HAL
open science

Fissuration à l'interface d'un revêtement plasma céramique et d'un substrat métallique sous sollicitations dynamique et quasi-statique multiaxiales

Hélène Sapardanis

To cite this version:

Hélène Sapardanis. Fissuration à l'interface d'un revêtement plasma céramique et d'un substrat métallique sous sollicitations dynamique et quasi-statique multiaxiales. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2016. Français. NNT : 2016PSLEM033 . tel-01631321

HAL Id: tel-01631321

https://pastel.hal.science/tel-01631321

Submitted on 9 Nov 2017

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.

THÈSE DE DOCTORAT

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

Préparée à MINES ParisTech

Fissuration à l'interface d'un revêtement plasma céramique et d'un substrat métallique sous sollicitations dynamique et quasi-statique multiaxiales

École doctorale n°432

SCIENCES ET MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR

Spécialité MÉCANIQUE

COMPOSITION DU JURY :

M. Michel Boustie, Directeur de Recherche
ENSMA, Président du jury

M. Christophe Coupeau, Professeur
Université de Poitiers, Rapporteur

M. Rafael Estevez, Professeur
Université de Grenoble, Rapporteur

Mme Marion Bartsch, Professeur
Ruhr-Universität Bochum (DLR), Examinateur

M. Luc Bianchi, Ingénieur
Safran Paris-Saclay, Examinateur

M. Vincent Maurel, Maître de Recherche
Mines ParisTech, Examinateur

M. Vincent Guipont, Chargé de Recherche
Mines ParisTech, Examinateur

M. Alain Köster, Ingénieur de Recherche
Mines ParisTech, Examinateur

Soutenue par **Hélène SAPARDANIS**
le 29 novembre 2016

Dirigée par **Vincent Maurel**
et Vincent Guipont

MINES ParisTech | PSL RESEARCH UNIVERSITY PARIS

Remerciements

Tout le travail que j'ai effectué au cours de ces trois dernières années au Centre des Matériaux d'Evry et qui m'a permis aboutir à ce mémoire de thèse n'aurait pas été possible sans le support de nombreuses personnes. Je tiens ici à les remercier pour ce qu'ils m'ont apporté car la thèse est une aventure scientifique certes, mais c'est aussi une expérience humaine très enrichissante.

Je veux avant tout remercier mes encadrants : **Vincent Maurel**, **Vincent Guipont** et **Alain Köster** pour m'avoir accompagnée tout au long de mon travail et pour m'avoir fait confiance quant aux directions que je choisissais. Ils ont construit ce sujet original que j'ai pris en main et que j'ai exploré avec beaucoup d'enthousiasme. Je garde un très bon souvenir des nombreux échanges que nous avons eu, scientifiques mais aussi culturels et notamment musicaux. Je les remercie pour tout ce qu'ils m'ont apporté.

Je souhaite remercier **Rafael Estevez** et **Christophe Coupeau** pour avoir accepté de disséquer ce manuscrit et de produire deux rapports des plus intéressants. Merci à **Marion Bartsch** pour avoir examiné mon travail malgré la barrière de la langue et **Luc Bianchi** pour avoir apporté une vision industrielle à la discussion. Je tiens à remercier chaleureusement **Michel Boustie** qui me suit depuis mes premiers pas dans le monde de la recherche et qui a accepté de présider le jury de ma soutenance dont les discussions furent très riches et dynamiques.

Je remercie les permanents qui m'ont aidée dans ma quête de la *fissure interfaciale*. Tout d'abord, un grand merci à **François Borit** avec qui j'ai passé de nombreuses semaines à monter, démonter, bricoler, bavarder, projeter, râler, chanter,... au son de la radio classique. Une ambiance de travail survoltée que je ne suis pas prête d'oublier ! Un merci tout particulier à **Steve Duvinage** qui m'a aidée à dompter le mastodonte biaxial quadruple vérins et qui m'a appris à ajuster, toujours avec finesse, les outils d'observation que j'ai pu utiliser. Je n'oublie pas **Nicole Fabregue**, ma maman du laboratoire, avec qui j'ai passé de très bons moments et qui a tenté en vain de m'apprendre l'art et la manière de polir un échantillon.

Je souhaite aussi remercier **Jean-Dominique Bartout**, **Jean-Christophe Teissedre**, **Yves Favry**,

Yann Auriac, **Daniel Pachoutinski**, **Djamel Missoum Benziane**, **Stéphanie Dang** et **Matthieu Rambaudon** pour leur aide précieuse et le temps qu'ils m'ont consacré. Merci aux tourneurs-fraiseurs-électroérodeurs de l'extrême pour leur accueil chaleureux à l'atelier et pour la grosse pierre qu'ils ont apportée à mon travail expérimental j'ai nommé **Christophe Meurin**, **René Cluzet**, **Georges Cassas**, **Jean-Pierre Etourneau** et **Frédéric Coutard**.

Merci à l'équipe Comportement Haute Température pour son soutien : **Loïc Nazé**, **Vladimir Esin**, **Sylvain Gailliegue** et **Michel Boussuge**. Mes remerciements vont aussi **Odile Adam**, **Véronique Matos**, **Maria Betbeder**, **Karine Vieillevigne** et **Anne Laurent** pour leur bonne humeur et leur oreille attentive.

J'en viens aux doctorants du Centre des Matériaux que j'ai côtoyés au cours de ces trois ans et que je souhaite remercier, à commencer par ma promo avec le *noyau dur* : **Florent Coudon**, **Vincent Bortolussi**, **Pierre-Alexis Poulet**, **Fabien Coussa**, la team du midi : **François Rasselet**, **Juan-Manuel Garcia**, **Nicolas Gueninchault**, **Quentin Roirand**, **Thibaut Gelpi** sans oublier **Davide Colombo**, **Daniel Marcos**, **Juline Caboche** et **Yang Zhang**. Je remercie mes co-bureaux actuels : **Mariem Trabelsi**, **Vincent Huleux**, **Sébastien Dézécot**, **Manon Abecassis**, **Lauranne Finet** et ceux qui sont partis avant moi : **François-Xavier Hoche**, **Paul Breton** et **Meriadeg Revaud** avec qui la cohabitation a toujours été agréable et riche en discussions ! Merci aussi aux plus anciens et désormais docteurs **Judith Wollbrett-Blitz**, **Guillaume Marion**, **Romain Soulignac**, **Henri-Alexandre Cayzac**, **Raphaël Maestracci**, **Agathe Forré**, **Francesco Delloro** et **Quentin Blochet**, et ceux en devenir **Clémentine Fellah**, **Louise Briez**, **Hiba Bargaoui**, **Clément Defaisse**, **Pierre-Emmanuel Léger**, **Nathan Selles**, **Hayat Abdesselam** et **Hélène Gondin**.

Je remercie tous **mes amis** qui ont été là, de près ou de loin durant ces trois ans, qui ont suivi mes avancées jusqu'à la soutenance malgré la barrière du vocabulaire.

Last but not list, un grand merci à ma sœur **Agathe** et mon frère **Edouard** qui m'ont soutenue chacun à leur manière. Merci à **Alexandre** d'être toujours là pour moi. Pour finir, mille et une fois merci à **mon papa** et **ma maman** qui ont été d'un soutien infaillible, des véritables rocs !

Table des matières

Table des matières iii

Introduction générale 1

1 Éléments bibliographiques 5

1.1 Revêtement plasma de céramique et propriétés d'adhérence 5

1.1.1 Revêtement céramique élaboré par projection plasma 5

1.1.2 Adhérence/adhésion d'un dépôt de céramique sur substrat métallique 7

1.2 Analyse de la propagation d'un défaut 11

1.2.1 Rappels de mécanique de la rupture dans le cas d'un bi-matériau 12

1.2.2 Quelques mots sur les mécanismes de propagation du délaminage 14

1.2.3 Introduction d'un défaut d'interface et sollicitation sous cisaillement macroscopique 14

1.2.4 Etats de la couche associée à un délaminage 17

1.2.5 Analyse par éléments finis : approche cohésive du comportement d'interface . 19

1.3 La technique du choc laser 22

1.3.1 Principe de rupture d'interface par choc laser 23

1.3.2 Propagation d'onde et localisation des contraintes 24

1.3.3 L'essai LASAT 25

1.3.4 Modélisation du comportement de l'interface soumis à un choc laser 27

1.3.5 Morphologie d'interface et porosité d'un dépôt plasma 30

1.3.6 Techniques d'observation non destructives pour la détection d'un défaut d'interface 32

2 Dispositifs & Méthodes 35

Introduction 35

2.1 Matériaux de l'étude 36

2.1.1 Substrats métalliques 36

2.1.2 Revêtement : poudre d'alumine . . . 36
2.2 Modifications des surfaces . . . 36
2.2.1 Techniques de projection de particules abrasives . . . 36
2.2.2 Oxydation des substrats . . . 37
2.2.3 Procédé d'électroérosion par enfonçage . . . 38
2.3 Elaboration des dépôts . . . 38
2.3.1 Dispositif expérimental . . . 38
2.3.2 Paramètres de projection . . . 38
2.3.3 Procédure de revêtement des échantillons parallélépipèdiques . . . 39
2.3.4 Procédure de revêtement des éprouvettes cruciformes . . . 39
2.4 Machine LASAT . . . 40
2.4.1 Source laser du Centre des Matériaux . . . 40
2.4.2 Configuration de tir . . . 41
2.5 Techniques d'observation et d'analyse . . . 42
2.5.1 Techniques d'observation non destructives . . . 42
2.5.2 Caractérisation des interfaces . . . 45
2.6 Essai biaxial coplanaire . . . 46
2.6.1 Essais de propagation d'un défaut interfacial . . . 46
2.6.2 Méthodes d'analyse des résultats des essais quasi-statiques . . . 48
Conclusion . . . 50

3 Introduction d'un défaut interfacial par choc laser 51
Introduction . . . 51
3.1 Systèmes revêtus de l'étude . . . 53
3.1.1 Caractérisation des surfaces des substrats avant projection . . . 53
3.1.2 Caractérisation des systèmes revêtus . . . 59
3.2 Défaut introduit dans le système de référence . . . 62
3.2.1 Identification des caractéristiques du défaut . . . 62
3.2.2 Délaminage interfacial . . . 68
3.2.3 Hauteur de cloque . . . 71
3.2.4 Dimensions caractéristiques des défauts de type (B) . . . 73
3.2.5 Une estimation des contraintes résiduelles dans le dépôt . . . 73
3.2.6 Choix d'une gamme de défauts pour les essais mécaniques . . . 76
3.3 Influence de la rugosité d'interface . . . 78
3.3.1 Identification des caractéristiques du défaut . . . 78
3.3.2 Influence de la couche d'oxyde . . . 80
3.3.3 Influence de la technique de préparation de surface . . . 82
3.4 Analyse par éléments finis . . . 86
3.4.1 Choix de modélisation . . . 86
3.4.2 Analyse de la fissuration de l'interface . . . 91
Conclusion . . . 96

4 Propagation d'un défaut interfacial 97

Introduction . . . 97
4.1 Etat initialement pré-fissuré des éprouvettes de l'étude . . . 99
4.1.1 Analyse par éléments finis de l'état des contraintes dans l'éprouvette . . . 99
4.1.2 Eprouvette test : choix d'une distribution de défauts d'interface . . . 103
4.1.3 Distribution des défauts d'interface pour l'ensemble des éprouvettes . . . 104
4.2 Caractérisation de la propagation d'un défaut . . . 108
4.2.1 Etapes de la propagation d'un défaut d'interface . . . 108
4.2.2 Caractérisation de la propagation du délaminage interfacial . . . 109
4.2.3 Caractérisation de la forme de la cloque . . . 112
4.3 Analyse par éléments finis . . . 121
4.3.1 Construction du modèle . . . 121
4.3.2 Choix de modélisation . . . 124
4.3.3 Comparaison des champs de déplacement . . . 126
4.3.4 Premières croissances du défaut . . . 127
4.3.5 Modes de sollicitation en pointe de fissure . . . 128
4.4 Influence du cisaillement macroscopique . . . 130
4.4.1 Influence du taux de biaxialité sur la propagation du délaminage . . . 130
4.4.2 Analyse par éléments finis . . . 133
4.4.3 Facteurs d'intensité des contraintes . . . 134
Conclusion . . . 138

5 Synthèse & perspectives **139**
5.1 Synthèse des travaux expérimentaux et numériques . . . 139
5.1.1 Etude de la propagation d'un défaut interfacial . . . 139
5.1.2 Influence de la morphologie d'interface . . . 141
5.2 Perspectives pour enrichir les données expérimentales . . . 141
5.2.1 Etat de contraintes dans la couche de céramique . . . 141
5.2.2 Suivi *in situ* de système revêtu sous choc laser . . . 142
5.2.3 Essai de propagation du défaut d'interface . . . 142
5.3 Perspectives pour une meilleure description du problème . . . 143
5.3.1 Inclure un état de contraintes résiduelles . . . 143
5.3.2 Amélioration du modèle de fissuration par propagation d'onde de choc . . . 143
5.3.3 Vers la détermination de la ténacité d'interface . . . 144

Annexes **151**

A Paramètres de rugosité Rsk et Rku **151**

B Analyses EDS **153**

C Références d'échantillon et tirs laser **155**

Bibliographie **159**

Introduction générale

Les revêtements céramiques épais et poreux sont utilisés dans de nombreux domaines industriels comme barrière thermique, isolant électrique ou encore pour l'amélioration de la résistance mécanique. Véritables barrières à l'environnement des pièces sur lesquelles ils sont déposés, ils permettent d'améliorer de manière drastique leurs performances. La durée de vie de ces pièces revêtues est alors directement liée à la tenue mécanique du dépôt en service. Ainsi, il est indispensable de comprendre les mécanismes de fissuration en fonction des conditions de sollicitation pour mieux appréhender l'endommagement interfacial des pièces revêtues et si possible en améliorer les performances. C'est dans ce cadre que s'inscrivent ces travaux de thèse.

On s'appuie sur l'exemple des systèmes revêtus de type barrière thermique utilisés pour la protection des pièces des parties chaudes des moteurs des turbines à gaz (chambre de combustion et aubes de turbine haute pression). Ces systèmes sont la combinaison d'un substrat métallique et d'une superposition des couches dont le revêtement de céramique qui est « épais » (épaisseur de plusieurs dizaines à centaines de micromètres) et fragile. Tout au long de leur vie ces systèmes sont fortement sollicités. Les dépôts de céramique sont réalisés à chaud (jet plasma, faisceau d'électrons, etc.) sur des pièces métalliques. Lors de la procédure de projection, l'étape de refroidissement du dépôt conduit à un état de contraintes résiduelles le plus souvent de compression dans le revêtement de céramique qui est notamment dû à l'écart de coefficients de dilatation thermique entre les différentes couches. Le système revêtu est donc initialement pré-contraint. Lorsque le moteur est en fonctionnement, les pièces sont soumises à des cycles thermiques de fortes amplitudes (de la température ambiante à plus de 1000 °C) introduisant un état de contraintes équi-biaxial. Cette sollicitation peut conduire à la fissuration à l'interface entre le substrat et le revêtement. De plus, la géométrie des pièces, le chargement mécanique ou encore l'anisotropie éventuelle du substrat peuvent introduire un état de contraintes de cisaillement non négligeable. Ainsi, à l'échelle macroscopique, le cisaillement est induit par la sollicitation thermo-mécanique de la pièce revêtue et peut conduire à la fissuration interfaciale. A l'échelle de la rugosité d'interface, c'est la morphologie d'interface qui induit un maximum de contraintes locales. La fissuration est alors influencée par la rugosité d'interface mais aussi la présence de défauts d'interface à l'échelle locale.

Lorsqu'une fissure interfaciale se propage, la pointe de fissure est sollicitée localement par un mode

ou une combinaison de deux ou des trois modes de fissuration, sollicitation qui varie selon le chargement macroscopique appliqué. La capacité qu'a l'interface à résister à la propagation d'une fissure définie par la ténacité d'interface est alors fonction de la mixité des modes de fissuration. Dans la littérature, différents essais sont mis en œuvre pour faire propager une fissure à partir d'un défaut initial selon un mode ou la combinaison de deux modes de fissuration et déterminer la ténacité d'interface céramique/métal associée. Dans certains cas, la géométrie du défaut d'interface n'est pas contrôlée par la procédure expérimentale, ce qui rend la détermination de la ténacité d'interface très délicate [Maurel *et al.*, 2011b].

Les présents travaux de thèse sont une première étape vers l'identification de la ténacité de l'interface d'un système revêtu céramique/métal projeté plasma dans une combinaison des trois modes de fissuration. La morphologie d'interface, influant sur la fissuration d'un système revêtu, est pris en compte dans l'étude. Il s'agit de mettre en place l'ensemble des outils expérimentaux et numériques utiles à l'identification de la ténacité d'interface. Deux objectifs sont alors fixés pour l'ensemble de la thèse. D'une part, la propagation d'un défaut interfacial de géométrie connue soumis à un cisaillement macroscopique est étudiée. D'autre part, l'influence de la morphologie d'interface sur les dimensions caractéristiques des défauts d'interfaces introduits est analysée. Une méthodologie expérimentale originale est alors développée :

1. Elaboration d'un système revêtu à la morphologie d'interface contrôlée
2. Introduction d'un défaut d'interface dont les caractéristiques dimensionnelles sont connues
3. Propagation d'un défaut d'interface soumis à un cisaillement macroscopique
4. Mesure *in situ* de l'évolution de ce défaut

L'étude se concentre sur un système revêtu « école » simplifié par rapport à un système revêtu industriel où un dépôt d'alumine pure est directement projeté par plasma sur un substrat métallique, sans sous-couche, afin d'obtenir une fissure à l'interface des deux matériaux. Le dépôt d'alumine pure est de même nature poreuse qu'une barrière thermique de zircone yttriée projetée plasma. Les défauts d'interface sont introduits par la technique de choc laser en s'inspirant des travaux de Fabre [Fabre, 2013]. Cette technique, rapide à mettre en œuvre et sans contact, est initialement utilisée pour l'essai d'adhérence LASAT (LAser Shock Adhesion Test). Elle permet, par propagation d'onde de choc, de créer une sur-traction à l'interface du système qui conduit à sa décohésion. Son utilisation est ici centrale puisqu'elle est l'outil d'analyse de l'influence de la morphologie d'interface mais aussi le « générateur » de défauts d'interface. Le défaut d'interface résultant se caractérise par une zone délaminée circulaire de l'ordre de quelques millimètres de diamètre et d'une cloque formée par la couche de céramique. Une machine de fatigue biaxiale coplanaire est utilisée pour solliciter le système en cisaillement. La propagation du délaminage interfacial et la dégradation de la couche de céramique sont suivis au cours de l'essai. Pour cela, on enrichit les travaux de Soulignac sur la propagation du délaminage interfacial [Soulignac, 2014] par l'utilisation de la technique de stéréo-corrélation d'images permettant de mesurer le déplacement de la couche de céramique hors du plan de sollicitation. Les choix expérimentaux conduisent donc à l'analyse de la fissuration du système revêtu en régime dynamique et quasi-statique.

L'ensemble du travail présenté dans ce manuscrit se divise en cinq parties. Le premier chapitre introduit les principales notions essentielles pour l'étude grâce à des éléments bibliographiques.

Le deuxième chapitre présente l'ensemble des dispositifs expérimentaux utilisés au cours des travaux de thèse et les procédures expérimentales développées afin de répondre aux objectifs fixés, de l'élaboration des systèmes revêtus à la propagation du défaut d'interface.

Le troisième chapitre a pour but d'approfondir la compréhension des défauts d'interface introduits par choc laser et aborde la problématique d'un point de vue expérimental et numérique. La partie expérimentale vise à calibrer les défauts d'interface utilisés pour les essais biaxiaux et étudier l'influence de la morphologie d'interface sur les caractéristiques des défauts introduits. Les interfaces des systèmes revêtus sont préalablement caractérisées. Dans la partie numérique, la fissuration interfaciale en régime dynamique est étudiée grâce à un modèle de type contact pour l'interface.

Le quatrième chapitre s'attache à analyser la propagation d'un défaut d'interface soumis à un cisaillement macroscopique. Cette analyse permet l'exploitation des outils expérimentaux et numériques nécessaires à la détermination de la ténacité d'interface soumis à un cisaillement macroscopique cette fois en régime quasi-statique. La partie expérimentale permet de caractériser la propagation du défaut interfacial et d'analyser l'influence du cisaillement sur sa propagation à une échelle macroscopique. La partie numérique se place à une échelle plus locale. Elle a pour but de déterminer le chargement local le long de la pointe de fissure et donc les modes de fissuration mis en jeu lorsque le défaut d'interface est soumis à un cisaillement macroscopique.

Le cinquième chapitre synthétise l'ensemble du travail effectué en replaçant chaque analyse dans le raisonnement global et établit les perspectives visant à déterminer la ténacité d'interface mais aussi à améliorer la méthodologie proposée.

Chapitre

1 Éléments bibliographiques

1.1 Revêtement plasma de céramique et propriétés d'adhérence

Différents procédés permettent d'élaborer des dépôts de céramique comme par exemple la projection plasma sous air (APS), l'évaporation sous faisceau d'électron (EB-PVD) ou encore la projection plasma en suspension (SPS). Le procédé de projection plasma sous air a été sélectionné pour l'étude. En effet, le Centre des Matériaux est équipé d'une installation de projection plasma qui permet de revêtir des pièces aux géométries variées. Cette partie détaille la technique de projection plasma, les propriétés caractéristiques du dépôt élaboré mais aussi les principaux mécanismes d'adhésion associés à ce type de dépôt.

1.1.1 Revêtement céramique élaboré par projection plasma

1.1.1.1 La technique de projection plasma

La projection thermique par plasma d'arc soufflé est un procédé d'élaboration permettant de revêtir une pièce d'un dépôt à partir de poudre céramique ou de métal. Les dépôts élaborés à partir

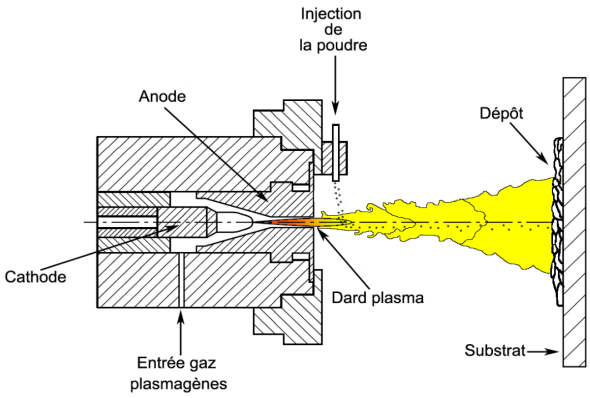


Figure 1.1 – Schéma de principe du procédé de projection plasma [Amsellem, 2008]

de poudre de céramique trouvent de nombreuses applications industrielles : barrière thermique pour les pièces des chambres de combustion des réacteurs d'avion [Miller, 1997], revêtement biocompatible pour l'élaboration de prothèses [Demnati, 2011] ou comme isolant électrique pour les sondes géologiques [Amsellem, 2008]. Cette technique de projection utilise une torche à plasma pour faire fondre et accélérer la poudre envoyée qui vient se projeter sur le substrat comme représenté en figure 1.1. Un arc électrique est généré entre l'anode et la cathode et vient ioniser le gaz plasmagène qui s'écoule (composé majoritairement d'argon, d'hydrogène ou d'hélium). Le jet de plasma atteint alors des températures de l'ordre de 15 000 °C à 20 000 °C au cœur du jet [Herman, 1988]. La poudre est ensuite injectée dans le dard plasma. Au contact du plasma, la poudre est fondue et accélérée en direction du substrat. Les particules de poudre fondues viennent s'étaler puis se solidifier sur le substrat. L'empilement de ces particules constitue le revêtement.

1.1.1.2 Microstructure caractéristique d'un dépôt projeté plasma

Le dépôt plasma est construit grâce à l'empilement successif de particules plus ou moins fondues qui s'étalent sous forme de lamelles au moment de l'impact, appelées « splats ». Le dépôt alors construit se caractérise par une microstructure lamellaire, hétérogène qui présente plusieurs défauts dus au procédé de projection plasma : des particules infondues, des particules qui ont pu réagir avec l'atmosphère mais aussi des pores et des microfissures (inter- et intra-lamellaires), Figure 1.2.

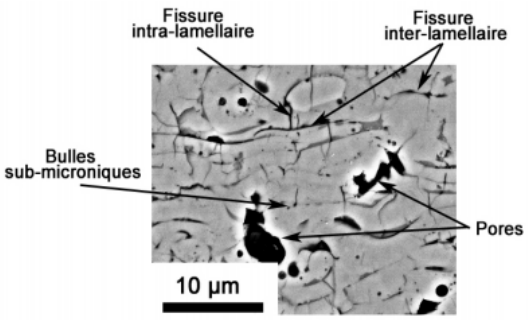


FIGURE 1.2 – Coupe transversale d'un dépôt d'alumine [Amsellem, 2008]

Cette microstructure influence les propriétés mécaniques, électriques et thermiques du revêtement et lui confère un comportement anisotrope. Dans le cas des dépôts de céramiques, les pores et les microfissures sont les défauts généralement observés. Lorsque les splats ne sont pas parfaitement empilées, des espaces vides apparaissent, appelés pores. L'analyse en coupe de la microstructure des dépôts d'alumine élaborés par projection plasma montre que ces dépôts présentent un taux de porosité entre 5,5 % et 7,5 % [Amsellem, 2008]. Les fissures intra- et inter-lamellaires proviennent de la contraction thermique des lamelles et du dépôt lors de leur refroidissement. En effet, le refroidissement des lamelles quasi-instantané introduit des contraintes de trempe qui, si elles sont supérieures à la limite d'élasticité du matériau, entraînent la fissuration du dépôt. Ces défauts sont donc principalement dus à l'étalement et au retrait des particules de céramique lors de la phase de refroidissement. La qualité d'étalement des particules est liée à plusieurs paramètres :

- Les caractéristiques de la particule de poudre (morphologie, vitesse, température, etc...)

- L'état de surface du substrat et du dépôt pendant projection (matériau, rugosité de surface, température, etc...)
- Les paramètres de projection choisis (distance de projection, débit de poudre, atmosphère, vitesse de déplacement de la torche, etc...)

Les paramètres de projection sont optimisés pour obtenir le meilleur contact entre les particules et réduire les défauts dans la microstructure. Dans le cas des dépôts de zircone yttriée, l'augmentation de la température du substrat entraîne l'augmentation de la conductivité thermique et du module élastique [Kulkarni *et al.*, 2003]. En conclusion, les revêtements élaborés par projection plasma possèdent une microstructure poreuse et lamellaire dont les caractéristiques influencent les propriétés mécaniques, thermiques et électriques de la couche.

1.1.1.3 Etat de contraintes résiduelles

Lors du refroidissement du dépôt, après la phase de projection, des contraintes internes apparaissent dans le dépôt et sont appelées contraintes résiduelles.

Les contraintes résiduelles sont la combinaison de différents phénomènes [Clyne, 1996]. La solidification très rapide des particules liquéfiées entraîne l'apparition de contraintes de trempe, mentionnées dans le paragraphe précédent. Ces contraintes sont dues à l'environnement de la particule au moment de sa solidification. En effet, au moment du refroidissement d'une particule, le substrat et les particules voisines entravent sa contraction entraînant un état de contraintes de traction. De plus, l'écart entre les coefficients de dilatation thermique du substrat et du dépôt induit une différence de déformation entre les deux matériaux lors du refroidissement. Cette différence conduit à l'apparition de contraintes de compression ou de traction selon la nature des deux matériaux. Enfin, le substrat peut contraindre le dépôt. En effet, lors de la projection du dépôt, le chauffage du substrat par le dard plasma génère un gradient thermique dans l'épaisseur du substrat qui peut se courber et contraindre le dépôt. Les travaux de Fauchais *et al.* montrent que la maîtrise de la température du substrat et du dépôt permet de contrôler le niveau et le signe des contraintes résiduelles [Fauchais *et al.*, 2004]. Différentes techniques, destructives et non destructives, ont été développées pour quantifier l'état de contraintes résiduelles comme la diffraction des rayon X, la méthode de la flèche ou encore la méthode au trou incrémental [Clyne, 1996].

1.1.2 Adhérence/adhésion d'un dépôt de céramique sur substrat métallique

L'adhérence est l'état dans lequel deux surfaces sont maintenues ensemble par des forces interfaciales de courte portée, qui peuvent consister par exemple en des forces de valence, forces de Van Der Waals, ou les deux [ASTM, 2015]. Le terme adhésion quant à lui, regroupe les différentes phénomènes physico-chimiques qui apparaissent lorsque deux matériaux sont mis en contact. Dans le cas des revêtements projetés plasma, différents phénomènes ont été identifiés [Barradas, 2004].

1.1.2.1 Phénomènes à l'origine de l'adhérence

Liaisons interatomiques Ce type de liaison de forte énergie apparait si les deux matériaux mis en contact ont une affinité chimique qui le permet [Darque-Ceretti et Felder, 2003]. Les liaisons interatomiques sont des liaisons courtes nécessitant un contact intime entre les deux surfaces.

Mouillage Le mouillage est la capacité d'un liquide à s'étaler sur un solide, ici des particules liquéfiées avec le substrat. Ce phénomène apparait lorsque les particules projetées sont encore sous forme liquide. Un bon mouillage de la particule sur le substrat permet une bonne adhésion [Darque-Ceretti et Felder, 2003].

Diffusion La projection d'un dépôt peut entraîner la formation d'une zone de transition entre le substrat et la poudre projetée. Cette zone appelée zone d'inter-diffusion est caractérisée par un gradient de composition et peut parfois effacer complètement l'interface. Cette zone est généralement observée lorsque deux matériaux métalliques sont en présence.

Ancrage mécanique Le phénomène d'ancrage mécanique apparait au moment du refroidissement des particules projetées dans les aspérités de la morphologie du substrat qui se contractent sur le substrat, Figure 1.3. Les surfaces doivent donc être décontaminées car les pollutions, par exemple les huiles d'usinage, ou l'oxydation locale nuit au bon contact des lamelles au substrat [Vert, 2011].

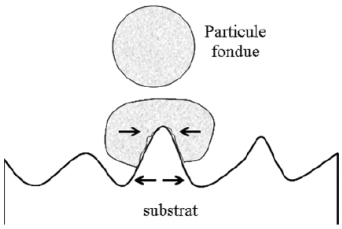


FIGURE 1.3 – Ancrage mécanique d'une particule fondue sur une aspérité du substrat [Mellali, 1994]

Lorsqu'un dépôt de céramique est projeté directement sur un substrat métallique non oxydé, si la surface est lisse (Ra [1] $< 0{,}05\,\mu m$), ce sont les phénomènes de mouillage et de diffusion qui sont prépondérants. Si la surface du substrat est rugueuse (Ra $> 0{,}5\,\mu m$), c'est l'ancrage mécanique qui prédomine [Patru, 2005] [Fauchais *et al.*, 2004].

1.1.2.2 Amélioration de l'ancrage mécanique pour les surfaces rugueuses

Sablage La préparation de surface mécanique par sablage est la technique le plus souvent utilisée dans le milieu industrie pour décontaminer des surfaces et générer des surfaces rugueuses avant la projection du dépôt.

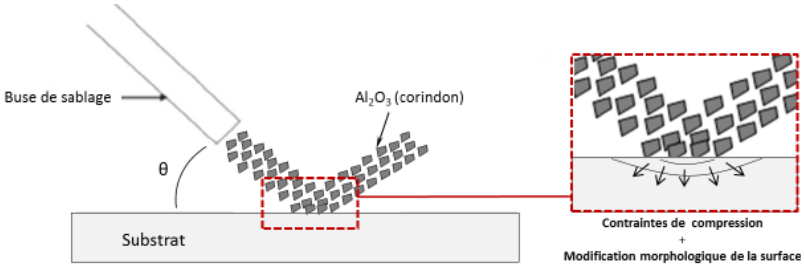
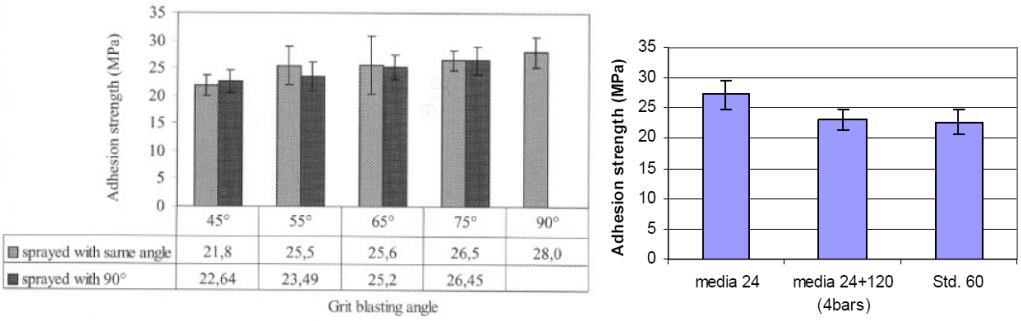


FIGURE 1.4 – Schéma de principe de la technique de sablage [Blochet, 2015]

1. Le paramètre Ra est défini comme la hauteur moyenne arithmétique du profil de rugosité du substrat [ISO, 1997].

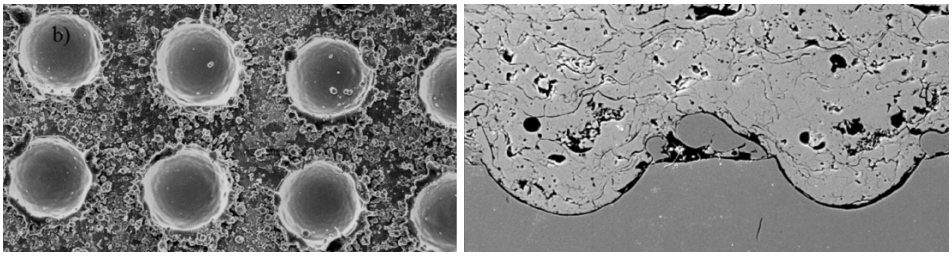


(a) (b)

FIGURE 1.5 – (a) Adhérence en fonction de l'angle de projection pour le sablage et pour le dépôt [Bahbou *et al.*, 2004] et (b) adhérence en fonction de la nature des particules [Bahbou et Nylén, 2004]

Cette technique usuelle consiste à projeter des particules dures (généralement alumine ou SiC) à haute pression sur les substrats, Figure 1.4. Différents paramètres caractérisent le sablage d'un substrat, parmi eux les caractéristiques des particules projetées, l'angle formé entre le substrat et la buse de projection, la distance de projection et la pression de projection. Ces paramètres peuvent influencer l'adhérence du dépôt ensuite projeté. Dans ses travaux, Babhou étudie notamment l'influence de l'angle de projection [Bahbou *et al.*, 2004] et la taille des particules projetées [Bahbou et Nylén, 2004] sur l'adhérence d'un dépôt d'alliage Tribaloy 800 sur un substrat de Ti6Al4V. Le maximum d'adhérence est obtenu pour un sablage à 90° et une projection du dépôt à 90° pour une taille de particule standard (grit 60), Figure 1.5a. Lorsque la taille de particule varie, les résultats montrent qu'un sablage plus grossier (grit 24) entraîne une meilleure adhérence d'un sablage plus fin et standard (grit 60), Figure 1.5b. Le sablage présente certains inconvénients qui peuvent être néfastes pour l'adhérence du dépôt et la tenue à la fatigue de la pièce revêtue. En effet, certaines particules projetées restent ancrées dans le substrat et des contraintes de compression apparaissent en surface du substrat qui peuvent entraîner sa courbure.

Structuration laser Une alternative au sablage pour améliorer l'ancrage mécanique est la structuration laser. Cette technique permet de créer un motif morphologique reproductible et de façon automa-



(a) (b)

FIGURE 1.6 – Le motif S80-150 sur un substrat de AISI 304L : (a) Vue de dessus de la surface après structuration laser et (b) vue en coupe du matériau revêtu d'un dépôt de YSZ [Kromer *et al.*, 2016]

tique grâce à une source laser pulsée. Dans la cas de l'étude menée par Kromer, le motif est une série de trous équidistants. L'influence de la distance entre les trous, de la profondeur et du diamètre du trou sur l'adhérence sont analysés. La figure 1.6 présente la morphologie obtenue pour un espacement de 150 µm, un diamètre de 80 µm et une profondeur de 40 µm, S80-150, pour un substrat d'acier inoxydable AISI 304L revêtu d'un dépôt de zircone yttriée (YSZ). Les résultats des essais de plot collé mettent en évidence d'influence de l'espacement L et de la géométrie du trou sur l'adhérence résultant. Lorsque l'espacement entre les trous se réduit, l'adhérence augmente et un diamètre de trou plus important conduit à une meilleure adhérence, Figure 1.7. Les niveaux d'adhérence obtenus pour un substrat à motifs dépassent rapidement le niveau d'adhérence obtenu pour un substrat sablé.

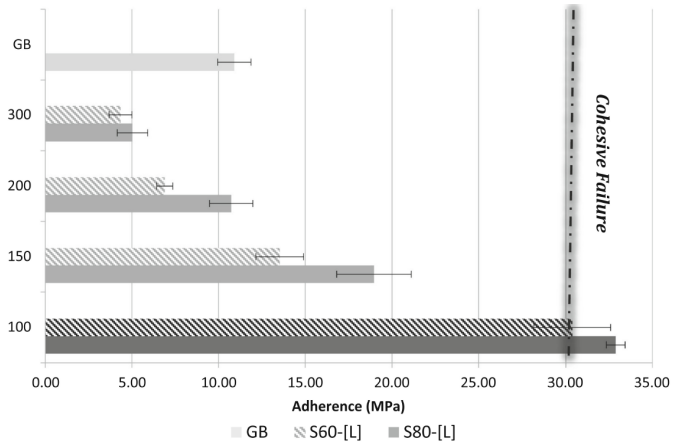


FIGURE 1.7 – Résultats des essais d'adhérence pour les dépôts de YSZ sur substrats de AISI 304L sablés et avec différents motifs S60-[L] désignent les trous de 60 µm de diamètre et S80-[L] ceux de 80 µm de diamètre [Kromer *et al.*, 2016]

1.1.2.3 Amélioration de l'adhérence par la croissance d'une couche d'oxyde

L'adhérence d'un dépôt de céramique oxyde projeté plasma peut aussi être améliorée par la présence d'une couche d'oxyde à la surface du substrat qui assure une meilleure continuité « cristallographique ». Les substrats sont généralement oxydés lors de l'élaboration du dépôt : avant l'étape de projection une étape de préchauffage est réalisée à l'aide du jet de plasma. Le substrat métallique est préalablement poli miroir [Cedelle *et al.*, 2006, Chandra et Fauchais, 2009] ou sablé [Pech et Hannoyer, 2000, Guipont *et al.*, 2010]. Dans le cas des revêtements d'alumine, l'étude de Valette sur l'influence de la couche de wüstite ($Fe_{1-x}O$) montre que l'adhérence est optimale lorsque la couche d'oxyde est d'épaisseur inférieure à 2 µm soit un Ra $<$ 0,32 µm avec un substrat de C40E [Valette, 2004], Figure 1.8.

Dans le cas des barrières thermiques EB-PVD, une couche d'oxyde (TGO) se forme à haute température à l'interface de la sous-couche d'accroche en NiAl du dépôt de zircone yttriée. Cette couche d'oxyde permet de protéger la pièce mais au cours du vieillissement peut devenir un facteur d'endommagement. En effet, le vieillissement du système barrière thermique conduit à l'augmentation de l'épaisseur de la couche de façon hétérogène [Soulignac, 2014] et peut entraîner l'apparition de microfissures [Guerre, 2002].

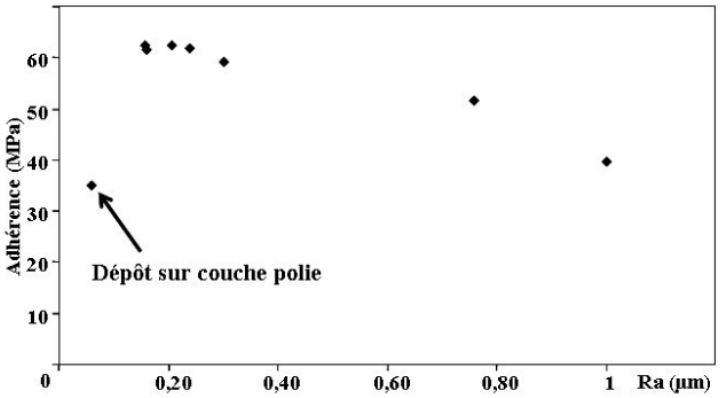


FIGURE 1.8 – Evolution de l'adhérence des dépôts d'alumine en fonction du paramètre de rugosité de surface Ra des couches d'oxyde [Valette, 2004]

1.2 Analyse de la propagation d'un défaut interfacial soumis à un cisaillement macroscopique

Différents facteurs provoquent la fissuration du système barrière thermique dans les conditions d'utilisation d'une turbine à gaz qui se traduisent par du cyclage thermique [Evans *et al.*, 2001]. A l'échelle macroscopique, la fissuration d'une barrière thermique est entraînée par un chargement multiaxial incluant du cisaillement. Ce type de sollicitation peut être dû à :

- La force centrifuge dans le cas des aubes de turbine
- La fatigue thermo-mécanique et la relaxation des contraintes associées
- L'anisotropie du substrat lorsque celui-ci est monocristallin [Wright, 1998]
- La géométrie complexe des pièces industrielles [Liu *et al.*, 2013]

A cause de la sollicitation en fatigue, une fissure est initiée et peut se propager notamment par coalescence de défauts. D'une part, la problématique de l'initiation d'une fissure en fatigue est traitée par la littérature et maîtrisée. Des critères d'initiation ont été développés. D'autre part, la propagation de la fissure en fatigue est étudiée mais le passage entre initiation et propagation de fissure reste complexe.

La présente étude est restreinte à la problématique de propagation de la fissure car on analyse la propagation d'un défaut de très grande taille, de l'ordre du millimètre. Au vu des dimensions du défaut initial, la rugosité d'interface est négligée dans l'étude ; on se place donc dans le cas d'une interface plane, tout comme dans les travaux de Rakotomalala [Rakotomalala, 2014]. Enfin, on ne traite pas la problématique de coalescence. Par souci de simplification du problème, l'étude menée tout au long des travaux de thèse n'est pas effectuée sur un système barrière thermique industriel classique mais un système revêtu dit « modèle », un dépôt de céramique directement projeté sur un substrat métallique. Cette partie se concentre sur la propagation d'un défaut interfacial soumis à un cisaillement macroscopique et présente les différents outils expérimentaux et numériques proposés par la littérature.

1.2.1 Rappels de mécanique de la rupture dans le cas d'un bi-matériau

On considère un bi-matériau composé d'un revêtement, le matériau 1, déposé sur un substrat, le matériau 2, Figure 1.9. Les deux matériaux sont considérés isotropes et ont un comportement élastique. La disparité élastique entre les deux matériaux est caractérisée par les paramètres de Dundur [Dundurs, 1969] :

$$\alpha = \frac{\mu_1(\kappa_2+1) - \mu_2(\kappa_1+1)}{\mu_1(\kappa_2+1) + \mu_2(\kappa_1+1)} \tag{1.1}$$

$$\beta = \frac{\mu_1(\kappa_2-1) - \mu_2(\kappa_1-1)}{\mu_1(\kappa_2+1) + \mu_2(\kappa_1+1)} \tag{1.2}$$

où $\kappa_i = (3-4\nu_i)$ en déformations planes et $\kappa_i = (3-\nu_i)/(1+\nu_i)$ en contraintes planes.

Les indices 1 et 2 font référence aux matériaux 1 et 2. E est le module d'Young, ν le coefficient de Poisson et $\mu = E/(2(1+\nu))$ le module de cisaillement. La constante d'hétérogénéité élastique, ϵ, permet aussi de quantifier la disparité élastique entre les deux matériaux 1 et 2 :

$$\epsilon = \frac{1}{2\pi}\ln\left(\frac{1-\beta}{1+\beta}\right) \tag{1.3}$$

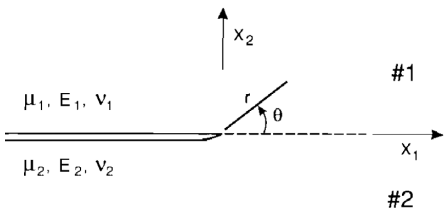


FIGURE 1.9 – Schéma d'un bi-matériau et convention pour une fissure interfaciale [Hutchinson et Suo, 1992]

Lorsque les deux matériaux sont identiques, ces trois paramètres sont nuls.

Une fissure est située le long de l'interface entre les matériaux 1 et 2. La différence de comportement entre les deux matériaux entraîne un combinaison des modes de sollicitation en pointe de fissure appelée mixité modale. Dans le cas où la pointe de fissure est sollicitée par une combinaison de mode I et de mode II, la singularité des contraintes en pointe de fissure se définit par un facteur d'intensité des contraintes complexe : $K = K_I + iK_{II}$ où $i = \sqrt{-1}$. La partie réelle K_I est analogue au mode I conventionnel et la partie imaginaire K_{II} est analogue au mode II [Hutchinson et Suo, 1992]. Les composantes normale σ_{22} et tangentielle σ_{12} de la contrainte suivent l'expression suivante :

$$\sigma_{22} + i\sigma_{12} = \frac{(K_I + iK_I r^{i\epsilon})}{\sqrt{2\pi r}} \tag{1.4}$$

où r est la distance illustrée en figure 1.9 et pour $\theta = 0°$.

L'angle de mixité modal ψ est défini par l'expression suivante :

$$\psi = \tan^{-1}\left(\frac{K_{II}}{K_I}\right) \tag{1.5}$$

L'angle ψ représente la proportion relative de mode II par rapport au mode I en pointe de fissure. ψ est égal 0° pour une sollicitation en mode I pure et $\psi = \pm$ 90° pour une sollicitation en cisaillement pur, mode II. L'énergie nécessaire pour faire propager la fissure, i.e. le taux de restitution d'énergie s'écrit alors :

$$G_c = \Gamma(\psi) \tag{1.6}$$

où $\Gamma(\psi)$ est la ténacité de l'interface, une fonction de l'angle de mixité modale. Dans le cas des films minces, l'expérience couplée à un modèle analytique montre que la ténacité d'interface augmente lorsque le mode II devient prédominant par exemple dans le cas d'un système mica/aluminium [Hutchinson et Suo, 1992] ou carbone/verre [Moon *et al.*, 2002b], Figure 1.10.

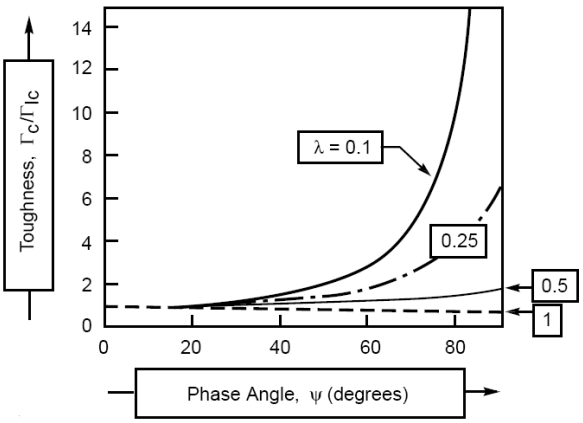


FIGURE 1.10 – Evolution du taux de restitution d'énergie avec l'angle de mixité modale ψ [Moon *et al.*, 2002b]

Le paramètre λ permet d'ajuster l'influence du mode II dans l'expression de la ténacité d'interface :

$$\Gamma(\psi) = G_I^c(1 + (\lambda - 1)\sin^2(\psi))^{-1} \tag{1.7}$$

où G_I^c est le taux de restitution d'énergie lorsque la pointe de fissure est sollicitée en mode I uniquement.

Lorsque le mode de cisaillement hors plan, le mode III, contribue aussi à la propagation de la fissuration, Jensen *et al.* donne l'expression d'un second angle de mixité modale [Jensen *et al.*, 1990] :

$$\phi = \tan^{-1}\left(\frac{\sqrt{K_{II}^2 + K_I^2}}{kK_{III}}\right) \tag{1.8}$$

$$\tag{1.9}$$

où $k^2 = \frac{1}{2}\left(\frac{1}{\mu_1} + \frac{1}{\mu_2}\right)\left(\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2}\right)^{-1}$

La ténacité d'interface est alors dépendante des angles ψ et ϕ. Ce mode de sollicitation est mis en évidence notamment par l'essai « cut test » effectué sur un film de polyimide déposé sur du verre [Jensen *et al.*, 1990]. L'étude analytique menée par Tvergaard et Hutchinson a montré que la présence du mode III augmente la plupart du temps la ténacité d'interface. Dans certains cas où la composante de mode II est négative ($\psi < 0$), la présence du mode III peut diminuer la ténacité d'interface [Tvergaard et Hutchinson, 2008].

1.2.2 Quelques mots sur les mécanismes de propagation du délaminage

Le délaminage à l'interface de deux matériaux se propage selon deux mécanismes identifiés par Hutchinson *et al.* [Hutchinson *et al.*, 2000]. Si le délaminage s'initie à partir d'un bord, on parle de « edge delamination ». Si le revêtement flambe alors cette instabilité pilote la propagation du délaminage et on parle de « buckling driven delamination ». Ces deux mécanismes sont schématisés en figure 1.11.

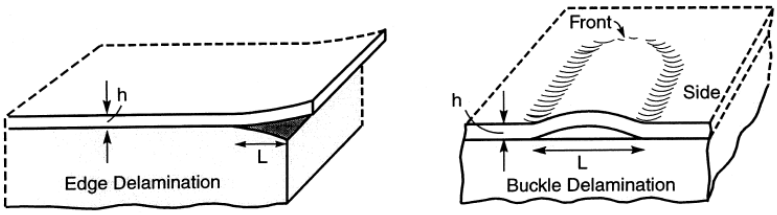


FIGURE 1.11 – Schémas représentatifs des deux mécanismes de propagation du délaminage : « edge delamination » et « buckling driven delamination » [Hutchinson *et al.*, 2000]

1.2.3 Introduction d'un défaut d'interface et sollicitation sous cisaillement macroscopique

Un défaut d'interface est une zone délaminée située à l'interface d'un revêtement et d'un substrat qui peut s'accompagner d'un flambage du revêtement. Diverses études portent sur l'introduction d'un défaut et sa propagation sous cisaillement macroscopique pour des films minces ductiles et les revêtements céramiques fragiles. Ce paragraphe détaille quelques exemples issus de la bibliographie afin d'expliciter différentes techniques possibles pour introduire un défaut mais aussi solliciter l'éprouvette en cisaillement. Ces exemples permettent d'identifier les mécanismes de dégradation de la couche associés à la propagation du délaminage.

1.2.3.1 Entaille et sollicitation en flexion

L'essai de flexion 4 points met en évidence la propagation du délaminage à partir d'un bord. Une éprouvette parallélépipédique est placée sur deux appuis et la sollicitation est appliquée en deux points distincts comme représenté en figure 1.12. Le défaut initial est une préfissure usinée. Une contre plaque ou un raidisseur est généralement collé sur le revêtement de céramique pour limiter son écaillage. La

présence de la contre plaque et l'usinage de l'entaille entraînent parfois des artefacts dans les résultats expérimentaux. L'essai de flexion 4 points permet de combiner mode I et mode II.

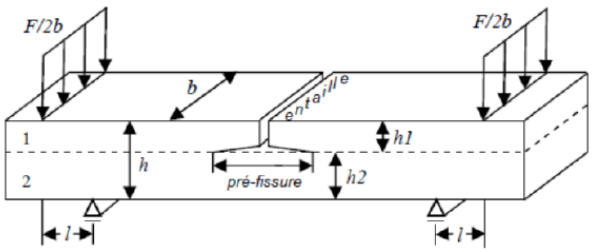


FIGURE 1.12 – Schéma de principe de l'essai de flexion 4 points [Théry, 2007]

Dans le cas des systèmes barrière thermique, cet essai est peu utilisé surtout lorsqu'il s'agit de l'étude de l'adhérence du revêtement de céramique car au moment de l'écaillage la couche de céramique se rompt [Théry *et al.*, 2009]. Dans le cas de l'étude menée par Théry *et al.*, la pré-fissure n'est pas usinée mais le substrat subit un traitement de surface spécifique dans la zone de la pré-fissure avant la déposition du revêtement ce qui permet d'avoir une propagation stable de la fissure lors de la sollicitation. Les résultats permettent alors d'analyser l'évolution de la ténacité d'interface avec le vieillissement du système multi-couches lorsque l'angle de mixité modale est de 40°. Cette angle est variable selon les revêtements. Plusieurs études évoquent la difficulté à faire propager le délaminage dans cette configuration symétrique [Huang *et al.*, 2005]. Zhao *et al.* propose une géométrie d'éprouvette alternative pour mieux contrôler la propagation du délaminage comme une géométrie d'éprouvette modifiée [Zhao *et al.*, 2010]. Plus récemment, cet essai a été adapté pour le suivi de propagation de fissure par micro-tomographie [Zhao *et al.*, 2012].

1.2.3.2 Sollicitation thermique puis mécanique

Un défaut d'interface peut aussi résulter du refroidissement du système revêtu étudié. En effet, la disparité des coefficients de dilatation thermique entre la couche et le substrat entraîne un état de compression d'équi-biaxial une fois le système refroidi qui peut conduire à son endommagement

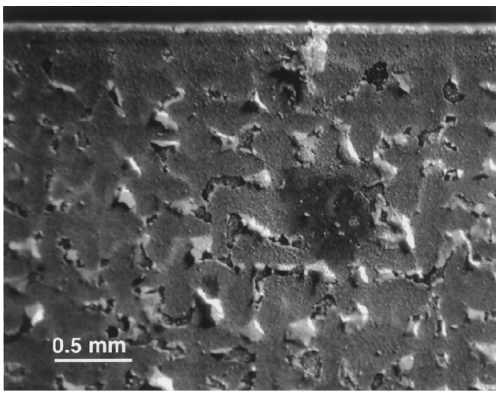


FIGURE 1.13 – Surface typique d'une couche d'oxyde présentant des zones flambée et écaillées après sa formation à 1100 °C pendant 7 h et refroidie à température ambiante [Wang et Evans, 1998]

[Christensen *et al.*, 1996, Tolpygo et Clarke, 1998]. Dans le cas de l'étude de la couche d'oxyde menée par Wang et Evans, l'éprouvette de superalliage base nickel est chauffée à 1100 °C pour former une couche d'oxyde [Wang et Evans, 1998]. Les défauts d'interface apparaissent dans la phase de refroidissement à température ambiante où la couche d'oxyde est localement flambée ou écaillée. Ceci est dû à l'écart des coefficients de dilatation thermique entre les couches comme le montre la figure 1.13. L'éprouvette est ensuite sollicitée en compression introduisant ainsi un état de contraintes de cisaillement. Ce chargement mécanique permet de faire propager les défauts d'interface jusqu'à écaillage. La propagation des défauts est donc pilotée par le flambage de la couche avant l'écaillage. Les résultats expérimentaux sont alors comparés à un modèle analytique. Cependant, la complexité de la géométrie des défauts initiaux ne permettent pas une analyse des modes de sollicitations locaux provoquant le délaminage.

1.2.3.3 Sollicitation mécanique et anisotropie du substrat

Le cisaillement résulte ici de la combinaison de la géométrie de l'éprouvette et de l'anisotropie du substrat lorsque celui-ci est un superalliage monocristallin. En effet, le comportement anisotrope élastique et plastique du substrat entraîne la localisation de la déformation donc du cisaillement local et peut conduire à l'apparition d'un défaut. Ce type de sollicitation est utilisée pour l'analyse des couches d'oxyde [Maurel *et al.*, 2011b, Harvey *et al.*, 2008] mais aussi pour l'analyse des systèmes barrières thermiques [Maurel *et al.*, 2011a].

Dans ses travaux, Soulignac propose un essai de propagation du délaminage en deux étapes sur des éprouvettes préalablement vieillies [Soulignac, 2014]. L'éprouvette revêtue d'une barrière thermique EB-PVD est sollicitée en compression à température ambiante jusqu'à écaillage afin d'introduire un défaut. L'écaillage est généralement précédé par l'apparition du flambage de la couche de céramique. Le défaut introduit se compose d'une zone délaminée associée à une écaille dont la géométrie est complexe et non maîtrisée. Puis un essai de propagation du délaminage est réalisé toujours à température ambiante à partir de la même éprouvette écaillée, Figure 1.14. Ces essais permettent d'accéder à la déformation critique à écaillage. Mais l'analyse des modes de sollicitation en pointe de fissure s'avère complexe car les dimensions caractéristiques initiales du défaut introduit ne sont pas contrôlées.

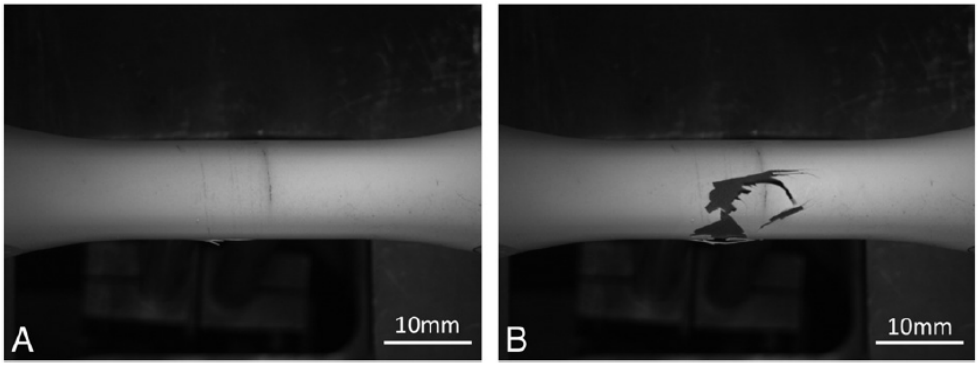
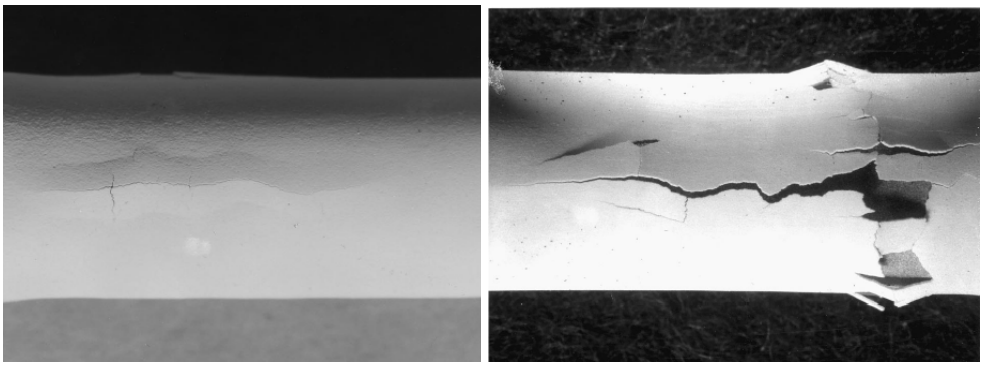


FIGURE 1.14 – Observation en surface de la propagation du délaminage (A) au début et (B) à la fin de l'essai de compression effectué à température ambiante [Soulignac, 2014]

1.2.3.4 Sollicitation en fatigue thermo-mécanique

L'essai de fatigue thermo-mécanique (FMT) est une superposition d'un cyclage thermique et d'une sollicitation mécanique. Ce type d'essai effectué sur une éprouvette monocritalline revêtue d'une barrière thermique permet d'introduire un cisaillement local qui conduit à l'écaillage de la barrière thermique. Plusieurs types de cycles FMT sont réalisables notamment les cycles FMT en phase et hors phase [Soulignac, 2014]. En phase, lorsque l'éprouvette est chauffée, une déformation en traction est imposée et lors du refroidissement, une déformation en compression est imposée. Ce cycle permet de compenser les désaccords dilatométriques entre les couches du système et conduit à la propagation du délaminage localisé qui est ici associé à une cloque formée par la couche de céramique, Figure 1.15a. Cette cloque est fissurée en son sommet et à sa base mais n'est pas écaillée. Hors phase, l'éprouvette est sollicitée en compression lorsqu'elle est chauffée et en traction lorsqu'elle est refroidie. Ce cycle est plus violent comme le montre la figure 1.15b où la sollicitation a conduit à l'écaillage du revêtement. Dans les deux cas, le défaut qui se propage n'est pas maîtrisé ; il est donc complexe d'effectuer une analyse de la mixité modale en pointe de fissure.



(a) (b)

FIGURE 1.15 – Observation en surface d'une éprouvette après (a) un cycle TMF en phase et (b) un cycle TMF hors phase [Wright, 1998]

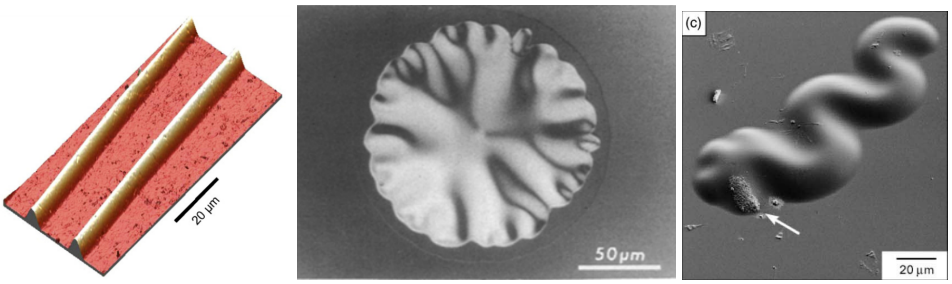
1.2.3.5 Synthèse

Les analyses issues de la littérature proposent diverses solutions pour introduire et faire propager un défaut d'interface. Ces analyses montrent qu'il est toute fois complexe voire impossible d'identifier clairement les modes de sollicitation en pointe de fissure car les dimensions géométriques des défauts créés ne sont pas maîtrisées. Lorsque la couche n'est pas encore écaillée, le flambage de la couche est observé. L'augmentation du chargement macroscopique entraîne la propagation du délaminage puis l'écaillage de la couche. Dans le cas des revêtements fragiles type barrière thermique, la couche de céramique peut se fissurer sans qu'une écaille ne soit éjectée. Ainsi, la couche de céramique flambe puis se fissure et/ou s'écaille. Dans quelle mesure ces mécanismes influencent la propagation du délaminage ?

1.2.4 Etats de la couche associée à un délaminage

1.2.4.1 Flambage de la couche

Le flambage d'un film mince ou d'un revêtement fragile adhérent à un substrat apparait à partir d'un défaut d'interface (une zone peu adhérente ou non adhérente) et d'un état de contraintes de compression dans la couche le plus souvent l'état de contraintes résiduelles parfois combiné à une sollicitation externe. Lorsque la cloque apparait, elle peut prendre différentes formes comme par exemple une ride droite, Figure 1.16a, une cloque circulaire, Figure 1.16b, ou encore un cordon de téléphone, Figure 1.16c.



(a) (b) (c)

FIGURE 1.16 – (a) Rides droites formées par un film de Ni observées par AFM [Coupeau, 2008], (b) cloque circulaire formée par un film de SiC observée par microscopie de contraste d'interférence de Nomarski [Argon *et al.*, 1989] et (c) cordon de téléphone formé par un film de carbone (DLC) [Moon *et al.*, 2002a]

Le flambage mène souvent à la propagation de la zone délaminée, le « buckling driven delamination » illustré en figure 1.11, néfaste pour la pièce sur laquelle est déposée la couche protectrice. L'analyse du problème de flambage est effectuée à partir de la théorie des plaques minces non linéaire développée par von Kármán [Kármán, 1910]. Les études numériques visent à mieux comprendre la formation du flambage [Ruffini *et al.*, 2013], sa propagation [Gioia et Ortiz, 1997, Coupeau *et al.*, 2013] mais aussi à prédire sa forme [Audoly, 1999]. L'influence de la plasticité de la couche [Ruffini, 2013, Hamade *et al.*, 2015] et de la plasticité du substrat [Wei et Hutchinson, 1997] sur le mécanisme de flambage sont aussi étudiés.

Dans le cas d'une cloque circulaire, Hutchinson propose un modèle analytique à partir d'observations expérimentales permettant de prédire la formation du flambage à partir d'une zone délaminée circulaire et sa propagation à partir des paramètres géométriques du défaut d'interface et les propriétés de la couche [Hutchinson *et al.*, 1992]. Un film mince d'épaisseur e, de module d'Young E et de coefficient de Poisson ν et dont l'état de contraintes résiduelles est supposé uniforme, σ_r est considéré. Un défaut de rayon R est présent entre le film et le substrat substrat, où $R/e >> 1$. Une contrainte σ est appliquée par un chargement de compression équi-bixial. Le film ne flambe qu'à partir du moment où la contrainte appliquée σ atteint la valeur suivante critique σ_c :

$$\sigma_c = 1,2235 \frac{E}{1-\nu^2} \left(\frac{e}{R}\right)^2 \tag{1.10}$$

La hauteur de cloque δ résultante du flambage est alors fonction des contraintes résiduelles σ_r et de la contraintes σ_c :

$$\frac{\delta}{e} = \left[\frac{1}{c_1}\left(\frac{\sigma_r}{\sigma_c} - 1\right)\right]^{1/2} \tag{1.11}$$

où $c_1 = 0,2473(1+\nu) + 0,2231(1-\nu^2)$.

1.2.4.2 Fissuration de la couche

L'augmentation du chargement mécanique subi par un film mince ou un revêtement plus épais et fragile peut entraîner, après le flambage, la fissuration de la couche, observée au sommet de la cloque comme le montrent les figures 1.15a et 1.17. Dans le cas des revêtements type barrière thermique, Faulhaber *et al.* effectue un essai d'indentation sur un cyclindre revêtu pour introduire des rides droites et entraîner la fissuration au sommet de ces rides. Pour les deux types de couche, les études proposées du phénomène se basent sur des modèles analytiques [Faulhaber *et al.*, 2006, Thouless, 1993, Cotterell et Chen, 2000].

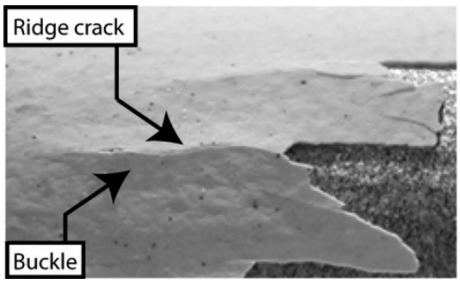
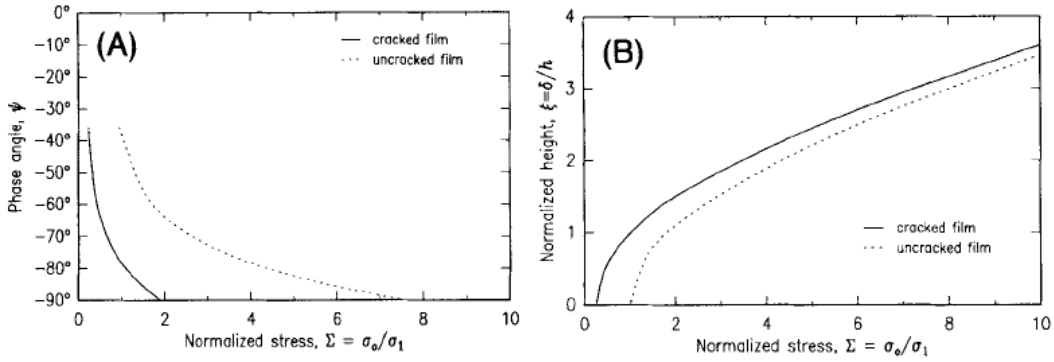


FIGURE 1.17 – Observation en surface d'un cylindre revêtu d'une barrière thermique après indentation mettant en évidence la fissuration de la couche [Faulhaber *et al.*, 2006]

Dans le cas des couches minces, Thouless analyse l'influence de la fissuration au sommet d'un cordon de téléphone à partir de deux modèles analytiques : celui d'une cloque fissurée [Thouless, 1993] et celui d'une cloque non fissurée [Hutchinson et Suo, 1992]. Les résultats montrent que l'angle de mixité modale ψ explicité en équation 1.5 et de la hauteur de cloque δ sont influencés par la fissuration de la cloque. Ainsi, pour une même contrainte appliquée, l'angle de mixité modale sera plus proche de 90° lorsque la cloque est fissurée, donc une prépondérance de mode II, Figure 1.20a. De plus, la hauteur de cloque sera plus importante en présence d'une fissure pour une même contrainte appliquée, Figure 1.20b.

