase de refroidissement de la structure [Rakotomalala 2014]. . . . .	42
II.1	Plan de définition de l'éprouvette FMT M18. . . . .	50
II.2	Mesures des déformations de l'extensomètre pendant l'essai de compression menant à la rupture de l'éprouvette X6522A. . . . .	51
II.3	Mise en place de l'essai de compression pour provoquer l'écaillage. . . . .	52
II.4	Mise en place de l'essai de compression pour la propagation du délaminage. . . . .	53
II.5	Analyse d'images de l'essai de compression pour propager le délaminage : (a) image de référence, (b) image à analyser, (c) image résultat de la soustraction des deux images précédentes et de l'étalement de l'histogramme et (d) image obtenue après zoom sur la zone utile et délimitation de la surface délaminée. . . . .	54
II.6	(a) Schéma en vue isométrique et (b) photographie du dispositif de compression <i>in situ</i> sur plaques. . . . .	55
II.7	Plans de définition de (a) l'éprouvette initialement conçue et de (b) l'éprouvette utilisée pour l'essai de compression <i>in situ</i> . . . . .	55
II.8	Mise en place des thermocouples pour les vieillissements thermiques et en fatigue mécano-thermique sur four à lampes. . . . .	58
II.9	Four de fatigue thermique Snecma [Soignon 2012]. . . . .	58
II.10	Spécifications de la régulation en température des fours de fatigue thermique Snecma. . . . .	59
II.11	Vue extérieure d'une four à lampes et de son instrumentation, utilisé pour les vieillissements en fatigue thermique. . . . .	60
II.12	Températures de consigne et de mesure du thermocouple lors d'un cycle de vieillissement en fatigue thermique sur four à lampes. . . . .	61
II.13	Le four à axe vertical. . . . .	61
II.14	Mesures de la température de consigne et de la température de l'éprouvette lors d'un cycle de vieillissement en fatigue thermique sur le four à axe vertical. . . . .	62
II.15	Le four résistif. . . . .	63
II.16	Températures de consigne et de mesure du thermocouple lors d'un cycle de vieillissement en fatigue thermique sur le four résistif. . . . .	63
II.17	Dispositif d'essai de Fatigue Mécano-Thermique. . . . .	64

II.18	Graphes déformation-temps et température-temps représentant (a) le cycle de Fatigue Thermique et les cycles de Fatigue Mécano-Thermique (b) En Phase (c) Hors Phase et (d) Complexe. . . . .	65
II.19	Images (a) assemblées révélant le front de délaminage, (b) découpée suivant une longueur $\pi D$ égale au périmètre d'une coupe de la zone utile, et (c) seillée afin d'obtenir une zone noire correspondant à la surface délaminée. . . . .	69
II.20	Comparaison entre le montage expérimental (a) en tomographie et (b) en laminographie (source : <a href="http://www.esrf.eu">http://www.esrf.eu</a> ). . . . .	72
III.1	Micrographies en microscopie électronique à balayage d'un système barrière thermique (a) à l'état de réception et vieillis (b) 384, (c) 1200 et (d) 2000 cycles de 5 min à 1100 °C. . . . .	83
III.2	Influence du vieillissement thermique sur l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde pour des essais de vieillissements isothermes réalisés à 1100 °C, et de fatigue thermique pour des cycles entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. La courbe noire correspond à la loi de croissance parabolique présentée à l'équation III.1. . . . .	84
III.3	Influence de la présence de céramique sur la croissance de la couche d'oxyde pour des cycles entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	85
III.4	Micrographies en microscopie électronique d'un système barrière thermique vieillis (a) 1200 (100 h), (b) 2000 (166.7 h), (c) 2400 (200 h) cycles de 5 min à 1100 °C, (d) 1268 (105.7 h) cycles FMT en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 °C) et (e) 666 (55.5 h) cycles FMT complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 °C). . . . .	86
III.5	Évolution de l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 °C). . . . .	87
III.6	Observation en microscopie électronique de micro-fissures dans l'oxyde pour un échantillon ayant subi un vieillissement de fatigue mécano-thermique en phase. Mise en évidence des épaisseurs locales d'oxyde par des traits verticaux rouges. . . . .	87
III.7	Évolution de la rugosité $R_q$ du profil moyen de la couche d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température pour des vieillissements isothermes à 1100 °C et cycliques entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	88

III.8	Évolution de la rugosité Rq sur des éprouvettes revêtues et non revêtues céramique, pour des vieillissements thermiques cycliques entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	89
III.9	Évolution de la rugosité quadratique Rq de la couche d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 °C). . . . .	90
III.10	Pores à l'interface entre l'oxyde et la sous-couche, observés sur un faciès après rupture par écaillage. L'éprouvette a été préalablement vieillie 2000 cycles de 5 min à 1100 °C. . . . .	91
III.11	Coupe, dans un plan tangent à l'interface, d'une reconstruction en tomographie d'un système barrière thermique ayant subi un pré-vieillissement de 1200 cycles de 5 min à 1100 °C. Les points noirs représentent des porosités sur lesquelles un oxyde d'alumine s'est formé. . . . .	91
III.12	Évolution de la fraction linéique d'interface délaminée en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 °C). . . . .	92
III.13	Microscopie optique d'un système barrière thermique (a) à l'état de réception et vieillis (b) 384, (c) 1200 et (d) 2000 cycles de 5 min à 1100 °C. Les zones les plus claires de la sous-couche externe correspondent à la phase $\gamma'$ , les zones gris foncé à la phase $\beta$ . Les points noirs sont des résidus de sablage aux corindons. . . . .	93
III.14	Évolution de la fraction de phase $\gamma'$ présente dans la sous-couche externe en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	94
III.15	Évolution de la fraction de phase $\gamma'$ présente dans la sous-couche externe pour des vieillissements isothermes à 1100 °C et en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	95
III.16	Micrographies en microscopie optique d'échantillons vieillis (a) 96 h à 1100 °C et (b) 1200 cycles de 5 min (100 h) à 1100 °C. . . . .	95
III.17	Évolution de la fraction de phase $\gamma'$ dans la sous-couche externe en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 °C) et hors phase ( $\epsilon_{11} = -0.4\%$ à 1100 °C). . . . .	96

