HAL
open science

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

Geoffrey Bégué

To cite this version:

Geoffrey Bégué. 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. Matériaux. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015. Français. NNT : 2015ENMP0093 . tel-03081137

HAL Id: tel-03081137

https://pastel.hal.science/tel-03081137

Submitted on 18 Dec 2020

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

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

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

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité « Sciences et génie des matériaux »

présentée et soutenue publiquement par

Geoffrey BÉGUÉ

le 15 décembre 2015

Thèse confidentielle
(Date de fin : 15/12/2020)

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

Directeur de thèse : **Vincent GUIPONT**

Jury

M. Christophe COUPEAU, Professeur, Institut P', Université de Poitiers	Président du Jury
M. Daniel MONCEAU, Directeur de Recherche CNRS, CIRIMAT, ENSIACET	Rapporteur
M. Pascal FORQUIN, Professeur, 3SR, Université Joseph Fourier	Rapporteur
M. Michel ARRIGONI, Maître de Conférences, LBMS, ENSTA Bretagne	Examinateur
M. Pascal BILHÉ, Ingénieur, SNECMA - Groupe SAFRAN	Examinateur
M. Vincent GUIPONT, Ingénieur de Recherche ARMINES, CDM - Mines ParisTech	Examinateur

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux UMR CNRS 7633
63-65 rue Henri-Auguste Desbruères CORBEIL-ESSONES

Remerciements

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont été réalisés au sein de l'équipe Surface Interfaces Procédés du Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines, en collaboration avec la division Matériaux et Procédés de la Snecma.

Mes remerciements vont tout d'abord vers les membres du jury et pour le grand intérêt qu'ils ont porté à ces travaux. Merci à Daniel Monceau et Pascal Forquin d'avoir accepté la tâche de rapporteur. Merci au Président du Jury Christophe Coupeau ainsi qu'à Michel Arrigoni et François Lepoutre. Je remercie également Vincent Maurel pour ses conseils et sa bonne humeur. Un grand merci à Pascal Bilhe qui a encadré cette thèse du côté industriel et qui a fortement contribué à permettre que ce manuscrit possède un sixième chapitre. Avec une pensée pour ces discussions sans fin de manips en dehors des créneaux conventionnels.

Je remercie Nicole pour tous ses conseils, son sourire et sa disponibilité notamment quand le besoin urgent d'une observation MEB se faisait sentir, Maria et Brigitte pour leurs recommandations, René, Georges, Christophe et tout l'atelier, Sylvain, Steve, Matthieu, Cédric et Romain pour leur aide dans la conception, le montage et l'instrumentation du four de cyclage thermique.

Merci à Annie et sa prévoyance qui ont permis d'obtenir suffisamment d'échantillons pour cette thèse, Sarah et André pour leur expertise sur les systèmes BT, Antoine et Jérôme à qui j'ai confié mes bébés pour le cyclage aux temps les plus longs. Merci à Françoise Passilly, François Lepoutre et à l'ensemble de l'équipe DMSE de l'ONERA qui ont permis l'utilisation de leur équipement de piezospectroscopie.

Au sein du labo je remercie vivement Michel et François qui m'ont accueilli dans l'équipe. Merci aux collègues C2P, Damien, Laure-Line, Caro, Francesco, Quentin, Hélène et Vincent pour les petites réunions, les échanges et les conseils, mais surtout pour votre bonne humeur !

Mes pensées vont bien évidemment vers mon placard, le bureau que tout le monde cherche et que personne ne trouve : Raphaël vieille branche que l'on cherche encore et toujours à déraciner, Nicolas, Selim, Anne-Laure, Guangjin, Amal et Sam qui auront été d'excellents collègues ces 3 années. Et surtout : « ne vous inquiétez pas, on vous trouvera un vrai bureau d'ici peu », dixit M. André P.

Un petit appel du pied à mes coéquipiers des mercredis midi : Franck le lionceau, Romain, Georges le roi lion, Fred, David, Juan Manuel dit « tic-tic », Greg, Julian, Guillaume, Mamade, Yassine, Wassim, Victor, Mouhcine, Hicham, Mohamed, Vladislav, Abderrahim, Régis, Sabesan, Fabien, Valentin, Masa et tous ceux avec qui on a pu passer un bon moment sur le pré vert, sous la chaleur, le froid, la neige ou les pluies diluviennes !

Un laboratoire c'est comme une fourmilière avec ses ouvrières, ses soldats, ses nymphes et sa reine, un ensemble complexe dans lequel chacun possède une fonction primordiale nécessaire pour la réalisation d'un tout. Donc dans le désordre, Adrien, Manue, Juju, Harry, Micka, Arina, Nikolay, les Victor, Aurélien, David, Rim, Mona, Nada, Emma, Anne, Karine, Gérard, Konaly, Zak, Greg, Olivier, Filipe et tous les autres !

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Je remercie enfin mon directeur de thèse Vincent Guipont qui a permis la réalisation de cette thèse. Merci pour sa confiance, son écoute, sa rigueur et sa disponibilité tout au long de ces années de thèse et de rédaction. Merci pour ces bons moments ! Une dernière pensée pour tous mes amis et proches. Bonne lecture à vous.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction générale

Les pièces les plus chaudes des turbomachines, en particulier les aubes de turbines sont soumises à des températures particulièrement élevées (de l'ordre de 1600°C pour les gaz à l'entrée de la turbine). Très souvent refroidies à l'aide de l'air « froid » prélevé au niveau du compresseur, la présence d'un isolant thermique en surface de la pièce est néanmoins nécessaire. Les systèmes Barrière Thermique (BT) utilisés sur ces pièces permettent de diminuer la température en fonctionnement d'environ 100°C, grâce à la faible conductivité thermique (1,5 $W.m^{-1}.K^{-1}$) de la céramique poreuse déposée sur le superalliage par EB-PVD (Electron Beam - Physical Vapour Deposition).

La durée de vie de ces systèmes en conditions réelles est dépendante en grande partie de la bonne adhérence de la couche céramique sur le substrat. Actuellement il n'existe aucune méthode qui permette de mesurer l'adhérence de la zircone de manière non destructive sur une pièce de forme.

L'essai d'adhérence par choc laser LASAT* (Laser Shock Adhesion Test) présente un intérêt certain de par sa flexibilité, sa rapidité et sa simplicité de mise en œuvre. Il s'agit de focaliser un faisceau laser de forte énergie sur une faible surface de l'échantillon pendant un temps très court. L'extrême surface du matériau soumis à ce flux va alors être transformée jusqu'à former un plasma, dont la soudaine expansion va produire une onde de choc qui se propage au sein du matériau. Dans le cas d'un système multicouche, la propagation de l'onde de choc, ses réflexions et croisements au sein du matériau et des interfaces peuvent solliciter l'interface en traction, entrainer la décohésion du dépôt et permettre ainsi d'évaluer l'adhérence du revêtement sur le substrat en fonction de la contrainte appliquée.

Les études passées et en particulier la thèse CIFRE de Grégory Fabre ont permis de mesurer le seuil d'adhérence de la céramique en utilisant la propagation d'ondes de choc initiées par choc laser (essai LASAT) grâce à l'établissement de courbes LASAT-2D. Lors de cette thèse, les essais étaient menés en focalisant le laser sur la face opposée au revêtement. Ces tirs ont permis de mettre en évidence la formation d'une tache blanche circulaire visible sur le dessus de la céramique et qui correspond à une fissure localisée à l'interface entre le substrat et le revêtement. Des essais préliminaires concluants avaient été réalisés en choquant directement la face revêtue par l'intermédiaire d'un milieu ablateur, ce qui a permis d'effectuer des tirs directement sur pièces. On pouvait dès lors envisager un essai de contrôle de l'adhérence par choc laser en sortie de gamme, non plus sur un échantillon témoin, mais potentiellement sur chaque pièce industrielle revêtue. C'est dans ce contexte que l'industriel SNECMA a cherché à approfondir la compréhension de l'essai LASAT sur systèmes revêtus barrière thermique. Ces travaux sont réalisés dans le cadre d'une thèse CIFRE en vue d'appliquer l'essai LASAT comme contrôle non destructif en sortie de production.

La présente thèse a ainsi comme objectif le développement d'un contrôle non destructif sur pièce revêtue. On souhaiterait pouvoir identifier rapidement une pièce ou un lot de pièces présentant une adhérence de la céramique anormalement faible. Il s'agit donc de mettre en œuvre les moyens permettant de mesurer l'adhérence de la céramique déposée sur aube mobile, et de manière reproductible, sans altérer l'intégrité

* LASAT : logo et marque déposés

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

du système et sa durée de vie. Les moyens de contrôle de l'état de l'interface devront permettre de déterminer un critère d'acceptabilité de la pièce. Le choix de la méthode de détection de défauts est primordial. Les fissures devront pouvoir être observées de manière non destructive quelles que soient leurs dimensions, avec la plus grande précision possible. L'essai LASAT sera couplé au cyclage thermique (maintient à 1100°C pendant une heure suivi d'un refroidissement rapide jusqu'à moins de 100°C) afin d'étudier l'évolution de l'adhérence sur un système vieilli. Le cyclage sera également utilisé en tant que moyen de contrôle de l'innocuité de l'essai quant à la durée de vie à l'écaillage du revêtement.

L'étude sera réalisée tout d'abord sur des échantillons témoins représentatifs du système, avant de poursuivre sur des pièces industrielles. La méthodologie utilisée sur les pièces industrielles restera dans la mesure du possible identique à celle utilisée sur échantillons.

L'état de l'art sera présenté dans le CHAPITRE I. Il présentera les éléments bibliographiques pertinents quant au contexte de l'étude. Les techniques et protocoles expérimentaux, ainsi que les matériaux de l'étude seront présentés en détail dans le CHAPITRE II. Un soin particulier sera apporté à la caractérisation fine des échantillons de l'étude, tant au niveau du substrat que du revêtement.

Afin de transférer le test d'adhérence LASAT sur aube mobile Haute Pression (HP) dont seul le revêtement peut être atteint par le faisceau laser, l'étude développe la technique originale du choc côté revêtement. Le CHAPITRE III est consacré à l'étude et la compréhension de l'essai LASAT dans cette configuration. La sensibilité à l'eau de la zircone partiellement yttriée, ainsi que les propriétés optiques de cette même céramique nécessitent l'utilisation d'un nouveau milieu de choc : un adhésif absorbant de couleur noire revêtu d'un adhésif transparent de confinement sont appliqués sur la zone destinée à être choquée. La reproductibilité de l'essai sera discutée. Plusieurs échantillons seront discriminés par LASAT.

Après calibration des ondes de choc introduites dans le matériau suite au choc, la propagation des ondes dans cette configuration originale de choc sera simulée à l'aide du logiciel Abaqus / Explicit. La modélisation permettra notamment de calculer les contraintes dynamiques en traction responsables de la décohésion à l'interface, ainsi que de retrouver les diamètres de fissure crées.

A la suite de cette partie relative à la maitrise et au contrôle de l'ensemble des paramètres expérimentaux, un deuxième axe concernant la détection de fissures est développé dans le CHAPITRE IV. L'utilisation du test LASAT comme outil de diagnostic de l'adhérence d'une barrière thermique demande un critère simple et rapide permettant d'accepter ou non une pièce. De manière générale la présence d'une fissure peut être détectée à l'œil nu. Afin de s'assurer de la pertinence de cette détection « humaine » différentes méthodes permettant de déceler sans faute la présence de fissures sont étudiées. Plusieurs protocoles sont utilisés afin de confirmer l'innocuité du test LASAT dans le cas où aucune fissure n'a été créée. Le couplage de ces essais avec la piézo-spectroscopie à décharge luminescente nous renseigne sur les contraintes présentes au sein de la couche d'alumine, mais aussi sur l'innocuité de l'essai quant à la durée de vie des pièces. La grande sensibilité de cette technique permet également d'évaluer la taille critique d'un défaut. Le caractère non destructif de l'essai pourra ainsi être validé.

Le CHAPITRE V s'intéresse à la mesure par LASAT de l'évolution de l'adhérence de la BT au cours du cyclage thermique. Le tracé des courbes LASAT-2D permet ainsi de mettre en évidence la diminution de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

l’adhérence d’un échantillon au cours du temps. Ces courbes peuvent également être utilisées en tant qu’indicateur de l’état d’adhérence entre deux échantillons équivalents que l’on souhaiterait comparer.

L’ensemble de ces éléments vise à pouvoir disposer d’un essai industriel fiable capable de déterminer l’adhérence des barrières thermiques déposées sur aubes de turbine. La dernière partie présentera donc un protocole de contrôle non destructif sur pièces industrielles. Les essais LASAT sur aubes, ainsi que leur éventuelle nocivité sur la tenue à chaud seront présentés dans le CHAPITRE VI, en vue d’une industrialisation prochaine du procédé.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Table des matières

Remerciements 3
Introduction générale 5
CHAPITRE I Eléments bibliographiques 15
Introduction 18
I.1 Systèmes barrière thermique 19
I.1.1 Contexte 19
I.1.2 Matériaux 19
I.1.2.1 Superalliage 20
I.1.2.2 Sous-couche d'adhésion 21
I.1.2.3 Oxyde protecteur 21
I.1.2.4 Revêtement céramique 22
I.1.3 Endommagements et phénomènes de vieillissement 25
I.1.3.1 Phénomènes extrinsèques 25
I.1.3.2 Phénomènes intrinsèques 26
I.2 Essais d'adhérence 29
I.2.1 Généralités 30
I.2.2 L'essai LASAT 31
I.2.2.1 Interaction laser-matière 32
I.2.2.2 Propagation d'onde de choc 39
I.2.2.3 Détermination de l'adhérence par LASAT 42
I.2.2.4 Choc en face avant (côté revêtement) 51
I.3 Détection et dimensionnement de fissures interfaciales 52
I.3.1 En optique 53
I.3.2 En infrarouge 56
I.3.3 En profilométrie 57
I.3.4 En piezospectroscopie 59
I.3.5 Diagnostic de l'interface en temps réel 61
I.3.5.1 Interférométrie Doppler VISAR 62
I.3.5.2 Capteur électromagnétique acoustique 62
Conclusion 63
CHAPITRE II Matériaux et techniques expérimentales 65

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction 67
II.1 Matériaux de l'étude 67
II.1.1 Elaboration du système barrière thermique 67
II.1.2 Plaques 74
II.1.2.1 Type de microstructure colonnaire de la zircone 74
II.1.2.2 Détermination de l'orientation cristalline des échantillons 75
II.1.3 Aubes de turbines 77
II.2 Protocole expérimental 79
II.2.1 Essai LASAT-2D en face avant 79
II.2.1.1 Equipement LASAT 79
II.2.1.2 Configurations de tir et milieux de choc 80
II.2.1.3 Méthode de récupération d'écaille 81
II.2.2 Four de cyclage thermique 83
II.3 Détection de fissures créées par LASAT 84
II.3.1 Observations métallographiques destructives 85
II.3.2 Observations non destructives 85
II.3.2.1 Observation en optique 85
II.3.2.2 Mesure des bombés par profilométrie 86
II.3.2.3 Thermographie infrarouge 87
II.3.2.4 Piezospectroscopie 88
Conclusion 88
CHAPITRE III Etude de l'essai d'adhérence LASAT-2D en face avant appliqué aux barrières thermiques EB-PVD 89
Introduction 92
III.1 Détection et mesure de décohésions interfaciales par choc laser en face avant 94
III.1.1 Relation entre diamètre de fissures et diamètre de taches blanches 94
III.1.2 Autres techniques non destructives pour la mesure de fissure interfaciale 101
III.1.2.1 Profilométrie optique 101
III.1.2.2 Capteur d'image infrarouge 103
III.1.2.3 Piezospectroscopie de photoluminescence des ions Cr3+ 104
III.1.3 Courbes LASAT-2D en vue de la mesure d'adhérence 110
III.2 Mise-en-oeuvre de l'essai d'adhérence LASAT-2D en face avant 113
III.2.1 Reproductibilité de l'essai LASAT 114

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.2.1.1 En face arrière 114
III.2.1.2 En face avant 116
III.2.2 Influence du milieu de choc sur la tache blanche 117
III.2.2.1 Influence du milieu d'ablation 118
III.2.2.2 Influence du milieu de confinement 123
III.2.2.3 Conclusion 129
III.2.3 Influence de l'épaisseur de substrat 129
III.3 Comparaison des configurations de choc « face avant » et « face arrière » 133
III.3.1 Courbes LASAT-2D 133
III.3.2 Faciès des fissures interfaciales 135
III.3.3 Modifications de l'adhésif noir après ablation 136
III.3.4 Cas d'un échantillon sensible à la fissuration intra-colonnaire 137
III.4 Modèle numérique de propagation d'onde et courbes LASAT-2D 141
III.4.1 Modèle numérique par éléments finis 142
III.4.1.1 Paramètres du modèle 142
III.4.1.2 Application au système barrière thermique 144
III.4.2 Etude de la propagation des ondes en configuration face avant et établissement des courbes LASAT-2D simulées 146
III.4.3 Détermination de l'adhérence par LASAT-2D en face avant 151
Conclusion 154
CHAPITRE IV Etude de l'innocuité d'un choc laser en face avant en vue d'un essai LASAT non destructif 157
Introduction 160
IV.1 Etude de l'innocuité d'une zone non fissurée par LASAT 162
IV.1.1 Détection d'une fissure de diamètre <1mm 162
IV.1.1.1 Observation visuelle 163
IV.1.1.2 Imagerie par scanner optique 163
IV.1.1.3 Imagerie infrarouge 166
IV.1.1.4 Photoluminescence des ions Cr3+ 168
IV.1.1.5 Conclusion 171
IV.1.2 Choix de conditions laser pour un essai sous seuil 172
IV.1.3 Vérification par auto-contrôle LASAT de l'innocuité d'un choc laser sous seuil 173
IV.1.3.1 Cas d'un choc laser à 0,15 GW/cm2 sous seuil 174
IV.1.3.2 Cas d'un choc laser avec abattement de 0,1 GW/cm2 sous seuil 175

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.1.4 Vérification de l'innocuité par cyclage thermique 176
IV.1.4.1 Innocuité par cyclage thermique de zones choquées sous seuil (état brut) 176
IV.1.4.2 Innocuité par cyclage thermique de zones choquées sous seuil (état vieilli) 183
IV.1.4.3 Conclusion 184
IV.2 Etude de la nocivité d'une zone fissurée par LASAT 184
IV.2.1 Caractéristiques de zones fissurées à l'état initial 185
IV.2.2 Caractéristiques de zones fissurées en cours de cyclage à 1100°C 188
IV.2.2.1 Mesure de la hauteur de bombés en fonction du nombre de cycle 189
IV.2.2.2 Mesure du diamètre de fissure en fonction du nombre de cycle 189
IV.2.2.3 Discussion 190
IV.2.3 Caractéristiques de l'interface et du dépôt dans une zone pré-fissurée et après 500 cycles à 1100°C 191
IV.2.3.1 Morphologie 191
IV.2.3.2 Influence sur la durée de vie en cyclage thermique 193
IV.2.3.3 Conclusion 195
Conclusion 197
CHAPITRE V Mesure de l'adhérence par LASAT-2D en face avant et évolution au cours du cyclage thermique 199
Introduction 201
V.1 Comparaison de l'adhérence de barrières thermiques EB-PVD à l'état brut 203
V.1.1 Plaques revêtues issues d'un même lot analysées par LASAT face avant 203
V.1.2 Plaques et pions revêtus issus de lots actuel et ancien analysés par LASAT face arrière. 206
V.1.3 Conclusions 207
V.2 Suivi de l'adhérence au cours du cyclage thermique jusque 500 cycles 208
V.2.1 A partir de courbes LASAT-2D sur 3 plaques initialement différentes 209
V.2.1.1 Evolution qualitative des adhérences jusque 500 cycles 209
V.2.1.1 Evolution quantitative des adhérences jusque 500 cycles 212
V.2.1.2 Comparaison des adhérences après 250 cycles 215
V.2.2 A partir d'un essai LASAT mono-tir 217
V.2.3 Etude des interfaces et des microstructures 224
Conclusion 231
CHAPITRE VI Essais d'adhérence par LASAT sur aubes de turbine industrielles : approches destructive et non destructive 233
Introduction 235

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.1 Mise en place d'une procédure d'essai LASAT sur aube HP 237
VI.1.1 Géométries des aubes HP et choix des zones à analyser 237
VI.1.2 Conditions d'essai LASAT et échantillonnage d'aubes revêtues 242
VI.1.2.1 En mode destructif 242
VI.1.2.2 En mode non destructif 242
VI.1.3 Détection et mesures des taches blanches sur aube 243
VI.2 Analyse comparative de l'adhérence mesurée sur aubes 244
VI.2.1 Sur aubes de type A 244
VI.2.2 Sur aubes de type B 249
VI.2.3 Conclusion 251
VI.3 Innocuité/nocivité de l'essai LASAT sur aube en relation avec la tenue au cyclage thermique 251
VI.3.1 Sur aubes de type A (Max. 500 cycles) 252
VI.3.2 Sur aubes de type B (Max. > 1000 cycles) 255
Conclusion 258
Conclusion générale 261
Bibliographie 265

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CHAPITRE I Eléments bibliographiques

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Sommaire

CHAPITRE I Eléments bibliographiques 15
Introduction 18
I.1 Systèmes barrière thermique 19
I.1.1 Contexte 19
I.1.2 Matériaux 19
I.1.2.1 Superalliage 20
I.1.2.2 Sous-couche d'adhésion 21
I.1.2.3 Oxyde protecteur 21
I.1.2.4 Revêtement céramique 22
I.1.3 Endommagements et phénomènes de vieillissement 25
I.1.3.1 Phénomènes extrinsèques 25
I.1.3.2 Phénomènes intrinsèques 26
I.2 Essais d'adhérence 29
I.2.1 Généralités 30
I.2.2 L'essai LASAT 31
I.2.2.1 Interaction laser-matière 32
a) Génération de l'onde de choc 32
b) Contribution d'un revêtement thermoprotecteur 36
I.2.2.2 Propagation d'onde de choc 39
I.2.2.3 Détermination de l'adhérence par LASAT 42
a) en configuration 1D 42
b) en configuration 2D 44
I.2.2.4 Choc en face avant (côté revêtement) 51
I.3 Détection et dimensionnement de fissures interfaciales 52
I.3.1 En optique 53
I.3.2 En infrarouge 56
I.3.3 En profilométrie 57
I.3.4 En piezospectroscopie 59
I.3.5 Diagnostic de l'interface en temps réel 61
I.3.5.1 Interférométrie Doppler VISAR 62
I.3.5.2 Capteur électromagnétique acoustique 62

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Conclusion..... 63

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction

Les systèmes barrière thermique sont largement utilisés depuis les années 80 par les industriels afin d'améliorer et de protéger les performances des parties les plus chaudes des turbines. Les aubes de turbine haute pression (HP) sont les pièces les plus sollicitées thermo-mécaniquement au sein d'un turboréacteur. Elles sont revêtues d'une sous-couche de liaison (Ni,Pt)Al qui permet le dépôt par EB-PVD d'une zircone partiellement stabilisée à l'yttrine. D'importantes sollicitations mécaniques notamment en fluage sont induites par la rotation de l'ensemble de la turbine. De plus, les températures en sortie de la chambre de combustion sont plus élevées que la température de fusion de l'aube. Ceci montre l'énorme l'enjeu du maintien le plus longtemps possible de la barrière céramique afin d'éviter une ruine accélérée du système. La durée de vie de ces systèmes barrière thermique est donc un élément déterminant industriellement ce qui justifie l'objet de nombreuses études scientifiques à travers le monde. Dans cette partie introductive de la thèse, on rapporte dans un premier temps quelques éléments bibliographiques essentiels pour appréhender les matériaux qui composent ce système, les endommagements qu'ils peuvent subir en fonctionnement. On fait également le bilan des enseignements que l'on peut obtenir sur la tenue interfaciale de la céramique via l'essai de qualification de la barrière thermique par cyclage thermique utilisé par les industriels.