1.2.5 Analyse par éléments finis : approche cohésive du comportement d'interface

Les méthodes analytiques sont le plus souvent utilisées pour obtenir les modes de sollicitation en pointe de fissure et la ténacité d'interface [Hutchinson *et al.*, 1992, Faulhaber *et al.*, 2006]. Récemment, l'utilisation de modèles de zone cohésive a permis de mener une analyse locale de l'état des contraintes [Caliez *et al.*, 2003]. Le modèle de zone cohésive est utilisé pour l'étude de propagation de fissure dans le cas des systèmes type barrière thermique [Soulignac *et al.*, 2013] [Kyaw *et al.*, 2016]. Ce type d'approche est, par exemple, utilisée pour l'identification de la ténacité d'interface dans le cas de dépôts de



(a) (b)

FIGURE 1.18 – Comparaison de (a) de l'angle de phase (b) et de la hauteur de cloque avec et sans fissuration de la cloque [Thouless, 1993]

céramiques projetés plasma directement sur une substrat métallique et avec sous-couche de polymère [Pons, 2016]. Les travaux de Rakotomalala montrent que cette approche peut être aussi adaptée pour la modélisation d'une aube de turbine revêtue d'une barrière thermique soumise à un chargement en fatigue thermo-mécanique [Rakotomalala, 2014].

1.2.5.1 Le principe de l'approche cohésive

L'approche cohésive est initialement proposée par Barenblatt pour résoudre les problèmes de singularité de contrainte en pointe de fissure dans les matériaux massifs [Barenblatt, 1959]. Entre la zone rompue et la zone saine, il introduit une zone de transition appelée « process zone » qui permet de décrire la séparation du matériau par une relation entre des sauts de contraintes t et de déplacements $[[u]]$, Figure 1.19. Dans cette zone, le champs de déplacement peut être discontinu tout en continuant à transmettre des efforts.

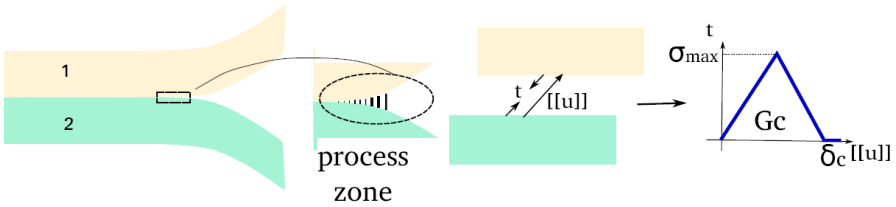
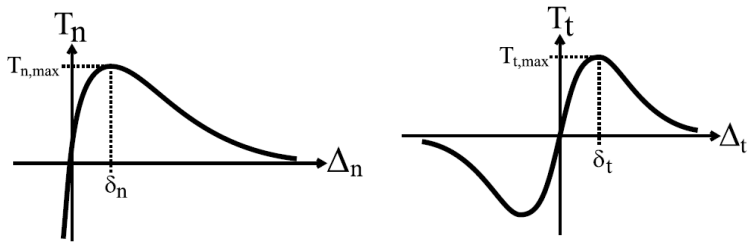


FIGURE 1.19 – Représentation schématique de l'approche cohésive de la fissuration [Rakotomalala, 2014]

La fonction saut de contraintes/déplacements, aussi appelée traction-séparation, peut prendre plusieurs formes notamment exponentielle [Needleman, 1990, Van den Bosch *et al.*, 2006] ou bilinéaire [Alfano et Crisfield, 2001]. La forme est adaptée à la nature du matériau (ductile, interface fragile, composite, etc...), aux mécanismes de rupture observés mais aussi au type de chargement considéré (monotone ou cyclique). La figure 1.20 présente les fonction de saut de traction/déplacement $T_n(\Delta_n)$ dans la direction normale et $T_t(\Delta_t)$ dans la direction tangentielle pour une loi exponentielle [Xu et Needleman, 1993].

$T_{n,max}$ et $T_{t,max}$ sont les maxima de traction respectivement dans la direction normale et tangentielle, associés à δ_n et δ_t respectivement.



(a) (b)

FIGURE 1.20 – Evolution du saut de contrainte/déplacement pour une sollicitation (a) en mode I et (b) en mode II [Van den Bosch *et al.*, 2006]

Les lois cohésives développées pour les bi-matériaux prennent en compte la mixité modale en couplant des composantes des directions normale et tangentielle. Le couplage peut être exprimé à partir d'un déplacement effectif et/ou d'un paramètre de couplage [Van den Bosch *et al.*, 2006]. Le paramètre de déplacement effectif λ, introduit par Tvergaard, suit généralement l'expression suivante [Tvergaard, 1990] :

$$\lambda = \sqrt{\left(\frac{\Delta_n}{\delta_n}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_t}{\delta_t}\right)^2} \tag{1.12}$$

La paramètre de couplage α se retrouve au travers des expressions :

$$T_n = T_{n,max}\frac{\Delta_n}{\delta_n}f(\lambda), \tag{1.13}$$

$$T_t = T_{t,max}\frac{\Delta_t}{\delta_t}f(\lambda) = \alpha T_{n,max}\frac{\Delta_n}{\delta_n}f(\lambda) \tag{1.14}$$

où f est fonction de λ qui, lorsque $0 < \lambda \leq 1$, renvoie une contrainte non nulle et lorsque $\lambda \geq 1$ renvoie une contrainte nulle.

La loi de comportement cohésive est appliquée uniquement à certains éléments du maillage, appelés éléments cohésifs, qui définissent la plupart du temps la trajectoire de la fissure. Le chemin de fissure n'est pas nécessairement prédéfini comme pour l'analyse de la fragmentation de matériaux fragile en régime dynamique par exemple [Camacho et Ortiz, 1996]. Dans le cas de l'analyse de la propagation de fissure dans un matériau multi-couches, la fissure se propage généralement aux interfaces où sont insérés les éléments cohésifs.

1.2.5.2 Un exemple d'analyse

L'étude menée dans les travaux de Rakotomalala dans le cas d'un système barrière thermique est choisi comme exemple d'analyse [Rakotomalala, 2014]. Un modèle original est mis en place combinant un modèle de zone cohésive thermo-mécanique et des éléments de type coque pour la représentation

de la couche de céramique. Le problème est simplifié ; seuls le substrat monocristallin et la couche de céramique sont représentés. Les calculs sont effectués sur trois géométries : un tube creux, une éprouvette et une aube de turbine. On s'intéresse ici aux résultats obtenus pour le tube creux dont le substrat est anisotrope, sollicité en traction et soumis à un gradient thermique longitudinal cyclique, Figure 1.21.

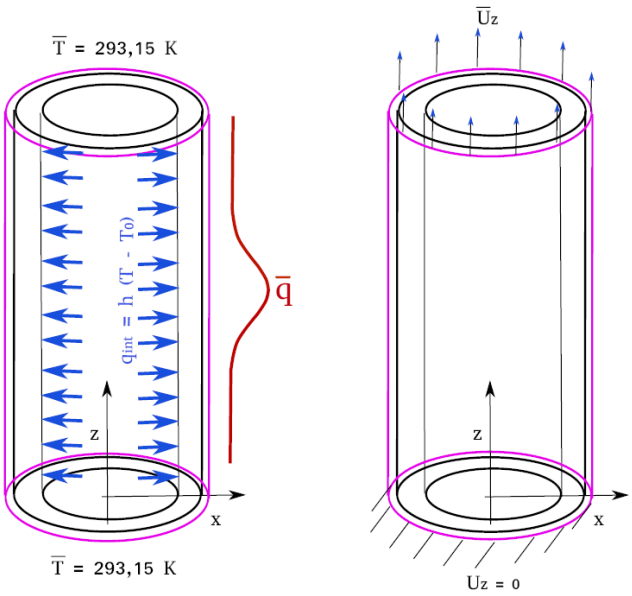
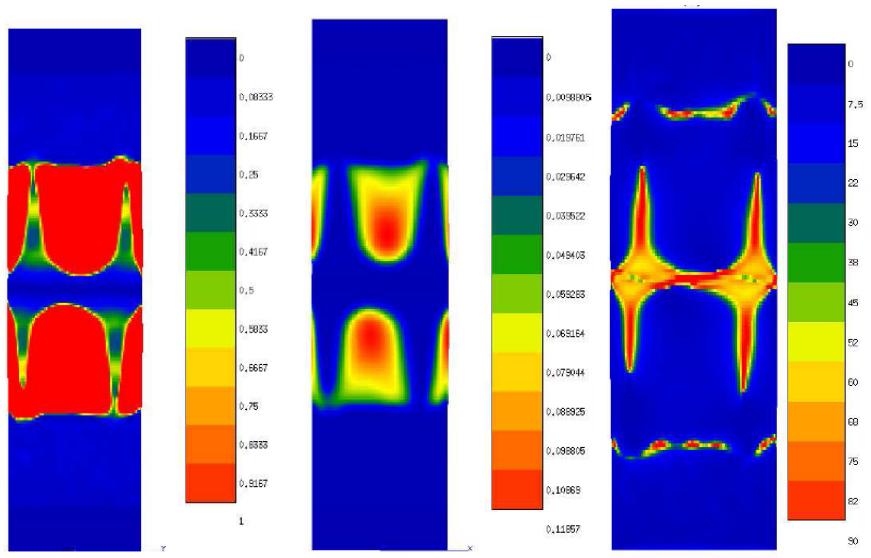


FIGURE 1.21 – Conditions aux limites thermiques et mécaniques pour le modèle de tube creux [Rakotomalala, 2014]

Les résultats mettent en évidence une localisation de l'endommagement d dans les zones de plus fort gradient thermique et accentuée par l'anisotropie du substrat monocristallin, Figure 1.22a. Le délaminage se propage préférentiellement selon le front de fissure courbe. Cette propagation entraîne la formation de cloques dont la hauteur correspond au saut de déplacement $[[u_n]]$ dans la direction radiale du tube, Figure 1.22b. Le flambage simulé reste faible car le modèle développé ne prend pas en compte ce type d'instabilité. Enfin, l'angle de mixité modal ψ qui suit l'expression 1.5 révèle une forte mixité modale en bord de cloque, Figure 1.22c. Le modèle développé permet donc une analyse fine des modes de sollicitation en pointe de fissure dans le cas de sollicitations complexes.



(a) (b) (c)

FIGURE 1.22 – Etat final (a) de l'endommagement d, (b) du saut de déplacement $[[u_n]]$ (en mm) et (c) de l'angle de mixité modal [Rakotomalala, 2014]

1.3 La technique du choc laser appliquée aux matériaux revêtus

Dans l'étude, la technique de choc laser est utilisée comme générateur de défauts de taille millimétrique. Cette partie présente le principe de la fissuration par choc laser dans le cas des systèmes revêtus, l'essai d'adhérence LASAT qui en découle et les principaux résultats associés. De plus, on s'intéresse aux différents types de modélisation de l'interface en régime dynamique proposées par la littérature.

1.3.1 Principe de rupture d'interface par choc laser

La technique de choc laser permet de solliciter un matériau en régime de dynamique rapide en faisant propager une onde de choc dans l'épaisseur de ce matériau. L'onde de choc est générée à partir d'une source laser qui vient déposer une quantité d'énergie E, de l'ordre du joule dans notre étude, sur un disque de diamètre D de quelques millimètres pendant un temps caractéristique τ de l'ordre de la nanoseconde à la surface du matériau aussi appelé cible, Figure 1.23a. L'énergie irradie la matière, ablate une couche superficielle de la surface qui est soudainement transformée en plasma. Le plasma se détend, applique une pression sur la surface qui génère une onde de compression qui se propage dans le matériau. Le tir laser se caractérise par le flux Φ et la pression appliquée par le plasma est une fonction du flux laser [Fabbro *et al.*, 1990] :

$$\Phi(\mathrm{GW/cm^2}) = \frac{4}{\pi}\frac{E}{\tau D^2} \tag{1.15}$$

L'onde de compression ou onde de choc incidente est définie comme la propagation d'une discontinuité des grandeurs thermodynamiques (pression P, masse volumique ρ et énergie interne E) du milieu dans lequel elle se propage. Elle se traduit par la propagation d'un front droit. Sa vitesse dans le milieu est alors définie par l'expression :

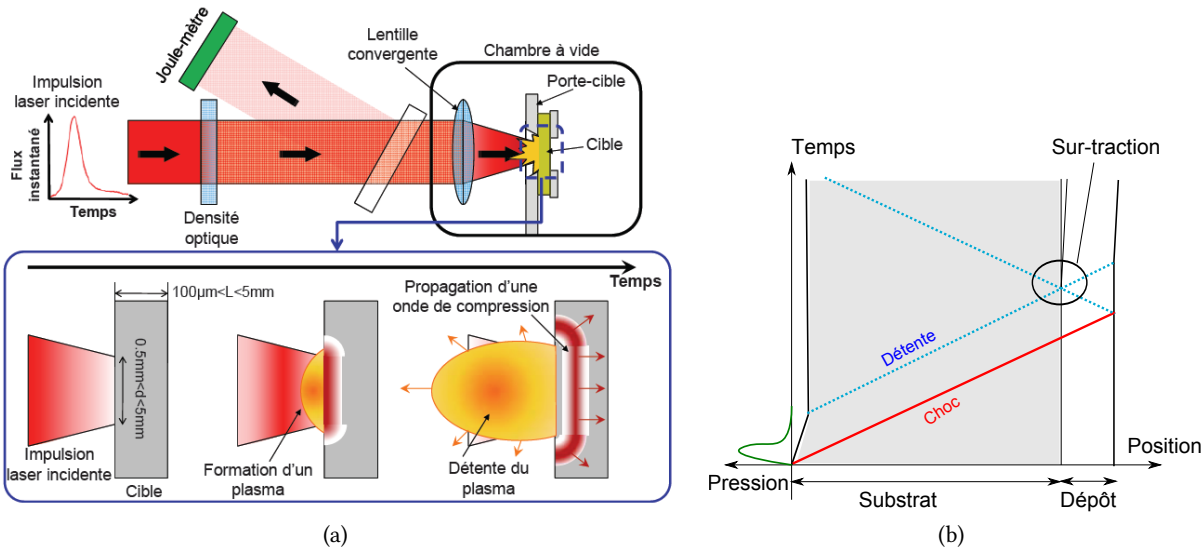


FIGURE 1.23 – (a) Schéma de principe de la génération d'une onde de choc [Cuq-Lelandais, 2010] (b) Schéma de rupture d'un système revêtu par onde de choc

$$c = \sqrt{\left.\frac{\partial P}{\partial \rho}\right|_S} \tag{1.16}$$

La théorie des chocs en milieu condensé n'est pas développée ici. Dans le cas d'un bi-matériau, l'onde de compression se propage dans le substrat puis le dépôt, Figure 1.23b. Lorsqu'elle atteint la surface libre, l'onde est réfléchie en une onde de traction. D'autre part, la fin de l'impulsion de pression libère une onde de détente ou onde de traction incidente qui se propage dans le matériau. Le croisement des deux ondes de détente, réfléchie et incidente, induit la localisation des contraintes de traction qui peut entraîner la rupture de l'interface. Il est à noter que la position de la zone fortement contrainte est fonction du profil de l'impulsion du laser.

1.3.2 Propagation d'onde et localisation des contraintes

Un matériau massif ou un système dépôt/substrat est rompu grâce à la localisation d'un fort niveau de contraintes de traction. Le principe général indique que cette zone peut être le fruit du croisement des ondes de traction, créant une sur-traction. L'onde de compression est donc considérée comme un front droit, on parle de propagation monodimensionnelle. Néanmoins, l'étude de la forme de l'onde au cours de sa propagation montre que la forme de l'onde de compression peut aussi générer des zones de haut niveau de contraintes [Cuq-Lelandais, 2010]. Lorsqu'une onde de compression se propage dans l'épaisseur d'un matériau, sa forme évolue. Les principales étapes sont présentées en figure 1.24. Le schéma est une représentation axisymétrique de la propagation de l'onde. Au moment de sa création, l'onde s'apparente à un front droit nommé onde « 1D plane ». Au cours de sa propagation le front d'onde s'étale. Ce phénomène se matérialise par l'apparition d'une onde de détente de forme toroïdale désigné par « effets de bords ». Ces effets introduisent un gradient de pression et une distorsion progressive de front de choc [Heilig et Igra, 2001]. La propagation de l'onde de détente peut entraîner la

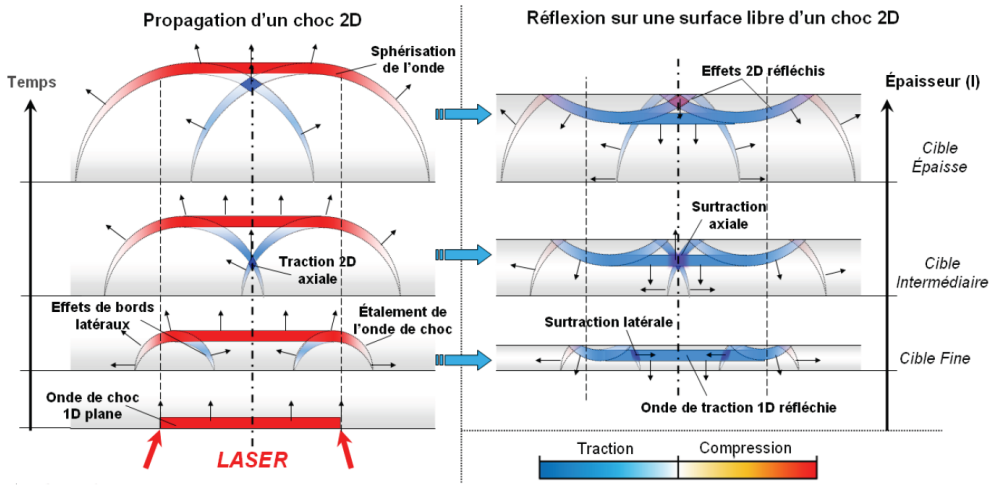
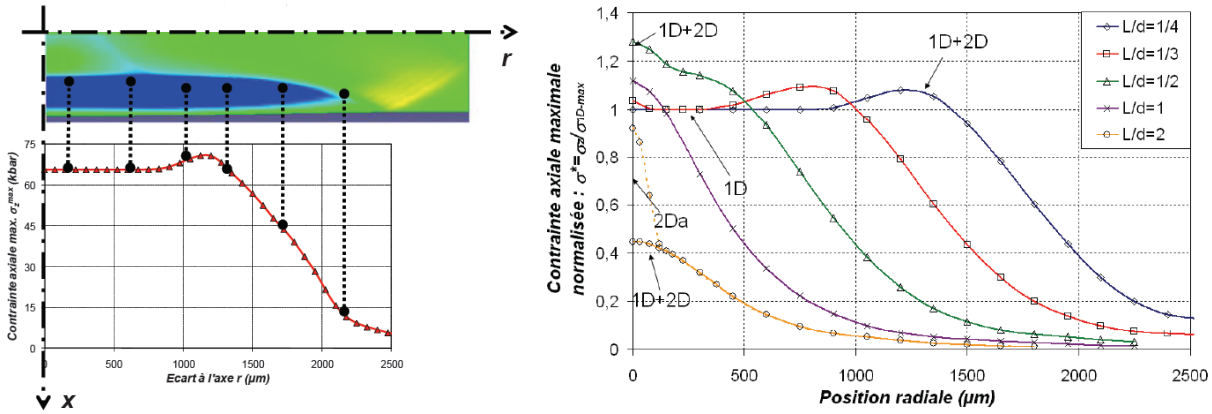


FIGURE 1.24 – Schéma représentatif de la propagation d'une onde de choc pour plusieurs épaisseurs de cible [Cuq-Lelandais, 2010]

localisation des contraintes de traction au niveau de l'axe de révolution. La zone de localisation est appelée « traction 2D axiale ». Cette zone se propage le long de l'axe.

Dans le cas d'une cible fine, les effets de bords ne permettent pas la formation de la zone « traction 2D axiale ». Ainsi, l'intersection entre l'onde réfléchie et les effets de bords est localisée en périphérie. Cette zone est appelée « surtraction latérale ». Si la cible est d'épaisseur intermédiaire, l'onde réfléchie intersecte la zone de fortes contraintes située sur l'axe et forme une « surtraction axiale ». Pour une cible plus épaisse, l'onde réfléchie n'intersecte pas l'onde de détente. Ainsi, la localisation de la zone fortement contrainte est fonction de l'épaisseur du matériau mais aussi de la surface sur laquelle est appliquée la pression [Boustie *et al.*, 2007].

Différents régimes de propagation d'onde sont donc identifiés et caractérisés à partir du rapport



(a) (b)

FIGURE 1.25 – (a) Principe du relevé des contraintes, (b) Distribution des maxima de contraintes axiales le long du rayon pour différents rapports R_g sur cible d'aluminium [Cuq-Lelandais, 2010]

d'aspect géométrique $R_g = L/D$ [Cuq-Lelandais, 2010]. L représente l'épaisseur de la cible et D le diamètre de l'impact laser. Dans ses travaux, Cuq-Lelandais étudie par éléments finis la répartition des contraintes de traction en fonction du rapport d'aspect géométrique sur une cible d'aluminium et établit trois régimes de propagation d'onde. L'étude est effectuée à partir d'un modèle axisymétrique. Les contraintes de traction maximales selon l'axe du laser sont extraites le long du rayon r comme le détaille la figure 1.25a. La figure 1.25b présente la distribution des contraintes maximales adimensionnées pour différents rapports R_g et permet de dégager trois régimes de propagation d'onde :

- $R_g < 0,25$: La contrainte est tout d'abord constante avec le rayon puis augmente en périphérie, caractéristique de la surtraction latérale identifiée en figure 1.24.
- $R_g > 0,65$: La répartition des contraintes maximales est de type gaussienne centrée sur l'axe de révolution. Les effets de bords se sont propagés pour altérer le front droit initial de l'onde de choc.
- $0,25 < R_g < 0,65$: Cas intermédiaire entre les deux régimes précédents.

1.3.3 L'essai LASAT

1.3.3.1 LASAT-1D

L'essai LASAT (LAser Shock Adhesion Test) ou LASAT-1D utilise la technique de choc laser afin de déterminer le seuil d'adhérence d'un système revêtu [Berthe *et al.*, 2011]. La propagation de l'onde est considérée comme monodimensionnelle, comme décrit en figure 1.23b. Cet essai se divise en une partie expérimentale et une partie numérique. Il s'agit tout d'abord de déterminer le seuil d'adhérence en effectuant une série d'essais à flux croissant sur un matériau revêtu dont les épaisseurs du substrat et du dépôt sont fixées. Le seuil d'adhérence se caractérise par l'apparition d'une décohésion interfaciale qui est détectée *in situ* grâce au système de vélocimétrie laser VISAR (Velocimetry Interferometer System for Any Reflector). Ce diagnostic mesure la vitesse de la surface libre, c'est-à-dire la surface opposée à l'impact laser. Après l'essai, les cibles sont éventuellement observées en coupe à la position

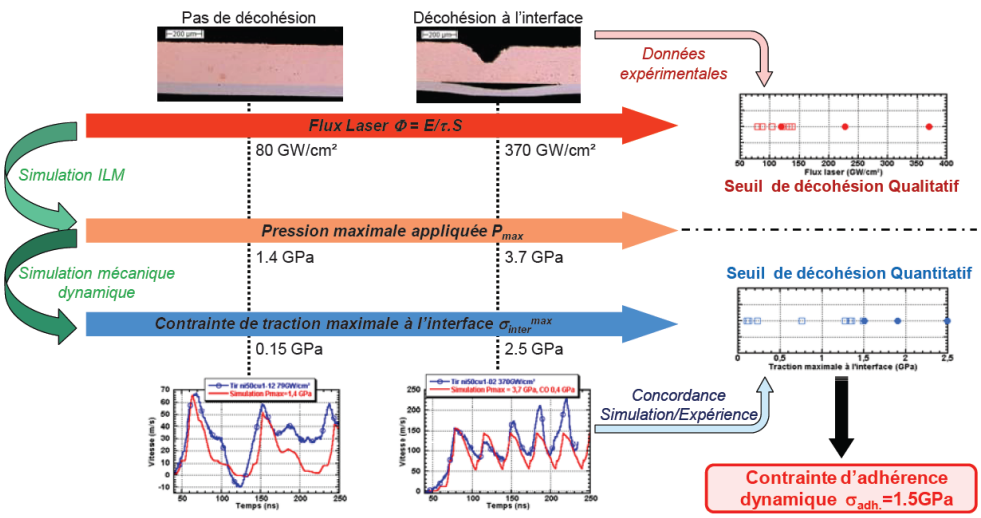


FIGURE 1.26 – Méthodologie pour la détermination de l'adhérence du système nickel/cuivre par l'essai LASAT [Bolis, 2004]

du tir pour vérifier la présence d'une décohésion. Un modèle éléments finis est ensuite construit à partir des résultats expérimentaux pour déterminer la valeur de la contrainte à rupture de l'interface. La méthodologie est synthétisée dans la figure 1.26 pour le cas d'un dépôt de nickel déposé sur un substrat de cuivre [Bolis, 2004]. L'essai LASAT est utilisé par exemple pour la mesure d'adhérence des dépôts projetés plasma de cuivre sur de l'aluminium [Arrigoni, 2004], des dépôts d'hydroyapatite projetés plasma sur des substrats de TA6V pour le domaine biomédical [Guipont *et al.*, 2010] ou encore pour les matériaux composites [Ecault, 2013].

1.3.3.2 LASAT-2D

L'essai d'adhérence LASAT possède de nombreux avantages : c'est une technique sans contact, rapide à mettre en œuvre et reproductible, la sollicitation est localisée sur une surface de quelques mm^2, ... Néanmoins, l'utilisation du diagnostic VISAR ou encore la faible épaisseur requise de la cible à tester (pour éviter l'apparition des effets de bord) limitent son utilisation. Afin de s'affranchir de ce type d'inconvénient, Cuq-Lelandais propose trois variantes de l'essai LASAT [Cuq-Lelandais, 2010]. On détaille ici uniquement l'essai nommé « LASAT-2D » dont les contours sont ébauchés par Cuq-Lelandais et éprouvé sur le système industriel barrière thermique EB-PVD par Fabre [Fabre, 2013, Bégué, 2015]. Les cibles sont plus épaisses, les effets de bords présentés dans le paragraphes 1.3.2 ne peuvent être négligés. Tout comme pour l'essai LASAT, l'idée est d'effectuer une série d'essais à flux croissant pour un système revêtu fixé. A partir de l'apparition de la décohésion à l'interface pour une valeur de flux seuil, la taille de la zone délaminée augmente avec le flux. Ceci est dû aux effets de bords, dans le cas d'une propagation monodimensionnelle le diamètre de la décohésion est égal au diamètre de tache focale. La zone délaminée est caractérisée par son diamètre qui est mesuré à partir des observations en coupe. Dans le cas des systèmes barrières thermiques, les propriétés optiques du revêtement permettent de détecter la décohésion de manière non destructive. Les travaux de Fabre montrent que la « tache blanche » observée est l'image de la zone délaminée effectivement introduite par choc laser, Figure 1.27.

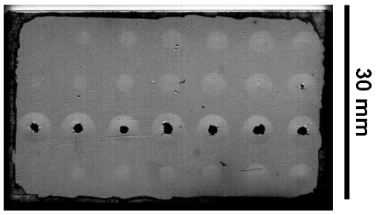
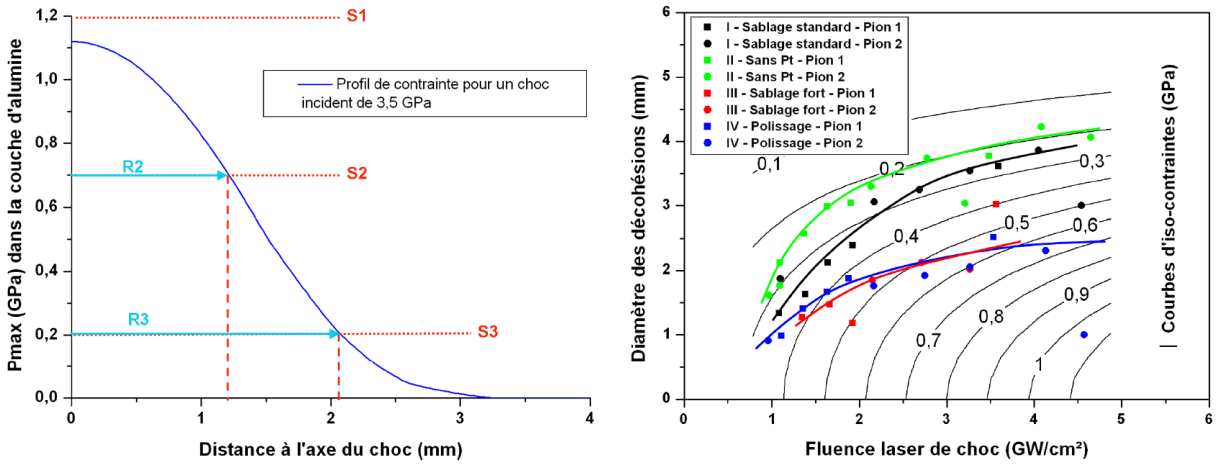


FIGURE 1.27 – Image optique en vue de dessus d'un échantillon après une série de tirs laser [Fabre, 2013]

La contrainte à rupture est ensuite identifiée à l'aide d'un modèle éléments finis. La méthode employée pour déterminer le diamètre de zone délaminée par le calcul est explicitée en figure 1.28a. Le modèle est axisymétrique, l'interface est supposée parfaitement adhérente, sans endommagement possible. Le calcul est effectué pour une valeur de pression, correspondant expérimentalement à une valeur de flux et un diamètre de zone délaminée, D_{exp}. La distribution des contraintes maximales au cours du temps est extraite le long de l'interface, Figure 1.28a. Il s'agit de déterminer la valeur de contrainte qui mène à la rupture d'une zone de diamètre D_{exp}. Sur la figure 1.28a, trois seuils sont

indiqués $S1$, $S2$ et $S3$. Les rayons de zone délaminée associés aux contraintes $S2$ et $S3$ sont respectivement $R2$ et $R3$. Aucun rayon n'est associé à la contrainte $S1$. Par exemple, si $R2 = D_{exp}/2$ alors la contrainte à rupture sera $S2$. A partir des valeurs de contraintes seuils, les courbes d'iso-contraintes sont ensuite construites. Elles représentent l'évolution du diamètre de décohésion pour une contrainte de rupture fixée. La figure 1.28b représente la superposition de l'évolution du diamètre de décohésion en fonction du flux obtenu expérimentalement et par le calcul. Les diamètres obtenus par le calcul ne se superposent pas toujours aux diamètres mesurés expérimentalement. Ces résultats sont à prendre avec précaution car l'analyse des champs de contraintes dans le système revêtu met en évidence des artefacts numériques explicités dans le paragraphe suivant [Fabre, 2013]. L'essai LASAT-2D permet alors de s'affranchir du diagnotic VISAR mais nécessite une connaissance approfondie des propriétés mécaniques de chaque couche composant le système revêtu étudié pour modéliser avec précision le problème.



(a) (b)

FIGURE 1.28 – (a) Distribution des contraintes maximales le long de l'interface (b) Comparaison des diamètres de zone délaminée expérimentaux avec les résultats des calculs [Fabre, 2013]

1.3.4 Modélisation du comportement de l'interface soumis à un choc laser

Les études sur l'essai LASAT présentées dans le paragraphe précédent ont souligné l'intérêt de simuler la propagation de l'onde de choc dans un système revêtu pour identifier la contrainte à rupture du système. Il s'agit alors de choisir un comportement approprié pour chaque matériau du système revêtu et d'en déterminer les paramètres. Cette analyse inclut le comportement de l'interface. Ce paragraphe se concentre sur les différentes approches recensées pour modéliser le comportement d'une interface d'un système multi-couches lorsqu'il est soumis à une sollicitation en régime dynamique. Le terme « dynamique » couvre une large gamme de vitesses de déformation. Les exemples donnés ici sont issus d'études d'impact de projectile pour une large gamme de vitesses, de fragmentation de matériau massif et de propagation d'onde de choc dans des systèmes multi-couches dont les vitesse de déformation sont indiquées dans le tableau 1.1.

TABLE 1.1 – Gamme des vitesses de déformation associées aux différents type de sollicitation

Impact de projectile	Fragmentation	Choc laser
10^0 – 10^3 s^{-1}	10^3 – 10^5 s^{-1}	10^6 – 10^7 s^{-1}

L'ensemble des simulations sont effectuées grâce à un schéma d'intégration explicite. Différents codes de calculs utilisent cette méthode d'intégration comme Radioss, Abaqus/Explicit ou encore LS-Dyna. Cette méthode se base sur l'état des grandeurs physiques de l'instant t pour calculer l'état à l'instant $t + \Delta t$, $Y(t + \Delta t) = F(Y(t))$, contrairement à la méthode d'intégration implicite qui résout un système matriciel, $G(Y(t), Y(t + \Delta t)) = 0$. Le pas de temps joue donc un rôle important dans le calcul par la méthode explicite et doit être assez petit dans notre cas pour que la propagation de l'onde de choc soit décrite correctement [Cuq-Lelandais, 2010].

1.3.4.1 Interface parfaitement adhérente

L'interface parfaitement adhérente n'inclut aucun endommagement. Cette approche est utilisée par Fabre pour déterminer la contrainte à rupture et prédire la taille des décohésions après choc laser pour les systèmes barrière thermique [Fabre, 2013]. L'analyse est détaillée dans le paragraphe sur l'essai LASAT-2D, paragraphe 1.3.3.2.

1.3.4.2 Critère de rupture de type « Cut-off »

Le critère type cut-off est un critère d'endommagement qui entraîne la rupture de l'interface lorsque qu'un maximum de contraintes est atteint. Ce critère ne permet pas de prendre en compte la mixité des modes de sollicitation explicitée dans la paragraphe 1.2.1. L'interface est représentée par une bande d'éléments qui peuvent être supprimés lorsque la contrainte maximum est atteinte. Lorsque cette option est sélectionnée, une concentration de contraintes en pointe de fissure apparait

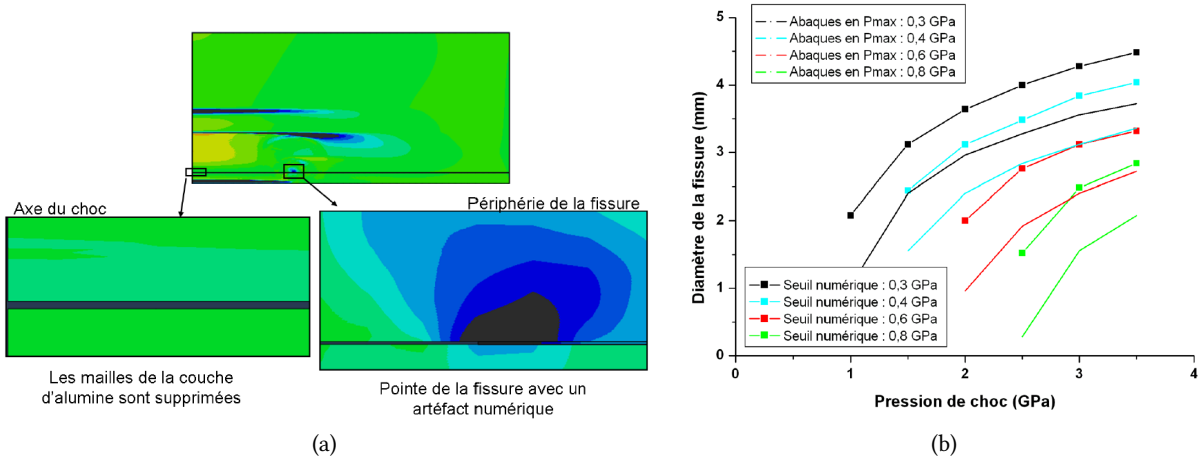


FIGURE 1.29 – (a) Champ de contraintes au cours de la propagation d'une onde de choc pour un système céramique/métal et (b) Comparaison de l'évolution du diamètre fissuré obtenu pour un modèle sans endommagement et pour un modèle cut-off [Fabre, 2013]

[Fabre, 2013]. La figure 1.29a illustre ce phénomène. Proche de l'axe de révolution, la contrainte maximale a été atteinte et les mailles ont été supprimées. En périphérie, une concentration de contraintes est observée. Cette concentration des contraintes de traction est interprétée comme un artefact numérique provenant soit de la suppression des mailles, soit d'une taille de maille non adaptée au critère de rupture utilisé. Fabre compare alors les résultats issus du modèle sans endommagement présenté dans le paragraphe 1.3.3.2 avec ceux issus du modèle avec un critère de cut-off pour savoir si ces artefacts affectent les dimensions de la fissure. La figure 1.29b présente l'évolution du diamètre de décohésion, $2R$, obtenue numériquement pour plusieurs valeurs de contrainte à rupture S pour les deux modèles considérés. Pour une même contrainte à rupture, le critère de Cut-Off entraîne une décohésion de taille significativement plus importante que dans le cas sans endommagement. L'artefact numérique peut entraîner la surestimation du diamètre de fissure.

1.3.4.3 Modèle de zone cohésive

L'approche cohésive a été explicitée dans le paragraphe 1.2.5.1 pour la modélisation de propagation de fissure à l'interface d'un bi-matériau pour une sollicitation quasi-statique où la vitesse de déformation est de l'ordre de $10^{-3}\,\mathrm{s}^{-1}$. Dans le cas dynamique, les éléments cohésifs sont utilisés pour plusieurs applications notamment pour représenter l'interface entre deux plis d'une plaque de composite multi-plis soumise à un impact de projectile, pour des vitesses d'impact entre 100 et 500 m/s [Yoshimura *et al.*, 2011]. La loi cohésive utilisée est issue du code Abaqus. L'intérêt des éléments cohésifs est d'obtenir un modèle prédictif des faciès de délaminage et de la déformation hors-plan de la plaque après impact. La comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques sont d'ailleurs très satisfaisants.

Les éléments cohésifs peuvent aussi être utiles pour la simulation de la fragmentation dynamique de matériaux massifs comme par exemple une céramique [Molinari *et al.*, 2007]. Ici, les éléments cohésifs sont insérés à l'interface de chaque élément qui suit le comportement du matériau massif. Il s'agit d'une étude de convergence de maillage pour des vitesses de déformation entre $10^3\,\mathrm{s}^{-1}$ et $10^5\,\mathrm{s}^{-1}$. Les résultats montrent que plus la vitesse de déformation est élevée – $\dot{\epsilon}$ tend vers $10^5\,\mathrm{s}^{-1}$ – plus il est nécessaire de mailler finement. Dans les deux exemples, aucune analyse de la mixité modale n'est effectuée.

1.3.4.4 Interaction cohésive

Dans le code Abaqus/Explicit, la loi cohésive peut aussi être utilisée comme une loi de contact entre deux surfaces, appelée « Surface-based cohesive behavior ». C'est une adaptation de la loi traction-séparation employée pour les éléments cohésifs. Les sauts de déplacement et de contrainte définis pour les éléments cohésifs sont réinterprétés. Les sauts de déplacement sont définis comme les déplacements relatifs entre les nœuds de la surface esclave et leurs points de projection sur la surface maîtresse selon la direction normale et les directions de cisaillement. Les contraintes de contact sont définies comme des efforts cohésifs le long de la direction normale au contact et le long des directions de cisaillement divisés par la surface en chaque point de contact. L'algorithme de contact général de Abaqus/Explicit est utilisé et une formulation pure maître/esclave est appliquée aux deux surfaces composant l'interface [Simulia, 2014].

Ce type d'approche est utilisée pour la prédiction de la réponse d'un composite multi-plis à l'impact d'un projectile à faible vitesse per–mode=symbol24,5 m s^{-1} [Ibrahim et Yigit, 2015]. L'utilisation de la loi cohésive comme une loi de contact est aussi employée pour la modélisation d'impact de particules sur un substrat pour la projection dynamique à froid de poudre (procédé « Cold Spray ») [Yildirim *et al.*, 2015]. Une large gamme de vitesses de particules est balayée, entre 10 et 1700 m/s pour différents couples particule/substrat. La propriété de contact est appliquée entre la surface de la particule et la surface du substrat. Il est possible de déterminer l'énergie minimum nécessaire pour que la particule reste adhérente au substrat. Encore une fois, aucune analyse de la mixité modale n'est effectuée.

1.3.5 Morphologie d'interface et porosité d'un dépôt plasma

La première partie de ce chapitre présente le dépôt plasma comme un revêtement à la microstructure poreuse et dont l'adhérence est principalement pilotée par la morphologie d'interface du système revêtu. Différents travaux ont révélé la sensibilité de l'essai LASAT à la morphologie d'interface. Mais dans quelle mesure la porosité d'un dépôt et la morphologie d'interface affectent la propagation d'une onde de choc ? Ces problématiques sont aussi abordées dans la littérature notamment dans le cadre du projet LASAT regroupant les travaux de trois thèses sur l'adhérence d'un revêtement de cuivre projeté plasma sur un substrat d'aluminium [Arrigoni, 2004, Barradas, 2004, Bolis, 2004].

1.3.5.1 Sensibilité de l'essai LASAT

La sensibilité des essais LASAT et LASAT-2D à la rugosité d'interface a été éprouvée pour différents types de dépôts métalliques projetés plasma [Barradas, 2004] ou projetés Cold Spray [Blochet, 2015], des dépôts de céramique projetés plasma [Guipont *et al.*, 2010, Ichikawa *et al.*, 2007] ou élaborés par évaporation sous faisceau d'électron [Fabre, 2013]. Les résultats de l'essai LASAT sur un dépôt projeté plasma d'hydroxyapatite sur TA6V par exemple, montrent la sensibilité de la technique à de faibles variations de rugosité de surface [Guipont *et al.*, 2010]. En effet, l'augmentation de quelques micromètres du paramètres Ra entraîne l'augmentation de la contrainte maximum à rupture de l'interface et donc de l'adhérence, Figure 1.30.

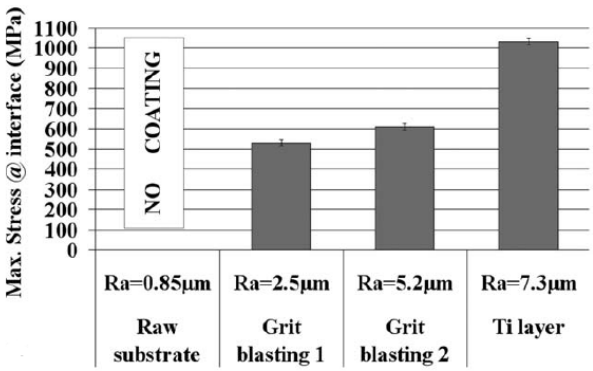


FIGURE 1.30 – Valeurs de contrainte maximum à rupture pour plusieurs morphologies d'interface [Guipont *et al.*, 2010]

L'essai LASAT-2D présente lui aussi la même sensibilité [Fabre, 2013]. Cet essai permet aussi de mettre en évidence une variation d'évolution du diamètre de décohésion avec l'état de la surface du substrat comme le montre la figure 1.28b. L'étude compare ici l'adhérence des dépôts de zircone yttriée sur différents états de surface de la sous-couche : I) le système industriel standard, II) la sous couche ne présente pas de Pt dans sa composition, III) la couche a subi un « sablage fort », IV) la sous couche a été polie. Les résultats révèlent que le sablage est un facteur influant sur l'adhérence du dépôt.

L'essai LASAT est aussi un outil d'analyse de l'influence du taux de pré-fissures. Les pré-fissures sont des zones où localement le dépôt n'a pas adhéré au substrat qui apparaissent après le refroidissement du dépôt lors de la phase de projection. Dans le cas des dépôts plasma cuivre/aluminium, les résultats montrent qu'un taux de pré-fissures supérieur à 10 % abaisse fortement la valeur de flux seuil qui entraîne la décohésion du système [Barradas, 2004].

1.3.5.2 Influence de la porosité et de la morphologie d'interface sur la propagation d'onde de choc

Porosité L'analyse par éléments finis menée par Bolis sur un dépôt de cuivre seul soumis à une pression P_{AV} montre qu'à l'échelle macroscopique, les porosités atténuent l'intensité de l'onde de choc comme le montre la figure 1.31 [Bolis, 2004]. Ce phénomène entraîne alors la diminution notable de la vitesse de la surface libre. A une échelle plus locale, des concentrations de contraintes sont localisées au voisinage des pores. La microstructure poreuse est issue d'une coupe métallographique.

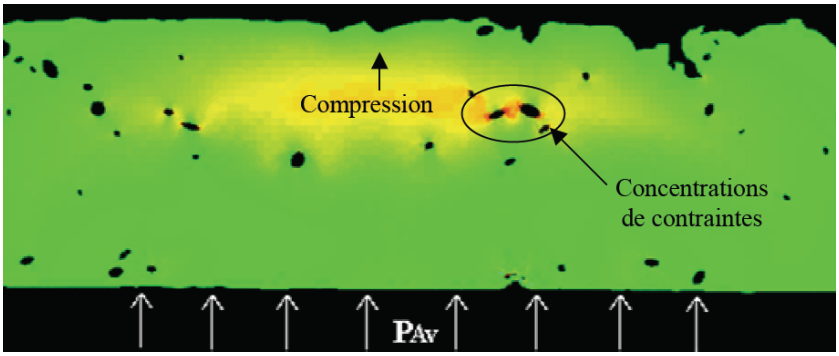


FIGURE 1.31 – Etat d'un revêtement poreux de cuivre d'épaisseur 300 µm soumis à une onde de choc [Bolis, 2004]

Morphologie d'interface L'influence de la morphologie d'interface sur la propagation de l'onde de choc est analysée par éléments finis à deux échelles distinctes : à l'échelle macroscopique pour étudier l'influence de la rugosité d'interface sur la forme de l'onde de choc et à l'échelle de la rugosité pour analyser l'influence de la rugosité sur le champs local des contraintes. Les principaux résultats obtenus dans le cas d'un substrat d'aluminium fraisé, un profil de rugosité triangulaire, sur lequel est déposé un revêtement de cuivre son ici explicités [Arrigoni, 2004].

A l'échelle de la rugosité, l'analyse a montré que la fissuration se produisait sur la pente longue où le niveau de cisaillement est maximum, Figure 1.32. L'interface est donc majoritairement sollicitée en cisaillement contrairement à une interface plane qui est uniquement sollicitée en traction et qui subit

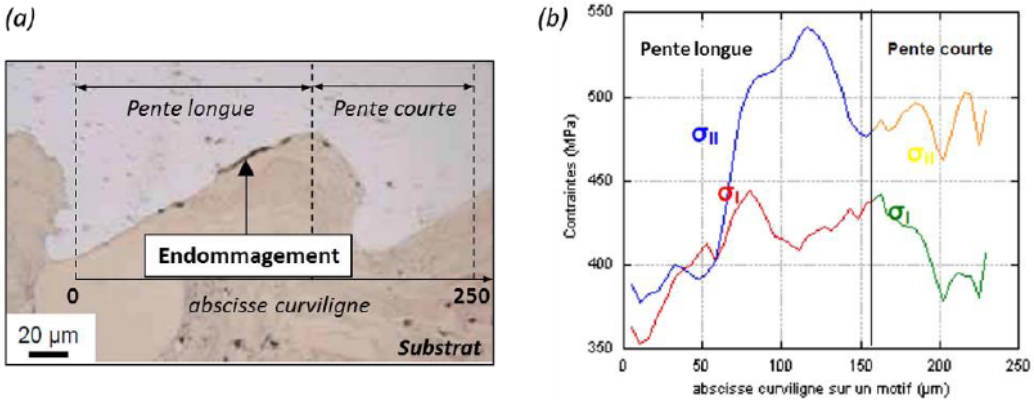


FIGURE 1.32 – (a) Image optique en coupe de l'interface Al/Cu après un choc laser de 2,38 GW/cm^2 avec un amorçage de la fissuration à l'interface rugueuse et (b) Evolution des contraintes maximales de traction et de cisaillement le long du profil de rugosité pour une pression de choc de 1,35 GPa [Arrigoni, 2004]

un niveau de contrainte inférieur. De plus, les maxima de cisaillement sont localisés au sommet des dents.

Les zones de localisation des contraintes identifiées à l'échelle de la rugosité sont toujours présentes à l'échelle macroscopique. Néanmoins, ceci n'affecte pas la forme du front d'onde. De plus, la rupture est toujours localisée à l'interface et d'après les calculs, les signaux de vitesse de surface libre ne semblent pas être influencés par la rugosité d'interface [Arrigoni, 2004].

1.3.6 Techniques d'observation non destructives pour la détection d'un défaut d'interface

Un des objectifs des travaux de thèse est d'analyser la propagation d'un défaut d'interface soumis à un cisaillement macroscopique. Ce défaut est préalablement introduit par choc laser. Les caractéristiques du défaut (délaminage et cloquage) doivent être caractérisées à partir de techniques d'observation non destructives pour ne pas modifier l'état de la couche de céramique ni la taille de la zone délaminée. Ce paragraphe détaille plusieurs techniques de détection du délaminage résultant du choc laser mais aussi de la cloque associée formée par la couche de céramique.

1.3.6.1 Détection du délaminage

Diverses techniques non destructives sont utilisées pour détecter un délaminage dans un système multi-couches. Dans le cas des dépôts de céramique, les défauts peuvent être détectés par observation optique [Fabre, 2013], par thermographie infrarouge [Chaki *et al.*, 2011], par émission acoustique [Sezer *et al.*, 2006],... Des techniques comme la radiographie aux rayons X ou la détection par ultra-sons sont aussi employées pour vérifier qu'un composite de type carbone/époxy est délaminé [Ecault, 2013]. Dans ce paragraphe, seules l'observation optique et la thermographie infrarouge sont développées.

Voie optique L'observation par voie optique est une méthode simple à mettre en œuvre pour la détection de zones délaminées dans le cas de certains dépôts de céramique. Un dépôt d'hydroxyapatite

projeté plasma, par exemple, possède des propriétés qui permettent de révéler une fissure d'interface [Guipont *et al.*, 2010]. L'image de la fissure est alors une tache blanche similaire à celles observées dans le cas des systèmes barrières thermiques zircone yttriées projeté EB-PVD présentées en figure 1.27. Les résultats montrent que la présence d'une lame d'air de 1 µm d'épaisseur entre le substrat et le revêtement de zircone suffit pour modifier la réflectance de la barrière thermique [Fabre, 2013]. La tache blanche atteste donc de la présence d'une fine lame d'air entre le dépôt et le substrat. L'image de la décohésion est dépendante de la transmission de la lumière dans le matériau et de la diffusion de la lumière réfléchie. La technique est donc tributaire de l'épaisseur du dépôt, de sa microstructure et de la nature des éléments qui la composent définissant alors ses propriétés optiques et enfin de l'état de surface du substrat.

Dans le cas de l'analyse de la propagation du délaminage en régime quasi-statique, le délaminage est suivi *in situ* grâce à une caméra optique [Soulignac, 2014]. Afin de mettre en évidence la propagation du délaminage, l'image de la zone d'intérêt à l'instant t de l'essai est soustraite à l'image initiale.

Thermographie infrarouge La technique de thermographie infrarouge est utilisée pour la détection de défauts dans un matériau massif ou un système multi-couches dans des domaines variés. Les défauts sont détectés grâce aux phénomènes de transfert de chaleur : la signature thermique d'un matériau sain n'est pas la même qu'un matériau présentant un défaut. Deux approches sont possibles en thermographie infrarouge [Maldague, 2002]. D'une part, la thermographie passive où les contrastes thermiques naturels de l'objet observé sont suffisants pour faire apparaitre les zones endommagées. D'autre part, la thermographie active qui utilise une source d'excitation extérieure pour favoriser les contrastes thermiques et ainsi révéler les zones endommagées. Deux types de sources sont utilisées : les sources pulsées, où l'on analyse la réponse du système à l'excitation, et les sources continues. L'excitation peut s'effectuer en transmission ou en réflexion.

Dans le cas des matériaux revêtus céramique/métal, la technique de thermographie infrarouge à partir de sources pulsées a été éprouvée pour les dépôts projetés plasma [Franke *et al.*, 2005]. L'observation par thermographie infrarouge peut aussi être utilisée pour le suivi *in situ* de la propagation du délaminage au cours d'un refroidissement qui suit une étape de vieillissement, ici dans le cas des revêtement EB-PVD [Newaz et Chen, 2005]. La thermographie infrarouge met en évidence le délaminage pas forcément visible par observation optique, Figure 1.33. Cette éprouvette revêtue d'une barrière thermique est observée par thermographie active. La réponse thermique de l'éprouvette à une excitation

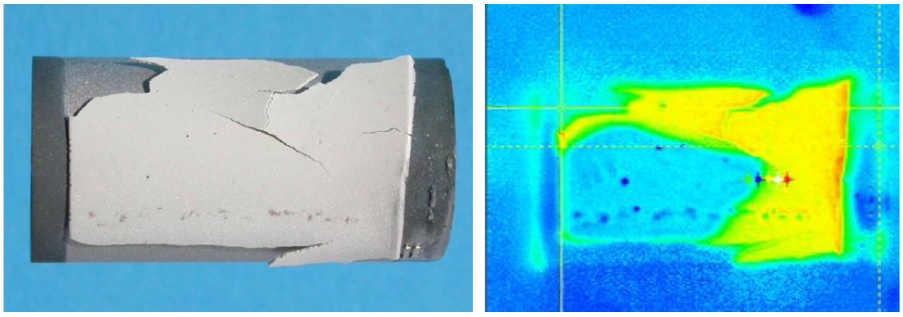


FIGURE 1.33 – Images optique et thermique d'un échantillon revêtu d'une barrière thermique et endommagé (les zones adhérentes sont en bleu) [Postolenko, 2008]

par flash est enregistrée.

1.3.6.2 Déformation de la surface libre *in situ*

Après choc laser, la couche de céramique peut former une cloque. On considère que ce phénomène est dû à la relaxation des contraintes résiduelles de compression présentes dans le dépôt une fois l'interface fissurée par le passage des ondes de choc [Fabre, 2013]. Cette cloque peut atteindre quelques dizaines de micromètres de hauteur. La technique non destructive de profilométrie 3D est généralement utilisée pour acquérir la surface du dépôt après choc laser [Fabre, 2013, Blochet, 2015]. L'observation s'effectue toujours après sollicitation du matériau revêtu.

Les récents travaux de Frugier ouvrent la voie de l'observation *in situ* de la surface libre d'un matériau soumis à un impact laser par d'acquisition de la topographie de cette surface [Frugier, 2015]. Il s'agit là d'une adaptation de la technique de reconstruction de forme par lumière structurée. L'observation d'une cible de graphite poreux soumise à un impact laser a permis de valider la nouvelle technique [Seisson *et al.*, 2016]. Cette technique d'observation utilise l'imagerie laser qui enregistre la lumière diffusée sur la surface observée par deux caméras CCD. Lorsque le matériau est sollicité par choc laser, la surface libre peut atteindre des vitesses allant jusqu'à quelques centaines de mètres par seconde. Il est donc nécessaire d'avoir un temps de pose suffisamment faible pour éviter les flous. Un laser impulsionnel de durée 10 ns est utilisé et sert de temps de pose aux deux caméras dont la durée d'ouverture est bien plus importante. Chaque caméra réalise une image par tir laser. L'ombre d'une grille est projetée sur la surface libre éclairée qui se déforme lorsque la surface se déforme comme le montre la figure 1.34.

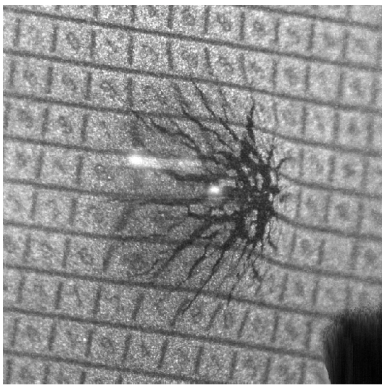


FIGURE 1.34 – Vue de 3/4 de la face arrière de la cible de graphite à 3,4 µs après le tir laser [Seisson *et al.*, 2016]

Chapitre

2 Dispositifs expérimentaux & moyens de caractérisation

Introduction

L'étude menée dans le cadre des travaux de thèse est guidée par deux objectifs *1)* l'analyse de l'influence de la rugosité d'interface sur les dimensions caractéristiques des défauts introduits par choc laser et *2)* l'étude de la propagation d'un défaut initialement circulaire à l'interface céramique/métal soumis à un cisaillement macroscopique. La réalisation de ces objectifs repose avant tout sur les choix d'élaboration des systèmes revêtus qui sont ensuite sollicités en régime dynamique, avec la technique du choc laser, mais aussi en régime quasi-statique, avec des essais de propagation du délaminage interfacial. Le choix du substrat et du revêtement doivent alors répondre à certaines exigences. Le défaut situé à l'interface des deux matériaux doit être détecté grâce à des techniques non destructives telles que l'observation optique. L'alumine pure de faible épaisseur, un milieu semi transparent dans le visible [Guipont, 2013], est donc sélectionnée pour le revêtement de céramique. De plus, la propagation du délaminage doit être affectée le moins possible par le comportement du substrat. Deux substrats métalliques polycristallins sont alors utilisés : un superalliage polycristallin à base de cobalt Haynes 188 et un acier inoxydable 304L.

La première partie de ce chapitre est consacrée à l'élaboration des systèmes revêtus qui se divise en deux étapes : modification de la surface des substrats avant projection et revêtement d'une couche d'alumine poreuse par projection plasma. Plusieurs procédés de préparation de surface, d'usinage et l'oxydation des substrats sont employés pour diversifier les morphologies de surface. La deuxième partie du chapitre présente le dispositif LASAT, « générateur » de défauts d'interface. Plusieurs moyens d'observation sont employés pour la caractérisation des systèmes revêtus sains et fissurés par choc laser, en particulier des techniques de contrôle non destructives. Les procédures mises en place à partir de ces techniques d'observation font l'objet de la troisième partie. Enfin, la quatrième partie présente la procédure d'essai développée pour faire propager un défaut d'interface soumis à une sollicitation biaxiale et suivre son évolution *in situ*. Les méthodes d'analyse associées sont ensuite détaillées.

2.1 Matériaux de l'étude

2.1.1 Substrats métalliques

Deux matériaux ont été sélectionnés comme substrat : un superalliage polycristallin base cobalt Haynes 188 et un acier inoxydable 304L. Le superalliage est généralement utilisé pour l'élaboration des chambres de combustion des statoréacteurs. Sa composition est précisée dans le tableau 2.1 et la composition de l'acier 304L dans le tableau 2.2. Différentes géométries de pièces ont été usinées à partir de tôle laminées de 3 mm d'épaisseur pour les deux types de substrat.

Table 2.1 – Composition chimique du HAYNES® 188 (% m.) [Haynes, 2016]

Co	Ni	Cr	W	Fe	Mn	Si	C	La	B
39	22,0	22,0	14,0	$\leq$ 3,0	$\leq$ 1,25	0,35	0,10	0,03	$\leq$ 0,015

Table 2.2 – Composition chimique de l'acier inoxydable 304L (% m.) [MatWeb, 2016]

C	Cr	Fe	Mn	Ni	P	Si	S
$\leq$ 0,03	18 – 20	64,9 – 74	$\leq$ 2,0	8,0 – 12	$\leq$ 0,045	$\leq$ 1,0	$\leq$ 0,03

2.1.2 Revêtement : poudre d'alumine

La poudre utilisée pour l'élaboration des dépôts est une poudre d'alumine pure de référence #105SFP commercialisée par Oerlikon Metco. Sa granulométrie est fine de taille 3,9 µm–31 µm. Les particules sont de géométrie anguleuse comme l'illustre la figure 2.1. Cette poudre est utilisée essentiellement pour l'élaboration de revêtements isolants électriques.

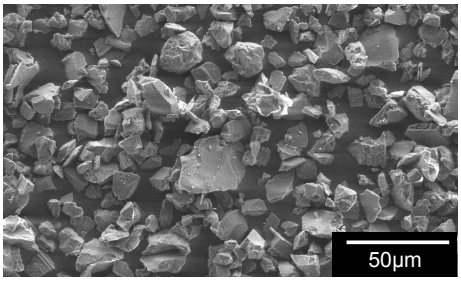


Figure 2.1 – Poudre d'alumine 105SFP observée par microscopie électronique à balayage (MEB)

2.2 Modifications des surfaces des substrats avant dépôt

2.2.1 Techniques de projection de particules abrasives

Une partie des surfaces ont été modifiées par projection de particules. Cette technique permet d'éliminer des contaminations présentes à la surface des substrats et d'obtenir un état de surface rugueux améliorant la tenue du revêtement projeté au substrat. Dans le cadre de l'étude, deux types de

préparation de surface sont utilisées. Une première partie des substrats en superalliage base cobalt et en acier inoxydable 304L a été préparée par sablage : projection de particules de corindon ($\alpha-Al_2O_3$) à géométrie anguleuse. Une deuxième partie des substrats en superalliage base cobalt a été préparée par microbillage : projection de microbilles sphériques de verre. La granulométrie des particules et les paramètres de projection sont détaillés dans le tableau 2.3. Tous les substrats sont ensuite plongés dans un bain d'alcool, en cuve à ultrasons pendant 3 min avant projection.

Table 2.3 – Paramètres de projection pour les deux techniques de préparation de surface

	Sablage	Microbillage
Granulométrie abrasif (µm)	300	50–150
Pression (bar)	4	5
Angle de projection (°)	45	45
Distance de projection (cm)	10	10
Temps de projection (s)	30	20

2.2.2 Oxydation des substrats

Une partie des substrats en superalliage base cobalt préparés par sablage ont subi un chauffage pendant 3 h à 1050 °C sous air afin de les oxyder. Une fois refroidis, les substrats sont plongés dans un bain d'alcool, en cuve à ultrasons pendant 3 min. Une analyse des substrats après oxydation a été effectuée par DRX pour caractériser les phases en présence en surface et comparer cette composition à celle des substrats uniquement sablés. La figure 2.2 présente les diffractogrammes des substrats sablés et des substrats sablés puis oxydés. Dans le cas sablé, les pics de diffraction du cobalt sont visibles. Après oxydation, on note la présence de cobalt, d'oxyde de chrome (Cr_2O_3) et de magnétite (Fe_3O_4).

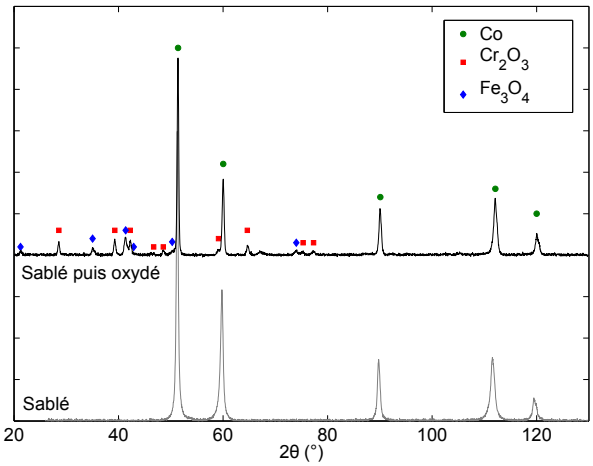


Figure 2.2 – Diffractogrammes X des substrats de superalliage base cobalt sablé et sablé puis oxydé pendant 3 h à 1050 °C sous air

2.2.3 Procédé d'électroérosion par enfonçage

Le quatrième procédé utilisé sur les substrats en superalliage base cobalt est un procédé d'usinage, l'électroérosion par enfonçage. Ce dernier permet l'enlèvement de matière en surface d'une pièce par décharge électrique et permet d'obtenir une morphologie de surface particulière. Une fois usinés, les substrats sont plongés dans un bain d'acétone, en cuve à ultrasons pendant 3 min.

2.3 Elaboration des dépôts par projection plasma

Les dépôts d'alumine sont effectués par projection plasma en mode APS (Air Plasma Spraying) dans l'enceinte de projection CAPS (Controlled Atmosphere Plasma Spraying) du Centre des Matériaux. Différentes géométries d'échantillon et d'éprouvette ont été revêtues. Ce paragraphe présente la procédure de revêtement des échantillons 20 mm × 30 mm d'épaisseur 3 mm employés pour l'étude du choc laser et des éprouvettes cruciformes plates d'épaisseur 3 mm utilisées pour les essais sur la machine biaxiale.

2.3.1 Dispositif expérimental

Le dispositif se compose d'une enceinte fermée, d'un bras de robot programmable surmonté de la torche de projection (de type F4 MB), et d'un bâti fixe permettant le maintien des substrats à revêtir par l'intermédiaire d'un support horizontal, Figure 2.3. Tous les dépôts de l'étude sont réalisés sous air. Lors de la projection, les échantillons sont refroidis à l'aide du système de refroidissement à air comprimé de part et d'autre de la torche plasma. Par souci de reproductibilité, la température des substrats est relevée grâce à un thermocouple de type K (Chromel – Alumel) soudé au centre de la face opposée à la projection.

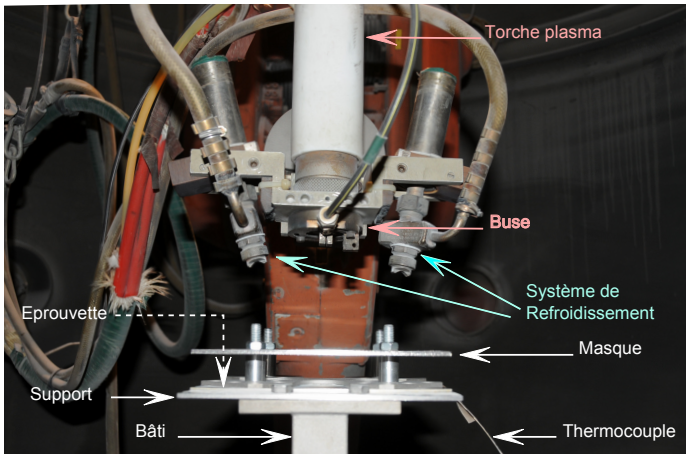


FIGURE 2.3 – Configuration de la torche plasma et du masquage lors de la projection du revêtement des éprouvettes cruciformes

2.3.2 Paramètres de projection

Les paramètres de projection utilisés pour l'étude sont issus du jeu de paramètres de projection de l'alumine # 105SFP fournis par Oerlikon Metco. Il ont été modifiés en fonction de la géométrie des

substrats pour obtenir une épaisseur de dépôt toujours homogène malgré la variation géométrique de la surface du substrat. Lors de la projection les pièces restent fixées au bâti, seul le bras déplace la buse de projection selon une trajectoire en créneau de pas 4 mm, Figure 2.3. Les pièces subissent toutes une étape de préchauffage puis une étape de projection du dépôt. Le système de refroidissement est activé uniquement pour l'étape de projection du dépôt. Plusieurs paramètres sont définis pour piloter le plasma, le système de refroidissement, l'envoi de la poudre et la trajectoire de la buse. Les paramètres invariants de la procédure sont donnés dans le tableau 2.4. La distance de projection est définie comme la différence d'altitude entre la sortie de torche et la surface du substrat. La distance de refroidissement est définie comme la différence d'altitude entre les sorties d'air du système de refroidissement et la surface du substrat.

Table 2.4 – Paramètres de projection de poudre d'alumine par voie plasma invariants de l'étude

Paramètres	Valeurs
Gaz plasmagène	Argon 41 L/min – Hydrogène 14 L/min
Intensité de l'arc	530 A
Distance de projection	120 mm
Distance de refroidissement	95 mm
Débit de poudre	32 g/min

Deux paramètres varient avec la géométrie et la nature du substrat : la vitesse d'éclairement, V_e, qui est la vitesse d'avance de la buse et le nombre de passes. Une passe correspond au balayage par la buse de la totalité des surfaces à revêtir fixées au support.

2.3.3 Procédure de revêtement des échantillons parallélépipèdiques

L'épaisseur des substrats après modification des surfaces est déterminée à l'aide d'un pied à coulisse. La mesure est effectuée au centre de l'échantillon. Les échantillons sont simplement fixés au support. Les échantillons subissent tout d'abord une passe de préchauffage avec une vitesse d'éclairement de 300 mm/s. Le relevé de température permet de déclencher le programme de projection lorsque le substrat atteint 150 °C et une passe est effectuée à une vitesse 150 mm/s. L'épaisseur de l'échantillon une fois revêtu est mesurée au centre à l'aide d'un pied à coulisse afin de déterminer l'épaisseur du dépôt. Les dépôts réalisés ont une épaisseur moyenne entre 50 et 85 µm selon les morphologies de surface.

2.3.4 Procédure de revêtement des éprouvettes cruciformes

La procédure de revêtement développée pour les éprouvettes cruciformes plates d'épaisseur 3 mm, Figure 2.11, permet d'obtenir un disque de dépôt d'alumine de diamètre 26 mm avec un bord dégressif et d'épaisseur 60 µm environ comme illustré en figure 2.4. La géométrie du dépôt est obtenue grâce à un masque positionné à 17 mm de la surface de l'éprouvette comme le montre la figure 2.3. Le masque est percé en son centre d'un disque de 26 mm de diamètre. L'éprouvette est initialement brute de laminage découpée par électroérosion. Avant d'être revêtue, les deux faces de l'éprouvette sont entièrement sablées afin d'éviter un état de contraintes résiduelles hétérogène et donc la flexion de l'éprouvette. Une passe est définie comme le balayage de la totalité de la surface de la buse de projection à environ 10 cm

avec un angle de 45°. Pour chaque face, 8 passes sont effectuées. L'éprouvette est ensuite nettoyée dans un bain d'alcool en cuve à ultra-sons pendant 5 min. Une fois l'éprouvette sablée, l'épaisseur du substrat est mesurée au centre à l'aide d'un pied à coulisse. Les éprouvettes sont en HA188 et en acier inoxydable 304L. La phase de préchauffage se compose d'une série de passes à une vitesse d'éclairement $V_e = 300$ mm/s pour atteindre 200 °C avec le thermocouple soudé au centre de l'éprouvette. 8 passes sont effectuées pour l'éprouvette en HA188 et 15 pour l'éprouvette en 304L. Tout comme pour les échantillons, le programme de projection est déclenché lorsque la température relevée par le thermocouple est égale 150 °C. Lors de la phase de projection, la vitesse de la buse est 250 mm/s.