III.18	Observation en microscopie optique de la zone d'inter-diffusion d'un échantillon ayant subi un vieillissement en fatigue thermique de 2400 cycles de 5 min à 1100 °C. . . . .	96
III.19	Évolution de l'épaisseur de la zone d'inter-diffusion principalement $\beta$ en fonction du temps cumulé à haute température pour des éprouvettes revêtues et non revêtues céramique, vieilles en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	97
III.20	Évolution de l'épaisseur de la zone d'inter-diffusion principalement $\beta$ en fonction du temps cumulé à haute température pour des éprouvettes revêtues et non revêtues céramique, vieilles par oxydation isotherme à 1100 °C et en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	98
III.21	Évolution de l'épaisseur de la zone d'inter-diffusion principalement $\beta$ en fonction du temps cumulé à haute température pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4 \%$ à 1100 °C) et hors phase ( $\epsilon_{11} = -0.4 \%$ à 1100 °C). . . . .	98
III.22	Coupe transverse en microscopie optique d'une cloque de flambage induite par un essai de compression. . . . .	100
III.23	Calcul des déformations $\epsilon_{11}$ locales par corrélation d'images durant l'essai de compression ( $\epsilon_{11,extenso} = -1.0 \%$ ). La flèche blanche désigne une bande de glissement. . . . .	101
III.24	Évolution de la déformation critique à l'écaillage en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements isothermes à 1100 °C, en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min ou 1 h à 1100 °C. . . . .	102
III.25	Faciès de rupture (a) d'un état non vieilli, (b) d'un état vieilli 384 cycles (32 h) et (c) d'un état vieilli 2000 cycles (167 h) de 5 min à 1100 °C. Les zones blanches correspondent à des ruptures dans la sous-couche. Les contours noirs correspondent à l'oxyde. La céramique est grise et forme des colonnettes brisées. . . . .	104
III.26	Cycles contraintes-déformations macroscopiques dans le substrat pour le 1 <sup>er</sup> , 200 <sup>e</sup> et 1200 <sup>e</sup> cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique (a) en phase et (b) hors phase. Les flèches rouges représentent le retour à charge nulle en fin d'essai. . . . .	105
III.27	Évolution de la déformation critique à l'écaillage en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4 \%$ à 1100 °C), hors phase ( $\epsilon_{11} = -0.4 \%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \% \leftrightarrow +0.2 \%$ à 1100 °C). . . . .	106

III.28	Micrographies MEB (a) du faciès de rupture et (b) d'une coupe transverse de l'éprouvette ayant subi un vieillissement en fatigue mécano-thermique complexe. . . . .	107
III.29	Évolution de la surface délaminée à l'interface sous-couche / céramique après écaillage en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 °C), hors phase ( $\epsilon_{11} = -0.4\%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 °C). . . . .	108
III.30	Évolution de la surface délaminée à l'interface sous-couche / céramique en fonction de la déformation de compression appliquée sur une éprouvette vieilles 384 cycles en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	110
III.31	Évolution de la surface délaminée à l'interface sous-couche / céramique en fonction de la déformation de compression appliquée, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 °C). . . . .	111
III.32	Évolution de la vitesse moyenne de propagation du délaminage interfacial en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 °C). . . . .	112
III.33	Mesure de la topographie de la plaque mince avant essai. Les cercles noirs représentent les zones d'impact LASER. . . . .	113
III.34	Évolution des déformations moyennes $\epsilon_{11}$ , $\epsilon_{22}$ et $\epsilon_{12}$ dans la zone observée pendant l'essai de compression <i>in situ</i> . . . . .	114
III.35	Fissuration du revêtement céramique de la plaque mince induit par un écaillage de la céramique proche de la zone observée, lors du 8 <sup>e</sup> demi-tour de vis de l'essai de compression <i>in situ</i> . Le chargement est appliqué horizontalement. . . . .	114
III.36	Mesure de la topographie de la plaque mince après l'essai de compression <i>in situ</i> . Les points de mesures bleus correspondent à des zones situées en dehors de la limite d'acquisition du capteur. Le chargement est appliqué horizontalement. . . . .	115
III.37	Mise en évidence du front de délaminage à partir d'un volume reconstruit par laminographie aux rayons X (a) et (b) dans un plan parallèle aux couches, et (c) en coupe transverse, d'un échantillon vieilli 947 cycles entre 300 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	116

III.38	Mise en évidence de la « process zone » à proximité du front de délaminage d'un échantillon vieilli 947 cycles entre 300 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C. . . . .	117
IV.1	(a) Conventions de notations pour la modélisation analytique d'un disque soumis à une sollicitation de compression. (b) Perturbations du front de délaminage de forme circulaire [Hutchinson <i>et al.</i> 1992]. . . . .	126
IV.2	Angle de mixité $\psi$ en fonction du rapport $\sigma/\sigma_c$ pour trois valeurs du coefficient de Dundur $\alpha$ entre le revêtement et le substrat pour un disque encastré en compression. $\sigma_c$ représente la contrainte critique à écaillage du revêtement [Hutchinson <i>et al.</i> 1992]. . . . .	126
IV.3	(a) Angle de mixité des modes de sollicitation $\psi$ (°) et (b) des taux de restitution d'énergie critique $G_c(\psi)$ (N/mm) à $t = 2.4s$ , aux points de Gauss de l'interface comprise entre $z = 5$ et 65 mm. Le paramètre $\beta$ vaut 0.5 [Rakotomalala 2014]. . . . .	127
IV.4	Maillages et conditions aux limites pour modéliser les essais de compression (a) jusqu'à écaillage et (b) pour propager le délaminage. . . . .	128
IV.5	Maillage de l'interface entre la sous-couche et la céramique avec profil rugueux sinusoïdal. . . . .	129
IV.6	Modèle de comportement de la loi cohésive de Needleman sous chargement (a) normal et (b) tangentiel à l'élément d'interface. . . . .	132
IV.7	Influence du paramètre $\delta_n$ de la loi cohésive sur le comportement en écaillage et en propagation de l'essai de compression [Soulignac <i>et al.</i> 2013]. . . . .	133
IV.8	Évolution de la longueur de fissure d'interface en fonction du chargement en mode II, à partir de maillages utilisant (a) des éléments linéaires, et (b) des éléments quadratiques. Le calcul avec des éléments linéaires de 1 $\mu\text{m}$ sert de référence pour les comparaisons. . . . .	134
IV.9	Évolution de l'endommagement $\lambda$ des premiers éléments d'interface pour une déformation en compression de 1 %, à partir de maillages utilisant (a) des éléments linéaires, et (b) des éléments quadratiques. Le calcul avec des éléments linéaires de 1 $\mu\text{m}$ sert de référence pour les comparaisons. . . . .	135
IV.10	Calculs numériques de la propagation d'une fissure d'interface en fonction de (a) la longueur d'onde et (b) l'amplitude d'une rugosité sinusoïdale. Les figure (a) et (b) présentent respectivement des calculs à amplitude fixée ( $2k = 5 \mu\text{m}$ ) et à longueur d'onde fixée ( $2w = 50 \mu\text{m}$ ). La courbe rouge présente sur les deux graphes correspond au calcul pour le profil sinusoïdal de référence. . .	136
IV.11	Influence du rapport $k/w$ représentatif de la rugosité, sur le comportement en propagation de fissure du système barrière thermique considéré. . . . .	137
IV.12	Influence d'une pré-fissuration sur la propagation de fissure. . . . .	138