La bonne tenue mécanique du revêtement constitué de la couche céramique protectrice est un élément clé du système. Les différentes méthodes de contrôle et de mesure de la résistance mécanique d'une interface seront présentées dans un deuxième temps. L'essai d'adhérence par choc laser LASAT ainsi que les mécanismes physiques mis en jeu sont ensuite décrits à partir des travaux menés ces 15 dernières années. L'approche bidimensionnelle de l'essai LASAT sur laquelle se fonde l'originalité de ces travaux est ensuite introduite afin d'en apprécier les avantages et les limites dont certaines seront repoussées dans cette thèse. L'utilisation de l'essai LASAT-2D appliqué côté substrat pour solliciter l'interface en-dessous du seuil d'adhérence est ainsi démontrée, ce qui permet d'envisager la mise en place d'un contrôle non destructif (CND) du système revêtu dans des conditions qui seront développées dans ce manuscrit.

La détection et le dimensionnement des fissures créées est une donnée essentielle en regard de la méthodologie employée dans notre étude. En vue d'une application de l'essai LASAT sur pièce industrielle, il convient de pouvoir s'assurer avec certitude de la présence ou non d'une décohésion interfaciale. Différentes techniques non destructives permettant le contrôle et la mesure de la fissuration à l'interface métal céramique sont ainsi présentées dans un dernier temps, avec une attention particulière pour les techniques facilement transposables à l'échelle industrielle.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

I.1 Systèmes barrière thermique

I.1.1 Contexte

L'amélioration des performances et des rendements des turbines aéronautiques et terrestres est directement corrélée à l'augmentation des températures de fonctionnement. L'optimisation de l'aérodynamique autour de la pale tout comme la minimisation des jeux au niveau des zones de friction entre parties fixes et mobiles contribue également à l'efficacité du système. Le gain en température au niveau des matériaux métalliques correspond notamment au développement de nouvelles nuances de superalliages ainsi qu'à l'utilisation de procédés de solidification dirigée.

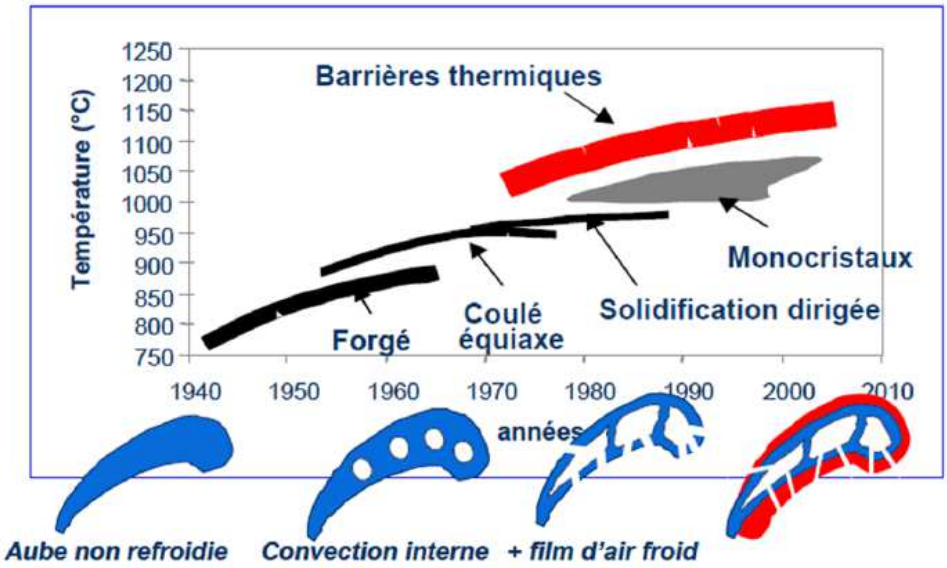


Figure I.1 : Evolutions technologiques sur les systèmes barrières thermique : gain en température de fonctionnement au cours des années [REV10]

Le refroidissement des pièces les plus sollicitées permet d'accroître encore la température de fonctionnement du moteur. Il peut être interne à travers la circulation d'air frais au niveau des cavités du superalliage ou en surface de la pièce par l'intermédiaire de la création d'un film d'air. La présence d'une barrière thermique permet également de diminuer la température vue par le superalliage et d'augmenter ainsi la durée de vie du système. L'ensemble de ces systèmes de refroidissement permet ainsi un gain estimé de 100 à 150°C sur la température de fonctionnement du moteur (Figure I.1).

I.1.2 Matériaux

Les aubes de turbines sont composées de différents matériaux qui ont chacun leur rôle. On parle d'un système multimatériaux ou plus généralement de système barrière thermique (système BT). Il est composé d'un superalliage métallique, d'une sous-couche d'adhésion métallique ou intermétallique, d'un oxyde de croissance protecteur contre l'oxydation et d'une céramique isolante poreuse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

I.1.2.1 Superalliage

Les superalliages sont une catégorie de matériaux métalliques qui réunissent d'excellentes performances mécaniques ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion à des températures supérieures à 600°C. Ils assurent la tenue structurale du système. Leur microstructure est composée d'une matrice austénitique renforcée par la précipitation d'une phase durcissante.

La solidification dirigée développée dans les années 1960 a permis de réaliser des aubes présentant des grains orientés selon la direction principale de la pièce. L'absence de joints de grains perpendiculaires à la contrainte principale permet ainsi d'augmenter les propriétés mécaniques et en particulier la tenue en fatigue. Le procédé Bridgman a ensuite été développé en complétant le procédé de solidification dirigée par l'ajout d'un sélecteur de grains (1970). On obtient ainsi une pièce monocristalline pour laquelle aucun joint de grain n'est présent. Ces pièces à la géométrie complexe réalisées par fonderie à la cire perdue subissent ensuite plusieurs traitements thermiques afin d'obtenir une précipitation ordonnée de dimension contrôlée de la phase durcissante γ'-Ni_3Al au sein de la matrice γ-Ni (Figure I.2). Les procédés d'obtention de pièces n'ont alors que très peu été modifiés, les recherches se sont orientées dès le début des années 1980 sur l'optimisation des compositions chimiques du superalliage.

La première génération de superalliages à base de nickel (CMSX-2, -4, -5, Rene N4 et AM1 qui sera largement utilisé dans cette étude) comprend notamment comme éléments d'alliage du chrome, cobalt et molybdène qui permettent de renforcer mécaniquement la matrice γ. Les éléments comme le titane et le tantale participent quant à eux au durcissement de la phase γ'. La présence de chrome et d'aluminium permet une bonne résistance de l'alliage aux phénomènes de corrosion à chaud de type I (entre 800 et 950°C) et de type II (entre 650 et 800°C) ainsi qu'à l'oxydation aux températures plus élevées (au-delà de 1000°C). La seconde génération de superalliages (CMSX-4, Rene N5 que l'on utilisera également dans ce manuscrit) se caractérise par l'ajout d'environ 3% massique de rhénium. On ralentit ainsi la croissance des précipités γ' ce qui permet une amélioration des propriétés mécaniques. La troisième génération (CMSX-10, Rene N6) a vu l'ajout d'une quantité encore plus importante de rhénium (6% en masse). L'augmentation du coût, de la densité de l'alliage mais surtout la fragilisation de la matrice γ due à la création de phases TCP (Topologically Close-Packed) a toutefois limité l'utilisation de ces superalliages. La quatrième génération se traduit par la diminution du taux de rhénium remplacé par du ruthénium ce qui permet de limiter la création de phase fragile par rapport aux superalliages de troisième génération.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

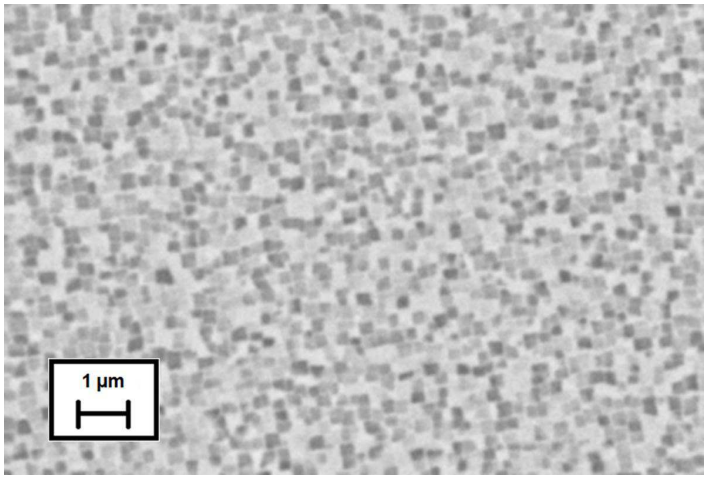


Figure I.2 : Observation MEB en électrons rétrodiffusés de précipités γ'-Ni_3Al de forme cubique au sein de la matrice γ-Ni constituant le superalliage AM1 de l'étude

Certains éléments présents en très faibles quantités peuvent avoir une très forte influence sur le comportement en oxydation du superalliage. Le carbone et le soufre qui permettent notamment de faciliter la mise en forme ont toutefois un effet néfaste sur la tenue à l'oxydation du système. Leur concentration est donc à minimiser (moins de 1 ppm pour le soufre par exemple). D'autres éléments comme le zirconium ou le hafnium peuvent être ajoutés dans le superalliage pour leurs propriétés bénéfiques en oxydation.

I.1.2.2 Sous-couche d'adhésion

La sous-couche permet la liaison entre le superalliage et le revêtement céramique. Son oxydation lors du fonctionnement en lieu et place du superalliage permettra à ce dernier de garder ses propriétés structurales. On distingue deux familles de sous-couche : les revêtements de diffusion (de type aluminiure de nickel) et les dépôts de type MCrAlY obtenus par différentes méthodes de projection à partir de poudres. La sous-couche utilisée dans cette étude sera un revêtement de diffusion β-(Ni,Pt)Al. Sa composition est étudiée pour permettre la création d'un oxyde protecteur d'alumine α en surface qui protège le substrat des gaz de combustion et de l'oxydation. On cherche aussi à assurer la plus grande stabilité des phases de la sous-couche lors du vieillissement ainsi que la meilleure accomodation mécanique entre le superalliage et la céramique. La sous-couche est réalisée par dépôt électrolytique de platine suivi d'une aluminisation en phase vapeur. C'est au cours de ce dernier traitement thermochimique à 1100°C (cf. § II.1.1) que les flux croisés d'aluminium, de platine et de nickel aboutissent à la formation de la phase β-(Ni,Pt)Al.

I.1.2.3 Oxyde protecteur

La couche d'alumine commence à se créer sur la sous-couche dès le préchauffage de l'enceinte de dépôt de céramique EB-PVD (Electron Beam - Physical Vapour Deposition) [HAM09]. Il peut alors se former

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

des alumines métastables dites de transition (principalement θ-Al_2O_3) qui évoluent vers une alumine stable α-Al_2O_3 au cours du temps maintenu à chaud. L'alumine α présente l'avantage d'être adhérente sur le métal, d'avoir une croissance lente (donc de rester fine) et d'être susceptible de se reformer en cas d'écaillage et de mise à nu du métal. On établit des niveaux de contraintes importants au sein de la couche d'alumine, qui sont susceptibles de la fragiliser et de mener à sa rupture. Tout d'abord, la contraction de volume (de l'ordre de 5%) associée à la transformation de θ-Al_2O_3 en α-Al_2O_3 conduit à des contraintes qui décroissent avec l'avancement de la réaction [HOU05]. La croissance des grains d'alumine à haute température est également accompagnée d'une augmentation des contraintes internes. Ces contraintes de croissance sont dues à la variation de volume induite par la formation d'un oxyde sur un métal, variation caractérisée par le rapport de Pilling-Bedworth (avec V le volume molaire de l'oxyde et du métal) :

$$RPB = \frac{V_{M_zO_b}}{zV_M}$$

Ce rapport égal à 1,65 pour l'oxydation du métal NiAl indique une forte augmentation du volume qui se traduit par des contraintes en compression. En raison du désaccord dilatométrique entre la céramique déposée à haute température et le superalliage, des contraintes de compression dans l'alumine apparaissent à température ambiante et sont de l'ordre de quelques GPa [THE07]. On parle alors de contraintes résiduelles d'orgine thermique. De manière simplifiée, ces contraintes résiduelles sont estimées à l'aide de la relation suivante [LIP97] :

$$\sigma_{thermique} = \frac{(\alpha_{Al_2O_3} - \alpha_{\beta-NiAl}).\Delta T.E_{Al_2O_3}}{1-\upsilon_{Al_2O_3}}$$

Avec E le module d'Young, ν le coefficient de Poisson, α le coefficient de dilatation thermique et ΔT la variation de température.

L'évolution de la morphologie et de l'épaisseur de la couche d'oxyde dépendent des paramètres de temps, de température et de cyclage thermique. Ces aspects peuvent également contribuer de manière prépondérante à l'apparition de contraintes en fonctionnement et seront développés dans le paragraphe I.1.3.2.

I.1.2.4 Revêtement céramique

Le revêtement barrière thermique permet d'isoler le substrat et de réduire ainsi de manière transitoire la température ressentie par le superalliage. Si la barrière est intercalée entre une zone chaude et une zone froide, le gradient de température permettant la protection thermique peut être entretenu. On utilise ainsi une céramique qui possède une conductivité thermique faible ainsi qu'un coefficient de dilatation thermique relativement proche (pour une céramique) de celui du substrat. En effet une céramique avec un coefficient de dilatation thermique trop éloigné de celui du substrat genèrerait des contraintes thermiques trop importantes lors du refroidissement du système. La zircone partiellement stabilisée à l'yttrine (entre 6 et 8 % massique) associe une conductivité thermique faible et un coefficient de dilatation thermique élevé

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

pour une céramique (cf. Figure I.3 et Figure I.4). La zircone possède trois variétés allotropiques, une forme cubique au-dessus de 2377°C, une forme tétragonale jusqu'à 1205°C et une forme monoclinique aux plus basses températures. La transformation de la phase tétragonale vers la phase monoclinique s'accompagne d'une variation de volume de l'ordre de 4%. Afin de limiter cette transformation critique qui se produit aux températures de fonctionnement du système, de l'yttrine est ajoutée à la zircone. En effet, pour une composition d'yttrine comprise entre 6 et 8 % massique (Figure I.5), on permet ainsi la formation d'une zircone tétragonale métastable t' qui présente une bonne stabilité microstructurale.

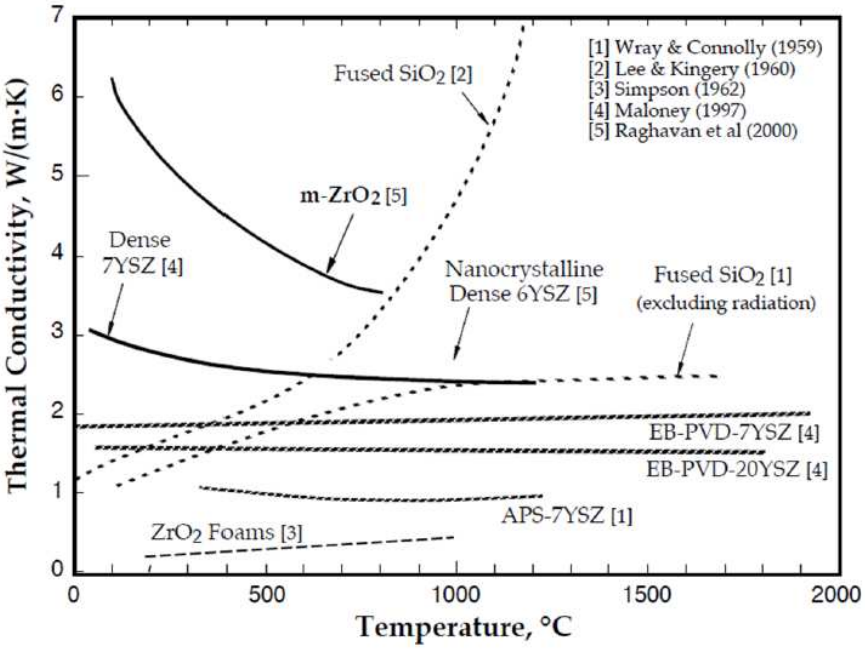


Figure I.3 : Conductivité thermique de plusieurs formes de zircones [TER01]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

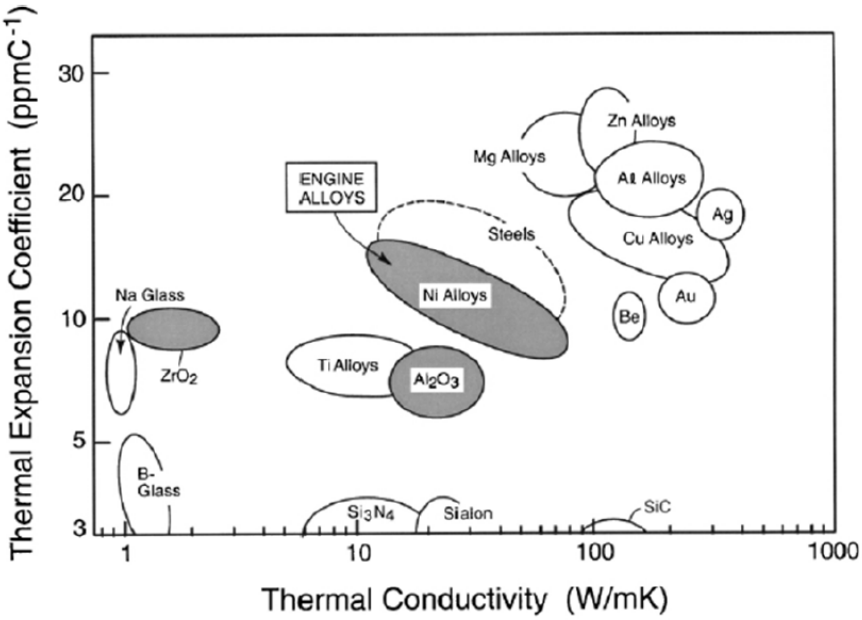


Figure I.4 : Coefficients de dilatation et conductivité thermique des matériaux utilisés dans le système barrière thermique [EVA01]

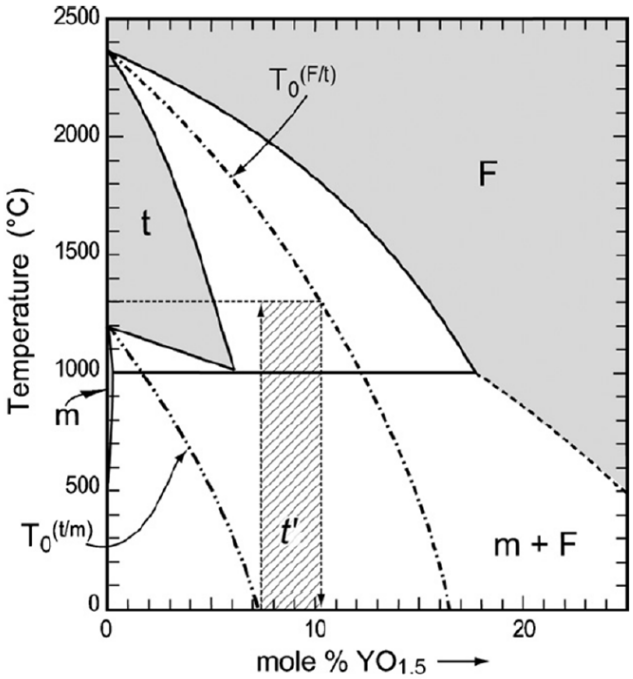


Figure I.5 : Diagramme de phase ZrO_2 – Y_2O_3 : mise en évidence de la phase tétragonale métastable t' [YAS96]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les revêtements barrière thermique sont déposés selon deux grands procédés distincts. Les dépôts par projection plasma (APS : Air Plasma Spray) sont peu couteux et possèdent une structure lamellaire qui permet une très faible conductivité thermique (1 W/m.K cf. Figure I.3). Ils ont cependant l'inconvénient de générer de fortes contraintes dans la zircone lors du refroidissement. En effet le coefficient de dilatation thermique de la zircone est plus faible que celui du superalliage. Suite au refroidissement, la zircone est donc comprimée. La structure du dépôt plasma n'étant pas favorable à l'accommodation des contraintes, les dépôts colonnaires réalisés par EB-PVD sont privilégiés sur les pièces aéronautiques les plus critiques. Si leur structure permet une bien meilleure accommodation des déformations, leur conductivité thermique est plus élevée (1,5 W/m.K). Les caractéristiques très particulières d'élaboration de ces céramiques seront abordées et développées dans le paragraphe II.1.1.

I.1.3 Endommagements et phénomènes de vieillissement

Les matériaux composant le système barrière thermique sont soumis à différents types d'endommagement qui sont susceptibles d'amener à l'écaillage du système qui signifie la mise à nu du superalliage par la perte d'une zone de céramique complètement fissurée. Une pièce écaillée qui ne serait donc plus protégée voit son vieillissement fortement accéléré et sa durée de vie devient alors critique. Les aubes de turbine haute pression qui constituent le cœur de cette étude sont soumises à deux types d'endommagement. On parlera d'endommagement extrinsèque pour tous les phénomènes qui proviennent de l'environnement externe à la pièce, en particulier liés aux flux d'air et des gaz de combustion. Les endommagements intrinsèques concernent quant à eux les mécanismes propres au vieillissement à haute température du système. L'évaluation par les industriels de la durée de vie des systèmes revêtus est actuellement effectuée par cyclage thermique. On mesure le nombre de cycles avant l'écaillage d'une surface relative à certain pourcentage de la surface initiale revêtue (spécification Snecma : 20% de la surface d'un échantillon pion ou d'une pièce). Il s'agit d'un essai mécanique en température avec prise en compte de l'oxydation (sous air) qui permet de reproduire certains des phénomènes intrinsèques de l'endommagement du système.