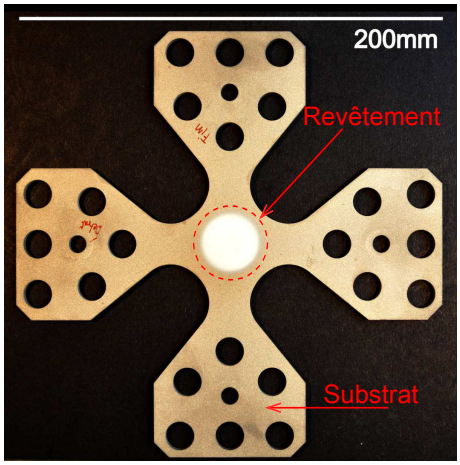


FIGURE 2.4 – Vue de dessus d'une éprouvette cruciforme revêtue par projection plasma

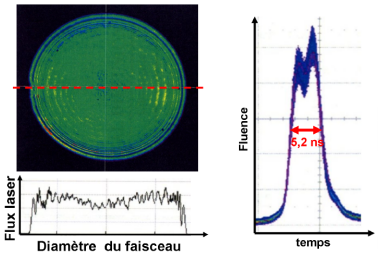
2.4 Introduction d'un défaut interfacial par choc laser : machine LASAT

2.4.1 Source laser du Centre des Matériaux

L'introduction des défauts d'interface par choc laser a été réalisée grâce au dispositif LASAT du Centre des Matériaux, Figure 2.5. Cette installation se compose d'une source laser pulsée nanoseconde de modèle SAGA (Thales Laser) et d'une enceinte de tir sécurisée. La source laser pulsée crée une impulsion laser grâce à une cavité laser qui est ensuite amplifiée.

FIGURE 2.5 – Dispositif LASAT du Centre des Matériaux

La source Nd : YAG utilisée émet une impulsion de durée à mi-hauteur de 5,2 ns, Figure 2.6a, à une longueur d'onde de 532 nm. L'énergie délivrée par le laser est de 1,8 J sur un disque de diamètre 22 mm, Figure 2.6b. Le profil spatial de la tâche focale est fixe et s'approche d'une forme « top hat » comme le montre le profil extrait de la surface. Une fois l'impulsion émise par le laser, le faisceau passe au travers d'un système optique permettant le réglage des paramètres laser avant d'effectuer un tir : l'énergie délivrée ainsi que la taille de la tache focale. L'énergie est réglée grâce à un système de polarisation et une lame 1/4 d'onde et mesurée grâce à un joulemètre via une photodiode. La taille de la tache focale est réglée à l'aide d'une lentille convergente de distance focale 198 mm. Le réglage de la distance lentille/échantillon s'effectue à ±0,5 mm.

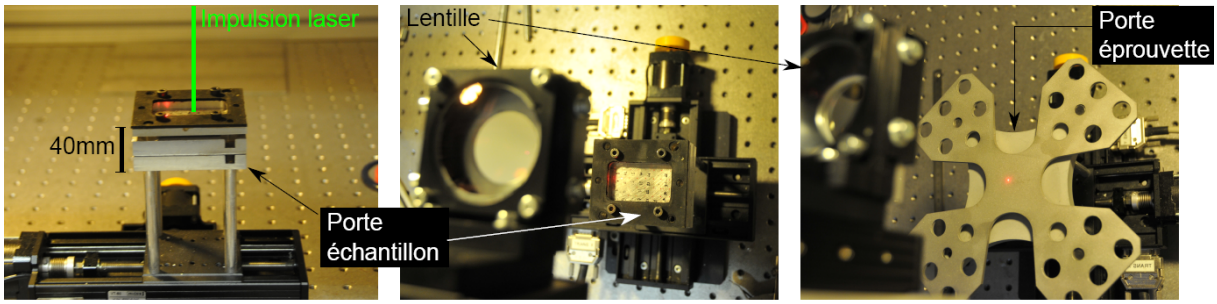


(a) (b)

FIGURE 2.6 – (a) Image de la répartition spatiale de l'énergie dans le faisceau laser et (b) profil temporel de l'impulsion du laser SAGA [Fabre, 2013]

2.4.2 Configuration de tir

La source laser fonctionne selon deux modes : un mode pulsé avec une fréquence de 10 Hz ainsi qu'un mode mono-impulsion. Une seule impulsion permet de générer une seule onde de choc pouvant conduire au délaminage du dépôt. Ainsi, le mode mono-impulsion est choisi pour effectuer les tirs. Tous les tirs sont effectués du côté du substrat métallique. Afin d'obtenir le même état de surface pour l'ensemble des tirs, que ce soit sur les échantillons et sur les éprouvettes cruciformes, le côté métallique des systèmes revêtus sont rayés manuellement avec du papier 180 avant d'effectuer le tir.



(a) (b) (c)

FIGURE 2.7 – Configuration de tir pour les échantillon en (a) vue de côté et (b) vue de dessus et (c) pour l'éprouvette en vue de dessus

Lorsque les tirs sont effectués sur un échantillon, ce dernier est maintenu par un porte échantillon qui laisse la surface du substrat libre comme illustré en figures 2.7a et 2.7b. Ce porte échantillon est percé côté dépôt de la même manière que côté substrat. Le porte échantillon est positionné sur la platine motorisée. Deux milieux de confinement sont utilisés pour les tirs sur les échantillons : l'eau et un ruban adhésif transparent (Scotch®Crystal, 3M épaisseur 60 µm). Lorsque les tirs sont effectués sur les éprouvettes cruciformes, les éprouvettes sont maintenues par un porte éprouvette spécialement usiné pour les essais, Figure 2.7c. Ce porte éprouvette est percé en son centre pour laisser la surface du dépôt libre. Les tirs laser sur les éprouvettes sont confinés avec de l'eau.

2.5 Techniques d'observation et d'analyse

2.5.1 Techniques d'observation non destructives

2.5.1.1 Détection du délaminage par observation optique

La zone délaminée résultante d'un tir laser sur un système revêtu est détectable par méthode optique. Elle se matérialise par une tache au contour circulaire plus claire que le reste de l'échantillon où l'interface est saine. Dans les travaux de Fabre, cette tache est définie comme « tache blanche » et traduit un contraste lumineux d'absorption [Fabre, 2013]. L'acquisition des images est effectuée à l'aide d'un appareil photographique Nikon D300S équipé d'un objectif AF-S Nikkor 18-200 mm et d'un système de bague allonge. La résolution d'image est de 0,021 mm/pxl. Un éclairage indirect de lumière blanche est utilisé pour améliorer la détection des taches blanches. Le contraste et la luminosité des

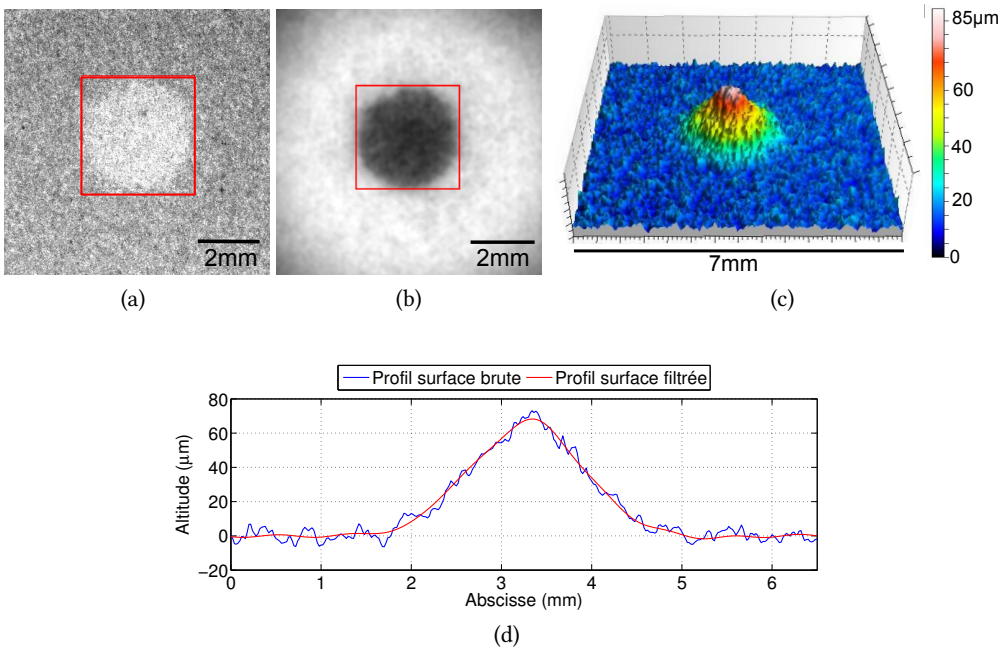


FIGURE 2.8 – Observations non destructives de la surface du dépôt du système revêtu pour le même tir laser : (a) observation optique, (b) par thermographie infrarouge, (c) en vue 3D par profilométrie 3D et (d) Profils extraits des surfaces brutes et filtrées

images sont ajustés manuellement afin de mieux distinguer les zones de faibles niveaux de gris, Figure 2.8a. La zone délaminée circulaire est donc caractérisée par son diamètre. La mesure du diamètre est effectuée manuellement. On trace le rectangle circonscrit au contour de la zone délaminée. Le diamètre de la zone délaminée est la moyenne des côtés du rectangle. L'erreur de mesure est de 118 µm sur une tache de diamètre 3,32 mm, sur la base des mesures répétées 10 fois (10 personnes différentes). L'erreur de mesure du diamètre à partir d'une image optique est de 3,5 %.

2.5.1.2 Détection du délaminage par thermographie infrarouge

Une zone de décohésion à l'interface céramique/métal est aussi détectable par thermographie infrarouge. Différentes techniques peuvent être utilisées pour détecter un défaut et sont explicitées dans le paragraphe 1.3.6 des éléments bibliographiques. Dans le cadre de l'étude, la thermographie active est retenue. Une source de chaleur continue est utilisée. Les échantillons observés sont stimulés en transmission afin d'éviter les réflexions parasites. L'échantillon est placé sur une plaque chauffante maintenue à 50 °C et la caméra thermique est fixée à un portique, Figure 2.9.

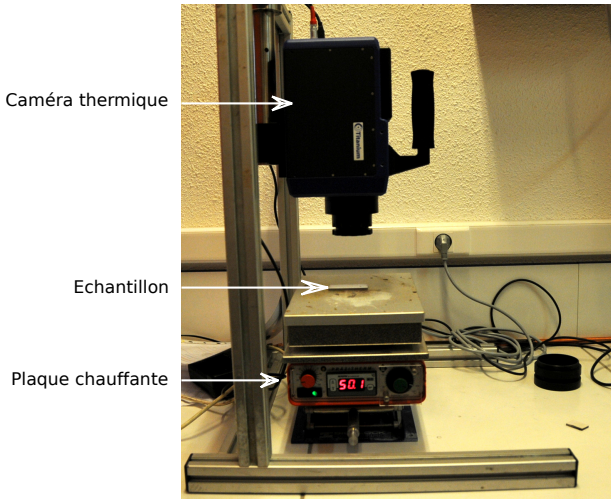
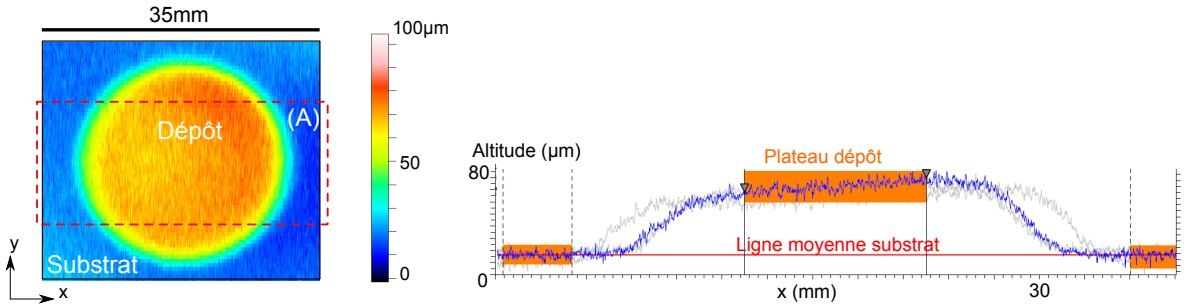


FIGURE 2.9 – Dispositif utilisé pour l'observation des échantillons par thermographie infrarouge

La caméra thermique Titanium de Cedip de capteur CMOS de résolution 320 × 256 pixels est utilisée pour les observations. La sensibilité de la caméra dans le domaine Infra Rouge se situe entre 1,9 µm et 5,1 µm (Middle Wave Infra Red) et la sensibilité thermique NETD (Noise Equivalent Temperature Difference, le bruit équivalent en delta température) est de 20,3 mK à 25 °C. Afin d'améliorer la résolution de l'image, un système de bague allonge est utilisé. La résolution de l'image est de 0,045 mm/pxl. Le logiciel Altair permet de traiter les acquisitions. L'image de la surface de l'échantillon est acquise une fois l'équilibre thermique de l'échantillon atteint. L'image de la zone délaminée est une tache noire quasi circulaire, Figure 2.8b. Tout comme dans le cas de la détection optique, la mesure du diamètre est effectuée manuellement. On utilise la même procédure que dans le cas de la détection optique. Il est à noter que les images acquises par ce dispositif sont d'assez bonne qualité pour effectuer la mesure automatiquement. L'erreur de mesure est de 61 µm sur une tache de diamètre 3,18 mm, sur la base des mesures répétées 10 fois (10 personnes différentes). L'erreur de mesure du diamètre à partir d'une image optique est de 1,9 %.

2.5.1.3 Profilométrie optique : acquisition de la morphologie des surfaces

Le dispositif de mesure Les topographies des surfaces de l'étude sont obtenues avec un profilomètre optique 3D AltiSurf©500. Ce dispositif sans contact, fonctionne sur le principe de l'aberration chromatique (CLA). Une source de lumière blanche émet un faisceau focalisé à la surface de l'échantillon à étudier. Ce faisceau est réfléchi par la surface puis interprété par un système de codage chromatique pour en déduire la hauteur associée. Ce système permet d'acquérir des profils de rugosité ainsi que des topographies de surface qui sont composées d'une série de profils. La résolution en altitude est de 25 nm et la résolution maximum dans le plan (x, y) illustré en figure 2.10a est de 2 µm. Une fois acquises, les surfaces sont traitées et analysées à l'aide du logiciel AltiMap©.



(a) (b)

FIGURE 2.10 – (a) Surface acquise par profilométrie 3D de la zone centrée sur le dépôt d'une éprouvette cruciforme (b) Série de profils extraits de la zone (A) utilisés pour la mesure de l'épaisseur moyenne du dépôt

Topographie des substrats avant dépôt Les surfaces des substrats modifiées par les procédés du paragraphe 2.2 sont acquises par profilométrie optique en vue d'une étude de la morphologie des surfaces. Afin d'obtenir la surface la plus représentative de la morphologie à étudier, on définit une zone d'acquisition carrée de 8 mm dont les profils sont de 4 µm de résolution avec 4 µm entre deux profils d'acquisition. Une fois acquises les surfaces sont traitées : un redressement par la méthode de rotation de plan est utilisé pour supprimer la pente générale de la surface due à la non planéité de l'échantillon.

Epaisseur du dépôt des éprouvettes cruciformes Le profilomètre optique est aussi utilisé pour l'analyse des dépôts d'alumine projetés sur les éprouvettes cruciformes. Cette technique permet de caractériser l'hétérogénéité d'épaisseur du dépôt élaboré et de déterminer son épaisseur moyenne. Une zone rectangulaire contenant le dépôt est acquise avec une résolution de 30 µm selon x et 250 µm selon y. La surface obtenue est ensuite redressée, Figure 2.10a. L'épaisseur moyenne est calculée à partir de la série de profils extraits de la zone (A), Figure 2.10b. L'épaisseur moyenne du dépôt est définie comme la différence moyenne d'altitude entre la ligne moyenne correspondant au substrat et le plateau du dépôt calculée pour l'ensemble des profils.

Hauteur de cloque de la couche d'alumine après choc laser Après choc laser, la couche de céramique peut former une cloque détectable par profilométrie. Les surfaces des dépôts sont acquises avec une même résolution en x et en y de 25 µm. Les surfaces obtenues sont redressées, Figure 2.8c, puis filtrées grâce à l'outil de filtrage par FFT du logiciel Altimap pour supprimer la rugosité de surface du dépôt. Toutes les fréquences inférieures à 700 µm sont excluses de la surface fitrée. Grâce à l'outil « Volume d'un pic » du logiciel Altimap, la hauteur maximale de la cloque de la surface filtrée est déterminée. La superposition des profils extraits au maximum de hauteur de cloque des surfaces filtrée et brute montre que le filtrage permet de ne retenir que l'ondulation de la cloque, Figure 2.8d.

2.5.2 Caractérisation des interfaces

2.5.2.1 Préparation des échantillons

Les interfaces de l'étude sont observées en coupe soit lorsque le système revêtu est sain, soit après choc laser. Il est nécessaire d'enrober, de tronçonner et de polir l'échantillon avant observation. Le revêtement est poreux et peut être fissuré. De plus, l'interface est le plus souvent délaminée sur une longueur de quelques millimètres après choc laser. Il faut d'une part éviter de faire propager les fissures déjà présentes et ne pas en créer de nouvelles lors du tronçonnage et d'autre part, minimiser l'arrachement des particules d'alumine lors du polissage. L'enrobage des échantillons est réalisé avec de la résine polymère et du durcisseur (Epofix, Struers©) dont le temps de polymérisation est de 8 à 12 h à température ambiante. Avant polymérisation, l'enrobage est placé dans une pompe à vide pendant 15 min pour permettre à la résine de pénétrer correctement dans toutes les fissures et les porosités. L'échantillon est ensuite tronçonné à l'aide de la tronçonneuse Struers Discotom-5. L'échantillon enrobé reste fixe lors du tronçonnage. La vitesse d'avance de la meule est choisie la plus lente, 0,1 mm/s, pour ne pas endommager le dépôt. Dans le cas des échantillons ayant subi des tirs laser, les tirs sont préalablement marqués par gravure afin d'être repérés après enrobage. La ligne de première découpe est positionnée dans la zone où l'onde de choc s'est propagée, mais avant le centre de la zone délaminée. Une fois tronçonné, l'échantillon est poli manuellement à l'aide de la gamme de draps de polissage suivante : 600, 1200, 2400 et 4000. L'étape de polissage est achevée par une solution diamantée 1 µm en suspension.

2.5.2.2 Observations microscopiques

Microscopie optique La technique de microscopie optique permet d'observer un objet à l'aide d'un objectif grossissant. Une partie des coupes métallographiques des systèmes revêtus ont été observées par microscopie optique, à l'aide du Leica CTR 6000.

Microscopie électronique à balayage (MEB) Cette technique permet d'obtenir une image de haute résolution de la surface d'un échantillon à partir de l'émission d'un faisceau d'électrons. L'image obtenue par la détection des électrons secondaires est le relief de la surface observée et l'image obtenue par la détection des électrons rétrodiffusés est le contraste chimique de la surface. Les microscopes à balayage W LEO 1450VP et FEI Nova NanoSEM 450 sont utilisés pour l'observation en vue de dessus des surfaces des substrats après modification de la morphologie de surface ainsi que l'observation en coupe des interfaces des systèmes revêtus sains et après choc laser.

2.6 Propagation d'un défaut interfacial en régime quasi-statique : essai biaxial coplanaire

2.6.1 Essais de propagation d'un défaut interfacial

Les essais de propagation du délaminage à l'interface céramique/métal soumis à un cisaillement macroscopique sont réalisés à partir de la méthodologie proposée permettant *i)* d'introduire un défaut d'interface de géométrie connue par la technique de choc laser, *ii)* de solliciter le système revêtu sous chargement biaxial variable et *iii)* de mesurer in situ l'évolution du délaminage interfacial et l'état de la couche de céramique. Les éprouvettes utilisées sont plates d'épaisseur 3 mm, Figure 2.11.

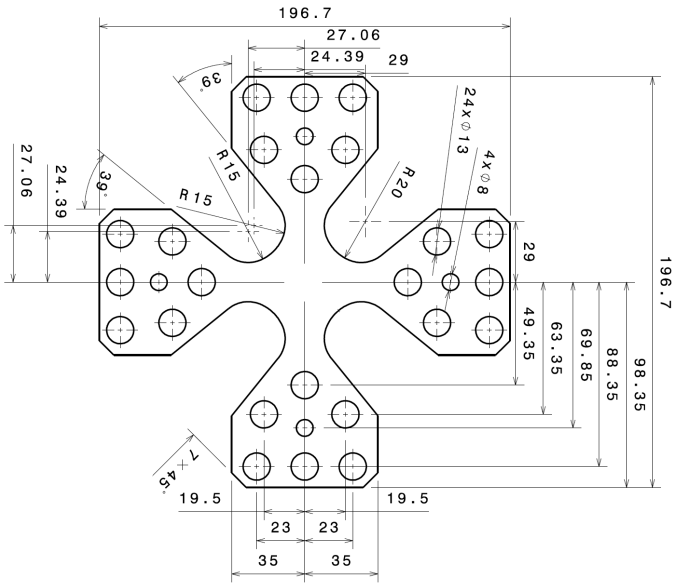
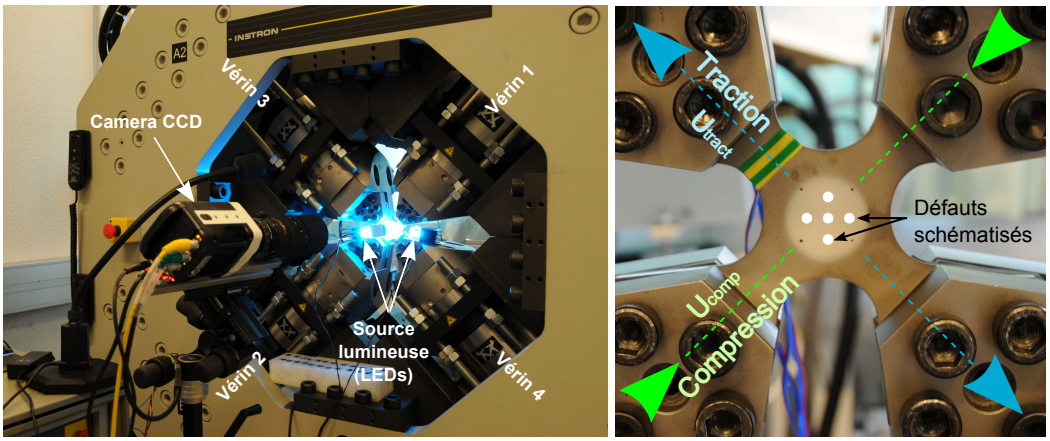


FIGURE 2.11 – Plan de définition de l'éprouvette cruciforme plate

Elles sont revêtues selon la procédure de projection du paragraphe 2.3.4. Une fois l'éprouvette revêtue, des défauts d'interface sont introduits grâce à la technique de choc laser qui fait l'objet du paragraphe précédent. Les tirs laser sont confinés avec de l'eau. Le nombre des défauts par éprouvette est variable : 1, 4 ou 5 selon l'essai mis en place. Une fois les défauts d'interface introduits, l'éprouvette revêtue est sollicitée grâce à la machine de fatigue biaxiale coplanaire du Centre de Matériaux, Figure 2.12a. Cette machine se compose de quatre vérins hydrauliques de capacité 100 kN. Le pilotage des vérins peut s'effectuer selon deux modes. Le premier mode pilote les 4 vérins de manière indépendante. Le second mode permet de coupler le déplacement des deux vérins d'un même axe. Le second mode est utilisé pour l'étude. Tous les chargements sont monotones par palier : un palier de 20 s à chargement constant suivi d'une rampe de 10 s. Le cisaillement macroscopique est introduit par la combinaison d'un chargement en traction et en compression. L'un des axes de sollicitation est défini comme axe de traction où le déplacement vérin est désigné par U_{tract}, Figure 2.12b, le second axe est défini comme axe de compression où le déplacement vérin est désigné par U_{comp}. Le taux de biaxialité est défini comme le rapport des déplacements des vérins :



(a) (b)

FIGURE 2.12 – (a) Vue d'ensemble de la machine biaxiale coplanaire (b) Eprouvette revêtue préfissurée par choc laser montée sur la machine

$$\rho = \frac{U_{tract}}{U_{comp}} \tag{2.1}$$

Trois taux de biaxialité ont été étudiés :

- $\rho = -1$: L'éprouvette est soumise à un chargement de type traction/compression. Le même déplacement en valeur absolue est imposé selon les deux axes de sollicitation ;
- $\rho = -0,5$: Le déplacement imposé selon l'axe de traction vaut la moitié du déplacement imposé selon l'axe de compression ;
- $\rho = -0,1$: Une charge de 1 kN est maintenue selon l'axe de traction et un déplacement négatif est imposé selon l'axe de compression.

Tous les essais sont pilotés en déplacement sauf dans le cas $\rho = -0,1$ où l'un des axes subit un maintien en charge. Des capteurs de déplacement LVDT (Linear Variable Differential Transformer) pilotent le déplacement des vérins. Par convention, seule la vitesse de l'axe de traction varie avec le taux de biaxialité. La vitesse des rampes selon l'axe de compression est de 2 µm/s. Le déplacement U_{comp} est choisi comme référence pour l'analyse des essais. Une rosette de trois jauges de déformation est collée au centre de l'éprouvette du côté non revêtu de l'éprouvette et restitue les valeurs des déformations selon les axes de sollicitation et selon la première bissectrice. Les données du constructeur indiquent que le centre de l'éprouvette reste fixe dans un cercle de 5 µm de rayon. Les essais sont effectués à température ambiante. Tous les essais sont suivis à l'aide d'une caméra optique sauf un où la propagation du délaminage et de l'état de la couche a été suivi grâce à un système de deux caméras optiques permettant une analyse des résultats expérimentaux par stéréo-corrélation d'images.

2.6.1.1 Suivi par caméra optique

Le suivi par caméra optique est utilisé pour les éprouvettes où plusieurs défauts sont introduits (4 ou 5). Une caméra CCD est focalisée sur l'ensemble du revêtement de l'éprouvette pour suivre la propagation de tous les défauts. La caméra utilisée est équipée d'un capteur CMOS de résolution 1280 × 848

pixels, codage 12 bit et d'un téléobjectif AF micro Nikkor 200 mm F/4D-ED. La fréquence d'acquisition est de 1 image par seconde car la propagation du délaminage est relativement lente. La caméra est inclinée à 45° pour que les axes de sollicitation correspondent à l'horizontale et la verticale de l'image comme illustré en figure 2.12a. Comme précisé dans le paragraphe 2.5.1.1, la zone délaminée apparait plus claire que l'interface saine par observation optique. Sans éclairage la différence de niveaux de gris entre la zone délaminée et la zone saine reste trop faible pour une bonne analyse. Une source lumineuse (LEDs) est donc utilisée pour améliorer la détection de la zone délaminée. L'éclairage présente un second intérêt : il permet de mettre en valeur la rugosité de surface du dépôt en vue de l'analyse par corrélation d'images.

2.6.1.2 Suivi par système de deux caméras optiques

Le suivi par système de deux caméras optiques a pour but d'observer la propagation d'un unique défaut d'interface. Ce type de suivi permet avant tout de déterminer le déplacement hors plan de la couche de céramique. La configuration des caméras est illustrée en figure 2.13.

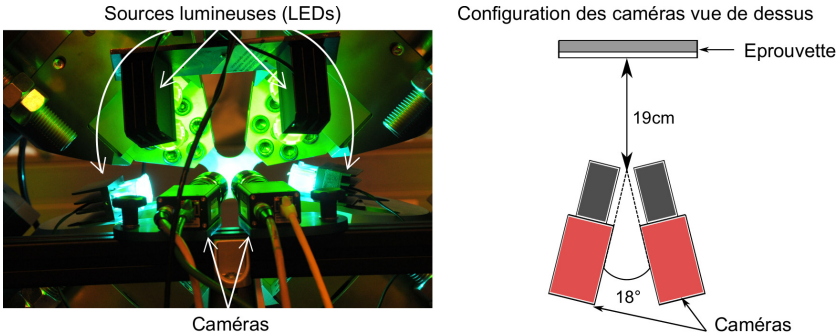


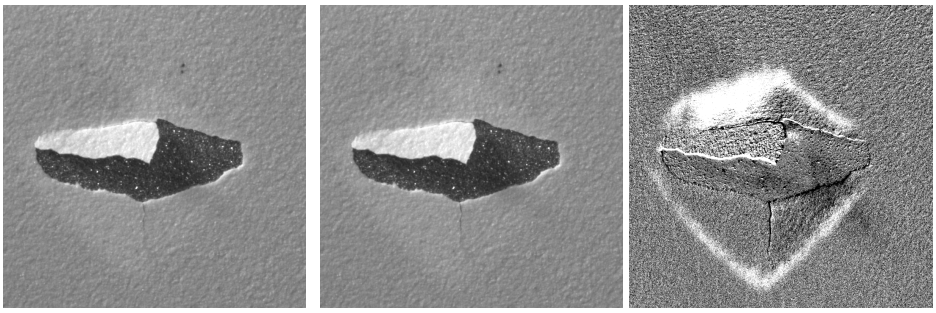
FIGURE 2.13 – Mise en place du suivi de la propagation du délaminage par un système de deux caméras nécessaire à l'analyse par stéréo-corrélation d'images

Les deux caméras utilisées sont identiques et forment un angle 18° et sont placées à une distance de travail de 19 cm. Cette configuration permet de détecter une variation de déplacement hors plan de l'ordre du micromètre. Ces caméras sont équipées d'un capteur CMOS de 4,2 Megapixels de résolution, codage 12 bit et d'un objectif SCHNEIDER Xenoplan 2.8/50. Lors de la mise en place de l'essai, l'étape de calibration des caméras doit être effectuée avec soin car elle est déterminante pour la qualité des résultats de stéréo-corrélation d'images. Les images sont acquises avec le logiciel Vic-Snap et l'analyse est effectuée à l'aide de Vic-3D^{TM}. Tout comme dans le cas du suivi avec une caméra, une source lumineuse LEDs est utilisée, d'une part, pour améliorer le contraste entre interface saine et interface délaminée et d'autre part, pour faire apparaitre la rugosité de surface du dépôt essentielle à une bonne stéréo-corrélation d'images.

2.6.2 Méthodes d'analyse des résultats des essais quasi-statiques

2.6.2.1 Caractérisation de la zone délaminée

L'évolution de la zone délaminée est déterminée à partir de la mesure de ses longueurs caractéristiques. L'éclairage utilisé pour les deux méthodes de suivi optique ne permet pas la détermination des



(a) (b) (c)

FIGURE 2.14 – (a) Image brute A à l'instant t, (b) image brute B à l'instant $t+1$ et (c) résultat de la soustraction de B – A

dimensions caractéristiques à partir des images brutes. Les images doivent donc être traitées, à l'aide du logiciel ImageJ, avant analyse. L'outil de soustraction d'images est utilisé puis les contrastes sont amplifiés pour mettre en valeur la zone délaminée. Un exemple est donné en figure 2.14. L'image A prise à l'instant t, Figure2.14a, est soustraite de l'image B prise à l'instant $t+1$, Figure2.14b. Le résultat de la soustraction, Figure 2.14c, permet de mettre en valeur les contours de zone délaminée de l'image B et donc d'effectuer la mesure des dimensions caractéristiques. Dans certains cas, lorsque la propagation est trop faible, la soustraction d'images ne permet pas de mettre en valeur les contours de la zone délaminée, seuls les contrastes des images sont alors amplifiés. Toutes les mesures sont effectuées manuellement.

2.6.2.2 Corrélation d'images

Deux techniques de corrélation d'images sont utilisées dans cette étude : la corrélation d'images dans le plan à l'aide du logiciel Correli®, développé au LMT Cachan [Hild et Roux, 2006] et la stéréo-corrélation d'images à l'aide du logiciel Vic-3D™. La corrélation d'images est une méthode optique sans contact permettant d'obtenir le champ de déplacement relatif entre deux images par repérage de motifs semblables, une image « référence » et une image « déformée ». Une région d'intérêt dans l'image doit être définie par l'utilisateur et subdivisée en zones d'intérêt dont la taille est aussi définie par l'utilisateur. La détermination des déplacements et des déformations est ensuite effectuée à partir des zones d'intérêt. La seconde technique permet de restituer une surface 3D à partir de deux images 2D focalisées sur une même zone et prise simultanément sous deux angles différents, grâce à la technique de triangulation [Orteu, 2009]. Le principe de triangulation permet de retrouver la position d'un point physique P à partir de ses projections $P1$ et $P2$ sur les images des deux caméras $C1$ et $C2$, Figure 2.15.

Les deux techniques donnent de bons résultats lorsque les images analysées sont fortement contrastées et présentent une texture aléatoire. Un mouchetis est le plus souvent nécessaire pour obtenir des champs de déplacement convenables. Dans le cadre de l'étude de la propagation du délaminage, la présence d'un mouchetis rendrait l'analyse de la propagation délicate. D'autre part, des résultats montrent que la rugosité du dépôt révélée par l'éclairage rasant suffit pour obtenir des champs de déplacement satisfaisants. La rugosité de surface du dépôt est donc utilisée comme mouchetis pour la corrélation d'images.

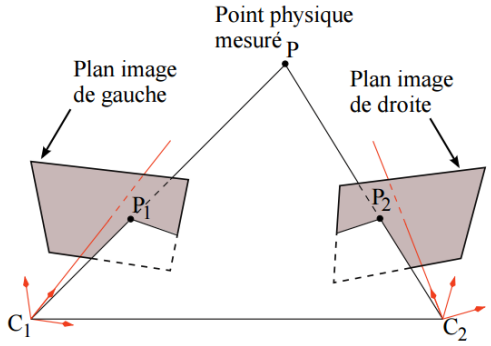


FIGURE 2.15 – Schéma de principe de la triangulation dans l'espace [Wehbe, 2010]

Conclusion

Ces travaux de thèse s'appuient sur un ensemble de dispositifs présents au Centre des Matériaux et de procédures qui ont été présentés dans ce chapitre. Certaines de ces procédures ont été développées spécialement pour répondre aux deux objectifs fixés. Dans le cas de l'analyse de l'influence de la morphologie d'interface sur les dimensions caractéristiques des défauts, un travail préalable sur l'élaboration des systèmes revêtus a permis d'aboutir à une procédure finale. Les méthodes mises en place pour la caractérisation des défauts d'interface sont fortement inspirées des travaux de Fabre qui s'est attaché à utiliser des techniques d'observation non destructives variées et originales [Fabre, 2013]. L'observation par thermographie infrarouge est une valeur ajoutée pour les présents travaux de thèse. Dans le cas de l'analyse de la propagation du délaminage interfacial c'est une méthodologie globale contenant plusieurs procédures intermédiaires qui a due être pensée :

1. Préparation de la surface des éprouvettes cruciformes
2. Revêtement des éprouvettes cruciformes par voie plasma
3. Mesure de l'épaisseur des dépôts
4. Introduction des défauts d'interface avec le dispositif LASAT
5. Mesure des dimensions caractéristiques des défauts d'interface
6. Instrumentalisation de l'éprouvette
7. Mise en place de l'essai biaxial coplanaire

Chaque procédure intermédiaire développée pour les besoins de la méthodologie doit être validée pour que l'essai de propagation d'un défaut interfacial soit satisfaisant. De plus, la technique de stéréo-corrélation d'images permet d'accéder à la déformation hors plan de la couche de céramique et donc d'enrichir notablement l'analyse.

Chapitre

3 Introduction d'un défaut interfacial calibré par choc laser

Introduction

Grâce à la propagation d'une onde de choc, la technique de choc laser permet de solliciter un matériau en régime de dynamique rapide (pour des vitesses de déformation de l'ordre de $10^6\,\mathrm{s}^{-1}$ [Cuq-Lelandais, 2010]). Dans le cas des systèmes revêtus par projection thermique, la propagation d'une onde de choc conduit généralement à l'endommagement de l'interface lorsque l'intensité de l'onde est suffisamment élevée. A partir d'une tache focale circulaire, une zone délaminée également circulaire entre les deux matériaux peut ainsi être générée.

De récentes études effectuées sur différents systèmes revêtus industriels ont permis de développer deux approches d'un essai d'adhérence à partir de la technique de choc laser : l'essai LASAT (LAser Adhesion Test) [Berthe *et al.*, 2004, Guipont *et al.*, 2010] et l'essai LASAT-2D qui est plutôt dédié au revêtement de céramique de type barrière thermique [Fabre *et al.*, 2012, Bégué *et al.*, 2013]. Ces deux essais se distinguent par deux régimes de propagation d'onde qui sont définis par le rapport d'aspect géométrique $R_g = L/D_{foc}$ lorsque le tir laser effectué sur un système revêtu d'épaisseur L avec un diamètre de tache focale D_{foc}. Dans le cas de l'essai LASAT-2D, $L/D_{foc} > 0,65$, les résultats expérimentaux mettent en évidence l'augmentation de la taille de zone délaminée résultante avec le flux laser lorsque le diamètre de tache focale est fixe [Cuq-Lelandais, 2010, Fabre, 2013].

Dans le cadre de la présente étude, la technique de choc laser est utilisée comme « générateur » de défauts calibrés et localisés à l'interface du système revêtu. La méthode mise en place au cours de ces travaux de thèse s'inspirent des travaux effectués sur l'essai d'adhérence LASAT-2D [Fabre, 2013]. Les défauts d'interface introduits par choc laser sont ensuite utilisés comme états initiaux pour l'analyse de la propagation d'un défaut d'interface en régime quasi-statique menée dans le chapitre 4. Il est donc indispensable d'approfondir la caractérisation du défaut d'interface résultant d'un choc laser.

La première étape vers la maîtrise du défaut est la bonne connaissance de la morphologie de l'interface où le défaut est introduit. En effet, la morphologie d'interface est un paramètre prépondérant de l'adhérence d'un dépôt de céramique sur un substrat métallique et influence la géométrie du défaut introduit [Fabre, 2013]. Pour analyser ce paramètre, des morphologies de surfaces variées sont élabo-

rées à partir de différents procédés de préparation de surface, d'usinage et d'oxydation des surfaces. La caractérisation des systèmes revêtus d'alumine pure de l'étude fait donc l'objet de la première partie de ce chapitre. Tout au long du document, nous désignerons les échantillons par une référence associant le numéro d'échantillon au procédé de traitement de surface utilisé par un acronyme reporté dans le tableau 3.1. D'autre part, le système revêtu issu d'un substrat sablé est défini comme le système de référence dans la mesure où c'est le système que nous avons choisi pour l'ensemble des essais mécaniques.

Table 3.1 – Techniques de modification de surface et leurs nomenclatures

Procédé	Nom
Sablage : projection de particules de corindon	SB
Sablage puis oxydation T = 1050 °C pendant 3 h	SOX
Microbillage : projection de microbilles de verre	MB
Electroérosion par enfonçage	EE

La deuxième étape consiste à maîtriser les dimensions caractéristiques des défauts introduits avec les paramètres laser dans le cas d'un premier système revêtu, en l'occurrence le système de référence SB. Il s'agit de localiser le défaut et de le caractériser à partir de moyens d'observation non destructifs. Puis, l'évolution des caractéristiques des défauts (le délaminage interfacial et le cloquage de la couche de céramique) est étudiée en fonction des paramètres laser. A l'issue de cette analyse, il sera possible de définir une gamme de paramètres laser pour laquelle les dimensions d'un défaut d'interface peuvent être calibrés, utile à l'étude menée dans le chapitre 4.

Une fois que le protocole de caractérisation a été établi pour le système de référence, l'étude est étendue à l'ensemble des systèmes revêtus précisés dans le tableau 3.1. Il s'agit alors de savoir si les caractéristiques morphologiques et microstructurales mises en évidence dans la première partie de ce chapitre ont une influence sur la détection du défaut, sur ses dimensions caractéristiques mais aussi sur sa localisation.

La dernière étape de ce travail vise à mieux comprendre les mécanismes de propagation d'ondes en jeu lorsque le système revêtu subit un impact laser. Le but est d'enrichir l'étude expérimentale grâce à une analyse par éléments finis de la fissuration interfaciale par choc laser à l'aide d'un modèle éléments finis. Des premiers résultats de simulation du délaminage sont établis à partir d'une loi cohésive pour le comportement d'une interface céramique/métal soumis à une sollicitation en régime de dynamique rapide.

3.1 Systèmes revêtus de l'étude

3.1.1 Caractérisation des surfaces des substrats avant projection

3.1.1.1 Démarche adoptée

L'interface d'un système obtenu une fois le revêtement céramique déposé par projection plasma possède une morphologie similaire à la surface du substrat avant projection. En effet, la projection des particules de céramiques liquéfiées par le jet de plasma ne modifie pas la topographie de la surface du substrat contrairement à un procédé de projection comme le Cold Spray [Blochet, 2015]. Il est donc possible d'analyser la rugosité d'interface d'un système revêtu à partir des données topographiques de la surface du substrat avant projection du dépôt. La morphologie d'une surface peut être caractérisée par les paramètres de rugosité de surface ou de profil extrait de la surface selon différentes normes mais aussi par analyse fractale [Siegmann et Brown, 1999]. La présente étude morphologique se limite à l'analyse des paramètres de rugosité de surface et de profil issus des normes ISO 25178 [ISO, 2008] et ISO 4287 [ISO, 1997] respectivement. Les paramètres sont calculés à partir des surfaces acquises par profilométrie 3D et traitées selon la méthode du paragraphe 2.5.1.3. Les normes regroupent des paramètres de hauteur, spatiaux, hybrides ou fonctionnels. Face à cette diversité de paramètres, une sélection des paramètres pertinents pour caractériser les surface s'avère donc indispensable.

Le paramètre souvent utilisé pour caractériser un état de surface est le paramètre de hauteur moyenne arithmétique, Ra [Meier Jackson *et al.*, 2008]. On trouve dans la littérature plusieurs analyses prenant en compte d'autres paramètres de rugosité. Les travaux de Bahbou traitant de l'influence de la morphologie de surface sur l'adhérence d'un dépôt plasma de NiAl ont mis en évidence la forte corrélation entre les mesures d'adhérence du dépôt et le paramètre hybride, la pente moyenne quadratique de la surface, Sdq [Bahbou et Nylén, 2005]. Ce paramètre traduit le caractère plus ou moins abrupt des pics et des vallées d'une surface qui influencent l'ancrage des particules sur les aspérités correspondantes au moment de la solidification et du retrait des particules. Le paramètre hybride d'aire développée, Sdr, qui est la surface curviligne avec la surface de base (surface d'acquisition) s'avère aussi être un paramètre pertinent pour caractériser la surface. Sdr est nul dans le cas d'une surface plane.

D'autre part, l'analyse de l'adhérence des dépôts plasma d'hydroxyapatite à partir des paramètres de rugosité de profil montre que le paramètre de hauteur moyenne arithmétique, Ra, n'est pas suffisant pour décrire un profil de rugosité et caractériser l'adhérence d'un dépôt [Ichikawa *et al.*, 2007]. Afin d'enrichir l'analyse morphologique, le paramètre de longueur d'onde d'un profil RSm, le facteur d'asymétrie du profil de rugosité Rsk et le kurtosis Rku qui qualifie l'étalement de la courbe de distribution des profondeurs issus de la norme sont utilisés. Les paramètres Rsk et Rku calculés pour un profil de rugosité sont aussi calculés pour une surface et sont nommés respectivement Ssk et Sku, annexe A. Le kurtosis est aussi un paramètre pertinent pour caractériser la mouillabilité d'une particule sur une surface [Chandra et Fauchais, 2009, Cedelle *et al.*, 2006] (le phénomène de mouillage est explicité dans le paragraphe 1.1.2.1 des éléments bibliographiques).

A la lumière de la littérature, les paramètres de hauteur Sq, Sku et Ssk ainsi que les paramètres hybrides Sdr et Sdq semblent appropriés pour une bonne description des surfaces. Les surfaces sont aussi observées par MEB en vue de dessus et une analyse EDS est effectuée pour déterminer la présence

éventuelle de résidus issus des procédés de projection de particules dont les résultats sont en annexe B. Les profils équivalents des surfaces seront de plus établis en s'inspirant des travaux de Ichikawa *et al* [Ichikawa *et al.*, 2007].

3.1.1.2 Surface de référence sablée (SB)

La préparation de surface par sablage permet d'obtenir une surface rugueuse aléatoire comme le montre la surface obtenue par profilométrie 3D, Figure 3.1a. Un profil est extrait arbitrairement sur la surface, Figure 3.1b. Le profil extrait est composé de nombreux pics de faible hauteur et de vallées plus profondes et anguleuses puisque l'amplitude du profil se situe entre −25 µm et 10 µm. L'image de la surface par MEB, réalisée en contraste chimique met en évidence les cratères résultants de l'arrachement de la matière par les particules de corindon, Figure 3.1c. La distance entre pics et creux anguleux semble conditionnée par l'hétérogénéité de la forme des particules abrasives et le caractère aléatoire du procédé de sablage. Le contraste chimique permet aussi de mettre en évidence la présence de résidus de particules de corindon de taille variable, noir sur l'image. La hauteur quadratique moyenne de la surface SB est de 4,47 µm. Le facteur d'asymétrie Ssk est négatif, -1,11, et le kurtosis Sku est de 8,48. La combinaison de ces deux valeurs caractérise une surface en plateau, c'est-à-dire composée de vallées fines et profondes dont les pics de faibles hauteurs sont aussi anguleux. Ce résultat est en accord avec les observations du profil extrait en figure 3.1b.

Symbole	SB
Sq	4,47 µm
Ssk	-1,11
Sku	8,48
Sdr	31,5 %
Sdq	0,86

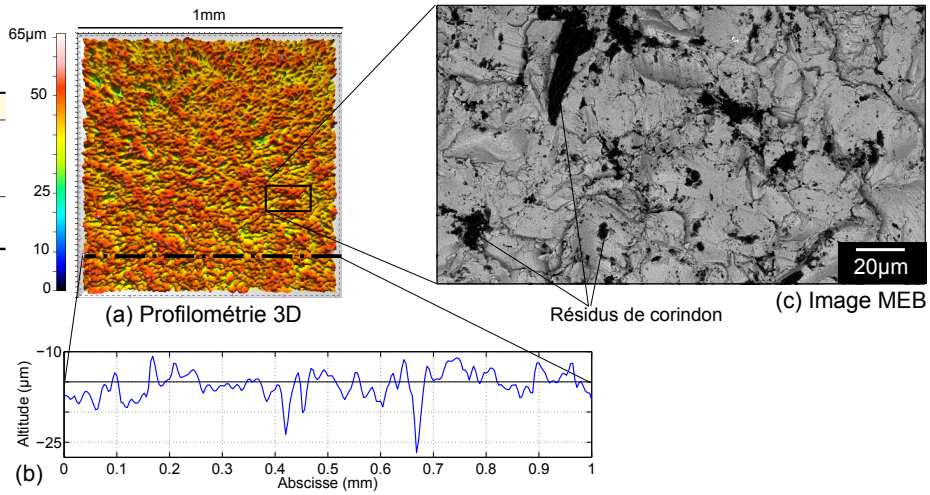


FIGURE 3.1 – Observations de la surface sablée SB (a) par profilométrie 3D, (b) un profil extrait et (c) une image MEB par électrons rétrodiffusés en vue de dessus

3.1.1.3 Surface sablée puis oxydée (SOX)

Après traitement thermique, une couche d'oxyde s'est développée sur l'ensemble de l'échantillon préalablement sablé. La surface obtenue par profilométrie 3D présente des vallées plus larges que la surface de référence, Figure 3.2a. Cette observation est confirmée par le profil extrait aléatoirement qui se compose de vallées et de pics moins anguleuses et plus larges que le profil extrait de la surface SB, Figure 3.2b. L'image MEB obtenue par contraste chimique présente une surface ondulée avec de nombreuses excroissances dues à la formation des cristaux d'oxyde, Figure 3.2c. On note toujours la

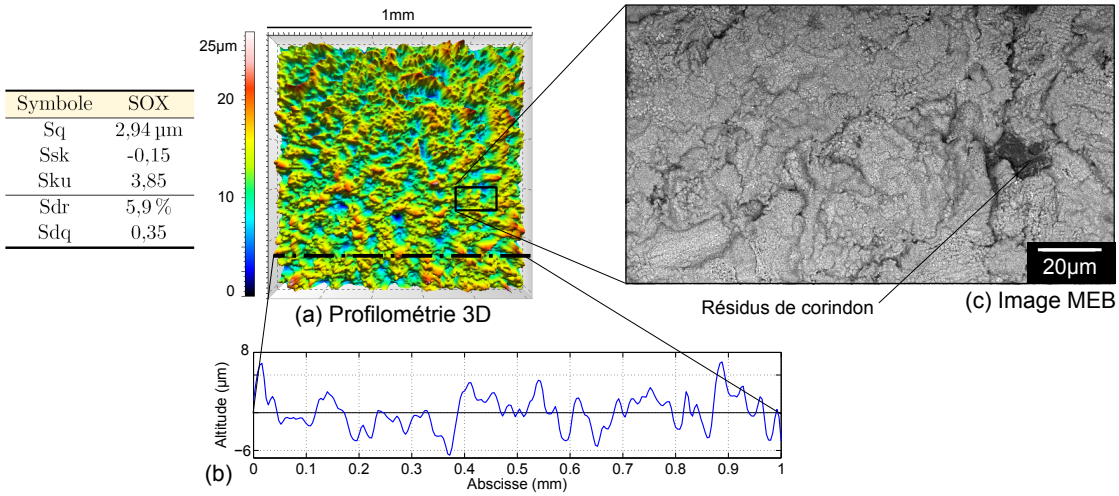


FIGURE 3.2 – Observations de la surface obtenue par sablage puis oxydation SOX (a) par profilométrie 3D, (b) un profil extrait et (c) une image MEB par électrons rétrodiffusés en vue de dessus

présence de résidus de corindon. Les paramètres de rugosité de surface permettent de comparer la surface SOX avec SB. La surface SOX possède des valeurs de hauteur et pente moyennes quadratiques, respectivement de 2,94 µm et 0,35, qui sont plus faibles que les valeurs de la surface sablée SB. La surface SOX est globalement marquée que la surface de référence (hauteur et pente des sommets/vallées). La valeur d'aire développée a aussi fortement diminué avec la croissance de la couche d'oxyde, passant de 31,5 à 5,9 %. Les paramètres Ssk égal à -0,15 et Sku égal à 3,85 indiquent une distribution des pics et des vallées proche de la symétrie. Ainsi en se formant, la couche d'oxyde a « rebouché » les vallées fines et profondes présentes sur la surface initialement sablée. Par conséquent, la surface SOX est moins tortueuse et possède une distribution plus symétrique de pics et de vallées par rapport à la surface rugueuse que la surface SB.

3.1.1.4 Surface microbillée (MB)

La technique de préparation de surface par microbillage (MB) permet d'obtenir une surface aléatoire dont les reliefs sont de plus faibles amplitudes que ceux de la surface sablée. En effet, on note une hauteur moyenne quadratique de 1,04 µm, environ 4 fois plus faible qu'une surface obtenue par sablage où Sq est de 4,47 µm. Avec une aire développée Sdr de 1,83 %, la surface est proche d'une surface plane. La pente moyenne de la surface MB est de 0,19, faible devant celles des surfaces SB et SOX qui sont respectivement de 0,86 et 0,35. On note que les valeurs de kurtosis et de facteur d'asymétrie de la surface MB, respectivement 3,66 et 0,22, sont très proches de celles mesurées pour la surface SOX, Sku est de 3,85 et Ssk de -0,14. La distribution des pics et des vallées est plutôt symétrique, ce qui est en accord avec les observations du profil extrait, Figure 3.3. La surface issue du microbillage est la moins haute par les valeurs de hauteur moyenne quadratique et la plus plane de la série de surfaces étudiées. Ce résultat est cohérent avec les observations de Bahbou dans le cas d'un substrat sablé et d'un substrat microbillé [Bahbou et Nylén, 2004]. L'image MEB réalisée en contraste chimique met en évidence l'empreinte laissée par les microbilles de verre, Figure 3.3c. La matière semble avoir été repoussée et non arrachée comme dans le cas du substrat sablé donnant lieu à des reliefs aux arêtes moins vives que

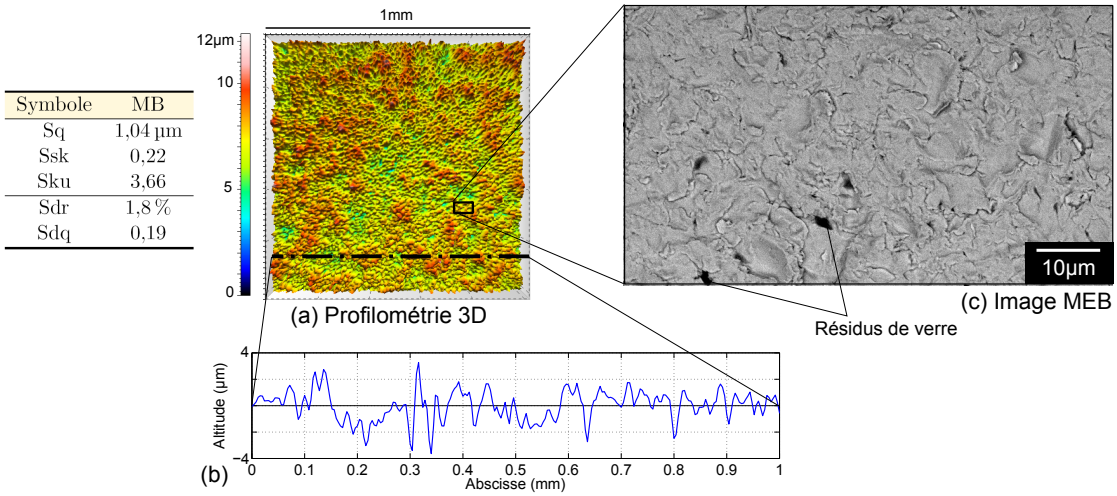


FIGURE 3.3 – Observations de la surface obtenue par microbillage MB (a) par profilométrie 3D, (b) un profil extrait et (c) une image MEB par électrons rétrodiffusés en vue de dessus

dans le cas de la surface SB. Des résidus de microbilles de verre sont détectés à la surface MB.

3.1.1.5 Surface modifiée par électroérosion (EE)

La technique d'électroérosion par enfonçage (EE) permet d'élaborer une surface dont les amplitudes caractéristiques sont bien plus importantes que les trois premières surfaces. Des zones planes de plus de 100 µm sont mises en évidence par le profil extrait de la surface présentée en figure 3.4b. L'image MEB par électrons secondaires est prise à la même échelle que la surface obtenue par profilométrie 3D afin d'avoir une zone d'observation représentative des motifs de la surface, Figure 3.4c. La décharge électrique envoyée liquéfie la surface du substrat et en se resolidifiant, le superalliage forme des cratères dont la surface est lisse [Lee et Tai, 2003]. Des résidus sphériques de matière resolidifiées de l'ordre de 30 µm se sont aussi formées. Les paramètres de rugosité de surfaces montrent une grande différence

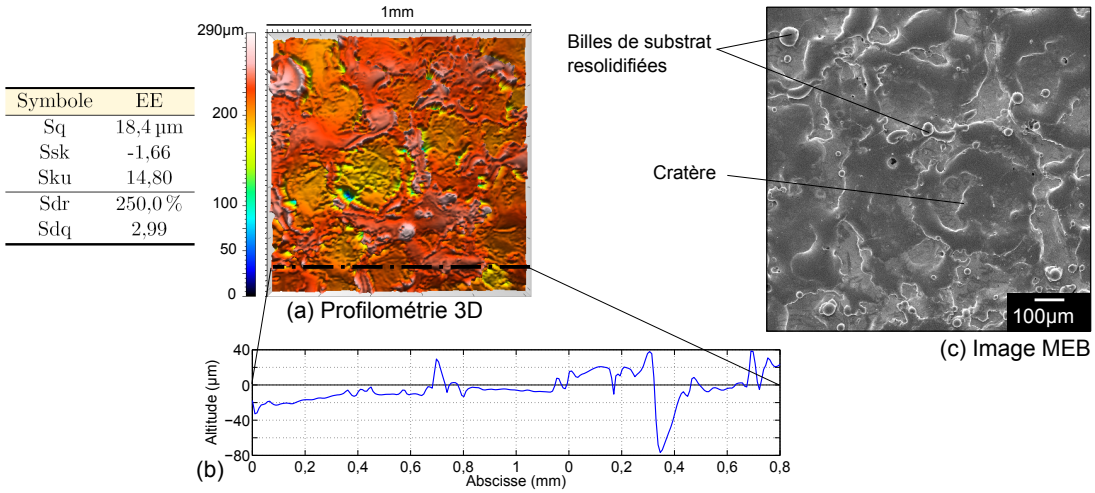


FIGURE 3.4 – Observations de la surface obtenue par électroérosion par enfonçage EE (a) par profilométrie 3D, (b) un profil extrait et (c) une image MEB par électrons secondaires en vue de dessus

entre la surface EE et les trois autres surfaces. On note un facteur 4 entre les valeurs de hauteur moyenne pour SB et EE, respectivement 4,47 µm et 18,4 µm. Le paramètre de pente moyenne pour l'échantillon EE, Sdq = 2,99, est aussi 3 fois plus important que pour la surface SB, 0,86. On relève une valeur d'aire développée de 250 % ce qui caractérise une surface très complexe. De plus, avec un paramètre Ssk égal à -1,66 et un paramètre Sku de 14,8, on peut dire que la surface électroérodée est fortement asymétrique en plateau, composée de vallées profondes et fines, en cohérence avec le profil extrait. Les différences d'échelles rendent difficile la comparaison entre cette surface et le reste de la série.

3.1.1.6 Profils de rugosité équivalents

L'analyse des paramètres de rugosité de surface a permis de dégager des caractéristiques topographiques des surfaces de l'étude et de les comparer. Ce paragraphe a pour but de compléter cette analyse avec la construction d'un profil équivalent pour les surfaces en s'inspirant des travaux de Ichikawa *et al.* Un profil de rugosité brut est composé d'une série d'éléments formés par des pics et vallées. D'après la norme ISO 4287 [ISO, 1997], un élément de profil est délimité par deux passages à zéro montant du profil de longueur RSi et de hauteur Rci, Figure 3.5.

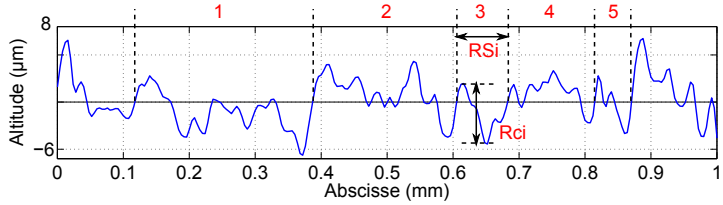


FIGURE 3.5 – Schéma de définition d'un élément de profil de rugosité caractérisé par sa hauteur Rci et sa largeur RSi

La hauteur moyenne du profil R_c et la largeur moyenne du profil par RSm sont définies par les expressions suivantes :

$$Rc = \frac{1}{m}\sum_{i=1}^{m} Rc_i, \tag{3.1}$$

$$RSm = \frac{1}{m}\sum_{i=1}^{m} RS_i \tag{3.2}$$

Le profil de rugosité équivalent est construit à partir des dimensions caractéristiques de l'élément moyen : sa longueur moyenne, RSm, ainsi que sa hauteur moyenne Rc. Pour chaque surface étudiée, 8 profils d'une longueur de 8 mm sont extraits pour obtenir une bonne représentativité de l'élément de profil. Le profil équivalent est comparé à une particule de poudre du dépôt moyenne. La particule de poudre d'alumine est donc représentée par un disque de diamètre 13,5 µm qui est la valeur de la granulométrie moyenne et associée aux profils équivalents en figure 3.6. Tous les profils sont à la même échelle. Afin d'améliorer la représentation graphique, on utilise le paramètre Sku pour définir la forme d'onde : pour Sku proche de 3, le profil est schématisé par une sinusoïde et lorsque Sku est supérieur à 3, le profil est schématisé par un profil triangulaire.

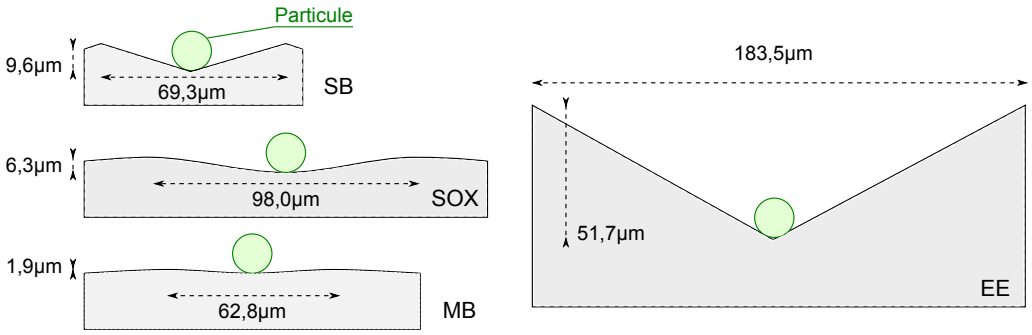


FIGURE 3.6 – Schémas des profils de rugosité équivalents pour les quatre surfaces

Les profils équivalents varient avec le procédé de modification de surface utilisé. Le profil SOX de largeur moyenne RSm = 98 µm et de hauteur moyenne Rc = 6,3 µm est plus « étalé » et moins haut que le profil SB dont RSm = 69,3 µm et Rc = 9,6 µm. Ce résultat est cohérent avec les observations du paragraphe 3.1.1.3. D'autre part, les profils équivalents des surfaces SB et MB ont même longueur caractéristique mais leurs amplitudes varient d'un facteur 5. Ainsi, la pente des profils équivalents est décroissante dans l'ordre suivant : SB, SOX et MB, en accord avec l'évolution du paramètre de pente moyenne, Sdq. Lorsque l'on compare les dimensions de la particule d'alumine utilisée pour le dépôt (c.f. référence de la poudre paragraphe 2.1.2) avec celles du profil MB, il semble que la particule ne « voit » pas les variations du profil. Ainsi, le relief peu développé de la surface microbillée entraînera probablement un faible ancrage mécanique des particules de céramique au substrat. Dans les cas SOX et SB, les dimensions caractéristiques des profils sont de l'ordre de grandeur de la granulométrie de la poudre d'alumine. La pente de ces deux profils est plus importante que pour le profil équivalent MB. Ces surfaces semblent avoir une topographie plus favorable à l'ancrage mécanique de la particule de céramique que la surface MB. Le profil équivalent de la surface EE possède des dimensions caractéristiques bien plus importantes que le reste des profils. Il est donc difficile de comparer le profil EE avec les autres profils. De plus, le diamètre de la particule d'alumine est faible devant les dimensions caractéristiques du profil équivalent EE. Ainsi, au moment du refroidissement du dépôt, les particules se rétracteront le plus souvent sur une zone plane, correspondant aux cratères de la surface, ce qui conduira probablement à un faible ancrage de la particule au substrat électroérodé.

3.1.2 Caractérisation des systèmes revêtus

Les surfaces étudiées dans la partie précédente ont été revêtues d'une couche d'alumine pure par projection plasma selon la procédure décrite au paragraphe 2.3. Une fois déposé, aucun revêtement n'a écaillé au refroidissement. L'analyse des interfaces et des dépôts résultants de la projection de la couche d'alumine est effectuée à partir des observation par MEB des coupes métallographiques préparées selon la méthode décrite en paragraphe 2.5.2.

3.1.2.1 Observation des interfaces

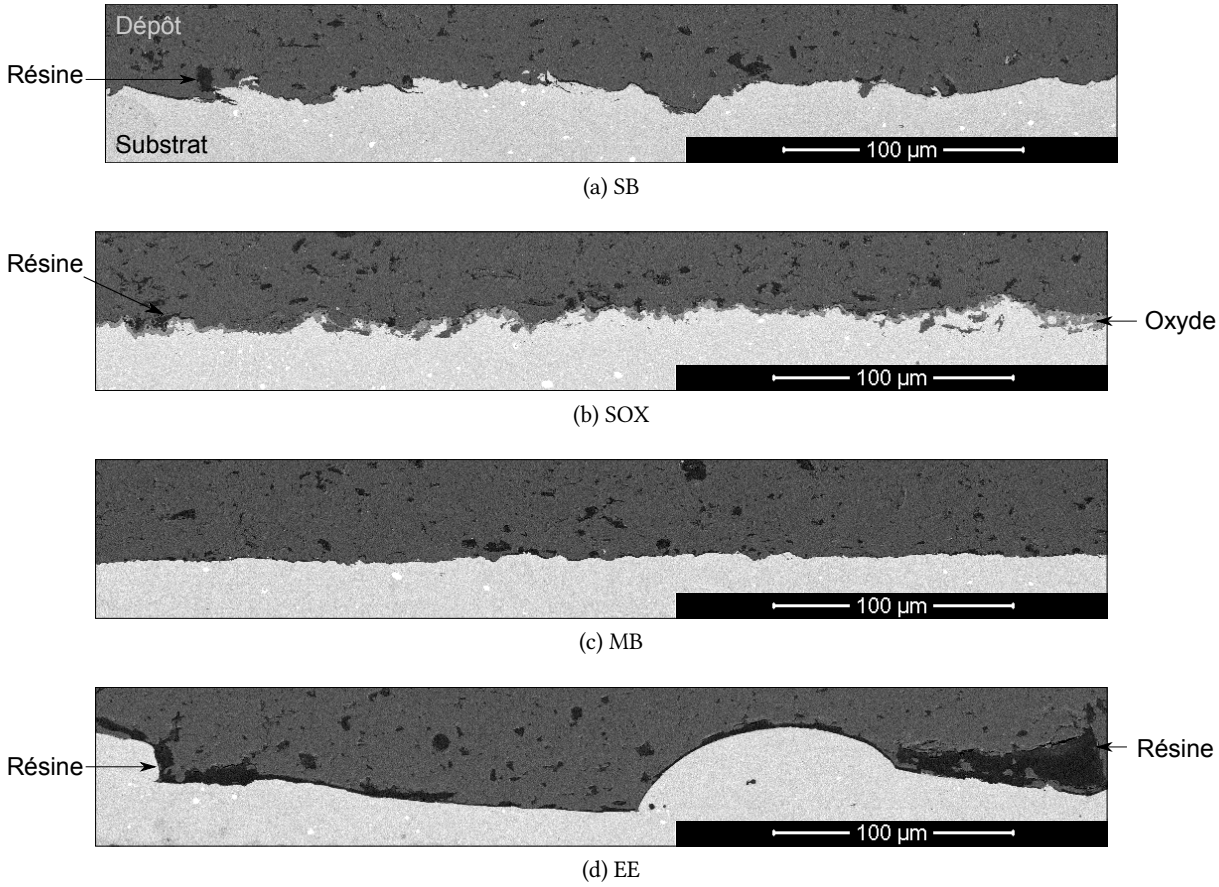


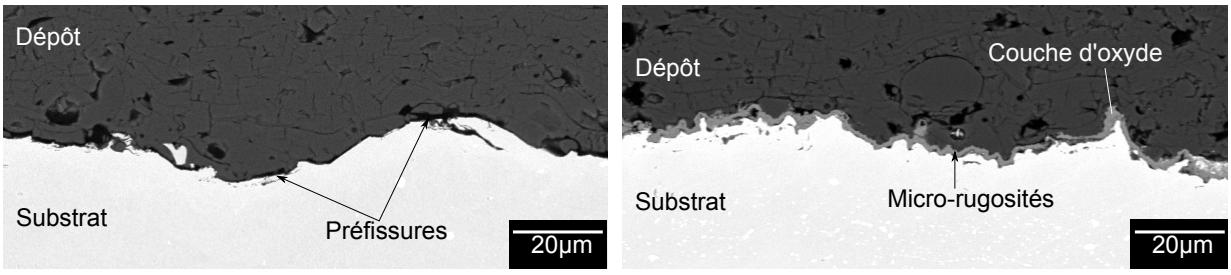
FIGURE 3.7 – Vues en coupe par MEB des quatre systèmes revêtus dont la surface du substrat est modifiée par (a) sablage, (b) sablage puis oxydation, (c) microbillage et (d) électroérosion par enfonçage

Dans le cas des interfaces SB, Figure 3.7a, SOX, Figure 3.7b, et MB, Figure 3.7c, on note que des zones de moins de 10 µm de longueur sont observées remplies de résine entre la surface du substrat et la céramique, indiquant l'absence locale d'alumine. Ces zones non adhérentes sont le résultat d'un mauvais étalement, d'une mauvaise adhésion locale des particules d'alumine lors de la projection du dépôt. Dans le cas EE, les zones remplies sont de l'ordre de 100 µm, Figure 3.7d. Elles correspondent aux parties lisses des cratères obtenus après électroérosion observé en figure 3.4. Le dépôt n'a donc pas adhéré aux parties les plus lisses et les plus étendues de la surface électroérodée. Ce résultat confirme l'hypothèse du faible ancrage mécanique du dépôt à la surface électroérodée émise à partir des profils

équivalents avant projection. Pour tous les systèmes revêtus, on note la présence de taches blanches au sein des substrats qui correspondent à des précipités de tungstène d'après l'analyse EDS.