IV.13	Influence d'une fissure de 100 $\mu\text{m}$ au milieu d'une zone adhérente de 1 mm sur la propagation de fissure. La zone pré-fissurée est délimitée par des lignes pointillées horizontales. . . . .	138
IV.14	Influence de plusieurs fissures de 25 $\mu\text{m}$ dans une zone adhérente de 1 mm sur la propagation de fissure. La zone pré-fissurée est délimitée par des lignes pointillées horizontales. . . . .	139
IV.15	Endommagement $\lambda$ des éléments cohésifs d'un profil rugueux suite à une compression suivant l'axe $x$ [Soulignac <i>et al.</i> 2013]. . . . .	140
IV.16	Évolution théorique des énergies stockée (en bleu) et d'adhérence (en rouge). Le croisement des deux courbes définit le moment de l'écaillage au cycle $N_f$ . . . . .	142
IV.17	Estimation des énergies à rupture des essais de fatigue thermique et mécano-thermique. Les traits pointillés représentent une proposition de l'évolution de l'énergie en fonction du vieillissement. . . . .	145
IV.18	Évolution de l'énergie à rupture de la céramique en fonction de la fraction linéique délaminée, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 $^{\circ}\text{C}$ et un temps de maintien de 5 min à 1100 $^{\circ}\text{C}$ , et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 $^{\circ}\text{C}$ ) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 $^{\circ}\text{C}$ ). . . . .	146
IV.19	Estimation à partir des résultats expérimentaux et modélisation analytique de l'énergie à rupture de la céramique en fonction de la fraction linéique délaminée. . . . .	147
IV.20	Mesures expérimentales et modélisation analytique de l'évolution du carré des épaisseurs d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 $^{\circ}\text{C}$ et un temps de maintien de 5 min à 1100 $^{\circ}\text{C}$ , et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 $^{\circ}\text{C}$ ) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 $^{\circ}\text{C}$ ). . . . .	151
IV.21	Mesures expérimentales et modélisation analytique de l'évolution des épaisseurs d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 $^{\circ}\text{C}$ et un temps de maintien de 5 min à 1100 $^{\circ}\text{C}$ , et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4\%$ à 1100 $^{\circ}\text{C}$ et $\epsilon_{11} = +0.6\%$ à 950 $^{\circ}\text{C}$ ) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4\% \leftrightarrow +0.2\%$ à 1100 $^{\circ}\text{C}$ ). . . . .	152
IV.22	Graphique représentant $\ln(\lambda) = f(\ln(h_{ox}))$ . La pente de la droite correspond à l'exposant $n$ de la loi d'endommagement. . . . .	153



IV.23	Mesures expérimentales et modélisation analytique de l'endommagement de l'interface sous-couche / céramique en fonction de l'épaisseur d'oxyde, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4 \%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \% \leftrightarrow +0.2 \%$ à 1100 °C).	155
IV.24	Comparaisons entre les durées de vie expérimentales et analytiques des vieillissements, respectivement de gauche à droite, en fatigue mécano-thermique complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \% \leftrightarrow +0.2 \%$ à 1100 °C) et en fatigue thermique d'1 h et de 5 min à 1100 °C. . . . .	156
IV.25	Modélisation analytique des énergies à rupture et stockée dans la céramique en fonction du temps passé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique entre 100 et 1100 °C et un temps de maintien de 5, 15 et 60 min à 1100 °C, et en fatigue mécano-thermique en phase ( $\epsilon_{11} = +0.4 \%$ à 1100 °C) et complexe ( $\epsilon_{11} = -0.4 \% \leftrightarrow +0.2 \%$ à 1100 °C). . . . .	157
A.1	Modélisation du système barrière thermique [Balint2005] . . . . .	166
B.1	Assemblage de clichés MEB d'un système barrière thermique vieilli 1200 cycles de 5 min à 1100 °C . . . . .	169
B.2	Profil de l'oxyde obtenu après binarisation et correction des aberrations . . . . .	170
B.3	Défauts de l'interface mis en évidence par la binarisation de l'assemblage de clichés MEB . . . . .	174
C.1	Assemblage de clichés MEB d'un système barrière thermique vieilli 2400 cycles de 5 min à 1100 °C . . . . .	177
C.2	Mise en évidence après binarisation (a) du profil de l'oxyde, (b) du liséré de corindons, (c) de l'interface $\beta / \gamma'$ et (d) des précipités $\gamma'$ dans la sous-couche.	178
D.1	Cycle contraintes-déformations expérimentaux dans le substrat pour le 1 <sup>er</sup> , 200 <sup>e</sup> et 1200 <sup>e</sup> cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique (a) en phase et (b) hors phase. . . . .	186
D.2	Cycles contraintes-déformations numériques dans le substrat pour le 1 <sup>er</sup> , 200 <sup>e</sup> et 1200 <sup>e</sup> cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique (a) en phase et (b) hors phase. . . . .	186

# LISTE DES TABLEAUX

1	Récapitulatif des thèses effectuées au Centre des Matériaux. . . . .	4
I.1	Composition de l'AM1 (wt%) [Rouzou <i>et al.</i> 2004]. . . . .	14
I.2	Composition initiale de la sous-couche externe (at%) [Sallot 2012]. . . . .	16
I.3	Composition chimique des TCP (at%) [Guerre 2002]. . . . .	16
II.1	Domaine d'utilisation des thermocouples usuels, selon la norme EN-60584. .	57
II.2	Récapitulatif des caractéristiques et des moyens d'observations utilisés lors des essais. . . . .	75
II.3	Récapitulatif des caractéristiques des moyens d'observations de la microstruc- ture. . . . .	75
III.1	Récapitulatif des vieillissements et des essais de compression jusqu'à écaillage effectués sur des éprouvettes FMT. . . . .	81
III.2	Estimation des coefficients d'oxydation $\alpha_{TH}$ pour les vieillissements en fa- tigue thermique et en fatigue mécano-thermique en phase et complexe. . . .	88
III.3	Estimation de la plasticité cumulée par cycle $\Delta\epsilon_{v,cum}$ pour les vieillissements en fatigue thermique et mécano-thermique en phase, hors phase et complexe.	108
III.4	Tableau récapitulatif des mesures effectuées lors des essais de compression sur éprouvettes vieilles en fatigue thermique et mécano-thermique et sur éprouvettes non vieilles. . . . .	112
IV.1	Valeurs de l'amplitude et de la longueur d'onde du profil de rugosité sinusoi- dal fixées pour le calcul de référence. . . . .	129
IV.2	Valeurs des paramètres de la loi de comportement élastique utilisée pour l'AM1 à 20 °C. . . . .	130