I.1.3.1 Phénomènes extrinsèques

Le revêtement en zircone est directement soumis au flux de gaz en sortie de la chambre de combustion. Les éléments aspirés ou produits par la turbine peuvent alors se déposer ou impacter la pièce, ce qui peut entrainer un écaillage total du revêtement (Figure I.6). On peut éviter un certain nombre de ces impacts en nettoyant régulièrement les abords des pistes utilisées. Certains de ces endommagements sont liés à la nature des zones survolées (déserts, océans, etc.). L'érosion par le sable sera donc particulièrement critique dans les contrées désertiques.

Certaines particules fondues aux températures de fonctionnement de la turbine peuvent se déposer en surface de la zircone. On parle alors de CMAS, d'après les principaux éléments les constituant (Calcium, Magnésium, et Alumino-Silicates). Ces éléments issus de particules ingérées par la turbine et fondues en amont de la turbine se déposent en surface du revêtement et pénètrent au sein des espaces inter-colonnaires. Ils modifient alors localement la chimie de la céramique, conduisent à la densification de la zircone et diminuent ainsi la souplesse de la zircone. La zircone colonnaire voit donc sa rigidité

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

augmenter, ce qui peut entrainer un écaillage partiel voire total du revêtement lors du refroidissement (Figure I.6).

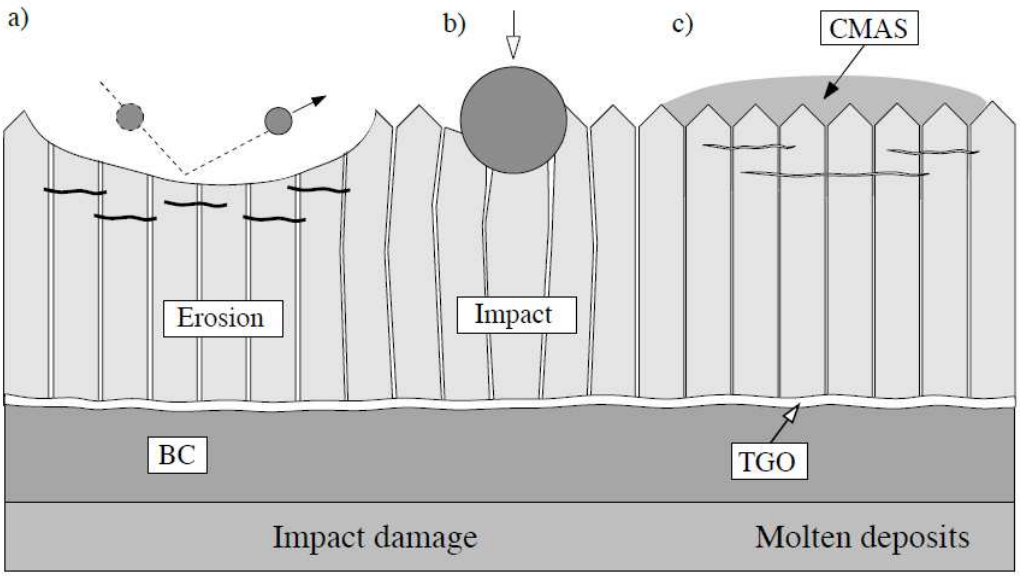


Figure I.6 : Ensemble des mécanismes d'endommagement extrinsèques susceptibles de dégrader un système barrière thermique : érosion par des particules de petites tailles (a), impact de grosses particules (b) et infiltration de CMAS (c) [EVA08]

I.1.3.2 Phénomènes intrinsèques

La rupture d'un revêtement barrière thermique peut être due à une accumulation de contraintes autour de l'interface métal-céramique. La couche d'alumine se doit d'accommoder les contraintes dues à la croissance de l'oxyde, les contraintes dilatométriques entre le superalliage et la céramique lors du refroidissement, les changements de phase au sein de la sous-couche due à son appauvrissement en aluminium, etc. Les contraintes résiduelles à l'interface et autour de l'interface augmentent avec le cyclage thermique, alors que la résistance interfaciale du système diminue jusqu'à obtenir la rupture de l'interface : la zircone est alors délaminée brutalement lors du refroidissement où les contraintes sont les plus fortes (Figure I.7).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

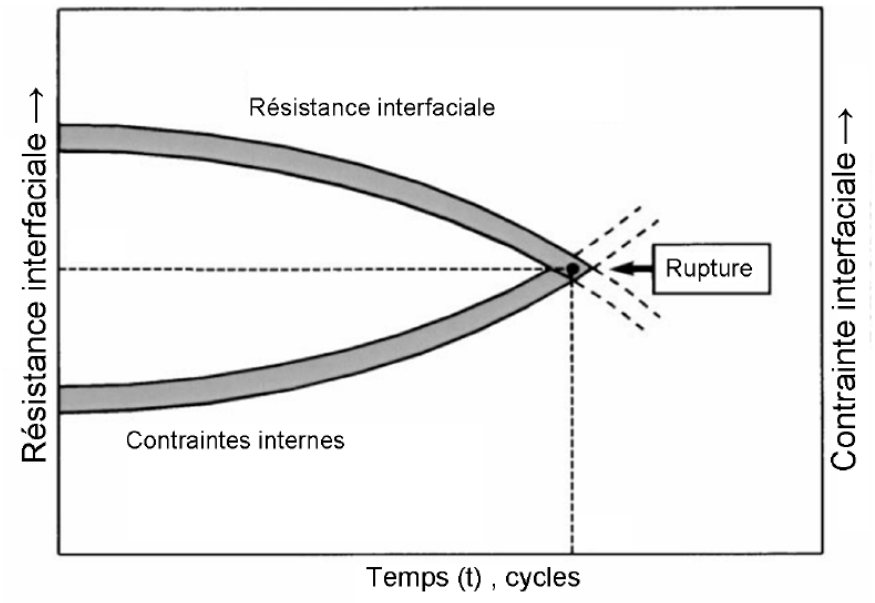


Figure I.7 : Modèle d'endommagement d'un système barrière thermique en fonction du temps et du nombre de cycles thermiques [GEL99]

Le fonctionnement à haute température du système barrière thermique induit un certain nombre d'évolutions chimiques, microstructurales ou morphologiques du système. La microstructure des superalliages monocristallins voit ainsi la « mise en radeaux » des précipités γ'. La sous-couche (Ni,Pt)Al en contact immédiat avec les ions O^{2-} s'oxyde et s'appauvrit donc en aluminium. En plus de la transformation chimique métal-céramique qui s'accompagne d'une augmentation de volume et donc de la mise en compression de la couche supérieure du revêtement (Ni,Pt)Al (cf. § I.1.2.3), la consommation d'aluminium associée à cette réaction d'oxydation entraine des modifications microstructurales au sein de la sous-couche. La phase β-NiAl se transforme progressivement en γ'-Ni_3Al (Figure I.8). Une transformation martensitique de la phase β-NiAl est également susceptible de se produire lors du refroidissement pour des teneurs en aluminium inférieures à 37% atomique. Elle est caractérisée par l'apparition de lamelles (Figure I.9). Cette transformation est réversible et joue donc un rôle important lors de l'oxydation cyclique. La variation de volume associée est notamment amplifiée pour les aluminiures de nickel modifiés au platine (variation volumique de 2,25%, [ZHA03]).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

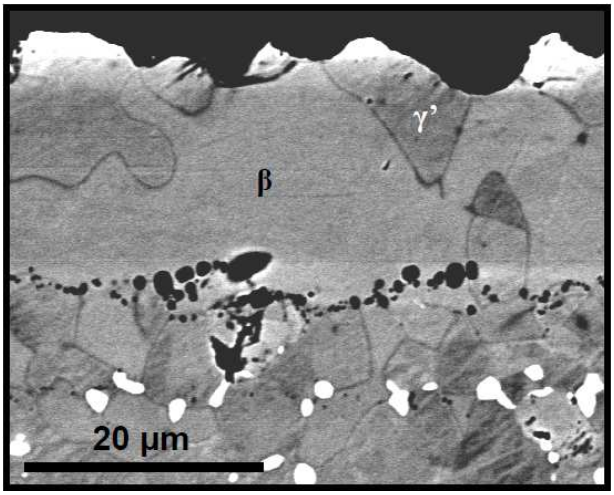


Figure I.8 : Couche de liaison biphasée après 50 cycles d'oxydation de 1h à 1100°C [THE07]

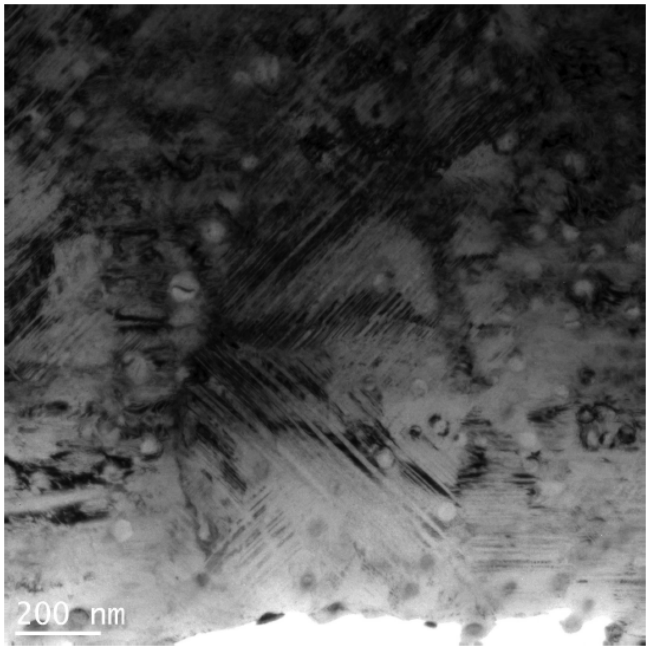


Figure I.9 : Observation en microscopie en transmission de lattes de martensite β-NiAl sur un échantillon cyclé 100 cycles à 1100°C [SAL12]

L'augmentation de la rugosité de l'interface métal-oxyde est caractéristique du vieillissement cyclique et responsable de la dégradation de l'adhérence de la couche d'oxyde. Le terme anglo-saxon « rumpling » est souvent utilisé. Cette ondulation entraine l'apparition de contraintes de traction dans la direction perpendiculaire à l'interface au niveau des régions convexes de l'interface (Figure I.10) qui peuvent générer des fissures à l'interface. Toutefois cette ondulation permet également de relaxer les contraintes en compression au sein de l'alumine [TOL04]. De plus, cette rugosité peut permettre de limiter la

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

propagation de fissures [PIN98]. L'origine de cette ondulation a été déterminée à l'aide d'un modèle [BAL05] qui montre la prépondérance des contraintes liées à la différence de dilatation thermique entre le substrat et la sous-couche ainsi que la transformation martensitique au sein de la phase β-NiAl.

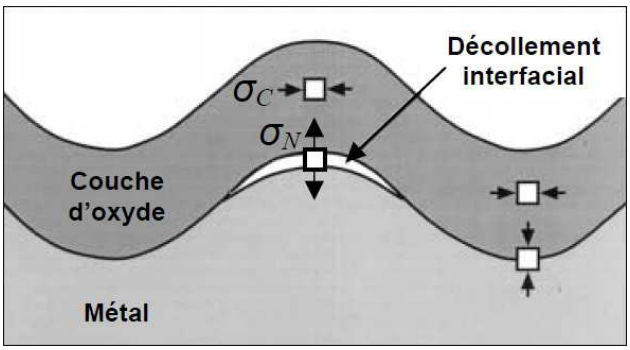


Figure I.10 : Endommagement relatif à l'augmentation de la rugosité de l'interface métal-oxyde lors de l'oxydation cyclique [TOL98]

Pour les systèmes barrière thermique revêtus de céramique, la zircone présente une résistance au fluage bien plus élevée que la sous-couche métallique. L'ondulation de l'interface est alors moins prononcée. Des décohésions au niveau de l'interface sous-couche / alumine peuvent être observées au niveau des zones convexes. Cependant, la couche de céramique possède une grande rigidité ce qui l'empêche de s'adapter aux fortes déformations de la sous-couche, en particulier au niveau des zones concaves. On observe alors principalement une fissuration entre le revêtement en zircone et l'alumine (Figure I.11).

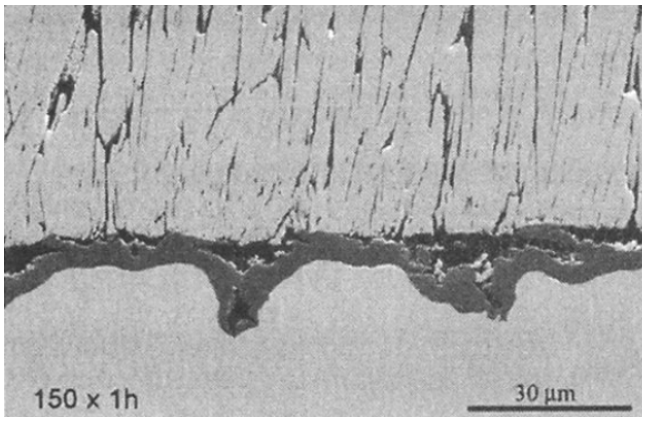


Figure I.11 : Dégradation de l'interface alumine / céramique EB-PVD sur une couche de liaison (Ni,Pt)Al après cyclage thermique (150 cycles de 1h à 1150°C) [TOL04]

I.2 Essais d'adhérence

Différentes méthodes peuvent être utilisées afin de déterminer l'adhérence d'un revêtement [CHA91]. Elles nécessitent de suivre une norme afin de pouvoir obtenir des résultats quantifiables et reproductibles.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Certaines de ces techniques peuvent être utilisées en milieu industriel de manière qualitative. On obtient alors des résultats plus rapides. La grande variété des essais d'adhérence s'explique par la multitude de revêtements et de mécanismes d'endommagement. Ainsi ce sont les sollicitations et conditions de fonctionnement de ces revêtements qui orienteront le choix de l'essai.

I.2.1 Généralités

On définit l'adhésion comme l'ensemble des interactions et liaisons relatives au contact entre deux surfaces. L'adhérence est quant à elle définie comme la grandeur physique nécessaire pour séparer deux matériaux. On parle alors d'énergie de rupture nécessaire pour créer une fissure par unité de surface.

Lors de la séparation de deux solides, l'énergie d'adhésion W_{adh} s'exprime comme la différence entre l'énergie finale et l'énergie initiale du système. Si on considère un assemblage d'un solide A et d'un solide B possédant une énergie interfaciale γ_{AB} ainsi que les deux nouvelles énergies superficielles γ_A et γ_B on obtient :

$$W_{adh} = (\gamma_A + \gamma_B) - \gamma_{AB}$$

Il s'agit de la relation de Dupré établie en 1869. Cependant, elle ne s'applique uniquement aux transformations réversibles. Dans le cas d'une fissuration interfaciale, d'autres phénomènes comme la plasticité, les frottements, les éventuels changements de phase contribuent à dissiper l'énergie autrement que par la création d'une fissure [THE07]. L'énergie G_C (énergie d'adhérence) nécessaire à la fissuration d'une interface s'exprime alors de la manière suivante :

$$G_C = W_{adhésion} + W_{dissipée}$$

Avec $W_{adhésion}$ l'énergie d'adhésion de l'interface et $W_{dissipée}$ l'énergie dissipée lors de la propagation de la fissure.

Trois modes de fissuration d'une interface sont définis en mécanique de la rupture (Figure I.12). Le mode I correspond à une ouverture selon la normale à l'interface. Il s'agit du mode de fissuration préférentiel vers lequel s'orientera une fissure soumise à un chargement complexe. Le mode II correspond à un déplacement des surfaces délimitant la fissure dans un même plan contenant le front de fissuration, et selon une direction perpendiculaire au front de fissure. Dans le mode III, les surfaces délimitant la fissure se déplacent également selon le plan contenant le front de fissuration, mais selon la direction parallèle au front de fissuration. L'ensemble des décohésions interfaciales sont alors la résultante d'une combinaison de ces trois modes de fissuration.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

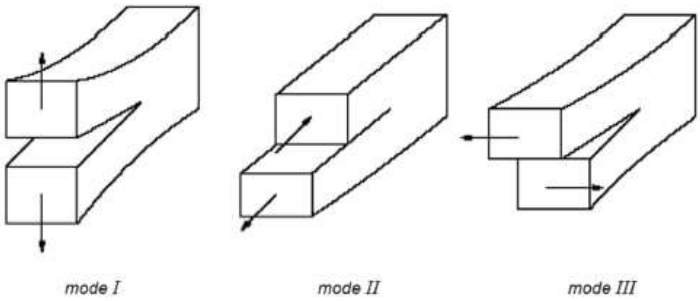


Figure I.12 : Les 3 modes de fissuration d'une interface

L'énergie dissipée $W_{dissipée}$ lors de la propagation d'une fissure dépend du mode de sollicitation de l'interface. On définit alors l'angle de mixité modale Ψ* qui représente la proportion de sollicitation en mode I et mode II qui s'applique à la fissuration considérée.

$$\Psi^* = Arctan\left(\frac{\sigma xy}{\sigma yy}\right)$$

L'angle Ψ* correspond au rapport des contraintes tangentielles σ_{xy} sur les contraintes normales σ_{yy}. L'angle Ψ* = 0° est associé à une sollicitation en mode I exclusivement, l'angle Ψ* = 90° à une sollicitation en mode II. L'énergie d'adhérence est alors augmentée avec la mixité modale [THE07]. L'énergie peut être dissipée par friction au niveau d'une interface rugueuse lorsque le cisaillement est important [CAO89] ou par plasticité en pointe de fissure [LIE92].

I.2.2 L'essai LASAT

L'essai LASAT (LAser Shock Adhesion Test) également dénommé essai d'adhérence par choc laser permet de créer des ondes de choc qui endommagent l'interface de revêtements épais à partir d'un niveau d'energie laser suffisamment élevé [GUP90, PEY98, BER11]. Contrairement aux autres méthodes de génération de chocs comme l'impact de plaques à grande vitesse ou les explosifs condensés, le choc laser permet de solliciter localement et sans contact d'un impacteur un matériau sur une surface centimétrique à micrométrique. L'interaction laser-matière, l'apport d'une grande quantité d'énergie sur une surface de faible dimension (quleques mm^2) pendant un intervalle de temps très court (quelques ns) permet de créer une onde de choc qui sera susceptible de solliciter en traction l'interface entre le substrat et le revêtement. On parle alors de résistance interfaciale ou d'adhérence mesurée lors d'une sollicitation mécanique dynamique qui conduit à la création d'une fissure à l'interface.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

I.2.2.1 Interaction laser-matière

L'interaction laser-matière correspond à la transformation de l'énergie photonique apportée par le laser en énergie thermique et mécanique. On définit pour cela la densité de puissance laser, fluence ou flux laser Φ qui s'exprime en GW/cm^2.

$$\Phi = \frac{E}{\tau\ S}$$

E l'énergie incidente exprimée en joule, τ la durée de l'impulsion du laser en seconde, S la surface irradiée par le laser en cm^2. Le matériau à la surface duquel se produit cette interaction est dénommé milieu d'ablation.

a) Génération de l'onde de choc

L'interaction entre le faisceau laser et le matériau se décompose en trois étapes : l'absorption, la thermalisation et la conduction. L'absorption correspond à l'interaction inélastique entre les photons incidents et les électrons libres de valence en surface du matériau. Elle concerne uniquement les électrons proches de la surface (profondeur de quelques dizaines de nm). L'énergie électronique est ensuite transformée en énergie thermique du fait des nombreuses collisions entre ions et électrons. C'est la thermalisation. Cette énergie thermique est ensuite transférée au matériau selon les lois de conduction de la chaleur. Pour des densités de puissance suffisamment importantes (plusieurs kW/cm^2), la température en surface du matériau cible dépassera localement sa température de fusion et entrainera la liquéfaction superficielle de la cible. Pour des densités de puissance plus élevées encore, la conduction de chaleur devient impossible, on observe alors une sublimation de la cible. Lorsque la fluence du laser approche le GW/cm^2, la vapeur produite absorbe également une partie du faisceau laser. Un plasma chaud et dense est alors généré. Il continue alors d'absorber l'énergie laser pendant toute la durée de l'impulsion laser. La détente de cette vapeur ionisée (le plasma) se traduit par une pression mécanique à la surface du matériau. Cette onde mécanique en compression se propage alors au sein de la cible pendant des temps très brefs (de l'ordre de la nanoseconde). On parle alors d'une onde de choc.

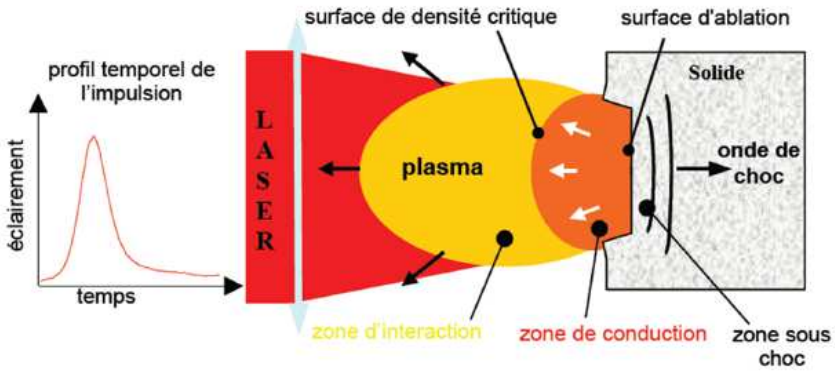


Figure I.13 : Génération de choc par laser [ARR04-2]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'amplitude des ondes de choc générée suite au choc dépend de la densité du flux d'énergie incident. Plus la densité de puissance laser sera importante, plus l'amplitude de l'onde de choc sera élevée. Appliqué directement sur le matériau cible (Figure I.14.a), les niveaux de pression induits sont inférieurs à 1 GPa. Cependant la fluence délivrée par le laser est limitée par l'environnement. Pour des densités de puissance laser supérieures à 5 GW/cm^2 le rayonnement laser est absorbé par l'air. On parle de claquage. Afin d'augmenter l'amplitude des ondes de choc, on peut travailler sous vide pour employer des puissances plus élevées. On peut toutefois amplifier les contraintes transmises au matériau d'une autre façon. Si l'on recouvre la surface du matériau cible d'un milieu diélectrique (eau ou verre) transparent à la longueur d'onde du laser (Figure I.14.b), l'intensité ainsi que la durée de la pression générée se voient augmentées respectivement d'un facteur 5 à 10 pour l'intensité et d'un facteur 2 à 3 pour la durée du chargement [BER98]. Ces milieux de confinement possèdent souvent une tension de claquage plus faible que celle de l'air (9 GW/cm^2 pour l'eau). Pour des densités de puissance supérieures, un plasma supplémentaire peut se constituer à la surface du milieu diélectrique (Figure I.14.b). Ce mode d'interaction confiné permet toutefois la génération de contraintes mécaniques supérieures à ce qui peut être obtenu en interaction directe.