Le choix d'une échelle identique permet de mettre en évidence les variations des dimensions entre les différentes interfaces. On note tout d'abord une décroissance de la hauteur maximale du profil de l'interface dans l'ordre suivant : EE, SB, SOX et MB, cohérente avec les valeurs du paramètre de hauteur moyenne quadratique Sq déterminées avant projection. La coupe métallographique montre que l'interface MB est proche d'un plan, en accord avec l'analyse du paramètre d'aire développée, Sdr de la surface des substrats. L'interface SB est composée de pics et de vallées anguleux alors que les interfaces SOX et MB sont composées de pics et de vallées plus émoussés, en accord avec les valeurs du kurtosis commentées dans la partie précédente.

Les morphologies des différentes interfaces observées sont donc cohérentes avec les descriptions faites des surfaces associées. Ainsi les paramètres de hauteur Sq, Ssk, Sku et les paramètres hybrides Sdr, Sdq sélectionnés pour la descriptions des surfaces des substrats avant projection reflètent bien la morphologie des interfaces obtenues.



(a) SB (b) SOX

FIGURE 3.8 – Vues en coupe par MEB des systèmes revêtus (a) SB et (b) SOX

L'image MEB de l'interface SB à plus fort grossissement permet de mettre en évidence le bon contact entre la surface du superalliage base cobalt et la couche d'alumine, Figure 3.8a. On note aussi la présence de zones de très faible hauteur remplies de résine à l'interface du substrat et du revêtement, non visible en figure 3.7a. Dans le cas du système revêtu SOX, l'image MEB montre que la couche d'oxyde est toujours adhérente au superalliage après projection du dépôt et que les particules d'alumine ont bien pénétré dans les aspérités de la morphologie de surface de la couche d'oxyde, Figure 3.8b. La couche d'oxyde présente une épaisseur moyenne de 1,4 µm avec un écart type de 1,0 µm (épaisseur déterminée à partir de 30 mesures ponctuelles effectués sur 6 images MEB, 5 mesures par image). On note que l'interface SOX se compose de micro-rugosités absentes sur l'interface SB. Les micro-rugosités sont l'image des excroissances de la couche d'oxyde observées en figure 3.2.

3.1.2.2 Caractéristiques microstructurales de la couche d'alumine élaborée

Les dépôts des quatre systèmes revêtus de l'étude sont observés en coupe par MEB. Tous les dépôts présentent les mêmes caractéristiques illustrées en figure 3.9 pour le cas SB. On note la présence de deux types de défauts : des pores et des microfissures. Certaines particules de céramique ont été arrachées parfois lors du polissage. Les pores globulaires sont soit le résultat d'un mauvais empile-

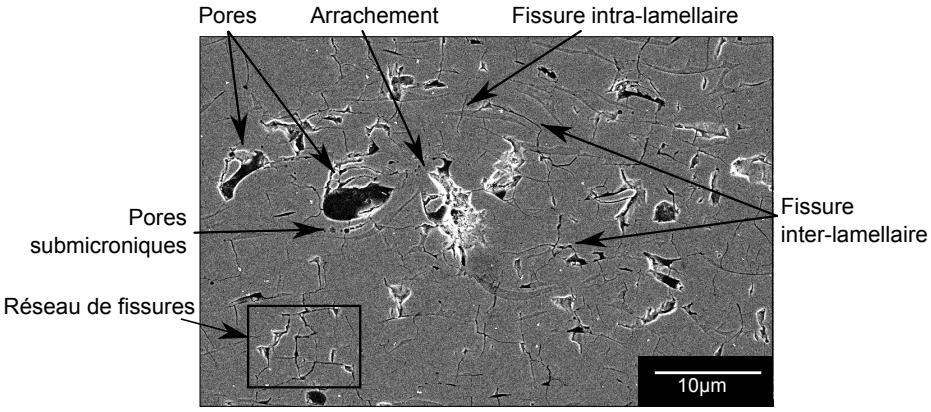


FIGURE 3.9 – Vue en coupe par MEB par électrons rétrodiffusés d'un dépôt d'alumine plasma pour le cas SB

ment des particules liquides lorsqu'ils sont de l'ordre de 10 µm, soit la marque du gaz piégé dans les lamelles lorsqu'ils sont sous forme de pores submicroniques. Une partie des fissures observées suit les courbes des lamelles car ce sont des fissures inter-lamellaires, résultat d'un mauvais contact à l'étalement des particules lors de la projection ou du refroidissement. Le reste des fissures traverse les lamelles. Ces fissures intra-lamellaires apparaissent lors de la solidification rapide des lamelles et du dépôt. Ces caractéristiques sont similaires aux dépôts d'alumine élaborés par Amsellem dans ses travaux [Amsellem, 2008]. Des réseaux de fissures intra- et inter-lamellaires peuvent se former comme le montre la figure 3.9. Quel que soit le système revêtu, l'empilement des lamelles reste très similaire. On ne note pas d'influence de la topographie des surfaces de l'étude sur l'empilement des lamelles.

Conclusion sur les systèmes revêtus de l'étude

L'analyse menée au cour de cette partie a permis la description et la comparaison des différentes morphologies d'interface des systèmes revêtus. Le jeu de paramètres de rugosité de surface retenu semble décrire de façon pertinente les morphologies des surfaces et des interfaces associées. La construction des profils équivalents permet d'approfondir la description et d'émettre des hypothèses quant à l'ancrage mécanique du dépôt sur les différentes surfaces réalisées. Il apparait que les interfaces présentent des caractéristiques variant significativement selon les procédés de modification de surface. Le système revêtu dont le surface est modifiée par électroérosion, EE, se démarque des autres systèmes revêtus avec une morphologie d'interface aux dimensions caractéristiques bien plus élevées que les autres et des préfissures interfaciales de grandes dimensions après projection du dépôt d'alumine. Le système dont la surface du substrat est microbillée, MB, présente la morphologie d'interface la plus lisse où l'ancrage mécanique semble être peu favorisé. Enfin, la croissance de la couche d'oxyde sur un substrat sablé permet d'obtenir une morphologie d'interface, SOX, plus étalée et moins anguleuse que la morphologie issue d'un substrat sablé, SB.

3.2 Caractérisation du défaut d'interface introduit dans le système de référence

3.2.1 Identification des caractéristiques du défaut

3.2.1.1 Localisation de la rupture

La sollicitation des systèmes revêtus céramique/métal par choc laser peut conduire à une rupture le plus souvent localisée à l'interface des deux matériaux [Ichikawa *et al.*, 2007] et/ou dans l'épaisseur de la couche de céramique [Boustie *et al.*, 2002]. Dans le cadre de cette étude, la propagation du délaminage interfacial due à un chargement mécanique est analysée à partir du défaut créé par choc laser dans le chapitre 4. Au préalable, il est indispensable de s'assurer que la rupture est toujours localisée à l'interface pour le système SB. L'état fissuré après choc dans le système revêtu de référence a été observé en coupe transversales pour le cas de dix tirs dont les flux couvrent l'intervalle 0,5 – 3 GW/cm^2. La tache focale choisie est de 2 mm de diamètre. Les échantillons observés ont été préparés selon la procédure décrite dans le paragraphe 2.5.2.

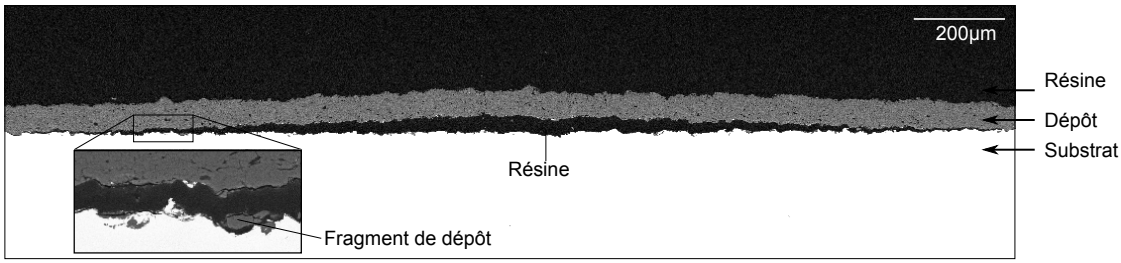


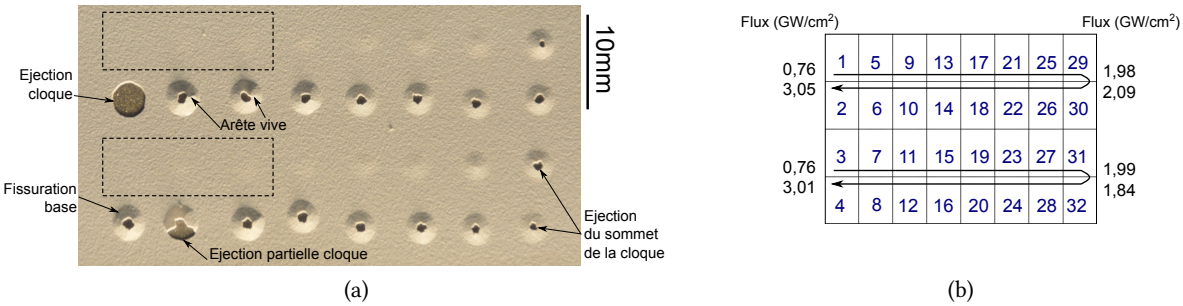
FIGURE 3.10 – Vue en coupe par MEB de la zone délaminée introduite dans le système de référence SB par un tir de tache focale de 2 mm de diamètre

Toutes les coupes observées indiquent une rupture localisée à l'interface comme l'illustre la figure 3.10. Aucune fissure n'est détectée dans le dépôt. Quelques fragments de dépôt restent ancrés au substrat comme le montre le plus fort grossissement de la figure 3.10. On en conclut que pour le système revêtu de référence SB et pour la gamme de flux laser choisie, le défaut introduit par choc laser sera toujours situé à l'interface (l'élaboration est détaillée dans le paragraphe 2.3 du chapitre méthodes). On retrouve ainsi le cas des systèmes revêtus de zircone yttriée EB-PVD [Fabre *et al.*, 2011] ou d'hydroxyapatite [Guipont *et al.*, 2010].

3.2.1.2 Cloquage de la couche de céramique

Après choc laser, une cloque formée par la couche d'alumine est observée à la position de l'impact laser. Cette cloque résulte de la relaxation d'une partie des contraintes résiduelles présentes dans le dépôt. Les contraintes résiduelles sont des contraintes internes issues de plusieurs mécanismes qui apparaissent au moment du refroidissement du dépôt après projection (c.f. chapitre bibliographie, paragraphe 1.1.1). Le cloquage après impact laser est aussi observé dans le cas des revêtements fragiles comme les revêtements de diamant CVD [Ikeda *et al.*, 2006], les revêtement type barrière thermique EB-PVD lorsque le tir est effectué côté substrat [Fabre, 2013] ou côté dépôt [Bégué, 2015].

Une série de 32 tirs effectués sur un même échantillon SB1 a permis d'analyser le phénomène de cloquage. La figure 3.11a présente l'échantillon en vue de dessus après choc éclairé en lumière rasante pour révéler les différentes cloques obtenues après choc laser mais aussi les aspérités de la rugosité de surface du dépôt. La figure 3.11b illustre la numérotation des tirs associée pour l'échantillon SB1. Sur les première et troisième lignes, les tirs sont effectués à flux croissant de gauche à droite. Sur les deuxième et quatrième lignes, les tirs sont effectués à flux croissant de droite à gauche. Les tirs sont effectués avec un diamètre de tache focale fixé à 2 mm. L'épaisseur moyenne du dépôt de l'échantillon est de 78 µm. Les paramètres des tirs sont regroupés en annexes dans le tableau C.2.



(a) (b)

FIGURE 3.11 – (a) Image optique de la surface du dépôt de l'échantillon SB1 avec éclairage rasant et (b) références des tirs laser effectués sur SB1

On constate que la hauteur maximale des cloques est variable. Pour certains tirs, l'éclairage rasant ne révèle aucune cloque. Il apparait que près de la moitié des tirs effectués sur l'échantillon ont conduit à l'écaillage partiel du sommet de la cloque. Cet écaillage est caractérisé par une tache noire plus ou moins circulaire au sommet de la cloque. Le pourtour de la zone écaillée est plus ou moins circulaire et anguleuse. D'autre part, pour les tirs 4, 6, 8, 10 et 12, la cloque est fissurée à la base. On note la présence d'une arête vive sur chacune des cloques. La cloque associée au tir 8 a été à moitié éjectée après choc laser. Enfin, le tir 2 a conduit à l'éjection de la totalité de la cloque. Ainsi, lorsque l'intensité de l'onde de choc augmente, elle provoque l'endommagement de la couche de céramique jusqu'à éjection totale de la cloque.

La technique d'observation en lumière rasante est un outil rapide à mettre en œuvre pour effectuer une première identification de l'état de la couche de céramique sans toutefois permettre de caractériser finement l'état de la cloque. Pour cela, on utilise la profilométrie 3D en s'inpirant des travaux de Fabre dans le cas d'une couche de zircone EB-PVD [Fabre, 2013]. Cette technique, décrite dans le paragraphe des observations non destructives 2.5.1.3, permet d'obtenir les variations d'altitude de la surface du dépôt flambé après choc laser et permet de distinguer les différents états de la couche de céramique.

Détection de flambage faible L'observation en lumière rasante montre que pour les tirs 1, 3, 5, 7, 9 et 11 aucune cloque n'est visible. Les zones correspondantes sont encadrées sur la figure 3.11a. Les résultats des mesures obtenues par profilométrie de ces deux zones sont présentées respectivement en figure 3.12a pour les tirs 1, 5 et 9 et en figure 3.12b pour les tirs 3, 7 et 11.

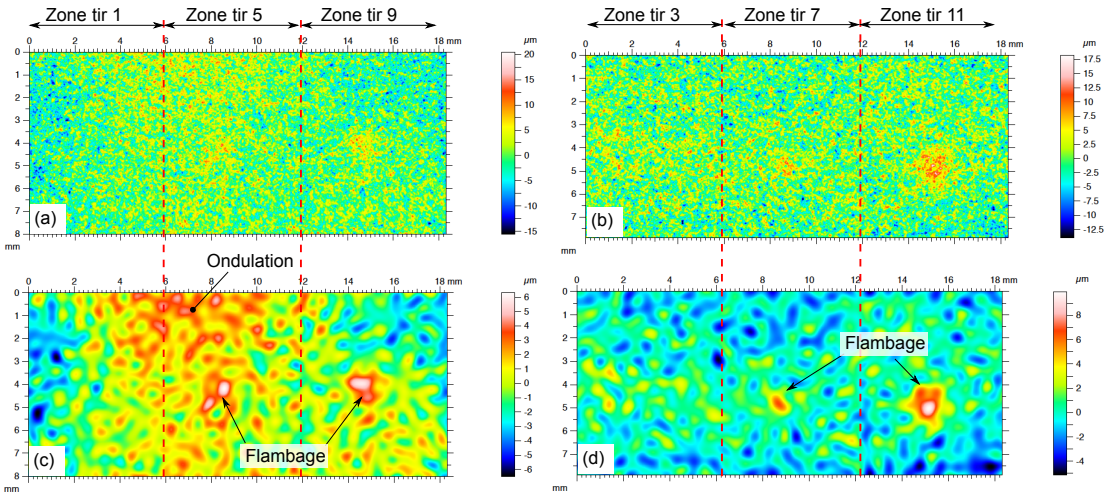


FIGURE 3.12 – Surfaces correspondant aux tirs (a) 1–5–9 et (b) 3–7–11 obtenues par profilométrie 3D ; surfaces correspondant aux tirs (c) 1–5–9 et (d) 3–7–11 après la procédure de filtrage du paragraphe 2.5.1.3

Les zones correspondant aux tirs 1 et 3 mettent en évidence uniquement la rugosité de la surface du dépôt dont la hauteur moyenne quadratique Sq est de 4,5 µm. Ces deux tirs n'ont donc pas conduit au flambage local de la céramique. Pour les tirs 9 et 11, on note une zone dont l'altitude est plus importante qui correspond au flambage de la couche. Il s'avère plus délicat de savoir si les tirs 5 et 7 ont conduit au flambage à cause de la rugosité de surface du dépôt. Pour s'affranchir de la rugosité, les deux surfaces sont filtrées et présentées en figure 3.12c pour les tirs 1, 5 et 9 et 3.12d pour les tirs 3, 7 et 11. Le filtrage est effectué selon la méthode décrite en paragraphe 2.5.1.3. Les surfaces filtrées mettent en évidence des ondulations qui apparaissent en jaune. Deux zones de plus forte amplitude semblent correspondre au flambage de la couche pour les tirs 5 et 7. Il n'est pas aisé de définir une hauteur seuil à partir de laquelle le dépôt d'alumine est considéré comme flambé. En effet, la mesure de la hauteur de la cloque et sa forme est sujette aux irrégularités de la surface du dépôt mis en évidence par le filtrage. On conclut que les tirs 5 et 7 ont conduit au flambage néanmoins aucune hauteur de cloque seuil n'est définie.

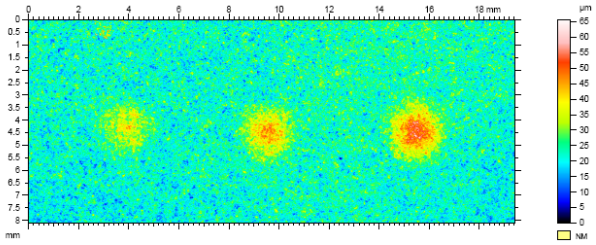
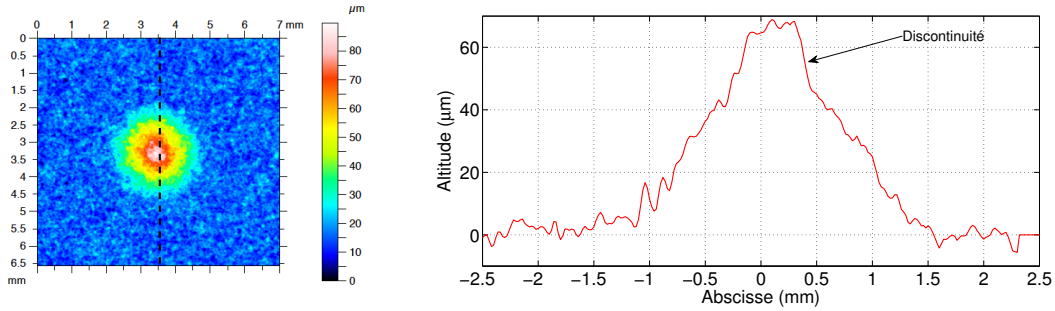


FIGURE 3.13 – Vue de dessus de la surface du dépôt associée aux tirs 17, 21 et 25

Cloques intègres Lorsque la couche de céramique se déforme, elle prend tout d'abord la forme d'une cloque circulaire. Cette cloque est intègre et sa hauteur augmente avec le flux laser, c.f. tirs 13–17–21,

Figure 3.13. La présence de la rugosité du dépôt ne permet pas de distinguer avec précision le contour de la zone flambée.

Cloques fissurées Sur l'échantillon SB1, un tir a conduit à la fissuration de la cloque. Cette fissure n'est pas visible en utilisant la mesure d'altitude sur l'ensemble de la cloque obtenue par profilométrie, Figure 3.14a. En revanche, lorsqu'on extrait le profil selon la ligne pointillée passant par la hauteur maximale de la cloque, on note une discontinuité du profil, Figure 3.14b.



(a) (b)

FIGURE 3.14 – (a) Vue de dessus de la surface du dépôt associée au tir 27 (b) Profil extrait selon la ligne pointillée

Cette discontinuité est observée sur les profils extraits d'autres cloques fissurées. L'observation de la coupe transversale d'une cloque fissurée montre que la discontinuité observée sur le profil est une marche entre les deux parties de la cloque, Figure 3.15.

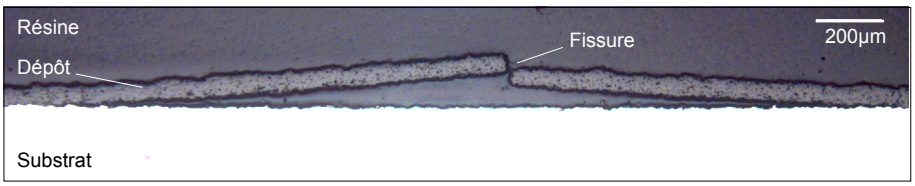
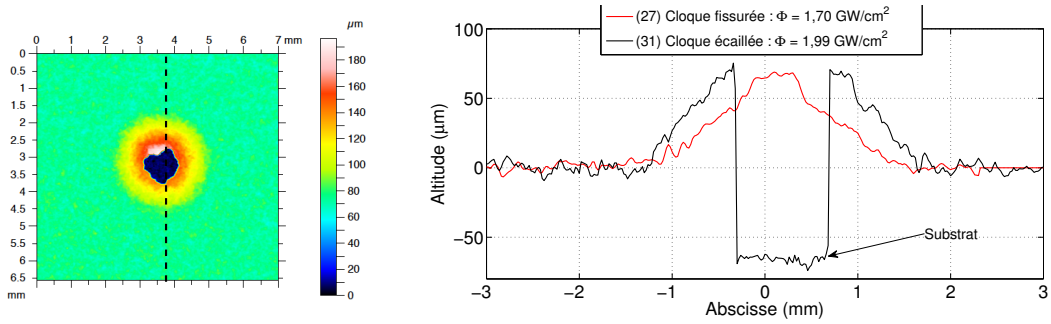


FIGURE 3.15 – Vue en coupe par microscopie optique d'une cloque fissurée (Echantillon SB4)

Cloques écaillées Certains tirs ont conduit à l'écaillage partiel voire total de la cloque formée par la couche comme l'a montré la figure 3.11. La figure 3.16a présente une vue de dessus de la surface de la cloque obtenue par profilométrie optique. Si on extrait le profil de la cloque écaillée selon la ligne pointillée verticale de la figure 3.16a et que l'on superpose ce profil au profil obtenu pour la cloque fissurée, Figure 3.14b, on constate que la couche de céramique est plus déformée après écaillage qu'après fissuration, Figure 3.16b. Ceci provient peut-être d'une relaxation plus importante des contraintes résiduelles dans le cas d'une cloque partiellement écaillée que dans le cas d'une cloque fissurée.

A l'issue de certains impacts laser, une fissure à la base de la cloque formée par la couche de céramique est observée en lumière rasante. Les surfaces obtenues par profilométrie 3D et l'observation en lumière rasante ne permettent pas de détecter avec précision l'apparition d'une fissure à la base de la cloque.

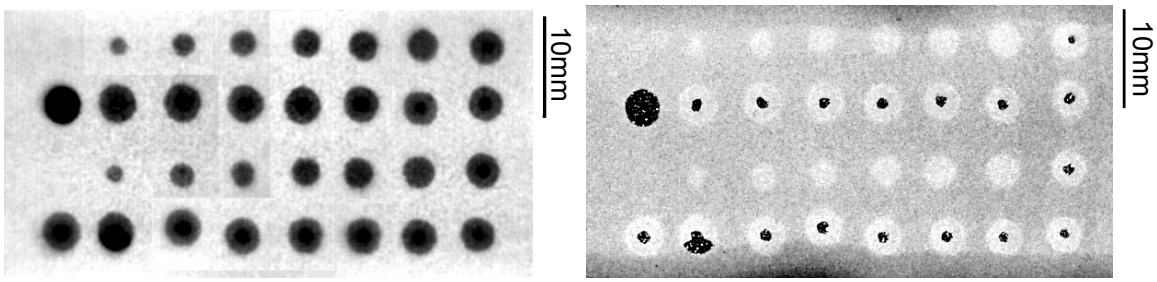


(a) (b)

FIGURE 3.16 – (a) Vue de dessus de la surface du dépôt associée au tir 31 (b) Superposition des profils extraits selon la ligne pointillée des cloques issues des tirs 27 et 31

3.2.1.3 Délaminage interfacial

Un défaut d'interface localisé dans un système revêtu type céramique/métal peut être détecté par différentes techniques non destructives comme par exemple l'observation optique [Fabre, 2013], la thermographie infrarouge [Chaki *et al.*, 2011] ou l'émission acoustique [Sezer *et al.*, 2006]. Dans le cadre de cette étude, deux techniques sont utilisées pour l'observation de défauts d'interface : les mesures optiques et par thermographie infrarouge en respectant les procédures décrites en paragraphe 2.5.1 et comparées entre elles. L'étude est effectuée à partir du même échantillon SB1 que le paragraphe précédent. L'image en surface de l'échantillon par thermographie infrarouge est présentée en figure 3.17a et par voie optique en figure 3.17b.



(a) (b)

FIGURE 3.17 – Images de l'échantillon SB1 obtenues (a) par thermographie infrarouge et (b) par observation optique pour 32 tirs laser

Sur les deux images, on observe des taches aux contours circulaires de diamètres variables aux positions des tirs représentant les zones délaminées. Dans le cas de l'image optique, les taches noires de plus faible diamètre se trouvant au centre de certaines taches blanches sont l'image de l'écaillage partiel de la couche. Le disque noir est donc l'image du tir 2 qui a conduit à l'éjection de toute la cloque. Sur chacune des images, on décompte 30 taches pour 32 tirs. Aucune décohésion n'est détectée pour les tirs 1 et 3, et ce quelle que soit la technique d'observation employée. Dans le cas des systèmes barrière thermique EB-PVD, il a été montré que l'absence de tache blanche après tir laser traduit un

système revêtu non endommagé dans la limite de la détection des méthodes employées [Fabre, 2013, Bégué *et al.*, 2013]. Les deux techniques d'observation permettent donc, dans le cas du système revêtu de référence, d'attester de la présence d'une zone délaminée et de déterminer sa taille. Les résultats des mesures obtenus à partir de l'image optique et de l'image thermique de la figure 3.17 sont confrontés, Figure 3.18.

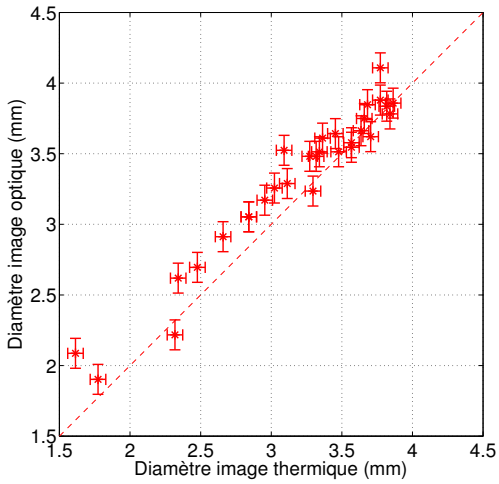


FIGURE 3.18 – Comparaison des diamètres des zones délaminées issus des mesures effectuées sur les images optiques et thermiques (Echantillon SB1)

L'ensemble des points de mesure sont proches de la première bissectrice, avec la majorité des mesures issues de l'image optique supérieure aux mesures issues de l'image thermique de l'échantillon. L'erreur moyenne entre les valeurs des diamètres par méthode optique et thermique est de 5,4 %. Ainsi, à partir de deux phénomènes physique différents (optique et thermique), les techniques d'observation non destructives permettent la mesure de la taille de la zone délaminée. La taille est minorée par la mesure issue de l'image thermique et majorée par la mesure issue de l'image l'optique.

3.2.1.4 Classification des défauts introduits

Les observations du cloquage de la couche de céramique sur l'échantillon SB1 mettent en évidence quatre états de la couche de céramique lorsqu'une zone délaminée est détectée. Dans le cas d'un autre échantillon, deux tirs ont conduit au délaminage sans flambage de la couche et donc à un cinquième état de la couche. Les différents défauts d'interface identifiés avec l'augmentation du flux sont schématisés en coupe, Figure 3.19. La hauteur de cloque est noté h et le diamètre de zone délaminée D.

Les différents défauts introduits sont les suivants :

(A) Seule une zone délaminée est détectée.

(B) La couche céramique associée à la zone délaminée forme une cloque intègre.

(C) La cloque est fissurée en son sommet.

(D) La cloque est partiellement écaillée : une partie de la couche a été éjectée.

(E) La totalité de la cloque a été éjectée laissant le substrat nu.

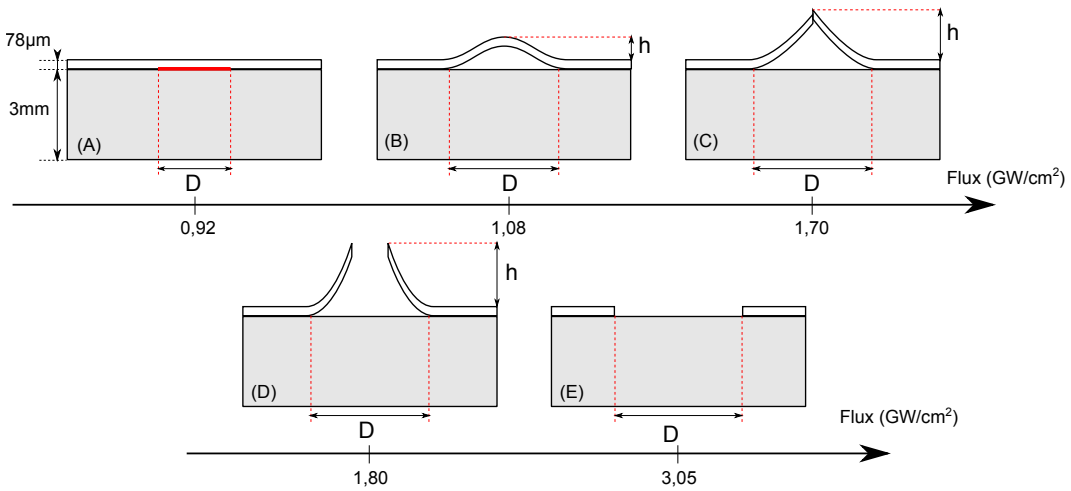


FIGURE 3.19 – Schémas des types de défaut observés avec l'augmentation du flux laser pour l'échantillon SB1

3.2.2 Délaminage interfacial

3.2.2.1 Démarche adoptée

L'objectif de ce paragraphe est d'analyser l'influence de différents paramètres de tir laser (diamètre de tache focale, énergie laser délivrée et milieu confinement) sur la taille de la zone délaminée résultante en vue de choisir une gamme de défauts satisfaisante pour les essais mécaniques. On cherche, pour l'état initial des essais mécaniques, à introduire des défauts entre 1 et 3 mm de diamètre. Afin d'obtenir cette gamme de défauts, on se place dans le régime de propagation d'ondes 2D où $L/D_{foc} > 0,65$ où L est l'épaisseur du matériau (les différents régimes de propagation d'onde sont explicités dans la partie choc laser 1.3.2 du chapitre bibliographique). Dans ce cadre, les résultats montrent que pour un diamètre de tache focale fixée, la taille de la zone délaminée résultante augmente avec le flux laser.

L'épaisseur moyenne L du système revêtu de référence est de 3,07 mm, ce qui permet de fixer deux diamètres de tache focale pour l'étude : $D_{foc} = 2$ et 3 mm pour un rapport $L/D_{foc} = 1,5$ et 1 respectivement. Dans le cas d'une tache focale de 2 mm deux milieux confinements sont utilisés : l'eau et le ruban adhésif. Les tirs de diamètre de tache focale 2 mm et confinés avec du ruban adhésif ont été effectués sur les échantillons SB1, SB2 et SB3. Dans le cas de l'échantillon SB1, deux tirs laser ont été effectués par valeur de flux afin de s'assurer de la répétabilité. Les tirs confinés avec de l'eau et de tache focale 2 mm sont réalisés sur l'échantillon SB4. Enfin, les tirs de diamètre de tache focale 3 mm et confinés avec du ruban adhésif ont été effectués sur les échantillons SB2 et SB5. Les épaisseurs moyennes des dépôts des échantillons sont données dans le tableau 3.2. La variabilité d'épaisseur des dépôts est due au procédé de revêtement.

TABLE 3.2 – Epaisseurs moyennes des dépôts de céramique des échantillons de l'étude

Echantillon	SB1	SB2	SB3	SB4	SB5
Epaisseur (µm)	78	79	67	65	61

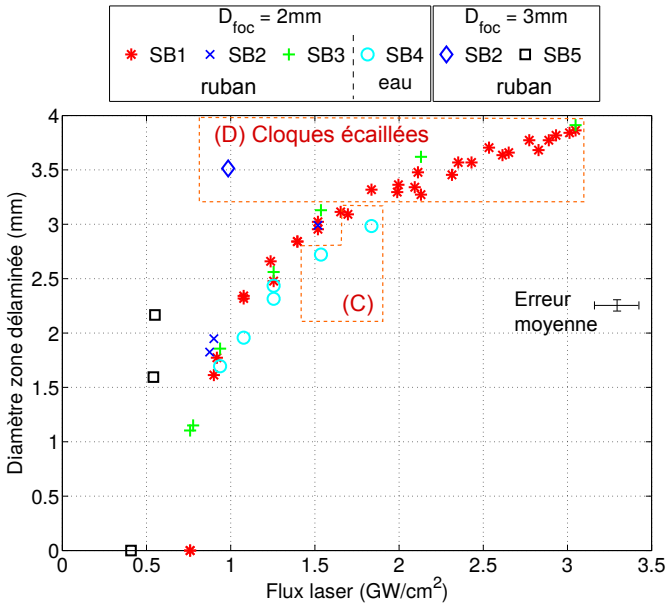


FIGURE 3.20 – Evolution du diamètre de la zone délaminée mesuré par infrarouge en fonction du flux laser pour le système revêtu SB

Les données des tirs sont regroupées en annexe, dans les tableaux C.2 et C.1. Les diamètres des zones délaminées sont déterminés à partir des images obtenues par thermographie infrarouge. Cette technique d'observation permet une mesure plus précise du diamètre de zone délaminée plus reproductible. La figure 3.20 présente l'évolution du diamètre de zone délaminée avec le flux laser pour les deux diamètres de tache focale. Deux types de défaut explicités dans la figure 3.19 sont mis en évidence sur la figure 3.20 : la zone (C) qui délimite les points associés à une cloque fissurée et la zone (D) qui délimite les points associés à une cloque partiellement écaillée.

3.2.2.2 Tache focale de 2 mm de diamètre et confinement ruban adhésif

Dans le cas de l'échantillon SB1, le diamètre de la zone délaminée augmente avec le flux à partir de 0,76 GW/cm^2. En effet, aucune zone de décohésion n'est observée pour les deux tirs de plus faibles flux. On note tout d'abord que la zone délaminée augmente de 1 mm pour une variation de flux de 0,14 GW/cm^2 soit une valeur en énergie de 0,02 J, à la limite de l'incrément minimal de réglage du dispositif. L'augmentation de la dimension de la décohésion est ensuite moins prononcée avec l'augmentation du flux laser. La fissuration de la cloque, zone (C), n'entraîne pas de discontinuité dans l'évolution de la taille de la zone délaminée. De plus, à l'apparition de l'écaillage de la cloque, zone (D), la surface délaminée continue de s'étendre à mesure que le flux augmente et aucune discontinuité n'est détectée dans la variation du diamètre. Ainsi, la dégradation de la cloque formée par la céramique (fissuration, écaillage partiel et écaillage total) semble très peu affecter l'évolution du délaminage interfacial. On constate que pour un même flux, la taille des zones délaminées obtenues varie peu avec l'échantillon sur lequel est effectué le tir laser, SB1, SB2 ou SB3. La différence d'épaisseur des dépôts des échantillons SB1 et SB3 (11 µm) n'influence donc pas la dimension finale de la zone délaminée. Les tirs de même flux dans le cas de l'échantillon SB1 conduisent aussi à des zones délaminées de tailles

quasiment identiques. Ainsi, l'essai mis en place pour introduire des zones délaminées permet une bonne reproductibilité des résultats et donc des mesures d'adhérence par LASAT.

3.2.2.3 Influence du milieu de confinement

Les tirs laser confinés avec de l'eau effectués sur SB4 introduisent des défauts d'interface dont le diamètre des zones délaminées augmente avec le flux. Cette évolution est similaire à celle obtenue dans le cas des tirs confinés avec du ruban adhésif. Pour un même flux, le diamètre de zone délaminée obtenu lorsque le tir est confiné avec de l'eau est légèrement plus faible que dans le cas du ruban adhésif. L'écart type entre les valeurs de diamètre pour les deux confinements est de 150 µm. La différence entre les valeurs peut donc être due à l'effet du milieu de confinement. Les premières analyses incluant ces deux milieux de confinement montrent que la taille de la zone délaminée ne varie pas avec le milieu de confinement dans le cas des systèmes barrière thermique [Bégué, 2015]. Cet écart peut aussi provenir du réglage de la distance lentille de focalisation/échantillon, c.f. paragraphe 2.4. Cette distance, déterminée à $\pm$0,5 mm, est incluse dans le calcul du flux laser. Elle entraîne une erreur de 10 % sur la valeur du flux. Il semble donc plus probable que l'écart provienne du réglage de la lentille entre les tirs confinés avec de l'eau et ceux confinés avec du ruban adhésif. La réalisation de nouveaux tirs laser permettrait de valider cette hypothèse. La cohérence entre les résultats obtenus en confinant avec de l'eau et avec du ruban adhésif reste néanmoins très satisfaisante.

3.2.2.4 Influence du diamètre de tache focale

Lorsque le diamètre de tache focale est fixé à 3 mm, la taille de la surface délaminée augmente également à partir d'un flux seuil de 0,54 GW/cm^2. Cette valeur de flux seuil est plus faible que dans le cas d'une tache focale de 2 mm de diamètre. On note que, pour un même flux, la zone délaminée sera plus étendue avec une tache focale de 3 mm qu'avec 2 mm de diamètre. Dans le cas des barrières thermiques, les mesures des diamètres de zones délaminées mènent aux mêmes observations en comparant des tirs de rapports d'aspect L/D_{foc} de 1,2 et 0,8 [Fabre, 2013]. Grâce à une analyse par éléments finis de la propagation du choc laser, il a été montré que la zone délaminée résultante de la propagation était fortement influencée par le rapport des dimensions L/D_{foc} lorsque l'intensité de choc est fixée. On note que dans un même intervalle de flux, la variation de diamètre est plus importante dans le cas d'une tache focale de diamètre 3 mm que 2 mm. Ainsi, lorsque $D_{foc} = 3$ mm, une faible variation de flux entraîne une forte variation de taille de zone délaminée pour le système revêtu SB.

Pour le système revêtu de référence au substrat sablé, une tache focale de 2 mm de diamètre semble donc plus adaptée pour la calibration d'un défaut en vue des essais mécaniques. En effet, c'est une condition stable dans la mesure où il existe une large plage de flux pour lesquels la cloque reste intègre après choc laser alors que pour un diamètre de 3 mm, la plage de flux conduisant à une cloque intègre est plus faible et la cloque plus proche de l'instabilité.

3.2.3 Hauteur de cloque

Cette partie se concentre sur l'évolution de la hauteur de cloque associée aux zones délaminées étudiées dans le paragraphe précédent. Les valeurs de hauteur maximale de cloque sont déterminées grâce à la méthode décrite dans le paragraphe 2.5.1.3 à partir des surfaces obtenues par profilométrie 3D et filtrées pour de s'affranchir de la rugosité de surface du dépôt.

3.2.3.1 Les défauts d'interface introduits par choc laser

La figure 3.21 présente la variation de la hauteur de cloque en fonction du flux pour l'ensemble des défauts analysés. Les zones (A) à (E) délimitent les points correspondant aux types de défauts recensés en figure 3.19 et qui ont la même référence.

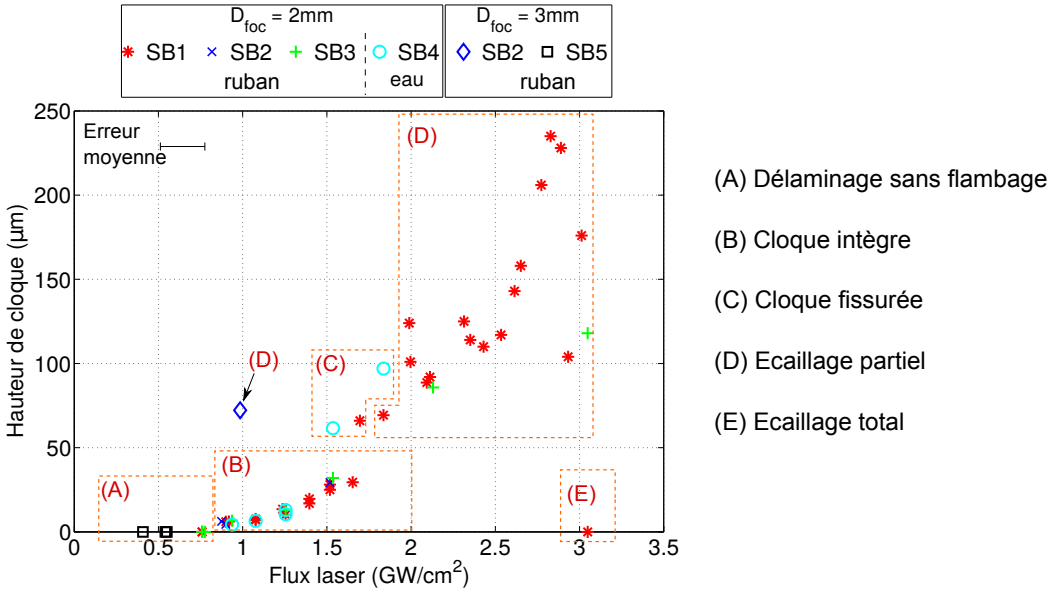


FIGURE 3.21 – Evolution de la hauteur de cloque en fonction du flux laser pour l'ensemble des défauts introduits par choc laser, système revêtu SB

Tache focale de 2 mm de diamètre et confinement ruban adhésif On note tout d'abord que la hauteur de cloque évolue de façon monotone et avec très peu de dispersion pour les défauts de types (A) et (B). L'échantillon n'influence pas l'évolution de la hauteur de cloque. Une première discontinuité est observée au moment de la fissuration de la couche de céramique, zone (C). Cette zone est située dans un intervalle de flux très faible. A partir d'un flux de 1,80 GW/cm^2 et pour toutes les valeurs de flux supérieures, la cloque est partiellement écaillée. Il semble alors que l'état fissuré de la cloque soit un état endommagé « transitoire » de la cloque intègre vers la cloque écaillée. Une fois la cloque partiellement écaillée, zone (D), la différence d'altitude mesurée entre le pourtour de la zone écaillée et la surface du dépôt continue d'augmenter. A partir de 2,80 GW/cm^2, la hauteur de cloque chute brusquement jusqu'à devenir nulle, point correspondant au tir où la cloque est complètement éjectée, zone (E). A partir de la zone d'écaillage partiel (D), on constate une forte dispersion des valeurs qui peut-être due, d'une part, à la géométrie plus ou moins anguleuse de la zone écaillée comme observé en figure 3.11a.

D'autre part, des fissures à la base de la cloque et des arêtes vives traduisant une fissure dans la couche ont aussi été observées en figure 3.11a. Ces fissures présentes dans la couche de céramique peuvent être aussi la source de la dispersion des valeurs de hauteur de cloque mais aussi de la chute brutale de la hauteur de cloque. Les différents états de la couche entraînent de fortes variabilités de la hauteur de cloque contrairement au délaminage interfacial qui augmente de façon monotone avec le flux laser indépendamment de l'état de la cloque, Figure 3.20.

Influence du milieu de confinement Les défauts de type (B) issus des tirs confinés avec de l'eau, SB4, possèdent une hauteur de cloque très proche des défauts de type (B) obtenus avec un confinement ruban adhésif pour un même flux. On note que la fissuration de la cloque, zone (C), apparait pour un flux plus faible, 1,54 GW/cm^2, lorsque le milieu de confinement est de l'eau. De plus, pour un même flux de 1,84 GW/cm^2, le tir confiné avec de l'eau conduit à la fissuration de la cloque et le tir confiné avec du ruban adhésif conduit à l'écaillage de la couche. Il est possible que cet écart soit dû aux différences entre les épaisseurs moyennes des dépôts des échantillons. On note qu'à ce même niveau de flux pour SB3, le tir n'entraîne pas la fissuration de la couche. L'épaisseur moyenne du dépôt de l'échantillon SB3 est de 67 µm et celle du dépôt de SB4 est de 61 µm. L'écart peut donc provenir de la différence de hauteur mais également par l'aspect dispersif de la rupture du dépôt projeté par plasma.

Influence du diamètre de tache focale On note que le flux qui conduit à l'écaillage de la couche est plus faible dans le cas d'une tache focale de diamètre 3 mm que 2 mm. Les deux autre tirs pour une tache focale de 3 mm de diamètre n'ont conduit ni au flambage, ni à l'écaillage de la couche de céramique mais seulement à la décohésion du système revêtu. Les résultats ne donc permettent pas de discuter de l'influence du diamètre de tache focale de la hauteur de la cloque résultante.

3.2.3.2 Cas des cloques non écaillées

Pour analyser en détail l'évolution de la hauteur de cloque lorsque cette dernière n'est pas écaillée, la figure 3.22 ne présente que les mesures de hauteur de cloque dans le cas des tirs qui n'ont pas conduit à l'écaillage de la céramique. Pour les états (A), (B) et (C), seuls les défauts obtenus avec une tache focale de 2 mm sont indiqués car les résultats du paragraphe précédent ont montré que les hauteurs de cloques associées à des tirs de tache focale 3 mm sont limités en terme d'exploitation.

La couche ne se déforme qu'à partir d'un flux de 0,88 GW/cm^2. Pour un flux inférieur à 0,78 GW/cm^2, les défauts sont de type (A), aucun flambage n'est détecté. Dans le cas des tirs confinés avec du ruban adhésif, l'augmentation de la hauteur de cloque est indépendante de l'échantillon étudié. Les valeurs obtenues pour les deux confinements (ruban adhésif et eau) sont très proches comme noté dans le paragraphe précédent. L'écart est faible devant l'incertitude de mesure. Ainsi, le confinement ne semble pas avoir d'influence sur la hauteur de cloque résultante pour un défaut de type (B).

On note pour l'échantillon SB1, une augmentation brusque de la hauteur de cloque due à la fissuration de la couche de céramique (transition B vers C). A 1,66 GW/cm^2 la hauteur de la cloque est de 29,5 µm et à 1,70 GW/cm^2 la cloque a pour hauteur 66 µm. Ce dernier point correspond au tir 27 dont la surface de la cloque est analysée à partir de la figure 3.14. Ces deux défauts présentent une zone délaminée de diamètre très proches, 3,09 mm et 3,11 mm, Figure 3.20, mais un état de la cloque différent. Ainsi, pour une même taille de zone délaminée, la cloque fissurée en son sommet sera de hauteur

plus importante qu'une cloque intègre. Ceci est cohérent avec le cas du blister en cordon de téléphone dans les films minces décrit dans le paragraphe 1.2.4.2 des éléments bibliographiques [Thouless, 1993]. Cette discontinuité caractérise l'endommagement de la couche de céramique après passage de l'onde de choc et la relaxation d'une partie des contraintes résiduelles.

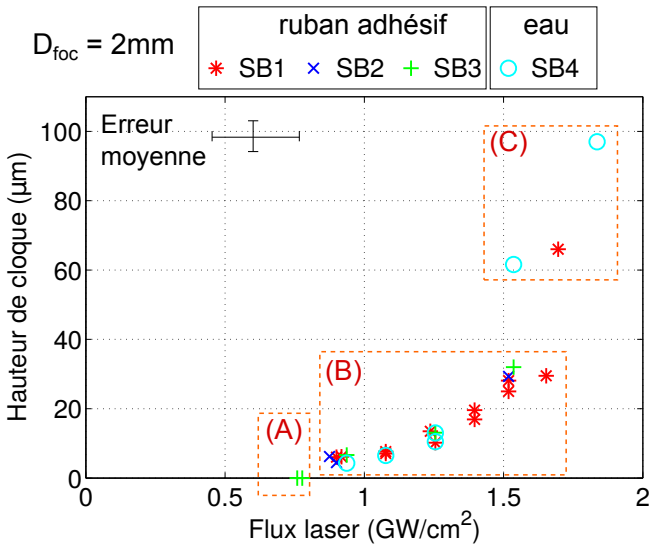


FIGURE 3.22 – Evolution de la hauteur de cloque en fonction du flux laser dans le cas des cloques non écaillées pour le système revêtu de référence, $D_{foc} = 2$ mm

3.2.4 Dimensions caractéristiques des défauts de type (B)

La figure 3.23 présente l'évolution de la hauteur de cloque intègre avec le diamètre de la zone délaminée uniquement pour les tirs effectués pour un diamètre de tache focale de 2 mm. La hauteur de cloque augmente avec le diamètre de zone délaminée. Le flambage de la couche est détecté à partir d'une zone délaminée associée de 1,61 mm de diamètre pour SB1. La valeur de hauteur de cloque est quasiment constante (entre 6 µm et 7,1 µm) jusqu'à un diamètre de zone délaminée de 2,32 mm. A partir de ce diamètre, on note une augmentation de la hauteur de cloque de 7,1 µm à 32 µm. Les valeurs obtenues pour SB3 sont très proches de celles obtenues pour SB1. Dans le cas de l'échantillon SB2, les hauteurs les plus faibles oscillent entre 4,5 µm et 7,1 µm. Lorsque les tirs sont confinés avec de l'eau, on ne note pas de plateau puisque les valeurs de hauteur de cloque augmentent continuement avec le diamètre de zone délaminée. Néanmoins, les points obtenus en confinant avec de l'eau restent proches de ceux obtenus à partir des tirs confinés avec du ruban adhésif. La hauteur de cloque est une fonction du diamètre de la zone délaminée associée qui semble très peu dépendre de l'échantillon et du confinement. La courbe établie permet donc de connaitre, à partir d'un diamètre de zone délaminée issue d'un tir de tache focale 2 mm connu, la hauteur de la cloque résultante.

3.2.5 Une estimation des contraintes résiduelles dans le dépôt

Les résultats de Fabre montrent que, lorsque la couche de céramique est intègre, le flambage après choc laser est le résultat de la relaxation d'une partie des contraintes résiduelles qui sont apparues

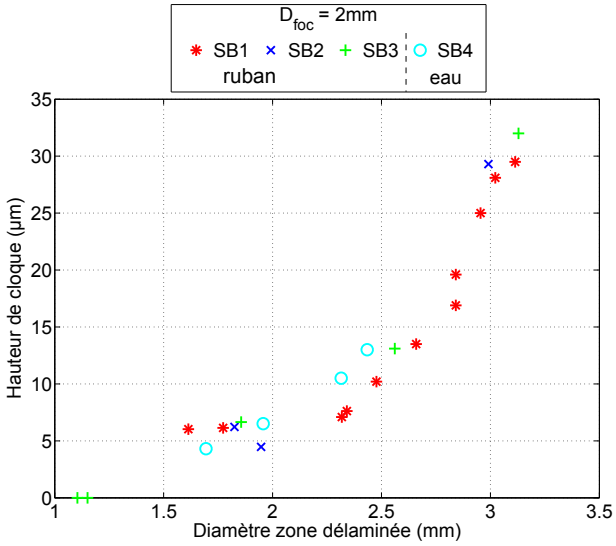


FIGURE 3.23 – Evolution de la hauteur de cloque intègre en fonction du diamètre de la zone délaminée, système revêtu SB

au moment du refroidissement du dépôt, après la phase de projection [Fabre, 2013]. La géométrie de la cloque est donc uniquement influencée par les contraintes résiduelles. On souhaite donc estimer un état de contraintes résiduelles grâce au modèle analytique pour le flambage des couches minces à partir de défauts circulaires proposé par Hutchinson *et al.* [Hutchinson *et al.*, 1992]. Ce modèle, détaillé dans le paragraphe 1.2.4.1 des éléments bibliographiques, permet d'exprimer l'état des contraintes résiduelles en fonction des paramètres géométriques du défaut. On considère un film mince d'épaisseur e, de module d'Young E et de coefficient de Poisson ν et dont l'état de contraintes résiduelles est supposé uniforme, σ_r. Un défaut de rayon R est présent entre le film et le substrat substrat, où $R/e >> 1$. Une contrainte σ est appliquée par un chargement de compression équi-biaxial. Le film ne flambe qu'à partir du moment où la contrainte appliquée σ atteint la valeur suivante critique σ_c. A partir des expressions 1.10 et 1.11, on peut exprimer les contraintes résiduelles en fonction des paramètres géométriques R et δ du défaut :

$$\sigma_r = 1,2235\frac{E}{1-\nu^2}\left[c_1\left(\frac{\delta}{R}\right)^2+\left(\frac{e}{R}\right)^2\right] \tag{3.3}$$

Dans notre cas d'étude, l'état de contraintes résiduelles est un état de compression équi-bixial. Grâce à la technique de choc laser, on introduit une surface délaminée de diamètre $2R$. On fait l'hypothèse que le choc laser n'introduit pas de contrainte dans le plan et que le choc ne fait que délaminer le système revêtu (pas d'effort d'ouverture « rémanent »). Le cadre du modèle semble s'appliquer à notre étude. On détermine ici l'état des contraintes résiduelles. Certains tirs ont conduit au délaminage sans flambage, $\sigma_r < \sigma_c$, on se place donc dans le cas où le flambage est détecté, $\sigma_r > \sigma_c$. Le calcul est effectué uniquement pour l'échantillon SB1. Les défauts considérés correspondent aux points de la figure 3.23. Le rapport R/e varie entre 19 et 38. Le module d'Young de l'alumine est de 111 GPa et son coefficient de Poisson de 0,25 d'après les travaux de Amsellem [Amsellem, 2008]. On s'assure que la valeur des contraintes résiduelles calculée à partir de l'expression 3.3 varient peu avec les différents défauts

lorsque la cloque associée est intègre. La figure 3.24 présente les valeurs des contraintes résiduelles en fonction de la hauteur de cloque lorsque celle-ci ne présente pas de fissure.

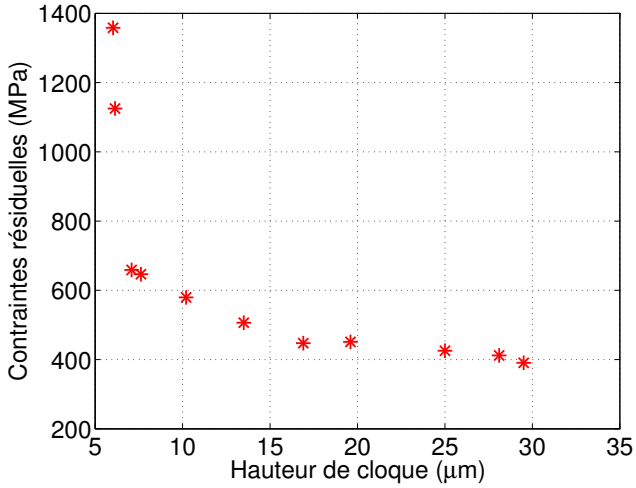


FIGURE 3.24 – Variation des contraintes résiduelles calculées à partir de l'équation 3.3 en fonction de la hauteur de cloque des défauts d'interface de SB1

La valeur des contraintes résiduelles calculée augmente drastiquement pour les cloques de hauteur inférieure à 10 µm. On note une augmentaion beaucoup moins marquée pour les défauts dont la hauteur de cloque se situe entre 10 et 15 µm. Enfin, à partir d'une hauteur de cloque de 17 µm, la valeur de contraintes résiduelles varie très peu, entre 451,1 MPa et 390,6 MPa en compression.

Dans le cas des cloques dont la hauteur est inférieure à 10 µm, l'analyse de la figure 3.12 montre que ce flambage n'est pas aisé à détecter car les ondulations observées sur la surface parasitent la mesure. Il est donc possible que les mesures effectuées pour les faibles hauteurs de cloque soient faussées par la morphologie de surface du dépôt qui n'est pas plane. De même, le procédé de projection peut entraîner des disparités d'épaisseur du dépôt, il est donc possible que localement ; l'épaisseur varie par rapport à l'épaisseur moyenne mesurée. Enfin, le rapport R/e diminue lorsque la hauteur de cloque diminue. On se retrouve probablement aux limites de validité du modèle pour les défauts de faible taille. Il semble donc que l'estimation des contraintes résiduelles est possible par l'expression 3.3 lorsque les défauts sont de plus grande taille, pour une hauteur de cloque supérieure à 15 µm. On retiendra par la suite un niveau de contraintes résiduelles de l'ordre de 425,3 MPa.

3.2.6 Choix d'une gamme de défauts pour les essais mécaniques

Les paragraphes précédents ont permis d'analyser les principales caractéristiques des défauts introduits par choc laser de façon indépendante : délaminage interfacial et cloquage. Il s'agit désormais de définir des paramètres laser pour lesquels ces caractéristiques sont maîtrisées et ainsi obtenir une gamme de défauts satisfaisante pour les essais de propagation du défaut d'interface. L'analyse de la propagation du défaut d'interface porte sur l'évolution du délaminage et la dégradation de la couche de céramique. Les défauts d'interface introduits les plus intéressants seront donc des défauts dont la couche est intègre, les défauts de type (A) et (B).

L'objectif initial était d'utiliser des défauts dont le diamètre de zone délaminée se situe entre 1 et 3 mm de diamètre pour l'étude chapitre 4. Deux diamètres de tache focale pour l'impact laser ont donc été envisagés, 2 et 3 mm. L'analyse de la zone délaminée montre qu'une tache focale de 2 mm de diamètre est la plus adaptée pour l'introduction d'un défaut dont le diamètre de la zone délaminée associée varie entre 2 et 3 mm, Figure 3.20. En effet, avec une tache focale de 3 mm de diamètre, la taille de la décohésion varie fortement dans un faible intervalle de flux et il sera plus difficile de maîtriser la taille de la surface délaminée.

De plus, en dessous de 2 mm et pour un flux inférieur à 0,90 GW/cm^2, le diamètre des zones délaminées est très sensible au flux. La faible variation de flux nécessaire pour faire varier le diamètre de zone délaminée est impossible à obtenir avec le système de réglage de l'énergie actuel. Il serait probablement possible d'obtenir un délaminage de moins de 2 mm de diamètre mais il est difficile de le calibrer de manière reproductible. Pour obtenir des défauts de plus faibles dimensions avec moins de variabilité dans la taille des décohésions, il semble judicieux de diminuer la taille de la tache focale. On se place alors dans les limites de la détection non destructive. En effet, les zones délaminées de l'ordre de 1 mm apparaissent, en optique comme en thermographie infrarouge, faiblement contrastées par rapport aux défauts de plus grande taille. Ceci rend la détection plus difficile. De plus, la rugosité de la surface du dépôt rend complexe la détection des cloques lorsque celles-ci sont de hauteur de l'ordre de 6 µm. Dans le cas des barrières thermiques EB-PVD, les zones délaminées les plus faibles observées par thermographie infrarouge et par voie optique sont de l'ordre de 500 µm [Bégué, 2015]. Les résultats montrent qu'une telle décohésion est difficile à détecter par les techniques d'observation non destructives mais aussi difficile à obtenir par choc laser, tout comme dans le cas de référence de notre étude.

D'autre part, grâce à l'analyse du cloquage de la couche de céramique, 5 types de défauts en fonction du flux laser sont identifiés dans le cas d'une tache focale de 2 mm de diamètre, Figure 3.19. Ces défauts d'interfaces correspondent à différents états de la couche de céramique pour des intervalles de flux distincts. Pour un flux inférieur à 1,50 GW/cm^2, la couche de céramique reste intègre et l'évolution de la hauteur est monotone, Figure 3.22. Lorsque le flux laser se situe entre 1,50 et 1,80 GW/cm^2, les impacts laser conduisent à des défauts dont la cloque est soit intègre soit fissurée. A partir d'un flux de 1,80 GW/cm^2 la couche de céramique s'écaille entraînant une forte dispersion des valeurs des hauteurs de cloque, Figure 3.21. Ainsi, la hauteur de cloque sera maîtrisée lorsque le dépôt de céramique reste intègre.

L'ensemble des résultats précédents permettent de restreindre les gammes de valeurs des paramètres laser pour introduire des défauts pour les essais mécanique. Tout d'abord, le diamètre de tache focale

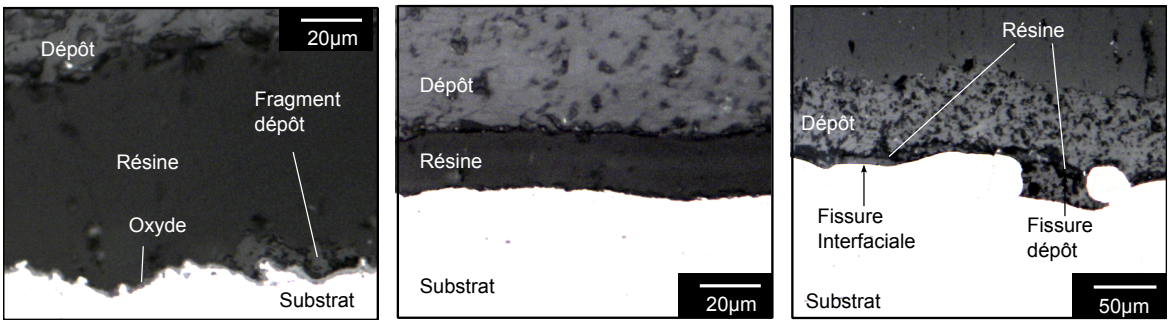
est fixé à 2 mm. Si on effectue un tir entre 0,90 et 1,50 GW/cm^2, on aura un défaut dont les caractéristiques sont maîtrisées, de type (B). La surface préalablement sablée de l'éprouvette est rayée avec du papier 180 pour atténuer la rugosité due au sablage, néanmoins elle ne permet pas une bonne adhérence du ruban adhésif sur la surface. Or, le ruban adhésif doit être corrrectement appliqué pour obtenir un confinement satisfaisant du plasma. Pour éviter un mauvais confinement, on choisit d'utiliser de l'eau comme milieu de confinement. On rappelle qu'il est problable que la nature du milieu de confinement du plasma ait une influence sur le défaut résultant mais cette influence reste minime. On a noté l'apparition d'une fissure pour un flux très légèrement inférieur à 1,50 GW/cm^2 lorsque le tir est confiné avec de l'eau. On saura donc que, autour de cette valeur de flux, la cloque résultante peut être fissurée. Il est aussi établi qu'un tir effectué à un flux supérieur ou égal 1,80 GW/cm^2 conduira à l'écaillage partiel de la cloque.

3.3 Influence de la rugosité sur le défaut d'interface

3.3.1 Identification des caractéristiques du défaut

3.3.1.1 Localisation de la rupture

L'analyse de la taille relative des défauts en fonction de la morphologie d'interface des systèmes revêtus nécessite d'avoir une fissure localisée à l'interface du substrat et du revêtement. Le lieu de la fissure dans l'épaisseur des différents systèmes revêtus (SOX, MB et EE) est déterminé à partir des observations des zones délaminées en coupe après choc laser. Les échantillons sont préparés selon la méthode décrite en paragraphe 2.5.2. Les interfaces rompues par choc sont présentées en figure 3.25. Dans le cas du système revêtu SOX, la propagation des ondes de choc conduit à la rupture du système à l'interface dépôt d'alumine/couche d'oxyde, Figure 3.25a. Tout comme pour le système revêtu de référence SB, Figure 3.10, on note la présence de quelques fragments de dépôt toujours ancrés à la surface de la couche d'oxyde. Dans le cas du système revêtu MB, la fissuration est localisée à l'interface, Figure 3.25b. Aucun fragment d'alumine encore adhérent au substrat n'est détecté. Les limites des fissures observées en coupe dans les systèmes revêtus SOX et MB sont aisément détectables. Dans le cas du système revêtu EE, la fissure observée est située à l'interface des deux matériaux puis se poursuit dans le dépôt d'alumine, Figure 3.25c. La rupture n'est donc pas purement interfaciale. D'autre part, la zone délaminée introduite par choc laser se superpose aux fissures interfaciales observées après projection du dépôt qui sont de l'ordre de 100 µm de longueur, Figure 3.7d. Par conséquent, la fissure résultante est difficile à délimiter spatialement.



(a) SOX (b) MB (c) EE

FIGURE 3.25 – Vues en coupe par microscope optique des zones délaminées obtenues après un tir laser pour les systèmes revêtus : (a) SOX, (b) MB et (c) EE

3.3.1.2 Observation non destructive des défauts

Les échantillons des trois systèmes revêtus sont observés par thermographie infrarouge afin de détecter la zone délaminée et par profilométrie 3D pour la détection du flambage de la couche de céramique. La figure 3.26 présente les résultats obtenus pour un échantillon 20 mm × 30 mm pour chaque système revêtu sur lequel a été effectué 6 tirs confinés avec du ruban adhésif. Deux diamètres de tache focale ont été utilisés pour l'étude : 2 mm et 3 mm. Les épaisseurs moyennes sont données dans le tableau 3.3. Les données des tirs sont regroupées en annexe, dans le tableau C.3. Les images obtenues

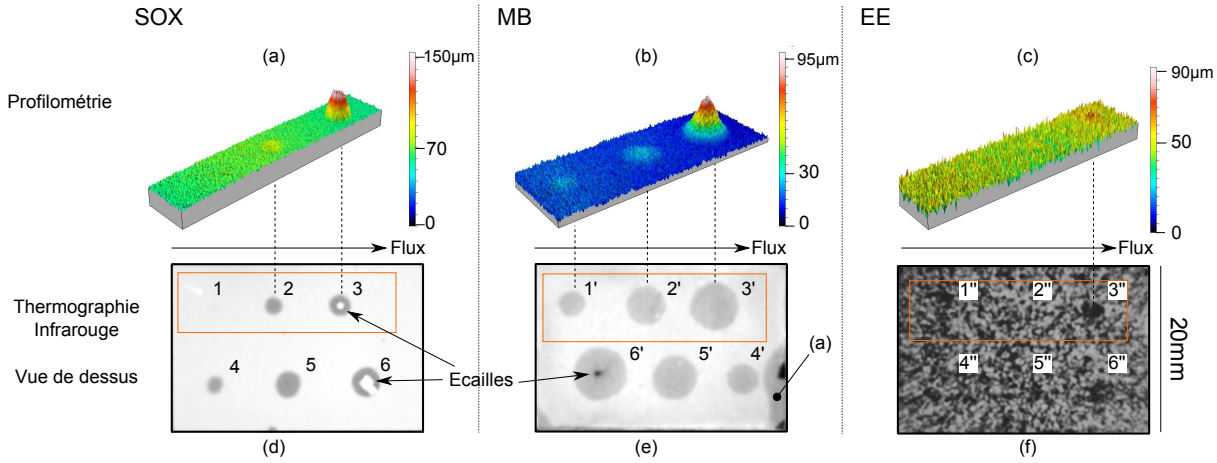


FIGURE 3.26 – Observations non destructives des systèmes revêtus SOX, MB et EE : surfaces obtenues par profilométrie 3D en perspective et vues de dessus obtenues par thermographie infrarouge

par thermographie infrarouge montrent les échantillons en vue de dessus dans leur intégralité. Les parties encadrées incluent le résultat de trois tirs effectués avec une tache focale de 2 mm de diamètre et de flux croissant. La même gamme de flux a été utilisée pour les trois échantillons entre 0,5 GW/cm^2 et 1,5 GW/cm^2.

TABLE 3.3 – Epaisseurs moyennes des dépôts de céramique des échantillons de l'étude

Echantillon	SOX1	MB1	EE1
Epaisseur (µm)	77	85	58

Cas des systèmes SOX et MB Dans le cas SOX, les tirs 2 et 3 ont provoqué la décohésion du système mise en évidence par deux taches sombres aux contours circulaires, Figures 3.26d. Le tir numéro 3 a conduit à l'écaillage partiel de la couche de céramique mis en évidence par un disque clair au centre, Figure et 3.26a. La surface obtenue par profilométrie montre que la couche de céramique a flambé aux lieux des deux zones délaminées. Dans le cas MB, les tirs 1', 2' et 3' ont entraîné une décohésion, Figure 3.26e. La taille des taches sombres augmente avec le flux. Les décohésions obtenues sont plus étendues dans le cas MB que le cas SOX. Il est à noter que lors de la manipulation de l'échantillon MB, le système revêtu a légèrement été écaillé dans la zone (a) où l'on distingue deux niveaux de gris. La zone claire représente la partie délaminée et la zone plus sombre représente la partie de la couche de céramique qui a été éjectée. Ce défaut n'altère pas les résultats. La surface obtenue par profilométrie montre que les trois tirs ont conduit au flambage de l'alumine, Figure 3.26b. Pour les deux systèmes revêtus, SOX et MB, les zones délaminées sont clairement visibles et nettes sur l'image thermique des échantillons. De plus, les mesures d'altitude permettent de détecter et caractériser les dimensions du cloquage de la couche.