IV.3	Valeurs des paramètres de la loi de comportement élasto-visco-plastique utilisée pour la sous-couche à 20 °C. . . . .	130
IV.4	Valeurs des composantes du tenseur de rigidité de la céramique. . . . .	131
IV.5	Valeurs des paramètres de la loi cohésive utilisés pour l'étude de l'influence des défauts d'interface. . . . .	132
IV.6	Valeurs des paramètres de la loi cohésive pour le calcul de compression sur un maillage en trois dimensions. . . . .	140
IV.7	Valeurs des coefficients de l'équation de rugosité 3D. Les coefficients $a_i$ et $w_i$ sont exprimés en $\mu\text{m}$ . . . . .	140
IV.8	Valeurs des paramètres de la loi linéaire décrivant l'évolution de l'énergie à rupture de la céramique. . . . .	147
IV.9	Valeurs des coefficients de dilatation thermique de l'oxyde [Cheng <i>et al.</i> 1998].	149
IV.10	Valeurs des paramètres de la loi d'oxydation de la couche d'alumine. . . . .	151
IV.11	Durées de vie expérimentales des systèmes barrières thermiques $AM1 + NiAlPt + YSZ$ pour des vieillissements en fatigue thermique à 1100 °C. . . . .	154
IV.12	Paramètres de la loi linéaire décrivant l'épaisseur critique à écaillage. . . . .	154
IV.13	Estimations analytiques des durées de vie en fonction du type de vieillissement.	155

# BIBLIOGRAPHIE

- [Alam 2001] ALAM, A. (2001). Durée de vie de l'am1 revetu c1a limite par l'oxydation. Rapport interne.
- [Angenete et Stiller 2002] ANGENETE, J. et STILLER, K. (2002). Comparison of inward and outward grown pt modified aluminide diffusion coatings on a ni based single crystal superalloy. *Surface and Coatings Technology*, 150(2-3):107 – 118.
- [Bahr et al. 2003] BAHR, H.-A., BALKE, H., FETT, T., HOFINGER, I., KIRCHHOFF, G., MUNZ, D., NEUBRAND, A., SEMENOV, A., WEISS, H.-J. et YANG, Y. (2003). Cracks in functionally graded materials. *Materials Science and Engineering : A*, 362(1-2):2 – 16.
- [Balint et Hutchinson 2003] BALINT, D. et HUTCHINSON, J. (2003). Undulation instability of a compressed elastic film on a nonlinear creeping substrate. *Acta Materialia*, 51(13):3965 – 3983.
- [Balint et Hutchinson 2005] BALINT, D. et HUTCHINSON, J. (2005). An analytical model of rumpling in thermal barrier coatings. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 53(4):949 – 973.
- [Begue et al. 2013] BEGUE, G., FABRE, G., GUIPONT, V., JEANDIN, M., BILHE, P., GUEDOU, J. et LEPOUTRE, F. (2013). Laser shock adhesion test (lasat) of eb-pvd tbcs : Towards an industrial application. *Surface and Coatings Technology*, 237(0):305 – 312.
- [Bestor et al. 2011] BESTOR, M., ALFANO, J. et WEAVER, M. (2011). Influences of chromium and hafnium additions on the microstructures of beta-nial coatings on superalloy substrates. *Intermetallics*, 19(11):1693 – 1704.

- [Bickard 1998] BICKARD, A. (1998). *Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'une barrière thermique et d'un aluminium de nickel déposés sur un superalliage monocristallin*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Bottega et Maewal 1983] BOTTEGA, W. et MAEWAL, A. (1983). Dynamics of delamination buckling. *International Journal of Non-Linear Mechanics*, 18(6):449 – 463.
- [Breton 2013] BRETON, P. (2013). Caractérisation in situ de la fragilisation à basses température des revêtement pour aubes de turbines aéronautiques. Rapport de Stage.
- [Busso et al. 2001] BUSO, E., LIN, J., SAKURAI, S. et NAKAYAMA, M. (2001). A mechanistic study of oxidation-induced degradation in a plasma-sprayed thermal barrier coating system. part i : model formulation. *Acta Materialia*, 49(9):1515 – 1528.
- [Caliez et al. 2002] CALIEZ, M., FEYEL, F., KRUCH, S. et CHABOCHE, J.-L. (2002). Oxidation induced stress fields in an eb-pvd thermal barrier coating. *Surface and Coatings Technology*, 157(2-3):103 – 110.
- [Charalambides et al. 1989] CHARALAMBIDES, P., LUND, J., EVANS, A. et McMEEKING, R. (1989). A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces. *Journal of applied mechanics*, 56(1):77–82.
- [Chen et al. 2003] CHEN, M., GLYNN, M., OTT, R., HUFNAGEL, T. et HEMKER, K. (2003). Characterization and modeling of a martensitic transformation in a platinum modified diffusion aluminide bond coat for thermal barrier coatings. *Acta Materialia*, 51(14):4279 – 4294.
- [Chen 2006] CHEN, X. (2006). Calcium-magnesium-alumina-silicate (cmas) delamination mechanisms in eb-pvd thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 200(11):3418 – 3427.
- [Cheng et al. 1998] CHENG, J., JORDAN, E., BARBER, B. et GELL, M. (1998). Thermal/residual stress in an electron beam physical vapor deposited thermal barrier coating system. *Acta Materialia*, 46(16):5839 – 5850.
- [Chieux 2010] CHIEUX, M. (2010). *Vieillessement des systèmes Barrière Thermique : Transformation de phases, oxydation et effet du soufre sur l'adhérence*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Clarke 2003] CLARKE, D. R. (2003). Materials selection guidelines for low thermal conductivity thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 163-164(0):67 – 74.
- [Cordisco et al. 2014] CORDISCO, F., ZAVATTIERI, P. D., JR., L. G. H. et BOWER, A. F. (2014). On the mechanics of sinusoidal interfaces between dissimilar elastic-plastic solids subject to dominant mode i. *Engineering Fracture Mechanics*, 131(0):38 – 57.