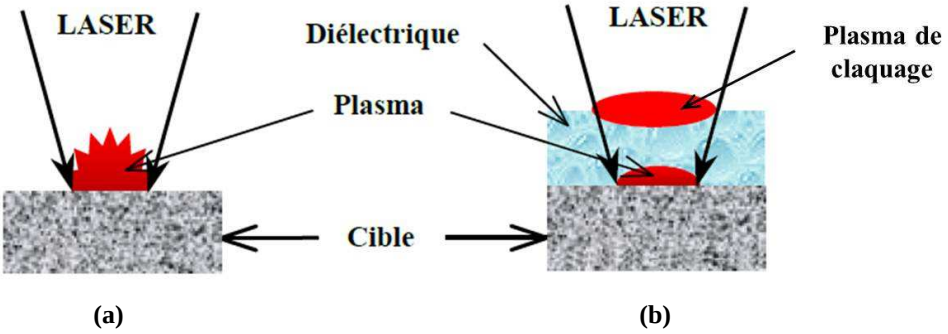


Figure I.14 : Principe de l'interaction laser-matière en régime direct (a) et en régime confiné (b) [SOL02]

Si l'application d'un milieu de confinement permet d'augmenter l'énergie mécanique transmise à l'onde de compression résultante, elle modifie aussi sensiblement le profil de pression temporel de cette même onde. La pression transmise à la cible lors de l'expansion du plasma confiné dépend de la nature des milieux confinant et confiné. Fabbro [FABB90] en a proposé une estimation analytique :

$$P_{conf} = 0{,}01\sqrt{\frac{\alpha}{\alpha+3}}\ \sqrt{\Phi}\ \sqrt{Z}$$

P_{conf} la pression exprimée en GPa, α la proportion d'énergie plasmique transformée en énergie thermique (évaluée à 0,40 pour une longueur d'onde du laser de 532 nm [BER99]), Φ en GW/cm² et Z l'impédance réduite du système exprimée en g.cm^{-2}.s^{-1} :

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$Z = 2\,\frac{Z_{confinement} \cdot Z_{cible}}{Z_{confinement} + Z_{cible}}$$

L'impédance acoustique Z_i est définie par $Z_i = \rho_i \cdot c_i$, respectivement la masse volumique ρ du milieu i (en $g.cm^{-3}$) et la célérité c du son dans ce milieu (en cm/s). Devaux a adapté l'expression analytique à un laser avec une impulsion triangulaire [DEV93] :

$$P_{conf} = 0{,}01\sqrt{\frac{\alpha}{2\alpha + 4}}\,\sqrt{\Phi}\,\sqrt{Z}$$

La pression induite ne dépend alors que de l'intensité du laser, de la nature des matériaux entre lesquels le plasma va s'étendre à travers l'impédance Z (milieu d'interaction, composé du milieu d'ablation et du milieu de confinement) ainsi que du paramètre α qui peut être interprété comme le rendement de l'interaction. On définit alors la courbe d'étalonnage d'un équipement de choc laser qui traduit la correspondance entre le flux laser Φ et la pression P maximale transmise au matériau sous forme d'onde de choc.

Les courbes d'étalonnage observées dans la littérature (Figure I.15) sont principalement obtenues sur de l'aluminium confiné à l'aide d'eau :

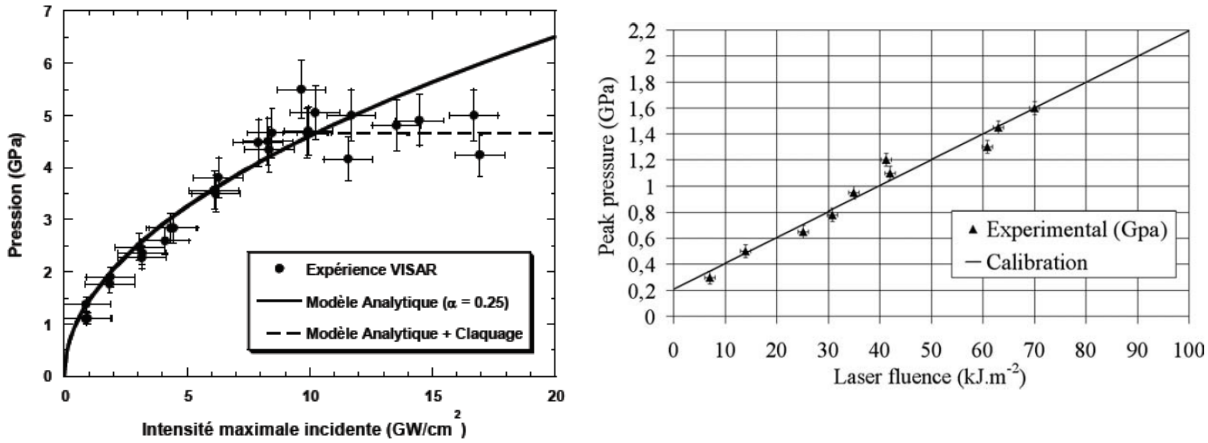


Figure I.15: Evolution de la pression en fonction du flux laser (confinement eau, λ = 1064 nm pour la courbe à gauche et 532 nm pour celle de droite) [SOL02, GUI10]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

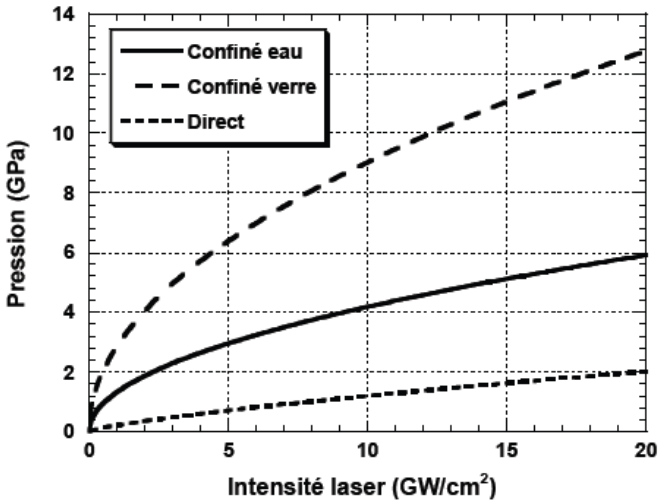


Figure I.16 : Comparaison des pressions maximales générées en régime direct et confiné pour des conditions d'irradiation similaires [SOL02]

La Figure I.16 montre en particulier l'importance du type de milieu de confinement utilisé sur la pression générée dans le matériau. Un confinement verre augmente ainsi la pression générée d'un facteur 9 par rapport au régime direct contre un facteur 4 avec un confinement eau. La nature du milieu de confinement est donc déterminante pour la génération de l'onde de choc.

Des courbes de calibration sont également réalisées sur des systèmes industriels comme par exemple sur la Figure I.17, où le choc est appliqué sur un composite carbone / époxy revêtu d'une peinture noire en confinement eau (9 ns, λ = 532 nm).

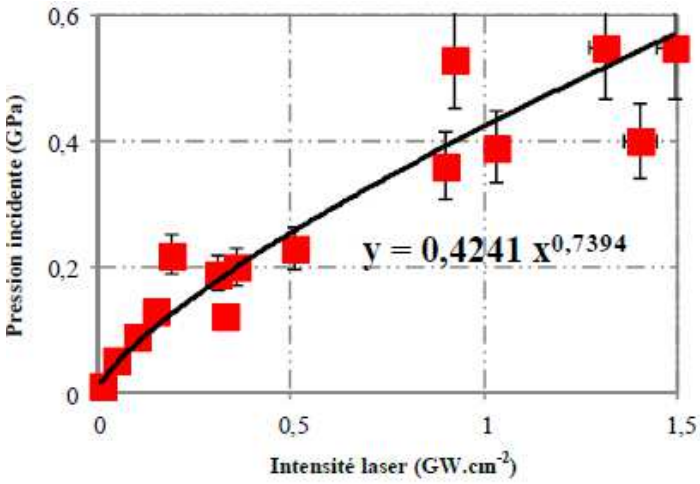


Figure I.17 : Courbe de calibration de la pression induite réalisée sur composite carbone/époxy [GAY13]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'influence de l'épaisseur du milieu de confinement eau a également été étudiée [SAI01, SOL02]. On montre alors que le niveau de pression induit en régime confiné est indépendant de l'épaisseur d'eau. Elle ne jouerait alors qu'on rôle mécanique dans l'interaction en retenant la détente du plasma confiné. Le confinement par eau est ainsi très facile à mettre en œuvre et ne nécessite que quelques gouttes d'eau.

b) Contribution d'un revêtement thermoprotecteur

Le traitement des matériaux par choc laser en régime pulsé peut également avoir comme objectif la mise en contrainte des couches superficielles d'une pièce (de l'ordre d'un millimètre de profondeur). On parle de grenaillage photonique. Lors de l'application de ce procédé, le matériau cible est très souvent recouvert d'un revêtement thermo protecteur [GUJ14]. L'interaction laser-matière s'effectue alors à la surface de ce revêtement qui ensuite transmet l'onde mécanique au métal sous-jacent. Sa nature (revêtement métallique, peinture, adhésif, etc.) ainsi que son épaisseur peuvent avoir une influence non négligeable sur la pression induite et transférée. Deux phénomènes peuvent alors intervenir. Pour des densités de puissance inférieures à 1 GW/cm^2, la présence d'un revêtement sous forme de peinture opaque (noire) permet d'augmenter l'absorption du laser par la cible qui passe alors de 80% pour un métal à 100% pour le revêtement noir [HON98] ce qui permet d'augmenter la pression générée par l'interaction laser-matière [FOX74, FAI76]. Certaines études [FAI76, FAI79] réalisées à des fluences supérieures à 1 GW/cm^2 ont cependant montré que l'utilisation de ce type de revêtement n'a plus d'effet positif sur la génération de l'onde de choc en compression.

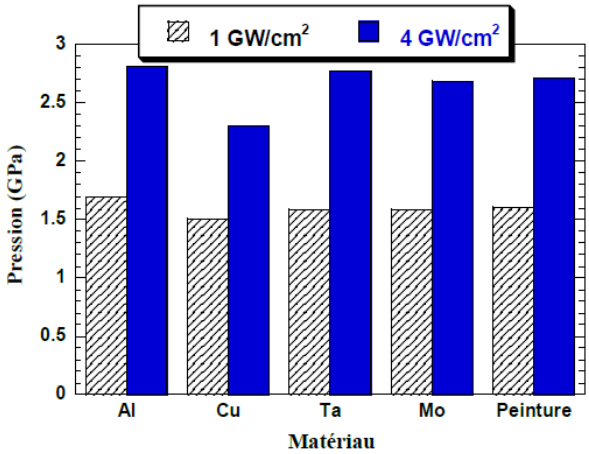


Figure I.18 : Influence de la nature du revêtement thermoprotecteur sur le niveau de pression induit [BER98]

Berthe a comparé les niveaux de pression produits par un laser de longueur d'onde 1064 nm avec un confinement eau sur une cible en aluminium recouverte de différents matériaux d'épaisseur 5 µm (tantale, cuivre, molybdène et peinture métallisée d'aluminium). Le choix d'une épaisseur de 5 µm permet de s'assurer que le matériau cible ne sera pas totalement ablaté, mais aussi de minimiser les phénomènes de désadaptation d'impédance mécanique [BER98]. Si l'ajoute un matériau de faible impédance à la surface de la zone choquée la contrainte générée est alors amplifiée : c'est la désadaptation d'impédance mécanique [ARR04, KOE99]. Berthe montre que pour deux densités de puissance laser de 1 et 4 GW/cm^2,

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

les pressions induites sont quasiment indépendantes de la nature du milieu d'ablation (Figure I.18). Il observe cependant un abattement du niveau de pression induit de plus de 15% sur la cible en cuivre. Sollier a poursuivi et complété ces expériences avec une source laser à 532 nm. Les mesures de vitesse de surface libre effectuées à l'aide d'un vélocimètre Doppler VISAR sont présentées sur la Figure I.19. Les vitesses des premiers débouchés sont quasi identiques (250 +/- 20 m/s) ce qui traduit une pression induite très voisine quelle que soit la nature du matériau. Sollier note en particulier que la pression appliquée sur la cible en cuivre est identique à celles obtenues avec les autres matériaux à 532 nm contrairement à ce qui avait été observé par Berthe avec un laser à 1064 nm. Il explique cette différence par une plus faible réflectivité du cuivre à 532 nm (R = 62%) qu'à 1064 nm (R = 97%). Ces deux études [BER98, SOL02] s'accordent pour conclure que la pression générée par le plasma confiné ne dépend pas de manière importante de la nature de la cible, mais de sa réflectivité.

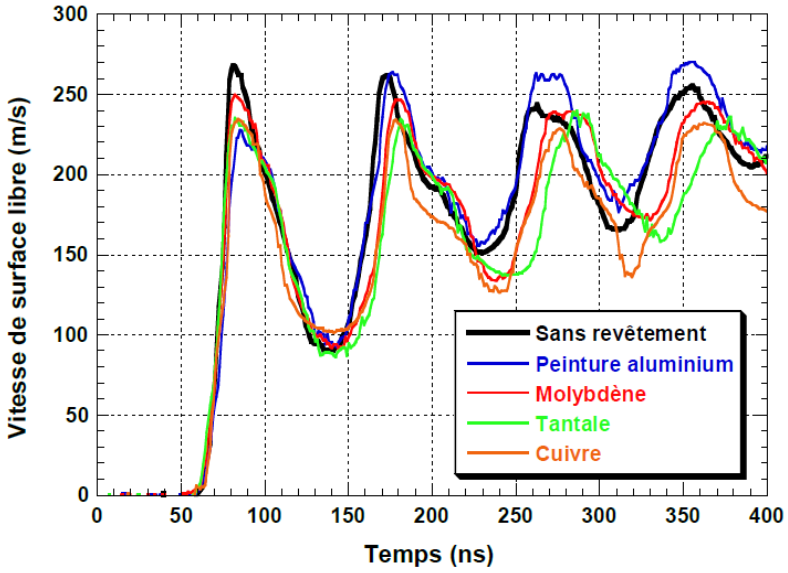


Figure I.19 : Mesures de vitesse de surface libre pour une cible d'aluminium recouverte de différents matériaux, densité de puissance laser 2,2 GW/cm^2 [SOL02]

Le second phénomène mis en jeu est purement mécanique. Il s'agit de la désadaptation d'impédance. En utilisant un revêtement d'impédance de choc plus faible que le matériau cible, on génère une pression supérieure à celle du plasma. Ce phénomène a notamment été mis en évidence sur des cibles en acier recouvertes d'une épaisseur d'aluminium d'environ 100 µm (sous forme d'adhésif ou de peinture) [PEY98, PEY98-2, BOL04] ou de cuivre revêtues de chrome [ARR04]. L'utilisation d'un revêtement aluminium permet alors une augmentation de presque 50% de la pression induite par rapport au métal seul (Figure I.20).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

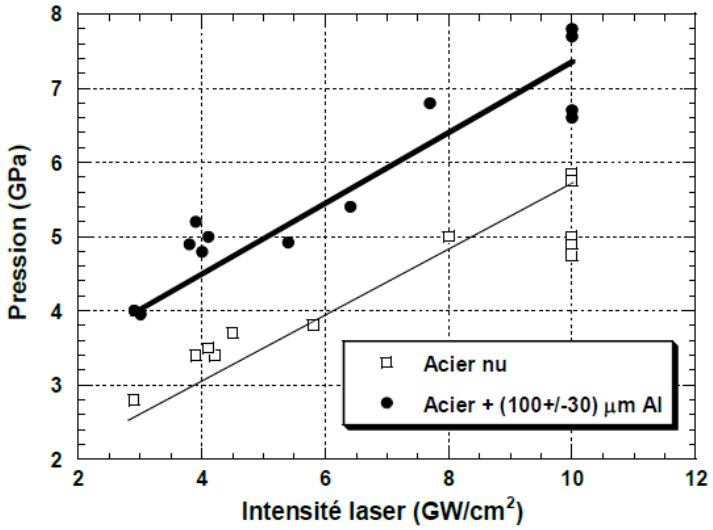


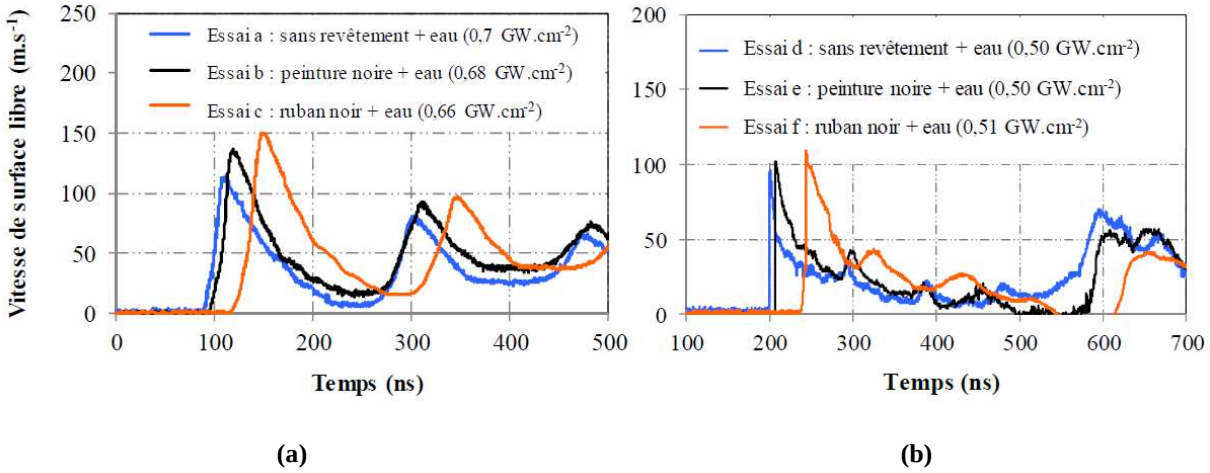
Figure I.20 : Influence d'un revêtement aluminium de faible impédance sur les pressions générées dans des cibles de 200 µm d'acier 316L [PEY98-2]

D'autres milieux d'ablation à faible impédance comme la peinture noire ou le ruban adhésif vinylique noir ont été caractérisés par ailleurs [GAY11]. Il s'agit de données particulièrement pertinentes pour notre étude qui utilisera notamment un adhésif vinylique noir du même type. Gay a étudié l'effet de deux couches absorbantes différentes sur la génération de l'onde de choc (Figure I.21) sur deux matériaux cibles aluminium et composite à matrice organique.

Elle observe que l'ajout d'un milieu d'ablation entraine le retard du premier débouché de l'onde du fait de l'augmentation de l'épaisseur totale de la cible. L'augmentation de la pression due à la désadaptation d'impédance est mise en évidence pour chaque milieu d'ablation avec une vitesse du premier débouché plus importante. L'augmentation de la mise en vitesse est moindre sur le composite époxy que sur l'aluminium car la différence d'impédance Z est plus faible entre les milieux d'ablation et le composite qu'avec l'aluminium. Pour le milieu ablateur ruban adhésif noir, Gay observe que la durée du pic à mi-hauteur est supérieure à celle des autres profils, ce qui traduit l'allongement de la durée du plasma à la surface du milieu ablaté. Expérimentalement, la bande adhésive ne reste pas solidaire du matériau cible suite au choc du fait des faibles propriétés d'adhésion du liant.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Ref	Caractéristiques du choc				Interaction laser-matière		Caractéristiques géométriques	Vitesse (1er débouché)	
	τ (ns)	D_{foc} (mm)	E (J)	Φ ($GW.cm^{-2}$)	Revêtement	Confinement	Matière / Épaisseur (µm)	Amplitude ($m.s^{-1}$)	Durée (ns)
a	9,3	1,6	0,13	0,70	/	eau	Alu / 505	113	45
b	9,5	1,6	0,13	0,68	peint noire	eau	Alu / 510 + 20	136	40
c	9,8	1,6	0,13	0,66	ruban noir	eau	Alu / 500 + 150	150	58
d	9,3	2,5	0,23	0,50	/	eau	composite 4 / 610	96	17
e	9,3	2,5	0,23	0,50	peint noire	eau	composite 4 / 600 + 15	102	25
f	9,2	2,5	0,23	0,51	ruban noir	eau	composite 4 / 580 + 150	110	32



(a) **(b)**

Figure I.21 : Profils de vitesse de surface libre d'échantillons revêtus de différents milieux d'ablation : cible d'aluminium (a), composite époxy 4 plis (b) et paramètres de choc correspondants [GAY11]

I.2.2.2 Propagation d'onde de choc

Une onde de choc peut se définir comme la propagation d'une discontinuité de pression au sein d'un milieu. On considère que la matière se comporte alors comme un fluide (hypothèse hydrodynamique), dont la densité augmente avec le passage de l'onde de choc. Le système est alors décrit par sa pression P, son énergie interne E et sa masse volumique ρ (on parle aussi de volume spécifique V = 1 / ρ). On définit également les variables cinétiques u la vitesse matérielle et D la vitesse de l'onde de choc par rapport au milieu dans lequel elle se propage.