Cas du système EE L'image de l'échantillon EE par thermographie infrarouge s'apparente à un mouchetis : un fond clair sur lequel apparaissent des zones sombres de quelques centaines de micromètres distribuées aléatoirement et de forme quelconque, Figure 3.26f. On note aussi la présence de deux taches sombres d'environ 3 mm de côté dans les zones des tirs 3" et 6" caractérisant donc deux zones délaminées [1]. Il est difficile d'avancer que les quatre autres tirs n'ont pas conduit à la décohésion du système car l'image thermique de l'échantillon est fortement bruitée par l'alternance des zones sombres et claires. La soustraction de l'image thermique de l'échantillon non choqué à l'image de ce même échantillon après plusieurs tirs laser pourrait conduire à une meilleure lecture des défauts introduits par choc laser (cette observation n'a pas pu être réalisée). La profilométrie 3D met en évidence le cloquage de la couche au lieu du tir 3", qui a conduit à la décohésion du système, mais aussi la rugosité de surface du dépôt d'alumine, Figure 3.26c. Dans le cas du système EE, les incertitudes quant à la mesure de la zone délaminée ainsi que la fissuration dans la céramique observée en figure 3.25c nous amène à ne pas prendre en compte ce système pour la suite de l'étude.

3.3.2 Influence de la couche d'oxyde

Le paragraphe 3.1.1.3 a mis en évidence des différences morphologiques entre la surface uniquement sablée, SB, et la surface sablée puis oxydée, SOX. La morphologie de la surface SOX est moins haute et ses pics et ses vallées sont moins pentus que la surface SB. De plus, la surface SOX possède une distribution plus symétrique des pics et des vallées que la surface SB. Il s'agit ici d'analyser l'influence de ces dimensions sur les caractéristiques du défaut d'interface introduit par choc laser. Deux diamètres de tache focale sont considérés : 2 et 3 mm. Dans le cas du système SOX, un seul échantillon est utilisé pour les tirs, SOX1 présenté en figure 3.26. Pour le système de référence SB, on ne fait pas la distinction entre les différents échantillons déjà présentés dans la partie 3.2.

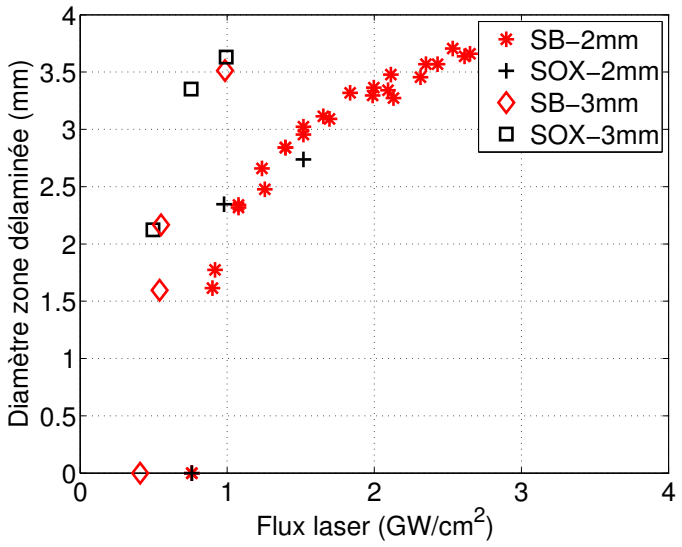


FIGURE 3.27 – Evolution du diamètre de la zone délaminée en fonction du flux laser pour les systèmes revêtus SB et SOX

1. Le mouchetis semble donc être l'image thermique des fissures interfaciales observées dans le cas du système EE après projection du dépôt en figure 3.7d.

3.3.2.1 Délaminage interfacial

La figure 3.27 présente l'évolution du diamètre de la zones délaminée pour les systèmes SOX et SB. Le diamètre de zone délaminée augmente avec le flux pour le système SOX et ces valeurs sont très proches des valeurs obtenues pour le système revêtu SB quelle que soit la taille de la tache focale. On constate que pour le flux de 0,76 GW/cm^2, aucun délaminage n'est détecté, ni pour le cas SOX ni pour le cas SB. Ainsi, la présence de la couche d'oxyde ne semble pas affecter la taille de zone délaminée résultante et donc l'adhérence mesurée par LASAT-2D. L'analyse des surfaces des substrats SB et SOX ont mis en évidence des différences de topographie de surface et de composition chimique. Les présents résultats ne permettent pas de dire dans quelle mesure la composition chimique et la topographie d'interface influence l'adhérence du dépôt. Certains auteurs montrent que la croissance d'une couche d'oxyde sur un substrat lisse peut permettre d'augmenter l'adhérence d'un dépôt [Valette *et al.*, 2008, Guipont *et al.*, 2010]. Dans notre cas, la couche d'oxyde n'améliore ni n'altère l'adhérence pour les points testés.

3.3.2.2 Dimensions caractéristiques des défauts d'interface

La figure 3.28 présente l'évolution des dimensions caractéristiques des défauts pour les systèmes revêtus SB et SOX. L'analyse menée dans le partie précédente a permis d'identifier 5 types de défauts introduits avec des tirs laser dont la tache focale est de 2 mm de diamètre, Figure 3.19. Dans le cas du système SOX, les défauts introduits sont soit de type (B) une zone délaminée associée à un flambage de la couche, soit de type (C) une cloque fissurée en son sommet, soit de type (D) une cloque partiellement écaillée en son sommet. Les hauteurs de ces cloques sont mesurées selon la procédure présentée dans le paragraphe 2.5.1.3 du chapitre des méthodes. Les points correspondant à ces différents types de défauts sont encadrés par des zones portant la même référence.

La figure 3.27 a montré que, pour un même flux, les tailles des zones délaminées obtenues pour les systèmes SB et SOX sont très proches. La figure 3.28 met en évidence des disparités entre les valeurs

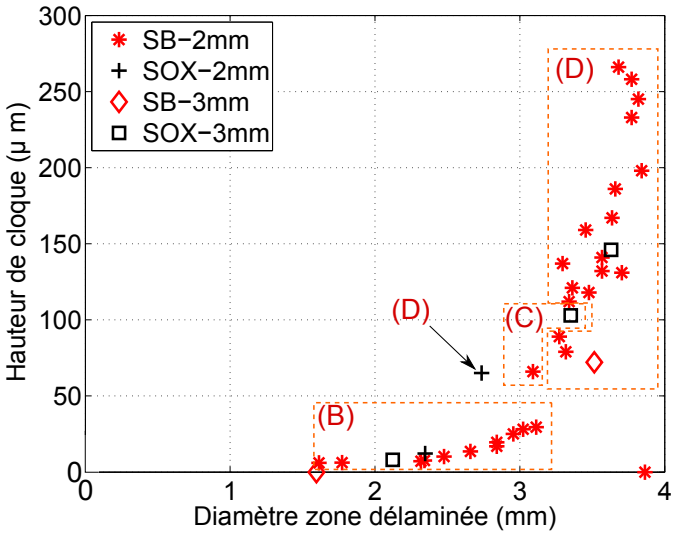


FIGURE 3.28 – Evolution des dimensions caractéristiques du défaut d'interface : hauteur de cloque en fonction du diamètre de la zone délaminée associée pour les cloques pour les systèmes SB et SOX

de hauteur de cloque obtenues pour SB et SOX lorsque les cloques sont endommagées. On constate par exemple que pour un même diamètre de zone délaminée de 2,74 mm, dans un système SOX, la cloque associée est écaillée alors que dans un système SB, la cloque associée est restée intègre. Ces disparités rappellent les résultats obtenus pour deux milieux de confinement dans le paragraphe 3.2.3. Il est donc probable que les différences entre les valeurs proviennent de l'écart entre les propriétés des dépôts de céramique ou des différences entre les morphologies d'interface. Néanmoins, il est difficile de déterminer si ces différences sont dues à l'aspect dispersif du procédé de dépôt ou aux différences des caractéristiques morphologiques de la surface du substrat avant dépôt présentées dans la partie 3.1. Le volume de données dans le cas SOX ne permet pas de conclure avec certitude sur l'influence de la couche d'oxyde sur les dimensions caractéristiques d'un défaut introduit par choc laser.

3.3.3 Influence de la technique de préparation de surface

L'analyse de la surface microbillée MB avant projection du dépôt dans le paragraphe 3.1.1.4 a révélé que pour cette surface, la hauteur moyenne de la rugosité est faible comparée à celle de la surface sablée SB. De plus, la comparaison des dimensions des profils de rugosité équivalents à la taille moyenne d'une particule d'alumine montre que l'ancrage mécanique sera certainement plus favorable pour la surface sablée que pour la surface microbillée, paragraphe 3.1.1.6. Ces profils équivalents sont construits à partir des valeurs de largeur et de hauteur moyenne des éléments de la série de profils utilisée pour représenter chaque surface et présentés en figure 3.6. Tout comme pour le système SOX, deux diamètres de tache focale sont utilisés dans ce paragraphe : 2 et 3 mm. Dans le cas du système MB, un seul échantillon est utilisé pour les tirs, MB1 présenté en figure 3.26 et tout comme précédemment, les différents échantillons SB ne sont pas distingués.

3.3.3.1 Délaminage interfacial

La figure 3.29 présente l'évolution du diamètre de la zones délaminée des défauts introduits à l'interface des systèmes SB et MB. On note que tous les tirs ont conduit au délaminage du système MB. Pour une même valeur de flux, le diamètre mesuré dans le cas MB est environ deux fois plus important que le diamètre mesuré dans le cas du système de référence SB pour les deux diamètres de tache focale de l'étude. Par exemple, pour un flux égal à 1,00 GW/cm^2 et une tache focale de 3 mm de diamètre, la décohésion résultante pour MB est de 6,61 mm de diamètre et de 3,51 mm dans le cas du système SB. Dans le cas d'une tache focale de 2 mm de diamètre et un flux de 1,52 GW/cm^2, le tir sur le système SB conduit à une surface délaminée de 3,02 mm de diamètre et sur MB une surface délaminée de 6,00 mm de diamètre.

Ainsi pour une même sollicitation dynamique, l'interface du système MB se fissure davantage que celle du système SB. Les résultats révèlent donc que le système MB est moins adhérent que le système SB. Cet écart peut s'expliquer par les différences morphologiques des surfaces SB et MB. En effet, la surface MB est composée de pics et de vallées sont peu abruptes qui entraînent un faible ancrage mécanique des particules alors que la surface SB présente des pics et des vallées sont plus abruptes. La différences entre les résultats peut aussi provenir des pré-fissures inférieures à 10 µm qui ont été observées après projection sur les coupes présentées en figure 3.7. Ces micro-défauts d'interface peuvent aussi favoriser la coalescence et conduire à des fissures macroscopiques plus étendues comme

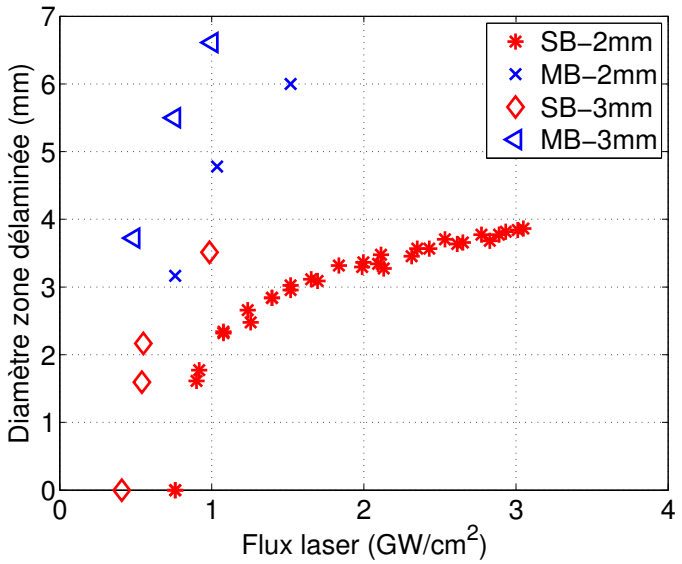


FIGURE 3.29 – Evolution du diamètre de la zone délaminée en fonction du flux laser pour les systèmes revêtus SB et MB

le montrent les résultats de Barradas rappelés dans le paragraphe 1.3.5.1 des éléments bibliographiques. Dans le cas des systèmes revêtus projetés plasma cuivre/aluminium, l'essai LASAT met en évidence une adhérence meilleure du dépôt sur un substrat sablé que sur un substrat microbillé [Barradas, 2004].

3.3.3.2 Dimensions caractéristiques des défauts d'interface

La figure 3.30 présente l'évolution des dimensions caractéristiques des défauts pour les systèmes revêtus SB et MB. Les hauteurs de ces cloques sont mesurées selon la procédure présentée dans le paragraphe 2.5.1.3 du chapitre des méthodes. Dans le cas du système MB, deux types de défauts ont été identifiés, des défauts de type (B) et un défaut de type (D), c.f. figure 3.19, dont les points associés sont encadrés par des zones portant la même référence.

Dans le cas du système MB, les points semblent suivre une même courbe quel que soit le diamètre de tache focale. Tout d'abord, la hauteur de cloque augmente très faiblement, de 7,9 à 11,7 µm pour un diamètre de zone délaminée entre 3,2 et 4,7 mm. A partir d'une décohésion de 4,7 mm de diamètre, la hauteur de cloque augmente de manière significative jusqu'à la fissuration puis l'écaillage du sommet de la cloque. De plus, on note que pour un défaut de même taille de décohésion avec une cloque intègre (B), la hauteur de cloque est plus importante pour le système SB que pour le système MB. Par exemple, pour un diamètre de zone délaminée de 3,12 mm, la cloque associée dans le cas MB mesure 7,9 µm de hauteur et 29,5 µm pour SB. De telles valeurs de hauteur de cloque sont obtenues pour des défauts dont la zone délaminée est bien plus étendue. Les contraintes résiduelles dans chacun des dépôts de céramique peut influencer la hauteur de cloque. En effet, si comme l'a montré Fabre, seules les contraintes résiduelles influencent la forme de la cloque intègre après choc laser, cela signifie que l'état de contraintes résiduelles diffère entre les deux systèmes revêtus SB et MB [Fabre, 2013].

On estime alors une valeur de contraintes résiduelles dans le dépôt projeté sur un substrat microbillé pour l'échantillon MB1 selon la même méthode que pour le système de référence en paragraphe

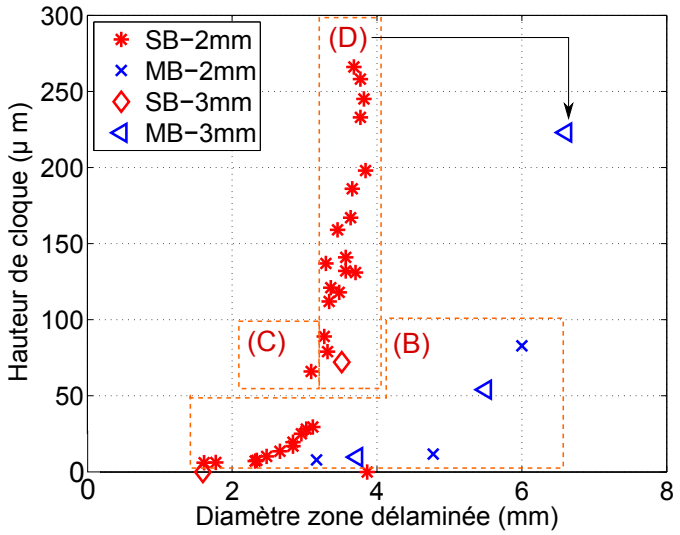


FIGURE 3.30 – Evolution des dimensions caractéristiques du défaut d'interface : hauteur de cloque en fonction du diamètre de la zone délaminée associée pour les cloques pour les systèmes SB et MB

3.2.5. L'état de contraintes résiduelles σ_r est calculé à partir de l'expression 3.3. Les paramètres élastiques de la couche d'alumine utilisés sont les mêmes que pour SB1. Les défauts considérés pour le calcul sont les défauts de type (B) de la figure 3.30, ce sont des défauts obtenus à partir de deux diamètres de tache focale distincts. Dans le cas de MB1, le rapport R/e varie entre 37,2 et 70,6. La figure 3.31 présente les valeurs des contraintes résiduelles en fonction de la hauteur de cloque lorsque celle-ci ne présente pas de fissure, pour les échantillon SB1 et MB1.

La valeur de contraintes résiduelles calculée augmente pour les hauteurs de cloque inférieures à 11,7 µm. A partir d'une hauteur de cloque de 11,7 µm, la valeur de contraintes résiduelles varie très peu, entre 167,5 MPa et 185,2 MPa en compression. La valeur moyenne est de 175,4 MPa. Dans le cas

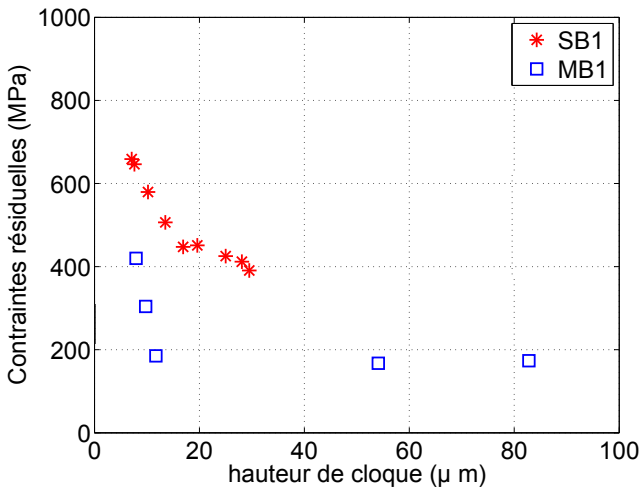


FIGURE 3.31 – Variation des contraintes résiduelles calculées à partir de l'équation 3.3 en fonction de la hauteur de cloque des défauts d'interface de SB1 et MB1

de l'échantillon SB1, les contraintes résiduelles sont quasiment constantes à partir de 17 µm pour une valeur moyenne de 425,3 MPa. Les contraintes résiduelles estimées pour MB1 sont plus faibles que pour SB1. Tout comme pour SB1, les valeurs de contraintes résiduelles augmentent fortement pour les cloques de faible hauteur. La morphologie d'interface influence donc l'état de contraintes résiduelles du système revêtu.

Conclusion sur l'influence de la morphologie d'interface

Les différences entre les morphologies d'interface étudiées dans la partie 3.1 influent dès l'étape de détection des défauts par des moyens d'observation non destructifs. Pour les systèmes où le substrat est microbillé, MB, ou sablé puis oxydé, SOX, la détection des défauts et leur caractérisation est simple à mettre en œuvre. Comme la thermographie infrarouge ne permet pas une observation fine des défauts introduits lorsque le dépôt d'alumine est projeté sur un substrat électro-érodé EE, Figure 3.26. Cette mauvaise lecture est due à des préfissures présentes à l'interface après projection du dépôt et sont la conséquence de l'échelle des dimensions caractéristiques de la morphologie de la surface grandes devant la taille des particules, Figure 3.6.

L'analyse ensuite menée sur les défauts introduits dans le cas MB met en évidence la sensibilité de la technique de choc laser à la technique de préparation de surface. Les dimensions caractéristiques des défauts introduits dans le système SB ne suivent pas la même évolution que pour le système MB. En effet, le diamètre de zone délaminée dans le système MB est environ deux fois plus important que celui d'une zone délaminée dans le système SB pour un tir de même flux. De plus, pour une même zone délaminée, la hauteur de cloque est plus significative dans le cas SB que dans le cas MB. Ce résultat provient d'un niveau de contraintes résiduelles plus faible dans le système MB que dans le système SB.

Les défauts introduits dans les systèmes SOX et SB possèdent des dimensions caractéristiques très proches. Il semble donc que la couche d'oxyde n'affecte pas les dimensions caractéristiques des défauts d'interface. Un enrichissement de la base de données permettrait de conclure sur ce point. Les présents résultats ne permettent pas de savoir dans quelle mesure la composition chimique et la topographie de la surface influencent l'adhérence du dépôt et donc conclure sur les dimensions caractéristiques des défauts.

Les résultats obtenus pour SB et SOX montrent qu'il est possible de calibrer un défaut pour ces deux systèmes revêtus. L'état de la couche de céramique et la taille de décohésion pour un même flux laser sont différents selon les systèmes revêtus. Ainsi, il faut définir une gamme de valeurs de flux propre à chaque morphologie d'interface pour obtenir un défaut calibré en diamètre de zone délaminée voire en hauteur de cloque.

3.4 Analyse par éléments finis d'une interface lisse soumise à une onde de choc

L'analyse par éléments finis du problème d'impact laser permet de mieux comprendre les mécanismes de propagation d'onde responsables de l'endommagement d'un système revêtu. C'est aussi une des étapes essentielle de l'essai LASAT vers la détermination d'une contrainte à rupture d'un système revêtu. La procédure suivie pour la détermination de la contrainte à rupture est détaillée dans le paragraphe 1.3.3 des éléments bibliographiques de la technique de choc laser.

Dans le cas de l'essai LASAT-2D, la contrainte à rupture est déterminée à partir de la mesure du diamètre de zone délaminée déterminée expérimentalement comme présenté en figure 1.28. Il est nécessaire d'avoir une connaissance approfondie des matériaux du système revêtu étudié mais aussi du comportement d'interface. Fabre utilise deux approches pour décrire l'interface d'un système barrière thermique : sans endommagement et avec un critère d'endommagement type « Cut-Off » [Fabre, 2013]. Les calculs sont effectués à l'aide du code de calculs Abaqus/Explicit. Les méthodes utilisées et les résultats associés sont détaillés dans le paragraphe 1.3.4. Lorsque le critère type « Cut-Off » est utilisé, les résultats mettent en évidence l'apparition d'artefacts numériques en pointe de fissure pouvant entraîner une surestimation significative de la longueur fissurée, Figure 1.29. Dans le cas du modèle sans endommagement de l'interface, les longueurs de fissure sont en adéquation avec les résultats expérimentaux, Figure 1.28b. Il parait nécessaire d'introduire un autre critère d'endommagement afin de mieux décrire la fissuration du système revêtu pendant la propagation de l'onde de choc.

On se propose d'utiliser une loi cohésive pour décrire le comportement de l'interface, plus riche qu'un critère de type « Cut-off ». Le recherche bibliographique montre que ce type d'approche est utilisée généralement pour la modélisation de composites ou de matériaux fragiles soumis à un impact de projectile et donc une vitesse de sollicitation plus faible qu'un impact laser, paragraphe 1.3.4.3. Cette partie apporte des premiers résultats quant à l'utilisation d'une loi cohésive pour le comportement d'interface céramique/métal soumise à un impact laser et non l'identification du comportement de l'interface. Les calculs sont effectués grâce au code de calculs éléments finis Abaqus/Explicit [Simulia, 2014]. Dans ce code de calcul, la loi cohésive peut être affectée soit à des éléments d'interface soit à une interaction dite cohésive entre deux surfaces. Dans le cas de l'interaction cohésive, le loi cohésive devient une propriété de contact dont les caractéristiques sont détaillées dans le paragraphe 1.3.4.4 des éléments bibliographiques. Cette partie présente les résultats obtenus avec l'interaction cohésive.

3.4.1 Choix de modélisation

3.4.1.1 Géométrie et conditions aux limites

La première partie de cette analyse consiste à tester différents jeux de paramètres de la loi cohésive pour obtenir la fissuration de l'interface au passage de l'onde de choc. On construit alors un modèle permettant de obtenir des temps de calculs raisonnables (de l'ordre de l'heure). Dans la méthode d'intégration explicite, le temps de calcul est directement lié à la taille de maille fixée. On choisit donc une taille de maille qui présente un bon compromis entre la précision et le temps de calcul. Pour avoir une bonne description de la propagation de l'onde de choc, les auteurs préconisent une taille de mailles de l'ordre

du micromètre dans la direction de la propagation de l'onde de choc [Bolis, 2004, Cuq-Lelandais, 2010]. Opter pour des mailles d'épaisseur trop grande, 20 µm par exemple, réduit de façon significative le temps de calcul mais dégrade la représentation de la propagation de l'onde de compression. Dans notre cas d'étude, on fixe la taille de maille à 5 µm dans le sens de la propagation ce qui permet de réduire le temps de calcul en atténuant très peu la propagation de l'onde de choc.

D'autre part, on cherche à diminuer la taille du problème en procédant par simplification de la condition testée. Si les matériaux du problème sont isotropes, les calculs de propagation d'onde sont généralement effectués à partir de modèles axisymétriques car la pression appliquée par le plasma pour générer l'onde de choc est axisymétrique. Dans notre cas, l'interaction cohésive requière un contact entre deux surfaces. Le problème doit donc être modélisé en 3D. L'approche axisymétrique 3D n'a pas pu être mise en œuvre. Par conséquent, nous considérons ici des conditions proches du cas de déformation plane en ne considèrant qu'une tranche de 10 µm d'épaisseur de système revêtu, Figure 3.32. L'épaisseur du dépôt de céramique est fixée à 65 µm, de l'ordre des dépôts élaborés, et celle du substrat à 500 µm. La longueur du modèle est de 5 mm, longueur suffisante pour s'affranchir des réflexions d'ondes non physiques.

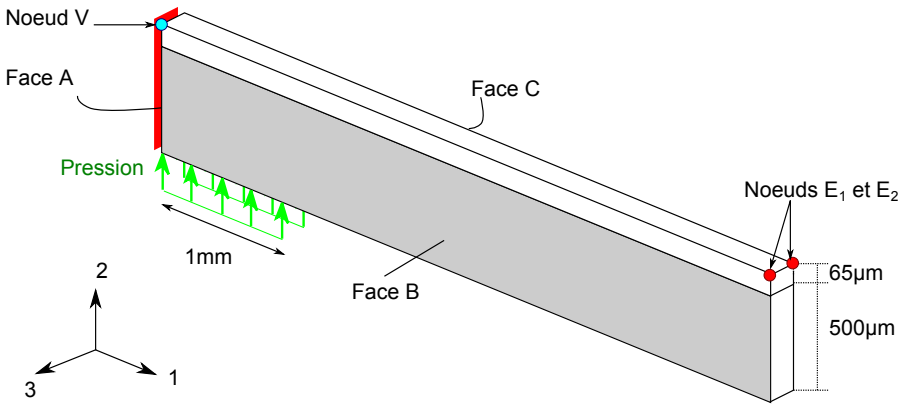


FIGURE 3.32 – Schéma du modèle construit pour le calcul de propagation d'onde de choc dans le système revêtu

La tache focale est choisie avec un diamètre D_{foc} de 2 mm et le chargement mécanique associé est explicité dans le paragraphe suivant. Le nœud sélectionné pour les relevés des variations de vitesse de surface libre est noté V. Les mailles sont de type C3D8, de 5 µm de côté et 10 µm de profondeur ainsi on a une unique maille dans l'épaisseur de la tranche considérée. La face A représente le plan de symétrie, le déplacement U_1 et les rotations U_{R2} et U_{R3} sont nuls. Pour les faces B et C les déplacement U_3 et les rotations U_{R1} et U_{R2} sont nuls pour représenter un état de déformation plane. Enfin, les nœuds E_1 et E_2 représentent l'appui de l'échantillon sur le porte échantillon pour lesquels on impose $U_2 = 0$.

L'interface est considérée comme lisse. L'interaction imposée au modèle se décompose en deux parties. La loi cohésive est appliquée aux deux surfaces constituant l'interface du système revêtu. Une loi de contact général affectée à l'ensemble du maillage est ajoutée. Elle permet la non pénétration des nœuds de l'interface grâce à la combinaison d'un comportement tangentiel « Frictionless » et un comportement normal « Hard contact ». On n'a donc pas de frottement possible entre les deux surfaces une fois l'interface rompue.

3.4.1.2 Chargement mécanique

On applique une pression sur la zone correspondant à la zone d'impact qui représente la pression appliqué par le plasma lors de son expansion. La valeur maximale de la pression est fonction du flux laser Φ évalué expérimentalement. La distribution de pression est dépendante du temps et de l'espace tout comme l'impulsion laser et ses caractéristiques sont propres à la source laser utilisée. Une étude de calibration est nécessaire pour obtenir ces trois informations. Dans le cas de la source laser du Centre des Matériaux, cette étude a été menée et détaillée dans les travaux de Fabre avec de l'eau comme milieu de confinement [Fabre, 2013]. L'étude n'a pas été effectuée dans le cas d'un confinement à l'aide de ruban adhésif. Néanmoins, les résultats expérimentaux sur l'influence du milieu de confinement montrent que les milieux de confinement conduisent à des résultats très proches pour l'endommagement des différents systèmes revêtus de l'étude. On utilise donc les calibrations établies pour le confinement eau pour définir le chargement mécanique des calculs. La pression maximum est une fonction linéaire du flux :

$$P_{max} = 0,48 + 0,67.\Phi \tag{3.4}$$

Le profil temporel de la pression adimensionnée est illustré en figure 3.33b. La pression maximale est atteinte à 4,9 ns. La distribution spatiale de l'impulsion laser est un « top hat » comme détaillé dans le chapitre méthodes, figure 3.33a. La fonction sigmoïde permet de décrire cette distribution spatiale :

$$P(x, \lambda, R)/P_{max} = 1 - \frac{1}{1 + exp(-\lambda.(x - R))} \tag{3.5}$$

où x est la distance à l'axe du modèle, λ le coefficient de gain de la sigmoïde et R le rayon de la tache focale utilisée expérimentalement. Pour l'ensemble des calculs on fixe la tache focale à un diamètre de 2 mm. La pression maximale est fixée à 1,3 GPa soit un flux laser de 1,2 GW/cm^2. La valeur de λ est fixée à 15 ce qui permet de se rapprocher d'une distribution « top hat ».

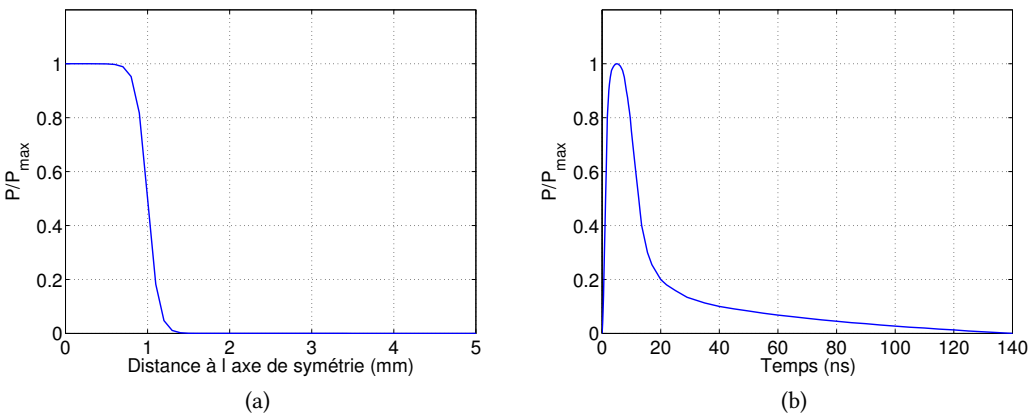


FIGURE 3.33 – (a) Profil spatial et (b) profil temporel de la pression adimensionnée

3.4.1.3 Loi cohésive

La loi de traction-séparation bilinéaire implémentée dans Abaqus/Explicit et proposée par Camanho [Camanho et Dávila, 2002] est utilisée pour décrire le comportement d'interface. Cette loi est similaire à celle utilisée dans le cadre de la modélisation de la propagation du délaminage interfacial en régime quasi-statique présenté dans le chapitre 4. La loi se compose d'une première partie élastique de raideur initiale K, la contrainte de contact augmente linéairement avec l'ouverture et l'interface ne s'endommage pas, Figure 3.34. Lorsque le point A est atteint, l'endommagement est initié, le contrainte décroit linéairement avec l'ouverture jusqu'à δ_i^m $(i = n; s; t)$ l'ouverture maximale au point B où l'interface se rompt avec une énergie de dissipation après rupture G_c.

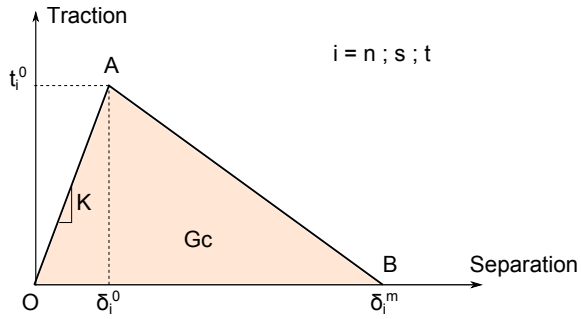


FIGURE 3.34 – Loi de traction-séparation bilinéaire

Initiation de l'endommagement L'endommagement est initié lorsque le maximum des contraintes de contact est atteint :

$$max\left\{\frac{\langle t_n\rangle}{t_n^0};\frac{t_s}{t_s^0};\frac{t_t}{t_t^0}\right\} = 1 \tag{3.6}$$

où t_n, t_s et t_t sont les composantes du vecteur des contraintes de traction représentant respectivement la composante normale et les composantes de cisaillement 1 et 2 du repère local, Figure 3.35. Les sauts de déplacement correspondant sont notés δ_n, δ_t et δ_s.

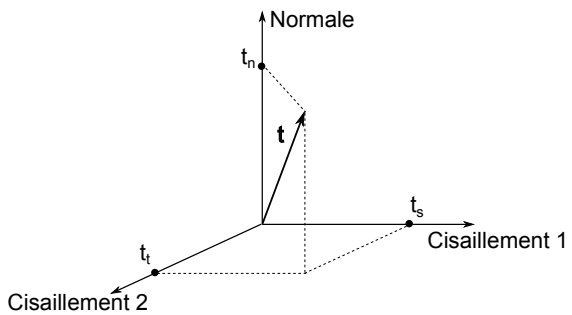


FIGURE 3.35 – Repère local

t_n^0 représente la contrainte de contact maximale lorsque la séparation est purement normale et t_s^0 et t_t^0 les maxima de contraintes de contact pour des séparations purement selon la première et le deuxième direction de cisaillement respectivement. Lorsqu'une de ces valeurs est atteinte, l'interface

commencer à s'endommager. Ces valeurs de contraintes de contact sont associées à des valeurs de séparation δ_n^0, δ_t^0 et δ_t^0. $\langle . \rangle$ est le crochet de Macaulay, i.e. $\langle \kappa \rangle = \kappa$ si $\kappa > 0$ et $\langle \kappa \rangle = 0$ si $\kappa \leq 0$. Cette fonction précise d'une sollicitation en compression pure n'introduit pas d'endommagement. La raideur initiale K se décompose en trois termes selon les trois directions K_{nn}, K_{ss} et K_{tt}.

Evolution de l'endommagement L'évolution de l'endommagement est décrite par la variable scalaire, D. La variable est initialement égale à 0 et évolue de 0 à 1 après l'initiation de l'endommagement. Lorsque D est égale à 1, l'interface est rompue. L'endommagement suit l'expression suivante :

$$D = \frac{\delta_i^m(\delta_i - \delta_i^0)}{\delta_i(\delta_i^m - \delta_i^0)} \tag{3.7}$$

où $i = n; s; t$ dans le cas d'une interface sollicitée selon un seul mode. Lorsque l'interface est sollicitée par une combinaison des trois modes, un déplacement effectif δ_{eff} dépendant des trois composantes de l'ouverture est utilisé pour décrire l'évolution de l'endommagement :

$$\delta_{eff} = \sqrt{\langle \delta_n \rangle^2 + \delta_t^2 + \delta_s^2} \tag{3.8}$$

Une étude préliminaire a été menée afin de déterminer un jeu de paramètres conduisant à la fissuration de l'interface. Les paramètres fixés n'ont *a priori* aucune représentativité physique dans la mesure où ils ont été choisis pour satisfaire aux contraintes de temps de calcul. L'ensemble des paramètres sont présentés dans le tableau 3.4.

Table 3.4 – Paramètres définissant le comportement d'interface

K_{nn} = K_{ss} = K_{tt} (GPa/mm)	t_n^0 = t_s^0 = t_t^0 (GPa)	δ_m^f (mm)
60	0,006	2×10^{-4}

3.4.1.4 Comportements des matériaux

Substrat Le substrat de l'étude est un superalliage à base de cobalt Haynes188. On fait l'hypothèse que le matériau ne se plastifie pas au passage du choc. Le substrat est purement élastique. La masse volumique vient des données constructeur [Haynes, 2016]. Dans la littérature, la valeur du module d'Young pour cette vitesse de sollicitation n'a pas été trouvée. En première approximation, on utilise le module d'Young identifié pour l'Hastelloy X, un superalliage à base de Nickel dont les propriétés en régime quasi-statique sont analogues. Le comportement de l'Hastelloy X a été caractérisé sous choc laser dans les travaux de Auroux [Auroux, 1999]. Les paramètres sont renseignés dans le tableau 3.5.

Revêtement Le revêtement d'alumine projeté plasma utilisé dans l'étude possède une épaisseur variant de 50 à 100 µm. Dans ses travaux, Auroux n'a pas pu caractériser le comportement d'un dépôt d'alumine pure d'une épaisseur de 50 µm soumis à un impact laser car trop fine et utilise les paramètres de l'alumine massive [Kinslow, 1970]. Les mêmes paramètres sont utilisés pour les présents calculs. On fait donc l'hypothèse que le dépôt d'alumine est massif, ce qui est une approximation plutôt raisonnable car ce dépôt possède un faible taux de porosité, entre 5,5 et 7,5 % [Amsellem, 2008]. La masse

TABLE 3.5 – Paramètres du comportement élastique des matériaux sous choc laser

	ρ_0 (g/cm^3)	E (GPa)	ν
Haynes 188	8,980[1]	162,5[2]	0,3
Alumine	3,224	36,75[3]	0,25

1. [Haynes, 2016], 2. [Auroux, 1999], 3. [Kinslow, 1970]

volumique est déterminée expérimentalement à partir de la pesée avant et après projection des échantillons utilisés pour les travaux de thèse. L'état de contraintes résiduelles dû au procédé de projection est négligé. Les paramètres sont regroupés dans le tableau 3.5.

3.4.2 Analyse de la fissuration de l'interface

3.4.2.1 Propagation de l'onde de choc

La propagation des ondes dans le matériau est étudiée à partir des champs des contraintes normales dans la direction de propagation du choc, S22 et des contraintes de cisaillement dans le plan, S12. Le rapport d'aspect L/D_{foc} est de 0,28 (L représente l'épaisseur de la cible et D_{foc} le diamètre de tache focale). Ce rapport correspond à un régime où l'onde de choc sera très peu atténuée par les effets de bords. Néanmoins, des zones de surtraction peuvent apparaitre à l'interface comme le montre la figure 1.25b. La figure 3.36 présente les champs des contraintes dans le système dans la zone d'intérêt à plusieurs instants caractéristiques du calcul.

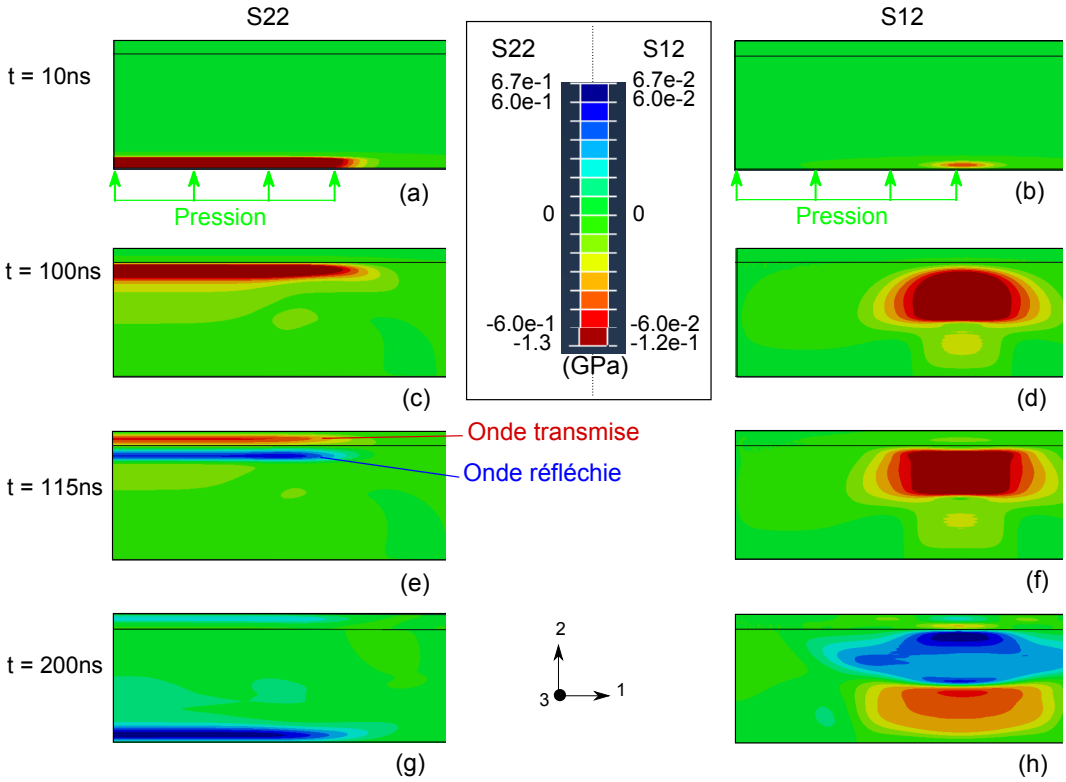


FIGURE 3.36 – Etat des contraintes S22 et S12 dans le système revêtu à plusieurs instants du calcul

A t = 10 ns, l'onde de choc s'est formée dans le matériau et sollicite le matériau en compression comme l'illustre la figure 3.36a. La distribution spatiale de la pression appliquée entraîne une forte variation de pression à la surface du substrat ce qui conduit à une zone cisaillée dans le substrat, Figure 3.36b. On note un facteur 10 entre les contraintes de compression et les contraintes de cisaillement. A t = 100 ns, l'onde de compression arrive au niveau de l'interface, Figure 3.36c. La zone cisaillée s'est étendue mais le maximum n'a pas encore atteint l'interface, Figure 3.36d. Après le passage de l'interface, à t = 115 ns, une partie de l'onde de choc est transmise dans le revêtement en onde de compression et l'autre partie est réfléchie en une onde de traction dans le substrat, Figure 3.36e. Le cisaillement est toujours présent y compris à proximité de l'interface, Figure 3.36f. A t = 200 ns, l'onde de traction a traversé l'épaisseur du substrat et l'onde transmise au revêtement est toujours présente, ici sous la forme d'une onde de traction, et reste confinée dans le revêtement signifiant que l'interface a été rompue, Figure 3.36g.

La variation de la vitesse de la surface libre prise au point V, présentée en figure 3.37, confirme que l'interface est rompue. En effet, la courbe tend vers une vitesse constante dite d'envol qui est différente de 0. De plus, les oscillations correspondent à la propagation de l'onde dans le revêtement qui s'est détaché du substrat.

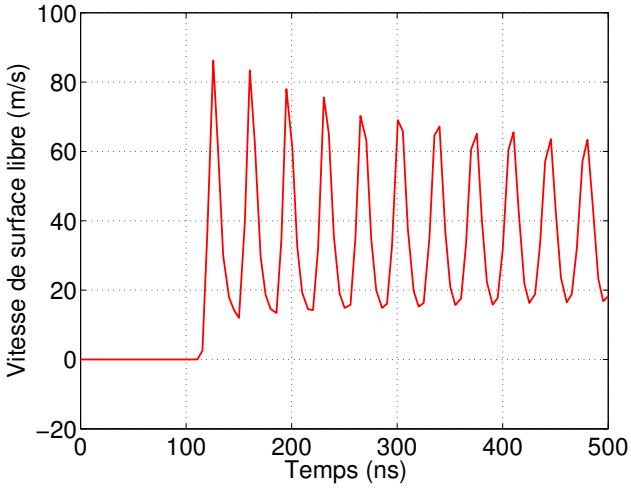


FIGURE 3.37 – Vitesse de surface libre au point V en fonction du temps

A la fin du la calcul, t = 500 ns, le champ de déplacement U_2 montre que l'interface est effectivement rompue et que la couche de céramique s'est déplacée de 14,3 µm, Figure 3.38. Il est à noter que la déformation du maillage a été amplifiée afin de visualiser correctement la courbure de la céramique due à la propagation de l'onde de choc. La partie de la couche de céramique qui s'est détachée va continuer de se déplacer car la vitesse de surface libre est non nulle. L'équilibre du système n'a donc pas été atteint.

3.4.2.2 Evolution de la fissuration interfaciale

L'étude de la fissuration interfaciale est réalisée à partir des variations de la variable d'endommagement du scalaire D de la loi cohésive (équation 3.7). La figure 3.39 présente les variations de D à plusieurs instants du calcul à la surface du substrat initialement en contact avec le revêtement.

FIGURE 3.38 – Champ de déplacement $U2$ dans le système revêtu à t = 500 ns

Avec le jeu de paramètres choisi pour la loi cohésive, on note l'apparition de l'endommagement à t = 125 ns, Figure 3.39. L'endommagement s'initie lorsque l'onde transmise au revêtement atteint la surface libre et l'onde réfléchie s'est propagée dans le substrat. La zone d'initiation de l'endommagement est localisée en périphérie de l'onde de compression là où la contrainte de cisaillement est maximale S12, Figure 3.36. Il semble donc que ce soit le cisaillement local de l'interface qui ait conduit à l'endommagement de l'interface. A t = 140 ns, la zone endommagée s'est étendue jusqu'au plan de symétrie et une partie de l'interface est rompue. La zone endommagée ne tarde pas à se rompre à t = 145 ns lorsque l'onde de traction présente dans le revêtement atteint l'interface. A la fin du calcul, t = 500 ns, on constate que la longueur rompue a augmenté. Le rayon délaminé, illustré en figure 3.39 atteint une valeur asymptotique à partir de t = 300 ns, Figure 3.40.

Ces résultats montrent que pour le jeu de paramètres de la loi cohésive utilisée, c'est le cisaillement qui induit l'initiation de l'endommagement. Ce point diffère des résultats de la littérature où la fissure est initiée par la localisation d'une zone de traction donc de mode d'ouverture. Ce résultat doit être nuancé car il est obtenu avec un jeu de paramètres obtenus *a priori* pour la loi cohésive sans tentative de recalage avec l'expérience. Aucune étude paramétrique n'a été effectuée pour vérifier que l'endommagement peut être initié par les contraintes normales et donc le mode I. Il est à noter que le cisaillement provient de la distribution spatiale de pression choisie pour le modèle en forme de créneau, Figure 3.33a.

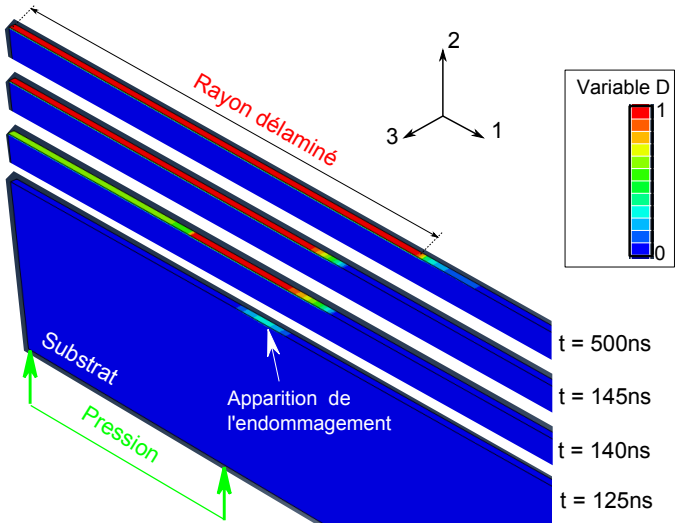


FIGURE 3.39 – Variation de l'endommagement D à plusieurs instants du calcul

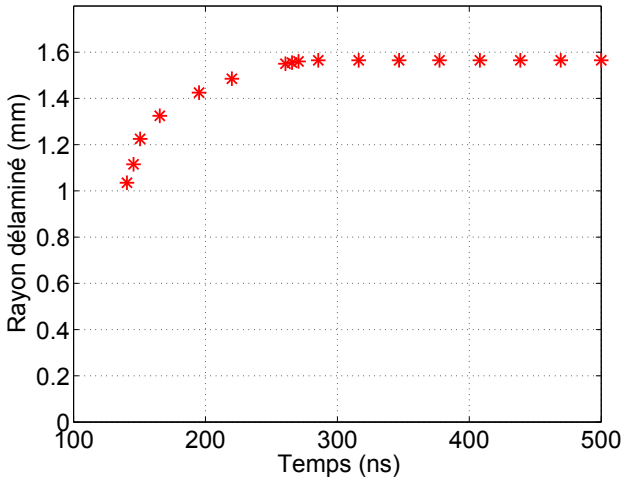


FIGURE 3.40 – Evolution du rayon délaminé avec le temps

3.4.2.3 L'état de contraintes résiduelles

Les résultats expérimentaux ont mis en évidence le rôle des contraintes résiduelles de compression dans l'état post-choc d'un système revêtu. Dans la littérature, les analyses par éléments finis pour le choc ne prennent pas en compte les contraintes résiduelles [Fabre, 2013, Cuq-Lelandais, 2010]. Ce paramètre est pourtant essentiel à la bonne description de l'état de la couche d'alumine. D'un point de vue modélisation, il s'agit de diviser le calcul en deux étapes :

1. La phase de refroidissement du système après la projection du dépôt, de 200 °C à la température ambiante en une dizaine de minutes.
2. La phase de propagation de l'onde de choc dont le temps caractéristique de l'impulsion laser est d'une dizaine de nanosecondes.

Il est à noter que les calculs de propagation d'onde choc sont effectués avec un schéma d'intégration explicite, c'est-à-dire que l'état des grandeurs physiques à l'instant $t + \Delta t$ est calculé à partir de l'état de l'instant t : $Y(t + \Delta t) = F(Y(t))$. Les calculs de refroidissement sont généralement résolus avec un schéma d'intégration implicite, autrement dit la résolution d'un système matriciel : $G(Y(t), Y(t + \Delta t)) = 0$.

Deux alternatives ont été envisagées pour prendre en compte l'état de contraintes résiduelles. La première alternative est d'effectuer un unique calcul avec une méthode d'intégration explicite contenant deux étapes : le refroidissement puis la propagation d'onde. Le pas de temps est de l'ordre de 0,5 ns, nécessaire pour le calcul de propagation d'onde, et demeur fixe pour l'ensemble du calcul. Cette alternative conduit à des temps de calcul extrêmement longs car le refroidissement dure plusieurs minutes, donc écartée rapidement. La seconde alternative est d'effectuer deux calculs. Le calcul I, effectué avec une méthode implicite sous Abaqus CAE, détermine l'état de contraintes après refroidissement. L'état des contraintes final du calcul I est appliqué comme état de contraintes initial du calcul II qui traite de la propagation de l'onde de choc avec une méthode explicite sous Abaqus/Explicit. Lors de la mise en œuvre de cette procédure, le passage entre le calcul I et le calcul II conduit à des erreurs de

compatibilité. Il n'a donc pas été possible de prendre en compte l'état de contraintes résiduelles pour l'analyse numérique de la propagation de l'onde de choc.

Conclusion sur le calcul de choc à l'aide d'un loi cohésive

Les premiers résultats numériques montrent qu'il est possible d'identifier les mécanismes d'endommagement au cours de la propagation de l'onde de choc avec une approche cohésive de l'interface. Cette approche semble apporter des résultats cohérents au vu des hypothèses de modélisation. Décrire l'interface comme un contact entre deux surfaces permet de s'affranchir de l'utilisation d'éléments pour représenter l'interface dont certaines propriétés ne sont pas représentatives de l'interface comme l'épaisseur ou la masse volumique. Ces paramètres sont nécessaires à la détermination d'un pas de temps stable dans le cas d'un calcul effectué avec un schéma d'intégration explicite. La loi cohésive reste relativement complexe à identifier mais permet d'accéder facilement à une énergie de rupture de l'interface G_c qui est de 0,6 J/m^2.

Conclusion

L'étude menée dans ce chapitre a tout d'abord montré que, dans le cas des dépôts d'alumine pure projetée sur un substrat sablé SB, la technique de choc laser peut être utilisée pour générer des défauts d'interface calibrés. En outre, la taille, le type (délaminage sans flambage, flambage, fissuration et écaillage) et la hauteur de cloque du défaut pour une cloque intègre sont des fonctions monotones du diamètre de tache focale et du flux laser. Afin d'étudier l'évolution d'un défaut sous sollicitation quasi-statique dans le plan de la couche, il est intéressant d'utiliser un défaut initial dont la couche est flambée et intègre. L'analyse des défauts menée dans le cas du système SB à l'aide de techniques d'observation non destructives, montre qu'un tel défaut peut être calibré s'il est issu d'un tir laser dont le diamètre de tache focale est fixé à 2 mm et pour un flux variant entre 0,90 et 1,50 GW/cm^2.

La procédure établie appliquée à différents systèmes revêtus met en évidence la sensibilité des caractéristiques des défauts résultants aux variations des morphologies d'interface. Ces interfaces présentent des morphologies variées comme le montre l'analyse des topographies des surfaces avant projection du dépôt. Dans le cas des systèmes revêtus pour lesquels le substrat est soit microbillé, MB, soit sablé puis oxydé, SOX, les premiers résultats mettent en évidence la possibilité de définir une gamme de valeurs pour la calibration d'un défaut d'interface. Cette gamme de valeurs varie pour chaque morphologie de surface. L'analyse montre aussi que cette procédure peut être limitée par la morphologie d'interface. En effet, lorsque la surface du substrat est électro-érodée, EE, la détection des contours du délaminage est complexe à cause des pré-fissures interfaciales présentes après projection. De plus, la fissure ne parcourt pas uniquement l'interface mais aussi le dépôt de céramique. Dans ce cas, la technique de choc laser ne peut pas être utilisée comme générateur de défauts d'interface.

L'étude expérimentale a aussi permis d'éprouver les techniques d'observations non destructives sur les différents systèmes revêtus. La profilométrie 3D est utilisée pour caractériser le cloquage de la couche. L'observation optique et l'observation par thermographie infrarouge sont utilisées pour la caractérisation du délaminage interfacial. Ces techniques sont rapides à mettre en œuvre et permettent la caractérisation complète d'un défaut d'interface. La résolution des techniques non destructives utilisées et les propriétés des dépôts d'alumine limitent l'utilisation de ces techniques à des défauts relativement grands. En effet, dans le cas de la profilométrie 3D, la détection des cloques dont la hauteur de cloque est de l'ordre de 6 µm est complexe car la rugosité de surface du dépôt parasite la lecture pour le système SB. Dans le cas de l'observation du délaminage, les défauts de l'ordre de 1 mm de diamètre sont moins aisés à détecter que des défauts présentant un délaminage plus étendu. En effet, la résolution des techniques d'observation et les propriétés thermique et optique du dépôt nous placent à la limite de la détection.

Afin de déterminer les énergies d'interface des systèmes considérés, une analyse par éléments finis a montré qu'une loi cohésive peut être utilisée pour décrire le comportement de l'interface soumise à la propagation d'une onde de choc. L'interface est alors vue comme le contact cohésif de la surface du substrat et celle du revêtement. Les premiers résultats mettent en évidence la contribution du cisaillement dans la fissuration de l'interface. Ce résultat reste tout de même à nuancer car les paramètres de la loi cohésive n'ont pas été identifiés sur la base des observations expérimentales.

Chapitre

4 Propagation d'un défaut interfacial soumis à un cisaillement macroscopique en régime quasi-statique

Introduction

La propagation d'un défaut dans un système multi-couches est influencée par le chargement local en pointe de fissure qui lui-même est fonction de la géométrie de la zone initialement fissurée et du chargement macroscopique appliqué [Hutchinson *et al.*, 2000]. Ainsi, lorsque les caractéristiques initiales du défaut d'interface sont connues et que le chargement macroscopique est maîtrisé, il est possible d'accéder aux modes de sollicitation en pointe de fissure provoquant la propagation d'un défaut. La ténacité de l'interface peut alors être caractérisée.

C'est dans ce cadre que s'inscrivent les travaux de ce chapitre qui ont pour objectif l'analyse de la propagation d'un défaut de géométrie connu soumis à un cisaillement macroscopique maîtrisé. Cette analyse est une première étape vers la détermination de la ténacité d'interface en mode de sollicitation complexe. La plupart des outils expérimentaux et numériques utilisés au cours de la thèse sont ici exploités pour répondre à l'objectif fixé. Cette étude est effectuée dans le cas du système de référence SB pour lequel le dépôt d'alumine est projeté sur un substrat sablé. Pour ce faire, plusieurs procédures expérimentales ont été développées et sont détaillées dans le chapitre 2. Les modèles numériques mis en place pour l'analyse des chargements quasi-statiques sont explicités dans le présent chapitre.

L'analyse expérimentale s'appuie sur une méthodologie originale où un défaut d'interface calibré, introduit par choc laser dans une éprouvette revêtue, est soumis à un cisaillement macroscopique obtenu grâce à un essai biaxial. La propagation de ce défaut est caractérisée grâce à un suivi *in situ*. Une partie des essais sont suivis avec une caméra optique afin de caractériser le délaminage. Un système de deux caméras optiques est utilisé pour le suivi d'un essai et permet, en plus de la caractérisation du délaminage, la caractérisation du cloquage en fonction du chargement appliqué grâce à la technique de stéréo-corrélation d'images.

D'une part, l'analyse du chapitre 3 révèle que les caractéristiques géométriques du défaut introduit par choc laser peuvent être maîtrisées pour une gamme de valeurs des paramètres laser. Le défaut se caractérise par une zone délaminée et une cloque formée par la couche de céramique. La géométrie du défaut initial est alors caractérisée à partir de techniques d'observation non destructives (ici optique et

profilométrie). D'autre part, le cisaillement macroscopique est maîtrisé par les déplacements qui sont imposés à l'éprouvette au cours de la sollicitation et évalué par le taux de biaxialité ρ qui est le rapport des déplacements imposés.

La première étape de l'analyse est donc de définir un état initialement pré-fissuré de l'éprouvette revêtue. Cette étape sous-entend de choisir une taille de défaut, un nombre de défauts à introduire mais aussi la position des défauts dans la zone revêtue de l'éprouvette. L'état initial est déterminant puisqu'il pilote, avec le chargement macroscopique, la propagation du défaut. Cette étude est effectuée dans la première partie de ce chapitre.

La deuxième partie du chapitre se concentre sur la caractérisation exhaustive de la propagation du délaminage et de la cloque associée dans le cas d'un défaut unique introduit dans une éprouvette soumise à un cisaillement macroscopique maximum, un chargement en traction/compression. Pour cela, nous mettons à profit la technique de stéréo-corrélation d'images pour caractériser le déplacement hors plan de la couche de céramique.

Ces résultats expérimentaux permettent alors de mettre en place un modèle éléments finis pour analyser les modes de sollicitation au niveau du front de fissure dans le cas d'un chargement en traction/compression. Cette étude est effectuée dans la troisième partie du chapitre grâce à une approche cohésive de l'interface. Une procédure permettant de générer un modèle plus proche de l'expérience est alors développé : la géométrie et les conditions aux limites sont déterminées à partir des résultats de corrélation d'images.

L'analyse est ensuite étendue à plusieurs taux de biaxialité pour étudier l'influence du cisaillement macroscopique sur la propagation du délaminage. Cette étude, qui fait l'objet de la dernière partie de ce chapitre, se divise en une partie expérimentale et une partie numérique. Il s'agit tout d'abord de déterminer l'influence du cisaillement macroscopique à partir de la propagation de défauts soumis à trois taux de biaxialité distincts. Ensuite, une analyse par éléments finis basée sur la mécanique linéaire élastique de la rupture (MLR) et incluant différents cas de chargement idéaux permet d'établir l'influence du cisaillement macroscopique sur la distribution des modes de sollicitation le long du front de fissure.

4.1 Etat initialement pré-fissuré des éprouvettes de l'étude

L'état initialement pré-fissuré d'une éprouvette revêtue est tout d'abord défini puis les défauts sont introduits dans la zone revêtue de l'éprouvette par la technique de choc laser. Définir l'état initial d'une éprouvette revêtue en vue d'un essai de propagation du délaminage, c'est choisir le nombre de défauts d'interface introduits, leurs dimensions caractéristiques et leur position dans la zone revêtue de l'éprouvette en connaissant *a priori* l'état de contraintes dans l'éprouvette.

Pour les besoins de l'étude, trois chargements distincts sont utilisés et se traduisent par trois taux de biaxialité, détaillés dans la description des essais biaxiaux, partie 2.6 du chapitre de méthodes. Il s'agit tout d'abord de déterminer l'état de contraintes dans la zone revêtue de l'éprouvette en fonction du taux de biaxialité. Une analyse préliminaire par éléments finis sur la structure non revêtue de l'éprouvette est donc effectuée. L'état initial de l'éprouvette est ensuite défini à partir des résultats de l'analyse de la structure. Quatre éprouvettes ont été utilisées pour les essais de propagation du délaminage, détaillées en tableau 4.1. Il est à noter que les dépôts présentent des hétérogénéités d'épaisseur dues à la procédure de projection plasma. Dans le cas des trois premières éprouvettes, l'essai a été suivi par caméra CCD comme détaillé en paragraphe 2.6.1.1. Pour l'éprouvette BX4, l'essai a été suivi par un système de deux caméras comme expliqué dans le paragraphe 2.6.1.2 afin d'utiliser la technique de stéréo-corrélation d'images.

Table 4.1 – Caractéristiques des éprouvettes de l'étude et taux de biaxialité testés

Rèf. Eprouvette	Substrat	Epaisseur dépôt (µm)	Taux de biaxialité (ρ)
BX1	HA188	92	-1
BX2	HA188	54	-0.5
BX3	HA188	69	-0.1
BX4	304L	48	-1

4.1.1 Analyse par éléments finis de l'état des contraintes dans l'éprouvette

4.1.1.1 Choix de modélisation

Géométrie La géométrie de l'éprouvette non revêtue et l'isotropie des matériaux utilisés permettent de limiter le problème à un quart de l'éprouvette, Figure 4.1. On simplifie l'analyse par un cas 2D en contraintes planes car l'éprouvette est sollicitée dans le plan. La géométrie de l'éprouvette est tronquée au niveau de la fixation des mors.

Conditions aux limites Pour respecter les symétries, on impose le déplacement $U_y = 0$ le long de X_0 et $U_x = 0$ le long de Y_0. Par convention, on impose un déplacement positif U_1 selon l'axe x et un déplacement négatif U_2 selon l'axe y. Le taux de biaxialité est défini par $\rho = U_2/U_1$. Pour tous les cas de chargement U_1 est fixé à −0,1 mm. U_2 est variable pour obtenir les trois taux de biaxialité de l'étude. XY_{45} représente l'ensemble des nœuds situés sur la première bissectrice.

Matériau Des substrats en HA188 et en acier inoxydable 304L austénitique sont utilisées pour la campagne d'essais biaxiaux. Les calculs sont effectués avec un substrat en HA188. Le matériau suit

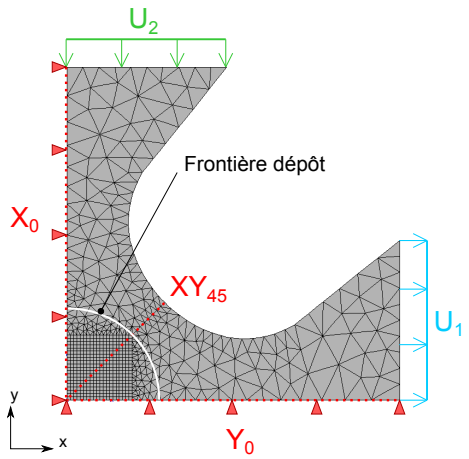


FIGURE 4.1 – Maillage du quart d'éprouvette avec les conditions aux limites

un comportement élasto-viscoplastique défini par une loi d'écoulement plastique de type Norton avec écrouissage cinématique non linéaire :

$$\dot{\epsilon_p} = \left(\frac{\sigma - X - R_0}{K}\right)^n, \tag{4.1}$$

$$X = \frac{C}{D}(1 - e^{-D\epsilon_p}) \tag{4.2}$$

où R_0 est la limite d'élasticité, K et n les paramètres de la loi de Norton, C et D les paramètres de l'écrouissage. Le tableau 4.2 regroupe les paramètres utilisés pour le comportement du Haynes 188.

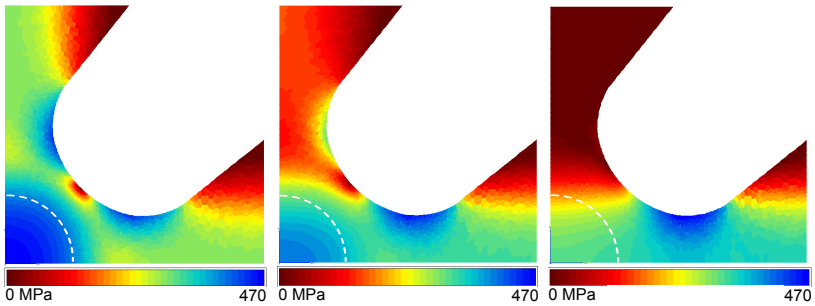
TABLE 4.2 – Valeurs des paramètres de la loi élasto-viscoplastique utilisée pour décrire le comportement des substrats de l'étude : Haynes 188 et acier inoxydable 304L à 20 °C

	E (GPa)	ν	R_0 (MPa)	K	n	C	D
HA188 [Otin, 2007]	215	0,3	232,2	114,9	12,5	$1{,}87 \times 10^5$	596,3
Acier 304L [Haddar, 2003]	191,5	0,3	37,5	111,5	11,1	$1{,}18 \times 10^5$	1350,0

4.1.1.2 Influence du taux de biaxialité sur l'état de contraintes

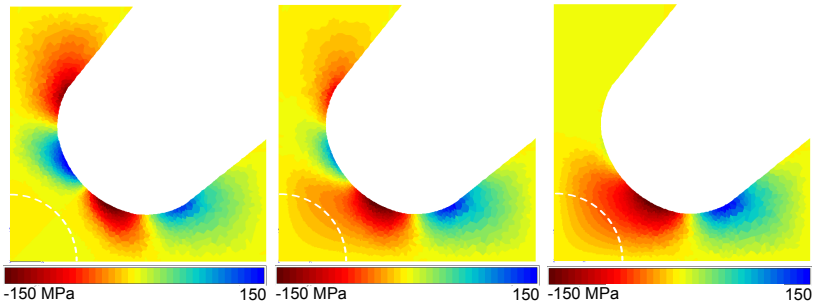
Les cartographies des contraintes de Von Mises et de cisaillement σ_{xy} sont présentées dans les figures 4.2 et 4.3 respectivement. Le contour de la zone revêtue non modélisée est représenté par une ligne pointillée.

Dans le cas d'un chargement de type traction/compression, $\rho = -1$, les contraintes sont homogènes dans la zone revêtue, la valeur maximale est atteinte au centre de l'éprouvette, Figure 4.2a. La distribution des contraintes est symétrique par rapport à l'axe XY_{45}. La zone centrale est peu cisaillée, Figure 4.3a. Plus le taux de biaxialité augmente plus les contraintes de Von Mises se localisent au niveau des bras de l'éprouvette et un gradient de cisaillement apparait dans le zone revêtue. Afin de limiter le flambage de la structure de l'éprouvette, on effectue un essai « progressif » en déplacement. Le niveau de contraintes de Von Mises est beaucoup plus faible pour le cas $\rho = -0,1$, Figure 4.2c, que pour le cas $\rho = -1$ dans la zone centrale car nous avons volontairement fixé le niveau de déplacement



(a) $\rho = -1$ (b) $\rho = -0,5$ (c) $\rho = -0,1$

FIGURE 4.2 – Cartographies des contraintes de Von Mises pour les taux de biaxialité (a) $\rho = -1$ (b) $\rho = -0,5$ et (c) $\rho = -0,1$



(a) $\rho = -1$ (b) $\rho = -0,5$ (c) $\rho = -0,1$

FIGURE 4.3 – Cartographies des contraintes de cisaillement σ_{xy} pour les taux de biaxilité (a) $\rho = -1$ (b) $\rho = -0,5$ et (c) $\rho = -0,1$

selon l'axe de compression. On constate que les axes de symétrie X_0 et Y_0 sont très peu cisaillés. La première bissectrice XY_{45} apparait comme une zone privilégiée pour introduire les défauts d'interface. En effet, c'est l'axe de symétrie de la distribution des contraintes pour le cas $\rho = -1$ mais aussi le lieu du maximum du gradient de cisaillement pour les deux autres cas de chargement, $\rho = -0,5$ et -0,1. Le défaut d'interface de centre O sera donc positionné à une distance R du centre de l'éprouvette qui reste à définir comme illustré en figure 4.4.