- [Cordisco *et al.* 2012] CORDISCO, F. A., ZAVATTIERI, P. D., JR., L. G. H. et BOWER, A. F. (2012). Toughness of a patterned interface between two elastically dissimilar solids. *Engineering Fracture Mechanics*, 96(0):192 – 208.
- [Courcier 2009] COURCIER, C. (2009). *Modélisation de la durée de vie à l'écailage des barrières thermiques pour aubes de turbine*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Courcier *et al.* 2011] COURCIER, C., MAUREL, V., REMY, L., QUILICI, S., ROUZOU, I. et PHELIPPEAU, A. (2011). Interfacial damage based life model for eb-pvd thermal barrier coating. *Surface and Coatings Technology*, 205(13-14):3763 – 3773.
- [Darzens *et al.* 2003] DARZENS, S., MUMM, D., CLARKE, D. et EVANS, A. (2003). Observations and analysis of the influence of phase transformations on the instability of the thermally grown oxide in a thermal barrier system. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34(3):511–522.
- [de Bodman 2009] de BODMAN, P. (2009). Analyse critique d'un modèle de durée de vie à l'écailage pour les barrières thermiques. Rapport de Stage.
- [Diebel *et al.* 2006] DIEBEL, M., KENNEL, H. et GILES, M. (2006). Ab-initio calculations of shear stress effects on defects and diffusion in silicon. *In Simulation of Semiconductor Processes and Devices, 2006 International Conference on*, pages 75–78.
- [Drory et Hutchinson 1996] DRORY, M. et HUTCHINSON, J. (1996). Measurement of the adhesion of a brittle film on a ductile substrate by indentation. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 452(1953): 2319–2341.
- [Dryepondt 2004] DRYEPONDT, S. (2004). *Comportement et endommagement en fluage à haute température de parois minces en superalliage monocristallin MC2 : Effets de l'oxydation et de l'application d'un revêtement MCrAlY*. Thèse de doctorat, INP Toulouse.
- [Dupeux 2004] DUPEUX, M. (2004). Mesure des énergies de rupture interfaciale : problématique et exemples de résultats d'essais de gonflement-décollement. *Mécanique & industries*, 5(04):441–450.
- [Durand-Charre 1998] DURAND-CHARRE, M. (1998). *The Microstructure of Superalloys*. Taylor & Francis.
- [Eberl *et al.* 2011] EBERL, C., WANG, X., GIANOLA, D. S., NGUYEN, T. D., HE, M. Y., EVANS, A. G. et HEMKER, K. J. (2011). In situ measurement of the toughness of the interface between a thermal barrier coating and a ni alloy. *Journal of the American Ceramic Society*, 94(s1):s120–s127.

- [Evans *et al.* 2008] EVANS, A., CLARKE, D. et LEVI, C. (2008). The influence of oxides on the performance of advanced gas turbines. *Journal of the European Ceramic Society*, 28(7):1405 – 1419.
- [Evans *et al.* 2001] EVANS, A., HE, M. et HUTCHINSON, J. (2001). Mechanics-based scaling laws for the durability of thermal barrier coatings. *Progress in Materials Science*, 46(3-4):249 – 271.
- [Evans 2011] EVANS, H. (2011). Oxidation failure of tbc systems : An assessment of mechanisms. *Surface and Coatings Technology*, 206(7):1512 – 1521.
- [Ezugwu *et al.* 1999] EZUGWU, E., WANG, Z. et MACHADO, A. (1999). The machinability of nickel-based alloys : a review. *Journal of Materials Processing Technology*, 86(1-3):1 – 16.
- [Fabre 2013] FABRE, G. (2013). *Influence des proprietes optiques et de l endommagement de barrieres thermiques EB-PVD pour la mesure d adherence par choc laser LASAT-2D*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Fleury 1991] FLEURY, E. (1991). *Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Frachon 2009] FRACHON, J. (2009). *Approche multi echelle pour predire la duree de vie des barrieres thermiques deposees par EB-PVD*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Funkenbusch *et al.* 1985] FUNKENBUSCH, A., SMEGGIL, J. et BORNSTEIN, N. (1985). Reactive element-sulfur interaction and oxide scale adherence. *Metallurgical Transactions A*, 16(6):1164–1166.
- [Gaubert 2009] GAUBERT, A. (2009). *Modelisation des effets de l evolution microstructurale sur le comportement mecanique du superalliage monocristallin AM1*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Gell *et al.* 1980] GELL, M., DUHL, D. et GIAMEI, A. (1980). The development of single crystal superalloy turbine blades. *Superalloys*, pages 205–214.
- [Gell *et al.* 1999a] GELL, M., ERIC, J., KRISHNAKUMAR, V., MCCARRON, K., BARBER, B., SOHN, Y.-H. et TOLPYGO, V. K. (1999a). Bond strength, bond stress and spallation mechanisms of thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 120-121(0):53 – 60.

- [Gell *et al.* 1999b] GELL, M., VAIDYANATHAN, K., BARBER, B., JORDAN, E. et CHENG, J. (1999b). Mechanism of spallation in platinum aluminide/electron beam physical vapor-deposited thermal barrier coatings. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30:427–435.
- [Gray *et al.* 2003] GRAY, S., TAYLOR, P., CHAU, E. et EVANS, H. (2003). Evaluation of the critical oxide thickness to initial spallation from a lpps conical coating. *Journal of Corrosion Science and Engineering*, 6:72.
- [Guerre 2002] GUERRE, C. (2002). *Etude des mécanismes d'endommagement d'un système barrière thermique déposée sur un superalliage base nickel*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Guo *et al.* 2008] GUO, H., SUN, L., LI, H. et GONG, S. (2008). High temperature oxidation behavior of hafnium modified ni-al bond coat in eb-pvd thermal barrier coating system. *Thin Solid Films*, 516(16):5732 – 5735.
- [Hahner *et al.* 2008] HAHNER, P., RINALDI, C., BICEGO, V., AFFELDT, E., BRENDDEL, T., ANDERSSON, H., BECK, T., KLINGELHOFFER, H., KAHN, H.-J., KOSTER, A., LOVEDAY, M., MARCHIONNI, M. et RAE, C. (2008). Research and development into a european code-of-practice for strain-controlled thermo-mechanical fatigue testing. *International Journal of Fatigue*, 30(2):372 – 381.
- [Hamadi 2009] HAMADI, S. (2009). *Etude du comportement en oxydation de nouveaux revêtements en aluminure de nickel dope au zirconium. Application aux barrières thermiques*. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie.
- [Hanriot 1993] HANRIOT, F. (1993). *Comportement du superalliage monocristallin AM1 sous sollicitations cycliques*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Harvey 2011] HARVEY, M. (2011). *Ruine de revêtements aluminifères induite par oxydation et chargement mécanique combinés*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Harvey *et al.* 2008] HARVEY, M., COURCIER, C., MAUREL, V. et REMY, L. (2008). Oxide and tbc spallation in beta-ni-al coated systems under mechanical loading. *Surface and Coatings Technology*, 203(5-7):432 – 436.
- [Haynes *et al.* 2001] HAYNES, J., LANCE, M., PINT, B. et WRIGHT, I. (2001). Characterization of commercial eb-pvd tbc systems with cvd (ni,pt)al bond coatings. *Surface and Coatings Technology*, 146-147(0):140 – 146.