En appliquant les trois équations hydrodynamiques de conservation (masse, énergie et quantité de mouvement) au système entre un état 0 (avant le passage du front de choc) et un état 1 (après passage du front de choc) on définit les équations de Rankine-Hugoniot [ANT03] :

Masse : $$\rho_0(D_{01}-u_0)=\rho_1(D_{01}-u_1)$$

Energie : $$E_1-E_0=\frac{1}{2}(P_1+P_0)(\frac{1}{\rho_0}-\frac{1}{\rho_1})=\frac{1}{2}(P_1+P_0)(V_0-V_1)$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Quantité de mouvement : $$P_1 - P_0 = \rho_0 (D_{01} - u_0)(u_1 - u_0)$$

Les 3 grandeurs P, V et E sont reliées entre elles par l'équation de Mie-Grüneisen, équation d'état propre à chaque matériau :

$$P - P_{ref} = \frac{\Gamma}{V}(E - E_{ref})$$

Avec Γ le coefficient de Grüneisen propre à chaque matériau et P_{ref} et E_{ref} la pression et l'énergie de référence d'un milieu donné. La célérité de l'onde de choc D est reliée à la vitesse matérielle u par la relation suivante :

$$D = C_0 + s \,.\, u$$

Avec s la constante d'Hugoniot et C_0 la vitesse hydrodynamique de l'onde sonore dans le milieu. La propagation de l'onde dans le matériau se fera sous la forme d'une onde élastique pour une amplitude relativement faible. On définit ainsi la limite élastique d'Hugoniot P_{HEL} :

$$P_{HEL} = 1 + \frac{\lambda}{2\mu}\sigma_{Y0}$$

λ et μ les coefficients de Lamé et σ_{Y0} la limite élastique du matériau. La pression de choc P est alors donnée par la relation suivante :

$$P = \rho_0 \,.\, C_0 \,.\, u$$

Pour des pressions supérieures à P_{HEL} une onde plastique se superpose à l'onde élastique, mais se propagera à une vitesse plus lente. Pour les pressions relativement faibles utilisées dans cette étude, on considère que l'on reste dans le domaine élastique. Cette affirmation devra être vérifiée. On définit grâce aux équations précédentes l'ensemble des états de pression P et de volume V accessibles par la courbe d'Hugoniot (Figure I.22) :

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

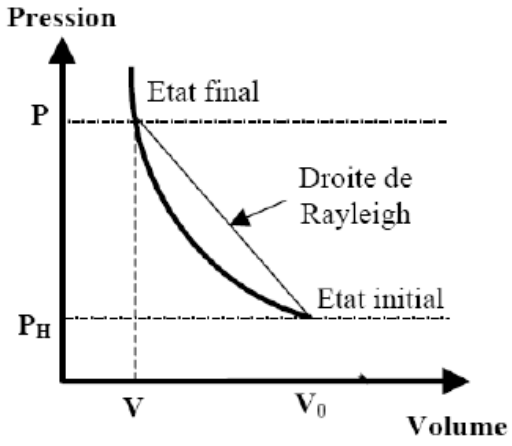


Figure I.22 : Courbe d'Hugoniot

On accède à l'ensemble des états de pression en fonction de la vitesse matérielle en traçant la polaire de choc propre à chaque matériau (Figure I.23).

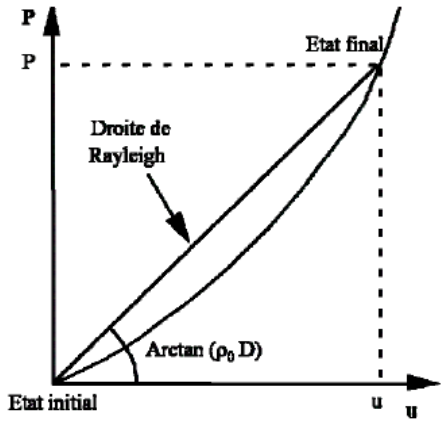


Figure I.23 : Courbe de polaire de choc

La droite de Rayleigh relie l'état initial à l'état final, et a pour pente l'impédance de choc Z, définie comme :

$$Z = \rho_0 . C_0$$

Avec ρ_0 la masse volumique en $g.cm^{-3}$ et C_0 la célérité de l'onde dans le milieu en $cm.s^{-1}$.

Lorsqu'une onde de choc issue d'un milieu 1 rencontre une interface, elle est transmise dans le milieu 2 en onde de même nature. On assiste également à sa réflexion dans le milieu 1 en onde de traction ou de compression, en fonction de la nature de l'onde incidente et de l'impédance des deux milieux :

- si $Z_1 < Z_2$: l'onde réfléchie est de même nature que l'onde incidente
- si $Z_1 > Z_2$: l'onde réfléchie est de nature opposée à l'onde incidente
- si $Z_1 = Z_2$: il n'y a pas de réflexion, l'onde est seulement transmise

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Lors de la propagation d'un choc à la vitesse D_{01}, un faisceau d'ondes de détente se propage derrière le front de choc. Le sommet du faisceau de détente se propage à $C_1 + u_1$, vitesse plus importante que le front de choc, alors que la base de la détente se propage à $C_0 + u_0$, moins rapidement que le front de choc. Ainsi le somment de la détente rattrape le front de choc et l'atténue, pendant que la base s'étale (Figure I.24). C'est le phénomène d'amortissement hydrodynamique.

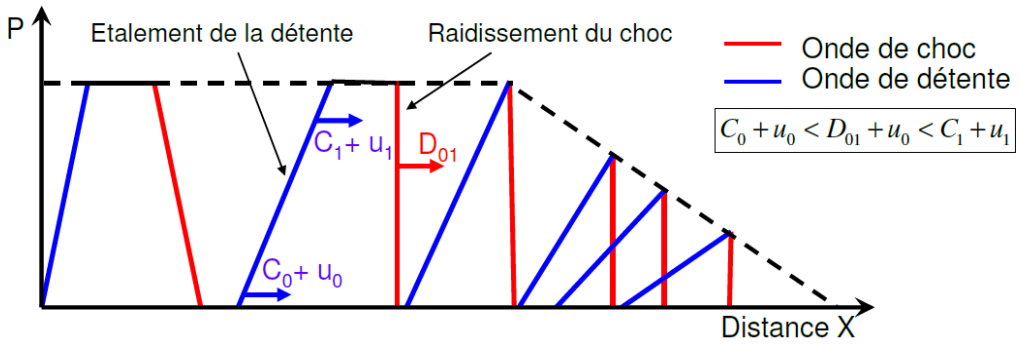


Figure I.24 : Propagation et amortissement hydrodynamique d'une onde de choc [GUE10]

I.2.2.3 Détermination de l'adhérence par LASAT

L'essai LASAT a tout d'abord été appliqué côté substrat (essai dit « face arrière ») sur des dépôts de faible épaisseur et peu adhérents [GUP90]. Il est mis en place sur des revêtements d'épaisseur moyenne depuis le début des années 2000 grâce aux avancées technologiques qui ont permis de réaliser des lasers de plus forte puissance [BER11, ARR13]. Ces études sont principalement menées sur échantillons, même si Boeing a développé ces dernières années un essai de contrôle sur pièces collées en matériaux composites [BOS09]. La détermination des contraintes au sein du système nécessite une bonne connaissance du comportement des matériaux en sollicitation dynamique, ainsi qu'un modèle de simulation numérique permettant de reproduire la propagation des ondes de choc au sein de la cible.

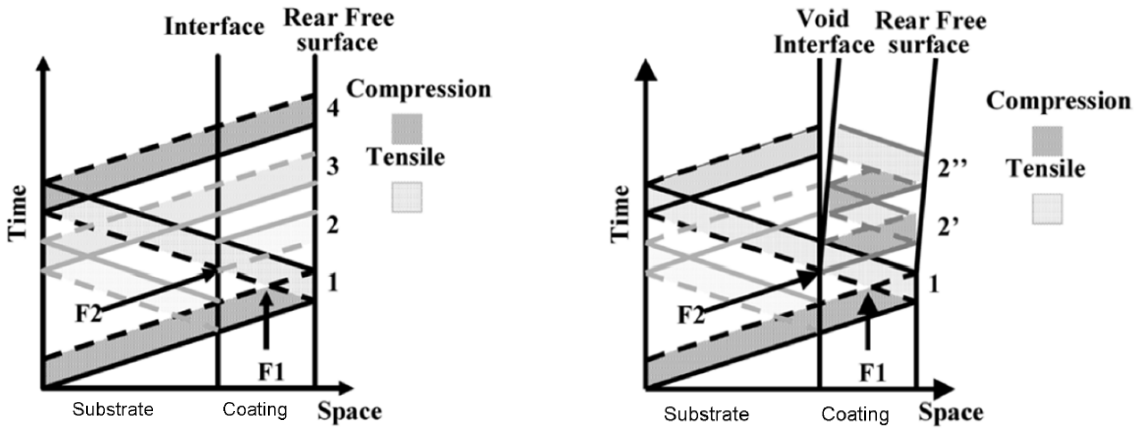
a) en configuration 1D

Historiquement, la première méthode utilisée pour déterminer quantitativement l'adhérence d'un revêtement a été le LASAT-1D. Dans cette approche, on suppose une propagation du choc monodimensionnelle. Ceci est vérifié pour les cibles de faible épaisseur (dépôt + substrat) ainsi que pour les diamètres de faisceau laser de dimension suffisante (cf. § I.2.2.3.b) et Figure I.27). Suite à la réflexion de l'onde principale en onde de traction au niveau de la surface libre (noté 1 sur la Figure I.25), l'interface est sollicitée en traction selon le mode I (point F2 sur la Figure I.25). On peut également accorder les épaisseurs de revêtement et de substrat de manière à ce que l'onde de traction réfléchie croise l'onde de détente incidente au niveau de l'interface. Les deux ondes se superposent alors et génèrent ainsi une surtraction (point F1 sur la Figure I.25). Si la résistance interfaciale du système est suffisament élevée (cas présenté sur la Figure I.25.a), l'interface reste intègre et l'onde poursuit sa propagation. Si elle est plus faible, cette même interface est fissurée (Figure I.25.b). Alors la propagation des ondes est modifiée du

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

fait de la création d'un décollement qui crée un vide et des surfaces libres supplémentaires. Cela se traduit par la présence de nouveaux débouchés de l'onde à la surface du dépôt (numérotés 2' et 2'' sur la Figure I.25) différents de ceux issus d'une propagation sans endommagement (numérotés 2, 3 et 4 sur la Figure I.25). Ces deux modes de réponse avec ou sans endommagement conduisent donc à des profils temporels de vitesse en face avant (côté dépôt) différents au cours du choc. On peut alors déterminer qualitativement et de manière non invasive l'état de l'interface à l'aide selon le profil temporel enregistré par un dispositif de diagnostic en temps réel (VISAR par exemple cf § I.3.5.1). En pratiquant une série de tirs, on obtient ainsi un seuil d'énergie minimal pour lequel on crée une fissure interfaciale ou un seuil maximal pour lequel aucune fissure n'est enregitrée. On définit ainsi un seuil d'adhérence. Il s'agit ensuite de déterminer la valeur de la contrainte réelle appliquée au niveau de l'interface. Sa détermination dépend de nombreux phénomènes relatifs à la propagation des ondes de choc. Pour des systèmes simples (matériaux aux propriétés orthotropes, épaisseurs et microstructures reproductibles d'un échantillon à l'autre) et en supposant une traction uniaxiale, l'adhérence du système peut alors être évaluée par un code de calcul hydrodynamique.

Pour mener à bien cette quantification, il est nécesaire de connaître le profil temporel initial du choc à la surface du métal (face arrière). Une approche qualitative peut toujours être menée sur un système aux épaisseurs de revêtements et microstructures identiques en s'appuyant uniquement sur l'enregistrement de tirs à densité de puissance croissante sur un même échantillon jusqu'à obtenir la fissuration de l'interface. Dans notre cas, on définit alors un « seuil LASAT » (en GW/cm^2) que l'on choisit comme la plus faible densité de puissance laser pratiquée entrainant l'apparition d'une fissure. Plusieurs échantillons peuvent alors être comparés qualtitativement selon leur « seuil LASAT », ce qui permet d'effectuer un classement relatif de leur adhérence.



(a) sans rupture de l'interface **(b) avec rupture de l'interface**

Figure I.25 : Diagrammes (X,t) de la propagation d'une onde de choc dans un système bi-couche [BOL07]

Pour des dépôts de faible épaisseur, l'intensité de la contrainte en traction responsable de la fissuration peut être estimée à partir des mesures de vitesse de surface libre selon l'expression suivante :

$$\sigma = \frac{1}{2} Z.\Delta U$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

avec Z l'impédance du revêtement et ΔU la différence de vitesse entre les deux premiers débouchés au niveau de la surface libre (1 et 2' sur la Figure I.25.b). On obtient toutefois une valeur approchée qui néglige de nombreux phénomènes de propagation d'onde.

b) en configuration 2D

L'application d'un choc laser sur des épaisseurs de cible d'épaisseurs toujours plus importantes requiert la prise en compte des effets 2D, ou effets de bord. Les paragraphes précédents supposaient une propagation des ondes purement 1D et la prise en compte des contraintes calculées au centre de la zone choquée, (approximation valable pour des diamètres de choc laser très supérieurs par rapport à l'épaisseur du substrat, [CUQ10]). Mais l'application de l'essai LASAT sur des cibles dont l'épaisseur est proche du diamètre de choc nécessite la prise en compte d'effets de propagation dans tout l'espace occupé par l'onde au cours du choc et non uniquement sur une ligne dans l'axe du choc. En s'écartant de l'axe du choc et en s'approchant de la périphérie de la zone de choc, on peut avoir des efforts dans la direction perpendiculaire à la propagation de l'onde qui modifient l'allure spatiale du front de l'onde sur les bords de la zone choquée. Les effets bidimensionnels de propagation ont été mis en évidence dans plusieurs études [ARR04], [BOL04], [BOU07], [GUE10] et étudiés plus en particulier par J-P Cuq-Lelandais sur cibles mono-couches principalement avec de premiers essais sur barrière thermique indutrielles obtenues par EB-PVD [CUQ10, FAB13-2]. Cuq-Lelandais a ainsi montré que certaines approximations mono dimensionnelles effectuées par le passé nécessitaient la prise en compte des effets de bord de la tache focale (notamment pour les faibles diamètres de faisceau laser). Fabre [FAB13] a ensuite utilisé ces effets pour caractériser l'adhérence de revêtements céramique EB-PVD et développer un essai d'adhérence sur les systèmes industriels.

Les effets de bord sont mis en évidence sur la Figure I.26. Suite à un choc laser (en bas à gauche) l'onde principale en compression est formée. Lors de sa propagation apparaissent à l'extrémité du front de choc des composantes circulaires, également appelées secondaires. Les ondes se propageant vers l'extérieur sont en compression, alors que les ondes se propageant vers l'intérieur du choc sont en traction. Pour les cibles de forte épaisseur la propagation des ondes circulaires secondaires en compression peut alors étendre la surface chargée à des diamètres plus importants que le diamètre de choc initial. A l'intérieur et autour de l'axe de symétrie du choc, les contraintes en traction peuvent se rejoindre et former alors une surtraction axiale, appelée également effets de bord axiaux.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

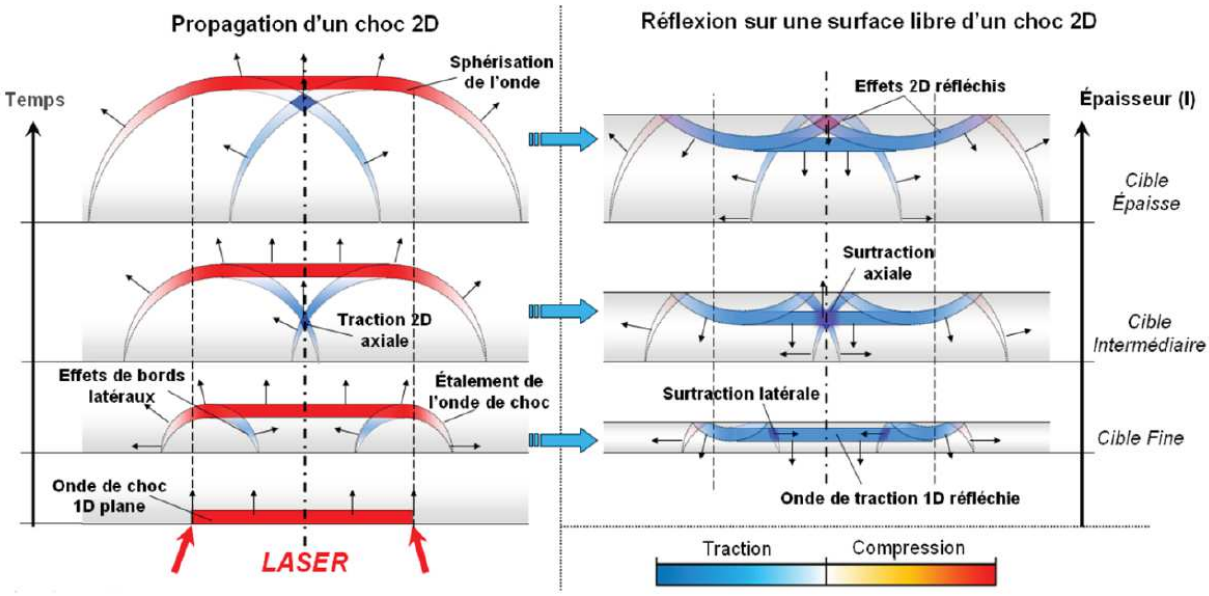


Figure I.26 : Propagation des ondes bidimensionnelles en fonction de l'épaisseur de la cible [CUQ10]

Pour les cibles d'épaisseur faible par rapport au diamètre de choc, ces phénomènes n'ont pas le temps de prendre de l'importance et peuvent être négligés au centre et au milieu du choc. On peut noter des surtractions lors de la superposition de l'onde principale réfléchie et des ondes secondaires en traction (notées surtraction latérale en bas à droite sur la Figure I.26). Les contraintes obtenues sont très proches de celles obtenues avec un choc monodimensionnel. Pour des cibles d'épaisseur moyenne, le croisement de l'onde principale réfléchie avec la poche de traction axiale génère une forte surtraction sur une zone très limitée dans l'espace (surtraction axiale à droite sur la Figure I.26). Enfin pour des cibles de forte épaisseur, pendant l'incidence (1er aller de l'onde principale) la poche de traction 2D axiale va pouvoir se rapprocher spatialement de l'onde principale en compression et contribuer à l'atténuer. Ces effets de bords que l'on dénomme aussi ondes secondaires entrainent alors un ensemble de sur-contraintes et/ou atténuations de l'intensité de l'onde principale. Il s'en suit alors une augmentation ou une réduction de la surface sollicitée par rapport aux conditions 1D. De manière générale, on définit ainsi les effets 2D comme l'ensemble des phénomènes issus des effets de bord qui permettent la modification de l'intensité de l'onde principale par superposition (amplification ou atténuation) des ondes secondaires avec l'onde principale.

Cuq-Lelandais [CUQ10] a alors mis en place un formalisme permettant une classification des différents modes de sollicitation avec la prise en compte des effets de bords et de propagation bidimensionnelle. Il définit ainsi les paramètres géométriques D (diamètre du faisceau laser) et L (épaisseur totale de la cible). Il montre que pour une cible monocouche et un rapport L/D figé on génère un même profil radial de contrainte axiale (toujours dans la direction de propagation), à un facteur multiplicatif près selon l'intensité maximale du choc appliqué. La Figure I.27 présente differents profils types de la distribution radiale des maxima de contraintes normalisées qui correspondent à différentes gammes de rapport L/D dans le cas de l'aluminium pur.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

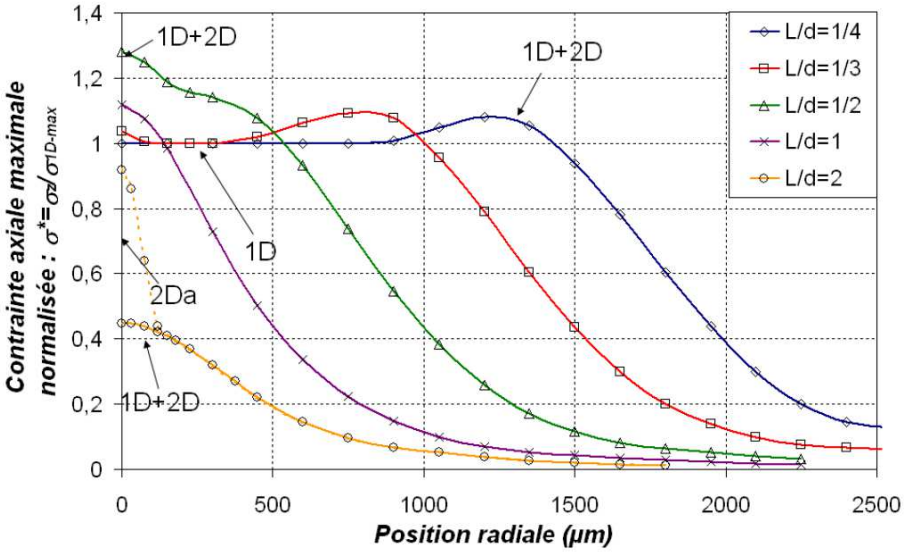


Figure I.27 : Répartition radiale des maxima de contraintes axiales en traction pour différents rapports L/D (Aluminium épaisseur L = 1 mm, temps d'impulsion du laser 3 ns) [CUQ10]

Pour un rapport L/D < 0,25 le profil de contrainte peut être assimilé à un profil monodimensionnel avec un profil plat au centre. Cependant, même sur ce cas qualifié de 1D (si l'on s'intéresse uniquement au centre de la zone choquée) montre des effets 2D responsables d'une sur-intensité de contrainte en traction en bordure de choc. Pour un rapport L/D > 0,5 les effets de bord modifient grandement le profil radial notamment au centre par rapport au cas 1D. L'onde principale plane est atténuée et son rayon fortement diminué. En revanche une surtraction avec un maxima dans l'axe du choc est apparue. On obtient alors une contrainte au centre du choc supérieure à la contrainte initiale de référence (cas 1D). Le profil radial de contrainte dépend donc fortement du rapport L/D. Cuq-Lelandais montre ainsi que cette variation radiale de la contrainte permet d'obtenir des décohésions de diamètres supérieurs ou inférieurs au diamètre de choc, ou localisées au niveau des zones de sur-intensité ce que l'on retrouve expérimentalement sur la Figure I.28.

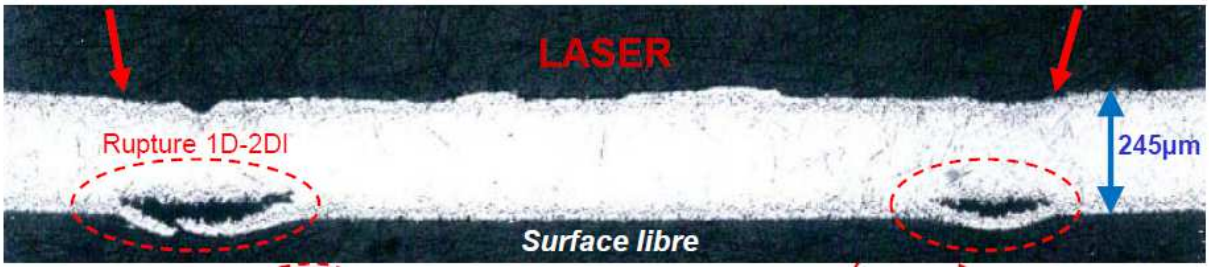


Figure I.28 : Endommagement latéral par choc laser sur titane (LULI 4,8 TW/cm^2, d_{laser} = 2 mm, temps d'impulsion du laser 0,3 ns) [CUQ10]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

La courbe LASAT-2D est définie comme l'évolution des diamètres de fissures générées par LASAT en fonction de la densité de flux laser. A partir des diamètres de fissure obtenus pour plusieurs densités de puissance laser, Fabre a proposé d'étudier en détail l'apport des courbes LASAT-2D obtenues par des tirs en face arrière sur des barrières thermiques EB-PVD pour mesurer qualitativement un niveau d'adhérence du revêtement céramique [FAB13-2]. Il montre également la répétabilité de l'essai sur plusieurs échantillons présentant a priori un niveau d'adhérence équivalent (Figure I.29). La comparaison entre différents échantillons doit cependant s'effectuer sur des systèmes suffisament robustes, ce qui se traduit par une épaisseur et une microstructure maitrisée dans le cas de la caractérisation de dépôts. Dans le cas particulier des revêtements EB-PVD, le type de structure colonnaire de la céramique semble jouer un rôle important (cf. paragraphe II.1.1 et Figure II.8). L'essai LASAT peut donc être utilisé pour évaluer de manière qualitative la résistance interfaciale pour deux échantillons d'épaisseur L identique et pour un même diamètre de choc D. Une courbe LASAT-2D située à de plus faibles diamètres traduit une meilleure adhérence. Il parvient ainsi à classer l'adhérence de plusieurs échantillons présentant différentes préparations de surface de la sous-couche, ce qui permet notamment de mettre en évidence l'influence de la rugosité de l'interface métal-zircone sur les propriétés d'adhérence du revêtement (Figure I.30). Le vieillissement du système par cyclage thermique est également mis en évidence par les courbes LASAT-2D : on observe un décalage de la courbe vers les plus grands diamètres de décohésion (Figure I.31).