Les cartographies montrent que la distribution des contraintes est variable le long de la première bissectrice. Afin d'analyser l'influence de la position du centre du défaut d'interface sur l'état des contraintes, on choisit de comparer l'état des contraintes principales déterminé au centre de l'éprouvette, $R = 0$ mm, à un point situé sur la première bissectrice, $R = 9$ mm. On trace alors les cercles de Mohr associés pour les trois taux de biaxialité, Figure 4.5.

On note tout d'abord que dans le cas $\rho = -1$, les deux cercles de Mohr sont centrés en (0,0) ce qui signifie que au centre et sur la première bissectrice le repère principal est le repère des axes de sollicitation et le lieu du maximum de cisaillement. Dans les cas $\rho = -0,5$ et $\rho = -0,1$, le repère principal varie. Le niveau de contraintes diminue lorsque ρ tend vers 0. On note que les contraintes principales sont plus faibles pour R = 9 mm qu'au centre de l'éprouvette. Néanmoins, le niveau de cisaillement τ varie très peu.

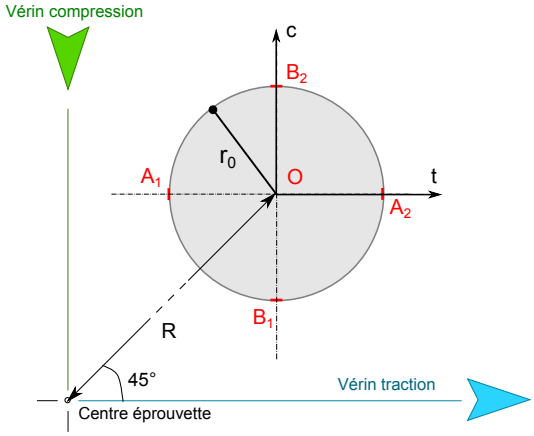


FIGURE 4.4 – Schéma représentatif de la localisation d'un défaut d'interface sur la première bissectrice à une distance R du centre de l'éprouvette et dont la zone délaminée est de rayon initial r_0

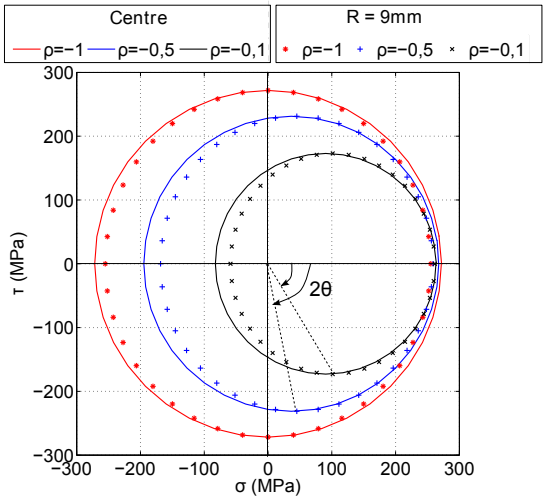


FIGURE 4.5 – Cercle de Mohr pour les trois taux de biaxialité au centre de l'éprouvette et sur la première bissectrice à $R = 9$ mm

4.1.1.3 Contraintes principales sur le front de fissure initial

Les résultats du chapitre précédent montrent que la zone délaminée des défauts d'interface introduits par choc laser est circulaire et peut mesurer jusqu'à près de 4 mm de diamètre dans le cas du système revêtu de référence SB, Figure 3.20. La plupart des points du front de fissure ne sont donc pas sur la première bissectrice. On souhaite connaitre l'influence de la position du point sur le front de fissure sur l'état des contraintes principales. Pour cela, on choisit quatre points correspondant aux lieux de l'intersection entre la pointe de fissure et l'axe de traction t, A_1 et A_2, et entre la pointe de fissure et l'axe de compression c, B_1 et B_2, Figure 4.4. Le centre O est placé à $R = 9$ mm et $r_0 = 1{,}5$ mm. On se place dans les cas d'un chargement en traction/compression, $\rho = -1$. Les valeurs de contraintes principales σ_I et σ_{II} et de cisaillement maximum τ_{max} sont adimensionnées par σ_I au point O : $\sigma_I(O) =$ 253,3 MPa. Les valeurs adimensionnées sont données dans le tableau 4.3. Ces valeurs montrent que le cisaillement maximum ainsi que les contraintes principales sont plus élevés aux points les plus proches

du centre de l'éprouvette, A_1 et B_1 qu'aux points A_2 et B_2 respectivement. Il est donc probable que la vitesse de propagation du défaut d'interface diffère entre ces quatre points. Il est nécessaire de rappeler ici qu'il ne s'agit que d'une approximation obtenue dans une hypothèse de contraintes planes sur un substrat seul. L'état mécanique de l'interface est diffèrent.

TABLE 4.3 – Valeurs adimensionnées des contraintes principales et du cisaillement maximum aux points O, A_1, B_1, A_2 et B_2 pour le cas de chargement $\rho = -1$

Contraintes adimensionnées	O	A_1	B_1	A_2	B_2
$\sigma_I/\sigma_I(O)$	1,00	1,00	1,02	1,00	0,96
$\sigma_{II}/\sigma_I(O)$	-1,00	-1,03	0,99	-0,96	-1,00
$\tau_{max}/\sigma_I(O)$	1,00	1,01	1,01	0,98	0,98

4.1.2 Eprouvette test : choix d'une distribution de défauts d'interface

Le premier essai est effectué avec l'éprouvette BX1 pour un taux de biaxialité, $\rho = -1$. Plusieurs paramètres ont été définis : le nombre de défauts, la distance R qui les sépare du centre de l'éprouvette et le diamètre D de la zone délaminée de chaque défaut d'interface. On choisit d'introduire plusieurs défauts sur une même éprouvette. Au regard des résultats du paragraphe précédent, on choisit de positionner un défaut au centre et quatre autres en périphérie sur les premières bissectrices pour profiter du cisaillement tout en restant dans une zone où le délaminage n'atteindra pas la bordure du dépôt qui est une zone de localisation des singularités. Il est indispensable d'éloigner suffisamment les défauts les uns des autres pour éviter leur coalescence trop rapide. La zone revêtue est un disque de 26 mm de diamètre. Les quatre défauts introduits par choc laser sur la première bissectrice sont situés à $R =$ 9 mm.

Aucun essai n'a été effectué au préalable, cette éprouvette test est donc un guide pour le choix des défauts. Par conséquent, on introduit des défauts dont les dimensions caractéristiques sont variées. Les tirs sont confinés avec de l'eau et le diamètre de tache focale est fixé à 2 mm. Pour cette première éprouvette, on fait le choix d'introduire des défauts de type (A) où le défaut se caractérise uniquement

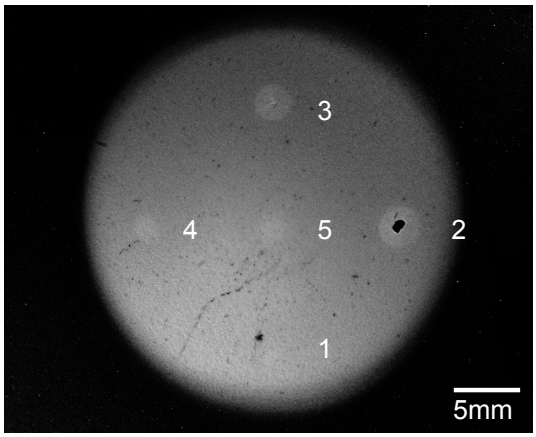


FIGURE 4.6 – Observation optique en vue de dessus du dépôt de l'éprouvette BX1 après 5 tirs laser dont 4 ont conduit à la décohésion de l'interface

par un délaminage, (B) la cloque formée par la couche de céramique est intègre, (C) la cloque est fissurée en son sommet et (D) la cloque est partiellement écaillée, schématisés en figure 3.19. Quatre des tirs laser ont conduit à la décohésion de l'interface comme illustré en figure 4.6. Le tir effectué pour introduire un défaut de type (A), difficile à calibrer, n'a pas mené à la décohésion du système. Il est à noter que, pour ce tir, aucun milieu de confinement n'a été utilisé.

L'ensemble des références des tirs et les dimensions caractéristiques pour les éprouvettes de l'étude sont récapitulées dans le tableau 4.4. Dans la suite, le défaut d'interface n de l'éprouvette BXi est référencé BXi-n. Le diamètre du délaminage initial est déterminé à partir de l'image optique de la zone revêtue obtenue avec la caméra CCD qui est utilisée pour le suivi optique de l'essai. La hauteur de cloque initiale est mesurée à partir de la surface de la zone revêtue après choc laser acquise par profilométrie 3D selon la même procédure que dans le chapitre 3. Les surfaces des revêtements après choc laser des éprouvettes BX1 et BX4 n'ont pas été acquises.

Ce premier essai a permis d'observer la propagation de deux défauts sur quatre, BX1-2 et BX1-3, les défauts dont la zone délaminée est la plus étendue à l'état initial. De plus, la cloque associée est soit fissurée, soit écaillée en son sommet ce qui conduit à une hauteur de cloque plus importante que les deux autres défauts. Ainsi, la propagation du délaminage semble être favorisée par un délaminage initial de diamètre supérieur à 2,1 mm. Le mode opératoire adopté est donc validé. Ces résultats éclairent sur le choix du niveau de chargement à appliquer et les défauts à introduire pour les autres essais.

4.1.3 Distribution des défauts d'interface pour l'ensemble des éprouvettes

Trois autres essais ont été effectués pour étudier l'influence du taux de biaxialité (BX2 et BX3) ou de compléter l'instrumentation de l'essai (BX4).

Eprouvette BX2 Dans le cas $\rho = -0,5$, l'état initial de l'éprouvette BX2 possède le même nombre de défauts que BX1 selon la même configuration comme le montre la surface acquise par profilométrie 3D, Figure 4.7. Trois défauts de type (B) où la couche est intègre, un défaut de type (C) la cloque est fissurée, BX2-1, et un défaut de type (D) la cloque est écaillée partiellement, BX2-4, sont introduits. Tous les défauts ont propagé sauf BX2-2, le défaut de plus faible hauteur de cloque.

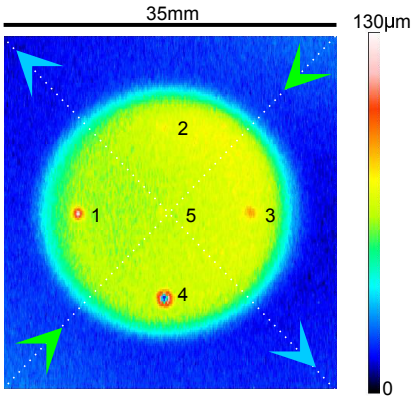


FIGURE 4.7 – Cartographie de l'altitude du dépôt de l'éprouvette BX2 obtenue par profilométrie 3D

Eprouvette BX3 Pour $\rho = -0,1$, le risque de flambage macroscopique de l'éprouvette est plus accentué. On choisit d'augmenter la taille des zones délaminées analysées afin de favoriser la propagation du délaminage car c'est le cas de chargement où la zone revêtue est moins contrainte que dans les deux autres cas d'après les calculs préliminaires. De plus, on recherche des défauts dont la couche de céramique est proche de la fissuration ou déjà fissurée car cela favorise la propagation du délaminage d'après les résultats de l'éprouvette BX1. On fait le choix d'augmenter le diamètre de tache focale à 4 mm. Une étude préliminaire a été effectuée pour la calibration des défauts d'interface mais n'est pas détaillée dans ce manuscrit. Par conséquent, seuls 4 défauts sont introduits dans la zone revêtue de l'éprouvette BX3. Aucun défaut n'est situé au centre de la zone revêtue et la distance R est réduite à 7 mm. Tous les défauts ont propagé.

Eprouvette BX4 La dernière éprouvette dont le substrat est en acier 304L, BX4, ne contient qu'un unique défaut dont la cloque est intègre. Elle est utilisée pour l'analyse de la propagation du défaut d'interface par stéréo-corrélation d'images.

Table 4.4 – Références des tirs laser pour chaque défaut d'interface introduit dans les éprouvettes revêtues et leurs dimensions caractéristiques associées (c.f. table 4.1 pour des informations complémentaires)

Défaut	ρ	Localisation R (mm)	Diamètre tache D_{foc} (mm)	Flux laser Φ (GW/cm^2)	Zone délaminée D (mm)	Hauteur cloque h_{cloque} (µm)
BX1-1		9	2	10,9	0,00	0
BX1-2		9	2	1,84	2,98	écaillé
BX1-3	-1	9	2	1,48	2,61	fissuré
BX1-4		9	2	1,10	2,08	-
BX1-5		0	2	1,10	2,06	-
BX2-1		9	2	1,46	2,34	63
BX2-2		9	2	1,14	2,03	6
BX2-3	-0,5	9	2	1,48	2,37	20
BX2-4		9	2	1,87	2,63	écaillé
BX2-5		0	2	1,10	1,85	7
BX3-1		7	4	0,75	3,95	-
BX3-2	-0,1	7	4	0,75	3,83	-
BX3-3		7	4	0,85	3,91	-
BX3-4		7	4	0,85	4,37	écaillé
BX4-1	-1	6	2	1,494	2,42	29

4.1.3.1 Evolution des dimensions caractéristiques

Les dimensions caractéristiques des défauts d'interface introduit dans les éprouvettes pour le diamètre de tache focale de 2 mm sont présentés en figure 4.8. Ces valeurs sont comparées aux valeurs de référence obtenues dans le chapitre 3 sur l'échantillon SB1 et pour un milieu de confinement eau, échantillon SB4. Dans le cas de l'éprouvette BX1, seules les mesures de diamètres de zone délaminées ont été effectuées.

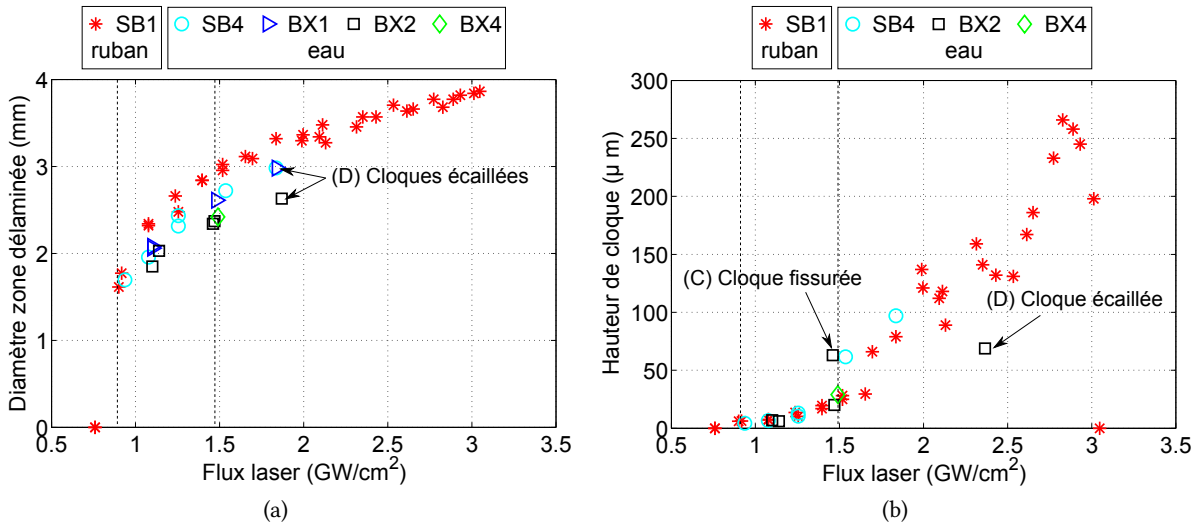


FIGURE 4.8 – Comparaison (a) du diamètre de zone délaminée et (b) de la hauteur de cloque des défauts introduits sur échantillons et sur éprouvettes pour $D_{foc} = 2\,\text{mm}$

Délaminage Dans le cas du délaminage, on note que les valeurs obtenues sur les éprouvettes sont légèrement plus faibles que celles obtenues sur l'échantillon SB1, Figure 4.8a. Pour un même milieu de confinement, les résultats sont très proches. Dans le cas de l'éprouvette BX1 les diamètres mesurés se superposent aux diamètres mesurés pour SB4. Cette légère baisse des valeurs peut être due au milieu de confinement. D'autre part, la détermination du diamètre est effectuée à partir des images prises par la caméra CCD où le cadre de l'image recouvre toute la zone revêtue, qui est donc de moins bonne précision que les images prises pour les échantillons centrées autour de chaque défaut. De plus, la rugosité de surface du dépôt mise en évidence par un éclairage rasant pour de bons résultats en corrélation d'images altère quelque peu la mesure de la zone délaminée.

Cloquage Pour la hauteur de cloque, les mesures des éprouvettes se superposent avec celles des échantillons, Figure 4.8b. On note qu'un tir à 1,46 GW/cm^2 a conduit à la fissuration de la couche, qui illustre l'aspect dispersif de la rupture du dépôt lorsque les tirs sont effectués pour des niveaux d'énergie proches de la transition cloque intègre, cloque fissurée en son sommet. Les points correspondant aux tirs qui ont mené à l'écaillage de la couche (D) sont obtenus pour des flux supérieurs à 1,80 GW/cm^2, ce qui est cohérent avec les conclusions du chapitre 3.

Nature du substrat L'éprouvette BX4 est en acier 304L et les trois autres éprouvettes sont en superalliage base cobalt. On note que les résultats sont très proches. La nature du substrat ne semble donc pas influencer les dimensions caractéristiques du défaut résultant.

Conclusion sur l'état intialement préfissuré

Tout au long de cette partie, une procédure permettant de définir l'état initialement pré-fissuré d'une éprouvette revêtue soumise à un cisaillement macroscopique a été mise en place. L'étude préliminaire du champ des contraintes dans l'éprouvette a mis en évidence un chargement à gradient pour

tous les taux de biaxialité de l'étude. De plus, les calculs montrent que le cisaillement est variable le long du front de fissure. Ces résultats sont néanmoins à nuancer car on se place dans le cas d'une éprouvette non revêtue. Pour finir, les dimensions caractéristiques des défauts obtenus dans les éprouvettes et dans les échantillons du chapitre 3 sont très proches. La technique de choc laser se révèle être un outil de générateur de fissure peu dispersif. L'étude menée tout au long de la partie 3.2 du chapitre précédent a permis de borner l'utilisation de la technique de choc laser pour les types de défauts souhaités : (B) où la cloque est intègre, (C) où la cloque est fissurée en son sommet et (D) où la cloque est partiellement écaillée.

4.2 Caractérisation de la propagation d'un défaut d'interface sous sollicitation de cisaillement macroscopique maximal

On ne développe, dans cette partie que le cas de chargement de traction/compression, $\rho = -1$ pour l'éprouvette BX4 où un seul défaut d'interface a été introduit, BX4-1. L'évolution du défaut d'interface est suivie par un système de deux caméras optiques de mêmes caractéristiques permettant d'obtenir le déplacement hors plan de la surface observée grâce à la technique de stéréo-corrélation d'images décrite en paragraphe 2.6.2.2.

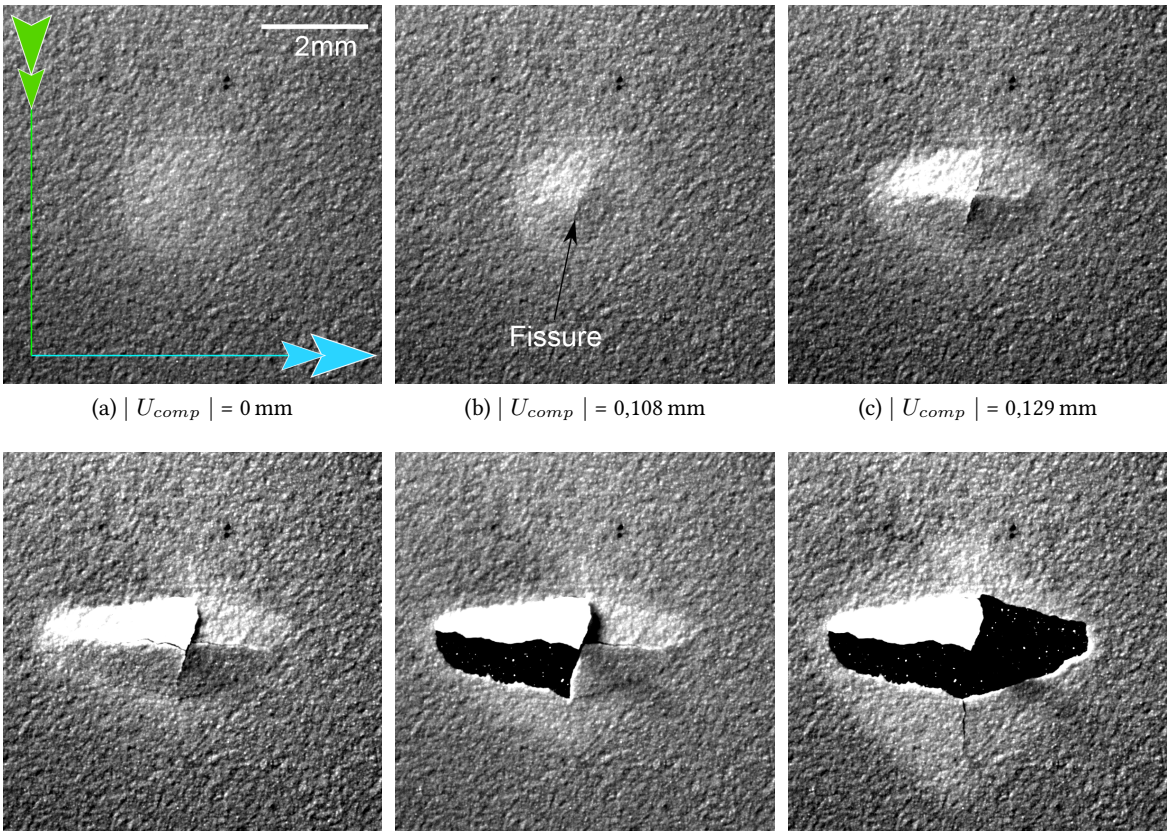
4.2.1 Etapes de la propagation d'un défaut d'interface

A l'état initial, le défaut BX4-1 est caractérisé par une zone délaminée circulaire de 2,42 mm de diamètre et une cloque de 32 µm de hauteur. Les images de la figure 4.9 sont orientées de sorte que l'axe de traction soit parallèle à l'horizontale et l'axe de compression soit parallèle à la verticale, comme indiqué sur la figure 4.4.

Dans les premiers instants de l'essai, il est possible d'observer la croissance du flambage de la couche de céramique mis en évidence par l'éclairage rasant. A partir de $\mid U_{comp} \mid$ = 0,108 mm, Figure 4.9b, une fissure apparait au sommet de la cloque orthogonalement à l'axe de traction. La zone délaminée semble toujours circulaire. Pour un incrément de déplacement imposé supérieur, Figure 4.9c, la zone délaminée ainsi que la cloque ont perdu leur circularité. Le délaminage semble s'être propagé uniquement selon la direction de traction. La surface délaminée est de forme elliptique dont l'axe majeur est parallèle à la direction de traction. La fissure au sommet de la cloque s'est propagée partageant la cloque en deux parties sensiblement égales. Au sommet de chaque « demi-cloque » est apparue une fissure orthogonale à l'axe de compression. On observe aussi une fissure à la base de la cloque. L'ensemble des fissures de la céramique sont mises en évidence par la discontinuité de niveau de gris de l'image. Avant l'écaillage, Figure 4.9d, la zone délaminée s'est propagée selon les deux axes de sollicitation, avec une progression plus significative parallèlement à la direction de traction. On note que la partie gauche de la cloque s'est plus étendue que la partie droite. Les fissures bien visibles au sommet et en base de cloque, se sont propagées.

A l'incrément de déplacement suivant, une partie de la céramique a été éjectée, Figure 4.9e. Le délaminage semble avoir peu progressé selon l'axe de traction. Une propagation notoire du délaminage selon l'axe de compression transforme la zone délaminée en losange. On discerne deux parties distinctes : la partie de gauche dont la base de la cloque est entièrement fissurée selon un contour elliptique et la partie droite où la base n'est que partiellement fissurée. La raie sombre en diagonale est l'ombre de l'écaille. A l'état final, une seconde partie de la céramique a été éjectée, Figure 4.9f. La base de la cloque qui a été éjectée décrit une ellipse. La propagation du délaminage selon la direction de compression contraste de manière flagrante avec la faible propagation dans la direction de traction. On note une propagation du délaminage plus étendue dans la partie basse, en direction du centre de l'éprouvette et l'apparition d'une fissure orthogonale à la direction de traction. A l'état final, le contour du délaminage est proche d'un carré.

Pour résumer, on observe tout d'abord une augmentation de la hauteur de cloque qui conduit à la fissuration de son sommet. Il semble que le délaminage ne se propage qu'à partir de l'apparition de la



(a) | U_{comp} | = 0 mm (b) | U_{comp} | = 0,108 mm (c) | U_{comp} | = 0,129 mm

(d) | U_{comp} | = 0,152 mm (e) | U_{comp} | = 0,162 mm (f) | U_{comp} | = 0,180 mm

FIGURE 4.9 – Observation *in situ* du défaut BX4-1 soumis à un chargement de traction/compression, $\rho = -1$: (a) à l'état initial après choc laser, | U_{comp} | = 0 mm, pour quatre états intermédiaire (b) | U_{comp} | = 0,108 mm (c) | U_{comp} | = 0,129 mm (d) | U_{comp} | = 0,152 mm (e) | U_{comp} | = 0,162 mm et à l'état final (f) | U_{comp} | = 0,180 mm

fissure au sommet. La zone délaminée s'étend alors dans toutes les directions. Le délaminage, favorisé dans la direction de traction, devient elliptique. En augmentant le chargement, la cloque continue de se déformer, se fissure au sommet et à la base puis s'écaille. Une fois la cloque écaillée, le délaminage se propage préférentiellement dans la direction de compression. Il semble que le comportement global du dépôt de céramique soumis à une sollicitation quasi-statique est similaire au comportement du dépôt lorsqu'il est soumis à un choc laser : pour ces deux domaines de sollicitation, on note la fissuration de la cloque qui conduit ensuite à son écaillage lorsque le chargement augmente.

4.2.2 Caractérisation de la propagation du délaminage interfacial

L'analyse des images optiques permet de déterminer l'évolution du délaminage interfacial. La méthode de traitement des images utilisée est détaillée dans le paragraphe 2.6.2, analyse des essais biaxiaux. Les images d'une seule des deux caméras sont utilisées. Pour cette analyse, une image est sélectionnée par palier de déplacement. Les observations du paragraphe précédent sur le délaminage interfacial conduisent à choisir quatre longueurs caractéristiques de la propagation : les longueurs OT_1 et OT_2 qui sont l'intersection du front de fissure avec l'axe de traction t et les longueurs OC_1 et OC_2

l'intersection du front avec l'axe de compression c comme illustré en figure 4.10a. Pour l'étude, les longueurs sont adimensionnées par le rayon initial de la zone délaminée $r_0 = 1{,}21$ mm :

$$T_1^{adim} = \frac{OT_1}{r_0}, \tag{4.3}$$

$$T_2^{adim} = \frac{OT_2}{r_0}, \tag{4.4}$$

$$C_1^{adim} = \frac{OC_1}{r_0}, \tag{4.5}$$

$$C_2^{adim} = \frac{OC_2}{r_0} \tag{4.6}$$

On définit les longueurs moyennes délaminées selon l'axe de traction, $DelamT$ et l'axe de compression, $DelamC$. Pour l'étude, elles sont adimensionnées par r_0 :

$$DelamT = \frac{T_1T_2}{2}, \tag{4.7}$$

$$DelamC = \frac{C_1C_2}{2}, \tag{4.8}$$

$$T_{moy} = \frac{DelamT}{r_0}, \tag{4.9}$$

$$C_{moy} = \frac{DelamC}{r_0} \tag{4.10}$$

et le rapport $r_{C/T}$ indicateur de l'ellipticité de la zone délaminée qui permet de caractériser la perte de circularité du délaminage défini par :

$$r_{C/T} = \frac{DelamC}{DelamT} \tag{4.11}$$

L'évolution des valeurs T_1^{adim} et T_2^{adim} sont représentées en figure 4.10b, C_1^{adim} et C_2^{adim} en figure 4.10c et l'évolution des valeurs moyennes T_{moy} et C_{moy} en figure 4.10d. Sur chaque graphe le rapport $r_{C/T}$ est aussi représenté. On définit un seuil à partir duquel l'avancée de la fissure est considérée comme significative qui correspond à 10 % du rayon initial r_0. Pour le défaut considéré, cela correspond à une propagation de 120 µm. Ainsi, lorsqu'une longueur adimensionnée dépasse la valeur 1,1, on considère que le front de fissure a avancé selon la direction considérée. Trois événements observés dans le paragraphe précédent sont reportés sur les trois graphes : l'apparition de la fissure au sommet de la cloque, $\mid U_{comp} \mid$ = 0,108 mm, le premier écaillage, $\mid U_{comp} \mid$ = 0,159 mm, et le second écaillage, $\mid U_{comp} \mid$ = 0,172 mm. Il est à noter qu'à partir de la valeur $C_1^{adim} = 1{,}44$ obtenue pour un déplacement de $\mid U_{comp} \mid$= 0,152 mm, Figure 4.9d, la longueur OC_1 est mesurée sur la droite passant par le centre O qui fait un angle de 10° avec l'axe de compression car le sommet C_1 de la surface délaminée est dévié par rapport à l'axe de compression. La variation des paramètres est exprimée en fonction de la valeur absolue du déplacement macroscopique $\mid U_{comp} \mid$. On peut désormais proposer une analyse plus détaillée des principales étapes observées :

1. De l'état initial à la fissuration du sommet de la cloque L'ensemble des valeurs restent en dessous du seuil. Aucune progression du délaminage n'est détectée. Le rapport $r_{T/C}$ est quasiment constant et égal à 1, la zone délaminée garde sa circularité.

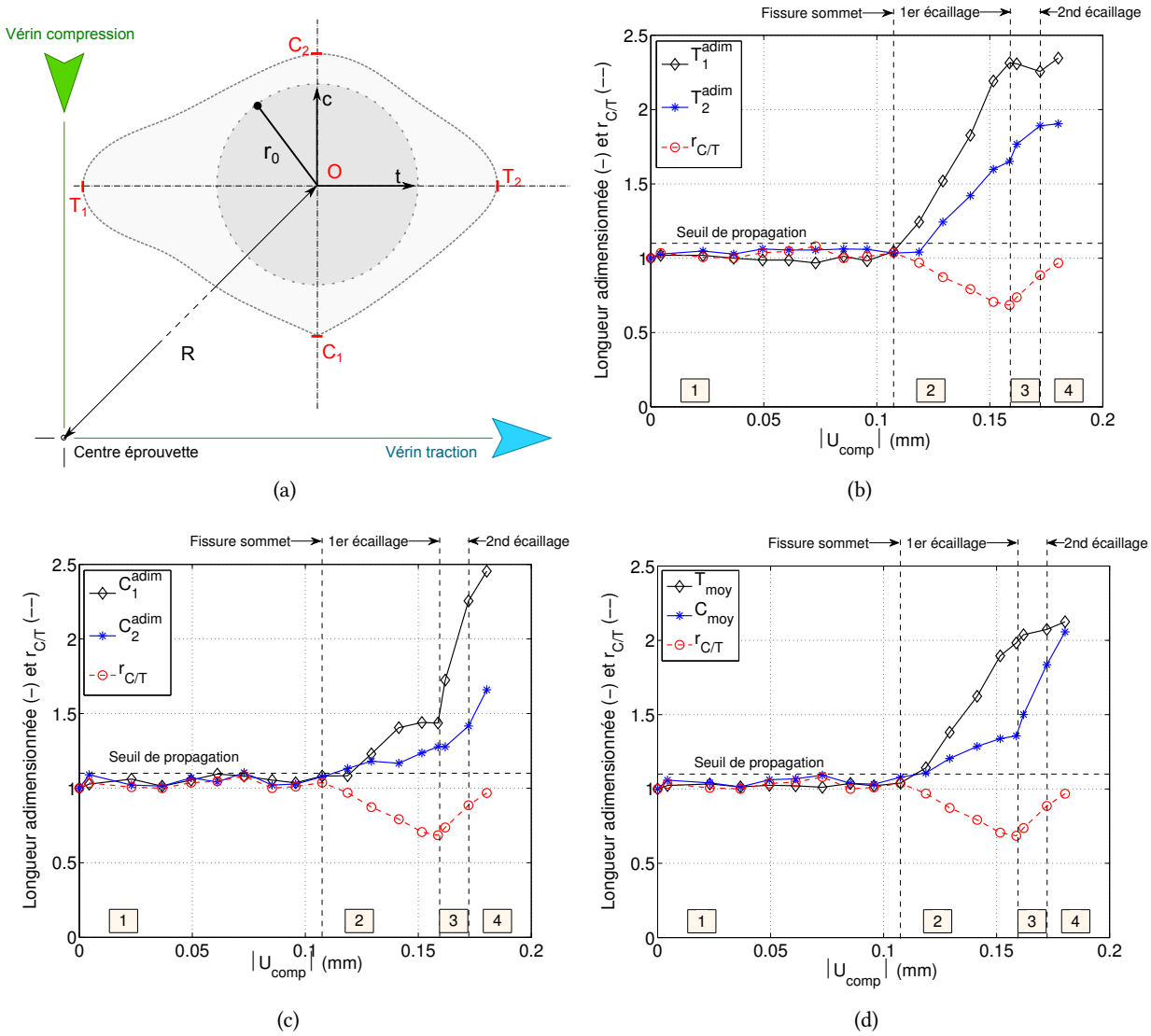


FIGURE 4.10 – (a) Schéma représentatif des longueurs caractéristiques de la zone délaminée ; Evolution des longueurs adimensionnées et du rapport $r_{C/T}$ avec le déplacement imposé en compression selon (b) l'axe de traction (c) l'axe de compression et (d) dimensions moyennes dans le cas de l'éprouvette BX4 pour $\rho = -1$

2. Entre la fissuration du sommet de la cloque et le premier écaillage Les trois figures 4.10b, 4.15b et 4.10d montrent que la zone délaminée n'évolue qu'à partir d'une valeur de déplacement macroscopique critique et selon les deux directions de sollicitation. La propagation de T_{moy} et C_{moy} est initiée pour le même déplacement critique et leurs pentes confirment que le délaminage se propage bien plus rapidement parallèlement à l'axe de traction qu'à l'axe de compression. Le début de la propagation est détectée pour T_1^{adim}, à partir de l'apparition de la fissure en sommet de cloque. L'augmentation de T_1^{adim} entraîne la chute du rapport $r_{C/T}$. T_2^{adim}, C_1^{adim} et C_2^{adim} n'augmentent qu'à partir de $\mid U_{comp} \mid = 0{,}119$ mm. Les valeurs T_1^{adim} et C_1^{adim} (c'est-à-dire vers le centre de l'éprouvette) sont toujours supérieures respectivement à T_2^{adim} et C_2^{adim} (c'est-à-dire vers la bordure de la zone revêtue). A la fin de cette étape, le rapport $r_{C/T}$ atteint sa valeur minimale de 0,68, en accord avec la perte de

circularité observée dans le paragraphe précédent.

3. Entre les envols d'écaille L'envol de la première écaille affecte de manière significative la propagation du délaminage. En effet, $\mid U_{comp} \mid = 0{,}159$ mm est le chargement imposé pour lequel la pente est modifiée pour l'ensemble des longueurs adimensionnées et du point d'inflexion pour le rapport $r_{C/T}$. Les pentes décrites par T_{moy} et C_{moy}, Figure 4.10d, révèlent une accélération de la propagation parallèlement à l'axe de compression et un ralentissement parallèlement à l'axe de traction. Plus précisément la valeur T_1^{adim} reste quasiment constante contrairement à T_2^{adim} qui continue de propager à la même vitesse que dans la phase précédente. T_1^{adim} est toujours supérieure à T_2^{adim}. Parallèlement à l'axe de compression, la pente la plus abrupte est observée pour C_1^{adim}. La propagation du délaminage est donc plus rapide en direction du centre de l'éprouvette. Il est à noter que, dans cette phase, la vitesse de propagation de C_1^{adim} est plus importante que celle de T_1^{adim} au cours de l'étape 2. Enfin, le rapport $r_{C/T}$, après avoir atteint sa valeur minimale au moment de l'envol de la première écaille, augmente jusqu'à la valeur 0,89.

4. Du second écaillage à l'état final Dans les derniers instants de l'essai, le délaminage se propage préférentiellement parallèlement à l'axe de compression. La valeur de T_{moy} n'augmente que très faiblement alors que C_{moy} continue d'augmenter à la même vitesse que pour l'étape 3. On constate une accélération de la propagation de C_2^{adim} et un léger ralentissement de C_1^{adim}. La longueur adimensionnée C_1^{adim} demeure néanmoins bien supérieure à C_2^{adim}. L'évolution du rapport $r_{C/T}$ est identique à l'étape 3. A l'état final, les valeurs de T_{moy} et C_{moy} sont quasiment égales ce qui se traduit par $r_{C/T}$ proche de 1. La valeur finale du rapport est cohérente avec la forme « carrée » observée en figure 4.9f.

Les résultats montrent tout d'abord que la propagation du délaminage n'est pas uniforme parallèlement aux deux axes de sollicitation. De plus, l'avancée du front de fissure dépend du point considéré sur le front. Parallèlement à un même axe de sollicitation, le délaminage se propage préférentiellement aux points T_1 et C_1, c'est-à-dire aux points correspondant à un maximum de cisaillement selon le calcul préliminaire mené pour le substrat seul, c.f. paragraphe 4.1.1.3. Par ailleurs, ces résultats mettent en lumière le fort couplage entre la propagation du délaminage interfacial et l'état de dégradation de la couche de céramique. Le délaminage ne se propage qu'à partir d'une valeur de déplacement macroscopique critique qui est supérieure au déplacement correspondant à l'apparition de la fissure en sommet de cloque. De plus, les deux instants où la cloque est éjectée affectent significativement les vitesses de propagation du délaminage dans les directions de sollicitation. Il est donc nécessaire de caractériser l'évolution de la cloque pour obtenir une description complète de l'évolution d'un défaut d'interface soumis à un cisaillement macroscopique.

4.2.3 Caractérisation de la forme de la cloque

L'évolution de la forme de la cloque est étudiée à partir des résultats de la stéréo-corrélation d'images dont le principe est détaillé dans le paragraphe d'analyse des essais biaxiaux, paragraphe 2.6.2.2. Cette méthode permet d'obtenir une surface en 3D de la zone d'étude à partir de deux images planes comme le montre la vue 3D de la cloque à l'état initial, Figure 4.11. Il s'agit dans un premier temps de déterminer les dimensions permettant de caractériser la forme de la cloque. La figure 4.12

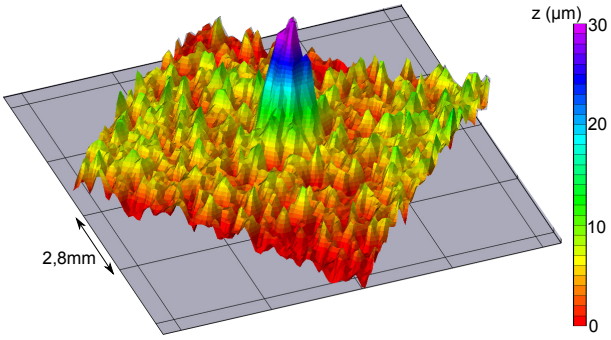
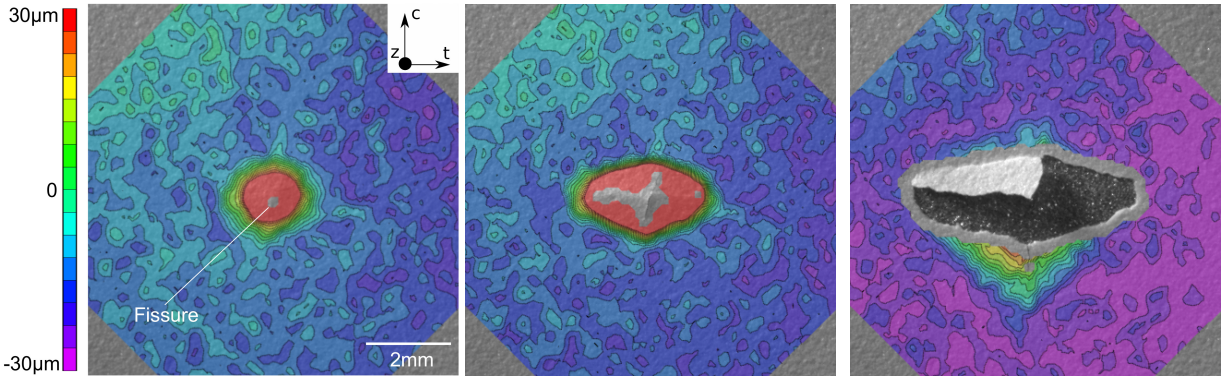


FIGURE 4.11 – Vue 3D de la surface du défaut BX4-1 à l'état initial obtenue par stéréo-corrélation d'images

présente les mesures de l'altitude de la surface du revêtement à trois instants de la propagation du défaut : lors de l'apparition de la fissure au sommet de la cloque, Figure 4.12a, avant écaillage, Figure 4.12b et à l'état final, Figure 4.12c. Les champs sont superposés aux images optiques correspondantes respectivement aux figures 4.9b, 4.9c et 4.9f. Pour une meilleure lecture, l'échelle pour la mesure d'altitude est la même pour les trois figures. A partir de l'apparition de la fissure en sommet de cloque, les arêtes vives situées au sommet de la cloque ne permettent plus la corrélation d'images. Certaines zones ne sont donc pas indexées laissant apparaitre l'image brute (grise).



(a) $|U_{comp}|$ = 0,108 mm (b) $|U_{comp}|$ = 0,129 mm (c) $|U_{comp}|$ = 0,180 mm

FIGURE 4.12 – Cartographies de l'altitude de la surface du dépôt obtenues par stéréo-corrélation d'images : (a) à l'apparition de la fissure en sommet de cloque $|U_{comp}|$ = 0,108 mm, (b) avant le premier écaillage $|U_{comp}|$ = 0,129 mm et (c) à l'état final $|U_{comp}|$ = 0,180 mm

Au moment de l'apparition de la fissure, la base de la cloque semble légèrement elliptique, Figure 4.12a. Avant écaillage, la base de la cloque forme une ellipse dont l'axe majeur est parallèle à la direction de traction, Figure 4.12b. L'état final montre qu'une partie de la couche de céramique proche de la zone écaillée s'est déformée, Figure 4.12c. Cette zone correspond plus ou moins à l'avancée du délaminage au même instant. On note que la partie du système revêtu hors de la zone affectée par la propagation du défaut s'est déplacée de −30 µm. Ce déplacement n'est pas constant sur l'ensemble de la couche, il est intrinsèque au chargement imposé combiné à l'effet Poisson. Il est à noter qu'on observe un flambage macroscopique de la structure de l'éprouvette au moment du démontage de l'éprouvette. Il

est donc possible de tirer des champs de déplacement hors plan des dimensions de cloque permettant sa caractérisation : les dimensions de la base de la cloque qui s'élargit et change de forme au cours du chargement mais aussi la hauteur maximale de la cloque jusqu'à l'apparition de la fissure en son sommet.

4.2.3.1 Définition des dimensions caractéristiques

La géométrie de la base de la cloque est définie comme le contour formé par l'intersection entre la surface acquise par stéréo-corrélation d'images et le plan $z = 6\,\mu m$. La forme de la base n'est pas déterminée à une altitude nulle mais à une altitude de 6 µm pour que les contours résultants ne soit pas déformés par le bruit de mesure à la surface du dépôt observable sur la figure 4.11.

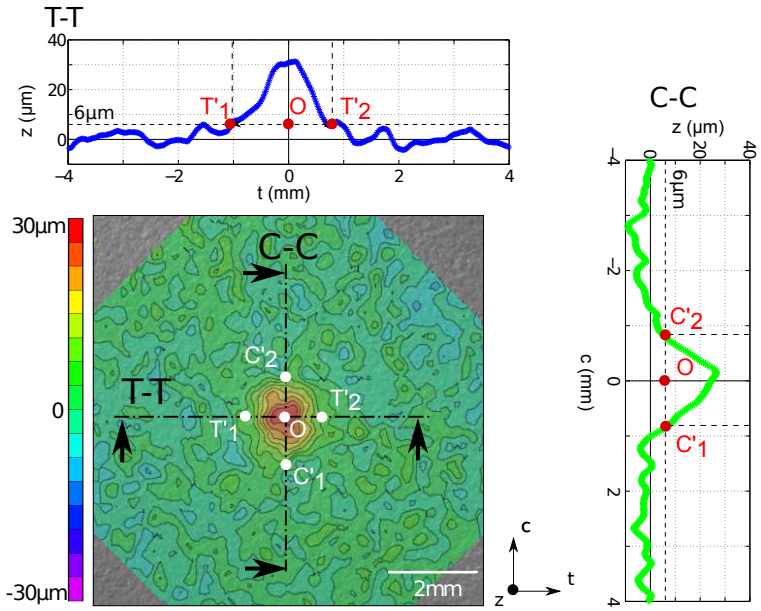


FIGURE 4.13 – Schéma de l'extraction des profils selon les axes de sollicitation à partir de la cartographie d'altitude obtenue par stéréo-corrélation d'images à l'état initial après choc laser

Les observations préliminaires du contour de la base de la cloque montrent une évolution similaire à celle de la zone délaminée. On choisit donc de caractériser le contour par ses dimensions mesurées parallèlement aux axes de sollicitation. Pour déterminer ces valeurs, les profils T-T et C-C sont extraits des surfaces mesurées selon respectivement les axes t et c, passant par le centre O de la zone délaminée initiale, Figure 4.13. Les lignes moyennes de chaque profil sont définies comme l'altitude nulle du profil qui sont estimées par la moyenne du profil en dehors de la zone cloquée. Les longueurs caractéristiques du contour mesurées parallèlement à l'axe de traction sont OT'_1, OT'_2 et les longueurs mesurées parallèlement à l'axe de compression sont OC'_1 et OC'_2. Deux longueurs moyennes sont définies de la même manière que les longueurs moyennes délaminées $DelamT$ et $DelamC$, expressions 4.7 et 4.8. Les longueurs moyennes dans le cas du contour de base de la cloque $BaseT$ et $BaseC$ suivent les expressions suivantes :

$$BaseT = \frac{T'_1T'_2}{2}, \tag{4.12}$$

$$BaseC = \frac{T_1'T_2'}{2} \tag{4.13}$$

Dans le chapitre 3 la forme de la cloque est acquise par profilométrie 3D et la surface filtrée permet de déterminer la hauteur maximale de la cloque. Ici, la surface de la cloque est déterminée par stéréo-corrélation d'images et la hauteur maximale est mesurée à partir des profils extraits T-T et C-C utilisés pour la caractérisation du contour de la base. La hauteur de cloque est définie comme la différence d'altitude entre la ligne moyenne et le maximum du profil. Grâce à la stéréo-corrélation d'images, on obtient une hauteur de cloque de 32 µm et 29 µm par la méthode utilisée dans le chapitre 3, soit 10 % d'erreur. La superposition des profils extraits selon les axes de sollicitation montre que la technique de stéréo-corrélation d'images permet d'obtenir un résultat satisfaisant car très proche du résultat obtenu par profilométrie 3D, Figure 4.14. On remarque que le bruit de mesure pour la stéréo-corrélation d'images en dehors de la cloque donne lieu à des erreurs systématiques de mesure de l'ordre de 3 µm. Ceci est cohérent avec la différence mesurée au sommet de la cloque.

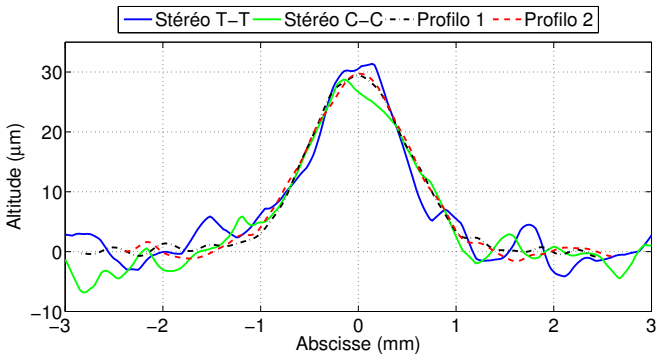


FIGURE 4.14 – Superposition des profils extraits des surfaces caractérisant l'état initial obtenues par stéréo-corrélation d'images et profilométrie 3D

4.2.3.2 Evolution de la base de la cloque au cours du chargement

Ce paragraphe étudie l'évolution du contour de la base de la cloque à l'aide des longueurs caractéristiques OT_1', OT_2', OC_1' et OC_2' définies précédemment. Les longueurs déterminées à partir des profils T-T et C-C sont représentées en figure 4.15a et 4.15b respectivement.

1. De l'état initial à la fissuration du sommet de la cloque Au cours de cette première phase, les mesures des zones flambées, OT_1' et OT_2', selon l'axe de traction augmentent très faiblement alors que les valeurs OC_1' et OC_2', selon l'axe de compression restent constantes. Ainsi, la base de la cloque s'élargit uniquement selon l'axe de traction.

2. Entre la fissuration de la cloque et premier écaillage Jusqu'à $\mid U_{comp} \mid = 0{,}129$ mm, les longueurs parallèles à l'axe de compression, OC_1' et OC_2', restent quasiment constantes, Figure 4.15b. Ainsi, la base ne s'élargit pas dans cette direction. Pour des valeurs de déplacement supérieurs, les fissures présentes à la base de la cloque ne permettent pas d'obtenir le champs hors plan dans cette zone d'où l'absence de points de mesure.

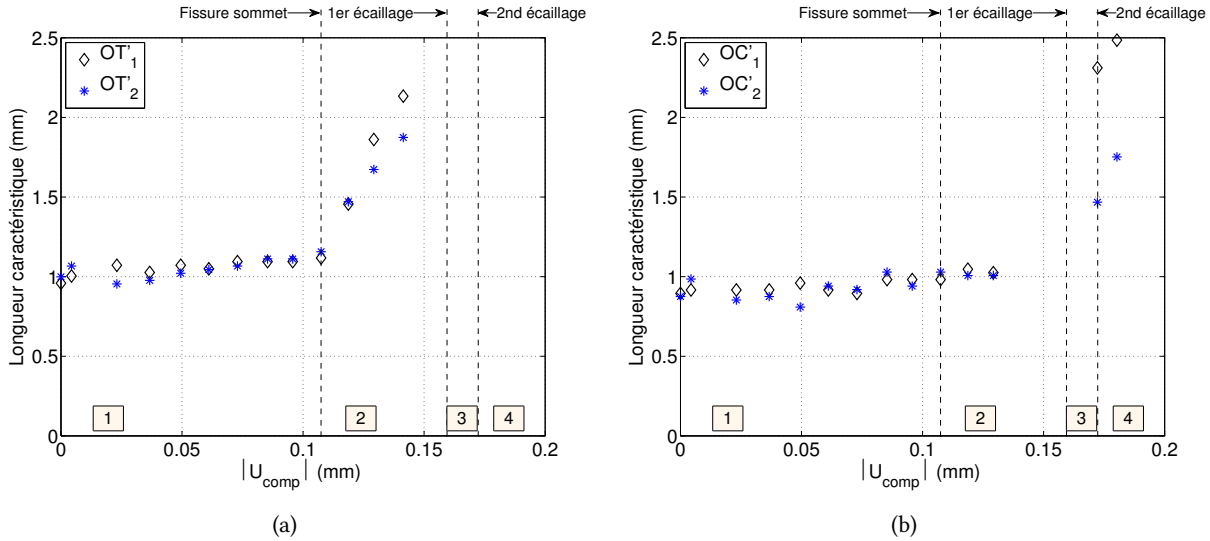


FIGURE 4.15 – Evolution des longueurs caractéristiques de la forme de la base de la cloque en fonction du déplacement imposé en compression selon (a) l'axe t (b) l'axe c

Parallèlement à l'axe de traction, la base de la cloque s'élargit de manière significative. Cet élargissement est tout d'abord symétrique par rapport à l'axe de compression car les valeurs OT_1' et OT_2' se superposent, Figure 4.15a. A partir de $\mid U_{comp} \mid = 0{,}129$ mm, la cloque perd sa symétrie et s'élargit plus significativement selon OT_1', ce qui est en accord avec la propagation du délaminage analysée dans le paragraphe précédent. Ainsi, au cours de cette phase la cloque s'élargit uniquement selon l'axe de traction. Sa base devient elliptique tout comme la zone délaminée.

3. Entre les deux envols d'écaille L'écaillage de la cloque ne permet pas de calculer le déplacement au bord de la zone écaillée. La mesure des longueurs est impossible, d'où l'absence de points dans cette phase. Néanmoins, parallèlement l'axe de compression, à $\mid U_{comp} \mid = 0{,}172$ mm, la couche de céramique se déforme bien au delà de la partie écaillée mis en évidence par les valeurs de OC_1' et OC_2', Figure 4.15b. La distance OC_1' est alors bien supérieure à OC_2'. Ce résultat est similaire aux observations dans le cas du délaminage où la longueur OC_1 est bien supérieure à OC_2, Figure 4.10c.

4. Du second écaillage à l'état final L'écaillage total de la cloque ne permet pas le calcul du déplacement hors plan dans la zone voisine de l'axe de traction comme le montre l'abscence de points indexés dans cette zone sur la figure 4.12c. Selon l'axe de compression, la zone déformée de la couche de céramique s'étend plus significativement en direction du centre de l'éprouvette, longueur OC_1', tout comme pour le délaminage associé, Figure 4.10c.

Les résultats de l'analyse de l'évolution de la géométrie de la base de la cloque sont en accord avec l'évolution du délaminage associé. Lorsqu'on trace les variations des longueurs caractéristiques moyennes des deux composantes du défaut d'interface, Figure 4.16, on note que les valeurs $DelamT$ et $BaseT$ présentent des variations cohérentes et que $DelamC$ et $BaseC$ aussi. Ainsi, les dimensions mesurées selon une même direction de sollicitation mais issues de deux phénomènes liés (le délaminage

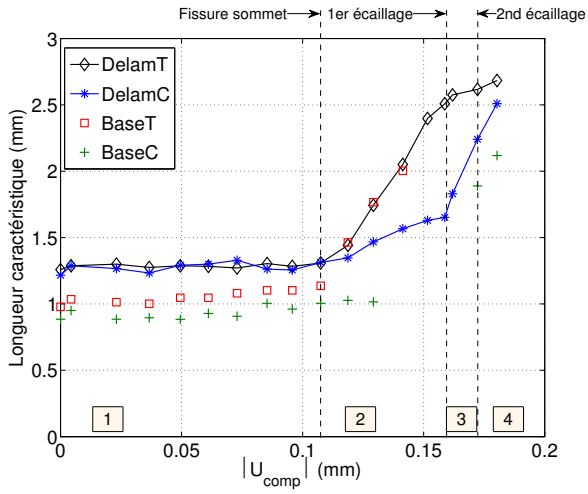


FIGURE 4.16 – Evolution des dimensions moyennes de la base de la cloque $DelamT$ et $DelamC$ ainsi que de la zone délaminée $BaseT$ et $BaseC$

et le cloquage) sont cohérentes entre elles. Logiquement, on retrouve que les dimensions du contour de la base de la cloque sont généralement plus faibles que celles du délaminage. Il est possible que le plan $z = 6\,\mu m$ choisi pour définir le contour de la base de la cloque soit à une altitude trop importante et entraîne une probable sous-estimation des dimensions de la base de la cloque. Le bruit de mesure ne permet pas de définir un plan à plus basse altitude, il faut alors filtrer les courbes obtenues pour s'approcher au mieux des valeurs de la zone délaminée. Néanmoins, la technique de stéréo-corrélation d'images permet d'obtenir des résultats très satisfaisants pour mener une analyse fine de la géométrie de la cloque de céramique soumise à un cisaillement macroscopique.

4.2.3.3 Analyse de l'évolution de la cloque de l'état initial à la fissuration en son sommet

Ce paragraphe se concentre sur la phase 1 de propagation du défaut d'interface pour mieux comprendre l'évolution de la couche de céramique jusqu'à fissuration du sommet de la cloque. Les résultats précédents montrent que, au cours de cette phase, la zone délaminée ne se propage pas et que la base de la cloque s'élargit légèrement selon l'axe de traction. Pour cela, on étudie l'évolution de la hauteur de cloque avec le déplacement macroscopique imposé, Figure 4.17, l'instant où la fissure est détectée sur les images brutes est indiqué par une flèche.

La hauteur de cloque augmente avec le déplacement. On note des ruptures de pente pour $\mid U_{comp} \mid =$ 0,085 mm et 0,095 mm. Aucune singularité n'est détectée sur les images brutes correspondant à ces déplacements appliqués.

On choisit alors d'utiliser la technique de soustraction d'images pour détecter la présence éventuelle d'une fissure qui est mise en évidence par la variation de niveaux de gris. Avant $\mid U_{comp} \mid =$ 0,085 mm, la soustraction de l'image courante, Figure 4.9a, à l'image référence met en évidence l'augmentation du bombé. Lorsque l'image de référence est soustraite à l'image associée à $\mid U_{comp} \mid =$ 0,085 mm, lieu de la première rupture de pente, il apparait en plus du bombé une arête vive en sommet de cloque quasi-

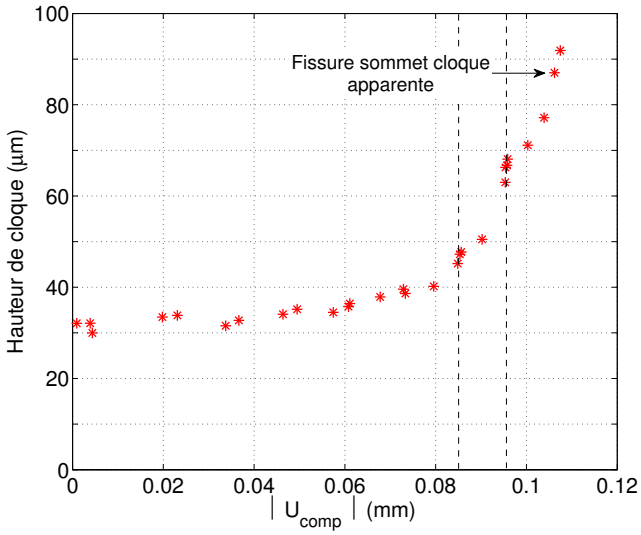
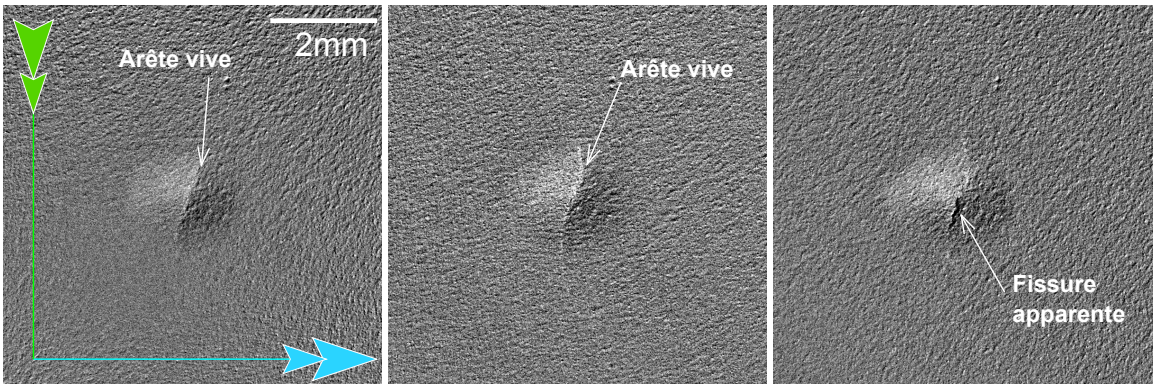


FIGURE 4.17 – Evolution de la hauteur maximale de la cloque, déterminée à partir des résultats de la stéréo-corrélation d'images, avec le déplacement macroscopique imposé

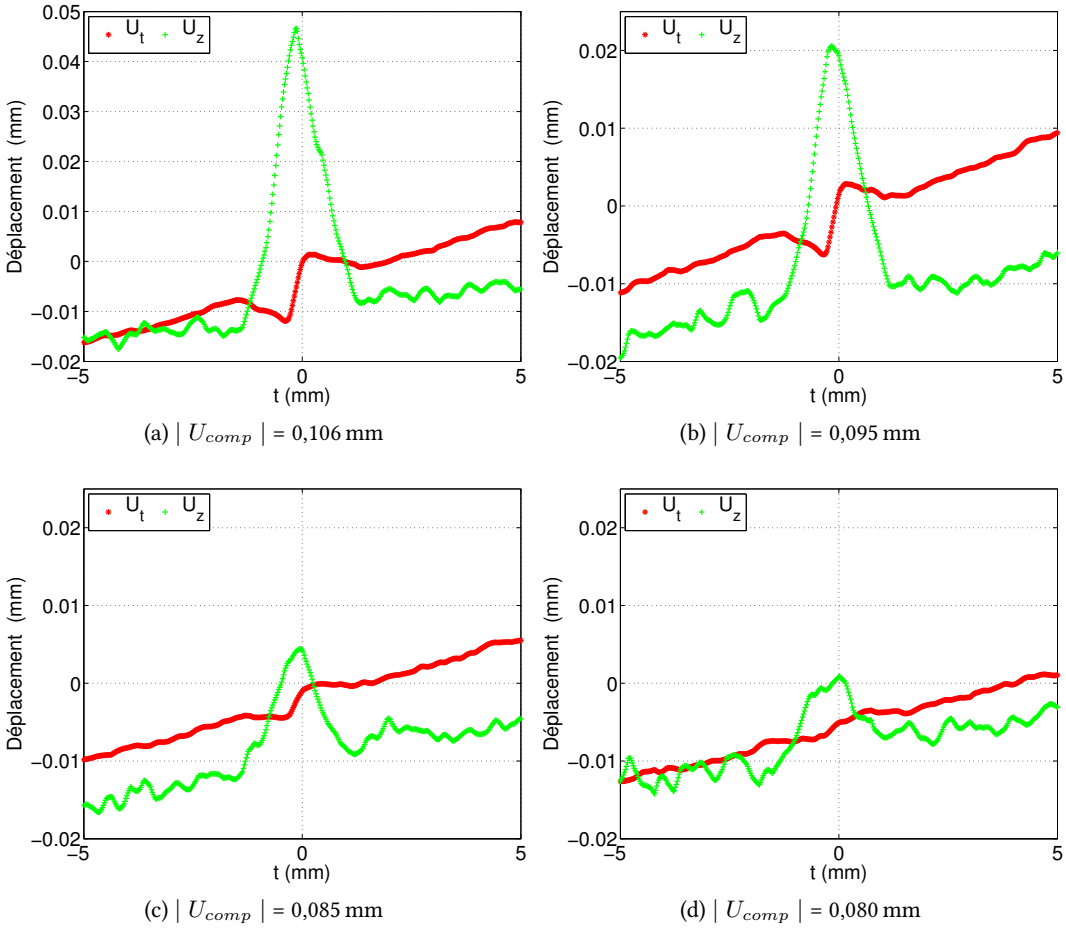
ment orthogonale à la direction de traction, Figure 4.18a. Il est probable que le niveau de déplacement appliqué ait conduit à la fissuration du dépôt.

Entre les déplacements $\mid U_{comp} \mid = 0{,}085$ mm et 0,095 mm, avec l'augmentation du bombé, une arête vive plus marquée se forme, Figure 4.18b. La géométrie de l'arête correspond à celle de la fissure observée en figure 4.9c. Il semble donc qu'une fissure parcourt la couche de céramique non détectable sur les images optiques brutes. Enfin, la soustraction de l'image associée à $\mid U_{comp} \mid = 0{,}106$ mm, instant où la fissure est détectée sur l'image brute, à celle associée à $\mid U_{comp} \mid = 0{,}095$ mm met en évidence la fissure apparente et l'augmentation du bombé de la cloque, Figure 4.18c. L'arête observée à l'étape précédente n'apparait pas après soustraction d'images. Elle n'a donc pas évolué entre ces



(a) (b) (c)

FIGURE 4.18 – Résultats de la soustraction des images correspondantes aux déplacement macroscopiques : (a) $\mid U_{comp} \mid = 0{,}085$ mm – $\mid U_{comp} \mid = 0$ mm (b) $\mid U_{comp} \mid = 0{,}095$ mm – $\mid U_{comp} \mid = 0{,}085$ mm et (c) $\mid U_{comp} \mid = 0{,}106$ mm – $\mid U_{comp} \mid = 0{,}095$ mm



(a) | U_{comp} | = 0,106 mm (b) | U_{comp} | = 0,095 mm

(c) | U_{comp} | = 0,085 mm (d) | U_{comp} | = 0,080 mm

FIGURE 4.19 – Distributions des déplacements U_t et U_z le long de l'axe t pour les déplacements imposés (a) | U_{comp} | = 0,106 mm, (b) | U_{comp} | = 0,095 mm, (c) | U_{comp} | = 0,085 mm et (d) | U_{comp} | = 0,080 mm

deux incréments de chargement. Lors de l'opération de soustraction d'images, l'image résultante est déformée. Il est donc nécessaire de valider ces constatations à l'aide des champs de déplacements calculés par stéréo-corrélation d'images.

La présence d'une fissure se traduit par une discontinuité sur le champ de déplacement dans le plan et hors du plan. Pour mettre en évidence une éventuelle discontinuité, on extrait les déplacements hors plan, U_z, et dans le plan parallèle à l'axe de traction, U_t, selon le profil T-T car ce profil traverse la fissure au sommet. Les mesures des déplacements sont centrées sur le point O centre de la zone délaminée initiale et présentées en figure 4.19. On choisit ici de les présenter dans l'ordre anti-chronologique pour déterminer précisément le lieu de la discontinuité pour un rapport signal sur bruit optimal.

Lorsque la fissure est apparente, la variation des déplacements est illustrée en figure 4.19a. La fissure entraîne un point d'inflexion sur la courbe des déplacements dans le plan, U_t, et un changement de pente pour U_z. On constate les mêmes variations de déplacements lorsque | U_{comp} |= 0,095 mm, Figure 4.19b. Lorsque | U_{comp} |= 0,085 mm, les variations des déplacements sont caractéristiques de la cloque fissurée en son sommet dont l'amplitude est plus faible que pour | U_{comp} |= 0,095 mm, Figure 4.19c. Pour un déplacement plus faible, | U_{comp} |= 0,080 mm, le déplacement U_z ne présente pas de

changement de pente brutale et les variations du déplacement U_t sont trop faibles pour avancer la présence d'un point d'inflexion, Figure 4.19d. Les champs de déplacement permettent donc de confirmer les hypothèses émises grâce aux résultats de la soustraction d'images.

Ainsi, la couche de céramique s'endommage lorsque la hauteur de cloque augmente, à partir de $\mid U_{comp} \mid = 0{,}085$ mm, et se fissure orthogonalement à la direction de traction. L'étude montre que la soustraction d'images et les champs de déplacement permettent de mettre en évidence la fissuration non visible sur les images brutes. Cette fissure se traduit par un saut d'altitude du sommet de la cloque, une discontinuité du déplacement dans le plan de la couche mais aussi l'apparition d'une arête vive lorsqu'on utilise la technique de soustraction d'images.

4.3 Analyse par éléments finis de la propagation d'un défaut d'interface

L'exploitation des résultats expérimentaux ont permis de mettre en évidence les étapes de propagation d'un défaut d'interface soumis à un cisaillement macroscopique et d'analyser l'évolution de ses dimensions caractéristiques avec le chargement macroscopique. Les résultats montrent notamment que le défaut initialement circulaire prend une forme de diamant et que la propagation du défaut dépend de la position du point sur le front de fissure. Le but de cette partie est d'analyser ces conclusions à partir d'un modèle de zone cohésive dans lequel est introduit initialement une zone délaminée et le cloquage de la céramique. Il s'agit de mieux comprendre les modes de sollicitation en pointe de fissure conduisant à la propagation du délaminage du système revêtu et non d'identifier une ténacité d'interface. L'analyse s'appuie sur les résultats expérimentaux du défaut BX4-1. Les calculs sont effectués grâce au code Zset [Zset, 2016].