- [Hild et Roux 2006] HILD, F. et ROUX, S. (2006). Digital image correlation : from displacement measurement to identification of elastic properties - a review. *Strain*, 42(2):69–80.
- [Hille *et al.* 2009] HILLE, T. S., NIJDAM, T. J., SUIKER, A. S., TURTELTAUB, S. et SLOOF, W. G. (2009). Damage growth triggered by interface irregularities in thermal barrier coatings. *Acta Materialia*, 57(9):2624 – 2630.
- [Hou 2003] HOU, P. Y. (2003). Segregation phenomena at growing alumina/alloy interfaces. *Journal of Corrosion Science and Engineering*, 6(75).
- [Hutchinson *et al.* 1992] HUTCHINSON, J., THOULESS, M. et LINIGER, E. (1992). Growth and configurational stability of circular, buckling-driven film delaminations. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(2):295 – 308.
- [Hutchinson et Hutchinson 2011] HUTCHINSON, R. G. et HUTCHINSON, J. W. (2011). Lifetime assessment for thermal barrier coatings : Tests for measuring mixed mode delamination toughness. *Journal of the American Ceramic Society*, 94:s85–s95.
- [Jackson 2009] JACKSON, R. D. (2009). *The Effect of Bond Coat Oxidation on the Microstructure and Endurance of Two Thermal Barrier Coating Systems*. Thèse de doctorat, University of Birmingham.
- [Jinnestrand et Sjöström 2001] JINNESTRAND, M. et SJÖSTRÖM, S. (2001). Investigation by 3d {FE} simulations of delamination crack initiation in {TBC} caused by alumina growth. *Surface and Coatings Technology*, 135(2-3):188 – 195.
- [Johnson *et al.* 1998] JOHNSON, C., RUUD, J., BRUCE, R. et WORTMAN, D. (1998). Relationships between residual stress, microstructure and mechanical properties of electron beam-physical vapor deposition thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 108-109(0):80 – 85.
- [Karlsson et Evans 2001] KARLSSON, A. et EVANS, A. (2001). A numerical model for the cyclic instability of thermally grown oxides in thermal barrier systems. *Acta Materialia*, 49(10):1793 – 1804.
- [Karlsson *et al.* 2002] KARLSSON, A., HUTCHINSON, J. et EVANS, A. (2002). A fundamental model of cyclic instabilities in thermal barrier systems. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(8):1565 – 1589.
- [Kempshall *et al.* 2004] KEMPSHALL, B., SOHN, Y., JHA, S., LAXMAN, S., VANFLEET, R. et KIMMEL, J. (2004). A microstructural observation of near-failure thermal barrier coating : a study by photostimulated luminescence spectroscopy and transmission electron microscopy. *Thin Solid Films*, 466(1-2):128 – 136.

- [Kulkarni *et al.* 2004] KULKARNI, A., HERMAN, H., DECARLO, F. et SUBRAMANIAN, R. (2004). Microstructural characterization of electron beam-physical vapor deposition thermal barrier coatings through high-resolution computed microtomography. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(7):1945–1952.
- [Le Graverend 2013] LE GRAVEREND, J.-B. (2013). *Etude et modelisation des effets d'incur-sion a tres haute temperature sur le comportement mecanique d un superalliage monocris-tallin pour aubes de turbine*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique.
- [Le Graverend *et al.* 2011] LE GRAVEREND, J.-B., CORMIER, J., CARON, P., KRUCH, S., GALLERNEAU, F. et MENDEZ, J. (2011). Numerical simulation of gamma-gamma' micro-structural evolutions induced by tcp-phase in the mc2 nickel base single crystal superalloy. *Materials Science and Engineering : A*, 528(6):2620 – 2634.
- [Lemaitre et Chaboche 1985] LEMAITRE, J. et CHABOCHE, J. (1985). *Mécanique des ma-teriaux solides*, 1985. *Dunod, Paris*.
- [Lemaitre et Lippmann 1992] LEMAITRE, J. et LIPPMANN, H. (1992). *A course on damage mechanics*, volume 2. Springer Berlin.
- [Lipkin *et al.* 1997] LIPKIN, D., CLARKE, D., HOLLATZ, M., BOBETH, M. et POMPE, W. (1997). Stress development in alumina scales formed upon oxidation of (111) nial single crystals. *Corrosion Science*, 39(2):231 – 242.
- [Lughi *et al.* 2004] LUGHI, V., TOLPYGO, V. K. et CLARKE, D. R. (2004). Microstructural aspects of the sintering of thermal barrier coatings. *Materials Science and Engineering : A*, 368(1-2):212 – 221.
- [M. Reid et Robinson 2004] M. REID, M. P. et ROBINSON, J. (2004). Microstructural trans-formation in platinum aluminide bond coat cmsx-4 superalloy. *Material Science Forum*, 461-464:343–350.
- [Malpertu 1987] MALPERTU, J.-L. (1987). *Fatigue mecano-thermique d un superalliage a base de nickel*. Thèse de doctorat, Paris, Ecole nationale supérieure des Mines.
- [Marchal 2006] MARCHAL, N. (2006). *Propagation de fissure en fatigue-fluage a haute tempe-rature de superalliages monocristallins a base de nickel*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Maurel *et al.* 2014] MAUREL, V., BUSO, E., FRACHON, J., BESSON, J. et N'GUYEN, F. (2014). A methodology to model the complex morphology of rough interfaces. *Internat-ional Journal of Solids and Structures*, 51(19-20):3293 – 3302.

- [Maurel *et al.* 2011] MAUREL, V., de BODMAN, P. et REMY, L. (2011). Influence of substrate strain anisotropy in tbc system failure. *Surface and Coatings Technology*, 206(7):1634 – 1639.
- [Mercer *et al.* 2005] MERCER, C., FAULHABER, S., EVANS, A. et DAROLIA, R. (2005). A delamination mechanism for thermal barrier coatings subject to calcium-magnesium-alumino-silicate (cmas) infiltration. *Acta Materialia*, 53(4):1029 – 1039.
- [Needleman 1990] NEEDLEMAN, A. (1990). An analysis of tensile decohesion along an interface. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 38(3):289 – 324.
- [Pedraza *et al.* 2006] PEDRAZA, F., KENNEDY, A., KOPECEK, J. et MORETTO, P. (2006). Investigation of the microstructure of platinum-modified aluminide coatings. *Surface and Coatings Technology*, 200(12-13):4032 – 4039.
- [Pint 2004] PINT, B. (2004). The role of chemical composition on the oxidation performance of aluminide coatings. *Surface and Coatings Technology*, 188-189(0):71 – 78.
- [Rae *et al.* 2005] RAE, C., HOOK, M. et REED, R. (2005). The effect of tcp morphology on the development of aluminide coated superalloys. *Materials Science and Engineering : A*, 396(1-2):231 – 239.
- [Raffaitin 2007] RAFFAITIN, A. (2007). *Influence du cyclage thermique sur les comportements en oxydation/corrosion et en fluage de systèmes MCrAlY/superalloy à base de nickel*. Thèse de doctorat, INP Toulouse.
- [Rakotomalala 2014] RAKOTOMALALA, N. (2014). *Simulation numérique de l'écaillage des barrières thermiques avec couplage thermo-mécanique*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Reed 2006] REED, R. (2006). *The Superalloys : Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press.
- [Remy *et al.* 2014] REMY, L., GUERRE, C., ROUZOU, I. et MOLINS, R. (2014). Assessment of tbc oxidation-induced degradation using compression tests. *Oxidation of Metals*, 81(1-2):3–15.
- [Riallant 2014] RIALLANT, F. (2014). *Modes d'endommagement à chaud du système AM1/NiAlPt/BT EBPVD : impact de la plasticité et interactions revêtement - substrat*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique.
- [Rickerby *et al.* 1993] RICKERBY, D., LOW, H. et LTD, R.-R. (1993). *Towards Designer Surfaces in the Aero Gas Turbine*. Rolls-Royce reprint. Rolls-Royce plc.