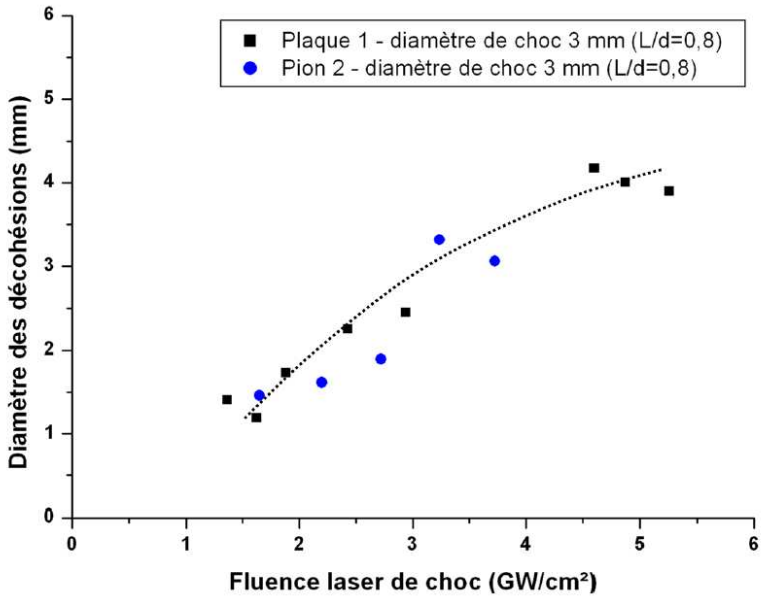


Figure I.29 : Courbe LASAT-2D expérimentale caractéristique de la résistance interfaciale du système barrière thermique EB-PVD [FAB13]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

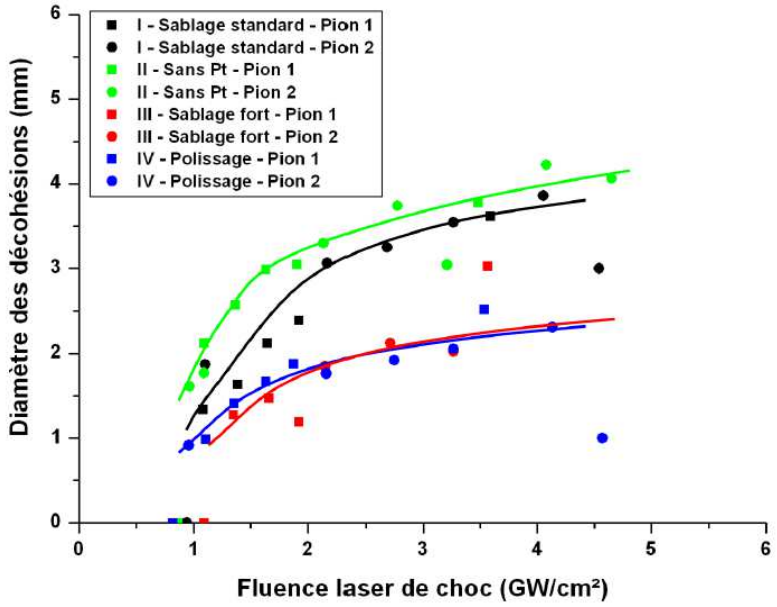


Figure I.30 : Courbes LASAT-2D pour 4 préparations d'interface différentes (I à IV) obtenues à l'état brut de production [FAB13]

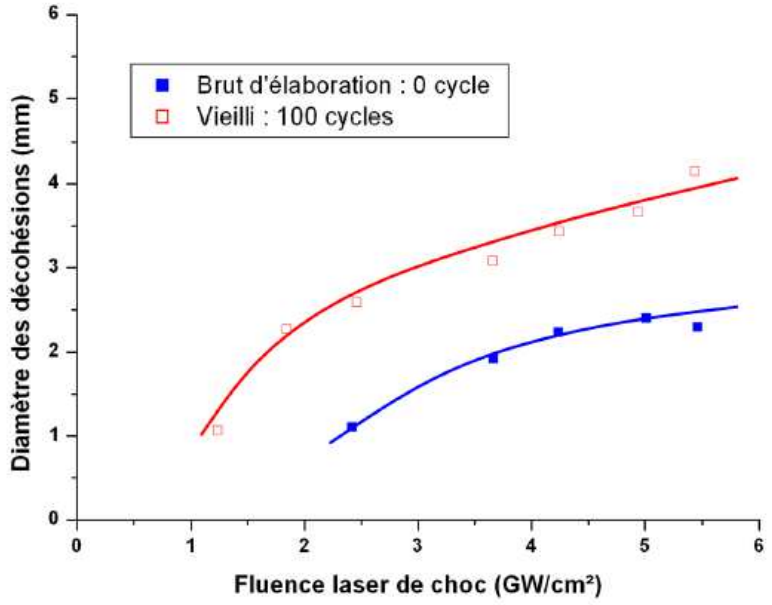


Figure I.31 : Courbes LASAT-2D obtenues sur systèmes barrière thermique EB-PVD brut d'élaboration et vieilli 100 cycles de 1h à 1100°C sous air [FAB13]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'évaluation des contraintes interfaciales est réalisée à partir d'une simulation numérique. Fabre met ainsi en évidence l'influence de l'anisotropie du superalliage monocristallin sur la propagation des ondes de choc. Ce paramètre devra donc être pris en compte et contrôlé par la suite. Le relevé des contraintes en traction au niveau de l'interface permet d'estimer le chargement responsable de la rupture du système (Figure I.32). En supposant un critère de rupture fragile qui entraîne une décohésion de l'interface dès que l'on dépasse un seuil choisi (qui sera notre seuil d'adhérence), il est alors possible d'évaluer la longueur de l'interface fissurée relative aux points qui subissent des contraintes égales ou supérieures à ce seuil. Si l'on choisit numériquement différents seuils on peut alors constituer des abaques numériques de courbes LASAT-2D simulées permettant la quantification d'une résistance interfaciale ou adhérence par superposition avec les courbes ou points expériementaux (Figure I.33 et Figure I.34). Deux approches numériques sont envisageables. On peut implémenter un critère de rupture qui supprimera le comportement mécanique des mailles interfaciales qui subissent une contrainte supérieure au seuil défini. L'autre solution consiste à repérer a posteriori dans un modèle sans critère de rupture les mailles pour lesquelles la contrainte a dépassé le seuil de rupture. Lors de l'implémentation d'un critère de rupture au sein du modèle numérique il peut toutefois apparaitre des artefacts numériques de fortes contraintes à proximité des mailles supprimées. Ils tendent alors à surévaluer les contraintes à l'interface et à majorer les longueurs de fissures. Fabre a choisi d'utiliser un modèle sans critère de rupture dans Abaqus / Explicit alors que Cuq-Lelandais a implémenté un critère de type cut-off (rupture fragile au-dessus de la contrainte seuil) dans Radioss.

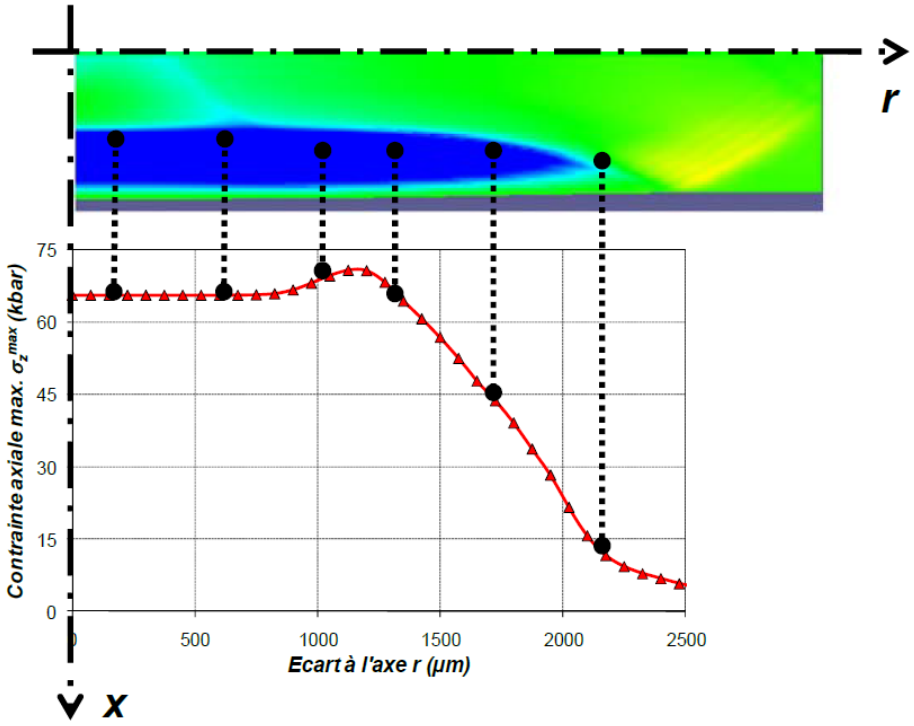


Figure I.32 : Répartition radiale des contraintes en traction axiale relevées sur une simulation numérique 2D axisymétrique [CUQ10]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Cuq-Lelandais (Figure I.33) évalue ainsi la résistance interfaciale d'une plaque d'AM1 revêtue de zircone ytriée EB-PVD à 0,62 +/- 0,21 kbar. Fabre (Figure I.34) obtient lui une adhérence de 350 +/- 50 MPa pour le système de référence.

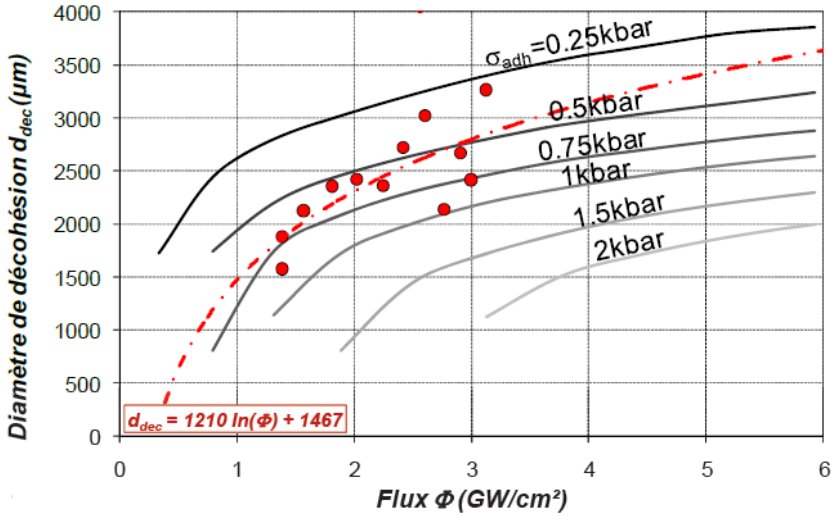
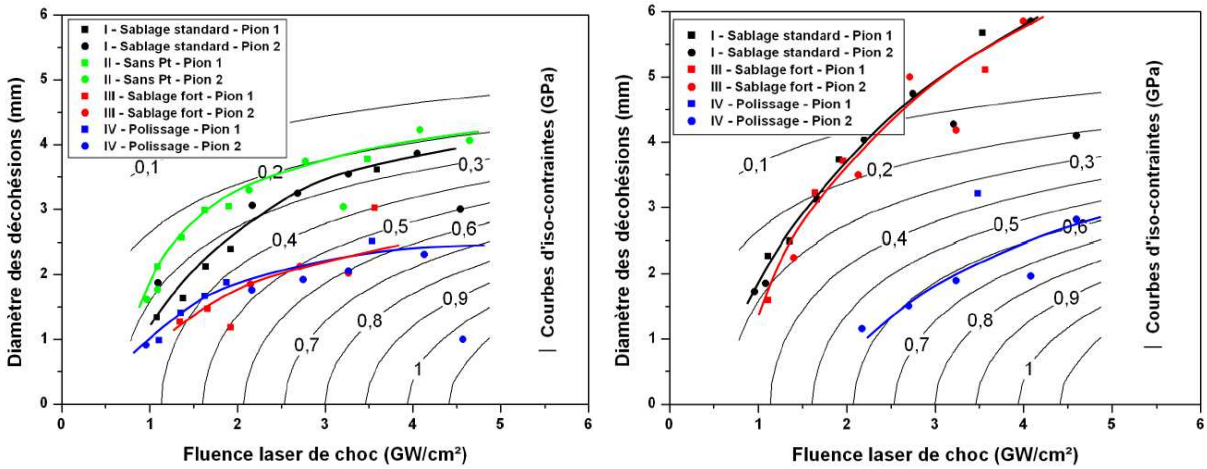


Figure I.33 : Comparaison expérience / numérique de l'évolution du diamètre de fissure en fonction du flux (courbes grises : résultats numériques pour différents seuils d'adhérence ; points rouges diamètres expérimentaux mesurés) [BAR06, CUQ10]



(a) **(b)**

Figure I.34 : Comparaison des courbes LASAT-2D expérimentales aux abaques d'adhérence pour des tirs effectués en face arrière (diamètre du faisceau 3 mm) sur barrière thermique brute de production (a) et vieillie 200 cycles de 1h à 1100°C (b) [FAB13]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

I.2.2.4 Choc en face avant (côté revêtement)

La volonté de caractériser par LASAT les revêtements déposés sur un substrat très épais ou sur des pièces industrielles a toujours été forte. L'essai LASAT classique en face arrière (implémenté sur le côté substrat) nécessite une faible épaisseur totale de la cible (de l'ordre du mm) afin de créer une onde réflechie de traction après passage sur la surface libre du dépôt. Une trop grande distance de propagation de l'onde induit alors un amortissement de l'intensité et de la portée du choc. Plusieurs approches ont été développées dans la littérature afin de s'affranchir de cette réflexion sur une surface libre et de créer tout de même une traction susceptible de fissurer l'interface.

Oltra [OLT99, OLT01] a utilisé un laser pulsé pour la quantification de l'adhérence d'un oxyde sur un acier. Si le laser nanoseconde utilisé et appliqué directement sur la couche d'oxyde semble témoigner d'un essai d'adhérence comparable à l'essai LASAT, on utilise ici l'absorption de l'énergie du laser directement à l'interface métal/oxyde pour générer ensuite une expansion thermoélastique qui sera responsable de l'écaillage. Le laser traverse donc un oxyde transparent à sa longueur d'onde ce qui permet une interaction directe du laser avec le métal à l'interface. Cet essai face avant n'est pas comparable avec l'essai LASAT et est forcément destructif.

Bolis a démontré la faisabilité d'un essai LASAT en face avant (choc côté revêtement) sur un substrat de cuivre revêtu de nickel [BOL04-2]. Cette possibilité de fissuration n'est applicable que dans le cas où l'impédance de choc du revêtement est plus grande que celle du substrat (Figure I.35.a). L'onde initiale en compression est alors réfléchie en onde de compression lors du passage de l'interface revêtement/substrat. Elle se réfléchit alors en onde de traction au niveau de la surface libre avant de fissurer éventuellement l'interface.

Cuq-Lelandais [CUQ10] a utilisé les effets de bords axiaux pour solliciter l'interface en traction : on parle également de poche de traction axiale (cf. Figure I.26). Cette configuration (Figure I.35.b) permet alors de générer une traction dès l'aller de l'onde incidente (onde 2Da) indépendamment de la présence d'une surface libre ou de rapports d'impédance favorables. On préconise alors d'utiliser de faibles diamètres de choc (1 mm et moins) afin de favoriser un chargement bidimensionnel avec un rapport L/D > 2 (épaisseur de cible au moins deux fois plus grande que le diamètre du laser). En revanche cette configuration semble nécessiter l'utilisation de lasers de forte puissance (laser Alisé pour l'étude précédemment citée : 150 J, 3 ns pour des densités de puissance laser de l'ordre de 0,5 TW/cm^2 [CUQ10]).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

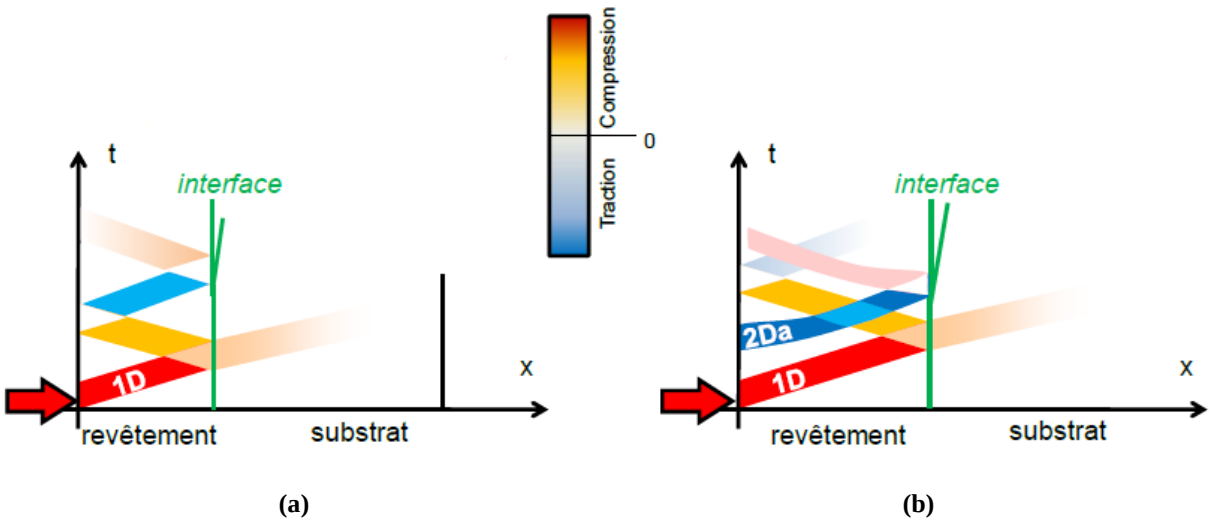


Figure I.35 : Configurations de choc LASAT en face avant et mécanismes associés [CUQ10]

G. Fabre a montré dans les perspectives de ses travaux de thèse qu'un tir laser effectué en face avant pouvait générer un choc fissurant, et ce même sur une aube de turbine revêtue, ce qui a conduit à mener les travaux de cette thèse. La zircone possède une impédance de choc plus faible que celle du substrat AM1, une fissuration pilotée par des rapports d'impédance favorables n'est donc pas envisageable. Les mécanismes permettant d'élucider la création d'une fissure sur ce système seront étudiés dans ces travaux.

I.3 Détection et dimensionnement de fissures interfaciales

L'essai de contrôle non destructif sur aube de turbine consiste à effectuer un tir sur une pièce à une densité de puissance, et donc une contrainte donnée. Pour une pièce présentant le niveau d'adhérence requis, aucune fissure n'est alors créée. Dans le cas contraire, la plus faible adhérence de la pièce incriminée se traduit par l'apparition d'une fissure interfaciale. L'utilisation de l'essai LASAT en tant que moyen de contrôle non destructif implique la détermination de l'observable qui permettrait de discriminer sans aucun doute une pièce présentant une fissure suite au tir LASAT et donc une mauvaise adhérence d'une autre. La mesure précise de la longueur de fissure est également un paramètre d'importance pour ces travaux, bien que non indispensable pour un essai de contrôle sur pièce où l'évaluation de la conformité d'une pièce serait binaire. On définit par la suite le caractère non destructif (ou non intrusif) de la méthode de détection de fissure comme permettant de détecter la présence d'une fissure sans remettre en cause une utilisation future de la pièce en fonctionnement. Cela comprend principalement toutes les techniques de diagnostic sans contact, et sans application d'un quelconque élément, fluide ou solide à la surface de la pièce susceptibles d'être source de contamination ou pollution. La technique la plus fiable pour détecter la présence et mesurer une fissure est l'observation au microscope d'une coupe métallographique. Elle sera utilisée comme référence et pour la localisation précise de l'endroit des décohésions. Le cas dit « d'envol d'écaille » pour lequel le dépôt est totalement éjecté suite à la décohésion est bien entendu détectable à l'œil et n'est pas évoqué. Les techniques de diagnostic de l'interface en temps réel nécessitent une

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

instrumentation lourde pour une application sur aube de turbine revêtue. La détection de la décohésion par interférométrie Doppler [BOL05], ou par émission acoustique des ondes de Rayleigh [IKE05] (laser ultrason), techniques non transposables en milieu industriel ne seront pas préconisées pour notre étude.

On souhaite évaluer ainsi quelles méthodes permettrait de détecter et/ou mesurer sans le moindre doute une fissure interfaciale, qui serait créée par LASAT sur une pièce de turbine revêtue.