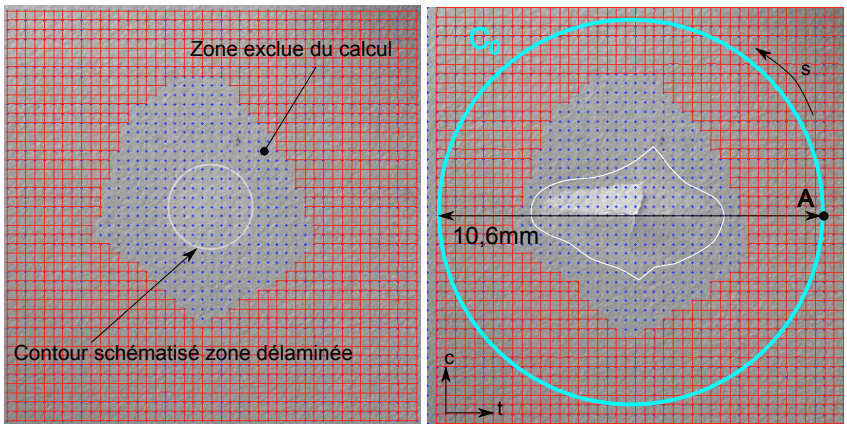
4.3.1 Construction du modèle

Pour avoir une bonne représentativité des conditions de chargement d'un essai mécanique, toute la partie utile de l'éprouvette sollicitée est généralement modélisée et les conditions aux limites imposées sont celles fixées au cours de l'essai. Dans le cas de la modélisation de la propagation du délaminage avec des éléments cohésifs, il est nécessaire d'avoir un maillage fin dans la zone où le délaminage se propage, une zone d'environ 5 mm de côté d'après les mesures des longueurs délaminées de la figure 4.16. Le critère pour définir la taille de maille est d'avoir plusieurs éléments dans la process zone. Cette zone reflète la portion de l'interface qui est en train de se décoller. La process zone peut être estimée expérimentalement par la différence de rayon de la base de la cloque et du rayon de la zone délaminée. D'après la figure 4.16, cette valeur est d'environ 250 µm. La partie utile de l'éprouvette à modéliser est d'environ 100 mm de côté sans la partie de fixation à la machine, le plan est présenté en figure 2.11. La modélisation complète du problème conduirait donc à un nombre d'éléments conséquent et donc à des temps de calcul prohibitifs. On choisit de réduire le temps de calcul en modélisant uniquement la zone d'intérêt, c'est-à-dire une région incluant le défaut d'interface à l'état initial et à l'état final. Les conditions aux limites imposées sur le modèle sont alors déterminées à partir des mesures de déplacement au bord de la région d'intérêt, mesures obtenues par corrélation d'images [Hild et Roux, 2006].

4.3.1.1 Résultats de la corrélation d'images

On choisit de modéliser la propagation du délaminage jusqu'à $\mid U_{comp} \mid = 0{,}152$ mm, état correspondant à la figure 4.9d après l'apparition de la première fissure et avant l'écaillage de la couche. On utilise le logiciel Correli pour calculer le champ des déplacements au cours du chargement. Le principe de la méthode de corrélation d'images est décrit dans le paragraphe 2.6.2. La figure 4.20 présente le maillage utilisé pour la corrélation d'images superposé à l'image optique du défaut à l'état initial, Figure 4.20a, et pour $\mid U_{comp} \mid = 0{,}152$ mm, Figure 4.20b.

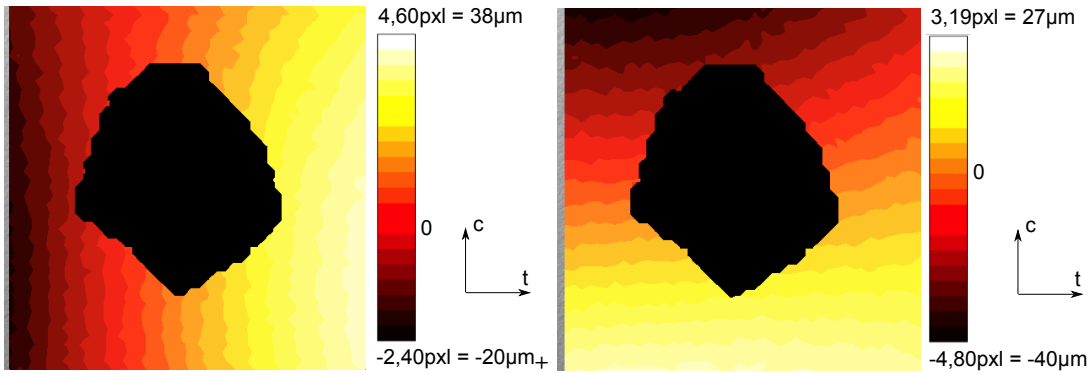
Les fissures qui apparaissent dans la couche de céramique avec l'augmentation du déplacement imposé entraînent une erreur importante sur les mesures de déplacement. Pour supprimer l'erreur, la zone où se trouvent ces fissures est exclue du calcul comme le montre la figure 4.20a. Les déplacements



(a) (b)

FIGURE 4.20 – Maillage utilisé pour la corrélation d'images (a) à l'état initial $\mid U_{comp} \mid = 0$ mm et (b) à $\mid U_{comp} \mid = 0{,}152$ mm

obtenus dans le plan U_t et U_c sont présentés respectivement en figures 4.21a et 4.21b. On note que la zone de calcul s'est légèrement réduite avec le chargement macroscopique. Ceci est dû à une erreur locale qui entraîne l'exclusion automatique [Réthoré *et al.*, 2008].



(a) (b)

FIGURE 4.21 – Champ de déplacement à la surface de la céramique dans la zone d'intérêt (a) U_t et (b) U_c

4.3.1.2 Extraction des déplacements

On choisit d'extraire les déplacements le long d'un cercle. Cette géométrie permet d'avoir une variation continue des déplacements et aucune singularité contrairement à une géométrie carrée, déjà utilisée pour un cas de chargement idéal [Sapardanis *et al.*, 2016]. Dans cette partie, on cherche à améliorer la représentation du problème. Le rayon du contour C_0 est fixé à $R_c = 5{,}3$ mm. Le disque de contour C_0 contient alors le délaminage à l'état final, Figure 4.20b. De plus, la zone délaminée est suffisamment éloignée du contour du cercle où sera appliqué le chargement pour le calcul éléments finis. Les points du maillage de la corrélation d'images ne passent pas exactement par le cercle de rayon R_c,

les valeurs de déplacement sont alors extraites aux points les plus proches du contour. La variation du vecteur déplacement $U_t\vec{t} + U_c\vec{c}$ le long du cercle est présentée en figure 4.22.

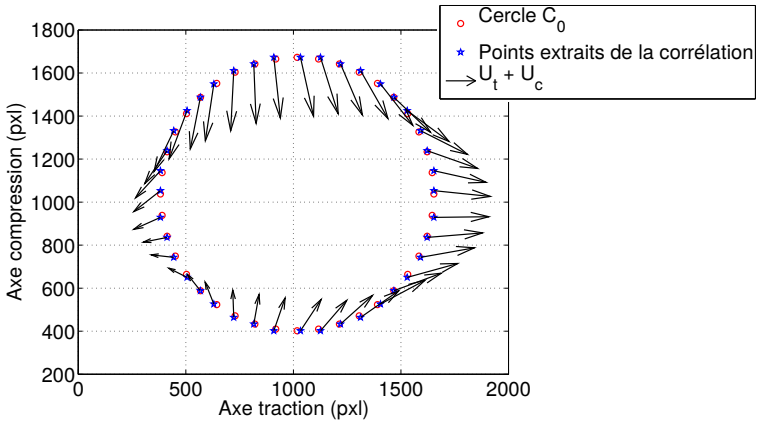


FIGURE 4.22 – Variation du vecteur déplacement $U_t\vec{t} + U_c\vec{c}$ dans le plan le long du cercle C_0

4.3.1.3 Définition des conditions aux limites pour le modèle

Les variations des déplacements dans le plan U_t et U_c le long du contour C_0 obtenues par corrélation d'images sont représentées respectivement en figures 4.23a et 4.23b. L'abscisse curviligne s est nulle au point noté A, Figure 4.20b, et tourne dans le sens trigonométrique.

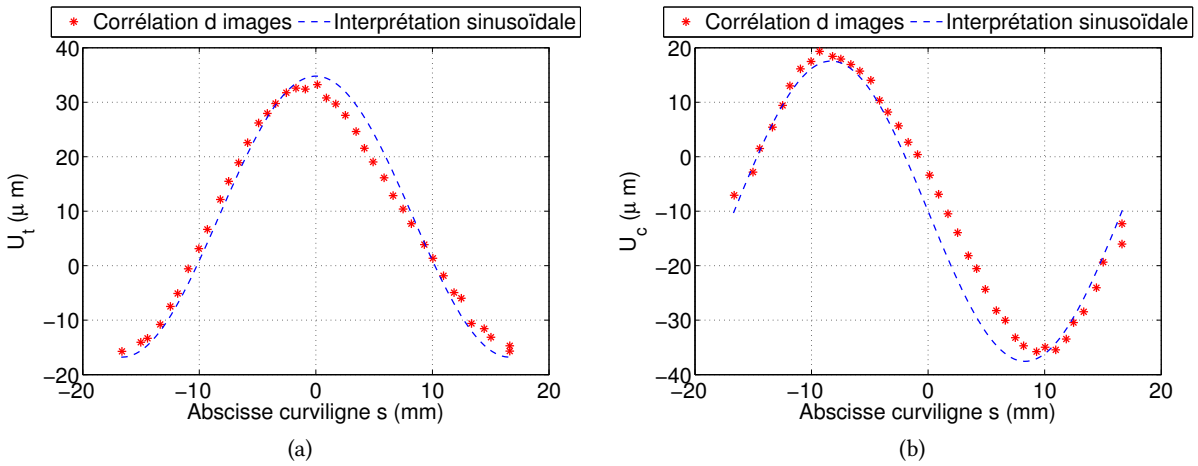


FIGURE 4.23 – Variations des déplacements avec l'abscisse curviligne s extraits des mesures par corrélation d'images et leurs interpolations sinusoïdales (a) U_t (b) U_c

Les évolutions des champs avec l'abscisse curviligne sont très proches de deux sinusoïdes. On note que les deux courbes ne sont pas en phase. On choisit donc d'interpoler les variations des déplacements extraits par deux fonctions sinusoïdales qui seront ensuite injectées dans la mise en données du calcul :

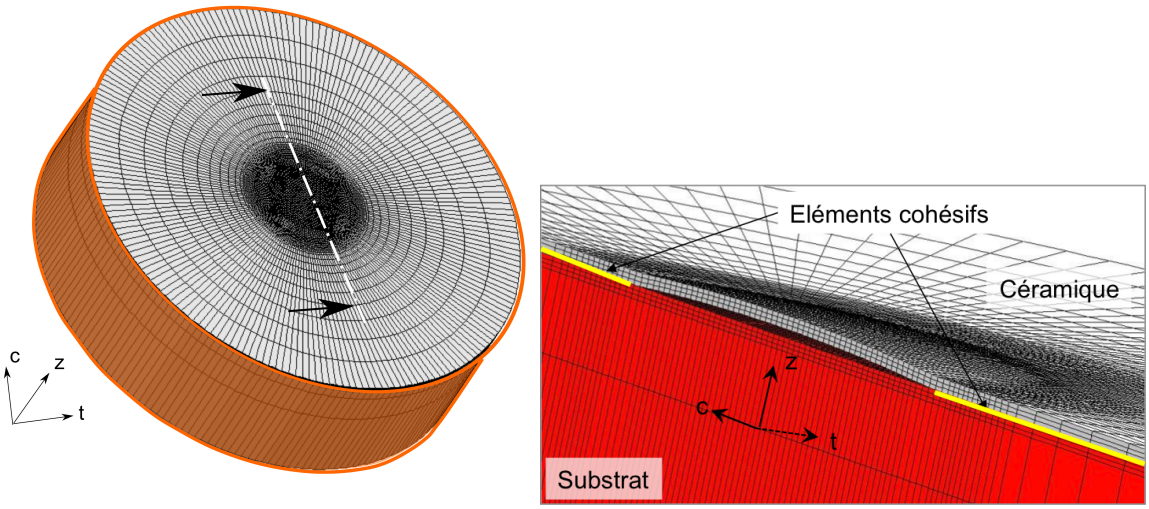
$$U_t = 0,009 + 0,0258\cos(s/R_c), \tag{4.14}$$

$$U_c = -0,010 + 0,0276 \sin(s/R_c - \pi) \tag{4.15}$$

4.3.2 Choix de modélisation

4.3.2.1 Géométrie et conditions aux limites

La modèle utilisé est un cylindre dont la base circulaire est de rayon R_c fixé dans le paragraphe précédent à 5,3 mm, Figure 4.24a. Il est composé de trois strates : le substrat et la couche de céramique modélisés par des éléments volumiques c3d20. et l'interface représentée par des éléments cohésifs, Figure 4.24b. Dans la zone où le délaminage se propage les mailles sont de 35 µm de côté permettant d'avoir plusieurs éléments dans la process zone. Le nombre de degrés de liberté du calcul est de 1 004 760. Le substrat est de 3 mm d'épaisseur et la couche de céramique fait 50 µm d'épaisseur. Les éléments représentant l'interface sont d'épaisseur nulle.



(a) (b)

FIGURE 4.24 – (a) Vue 3D du modèle cylindrique et marqué d'un trait de coupe qui définit (b) la vue en coupe détaillée du modèle

Le cylindre est centré sur un défaut d'interface parfaitement circulaire. La zone délaminée est représentée par un disque de rayon $r_0 = 1{,}21$ mm correspondant à l'état initial de la zone délaminée du défaut BX4-1 détaillé dans le tableau 4.4. Pour représenter la zone délaminée dans le modèle, on supprime les éléments d'interface inclus dans le disque de rayon r_0. La géométrie choisie pour la cloque initiale est mise en évidence par la vue en coupe de la figure 4.24b. La géométrie de la cloque suit le profil :

$$Z(x, y, z) = z + h_0\Big(1 - \frac{x^2 + y^2}{r_1^2}\Big) \tag{4.16}$$

où x, y et z sont respectivement les coordonnées initiales du point considéré dans le revêtement dans le repère $(\vec{t}, \vec{c}, \vec{z})$. Z correspond à la position finale de ce même point après la déformation de la couche de céramique. La hauteur maximale h_0 est fixée à 31 µm et le rayon de la base de la cloque r_1 à 1 mm d'après les mesures effectuées à partir de la stéréo-corrélation d'images du paragraphe 4.2.3.

Les déplacements U_t et U_c sont imposés sur l'ensemble de la surface extérieure du cylindre représentée en orange en figure 4.24a. Ces déplacements sont homogènes dans l'épaisseur, indépendants de z, et varient selon les fonctions sinusoïdales définies par l'expression 4.14 pour U_t et 4.15 pour U_c.

4.3.2.2 Loi cohésive

L'interface est représentée par des éléments cohésifs suivant une loi cohésive bilinéaire proposée par Alfano et Crisfield [Alfano et Crisfield, 2001]. Cette loi est de la même forme que la loi utilisée pour la modélisation de la propagation d'onde de choc dans le chapitre 3. L'endommagement est décrit par la variable λ qui caractérise l'ouverture relative de la fissure et associé à κ une fonction de flux selon les équations suivantes :

$$\lambda = \frac{1}{\eta}\frac{\langle\kappa\rangle}{1+\langle\kappa\rangle} \tag{4.17}$$

$$\kappa = \sqrt{\left(\frac{u_n}{u_{n,0}}\right)^2 + \left(\frac{\|\vec{u}_t\|}{u_{t,0}}\right)^2} - 1 \tag{4.18}$$

$$\eta = 1 - \frac{u_{n,0}}{\delta_n} = 1 - \frac{u_{t,0}}{\delta_t} \tag{4.19}$$

où $\langle . \rangle$ est la fonction de Macaulay, i.e. $\langle\kappa\rangle = \kappa$ si $\kappa > 0$ et $\langle\kappa\rangle = 0$ si $\kappa \leq 0$. u_n et u_t correspondent respectivement aux valeurs de déplacement en ouverture et en cisaillement et δ_n et δ_t sont les maxima des sauts de déplacement qui leur sont associés avant la rupture du niveau du point de Gauss considéré. Les paramètres $u_{n,0}$ et $u_{t,0}$ représentent le maximum de déplacement de la loi cohésive en traction et en cisaillement. La variable d'endommagement λ_{max}, qui est la valeur maximale de λ atteinte dans l'interface, augmente de 0 (aucun endommagement) à 1 (l'élément est rompu). Les composantes normales et de cisaillement du vecteur de contrainte cohésive $\vec{T}$, i.e. $\vec{T_n} = (\vec{T}.\vec{n})\vec{n} = T_n\vec{n}$, Figure 4.25a, et $\vec{T_t} = \vec{T} - \vec{T_n}$, Figure 4.25b, sont définis par :

$$T_n = \frac{u_n}{u_{n,0}}F(\lambda_{max}) \tag{4.20}$$

$$\vec{T_t} = \alpha\frac{\vec{u}_t}{u_{t,0}}F(\lambda_{max}) \tag{4.21}$$

$$F(\lambda) = \sigma_{max}(1-\lambda) \tag{4.22}$$

où σ_{max} est le maximum de contrainte supporté par un élément et α le paramètre de couplage qui permet d'ajuster l'effort transmis en ouverture et en cisaillement pour une même valeur de F, fonction de λ.

Les paramètres utilisés pour cette étude sont regroupés dans le tableau 4.5. L'énergie de rupture de l'interface en mode I, G_{Ic}, est alors de 5,0 $\times$ 10^{-2} J/m^2 et en mode II, G_{IIc}, est de 5,0 $\times$ 10^{-3} J/m^2. Une analyse paramétrique préliminaire a mis en évidence l'influence du rapport des déplacements critiques cisaillement sur ouverture, δ_t/δ_n, sur la forme finale de la zone délaminée. Lorsque δ_t est faible devant δ_n, il est possible d'obtenir la forme délaminée observée expérimentalement.

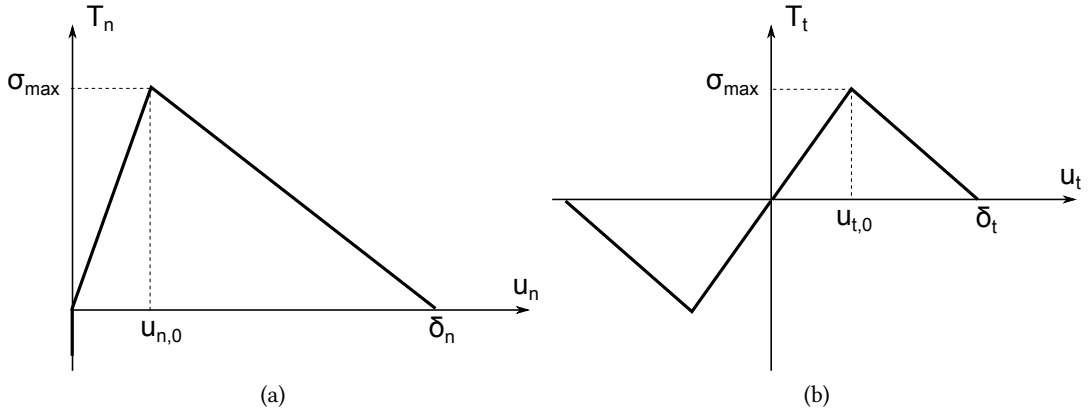


FIGURE 4.25 – Fonctions de saut de traction/déplacement pour une loi cohésive bilinéaire (a) $T_n(u_n)$ dans la direction normale et (b) $T_t(u_t)$ dans la direction tangentielle

TABLE 4.5 – Paramètres utilisés pour la loi cohésive

σ_{max} (MPa)	δ_n (mm)	δ_t (mm)	$u_{n,0}$ (mm)	$u_{t,0}$ (mm)	α
10.	10^{-5}	$\delta_n/10$	10^{-6}	$u_{n,0}/10$	1.

4.3.2.3 Matériaux

Le substrat en acier 304L suit un comportement élasto-viscoplastique défini par une loi d'écoulement plastique de type Norton avec un écrouissage cinématique non linéaire qui suit l'expression 4.1. Les paramètres utilisés pour décrire le comportement du matériau sont regroupés dans le tableau 4.2. La couche de céramique est considérée comme purement élastique avec un module d'Young E de 111 GPa et un coefficient de Poisson ν de 0,3 [Amsellem, 2008]. Les contraintes résiduelles dues au procédés de projection sont négligées. De plus, la fissuration de la couche de céramique au cours du chargement n'est pas modélisée.

4.3.3 Comparaison des champs de déplacement

Il s'agit dans un premier temps de comparer les champs de déplacements dans le plan de sollicitation obtenus par le calcul et par la corrélation d'images pour valider les conditions aux limites fixées préalablement. La figure 4.26 représente les champs de déplacements U_t et U_c à la surface de la couche de céramique obtenus par corrélation d'images à gauche et par le calcul à droite en conservant les mêmes échelles de couleur. La zone noire observée sur les champs de la corrélation d'images est la zone exclue du calcul car elle inclue les fissures de la céramique.

On note que les champs obtenus par corrélation d'images présentent des profils « circulaires » qui ne sont pas exactement reproduites par le calcul. Pour améliorer les résultats, il est nécessaire d'affiner la représentation des courbes U_t et U_c présentées en figure 4.23. Les résultats obtenus avec les conditions aux limites sinusoïdales fixées sont cependant jugés très satisfaisants.

4.3.4 Premières croissances du défaut

Les résultats expérimentaux mettent en évidence une propagation du défaut d'interface en deux étapes : augmentation de la hauteur de cloque jusqu'à fissuration de son sommet puis propagation du délaminage et fissuration de la couche de céramique jusqu'à écaillage. Le modèle mis en place dans cette partie est un modèle préliminaire, idéalisé par rapport aux résultats expérimentaux puisqu'il ne prend ni compte des contraintes résiduelles, ni de la fissuration de la couche de céramique. Les résultats issus du calcul n'en restent pas moins cohérents avec les résultats expérimentaux.

Grâce à l'ajustement des paramètres de la loi cohésive, les premières croissances du délaminage apparaissent selon l'axe de traction t comme l'illustre la cartographie de l'endommagement des éléments d'interface en figure 4.27a. Ce résultat est cohérent avec les observations de la propagation du délaminage, Figure 4.10. De plus, la surface de la céramique se déforme au cours du chargement et son sommet se déplace de 10 µm, Figure 4.27b, correspondant au déplacement imposé $\mid U_{comp} \mid = 0{,}152$ mm. Expérimentalement, la cloque est fissurée mais la hauteur de cloque est indéterminée car la cartographie des mesures d'altitude est incomplète, c.f. figure 4.12. Lorsque la fissure apparait, $U_{comp} \mid =$ 0,108 mm, la hauteur de cloque est de 92 µm, Figure 4.17, et le sommet de la cloque s'est déplacé de 60 µm. L'augmentation de la hauteur de cloque issues du calcul reste donc faible par rapport aux résultats expérimentaux présentés en figure 4.17 car la fissuration possible de la couche de céramique n'a pas été identifiée. De plus, les paramètres choisis pour la loi cohésive peuvent limiter la souplesse de l'interface et donc restreindre la croissance de la cloque.

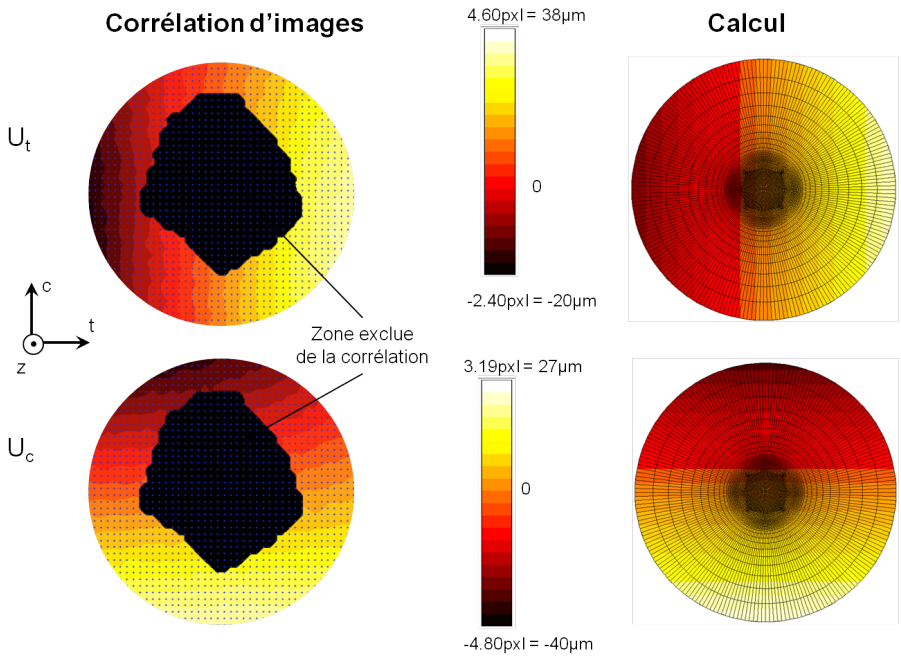


FIGURE 4.26 – Comparaison des champs de déplacement à la surface de la céramique obtenus par corrélation d'images et par le calcul

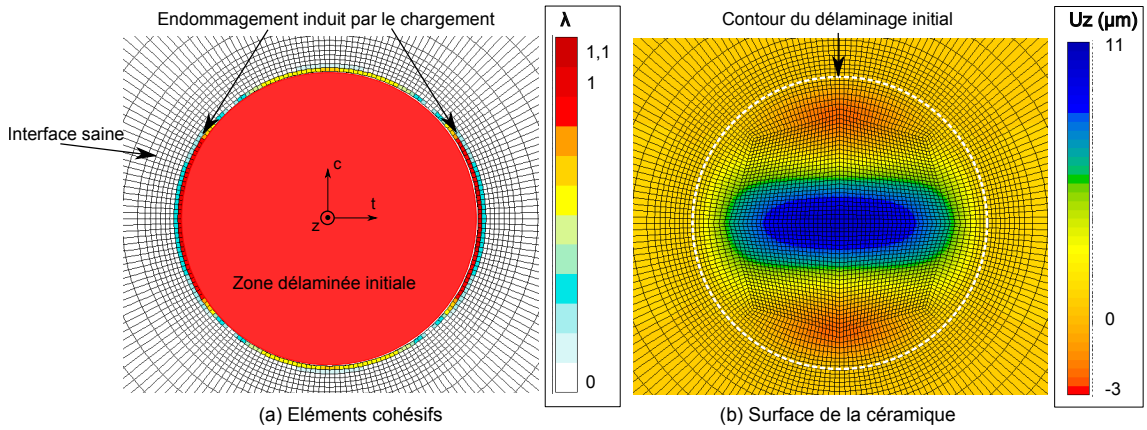


FIGURE 4.27 – (a) Cartographie de l'endommagement des éléments d'interface uniquement en vue de dessus pour les premières croissances du délaminage (b) Champs de déplacement hors plan U_z de la surface de la couche de céramique

4.3.5 Modes de sollicitation en pointe de fissure

Il s'agit ici d'analyser la variation des modes de sollicitation le long du front de fissure pour un très faible niveau d'endommagement de l'interface ($\lambda << 1$). Dans le cas d'un modèle de zone cohésive, les variables d'analyse des modes de sollicitation sont directement liées aux sauts de contraintes et/ou déplacements locaux, pilotées par le comportement mécanique imposé par la loi cohésive. Il est donc plus simple d'utiliser les composantes locales des contraintes à l'interface pour l'analyse des modes de sollicitation plutôt que les facteurs d'intensité des contraintes.

On s'intéresse ici à la variation de T_n, la contrainte normale, et de $T_{eq} = \sqrt{T_{t1}^2 + T_{t2}^2}$, la norme des contraintes de cisaillement, le long du front de fissure. La figure 4.28 présente les champs de contraintes uniquement en vue de dessus dans les éléments d'interface.

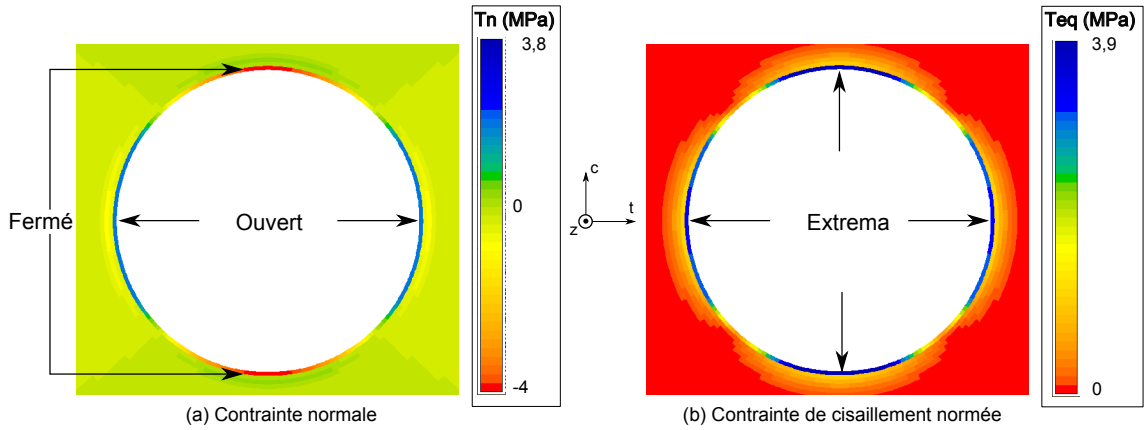


FIGURE 4.28 – Vue de dessus des éléments d'interface représentant les composantes de traction cohésives pour un niveau d'endommagement très faible de l'interface (a) T_n et (b) T_{eq}

On note tout d'abord une forte variation des contraintes le long du front de fissure pour les deux composantes de contrainte. La composante T_n associée au mode d'ouverture est positive selon la direction de traction, et négative selon la direction de compression, Figure 4.28a. Ainsi, la pointe de

fissure est ouverte selon la direction de traction et fermée selon la direction de compression. De plus, la norme des contraintes de cisaillement, associée aux modes de cisaillement, atteint ses extrema selon les directions de sollicitation, Figure 4.28b.

L'étude analytique d'une cloque formée par un film mince montre que la fissuration du sommet de la cloque entraîne une augmentation de l'angle de mixité modale ψ, et donc une prépondérance du mode de cisaillement détaillée dans le paragraphe 1.2.4.1 de la partie bibliographique [Thouless, 1993]. La présente analyse ne permet pas une identification fine de l'angle de mixité modale cependant, l'état local des contraintes apporte une première explication quant à la forme elliptique observée expérimentalement. Les résultats de la partie expérimentale ont montré que la propagation a lieu préférentiellement selon les axes de sollicitation. Ainsi, plus le cisaillement local est important plus le délaminage se propage. D'autre part, on a noté que le délaminage se propage de manière la plus significative selon l'axe de traction, là où le calcul montre que la pointe de fissure est ouverte. L'ensemble de ces résultats est cohérent avec ceux établis dans [Sapardanis *et al.*, 2016] pour un modèle où les conditions aux limites imposées sont idéalisées.

Conclusion sur le modèle de zone cohésive

Le modèle mis en place à partir résultats de la corrélation d'images dans cette partie vise à obtenir des conditions aux limites plus proches des résultats expérimentaux. Les résultats obtenus sont cohérents avec les observations expérimentales et permettent d'accéder à la variation des modes de sollicitation et de donner une première explication quant au rôle de chaque mode de sollicitation dans la propagation du délaminage interfacial. Ce modèle demeure encore idéal puisqu'il ne prend pas en compte l'état réel de la couche de céramique, c'est-à-dire l'état des contraintes résiduelles et l'endommagement au cours de la sollicitation biaxiale, et la souplesse réelle de l'interface.

4.4 Influence du cisaillement macroscopique sur la propagation du délaminage

Cette partie a pour but d'analyser l'influence du cisaillement macroscopique sur la propagation du délaminage interfacial tout d'abord à partir des résultats expérimentaux. Le cisaillement macroscopique est évalué par le taux de biaxialité ρ. Trois taux de biaxialité distincts sont étudiés : $\rho = -1$, −0,5 et −0,1. Puis, l'influence du cisaillement est analysée à une échelle plus locale, au niveau du front de fissure à l'aide d'une analyse par éléments finis basée sur la mécanique linéaire élastique de la rupture (MLR). Nous reprenons ici les résultats récemment publiés dans *Surface and Coatings Technology*.

4.4.1 Influence du taux de biaxialité sur la propagation du délaminage

4.4.1.1 Les défauts de l'étude

Les essais ont été effectués sur les éprouvettes BX2, BX3 et BX4 dont les états initialement préfissurés ont été détaillés dans la partie 4.1. Les éprouvettes sont en superalliage base cobalt. Certains des défauts présents sur les éprouvettes n'ont pas propagé ou présentent une taille de zone délaminée finale de faible taille, probablement due aux caractéristiques initiales du défaut (flambage et délaminage). Par conséquent, seuls les défauts dont la vitesse de propagation est la plus importante sont sélectionnés pour l'étude : BX1-3, BX2-3 et BX3-4 dont les caractéristiques géométriques sont rappelées dans le tableau 4.4. Chaque défaut présente un état initial différent. En effet, BX1-3 présente une cloque fissurée, la couche de céramique associée au défaut BX2-3 est intègre et le sommet du défaut BX3-4 est écaillé.

Les défauts analysés ne se propagent pas jusqu'à écaillage de la cloque contrairement au défaut d'interface, BX4-1, analysé précédemment. La fenêtre d'observation inclut l'ensemble du revêtement de l'éprouvette, ce qui permet d'observer tous les défauts présents à l'interface du revêtement mais réduit la résolution de l'image. Il est donc plus difficile de détecter les fissures de la couche de céramique que dans la partie précédente. Ainsi, seule la propagation du délaminage est caractérisée.

4.4.1.2 Dimensions caractéristiques du délaminage

Pour l'ensemble des défauts des trois éprouvettes étudiées, les mêmes phénomènes au cours de la propagation du défaut ont été observés : augmentation du flambage, perte de circularité de la cloque et de la zone délaminée, et enfin fissuration de la couche de céramique au sommet de la cloque et à sa base. Ce sont les mêmes mécanismes observés sur le défaut BX4-1, paragraphe 4.2.1. La figure 4.29 présente

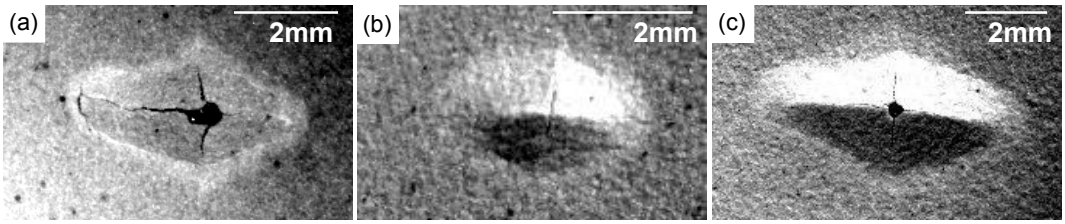


FIGURE 4.29 – Image optique en vue de dessus des défauts à l'état final pour les taux de biaxialité (a) $\rho = -1$, (b) $\rho = -0.5$ and (c) $\rho = -0.1$

l'état final des défauts étudiés. On note que la forme du délaminage est plus ou moins elliptique. Dans le cas de traction/compression, $\rho = -1$, la zone délaminée finale est en forme de diamant, Figure 4.29a. Ce faciès de délaminage est très similaire à celui observé en figure 4.9d dans le cas du défaut BX4-1, soumis aussi à un chargement en traction/compression.

Pour décrire correctement la localisation du front de fissure, on utilise un repère d'axes cylindrique (r, θ) centré en O centre de la zone délaminée, Figure 4.30. La méthode de traitement d'image utilisée est la même que dans le paragraphe 4.2.2. Les mesures de longueurs sont effectuées à $\theta = 0$ selon l'axe de compression, à 90° selon de traction, et à $\theta = 45°$ et 135°. La résolution des images ne permet pas d'effectuer une mesure précise des longueurs du centre au front de fissure contrairement à ce qui a été effectué dans le paragraphe 4.2.2. Les longueurs globales T_1T_2, C_1C_2, E_1E_2 et F_1F_2 sont donc mesurées.

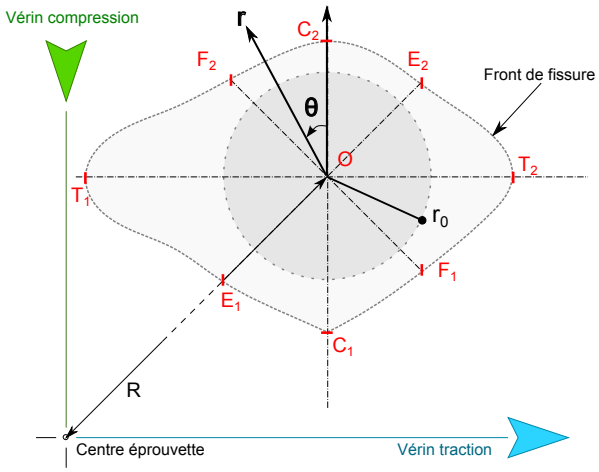
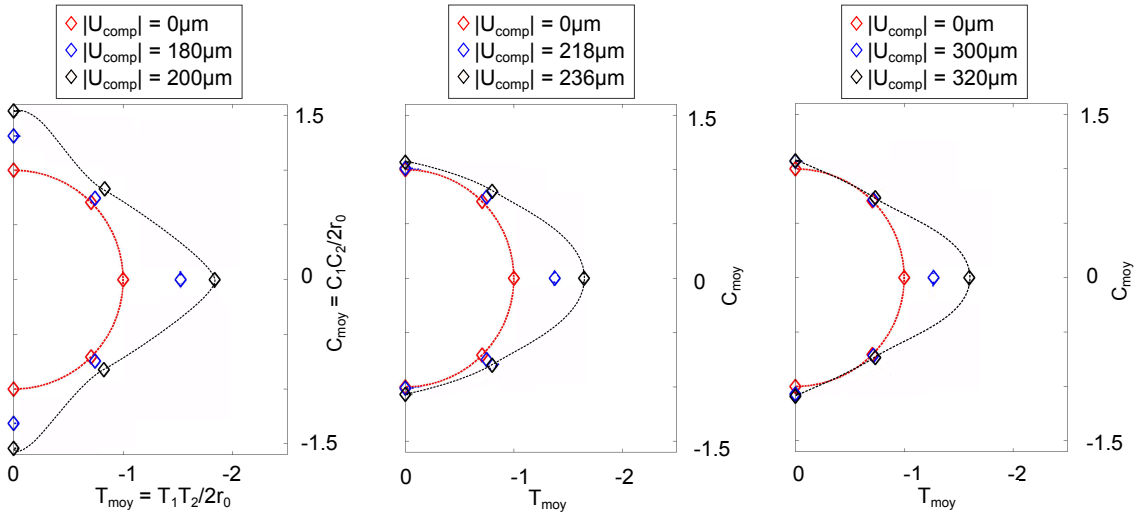


FIGURE 4.30 – Schéma représentatif du contour de la zone délaminée et de ses dimensions caractéristiques

4.4.1.3 Evolution du front de fissure

Les mesures des longueurs caractéristiques présentées dans le paragraphe précédent sont effectuées à trois instants de chargement décrits par leur valeur de déplacement imposé $\mid U_{comp} \mid$ pour les trois défauts étudiés. Ces mesures sont adimensionnées par le diamètre initial de zone délaminée de chaque défaut $2r_0$. Les variables T_{moy} et C_{moy}, suivant respectivement les expressions 4.9 et 4.10 définies dans la partie 4.2.1, sont utilisées selon les axes de sollicitation. L'évolution des demi-contours des zones délaminées est présentée en figure 4.31. Chaque contour est un contour approximé à partir des cinq points de mesure. Les points représentent les demies longueurs mesurées pour les angles $\theta =$ 0, 45°, 90° et 135° et adimensionnées par r_0.

Dans tous les cas, le délaminage s'est propagé dans toutes les directions. De plus, on constate que le délaminage se propage plus significativement selon l'axe de traction que selon l'axe de compression et ce, quel que soit le taux de biaxialité. Ce résultat est similaire à ceux de l'analyse menée dans le paragraphe 4.2.2 pour le défaut BX4-1. Lorsque le cisaillement macrosocopique est maximum, $\rho = -1$, c'est pour les positions angulaires $\theta = 45°$ et 135° que le délaminage s'est le moins propagé. Enfin, on



(a) $\rho = -1$ (b) $\rho = -0.5$ (c) $\rho = -0.1$

FIGURE 4.31 – Evolution des contours des zones délaminées approximés à trois instants de l'essai pour (a) $\rho = -1$ (b) $\rho = -0.5$ et (c) $\rho = -0.1$

note que pour une valeur de déplacement imposé égale ou plus élevée $\mid U_{comp} \mid$, la propagation du délaminage dans toutes les directions diminue lorsque le taux de biaxialité augmente de -1 à $-0,1$. Par exemple, pour $\rho = -1$, la zone délaminée obtenue à $\mid U_{comp} \mid = 200\,\mu\text{m}$ possède une plus grande surface que la zone délaminée obtenue à $\mid U_{comp} \mid = 320\,\mu\text{m}$ pour $\rho = -0,1$, respectivement en figures 4.31a et 4.31c.

4.4.1.4 Caractérisation de la propagation du délaminage

Afin de caractériser l'influence du cisaillement macroscopique sur la propagation du défaut d'interface, deux dimensions caractéristiques sont sélectionnées. D'une part, on utilise la longueur délaminée adimensionnée T_{moy} définie par l'expression 4.9 qui met en évidence la vitesse d'avance du front de fissure le long de l'axe de traction. D'autre part, la perte de circularité du défaut est caractérisée par l'indicateur d'ellipticité $r_{C/T}$ défini par l'expression 4.11. La figure 4.32 présente l'évolution de la longueur adimensionnée T_{moy} en trait pleins et du rapport $r_{C/T}$ en ligne pointillée. Les valeurs pour le défaut BX4-1 avant écaillage, analysé dans la partie précédente, sont ajoutées à la courbe.

Cas de traction/compression On note que les défauts BX4-1 et BX1-3 se propagent à partir d'une valeur de déplacement imposé très proche. Le défaut BX4-1 se propage plus rapidement selon l'axe de traction que le défauts BX1-3. Plusieus paramètres diffèrent entre les deux défauts : la nature du substrat, l'épaisseur de la couche d'alumine, le type de défaut (cloque intègre pour BX4-1 et cloque fissurée pour BX1-2) et la position initiale sur l'éprouvette BX-1 est positionné à $R = 6\,\text{mm}$ et BX1-3 à $R = 9\,\text{mm}$.

Influence du cisaillement macroscopique Les défauts BX1-3, BX2-3 et BX3-4 sont ici considérés. On note tout d'abord que la longueur délaminée augmente à partir d'une valeur de déplacement imposé

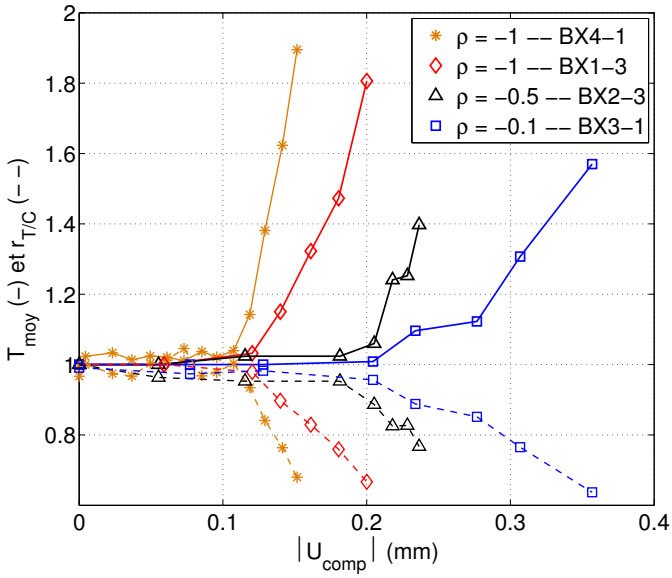


FIGURE 4.32 – Evolution de la longueur délaminée selon l'axe de traction $DelamT$ adimensionnée par le rayon initial du défaut r_0 ainsi que l'indicateur d'ellipticité $r_{C/T}$ avec le déplacement macroscopique $\mid U_{comp} \mid$

seuil. Plus le taux de biaxialité augmente, de -1 vers $-0,1$, plus la valeur seuil de $\mid U_{comp} \mid$ augmente. Ceci est cohérent avec le niveau de cisaillement macroscopique calculé dans le substrat, Figure 4.5, qui diminue lorsqu'on augmente ρ à déplacement constant dans la direction de compression. D'autre part, la vitesse de propagation du délaminage augmente avec le cisaillement macroscopique, mis en évidence par des pentes de courbes de plus en plus abruptes lorsque ρ tend vers -1. Il apparait que pour un déplacement imposé $\mid U_{comp} \mid$ de 200 µm, aucune propagation significative n'est observée pour les cas $\rho = -0,5$ et $-0,1$ alors que le délaminage s'est largement propagé dans le cas $\rho = -1$. Il semble que le déplacement imposé seuil corresponde aussi au début de la perte de circularité du défaut car $r_{C/T}$ chute plus ou moins au moment où la zone délaminée commence à se propager selon la direction de traction. De plus, la vitesse associée à la perte de circularité augmente avec le cisaillement macroscopique. Ces résultats doivent être validés avec des grandeurs locales telles que la contrainte ou la déformation dans le substrat ou dans la couche de céramique.

4.4.2 Analyse par éléments finis

Les résultats expérimentaux ont montré que *i)* la forme initialement circulaire du défaut prend une forme elliptique ou de type diamant pour les conditions testées de chargement et *ii)* le cisaillement macroscopique influence aussi bien la forme finale du délaminage que la vitesse de propagation du délaminage.

L'analyse par éléments finis menée dans la partie 4.3 est effectuée à partir d'un modèle de zone cohésive et a permis de donner une première explication quant à la forme des premières croissances de la zone délaminée. Cette analyse a été effectuée uniquement pour un taux de biaxialité $\rho = -1$. Dans cette partie, quatre taux de biaxialité sont pris en compte afin d'analyser l'influence du cisaille-

ment macroscopique sur les modes de sollicitation le long du front de fissure. Ces résultats sont extraits de [Sapardanis *et al.*, 2016]. Nous sommes donc restés sur une approche simplifiée des conditions aux limites qui seront détaillées par la suite pour un cas homogène. En effet, cette analyse permet de comprendre l'influence du cisaillement macroscopique sur l'évolution des sollicitations locales. Nous ne reprenons pas ici les calculs issus du modèle de zone cohésive qui sont détaillés dans [Sapardanis *et al.*, 2016].

Cette analyse est basée sur la mécanique linéaire élastique de la rupture (MLR) pour un matériau homogène où un défaut caractérisé par une zone délaminée et un flambage est introduit comme l'état géométrique initial du système avant chargement mécanique. Les calculs sont effectués grâce au code Zset [Zset, 2016]. Les facteurs d'intensité des contraintes locales (FIC), sont obtenus par un calcul d'intégrale J la méthode d'intégrale d'interaction [Toshio et Parks, 1992, Chiaruttini *et al.*, 2010, Chiaruttini *et al.*, 2011]. Cette méthode est valable uniquement pour un matériau homogène dans la version actuellement disponible du code Zset qui permet :

1. D'optimiser la taille de maille dans le voisinage de la pointe de fissure à l'aide des techniques de remaillage conformes 3D.
2. D'évaluer en post processeur d'un calcul éléments finis le taux de restitution d'énergie G basée sur le calcul de l'intégrale J.
3. La dérivation des facteurs d'intensité des contraintes selon les trois modes de fissuration [Missoum-Benziane *et al.*, 2011] [Chiaruttini *et al.*, 2013].

Le comportement du matériau est donc supposé élastique, homogène et isotrope. On choisit d'imposer le comportement du substrat en superalliage base cobalt de module d'Young E égal à 188 GPa et de coefficient de Poisson ν de 0,3.

4.4.2.1 Géométrie et conditions aux limites

Le modèle choisi est de géométrie cubique de 12 mm de côté et de 3 mm d'épaisseur composé d'un unique matériau homogène. Le défaut est introduit au centre du carré à une altitude z de 2,75 mm, Figure 4.33b. La zone fissurée est parfaitement circulaire de rayon $r_0 = 1{,}5$ mm. La déformation de la partie flambée est pilotée par l'équation 4.16 utilisée pour la déformation du revêtement dans le modèle de zone cohésive de la partie 4.3. La hauteur h_0 est de 7,5 µm.

Les déplacements U_0 et U_1 le long de l'axe t et V_0 et V_1 le long de l'axe c sont imposés sur chaque face du cube comme le montre la figure 4.33a. On se place dans un cas idéal de chargement pour chaque taux de biaxilité. Ainsi, le taux de biaxialité s'écrit alors : $\rho = (U_1 - U_0)/(V_1 - V_0)$. Quatre taux de biaxialité sont étudiés :

- $\rho = -1$: état de traction/compression,
- $\rho = -0,5$: état intermédiaire proche de condition testée expérimentalement,
- $\rho = 0$: état de compression uniaxiale,
- $\rho = 1$: état de compression équi-biaxiale.

4.4.3 Facteurs d'intensité des contraintes

L'influence du taux de biaxialité sur les FIC est tout d'abord analysée. Les valeurs des FIC, K_i pour i = I, II, III, sont exprimées en fonction de l'angle θ du repère cylindrique présenté en figure 4.30 et

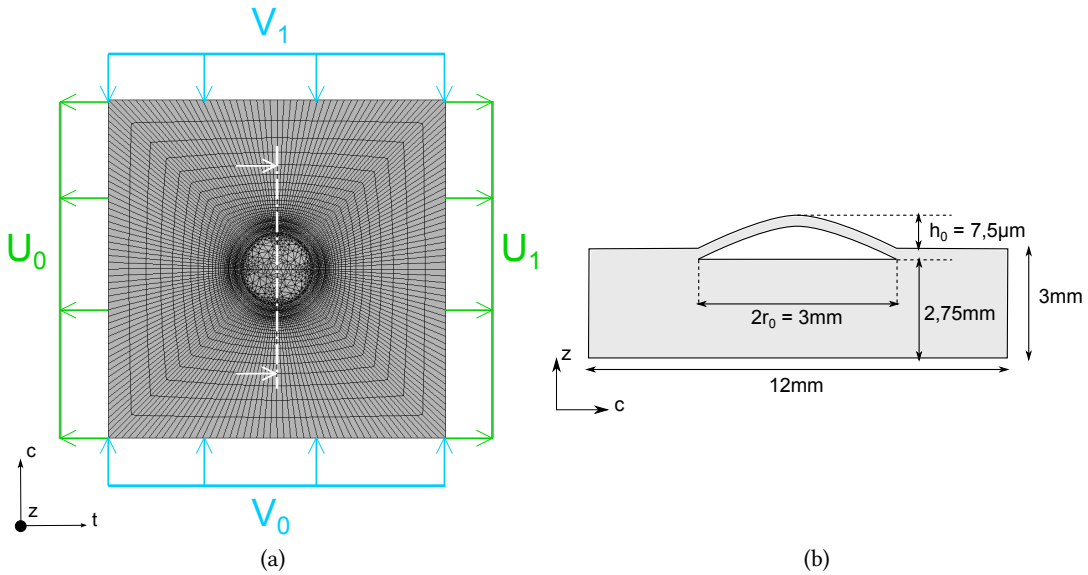


FIGURE 4.33 – (a) Modèle en vue de dessus marqué d'un trait de coupe qui définit (b) la vue en coupe schématisée au modèle

du taux de biaxailité ρ. Pour l'étude, les FIC sont adimensionnés par la valeur de K_I lorsque $\rho = 1$ et $\theta = 0$:

$$K_i^*(\theta, \rho) = \frac{K_i(\theta, \rho)}{K_i(\theta = 0, \rho = 1)}, i = I, II, III \tag{4.23}$$

Les variations de K_I^*, K_{II}^* et K_{III}^* sont présentées respectivement en figures 4.34a, 4.34b et 4.34c. Tout comme dans le paragraphe précédent, $\theta = 0$ dans la direction de compression et $\theta = 90°$ dans la direction de traction en présence de cisaillement c'est-à-dire lorsque $\rho < 1$.

Compression équi-biaxiale Lorsque $\rho = 1$, la pointe de fissure est toujours ouverte car $K_I^* > 0$ et constant le long du front de fissure, Figure 4.34a. Les modes de cisaillement II et III ne sont pas présents pour ce cas de chargement car $K_{II}^* = K_{III}^* = 0$ comme le montrent respectivement les figure 4.34b et 4.34c.

Traction/compression Lorsque le cisaillement macroscopique est maximum, $\rho = -1$, on note que K_I^* est négatif pour $\theta = 0$, la fissure est fermée selon l'axe de compression, et positif pour $\theta = 90°$, la fissure est ouverte selon l'axe de traction, Figure 4.34a. De plus, K_{II}^* atteint ses extrema selon les directions de sollicitation, c'est-à-dire pour $\theta = 0$ et 90°, Figure 4.34b. K_{III}^* dont les valeurs sont plus faibles que celles de K_{II}^*, est maximum pour $\theta = 45°$ et 135° où K_{II}^* est nul.

Etats intermédiaires Dans les cas de chargement intermédiaire, $\rho = -0,5$ et 0, K_I^* est positif tout le long de la fissure donc la pointe de fissure est toujours ouverte. Les variations de K_{II}^* et K_{III}^* sont analogues à celles observées pour le cas de traction/compression. On note que les valeurs des extrema diminuent lorsque le cisaillement diminue, i.e ρ tend vers 1. Ceci est à nouveau cohérent avec les chargements appliqués à déplacements imposés pour lesquels le cisaillement macroscopique diminue si ρ augmente, Figure 4.5.

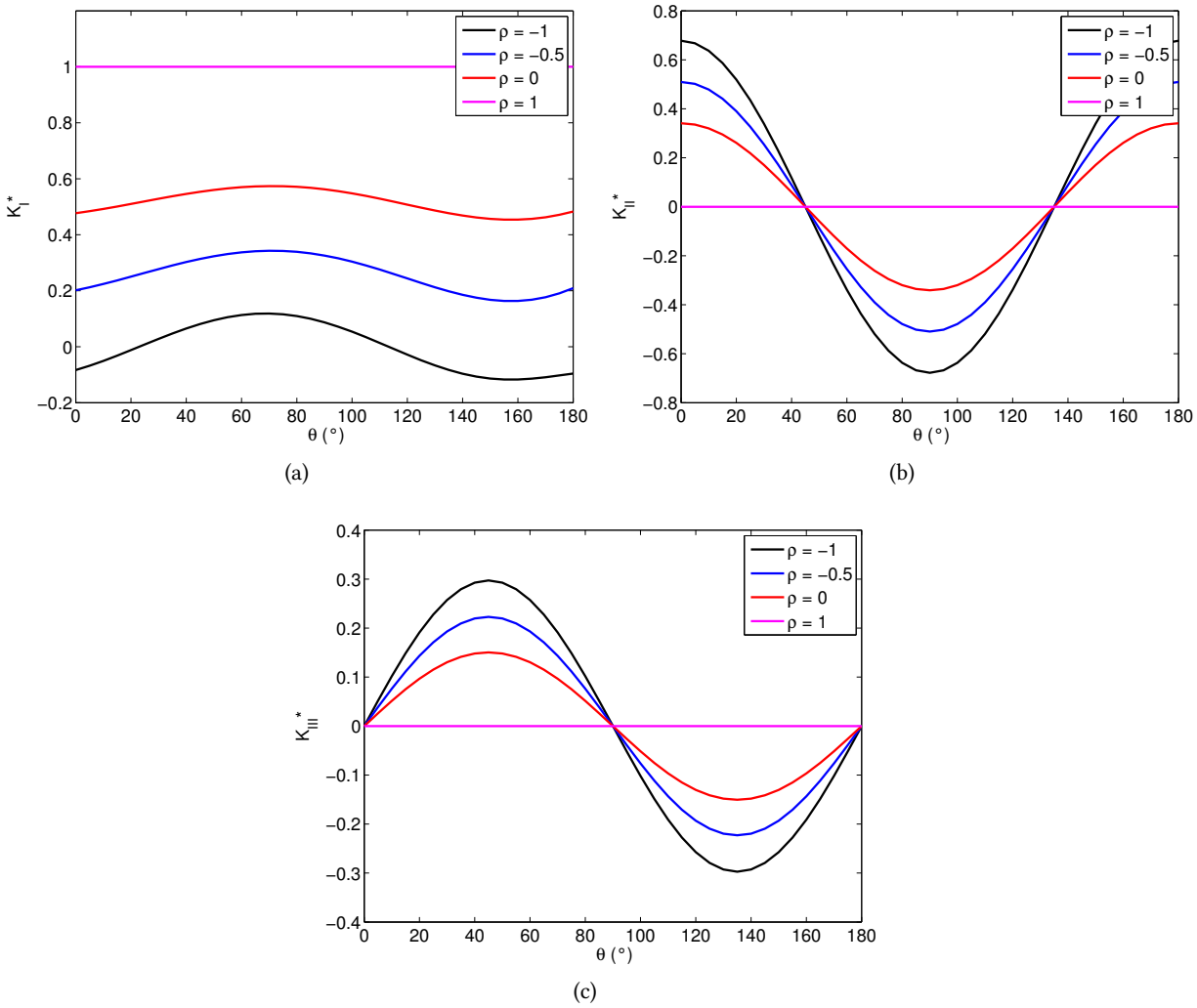


FIGURE 4.34 – Evolution des facteurs d'intensité des contraintes (a) $K_I^*(\theta, \rho)$, (b) $K_{II}^*(\theta, \rho)$, (c) $K_{III}^*(\theta, \rho)$

4.4.3.1 Mixité modale

L'influence relative des différents modes de fissuration est analysée à l'aide des angles de mixités modales. On cherche, d'une part, à analyser l'influence relative du mode II sur le mode I grâce à l'angle ψ qui suit l'expression 1.5 [Hutchinson *et al.*, 1992]. D'autre part, l'influence relative du mode III sur le mode I est évaluée par l'angle de phase ϕ qui est défini par Begley et Ambrico selon l'expression suivante [Begley et Ambrico, 2001] :

$$\phi = \tan^{-1}\left(\frac{K_{III}}{K_I}\right) \tag{4.24}$$

Les angles de mixité modale sont donc fonction de la position angulaire θ et du taux de biaxialité ρ. La figure 4.35 présente les variations de la valeur absolue des angles ψ et ϕ pour la moitié du contour circulaire de la fissure, l'angle θ évolue entre 0 et 180°.

L'évolution des angles de mixité modale confirment que les modes de cisaillement, mode II et mode

III, n'influencent pas la propagation de la fissure lorsqu'un chargement de compression équi-biaxiale est appliqué. On note que le cisaillement devient prédominant lorsque le taux de biaxialité ρ tend vers -1.

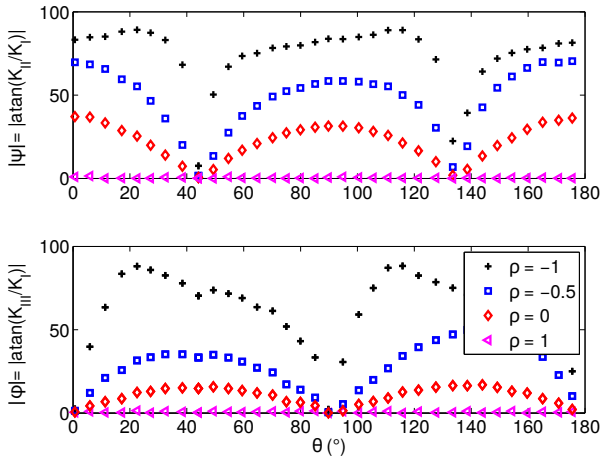


FIGURE 4.35 – Distribution des angles de mixité modale le long du front de fissure (a) $\mid \psi \mid$ et (b) $\mid \phi \mid$

Lorsque $\rho = -1$, le mode de cisaillement II est prépondérant sur le mode d'ouverture car $\mid \psi \mid$ atteint des valeurs proches de 90°, excepté lorsque θ est de l'ordre de 45° et 135°, Figure 4.35. La valeur absolue de l'angle ψ est alors nulle car le facteur d'intensité des contraintes $K^*_{II} = 0$. Ainsi, lorsque le cisaillement macroscopique est maximum, le mode de cisaillement II sera prépondérant sur le mode d'ouverture le long de la majeure partie du front de fissure, notamment selon les directions de compression, $\theta = 0$, et de traction, $\theta = 90°$. On note que lorsque le taux de biaxialité tend vers $\rho = -1$, le maximum de $\mid \psi \mid$ est atteint pour $\theta = 0$ et 90° donc selon les directions de sollicitation.

De la même manière, lorsque $\rho < 1$, l'importance relative du mode III par rapport au mode I augmente à mesure que le cisaillement macroscopique augmente excepté pour θ proche de 0 et 90° où $\mid \phi \mid$ reste nul, Figure 4.35. Enfin, pour tout chargement incluant du cisaillement macroscopique, l'analyse montre une forte variation de la mixité des modes le long du front de fissure.

4.4.3.2 Comparaison des observations expérimentales et numériques

L'analyse par éléments finis menée sur un matériau homogène incluant un défaut circulaire dont les caractéristiques géométriques sont celles mesurées dans l'étude expérimentale a mis en évidence le rôle critique du mode II dans la propagation de la fissure. En effet, la vitesse de propagation la plus importante est observées expérimentalement pour $\rho = -1$, cas de chargement où le mode II est maximal. Ces résultats ont été confirmés également par un modèle cohésif décrit dans [Sapardanis *et al.*, 2016]. Le résultat est cohérent avec les observations faites pour les systèmes barrière thermique [Rakotomalala, 2014, Théry *et al.*, 2009] et pour les films minces [Hutchinson et Suo, 1992].

Conclusion

Les différentes procédures expérimentales et numériques mises en place tout au long de ce chapitre ont permis d'une part, de caractériser la propagation d'un défaut interfacial circulaire soumis à un cisaillement macroscopique et d'autre part, d'analyser l'état local des modes de sollicitation le long du front de fissure.

Grâce aux techniques non destructives utilisées, le suivi optique *in situ* du défaut et la stéréo-corrélation d'images, la propagation d'un défaut d'interface a pu être caractérisée finement. Les résultats ont prouvé la validité de la technique de stéréo-corrélation d'images pour l'analyse du déplacement hors plan d'une couche de céramique de plusieurs dizaines de micromètres. Lorsqu'un défaut d'interface est soumis à un cisaillement macroscopique, sa propagation se déroule en deux étapes :

1. Augmentation de la hauteur de la cloque formée par la couche de céramique sans que le délaminage ne se propage.
2. Propagation du délaminage et dégradation de la cloque associée.

Les résultats mettent en évidence un couplage entre la dégradation de la couche de céramique et la propagation du délaminage. En effet, le délaminage ne se propage qu'à partir de la fissuration du sommet de la cloque. De plus, l'éjection des parties de la cloque affecte significativement les vitesses de propagation du délaminage. Il existe une valeur de déplacement imposé seuil à partir de laquelle le délaminage se propage. Avant écaillage, la propagation du délaminage est favorisée selon l'axe de traction, la zone délaminée perd sa circularité et prend une forme de losange. Après écaillage, la propagation est favorisée selon l'axe de compression et la zone délaminée prend une forme carrée. Les résultats de la stéréo-corrélation d'images montrent que la cloque se déforme de façon similaire.

Sur la base de ces données, un modèle de zone cohésive dont les conditions aux limites sont fixées par la corrélation d'images est mis en place. Ce modèle permet d'obtenir des déplacements dans le plan très proches de ceux mesurés par corrélation d'images. Grâce à l'approche cohésive, il est possible de donner une première explication quant à la forme elliptique du délaminage observée expérimentalement. Le délaminage se propage préférentiellement selon les axes de sollicitation donc le cisaillement local est maximum. De plus, la vitesse du front de fissure est plus significative selon l'axe de traction là où la pointe de fissure est localement ouverte. Ce modèle reste encore idéalisé puisqu'il ne prend pas en compte la fissuration dans la couche, l'état de contraintes résiduelles mais aussi la souplesse de l'interface. Lorsque ces paramètres sont pris en compte, cette démarche peut, par optimisation, permettre d'identifier la ténacité d'interface du système revêtement/substrat considéré.

Cette étude a ensuite été effectuée pour plusieurs taux de biaxialité afin d'examiner l'influence du cisaillement macroscopique sur la propagation du défaut d'interface. Les mêmes étapes de propagation ont été mises en évidence. Les résultats expérimentaux montrent que plus le cisaillement macroscopique augmente (quand ρ tend vers -1), plus sa vitesse de propagation est importante et plus le déplacement imposé seuil au délaminage est faible. L'analyse par éléments finis basée sur la mécanique linéaire de la rupture dans un matériau homogène a permis de compléter cette analyse en déterminant l'influence du cisaillement macroscopique sur le chargement local le long du front de fissure. Les résultats ont mis en évidence le rôle critique du mode II dans la propagation du délaminage déjà identifié à l'aide du modèle de zone cohésive.

Chapitre

5 Synthèse & perspectives

5.1 Synthèse des travaux expérimentaux et numériques

Au début des travaux de thèse deux objectifs principaux ont été fixés :

1. Etudier la propagation d'un défaut interfacial de géométrie connue soumis à un cisaillement macroscopique
2. Analyser l'influence de la morphologie d'interface sur les dimensions caractéristiques des défauts d'interfaces introduits par choc laser

Pour répondre à ces objectifs, une méthodologie expérimentale a été développée et consiste à *i)* élaborer un système revêtu céramique/métal dont la morphologie d'interface est contrôlée, *ii)* introduire un défaut d'interface dont les caractéristiques sont connues, *iii)* soumettre le système revêtu pré-fissuré à un cisaillement macroscopique et *iv)* mesurer *in situ* l'évolution de ce défaut. Pour mener à bien ces travaux, un ensemble d'outils expérimentaux et numériques ont été utilisés, différentes procédures ont été mises en place et plusieurs analyses ont été effectuées de façon indépendante. La figure 5.1 vise à synthétiser l'ensemble de ces analyses et les techniques employées en parallèle de la méthodologie.

5.1.1 Etude de la propagation d'un défaut interfacial

L'étude de la propagation d'un défaut d'interface soumis à un cisaillement macroscopique s'appuie sur la totalité de la méthodologie expérimentale et a requis des outils expérimentaux (la projection plasma, la machine LASAT, la machine biaxiale coplanaire, la stéréo-corrélation d'images et les techniques d'observations non destructives) et numériques (modèle de zone cohésive, MLR et la modélisation d'onde de choc). Cette étude a nécessité un travail préalable d'analyse du défaut introduit par choc laser dans le cas du système revêtu de référence où le substrat est sablé, SB. Le comportement du système revêtu est étudié, d'une part, en régime de dynamique rapide avec l'introduction du défaut d'interface par choc laser et en régime quasi-statique avec la propagation du défaut grâce à un essai biaxial.

Introduction d'un défaut interfacial circulaire L'analyse du défaut introduit par choc laser, l'analyse 3 indiquée en figure 5.1 effectuée en chapitre 3, a mis en évidence différents états de défauts (délaminage sans flambage, flambage, fissuration et écaillage partiel et total) en fonction des paramètres laser. Chaque état est associé à une gamme de paramètres laser qui doit être identifiée pour mettre en place les essais de propagation présentés dans le chapitre 4. Dans notre cas, pour obtenir des défauts de 2 et 3 mm de diamètre, il faut effectuer des tirs de diamètre de tache focale fixé à 2 mm pour un flux situé entre 0,9 et 1,5 GW/cm^2.

Cette analyse se base sur des techniques d'observation non destructives (profilométrie 3D, observation optique et thermographie infrarouge) indispensables pour la mise en œuvre de la méthodologie globale. De plus, l'état des contraintes résiduelles dans la couche de céramique a été estimé à partir du modèle analytique proposé par Hutchinson [Hutchinson *et al.*, 1992] mais doit être validée par des mesures. L'état de contraintes dans la couche de céramique une fois la cloque formée reste encore indéterminé.

L'analyse par éléments finis associée repose sur l'utilisation d'une loi cohésive pour rendre compte du caractère élastique endommageable de l'interface qui est combinée à un modèle de type contact. Les résultats mettent en évidence le rôle du cisaillement dans la fissuration lorsque l'interface est soumise à une onde de choc. Ces premières constatations nécessitent un travail approfondi d'identification des paramètres de loi cohésive pour atteindre les propriétés d'interface.

Propagation d'un défaut d'interface soumis à un cisaillement macroscopique Cette étude présentée au chapitre 4, correspond aux analyses 5, 6 et 7 de la figure 5.1. L'état initialement préfissuré des éprouvettes revêtues de l'étude est tout d'abord défini à partir des résultats de l'analyse 3 et d'une analyse par éléments finis de l'état des contraintes dans la zone revêtue de l'éprouvette.