- [Rémy 2003] RÉMY, L. (2003). 5.03 - thermal-mechanical fatigue (including thermal shock). In KARIHALOO, I. M. R., éditeur : *Comprehensive Structural Integrity*, pages 113 – 199. Pergamon, Oxford.
- [Rouzou *et al.* 2004] ROUZOU, I., MOLINS, R., JOMARD, F. et REMY, L. (2004). Study of the sulfur segregation for a tbc system. *Materials Science Forum*, 461-464:101–108.
- [Sallot 2012] SALLOT, P. (2012). *Duree de vie d un revetement aluminiformeur*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Seo *et al.* 2009] SEO, D., OGAWA, K., NAKAO, Y., MIURA, H. et SHOJI, T. (2009). Influence of high-temperature creep stress on growth of thermally grown oxide in thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, 203(14):1979 – 1983.
- [Sims *et al.* 1987] SIMS, C., STOLOFF, N. et HAGEL, W. (1987). *Superalloys II*. Wiley.
- [Smialek *et al.* 1994] SMIALEK, J., JAYNE, D., SCHAEFFER, J. et MURPHY, W. (1994). Effects of hydrogen annealing, sulfur segregation and diffusion on the cyclic oxidation resistance of superalloys : a review. *Thin Solid Films*, 253(1-2):285 – 292.
- [Soignon 2012] SOIGNON, N. (2012). Communication projet bt snecma chatellerault. Rapport Interne.
- [Soulignac *et al.* 2013] SOULIGNAC, R., MAUREL, V., REMY, L. et KOSTER, A. (2013). Cohesive zone modelling of thermal barrier coatings interfacial properties based on three-dimensional observations and mechanical testing. *Surface and Coatings Technology*, 237(0):95 – 104.
- [Spitsberg *et al.* 2005] SPITSBERG, I., MUMM, D. et EVANS, A. (2005). On the failure mechanisms of thermal barrier coatings with diffusion aluminide bond coatings. *Materials Science and Engineering : A*, 394(1-2):176 – 191.
- [Sridharan *et al.* 2004] SRIDHARAN, S., XIE, L., JORDAN, E. H. et GELL, M. (2004). Stress variation with thermal cycling in the thermally grown oxide of an eb-pvd thermal barrier coating. *Surface and Coatings Technology*, 179(2-3):286 – 296.
- [Sridharan *et al.* 2005] SRIDHARAN, S., XIE, L., JORDAN, E. H., GELL, M. et MURPHY, K. (2005). Damage evolution in an electron beam physical vapor deposited thermal barrier coating as a function of cycle temperature and time. *Materials Science and Engineering : A*, 393(1-2):51 – 62.
- [Stiger *et al.* 1999] STIGER, M., YANAR, N., TOPPING, M., PETTIT, F. et MEIER, G. (1999). Thermal barrier coatings for the 21st century. *Zeitschrift fur Metallkunde*, 90(12):1069–1078.

- [Sugui *et al.* 2010] SUGUI, T., MINGGANG, W., TANG, L., BENJIANG, Q. et JUN, X. (2010). Influence of tcp phase and its morphology on creep properties of single crystal nickel-based superalloys. *Materials Science and Engineering : A*, 527(21-22):5444 – 5451.
- [Suo *et al.* 2003] SUO, Z., KUBAIR, D., EVANS, A., CLARKE, D. et TOLPYGO, V. (2003). Stresses induced in alloys by selective oxidation. *Acta Materialia*, 51(4):959 – 974.
- [Sutton *et al.* 1986] SUTTON, M., MINGQI, C., PETERS, W., CHAO, Y. et MCNEILL, S. (1986). Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. *Image and Vision Computing*, 4(3):143 – 150.
- [Texier 2013] TEXIER, D. (2013). *Mesure et évolution des gradients de propriétés mécaniques dans le système superalliage à base de nickel revêtu MCrAlY*. Thèse de doctorat, INP Toulouse.
- [Thery 2007] THERY, P. Y. (2007). *Adherence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison Beta-(Ni,Pt)Al ou Beta-NiAl(Zr)*. Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier.
- [Thery *et al.* 2007] THERY, P.-Y., POULAIN, M., DUPEUX, M. et BRACCINI, M. (2007). Adhesion energy of a ypsz eb-pvd layer in two thermal barrier coating systems. *Surface and Coatings Technology*, 202(4-7):648 – 652.
- [Thery *et al.* 2009] THERY, P.-Y., POULAIN, M., DUPEUX, M. et BRACCINI, M. (2009). Spallation of two thermal barrier coating systems : experimental study of adhesion and energetic approach to lifetime during cyclic oxidation. *Journal of Materials Science*, 44: 1726–1733.
- [Tolpygo et Clarke 2000] TOLPYGO, V. et CLARKE, D. (2000). Surface rumpling of a (ni, pt)al bond coat induced by cyclic oxidation. *Acta Materialia*, 48(13):3283 – 3293.
- [Tolpygo et Clarke 2007] TOLPYGO, V. et CLARKE, D. (2007). Temperature and cycle-time dependence of rumpling in platinum-modified diffusion aluminide coatings. *Scripta Materialia*, 57(7):563 – 566.
- [Tolpygo et Clarke 2009] TOLPYGO, V. et CLARKE, D. (2009). Rumpling of cvd (ni,pt)al diffusion coatings under intermediate temperature cycling. *Surface and Coatings Technology*, 203(20-21):3278 – 3285.
- [Tolpygo *et al.* 2004] TOLPYGO, V., CLARKE, D. et MURPHY, K. (2004). Evaluation of interface degradation during cyclic oxidation of eb-pvd thermal barrier coatings and correlation with tgo luminescence. *Surface and Coatings Technology*, 188-189(0):62 – 70.