I.3.1 En optique

La méthode la plus simple permettant de détecter la présence d'une fissure est l'observation à l'œil nu. Certaines céramiques comme l'hydroxyapatite possèdent des propriétés optiques remarquables qui permettent de révéler l'apparition d'une fissure par une modification de l'aspect visuel de la zone délaminée [GUI10]. On observe une « tache blanche » qui traduit la présence d'une fine couche d'air à l'interface du matériau (Figure I.36). Des observations métallographiques confirment la présence d'une fissure généralement située à l'interface métal-céramique. Fabre [FAB11] a également observé ce phénomène de tache blanche sur des structures de zircone yttriée EB-PVD colonnaires d'épaisseur de 180 µm. Dans certains cas, les taches blanches peuvent traduire des phénomènes de multifissuration au sein du revêtement. Cette plus grande blancheur est le résultat d'une plus grande réflectance de la zircone comme cela a pu être démontré par la simulation des propriétés optiques en présence d'une lame d'air d'1µm dans les travaux de Fabre [FAB13] (Figure I.37). La lumière traverse l'épaisseur de céramique et arrive à l'interface avec la sous-couche métallique. Si elle ne rencontre aucune fissure, le rayonnement est alors absorbé par le substrat céramique. Dans le cas où une fissure générée par LASAT est présente, le passage de l'interface zircone / air se traduit par une réflexion diffuse d'une partie du rayonnement. Cette fraction réémise en direction de l'observateur entraine une surintensité lumineuse au niveau de la zone fissurée (Figure I.38). C'est le phénomène optique simple de la tache blanche associée aux dépôts réfléchissants. Ce phénomène dépend principalement de la transmission de la lumière à travers le matériau et de la diffusion de la limère réflechie. Cela dépend donc de l'épaisseur et de la microstructure plus ou moins poreuse en sus des propriétés optiques intrinsèques liées à la structure cristalline et la nature des éléments qui la composent. Une trop forte épaisseur de revêtement empêcherait la transmission des faisceaux lumineux mais dans le cas des dépôts céramiques rencontrés on peut envisager d'appliquer cette méthode pour des dépôts allant jusque 250µm environ. Fabre a observé que la structure colonnaire des dépôts EB-PVD avait une influence sur le contraste rendu par ce phénomène. Les structures plutôt compactes avec des colonnes larges de zircone rendent plus difficiles ces observations contrairement aux structures plus fines et divisées qui présentent des colonnes plus étroites. Ce sont heureusement ces dernières qui sont recherhées industriellement. Fabre a également montré que la sous-stœchiométrie en oxygène de la zircone yttriée colonnaire qui pouvait être provoquée lors de la fabrication altérait les contrastes de la tache blanche en lumière naturelle.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

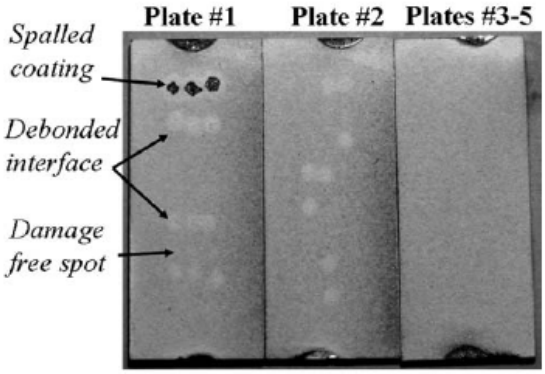


Figure I.36: Observation de zones claires correspondant à des fissures sur hydroxyapatite [GUI10]

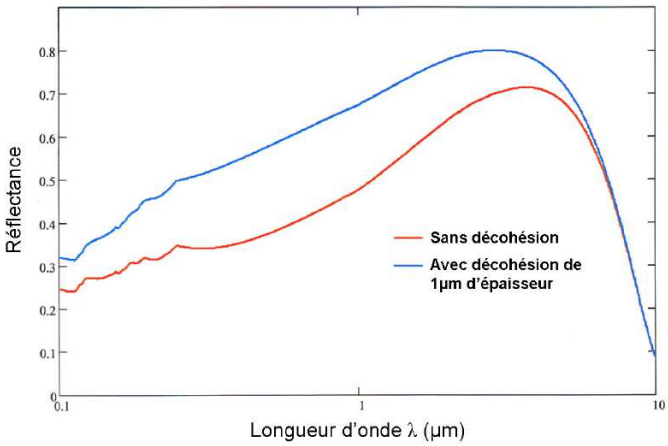


Figure I.37 : Modélisation de la réflectance d'une couche de zircone d'épaisseur 170 µm avec et sans la présence d'une lame d'air de 1 µm d'épaisseur [FAB13]

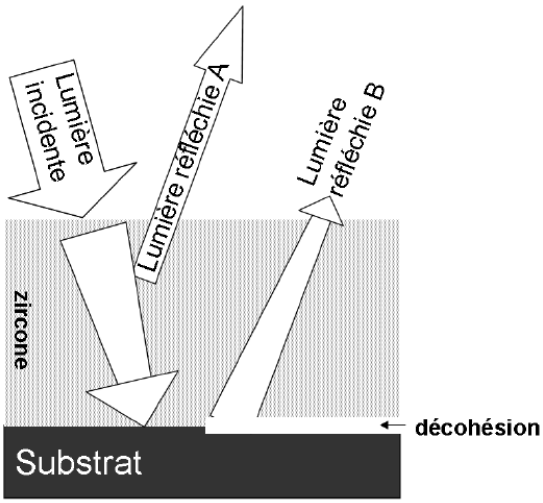


Figure I.38 : Explication du phénomène de tache blanche

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Des mesures expérimentales à plusieurs longueurs d'onde du visible de la réflectance de plusieurs céramiques fissurées suite à un choc laser montrent une augmentation du signal aux longueurs d'onde supérieures à 500 nm (Figure I.39). Fabre a mis en évidence à l'aide d'une caméra multispectrale de Lumière Technologie sur BT EB-PVD brute d'élaboration que la détection de fissure est facilitée par l'observation aux grandes longueurs d'onde du visible [FGG11]. Cette méthode permet d'obtenir une meilleure résolution que le scanner à plat optique suivi d'un ajustement de la luminosité et du contraste (Figure I.40). Cependant, il reste à démontrer qu'elle soit capable de détecter une fissure dans des conditions extrêmes (zircone sous-stœchiométrique, structure colonnaire à « larges colonnes »…).

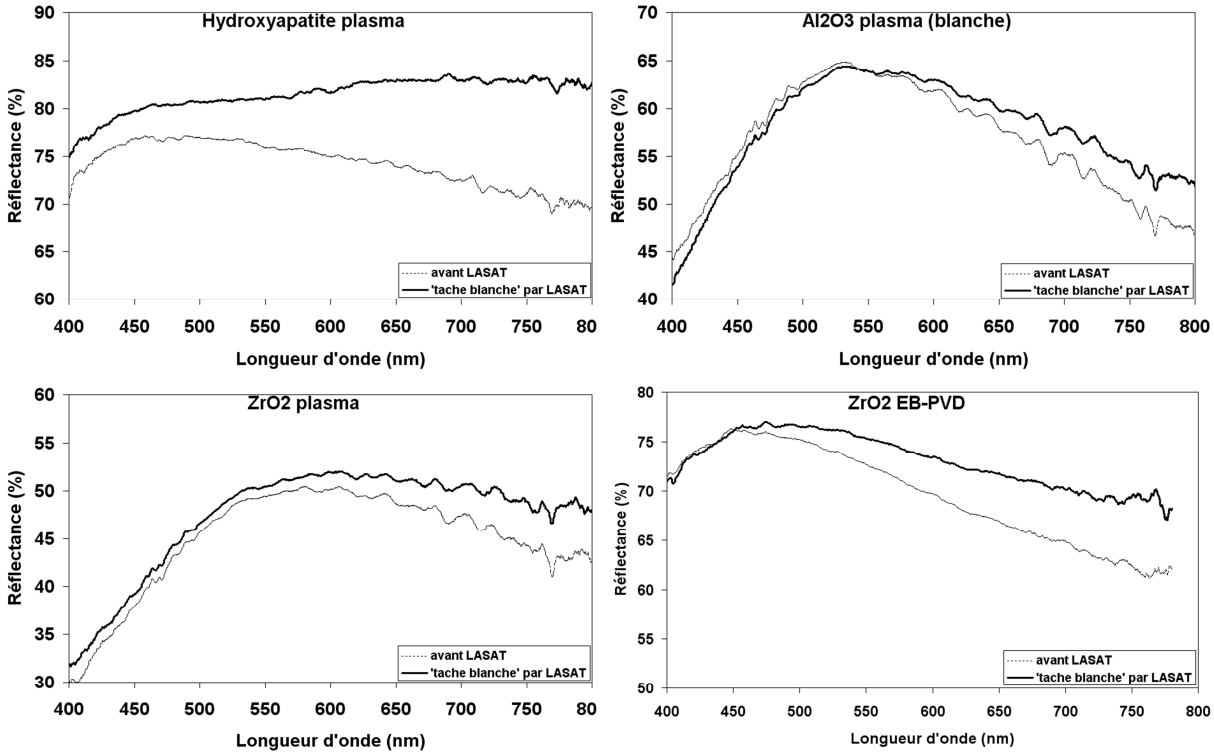


Figure I.39 : Spectres expérimentaux de la réflectance obtenus sur une tache blanche ainsi que sur une zone saine sur différents revêtements céramiques [GUI13] et notamment une zircone ytriée EB-PVD [FAB13]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

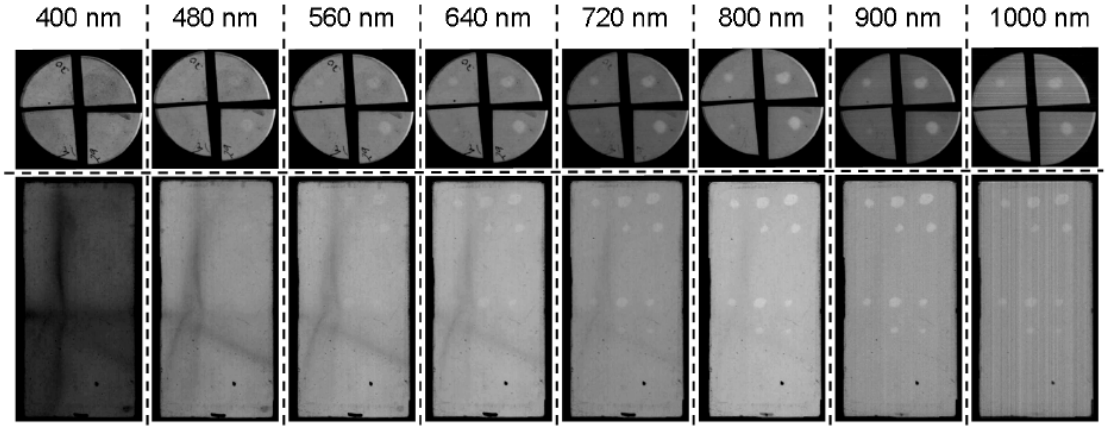


Figure I.40 : Mise en évidence par caméra multi-spectrale de la différence de réflectance observée aux grandes longueurs d'onde [FAB13]

I.3.2 En infrarouge

La thermographie infrarouge pulsée est une technique qualitative qui permet de détecter des défauts. Suite à une impulsion initiale de faible durée, un front de chaleur se propage à travers le matériau. La température en surface du matériau est enregistrée à l'aide d'une caméra infrarouge (IR) (Figure I.41). Dans le cas où un défaut serait présent dans le matériau, la diffusivité de la chaleur est modifiée localement. On observe alors une différence de température en surface entre les zones saines et les zones délaminées du système.

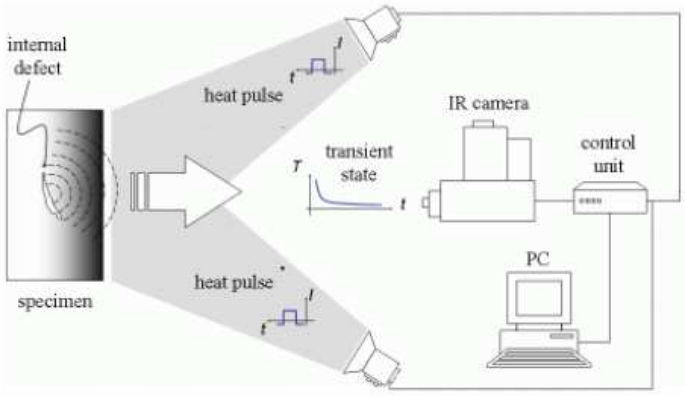


Figure I.41 : Représentation du système de thermographie infrarouge pulsé [BLA09]

On peut ainsi observer l'apparition d'un défaut et sa propagation sur un système revêtu de zircone yttriée (Figure I.42). La quantification de ces décohésions et leur évolution peuvent être déterminées grâce à la modification de la transmission et de la réflexion des flux thermiques entre la céramique et les couches métalliques [NEW05].

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

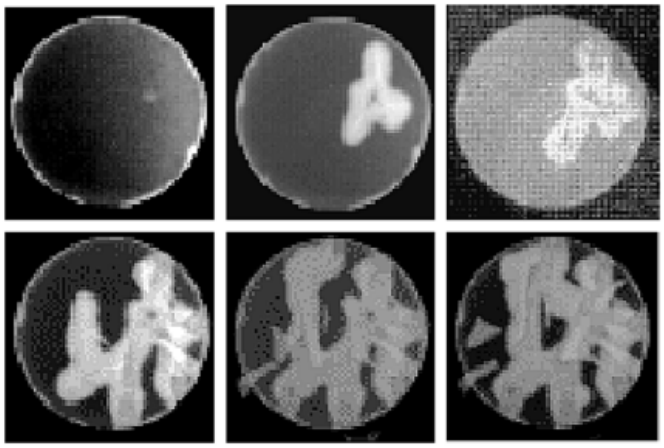


Figure I.42 : Observation par thermographie infrarouge de barrières thermiques : formation et propagation d'une zone délaminée lors du refroidissement après un vieillissement isotherme à 1177°C [NEW05]

Fabre a démontré que cette technique permet également de détecter les défauts créés suite à un choc laser en face arrière (Figure I.43). La mise en œuvre de cette technique ne permet pas une mesure précise des diamètres de fissure et demande à être approfondie. Elle sera donc plutôt préconisée pour une approche qualitative.

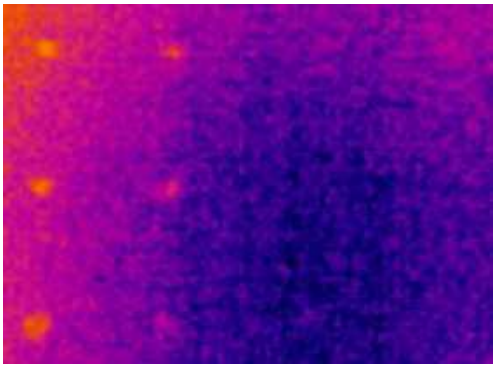


Figure I.43 : Identification de défauts à l'interface par thermographie infrarouge pulsé sur un système barrière thermique EB-PVD [FAB13]

I.3.3 En profilométrie

En cas de présence d'un défaut à l'interface, les revêtements soumis à des contraintes de compression peuvent mener à la formation d'un bombé ou d'une cloque [HUT92]. Ces décollements peuvent être mis en évidence en lumière rasante (Figure I.44). La mesure de la hauteur de ces bombés est effectuée à l'aide d'un profilomètre.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

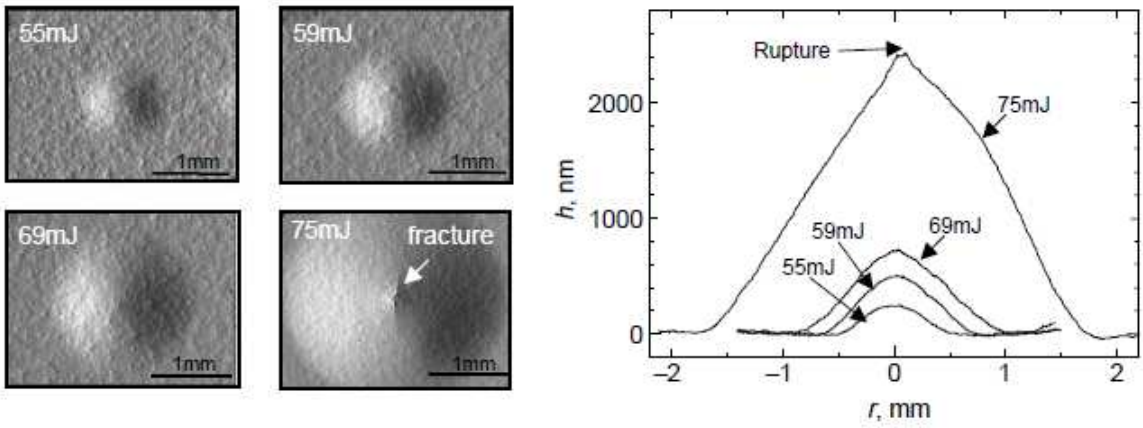


Figure I.44 : Photos en lumière rasante d'un revêtement CVD de carbone appliqué sur un substrat SiC décollé suite à un choc laser (durée d'impulsion de 3-5 ns à une longueur d'onde de 1064 nm) et relevés en profilométrie associés [IKE06]

Hutchinson et al. [HUT92] ont proposé un modèle analytique traitant du flambage d'un revêtement soumis à des contraintes de compression équiaxiales (Figure I.45). La mesure macroscopique de la hauteur du bombé peut alors être reliée à une sollicitation de compression en mode II. Ils montrent alors que lorsque la décohésion interfaciale est suffisamment importante, le revêtement s'éloigne du substrat en se déformant. On forme alors une cloque ou bombé. Cette cloque peut alors induire à son tour une force motrice sur l'extrémité de la fissure interfaciale. Pour une interface présentant une forte rugosité, le mode d'ouverture a une contribution importante sur la propagation de la fissure [SOU14]. Toutefois le modèle d'Hutchinson ne prend pas en compte la rugosité locale de l'interface et sous-estime alors l'influence du mode I de rupture.

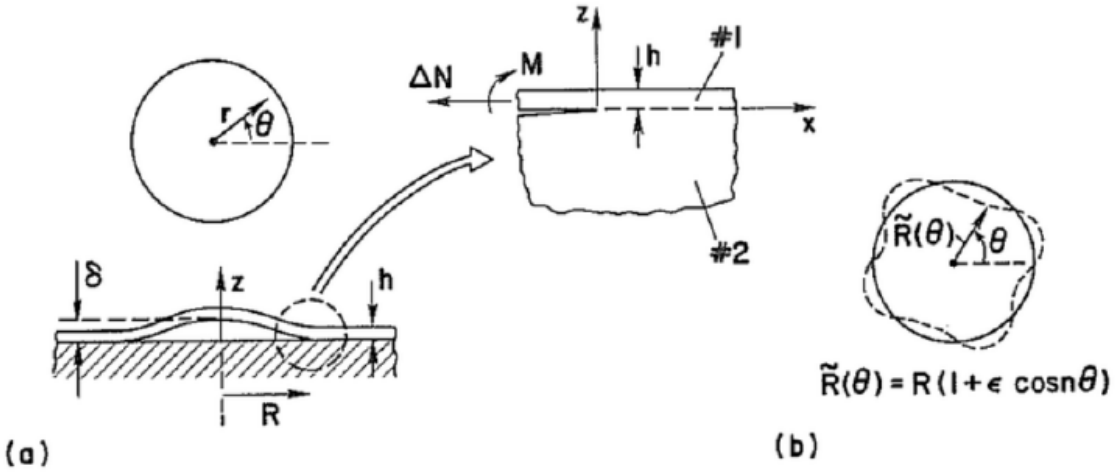


Figure I.45 : Modélisation analytique d'un disque soumis à une sollicitation de compression : conventions de notation (a) et perturbations du front de délaminage de forme circulaire (b) [HUT92]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Sur un système revêtu barrière thermique, Fabre a tracé la hauteur de décohésions obtenues suite à un choc laser en face arrière en fonction du diamètre de fissure sur une interface vieillie 100 cycles (Figure I.46). Il démontre alors que la hauteur des cloques est indépendante des conditions de choc pour un même échantillon. On suppose donc que la déformation observée n'est pas le résultat d'une déformation comme une sorte d'emboutissage de la zircone par les ondes de choc.

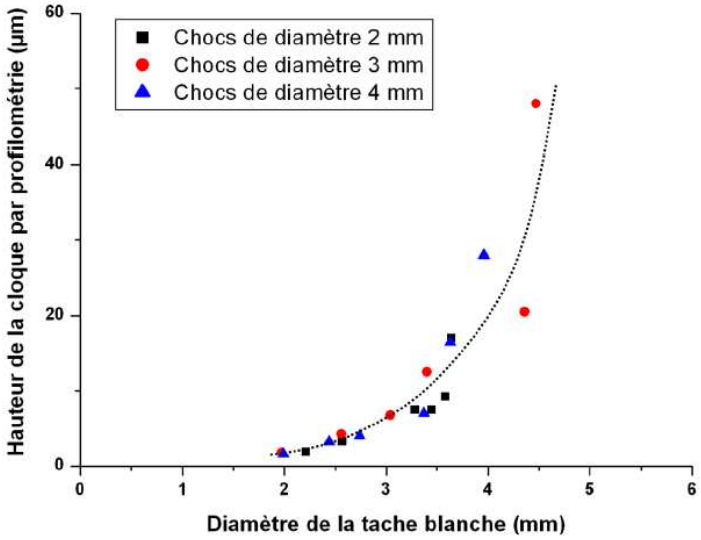


Figure I.46 : Hauteur de bombé obtenus suite à l'application d'essais LASAT en face arrière sur le système barrière thermique vieilli 100 cycles [FAB13]

La hauteur du bombé dépend toutefois des propriétés et dimensions du système. Le comportement élastique de la zircone yttriée ainsi que les contraintes résiduelles au sein de la couche d'alumine sont des facteurs qui peuvent expliquer une modification de la hauteur des bombés [FAB13]. Ainsi lors du cyclage thermique le frittage des colonnes de zircone tend à augmenter la raideur du revêtement. La hauteur du bombé serait alors réduite pour un même état de contrainte interne. Toutefois le cyclage thermique conduit à l'augmentation des contraintes au sein de l'alumine. Cet effet tend au contraire à augmenter la hauteur de bombé.

I.3.4 En piezospectroscopie

La technique optique de piezospectroscopie permet d'évaluer l'état des contraintes au sein de la fine couche d'alumine. Les rayonnements d'excitation et de désexcitation peuvent traverser la couche de zircone et donc renseigner de manière non destructive sur l'état de l'alumine sous-jacente [HEE05], [NYC03].

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

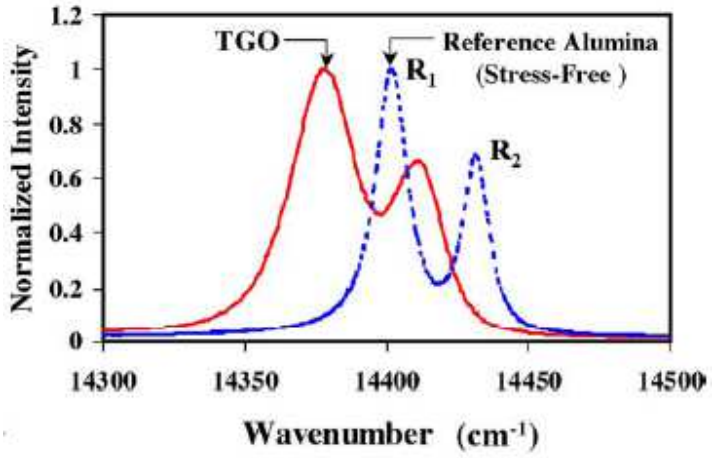


Figure I.47 : Décalage du spectre de fluorescence sur une alumine contrainte [WEN05]

Cette technique est majoritairement utilisée afin d'obtenir un spectre ponctuel (environ 100 µm²) sur des zones représentatives de l'échantillon (Figure I.47). Elle nécessite une référence déterminée afin d'évaluer la contrainte au sein de l'alumine. Le décalage spectral de la raie R_2 peut être relié à la contrainte en compression au sein de l'alumine [CLA97] :

$$\Delta\nu = 2/3 \text{ tr } (\Pi) \, . \, \sigma_B$$

Avec $\Delta\nu$ le décalage de la raie de fluorescence, Π le tenseur des coefficients piezospectroscopiques et σ_B la contrainte de compression plane biaxiale ($\sigma_B = \sigma_{xx} = \sigma_{yy}$; $\sigma_{zz} = 0$).