La propagation du défaut d'interface soumis à un cisaillement macroscopique a été analysée à partir des observations optiques et de la stéréo-corrélation d'images. Les résultats montrent que la technique de stéréo-corrélation d'images est une méthode d'analyse adaptée à la problématique de propagation d'un défaut de taille millimétrique. La propagation du défaut se déroule en deux étapes : tout d'abord la hauteur de la cloque augmente sans que le délaminage ne se propage puis, à partir d'une valeur seuil de déplacement imposé, le délaminage se propage et la base de la cloque formée par la couche de céramique s'élargit, son sommet fissure jusqu'à l'écaillage de la céramique. Avant l'écaillage de la couche de céramique, la vitesse de propagation la plus importante est obtenue selon l'axe de traction et le défaut prend une forme elliptique. Ceci est vérifié pour les trois niveaux de cisaillement macroscopique considérés pour l'étude. De plus, lorsque le cisaillement macroscopique augmente, la vitesse de propagation du délaminage selon l'axe de traction augmente et le délaminage s'initie pour un déplacement imposé plus faible. Enfin, lorsqu'une partie de la cloque est éjectée, le défaut se propage plus rapidement selon l'axe de compression que selon l'axe de traction. Cette étude montre que la propagation du délaminage interfacial est conditionnée par l'état de la couche de céramique associée (flambée, fissurée ou écaillée).

Les analyses par éléments finis menées dans le chapitre 4 mettent en évidence de fortes variations des modes de sollicitation le long du front de fissure et le rôle critique du mode II. Les premiers résultats obtenus avec un modèle de zone cohésive montrent que le mode de cisaillement, le mode II, pilote la propagation qui peut être accélérée par l'ouverture locale de la pointe de fissure, le mode I. Ce modèle

idéalise encore le problème puisque ni la fissuration, ni l'écaillage et ni l'état de contraintes résiduelles de la couche ne sont intégrés.

5.1.2 Influence de la morphologie d'interface

Quatre systèmes revêtus aux morphologies d'interface variées ont initialement été considérés pour l'étude de l'influence de la morphologie d'interface sur le défaut résultant d'un impact laser qui s'appuie sur les analyses 1, 2 et 3, indiquées en figure 5.1. La méthodologie a été partiellement utilisée ici. Les morphologies d'interfaces ont été caractérisées à partir des analyses 1 et 2, grâce notamment à la comparaison des paramètres de morphologie des surfaces avant projection. De plus, la construction de profils équivalents aux surfaces a permis d'établir des hypothèses quant à l'adhérence des particules sur les différentes morphologies de surface, hypothèses qui ont ensuite été validées grâce à l'observation des dépôts après projection et après choc laser.

La morphologie d'interface s'avère être un paramètre influençant les dimensions caractéristiques des défauts d'interface. En effet, lorsque les dépôts d'alumine sont projetés sur des substrats microbillés, MB, les dimensions caractéristiques des défauts obtenus par choc laser sont plus importantes que celles des défauts obtenus pour le substrat sablé, SB, avec des conditions de choc similaires. Ceci s'explique par une adhérence moindre du dépôt sur substrat microbillé et un état de contraintes résiduelles plus faible pour le dépôt projeté sur le substrat microbillé. Lorsque les substrats sont sablés puis oxydés, SOX, les dimensions caractéristiques des défauts sont peu affectées par la présence de la couche d'oxyde. Les résultats révèlent cependant des disparités dans l'état résultant de la couche de céramique après choc laser entre les systèmes revêtus SB et SOX. Une gamme de paramètres laser pour laquelle les dimensions caractéristiques du défaut d'interface sont contrôlées peut donc être définie pour les systèmes MB et SOX. La méthodologie globale peut donc être appliquée sur ces deux systèmes revêtus. L'étude a aussi mis en évidence les limites de la machine LASAT comme générateur de défauts dans le cas du système revêtu dont le substrat est électro-érodé, EE. Les observations montrent que la propagation de l'onde de choc conduit à la création d'une fissure qui parcourt à la fois la couche de céramique et l'interface.

5.2 Perspectives pour enrichir les données expérimentales

5.2.1 Etat de contraintes dans la couche de céramique

La mesure des contraintes résiduelles est indispensable pour établir des modèles éléments finis plus représentatifs de la réalité et aussi atteindre les grandeurs physiques des propriétés d'interface. Différentes techniques de mesure destructive (méthode du trou incrémental) et non destructives (méthode de la flèche, diffraction des rayons X) peuvent être utilisées pour déterminer l'état de contraintes résiduelles et valider la méthode de calcul des contraintes résiduelles proposée dans ce manuscrit. Il s'agit aussi de déterminer l'état des contraintes dans la couche de céramique après choc laser qui conduit la relaxation d'une partie des contraintes résiduelles. Dans le cas des film minces, des cartographies de l'état des contraintes dans la couche après cloquage sont réalisées grâce à la micro-spectroscopie Raman et à la micro diffraction Synchrotron [Guerain *et al.*, 2013]. La profondeur d'acquisition est de

l'ordre du micromètre. Cette technique semble applicable à notre cas d'étude pour obtenir une première estimation de l'état de contraintes après choc laser.

5.2.2 Suivi *in situ* de système revêtu sous choc laser

Les techniques d'observation non destructives utilisées dans les travaux de thèse permettent d'analyser le défaut lorsque le système revêtu est à l'équilibre et que l'onde de choc s'est dissipée. On propose ici deux techniques pour observer le système revêtu lorsque l'onde de choc se propage et donc mieux comprendre l'état d'équilibre post-choc :

Observation de la surface libre La technique d'acquisition de la topographie de la surface, détaillée dans le paragraphe 1.3.6.2 des éléments bibliographiques, a récemment été adaptée par Frugier pour la sollicitation en régime de dynamique rapide [Frugier, 2015]. Cette technique permet d'obtenir l'image de la surface libre, ici la surface de la couche de céramique, au cours de la propagation de l'onde de choc. Les résultats très encourageants obtenus avec du graphite poreux [Seisson *et al.*, 2016] montrent le potentiel de cette technique qui semble utilisable dans le cadre de notre étude.

Mesure de vitesse de surface libre La mesure de la vitesse de surface libre au cours de la sollicitation par choc laser est utilisée dans l'essai LASAT, présenté dans le paragraphe 1.3.3 des éléments bibliographiques. Deux systèmes de vélocimétrie laser sont généralement utilisés : le VISAR [Barker et Hollenbach, 1972] et la vélocimétrie hétérodyne [Strand et Whitworth, 2007] qui se basent tous les deux sur le principe de l'effet Doppler. Le signal obtenu permet notamment de détecter le moment de la rupture du système revêtu et d'ajuster les modèles éléments finis. Cette mesure permettrait ainsi d'enrichir grandement la modélisation.

5.2.3 Essai de propagation du défaut d'interface

Amélioration de la procédure actuelle L'éclairage utilisé pour les essais permet de mettre en évidence deux choses : la zone délaminée pour le suivi du défaut et la rugosité du dépôt pour pouvoir appliquer la technique de corrélation d'images. La rugosité de la surface entraîne de fortes variations de niveaux de gris sur l'image optique, ce qui altère la caractérisation du délaminage. Il s'agit donc de retravailler l'éclairage et aussi d'améliorer la procédure actuelle d'analyse d'images pour obtenir de meilleurs contrastes et une mesure automatique des caractéristiques du délaminage. De plus, l'éprouvette est légèrement flambée après sollicitation à cause d'une tôle trop fine et trop élancée. Ce flambage peut influencer la propagation du délaminage ; il serait donc plus rigoureux d'optimiser la géométrie de l'éprouvette pour minimiser le flambage et maximiser la déformation dans la zone où se trouvent les défauts d'interface. En outre, il est nécessaire d'atteindre des déformations locales importantes dans le substrat pour obtenir flambage de cloque et délaminage. Pour limiter ces effets de flambage macroscopique, on peut mettre à profit les courbes « LASAT-2D » et optimiser le choix des conditions de choc. En effet, on peut choisir des défauts proches de l'instabilité de fissuration de la couche pour que l'incrément de chargement (en déplacement ou en contrainte) nécessaire à la propagation du délaminage reste faible.

Diversification de l'essai biaxial Les essais effectués à partir des éprouvettes cruciformes sablées et revêtues d'une couche d'alumine ont permis de valider la méthodologie pour ce système revêtu de référence, le système SB. D'après les résultats du chapitre 3, cette méthodologie peut être appliquée à deux autres systèmes revêtus étudiés : MB dont le substrat est microbillé et SOX dont le substrat est sablé puis oxydé. Il s'agit alors de déterminer une gamme de valeurs de paramètres laser pour laquelle les défauts sont maîtrisés.

5.3 Perspectives pour une meilleure description du problème

5.3.1 Inclure un état de contraintes résiduelles

Les modèles présentés dans ce manuscrit ne prennent pas en compte l'état des contraintes résiduelles qui modifie pourtant le comportement de la couche de céramique. Dans le cas de la simulation de la propagation d'onde de choc, des tests ont été effectués pour associer un calcul de contraintes résiduelles par la méthode implicite à un calcul de propagation d'onde par la méthode explicite mais le passage de l'un à l'autre n'a pas pu être mis en œuvre à cause d'erreurs non résolues sous Abaqus. La question se pose alors : faut-il prendre en compte l'état de contraintes résiduelles dans le calcul de propagation d'onde ? Dans les perspectives proposées dans cette partie, l'état de contraintes résiduelles n'est pas pris en compte dans le modèle de fissuration par choc laser mais uniquement pour la propagation du défaut en régime quasi-statique.

5.3.2 Amélioration du modèle de fissuration par propagation d'onde de choc

Le modèle présenté dans le chapitre 3 est un modèle préliminaire où les matériaux sont considérés comme purement élastiques et les propriétés de l'interface n'ont pas été ajustées par rapport aux observations expérimentales. Ce modèle ne peut donc pas être utilisé pour la prédiction de la longueur de fissure interfaciale ni pour déterminer la ténacité d'interface lorsque le système revêtu est soumis à la propagation d'une onde de choc. Ce paragraphe propose une méthode pour améliorer la modélisation sans prendre en compte les contraintes résiduelles et en faisant l'hypothèse d'une interface plane.

Comportement des matériaux Il s'agit ici d'étudier le comportement les matériaux du système revêtu séparément pour identifier les paramètres des lois de comportement associées et par la suite identifier le comportement de l'interface. Le comportement de chaque matériau est étudié expérimentalement sous choc. Les lois de comportement peuvent ensuite être ajustées à partir des signaux de surface libre à l'aide du diagnostic VISAR par exemple. Il serait intéressant d'utiliser, pour la couche de céramique, une loi de comportement avec un critère d'endommagement afin de mieux comprendre la fissuration et l'écaillage générés par l'onde de choc.

Comportement de l'interface La seconde étape est d'identifier les paramètres de la loi de comportement de l'interface. Plusieurs modélisations de l'interface sont possibles : une loi cohésive associée à des éléments cohésifs, une loi cohésive associée à un modèle de type contact entre deux surfaces (modèle présenté dans le chapite 3) ou encore un critère d'endommagement type cut-off associé à des éléments volumiques ou surfaciques selon le modèle choisi. Il s'agit tout d'abord de comparer les trois

approches pour mieux comprendre leurs différences et établir leurs avantages et leurs inconvénients. Une fois la représentation de l'interface sélectionnée, les paramètres de la loi doivent être identifiés à partir des résultats expérimentaux pour obtenir un modèle prédictif. Le modèle peut être ensuite complexifié et prendre en compte la rugosité d'interface [Arrigoni, 2004]. On pourra ainsi voir l'influence de la rugosité sur la taille de la fissure résultant de la propagation d'une onde de choc.

5.3.3 Vers la détermination de la ténacité d'interface

Ce dernier paragraphe propose une méthodologie pour déterminer la ténacité de l'interface à partir des travaux présentés dans ce manuscrit. Plusieurs hypothèses sont posées :

- L'interface est plane
- Le comportement du substrat est connu
- Les propriétés élastiques du dépôt de céramique sont connues
- Le défaut introduit par choc laser se caractérise par une zone délaminée parfaitement circulaire et une cloque intègre

La figure 5.2 présente le « chaînage » de calculs proposé pour déterminer la ténacité de l'interface lorsque le défaut est soumis à un cisaillement macroscopique. L'état initial du calcul $(i+1)$ est l'état final du calcul (i).

(1) Etat des contraintes résiduelles Ce calcul vise à déterminer l'état des contraintes résiduelles σ_r après refroidissement qui a lieu à la fin de la phase de projection. Les relevés de température en cours de la projection sont ici utilisés pour fixer le chargement thermique. L'interface est parfaitement adhérente car le dépôt ne s'est pas écaillé après refroidissement.

(2) Détermination de l'état initialement flambé Il s'agit ici de reproduire l'état initialement flambé obtenu après choc laser à partir de l'état de contraintes résiduelles et d'une fissure circulaire de diamètre D_0 introduite à l'interface. Excepté dans la zone délaminée l'interface est supposée parfaitement adhérente. En pratique, l'interface peut être représentée par des éléments cohésifs où les éléments sont supprimés à l'endroit de la zone délaminée. Il faut donc trouver les paramètres cohésifs pour que le délaminage ne se propage pas au cours du flambage de la couche et laisser assez de souplesse pour obtenir la bonne hauteur de cloque. Le flambage est initié par une perturbation correspondant à un déplacement ou un effort hors plan de faible amplitude.

(3) Détermination de la ténacité de la couche de céramique Cette étape vise à reproduire l'état fissuré observé en figure 4.9b après un déplacement imposé $\mid U_{comp} \mid$ = 0,108 mm. Pour cela des éléments cohésifs sont introduits à l'endroit où la cloque se fissure. La couche est initialement flambée selon l'état final du calcul (2). L'interface est parfaitement adhérente. Les conditions aux limites sont extraites de la corrélation d'images pour l'image correspondant au déplacement imposé $\mid U_{comp} \mid$ = 0,108 mm selon la procédure mise en place dans la partie 4.3. Les paramètres cohésifs sont ajustés pour que la fissure dans la couche apparaisse à l'état final. Cette identification permet alors de déterminer la ténacité de la couche céramique.

(4) Détermination de la ténacité d'interface La dernière étape est de faire propager le délaminage interfacial afin de déterminer les variations de la ténacité d'interface le long du front de fissure. Pour cela on part de l'état initialement flambé, état final du calcul (2). On a observé la fissuration de la cloque en son sommet et sa base au cours de la propagation du délaminage, Figure 4.9c. Tout comme pour le calcul (3), des éléments cohésifs sont introduits aux endroits où la couche s'est fissurée et suivent une loi cohésive dont les paramètres ont été identifiés dans le calcul (3). Les conditions aux limites sont extraites de la corrélation d'images pour l'image correspondant à $\mid U_{comp} \mid = 0{,}129$ mm selon la procédure mise en place dans la partie 4.3. Les paramètres de la loi cohésive sont alors ajustés pour reproduire la surface délaminée obtenue à $\mid U_{comp} \mid = 0{,}129$ mm. Il sera alors possible d'accéder à la ténacité d'interface au niveau du front de fissure qui est pilotée par la combinaison des trois modes de sollicitation.

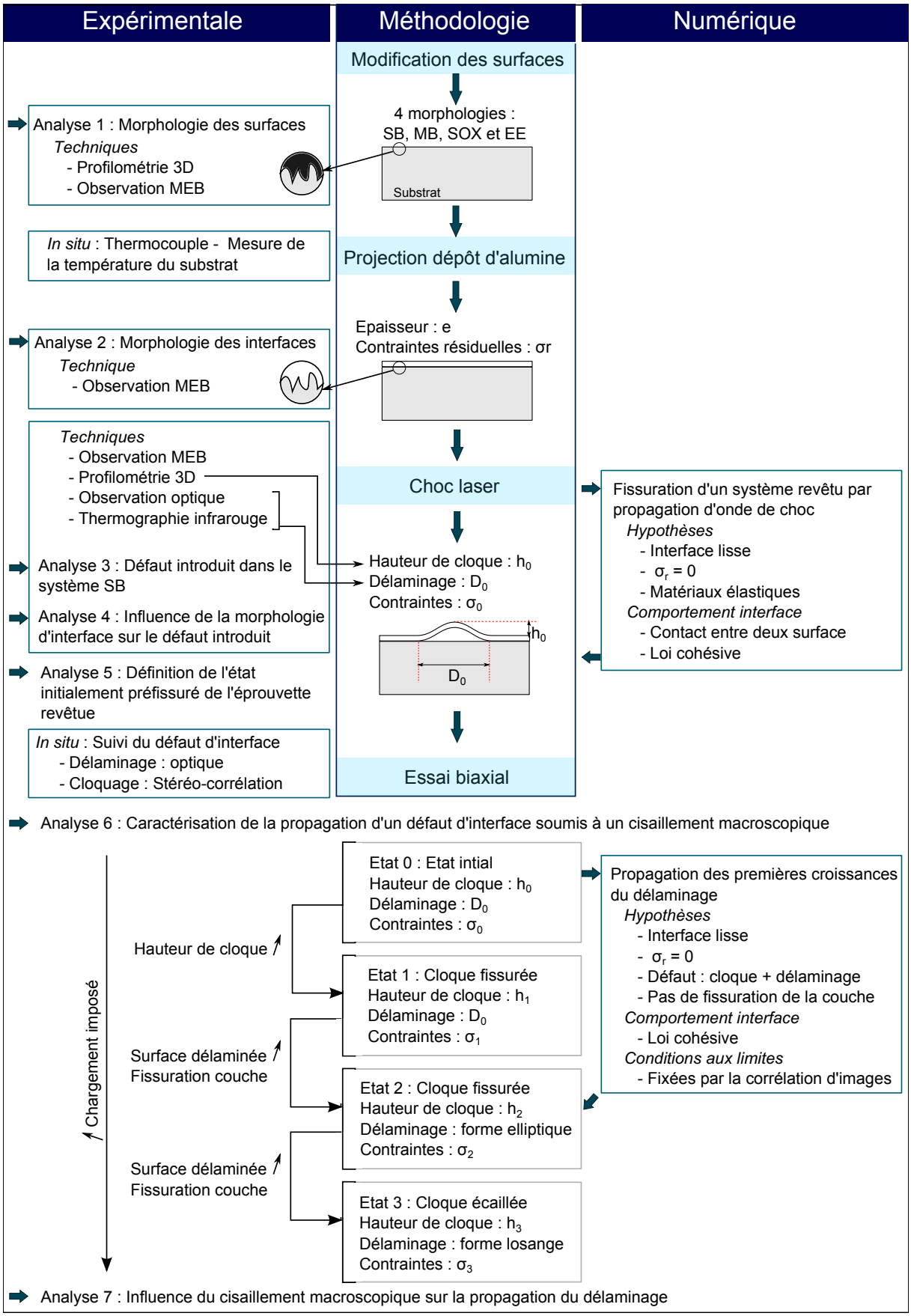


FIGURE 5.1 – Bilan des analyses expérimentales et numériques en parallèle de la méthodologie expérimentale développée

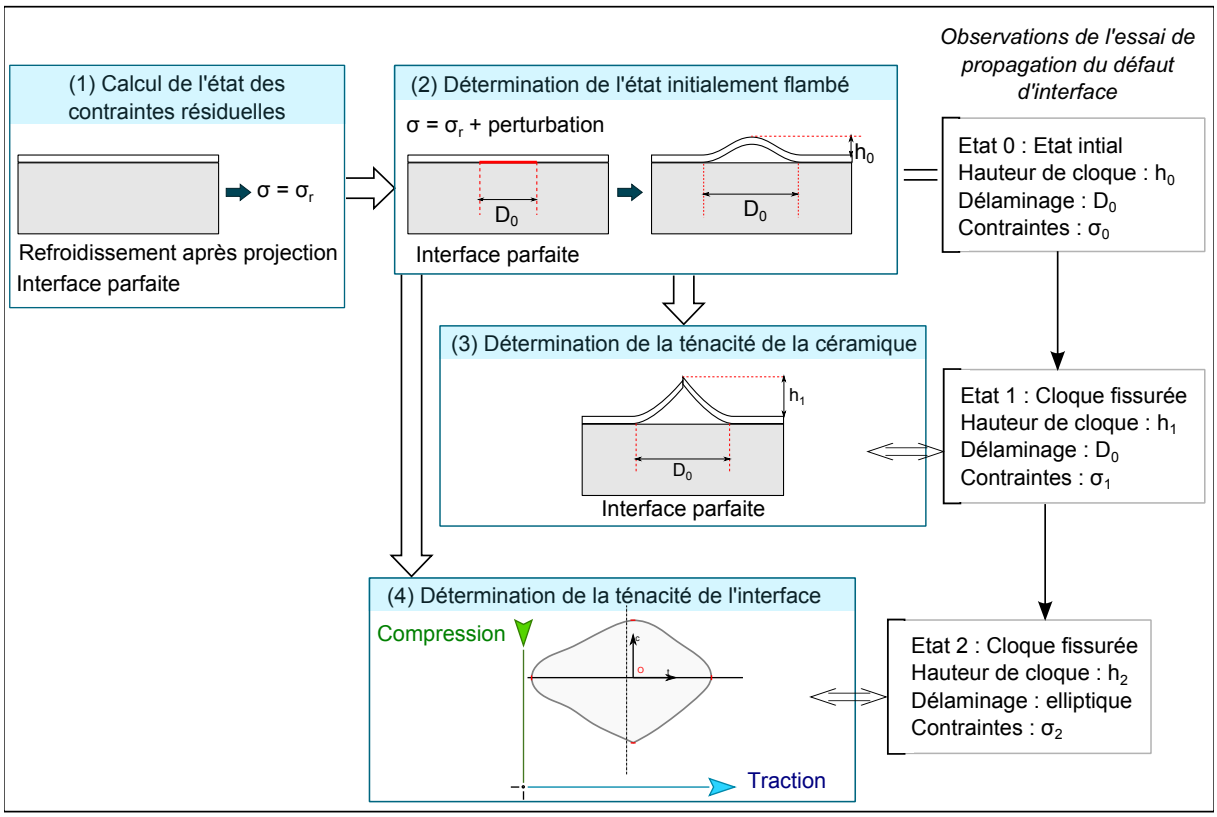


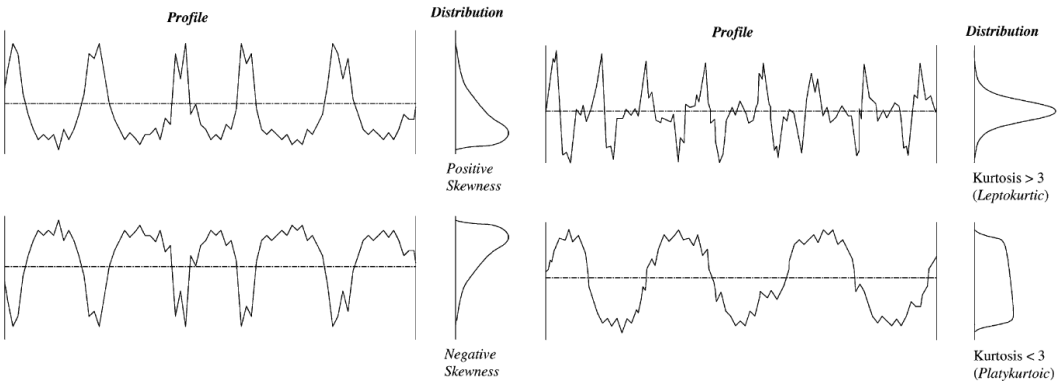
FIGURE 5.2 – Chaînage des calculs proposé pour la détermination de la ténacité d'interface

Annexes

Annexe

A Paramètres de rugosité Rsk et Rku

Le paramètre Rsk, nommé Ssk dans le cas d'une surface, illustré par la figure A.1a, est le facteur d'asymétrie d'un profil permet de qualifier la symétrie de la distribution de la hauteur. Un Rsk positif reflète une surface comportant de nombreux pics sur un plan alors qu'un Rsk négatif décrit une surface principalement composée d'un plateau et dont les vallées profondes et fines. Lorsque ce paramètre est nul la distribution des hauteurs des profils est symétrique.



(a) Rsk (b) Rku

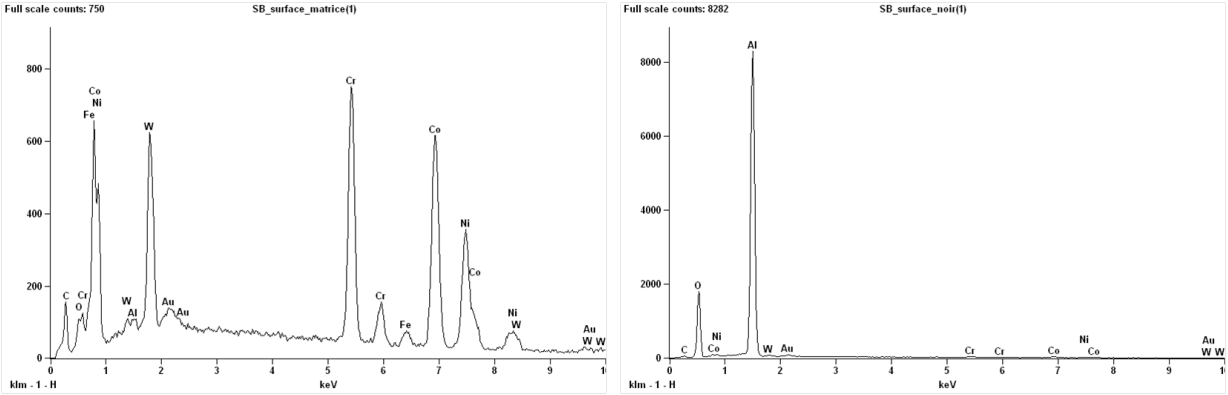
Figure A.1 – Illustrations schématiques des rugosités de profil en fonction des valeurs des paramètres de hybrides : (a) le facteur d'asymétrie Rsk, (b) le kurtosis Rku [Gadelmawla *et al.*, 2002]

Le kurtosis Rku, nommé Sku dans le cas d'une surface, Figure A.1b, qualifie l'étalement de la courbe de distribution des profondeurs. Dans le cas d'une distribution normale, il est égal à 3. Un Rku supérieur à 3 décrit une distribution avec beaucoup de pics élevés et des vallées profondes. Un Rku inférieur à 3 reflète un distribution avec peu de pics élevés et de vallées profondes [Gadelmawla *et al.*, 2002].

Annexe

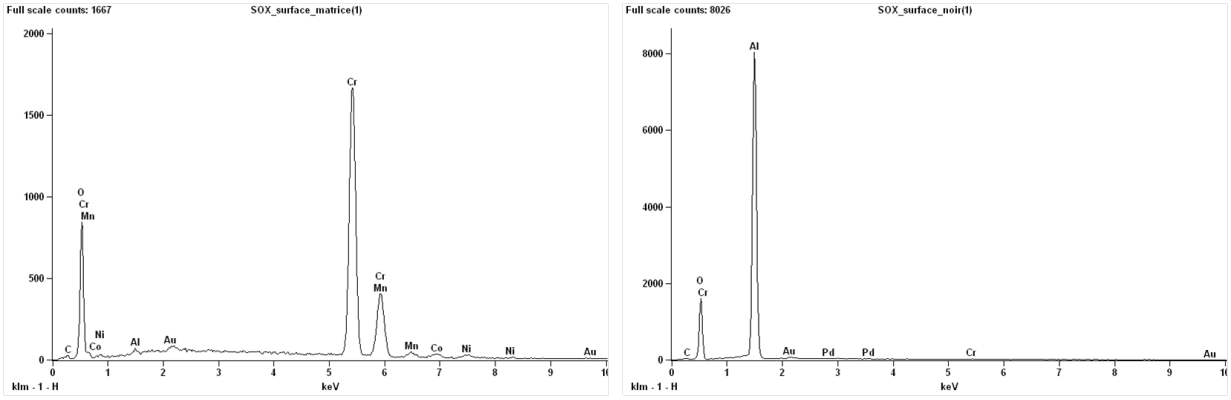
B

Analyses EDS



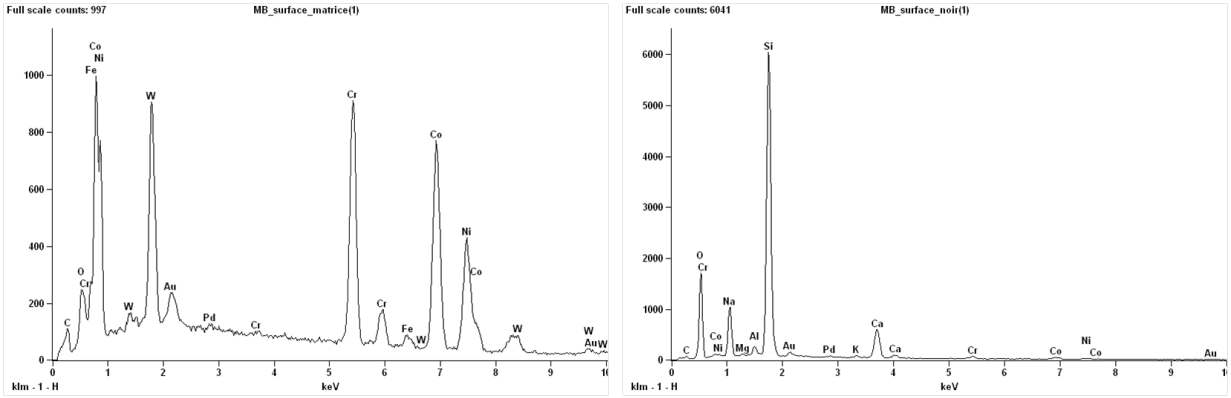
(a) (b)

Figure B.1 – Analyses EDS de la surface sablée SB (a) matrice et (b) les particules d'alumine



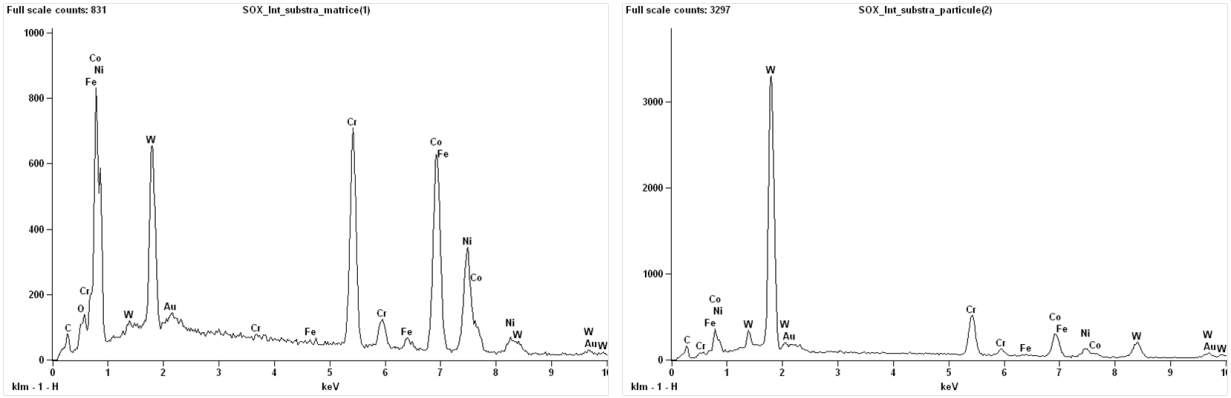
(a) (b)

FIGURE B.2 – Analyses EDS de la surface sablée puis oxydée SOX (a) la couche d'oxyde et (b) les particules d'alumine



(a) (b)

FIGURE B.3 – Analyses EDS de la surface microbillée MB (a) la matrice et (b) les particules de verre



(a) (b)

FIGURE B.4 – Analyses EDS du substrat sablée puis oxydée SOX en coupe (a) la matrice et (b) les précipités de tungsten

Annexe

C

Références d'échantillon et tirs laser

Table C.1 – Récapitulatif des tirs laser dans le cas du système revêtu de référence pour les échantillons SB2, SB3, SB4 et SB5

Référence Tir	Ep. substrat (µm)	Ep. dépôt (µm)	Diamètre tache (mm)	Energie (J)	Flux laser (GW/cm^2)
		Echantillon SB2			
SB2-1	3034	79	3	0,362	0,98
SB2-2	3034	79	2	0,147	0,90
SB2-3	3034	79	2	0,143	0,87
		Echantillon SB3			
SB3-1	3033	67	2	0,124	0,76
SB3-2	3033	67	2	0,127	0,78
SB3-3	3033	67	2	0,153	0,94
SB3-4	3033	67	2	0,205	1,25
SB3-5	3033	67	2	0,251	1,54
SB3-6	3033	67	2	0,348	2,13
SB3-7	3033	67	2	0,498	3,05
		Echantillon SB4			
SB4-1	3009	65	2	0,153	0,94
SB4-2	3009	65	2	0,176	1,08
SB4-3	3009	65	2	0,205	1,25
SB4-4	3009	65	2	0,205	1,25
SB4-5	3009	65	2	0,251	1,54
SB4-6	3009	65	2	0,300	1,84
		Echantillon SB4			
SB5-1	3042	61	2	0,150	0,41
SB5-2	3042	61	2	0,199	0,54
SB5-3	3042	61	2	0,202	0,55

Table C.2 – Récapitulatif des tirs laser dans le cas du systême revêtu de référence pour l'échantillon SB1

Référence Tir	Ep. substrat (µm)	Ep. dépôt (µm)	Diamètre tache (mm)	Energie (J)	Flux laser (GW/cm^2)
SB1-1	3023	78	2	0,124	0,76
SB1-2	3023	78	2	0,498	3,05
SB1-3	3023	78	2	0,124	0,76
SB1-4	3023	78	2	0,492	3,01
SB1-5	3023	78	2	0,150	0,92
SB1-6	3023	78	2	0,472	2,89
SB1-7	3023	78	2	0,147	0,90
SB1-8	3023	78	2	0,479	2,93
SB1-9	3023	78	2	0,176	1,07
SB1-10	3023	78	2	0,462	2,83
SB1-11	3023	78	2	0,176	1,07
SB1-12	3023	78	2	0,453	2,77
SB1-13	3023	78	2	0,202	1,24
SB1-14	3023	78	2	0,433	2,65
SB1-15	3023	78	2	0,205	1,25
SB1-16	3023	78	2	0,427	2,61
SB1-17	3023	78	2	0,228	1,40
SB1-18	3023	78	2	0,414	2,53
SB1-19	3023	78	2	0,228	1,40
SB1-20	3023	78	2	0,397	2,43
SB1-21	3023	78	2	0,248	1,51
SB1-22	3023	78	2	0,384	2,35
SB1-23	3023	78	2	0,248	1,52
SB1-24	3023	78	2	0,378	2,31
SB1-25	3023	78	2	0,270	1,65
SB1-26	3023	78	2	0,348	2,13
SB1-27	3023	78	2	0,277	1,70
SB1-28	3023	78	2	0,345	2,11
SB1-29	3023	78	2	0,325	1,99
SB1-30	3023	78	2	0,342	2,09
SB1-31	3023	78	2	0,326	1,99
SB1-32	3023	78	2	0,300	1,84

Table C.3 – Récapitulatif des tirs laser dans le cas des systêmes revêtus SOX, MB et EE

Référence Tir	Ep. substrat (µm)	Ep. dépôt (µm)	Diamètre tache (mm)	Energie (J)	Flux laser (GW/cm^2)
		Echantillon SOX1			
SOX1-1	3037	77	2	0,124	0,76
SOX1-2	3037	77	2	0,160	0,98
SOX1-3	3037	77	2	0,248	1,52
SOX1-4	3037	77	3	0,182	0,49
SOX1-5	3037	77	3	0,277	0,75
SOX1-6	3037	77	3	0,365	0,99
		Echantillon MB1			
MB1-1	2982	85	2	0,124	0,76
MB1-2	2982	85	2	0,169	1,03
MB1-3	2982	85	2	0,248	1,52
MB1-4	2982	85	3	0,179	0,49
MB1-5	2982	85	3	0,277	0,75
MB1-6	2982	85	3	0,368	1,00
		Echantillon EE1			
EE1-1	2956	34	2	0,121	0,75
EE1-2	2956	34	2	0,163	1,00
EE1-3	2956	34	2	0,244	1,49
EE1-4	2956	34	3	0,186	0,51
EE1-5	2956	34	3	0,277	0,75
EE1-6	2956	34	3	0,368	1,00

Bibliographie

[Alfano et Crisfield, 2001] Alfano, G. et Crisfield, M. (2001). Finite element interface models for the delamination analysis of laminated composites : mechanical and computational issues. *International journal for numerical methods in engineering*, 50(7):1701–1736.

[Amsellem, 2008] Amsellem, O. (2008). *Simulations 2D et 3D de microstructure d'alumine projetée plasma pour l'étude de ses propriétés mécaniques et électriques.* Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Argon *et al.*, 1989] Argon, A. S., Gupta, V. et Landis, H. S. et Cornie, J. A. (1989). Intrinsic toughness of interfaces between sic coatings and substrates of si or c fibre. *Journal of materials science*, 24(4): 1207–1218.

[Arrigoni, 2004] Arrigoni, M. (2004). *Etude de l'influence des rugosités d'interface, de porosités et de l'épaisseur d'échantillon sur la propagation des chocs laser dans des systèmes revêtus application au procédé LASAT (LASer Adherence Test).* Thèse de doctorat, Université de Poitiers.

[ASTM, 2015] ASTM (2015). Standard terminology of adhesives. *ASTM D907.*

[Audoly, 1999] Audoly, B. (1999). Stability of straight delamination blisters. *Physical Review Letters*, 83(20):4124.

[Auroux, 1999] Auroux, E. (1999). *Etude de l'adhérence de couches minces sur des substrats soumis à un choc laser.* Thèse de doctorat, Université de Poitiers.

[Bahbou et Nylén, 2004] Bahbou, M. F. et Nylén, P. (2004). Two-step grit blasting for enhanced adhesion of thermal spray coatings.

[Bahbou et Nylén, 2005] Bahbou, M. F. et Nylén, P. (2005). Relationship between surface topography parameters and adhesion strength for plasma spraying. *Thermal spray connects : exploring its surface potential*, pages 1027–1031.

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

[Barenblatt, 1959] Barenblatt, G. I. (1959). The formation of equilibrium cracks during brittle fracture. general ideas and hypotheses. axially-symmetric cracks. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 23(3):622–636.

[Barker et Hollenbach, 1972] Barker, L. M. et Hollenbach, R. E. (1972). Laser interferometer for measuring high velocities of any reflecting surface. *Journal of Applied Physics*, 43(11):4669–4675.

[Barradas, 2004] Barradas, S. (2004). *Etude, à l'aide du choc laser, des mécanismes d'adhérence aux interfaces cuivre/aluminium et cuivre/cuivre obtenues par projection thermique.* Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.

[Begley et Ambrico, 2001] Begley, M. R. et Ambrico, J. M. (2001). Delamination of thin films from two-dimensional interface flaws at corners and edges. *International journal of fracture*, 112(3):205–222.

[Bégué, 2015] Bégué, G. (2015). *Etude de l'adhérence de barrière thermique EB-PVD par choc laser (LASAT) pour le développement d'un contrôle non-destructif sur aube de turbine aéronautique.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Bégué *et al.*, 2013] Bégué, G., Fabre, G., Guipont, V., Jeandin, M., Bilhe, P., Guédou, J. et Lepoutre, F. (2013). Laser shock adhesion test (lasat) of eb-pvd tbcs : towards an industrial application. *Surface and Coatings Technology*, 237:305–312.

[Berthe *et al.*, 2011] Berthe, L., Arrigoni, M., Boustie, M., Cuq-Lelandais, J.-P., Broussillou, C., Fabre, G., Jeandin, M., Guipont, V. et Nivard, M. (2011). Sate-of-the-art laser adhesion test (lasat). *Nondestructive Testing and Evaluation.*

[Berthe *et al.*, 2004] Berthe, L., Bolis, C., Boustie, M., Arrigoni, M., Jeandin, M. et Barradas, S. (2004). Laser adhesion test : a tool for bond strength test using high pressure shock induced by laser. *Proceedings of the 23rd International Congress on Applications of Lasers and Electro-Optic.*

[Blochet, 2015] Blochet, Q. (2015). *Influence de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence de revêtements à base d'aluminium élaborés par projection dynamique par gaz froid (" cold spray").* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Bolis, 2004] Bolis, C. (2004). *Etude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multi-couches application au test d'adhérence par chocs laser.* Thèse de doctorat, Université de Poiters.

[Boustie *et al.*, 2002] Boustie, M., Auroux, E., Romain, J. et Jeandin, M. (2002). Effects of inside spallation of a coating on the debonding of its interface with a substrate subjected to a laser shock. *Journal of Physics : Condensed Matter*, 14(44):10839.

[Boustie *et al.*, 2007] Boustie, M., Cuq-Lelandais, J., Bolis, C., Berthe, L., Barradas, S., Arrigoni, M., De Resseguier, T. et Jeandin, M. (2007). Study of damage phenomena induced by edge effects into materials under laser driven shocks. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 40(22):7103.

[Caliez *et al.*, 2003] Caliez, M., Chaboche, J.-L., Feyel, F. et Kruch, S. (2003). Numerical simulation of ebpvd thermal barrier coatings spallation. *Acta Materialia*, 51(4):1133–1141.

[Camacho et Ortiz, 1996] Camacho, G. T. et Ortiz, M. (1996). Computational modelling of impact damage in brittle materials. *International Journal of solids and structures*, 33(20):2899–2938.

[Camanho et Dávila, 2002] Camanho, P. P. et Dávila, C. G. (2002). Mixed-mode decohesion finite elements for the simulation of delamination in composite materials.

[Cedelle *et al.*, 2006] Cedelle, J., Vardelle, M. et Fauchais, P. (2006). Influence of stainless steel substrate preheating on surface topography and on millimeter-and micrometer-sized splat formation. *Surface and Coatings Technology*, 201(3):1373–1382.

[Chaki *et al.*, 2011] Chaki, S., Marical, P., Panier, S., Bourse, G. et Mouftiez, A. (2011). Interfacial defects detection in plasma-sprayed ceramic coating components using two stimulated infrared thermography techniques. *Ndt and E International*, 44(6):519–522.

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

[Chiaruttini *et al.*, 2010] Chiaruttini, V., Feyel, F. et Chaboche, J. (2010). A robust meshing algorithm for complex 3d crack growth simulation. *In IV European Conference on Computational Mechanics*, pages 16–21.

[Chiaruttini *et al.*, 2011] Chiaruttini, V., Guilie, J., Feyel, F., Bonnet, M. et Le Tallec, P. (2011). Approches par maillage conforme en mécanique non-linéaire de la rupture : méthode g-theta et modèle de zone cohésive. *In 10e colloque national en calcul des structures, Giens, 9–13 mai 2011*, pages 8–p.

[Chiaruttini *et al.*, 2013] Chiaruttini, V., Riolo, V. et Feyel, F. (2013). Advanced remeshing techniques for complex 3d crack propagation. *In 13th International conference on fracture, 16–21 juin 2013, Beijing*, pages 9–p.

[Christensen *et al.*, 1996] Christensen, R., Lipkin, D. et Clarke, D. (1996). The stress and spalling behavior of the oxide scale formed on polycrystalline ni 3 al. *Acta materialia*, 44(9):3813–3821.

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

[Cotterell et Chen, 2000] Cotterell, B. et Chen, Z. (2000). Buckling and cracking of thin films on compliant substrates under compression. *International Journal of Fracture*, 104(2):169–179.

[Coupeau, 2008] Coupeau, C. (2008). From thin film and coating buckling structures to mechanical properties. *Materials Science and Engineering : A*, 483–484:617–619.

[Coupeau *et al.*, 2013] Coupeau, C., Parry, G., Colin, J., David, M.-L., Labanowski, J. et Grilhé, J. (2013). Kinetic evolution of blistering in hydrogen-implanted silicon. *Applied Physics Letters*, 103(3):031908.

[Cuq-Lelandais, 2010] Cuq-Lelandais, J.-P. (2010). *Eude du comportement dynamique de matériaux sous choc laser sub-picoseconde.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique.

[Darque-Ceretti et Felder, 2003] Darque-Ceretti, E. et Felder, E. (2003). Adhésion et adhérence.

[Demnati, 2011] Demnati, I. (2011). *Développement et caractérisation de revêtements bioactifs d'apatite obtenus par projection plasma à basse énergie : application aux implants biomédicaux.* Thèse de doctorat, INP Toulouse.

[Dundurs, 1969] Dundurs, D. (1969). Discussion : Edge-bonded dissimilar orthogonal elastic wedges under normal and shear loading. *Journal of Applied Mechanics*, 36:650–652.

[Ecault, 2013] Ecault, R. (2013). *Etude expérimentale et numérique du comportement dynamique de composites aéronautiques sous choc laser. Optimisation du test d'adhérence par ondes de choc sur les assemblages composites collés.* Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique, Poitiers.

[Evans *et al.*, 2001] Evans, A. G., Mumm, D., Hutchinson, J., Meier, G. et Pettit, F. (2001). Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings. *Progress in materials science*, 46(5):505–553.

[Fabbro *et al.*, 1990] Fabbro, R., Fournier, J., Ballard, P., Devaux, D. et Virmont, J. (1990). Physical study of laser-produced plasma in confined geometry. *Journal of applied physics*, 68(2):775–784.

[Fabre, 2013] Fabre, G. (2013). *Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermique EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Fabre *et al.*, 2012] Fabre, G., Jeandin, M., V.Guipont, F.Passilly, F.Lepoutre et J.Y.Guédou (2012). Assessment of interfacial crack in eb-pvd thermal barrier coating combining laser shock adhesion test (lasat) and photoluminescence piezospectroscopy. *8th International symposium on high temperature corrosion and protection of materials, Les Embiez, mai 2012.*

[Fabre *et al.*, 2011] Fabre, G., V.Guipont, Jeandin, M., Boustie, M., J.P.Cuq-Lelandais, L.Berthe, Pasquet, A. et J-Y.Guedou (2011). Laser shock adhesion test (lasat) of electron beam physical vapor deposited thermal barrier coatings (eb-pvd tbcs). *Advanced Materials Research*, 278:509–514.

[Fauchais *et al.*, 2004] Fauchais, P., Vardelle, A., Vardelle, M. et Fukumoto, M. (2004). Knowledge concerning splat formation : an invited review. *Journal of Thermal Spray Technology*, 13(3):337–360.

[Faulhaber *et al.*, 2006] Faulhaber, S., Mercer, C., Moon, M.-W., Hutchinson, J. W. et Evans, A. G. (2006). Buckling delamination in compressed multilayers on curved substrates with accompanying ridge cracks. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 54(5):1004–1028.

[Franke *et al.*, 2005] Franke, B., Sohn, Y., Chen, X., Price, J. et Mutasim, Z. (2005). Monitoring damage evolution in thermal barrier coatings with thermal wave imaging. *Surface and Coatings Technology*, 200(5):1292–1297.

[Frugier, 2015] Frugier, P. A. (2015). *Quantification 3D d'une surface dynamique par lumière structurée en impulsion nanoseconde. Application à la physique des chocs, du millimètre au décimètre.* Thèse de doctorat, Paris 11.

[Gadelmawla *et al.*, 2002] Gadelmawla, E., Koura, M., Maksoud, T., Elewa, I. et Soliman, H. (2002). Roughness parameters. *Journal of Materials Processing Technology*, 123(1):133–145.

[Gioia et Ortiz, 1997] Gioia, G. et Ortiz, M. (1997). Delamination of compressed thin films. *Adv. Appl. Mech*, 33:119–192.

[Guerain *et al.*, 2013] Guerain, M., Goudeau, P., Panicaud, B. et Grosseau-Poussard, J. (2013). Local stress determination in chromia-former thanks to micro-raman spectroscopy : A way to investigate spontaneous delamination processes. *Journal of Applied Physics*, 113(6):063502.

[Guerre, 2002] Guerre, C. (2002). *Etude des mecanismes d'endommagement d'un systeme barriere thermique depose sur un superalliage base nickel.* Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Guipont, 2013] Guipont, V. (2013). *Microstructures et interfaces céramique/métal obtenues par dépôt physique : vers une conception architecturée des systèmes revêtus multi-matériaux.* Habilitation à diriger des recherches, Université de Limoges.

[Guipont *et al.*, 2010] Guipont, V., Jeandin, M., Bansard, S., Khor, K., Nivard, M., Berthe, L., Cuq-Lelandais, J.-P. et Boustie, M. (2010). Bond strength determination of hydroxyapatite coatings on ti-6al-4v substrates using the laser shock adhesion test (lasat). *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 95A:1096–1104.

[Haddar, 2003] Haddar, N. (2003). *Fatigue thermique d'un acier inoxydable austénitique 304L : simulation de l'amorçage et de la croissance des fissures courtes en fatigue isotherme et anisotherme.* Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Hamade *et al.*, 2015] Hamade, S., Durinck, J., Parry, G., Coupeau, C., Cimetière, A., Grilhé, J. et Colin, J. (2015). Effect of plasticity and atmospheric pressure on the formation of donut-and croissantlike buckles. *Physical Review E*, 91(1):012410.

[Harvey *et al.*, 2008] Harvey, M., Courcier, C., Maurel, V. et Rémy, L. (2008). Oxide and tbc spallation in β-nial coated systems under mechanical loading. *Surface and Coatings Technology*, 203(5):432–436.

[Haynes, 2016] Haynes (2016). Haynes 188 alloy brochure. http://haynesintl.com/docs/default-source/pdfs/new-alloy-brochures/high-temperature-alloys/188-brochure.pdf?sfvrsn=10.

[Heilig et Igra, 2001] Heilig, W. et Igra, O. (2001). Shock waves in channels. *Handbook of shock waves*, 2:319–396.

[Herman, 1988] Herman, H. (1988). Les revêtements par projection plasma. *Pour la science*, 133:48–55.

[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.

[Huang *et al.*, 2005] Huang, Z., Suo, Z., Xu, G., He, J., Prevost, J. et Sukumar, N. (2005). Initiation and arrest of an interfacial crack in a four-point bend test. *Engineering Fracture Mechanics*, 72(17):2584–2601.

[Hutchinson *et al.*, 2000] Hutchinson, J. W., He, M. Y. et Evans, A. G. (2000). The influence of imperfections on the nucleation and propagation of buckling driven delaminations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(4):709–734.

[Hutchinson et Suo, 1992] Hutchinson, J. W. et Suo, Z. (1992). Mixed mode cracking in layered materials. *Advances in applied mechanics*, 29:63–191.

[Hutchinson *et al.*, 1992] Hutchinson, J. W., Thouless, M. D. et Liniger, E. G. (1992). Growth and configurational stability of circular, buckling-driven film delaminations. *Acta metallurgica et materialia*, 40(2):295–308.

[Ibrahim et Yigit, 2015] Ibrahim, A. H. et Yigit, A. S. (2015). Accuracy and computational efficiency of finite element models for low velocity impact on composite structures subject to progressive damage and delamination. *Journal of Computational and Nonlinear Dynamics*, 10(6):061009.

[Ichikawa *et al.*, 2007] Ichikawa, Y., Barradas, S., Borit, F., Guipont, V., Jeandin, M., Nivard, M., Berthe, L., Ogawa, K. et Shoji, T. (2007). Evaluation of adhesive strength of thermal-spraye hydroxyapatite coatings using the laser shock adhesion test (lasat). *Materials transactions*, 48(4):793–798.

[Ikeda *et al.*, 2006] Ikeda, R., Uchiyama, T., Cho, H., Ogawa, T. et Takemoto, M. (2006). An advanced method for measuring the residual stress of deposited film utilizing laser spallation technique. *Science and Technology of Advanced Materials*, 7(1):90–96.

[ISO, 1997] ISO (1997). Geometrical product specifications (gps)-surface texture : Profile method-terms, definitions and surface texture parameters. *ISO 4287*.

[ISO, 2008] ISO (2008). Nf e05-030-2pr spécification géométrique des produits (gps). états de surface : surfacique. partie 2 : Termes, définitions et paramètres d'états de surface. *ISO 25178-2*.

[Jensen *et al.*, 1990] Jensen, H. M., Hutchinson, J. W. et Kyung-Suk, K. (1990). Decohesion of a cut prestressed film on a substrate. *International Journal of Solids and Structures*, 26(9):1099–1114.

[Kármán, 1910] Kármán, v. T. (1910). *Festigkeitsprobleme im Maschinenbau, Encyclopädie der mathematischen Wissenschaften IV*. Teubner Verlag, Leipzig.

[Kinslow, 1970] Kinslow, R., éditeur (1970). *High-Velocity Impact Phenomena*. Academic Press.

[Kromer *et al.*, 2016] Kromer, R., Costil, S., Cormier, J., Berthe, L., Peyre, P. et Courapied, D. (2016). Laser patterning pretreatment before thermal spraying : A technique to adapt and control the surface topography to thermomechanical loading and materials. *Journal of Thermal Spray Technology*, 25(3):401–410.

[Kulkarni *et al.*, 2003] Kulkarni, A., Vaidya, A., Goland, A., Sampath, S. et Herman, H. (2003). Processing effects on porosity-property correlations in plasma sprayed yttria-stabilized zirconia coatings. *Materials Science and Engineering : A*, 359(1):100–111.

[Kyaw *et al.*, 2016] Kyaw, S. T., Jones, I. A. et Hyde, T. H. (2016). Simulation of failure of air plasma sprayed thermal barrier coating due to interfacial and bulk cracks using surface-based cohesive interaction and extended finite element method. *Journal of strain analysis for engineering design*, 51(2):132–143.

[Lee et Tai, 2003] Lee, H.-T. et Tai, T. Y. (2003). Relationship between edm parameters and surface crack formation. *Journal of Materials Processing Technology*, 142(3):676–683.

[Liu *et al.*, 2013] Liu, D., Seraffon, M., Flewitt, P., Simms, N., Nicholls, J. et Rickerby, D. (2013). Effect of substrate curvature on residual stresses and failure modes of an air plasma sprayed thermal barrier coating system. *Journal of the European Ceramic Society*, 33(15):3345–3357.

[Maldague, 2002] Maldague, X. P. (2002). Introduction to ndt by active infrared thermography. *Materials Evaluation*, 60(9):1060–1073.

[MatWeb, 2016] MatWeb (2016). Aisi type 304l stainless steel. http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=e2147b8f727343b0b0d51efe02a6127e.

[Maurel *et al.*, 2011a] Maurel, V., De Bodman, P. et Rémy, L. (2011a). Influence of substrate strain anisotropy in tbc system failure. *Surface and Coatings Technology*, 206(7):1634–1639.

[Maurel *et al.*, 2011b] Maurel, V., Harvey, M. et Rémy, L. (2011b). Aluminium oxide spallation on nial coating induced by compression. *Surface and Coatings Technology*, 205(10):3158–3166.

[Meier Jackson *et al.*, 2008] Meier Jackson, E., Yanar, N., Maris-Jakubowski, M., Onal-Hance, K., Meier, G. et Pettit, F. (2008). Effect of surface preparation on the durability of nicocraly coatings for oxidation protection and bond coats for thermal barrier coatings. *Materials and corrosion*, 59(6):494–500.

[Mellali, 1994] Mellali, M. (1994). *Influence de la rugosité et de la température de surface du substrat sur l'adhérence et les contraintes résiduelles au sein de dépôts d'alumine projetés par plasma.* Thèse de doctorat, Limoges.

[Miller, 1997] Miller, R. A. (1997). Thermal barrier coatings for aircraft engines : history and directions. *Journal of thermal spray technology*, 6(1):35–42.

[Missoum-Benziane *et al.*, 2011] Missoum-Benziane, D., Chiaruttini, V., Garaud, J.-D., Feyel, F., Foerch, R., Osipov, N., Quilici, S., Rannou, J., Roos, A. et Ryckelynck, D. (2011). Z-set/zebulon : une suite logicielle pour la mécanique des matériaux et le calcul de structures. *In 10e colloque national en calcul des structures, Giens, 9–13 mai 2011*, pages 8–p.

[Molinari *et al.*, 2007] Molinari, J.-F., Gazonas, G., Raghupathy, R., Rusinek, A. et Zhou, F. (2007). The cohesive element approach to dynamic fragmentation : the question of energy convergence. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 69(3):484–503.

[Moon *et al.*, 2002a] Moon, M.-W., Chung, J.-W., Lee, K.-R., Oh, K., Wang, R. et Evans, A. (2002a). An experimental study of the influence of imperfections on the buckling of compressed thin films. *Acta Materialia*, 50(5):1219–1227.

[Moon *et al.*, 2002b] Moon, M.-W., Jensen, H. M., Hutchinson, J. W., Oh, K. H. et Evans, A. (2002b). The characterization of telephone cord buckling of compressed thin films on substrates. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(11):2355–2377.

[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.

[Newaz et Chen, 2005] Newaz, G. et Chen, X. (2005). Progressive damage assessment in thermal barrier coatings using thermal wave imaging technique. *Surface and Coatings Technology*, 190(1):7–14.

[Orteu, 2009] Orteu, J.-J. (2009). 3-d computer vision in experimental mechanics. *Optics and Lasers in Engineering*, 47(3):282–291.

[Otin, 2007] Otin, S. (2007). *Lois d'endommagement incrémentales isotrope/anisotropes pour applications thermomécaniques complexes.* Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan-ENS Cachan.

[Patru, 2005] Patru, J. (2005). *Modélisation du développement des contraintes résiduelles au sein de dépôts plasma de zircone et d'acier.* Thèse de doctorat, Université de Limoges.

[Pech et Hannoyer, 2000] Pech, J. et Hannoyer, B. (2000). Influence of oxide layer promoted by dc plasma preheating on the adhesion coating and role of the initial surface pretreatment. *Surface and interface analysis*, 30(1):585–588.

[Pons, 2016] Pons, E. (2016). *Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives.* Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes.

[Postolenko, 2008] Postolenko, V. (2008). *Failure mechanisms of thermal barrier coatings for high temperature gas turbine components under cyclic thermal loading.* Thèse de doctorat, Universitätsbibliothek Aachen.

[Rakotomalala, 2014] Rakotomalala, N. (2014). *Modélisation numérique de l'écaillage des barrières thermiques avec couplage thermo-mécanique.* Thèse de doctorat, Ecole des mines de Paris.

[Réthoré *et al.*, 2008] Réthoré, J., Hild, F. et Roux, S. (2008). Extended digital image correlation with crack shape optimization. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 73(2):248–272.

[Ruffini, 2013] Ruffini, A. (2013). *Influence de la plasticité sur le délaminage et le flambage de films minces déposés sur substrats.* Thèse de doctorat, Université de Poitiers.

[Ruffini *et al.*, 2013] Ruffini, A., Durinck, J., Colin, J., Coupeau, C. et Grilhé, J. (2013). Interface step-induced thin-film delamination and buckling. *Acta Materialia*, 61(12):4429–4438.

[Sapardanis *et al.*, 2016] Sapardanis, H., Maurel, V., Köster, A., Duvinage, S., Borit, F. et Guipont, V. (2016). Influence of macroscopic shear loading on the growth of an interfacial crack initiated from a ceramic blister processed by laser shock. *Surface and Coatings Technology*, 291:430–443.

[Seisson *et al.*, 2016] Seisson, G., Prudhomme, G., Frugier, P.-A., Hébert, D., Lescoute, E., Sollier, A., Videau, L., Mercier, P., Boustie, M. et Berthe, L. (2016). Dynamic fragmentation of graphite under laser-driven shocks : identification of four damage regimes. *International Journal of Impact Engineering*, 91:68–79.

[Sezer *et al.*, 2006] Sezer, H., Li, L., Wu, Z., Anderson, B. et Williams, P. (2006). Non-destructive microwave evaluation of tbc delamination induced by acute angle laser drilling. *Measurement Science and Technology*, 18(1):167–175.

[Siegmann et Brown, 1999] Siegmann, S. et Brown, C. (1999). Surface texture correlations with tensile adhesive strength of thermally sprayed coatings using area-scale fractal analysis. *In Proc. 2nd United Thermal Spray Conference, Dusseldorf*, pages 355–360.

[Simulia, 2014] Simulia, D. S. (2014). Abaqus analysis user's guide. http://50.16.225.63/v6.14/books/usb/default.htm.

[Soulignac, 2014] Soulignac, R. (2014). *Prévision de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Soulignac *et al.*, 2013] Soulignac, R., Maurel, V., Rémy, L. et Köster, A. (2013). Cohesive zone modelling of thermal barrier coatings interfacial properties based on three-dimensional observations and mechanical testing. *Surface and Coatings Technology*, 237:95–104.

[Strand et Whitworth, 2007] Strand, O. T. et Whitworth, T. L. (2007). Using the heterodyne method to measure velocities on shock physics experiments. *In AIP Conference proceedings 955, Hawaii, 24–29 juin 2007*, pages 1143–1146.

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

[Théry *et al.*, 2009] Théry, 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(7):1726–1733.

[Thouless, 1993] Thouless, M. (1993). Combined buckling and cracking of films. *Journal of the American Ceramic Society*, 76(11):2936–2938.

[Tolpygo et Clarke, 1998] Tolpygo, V. K. et Clarke, D. R. (1998). Wrinkling of α-alumina films grown by thermal oxidation—i. quantitative studies on single crystals of fe–cr–al alloy. *Acta Materialia*, 46(14):5153–5166.

[Toshio et Parks, 1992] Toshio, N. et Parks, D. M. (1992). Determination of elastic t-stress along three-dimensional crack fronts using an interaction integral. *International Journal of Solids and Structures*, 29(13):1597–1611.

[Tvergaard, 1990] Tvergaard, V. (1990). Effect of fibre debonding in a whisker-reinforced metal. *Materials science and engineering : A*, 125(2):203–213.

[Tvergaard et Hutchinson, 2008] Tvergaard, V. et Hutchinson, J. W. (2008). Mode iii effects on interface delamination. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56(1):215–229.

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

[Valette *et al.*, 2008] Valette, S., Denoirjean, A. et Lefort, P. (2008). Plasma sprayed steel : Adhesion of an alumina film via a wüstite interlayer. *Surfance and Coating Technology*, 202:2603–2611.

[Van den Bosch *et al.*, 2006] Van den Bosch, M., Schreurs, P. et Geers, M. (2006). An improved description of the exponential xu and needleman cohesive zone law for mixed-mode decohesion. *Engineering Fracture Mechanics*, 73(9):1220–1234.

[Vert, 2011] Vert, R. (2011). *Elaboration par projection plasma d'un revêtement céramique sur un substrat métallique mince et de faible rugosité : usage d'une sous-couche d'adhérence nanostructuré.* Thèse de doctorat, Limoges.

[Wang et Evans, 1998] Wang, J.-S. et Evans, A. G. (1998). Measurement and analysis of buckling and buckle propagation in compressed oxide layers on superalloy substrates. *Acta Materialia*, 46(14): 4993–5005.

[Wehbe, 2010] Wehbe, T. (2010). *Étude des vibrations de pièce mince durant l'usinage par stéréo corrélation d'images*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse-INPT.

[Wei et Hutchinson, 1997] Wei, Y. et Hutchinson, J. W. (1997). Nonlinear delamination mechanics for thin films. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 45(7):1137–1159.

[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.

[Xu et Needleman, 1993] Xu, X.-P. et Needleman, A. (1993). Void nucleation by inclusion debonding in a crystal matrix. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 1(2):111–132.

[Yildirim *et al.*, 2015] Yildirim, B., Fukanuma, H., Ando, T., Gouldstone, A. et Müftü, S. (2015). A numerical investigation into cold spray bonding processes. *Journal of Tribology*, 137(1):011102.

[Yoshimura *et al.*, 2011] Yoshimura, A., Okabe, T., Yamada, M., Ogasawara, T. et Tanabe, Y. (2011). Damage simulation of cfrp laminates under high velocity projectile impact. *In Proceeding of The 18 th International Conference on Composite Materials*.

[Zhao *et al.*, 2010] Zhao, P., Sun, C., Zhu, X., Shang, F. et Li, C. (2010). Fracture toughness measurements of plasma-sprayed thermal barrier coatings using a modified four-point bending method. *Surface and Coatings Technology*, 204(24):4066–4074.

[Zhao *et al.*, 2012] Zhao, Y., Shinmi, A., Zhao, X., Withers, P., Van Boxel, S., Markocsan, N., Nylen, P. et Xiao, P. (2012). Investigation of interfacial properties of atmospheric plasma sprayed thermal barrier coatings with four-point bending and computed tomography technique. *Surface and Coatings Technology*, 206(23):4922–4929.

[Zset, 2016] Zset (2016). Non-linear material & structure analysis suite. http://www.zset-software.com/.

Résumé

Les travaux présentés dans ce manuscrit visent à étudier la propagation d'un défaut interfacial de géométrie connue soumis à un cisaillement macroscopique à partir d'une méthodologie expérimentale développée durant la thèse qui consiste à *i)* élaborer un système revêtu céramique/métal dont la morphologie d'interface est contrôlée, *ii)* introduire un défaut d'interface par la technique de choc laser, *iii)* soumettre le système revêtu pré-fissuré à un cisaillement macroscopique grâce à une machine de fatigue biaxiale coplanaire et *iv)* mesurer *in situ* l'évolution de ce défaut. Le système revêtu subit donc une sollicitation dynamique par la technique de choc laser et quasi-statique par les essais biaxiaux. La morphologie d'interface, paramètre influant sur la fissuration, est également étudiée. Un dépôt d'alumine pure est directement projeté par plasma sur un substrat métallique, un superalliage base cobalt Haynes 188 et un acier inoxydable 304L, sans sous-couche.

Un premier travail d'analyse du défaut introduit par choc laser en fonction des paramètres laser et de la morphologie d'interface a tout d'abord été réalisé. Le défaut d'interface résultant se caractérise par une zone délaminée circulaire de quelques millimètres de diamètre et d'une cloque formée par la couche de céramique de quelques dizaines de micromètres de hauteur. Ces dimensions caractéristiques ont été mesurées à partir de techniques d'observation non destructives : profilométrie 3D, observation optique et thermographie infrarouge. La fissuration par choc laser a été étudiée par éléments finis grâce à un modèle de type contact cohésif pour l'interface.

La propagation du défaut soumis à un cisaillement macroscopique a été caractérisée expérimentalement grâce aux observations optiques et à la technique de stéréo-corrélation d'images. L'analyse par élément finis du problème a permis d'accéder aux modes de sollicitation le long du front de fissure et de donner une première explication quant aux formes délaminées obtenues expérimentalement. Cette analyse s'appuie sur un modèle de zone cohésive dont les conditions aux limites imposées sont déterminées à l'aide des mesures de déplacement obtenues par corrélation d'images. En particulier, il a été mis en évidence que l'ouverture du front de fissure (mode I), induit par le flambage de la couche et par le chargement macroscopique, favorise la propagation du délaminage qui reste pilotée essentiellement par le cisaillement local (mode II et III). L'influence du cisaillement macroscopique dans le plan de la couche déposée sur la propagation du délaminage interfacial a ensuite été étudiée à partir de trois cas de chargement. Une analyse par éléments finis basée sur la mécanique linéaire de la rupture dans un matériau homogène a permis de déterminer l'influence du cisaillement macroscopique sur le chargement local le long du front de fissure.

Mots Clés

Revêtement céramique, Délaminage, Flambage, Cisaillement Macroscopique, LASAT, Zone Cohésive, Observation *in situ*.

Abstract

The work presented in this manuscript aims to investigate the growth of an interfacial flaw, whose geometry is known, under macroscopic shear loading. An experimental methodology is thus developed in which *i)* a ceramic/metal coated system with controlled interface roughness is processed, *ii)* an interfacial flaw is introduced using the laser shock technique, *iii)* a macroscopic shear loading is applied on the coated system using a biaxial in-plane testing device and *iv)* interfacial crack growth and buckling are measured *in situ*. Hence, both dynamic and quasi-static loadings are applied on the coated system by respectively the laser shock technique and biaxial testing. The interface roughness, which affects the crack growth, is also considered in the study. A pure alumina coating is deposited by air plasma spraying on a metallic substrate, polycrystalline cobalt base superalloy Haynes 188 and stainless steel 304L substrates, with no bond coat.

First, the flaw resulting from the propagation of a laser shock wave has been analyzed according to the laser parameters and the interface roughness. An interfacial flaw is characterized by a circular delamination with a diameter of a few millimeters and a circular blister with a height of a few tens of micrometers. These characteristic dimensions have been measured thanks to non destructive techniques : 3D profilometry and image analysis based on optical observations and infrared thermography. A finite element analysis has been carried out to investigate the crack behavior under laser shock wave propagation using a cohesive contact to account for the interface behavior.

The interfacial flaw growth under macroscopic shear loading has been characterized with optical observations and the digital image stereo-correlation technique. The related finite element analysis enabled to identify the local loading along the crack front and gave a first explanation about the shapes of the delaminated area observed experimentally. This analysis relies on a cohesive zone model whose applied boundary conditions are established from the displacements measured by digital image correlation technique. By this way, the delamination growth was revealed to be mostly driven by local shear (mode II and III) and the crack opening (mode I), induced by the buckling of the deposited layer and the macroscopic shear, makes the delamination growth easier. Finally, the influence of the macroscopic shear loading on the interfacial delamination has been studied from three different macroscopic shear loadings. The finite element analysis based on linear elastic fracture mechanics in a homogenous material has allowed to study the influence of the macroscopic shear loading on the local loading along the crack front.

Keywords

Ceramic coating, Delamination, Buckling, LASAT, Macroscopic Shear, Cohesive Zone, *In situ* Observation.