- [Tomimatsu *et al.* 2004] TOMIMATSU, T., ZHU, S. et KAGAWA, Y. (2004). Local stress distribution in thermally-grown-oxide layer by near-field optical microscopy. *Scripta Materialia*, 50(1):137 – 141.
- [Vaidyanathan *et al.* 2000] VAIDYANATHAN, K., GELL, M. et JORDAN, E. (2000). Mechanisms of spallation of electron beam physical vapor deposited thermal barrier coatings with and without platinum aluminide bond coat ridges. *Surface and Coatings Technology*, 133-134(0):28 – 34.
- [Vaidyanathan *et al.* 2004] VAIDYANATHAN, K., JORDAN, E. H. et GELL, M. (2004). Surface geometry and strain energy effects in the failure of a (ni,pt)al/eb-pvd thermal barrier coating. *Acta Materialia*, 52(5):1107 – 1115.
- [Vasinonta et Beuth 2001] VASINONTA, A. et BEUTH, J. L. (2001). Measurement of interfacial toughness in thermal barrier coating systems by indentation. *Engineering Fracture Mechanics*, 68(7):843 – 860.
- [Vaunois 2013] VAUNOIS, J.-R. (2013). *Modélisation de la durée de vie des barrières thermiques, par le développement et l exploitation d essais d adhérence*. Thèse de doctorat, Université de Grenoble.
- [Veron *et al.* 1996] VERON, M., BRECHET, Y. et LOUCHET, F. (1996). Directional coarsening of ni-based superalloys : Computer simulation at the mesoscopic level. *Acta Materialia*, 44(9):3633 – 3641.
- [Versnyder et Shank 1970] VERSNYDER, F. I. et SHANK, M. (1970). The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification. *Materials Science and Engineering*, 6(4):213 – 247.
- [Wright 1998] WRIGHT, P. K. (1998). Influence of cyclic strain on life of a pvd tbc. *Materials Science and Engineering : A*, 245(2):191 – 200.
- [Xie et Lou 2012] XIE, G. et LOU, L. (2012). Influence of the characteristic of recrystallization grain boundary on the formation of creep cracks in a directionally solidified ni-base superalloy. *Materials Science and Engineering : A*, 532(0):579 – 584.
- [Yanar *et al.* 2011] YANAR, N., HELMINIAK, M., MEIER, G. et PETTIT, F. (2011). Comparison of the failures during cyclic oxidation of yttria-stabilized (7 to 8 weight percent) zirconia thermal barrier coatings fabricated via electron beam physical vapor deposition and air plasma spray. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(4):905–921.
- [Zavattieri *et al.* 2008] ZAVATTIERI, P. D., JR., L. G. H. et BOWER, A. F. (2008). Cohesive zone simulations of crack growth along a rough interface between two elastic-plastic solids. *Engineering Fracture Mechanics*, 75(15):4309 – 4332.

- [Zhang *et al.* 2003] ZHANG, Y., HAYNES, J., PINT, B., WRIGHT, I. et LEE, W. (2003). Martensitic transformation in cvd nial and (ni,pt)al bond coatings. *Surface and Coatings Technology*, 163-164(0):19 – 24.
- [Zhao *et al.* 2006] ZHAO, H., YU, F., BENNETT, T. D. et WADLEY, H. N. (2006). Morphology and thermal conductivity of yttria-stabilized zirconia coatings. *Acta Materialia*, 54(19):5195 – 5207.
- [Zhu *et al.* 2015] ZHU, W., YANG, L., GUO, J., ZHOU, Y. et LU, C. (2015). Determination of interfacial adhesion energies of thermal barrier coatings by compression test combined with a cohesive zone finite element model. *International Journal of Plasticity*, 64(0):76 – 87.





# Prévision de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques

## Résumé :

Cette étude porte sur la modélisation de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques pour aubes de turbines aéronautiques. La caractérisation expérimentale de l'adhérence du revêtement combine l'identification de la durée de vie - qualifiée par l'écaillage macroscopique de la céramique - à une caractérisation de l'endommagement à l'échelle de la microstructure du revêtement et en particulier à la dégradation des interfaces céramique / oxyde / métal.

Des essais de compression uniaxiale sur des éprouvettes en AM1 revêtues NiAlPt et YSZ par EB-PVD, vieilles en fatigue thermique et mécano-thermique permettent d'estimer l'adhérence du revêtement. Ces essais sont complétés par des essais de propagation du délaminage interfacial par compression. Un essai original de compression *in situ* en laminographie aux rayons X a également permis d'analyser l'écaillage et la propagation du front de délaminage. Tous ces essais sont instrumentés et équipés de moyens d'observation permettant de réaliser des mesures de surfaces délaminées ou écaillées et de déterminer leur évolution en fonction des déformations locales mesurées.

Une analyse microstructurale complète l'étude afin de comprendre l'influence du vieillissement thermique ou mécano-thermique sur l'évolution de l'endommagement du système. Cette analyse porte sur les mécanismes d'oxydation, de diffusion, de changement de phase principalement dans l'oxyde et la sous-couche. Elle est complétée par l'étude de l'ondulation de surface au cours du cyclage thermique, phénomène de « rumpling », et de ses conséquences, notamment au niveau de l'endommagement global de l'interface et de son adhérence. Le lien entre endommagement de l'interface à l'échelle d'imperfections de rugosité (quelques microns) et de la propagation d'une fissure d'interface (quelques dizaines à quelques centaines de microns) est analysé numériquement par la méthode des zones cohésives.

Ces deux études complémentaires ont permis d'établir un modèle phénoménologique de durée de vie à l'écaillage. Celui-ci se base sur une estimation de l'énergie contenue dans la couche de céramique comparée à la valeur théorique d'énergie critique à rupture obtenue par un modèle d'endommagement, fonction de l'oxydation et des paramètres de chargement mécano-thermique. Ce modèle est implémenté en post-processeur d'un calcul par éléments finis facilitant son utilisation industrielle.

**Mots clés :** Fatigue Mécano-Thermique, Endommagement, Changement d'échelle, Flambage.

## Life assessment by spallation of a thermal barrier coating system

### Abstract:

This study aims to model lifetime of thermal barrier coating (TBC) used on aircraft turbine blades. Experimental characterization of the coating adherence combines the lifetime identification - described by macroscopic spallation of the ceramic - with damage estimation through the analysis of the influence of the microstructure of the coating and evolutions of interfaces ceramic / oxide / metal.

Adherence of the ceramic is assessed using uniaxial mechanical compressive tests on AM1 specimen coated with NiAlPt bond coat and EB-PVD yttria stabilized zirconia varying the thermal and thermo-mechanical fatigue ageing conditions. Those tests are completed with analysis of interfacial crack propagation. A pioneering *in situ* compressive test using X-ray laminography has also been developed to analyze spallation and further delamination. The use of in-situ surface imaging by CCD cameras has enabled measurement of delaminated or spalled areas as function of measured local strain.

The influence of thermal or thermo mechanical ageing on damage evolution of TBCs is studied through a microstructural analysis. Oxidation, diffusion and phase transformation mechanisms in the alumina and the bond coat are main parts of this analysis. Moreover the oxide rumpling and its consequences have been detailed, particularly through the measurement of global interfacial damage and adherence evolution. The link between interfacial damage at the scale of local defects (few microns) and the propagation of an interfacial crack (from tens to hundreds of microns) is numerically analyzed with a cohesive zone model.

Those two spatial lengths of analysis were used to build a phenomenological lifetime model to spallation. This model was based on the assessment of the elastic strain energy stored in the ceramic layer and its comparison to fracture energy. A damage model is used to model the fracture strain energy evolution as a function of oxidation and thermo mechanical loading. This model is implemented in post processor of a FEM analysis, making its industrial use easier.

**Keywords:** Thermo-Mechanical Fatigue, Damage, Multiscale analysis, Buckling.