Elle n'est malheureusement pas adaptée pour mener rapidement une analyse systématique de l'ensemble de la surface d'un échantillon. C'est ainsi que l'ONERA (équipe DMSE de F. Lepoutre) a développé un équipement spécifique plus rapide consistant à ne relever que l'évolution de l'amplitude et de la durée de vie en désexcitation des pics de fluorescence en chaque point de l'échantillon (Figure I.48).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

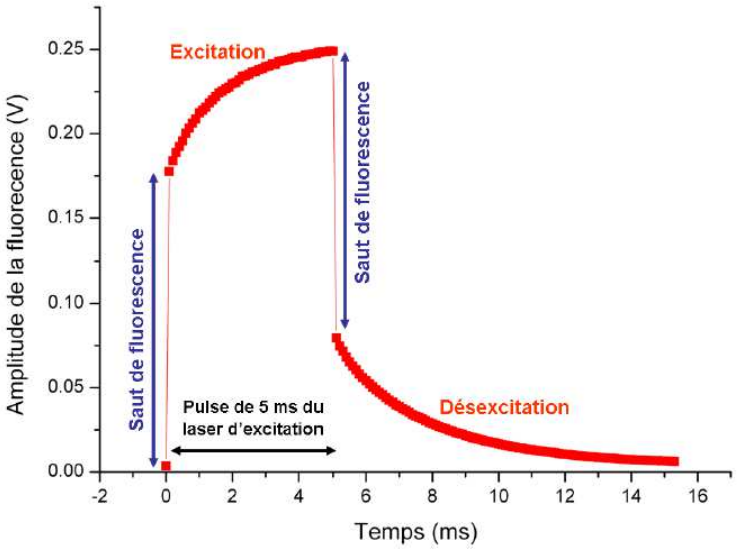


Figure I.48 : Evolution au cours du temps du signal de fluorescence [ONERA]

Le saut de fluorescence initial correspond aux perturbations issues de la présence du faisceau laser en surface de l'échantillon. Il s'en suit une augmentation de la fluorescence due à l'émission du signal de fluorescence par l'échantillon. Au bout de 5 millisecondes le faisceau incident est coupé : on ne mesure plus que la fluorescence issue de l'échantillon. Elle diminue ensuite selon une exponentielle décroissante. La décroissance exponentielle du signal de fluorescence est exprimée en chaque point par l'expression suivante :

$$I_F(t) = A\exp(-\frac{t}{\tau})^{\frac{1}{\gamma}} + B$$

Avec A l'amplitude de fluorescence (V), τ la durée de vie de la fluorescence (ms), γ l'exposant de décroissance et B le résidu (V). Quatre cartographies A, τ, γ et B peuvent donc être réalisées, chacune étant relative à l'un des paramètres cité. On obtient alors une cartographie de la surface de l'échantillon. P.-Y. Théry a montré dans ses travaux de thèse [THE07] que les cartographies en amplitude et en durée de vie étaient susceptibles de détecter des défauts au sein de la couche d'alumine. G. Fabre a observé dans ses travaux [FAB13] que ces mêmes cartographies nous renseignent de manière très précise sur la présence et la dimension des fissures créées par LASAT (en face arrière) à l'interface entre l'alumine et la zircone.

I.3.5 Diagnostic de l'interface en temps réel

La caractérisation des matériaux sous sollicitation dynamique nécessite des instrumentations permettant le diagnostic en temps réel. Si un certain nombre de ces méthodes sont non destructives, elles ne sont pas toutes adaptées et transposables sur des pièces à la géométrie complexe comme les aubes de turbine.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

I.3.5.1 Interférométrie Doppler VISAR

La mesure de la vitesse de surface libre est l'une des methodes qui permet d'obtenir des informations sur l'historique et la propagation d'un choc. Le VISAR (Velocimetry Interferometer System for Any Reflector) permet d'obtenir par effet Doppler ces relevés de vitesse. Lorsqu'un rayon lumineux de longueur d'onde λ_0 est réfléchi sur une surface en mouvement à la vitesse $u_s(t)$, la longueur d'onde du rayon réfléchi $\lambda(t)$ évolue selon la relation suivante :

$$\frac{\lambda(t)-\lambda_0}{\lambda_0}=\frac{2.u_s(t)}{c}$$

avec c la célérité de la lumière dans le vide. Le rayon réfléchi est alors collecté et traité par un interféromètre de Michelson. La formation et le défilement des franges d'interférence permettent alors de déterminer un déplacement de la surface au cours du temps (Figure I.49).

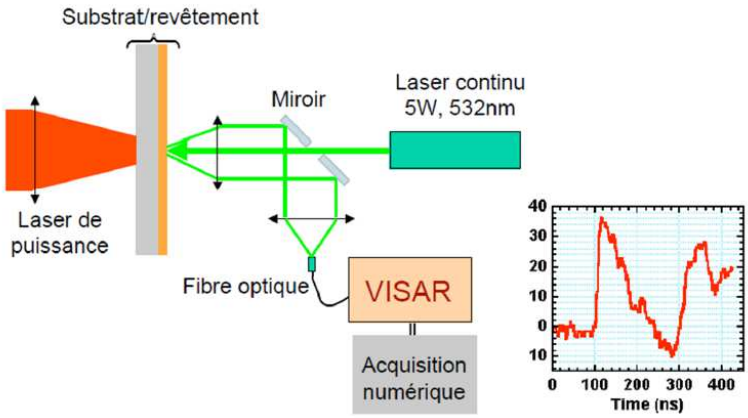


Figure I.49 : Dispositif de diagnostic VISAR appliqué sur un essai LASAT [FAB13]

I.3.5.2 Capteur électromagnétique acoustique

Le test d'adhérence par choc laser est actuellement développé par Boeing sur des assemblages collés de composites à fibres de carbone [BOS09]. A l'aide d'un système portable, un choc laser de référence est appliqué sur un revêtement sacrificiel (matériau dit ablateur) au niveau des zones à contrôler. Le système est couplé à un capteur électromagnétique acoustique (Electromagnetic Acoustic Transducer EMAT) qui permet de détecter les ondes de choc au niveau de la surface opposée au choc. Grace à l'analyse de ces signaux, on détermine alors si l'interface a été rompue. Cette technique nécessite cependant un accès à la surface libre du système (intérieur de la pièce), ce qui est malheureusement difficilement transposable sur aube de turbine revêtue.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Conclusion

L'endommagement des systèmes barrière thermique résulte de nombreux phénomènes dont les principaux ont été présentés dans ce chapitre. La bonne connaissance des propriétés et de l'évolution de ces matériaux est nécessaire pour permettre l'étude de l'adhérence et de son évolution lors du vieillissement, points qui seront développés dans les CHAPITRE V et CHAPITRE VI de cette thèse.

L'essai d'adhérence par choc laser permet de solliciter sans contact l'interface métal-oxyde dans des conditions qui permettent de reproduire une fissuration du même type que ce qui est observé sur les systèmes en service. Il permet d'accéder en quelques minutes à la tenue interfaciale du système. On effectue de manière qualitative une classification de l'adhérence à l'aide des courbes LASAT-2D. Couplé à une simulation numérique on obtient une évaluation de la résistance mécanique de l'interface. Il est donc particulièrement pertinent pour être appliqué comme contrôle non destructif sur pièces revêtues. La mise en œuvre de l'essai LASAT côté revêtement n'est cependant qu'envisagée dans la littérature et fera l'objet du CHAPITRE III de ces travaux.

La détection et le dimensionnement des décohésions créées par LASAT peuvent être effectués de manière non destructive. Les propriétés uniques de la zircone yttriée EB-PVD permettent une visualisation très rapide du diamètre des fissures obtenues par LASAT ce qui permet une éventuelle application de l'essai comme CND. Plusieurs techniques non intrusives de détection et mesure de fissures seront étudiées dans les CHAPITRE III et CHAPITRE IV.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CHAPITRE II Matériaux et techniques expérimentales

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Sommaire

CHAPITRE II Matériaux et techniques expérimentales 65
Introduction 67
II.1 Matériaux de l'étude 67
II.1.1 Elaboration du système barrière thermique 67
II.1.2 Plaques 74
II.1.2.1 Type de microstructure colonnaire de la zircone 74
II.1.2.2 Détermination de l'orientation cristalline des échantillons 75
II.1.3 Aubes de turbines 77
II.2 Protocole expérimental 79
II.2.1 Essai LASAT-2D en face avant 79
II.2.1.1 Equipement LASAT 79
II.2.1.2 Configurations de tir et milieux de choc 80
II.2.1.3 Méthode de récupération d'écaille 81
II.2.2 Four de cyclage thermique 83
II.3 Détection de fissures créées par LASAT 84
II.3.1 Observations métallographiques destructives 85
II.3.2 Observations non destructives 85
II.3.2.1 Observation en optique 85
II.3.2.2 Mesure des bombés par profilométrie 86
II.3.2.3 Thermographie infrarouge 87
II.3.2.4 Piezospectroscopie 88
Conclusion 88

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction

On présente dans ce chapitre les différents procédés utilisés pour l'élaboration des éprouvettes et pièces de l'étude. Les méthodes de caractérisation de l'orientation de la zircone ainsi que du superalliage monocristallin sont également présentées. Le protocole expérimental original développé pour appliquer l'essai LASAT côté céramique et donc in fine sur pièce revêtue est présenté. Le four de cyclage thermique du Centre des Matériaux conçu pour ces travaux est également décrit. Enfin les différentes méthodes utilisées pour la détection et/ou la mesure de décohésions au sein du système et les analyses matériaux sont détaillées.

II.1 Matériaux de l'étude

On s'intéresse dans ce manuscrit aux systèmes barrières thermiques développés ces dernières années et actuellement utilisés dans l'industrie aéronautique au niveau de la turbine. Les essais de développement de l'essai LASAT en face avant seront menés exclusivement sur plaques de substrat AM1, sous-couche (Ni,Pt)Al et zircone EB-PVD produites par Snecma. Les essais sur aubes de turbine seront effectués sur deux systèmes barrière thermique correspondant à deux types d'aubes indutrielles en service. Les aubes dites A sont composées des matériaux Snecma identiques aux plaques précédemment décrites. Les aubes dites B possèdent quant à elles un substrat N5, superalliage développé par General Electric, et sont revêtues à l'aide des mêmes procédés et matériaux que pour les aubes A.

II.1.1 Elaboration du système barrière thermique

L'ensemble des échantillons étudiés dans cette thèse ont été fournis par l'industriel Snecma. Le système standard utilisé par Snecma et qui sera étudié au cours de cette étude comprend un superalliage monocristallin AM1 revêtu d'une sous-couche d'aluminiure de nickel modifié platine β-(Ni,Pt)Al. Cette dernière permet la formation de l'oxyde α-Al_2O_3 sur lequel on a déposé la zircone ZrO_2 partiellement stabilisée à l'oxyde d'yttrium (de 6 à 8% massique d'Y_2O_3).

	Elément	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Ti	Hf	C	Y	Ni
% massique	N5	7,0	7,5	1,5	5,0	6,5	3,0	6,2	0,0	0,15	0,05	0,01	base
	AM1	7,45	6,4	2,0	5,6	7,9	0,0	5,4	1,3	0,05	0,003	0,00	base

Tableau II.1 : Composition chimique des superalliages utilisés

Le substrat est réalisé par fonderie à la cire perdue selon le procédé de solidification dirigée. L'orientation <001> est contrôlée sur aubes et barreaux. Ils possèdent alors une orientation <001> dans le sens de la hauteur (Figure II.1). Les plaques (50 × 30 × e mm^3, avec e l'épaisseur comprise entre 0,7 et 5 mm) qui seront utilisées dans cette étude sont orientée dans la direction <001> selon leur longueur. L'orientation

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

transverse n'est malheureusement pas contrôlée avant l'usinage des échantillons. Elle a cependant été évaluée pour notre système et sera détaillée dans les paragraphes suivants.

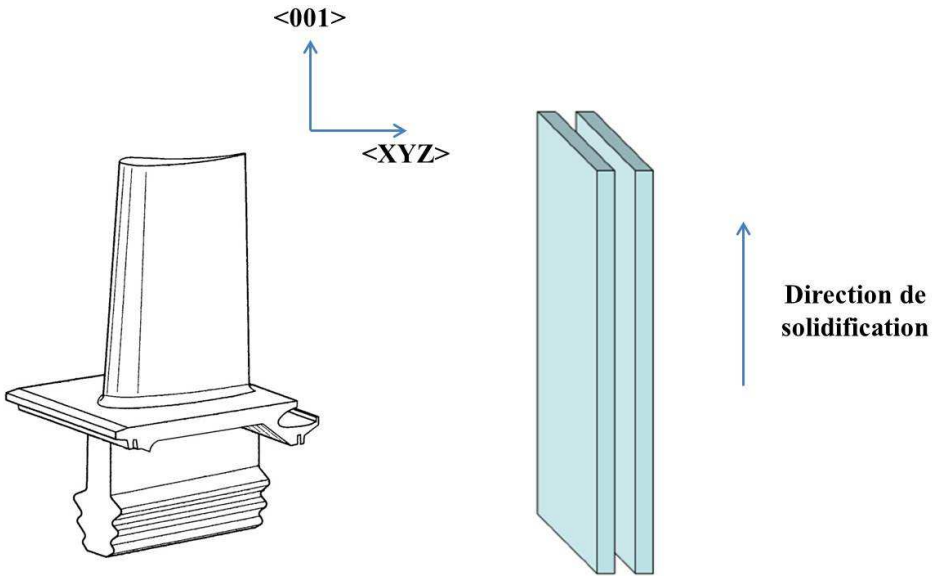


Figure II.1 : Orientation cristalline des échantillons en AM1 pour l'élaboration des plaques et aubes

La sous-couche (Ni,Pt)Al est réalisée en plusieurs étapes. Un dépôt électrolytique de platine est réalisé avant une aluminisation en phase vapeur (6h à 1100°C). Cette étape à chaud permet d'une part la réaction thermochimique d'aluminisation, mais aussi la diffusion des éléments au sein de la sous-couche. On obtient alors une sous-couche de diffusion β-(Ni,Pt)Al que l'on décompose en deux domaines C1 et C2 (Figure II.2). La couche C1, également dénommée couche de diffusion correspond à l'extrême surface du substrat AM1 qui a été enrichie par l'apport d'aluminium. La transformation en phase β s'accompagne de la précipitation des éléments lourds (W, Mo, etc.) auparavant en solution dans la matrice γ. La couche C2, dite couche de gonflement se situe au-dessus de l'ancienne surface du superalliage. Sa composition permettra la formation d'un oxyde protecteur d'alumine lors du préchauffage de l'enceinte de dépôt EB-PVD.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

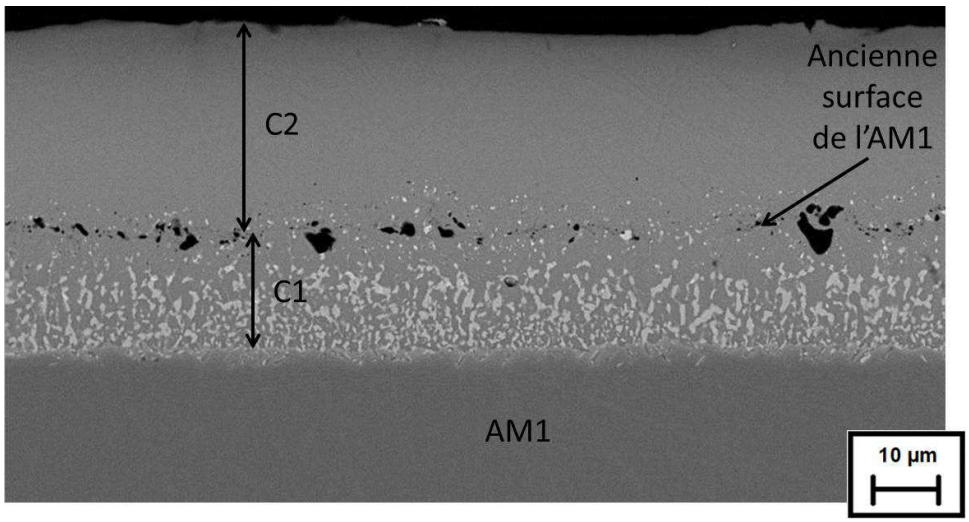


Figure II.2 : Microstructure d'un revêtement (Ni,Pt)Al à l'état brut de production

Les revêtements de zircone yttriée ont été effectués au sein du Ceramic Coating Centre (CCC) de Châtellerault. Cette joint-venture entre Snecma et MTU assure la production des revêtements EB-PVD. Suite à l'étape de dépôt de la sous-couche, le revêtement est sablé, puis pré-oxydé au sein de l'enceinte de dépôt EB-PVD. Le procédé EB-PVD est coûteux et complexe à maîtriser. Il permet toutefois de réaliser une microstructure de zircone colonnaire qui permet une bonne accomodation des contraintes dilatométriques entre le substrat et le revêtement. Il s'agit du phénomène majeur responsable de l'écaillage des barrières thermiques en service. La construction des colonnes est pilotée par un mécanisme de germination puis de croissance selon la normale à la surface. L'obtention d'une microstructure colonnaire bien définie dépend de la rotation des pièces, de la pression dans l'enceinte et de la température du substrat (Figure II.3). Le contrôle de la pression, de la température dans l'enceinte ainsi que la gestion du faisceau d'électrons nécessitent un opérateur très expérimenté pour éviter notamment la coupure du faisceau. L'énergie apportée doit être suffisamment importante pour ne pas interrompre le faisceau (auquel cas on procède à une nouvelle étape de germination lorsqu'on rallume le faisceau) ni trop forte pour éviter de générer un flux de vapeur trop important qui entraine la formation d'une microstructure non désirée. On définit ainsi trois types de microstructure de la zircone en fonction de la température du substrat lors du procédé (Figure II.4). Aux faibles températures (zone 1), les atomes possèdent une faible énergie thermique et par conséquent une faible mobilité en surface. La croissance du dépôt s'effectue alors selon la direction du flux de vapeur. Les colonnes possèdent un faible diamètre (plusieurs centaines de nanomètres), ce qui ne permet pas une bonne résistance mécanique de ces dépôts. Pour des températures intermédiaires (zone 2 entre 500 et 1200°C), les atomes possèdent une énergie suffisante pour diffuser en surface. Ils s'arrangent alors selon certains plans cristallins préférentiels de la céramique. Pour les plus hautes énergies (zone 3) les atomes s'organisent selon une structure équiaxiale.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

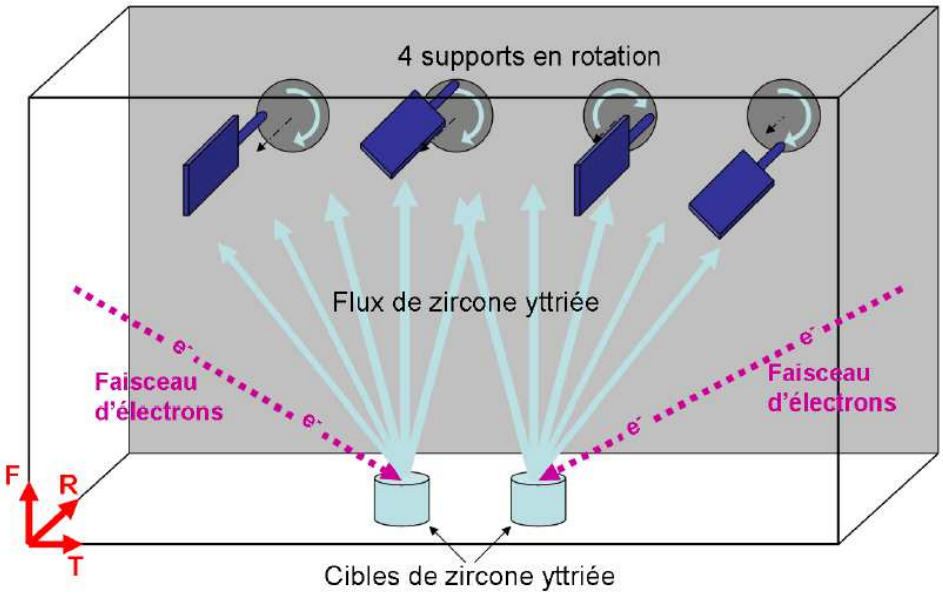


Figure II.3 : Disposition des échantillons au sein de l'enceinte de dépôt EB-PVD

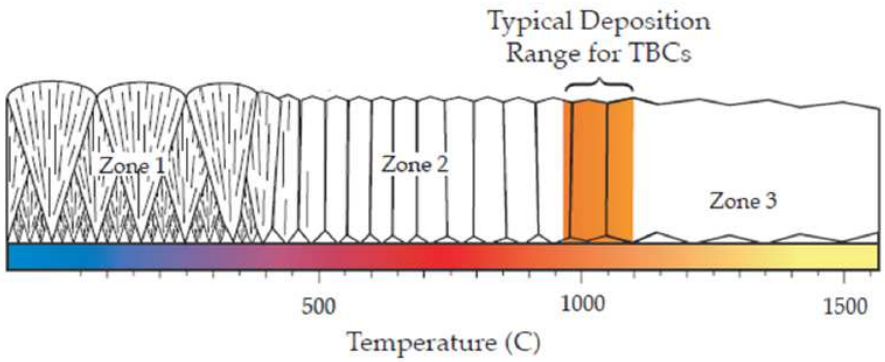


Figure II.4 : Principales structures de céramique obtenues par procédés PVD en fonction des températures de surface du substrat [MOV69, FAB13]

Les structures retenues pour les dépôts EB-PVD de zircone yttriée sur pièce de turbine sont comprises dans les hautes températures de la zone 2. La température du substrat lors du dépôt se situe entre 1000 et 1100°C. On obtient alors un dépôt de structure équiaxe sur les premiers micromètres (bas de la colonne sur la Figure II.5). Les grains possédant l'orientation la plus favorable par rapport à la rotation de l'échantillon et au flux de vapeur seront ensuite privilégiés lors de la croissance du revêtement. La position de la pièce par rapport au flux de vapeur est ainsi déterminante. On obtient ainsi des sommets de colonne très représentatifs des mécanismes de croissance, qui sont de forme pyramidale à 4 faces pour les dépôts de référence.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

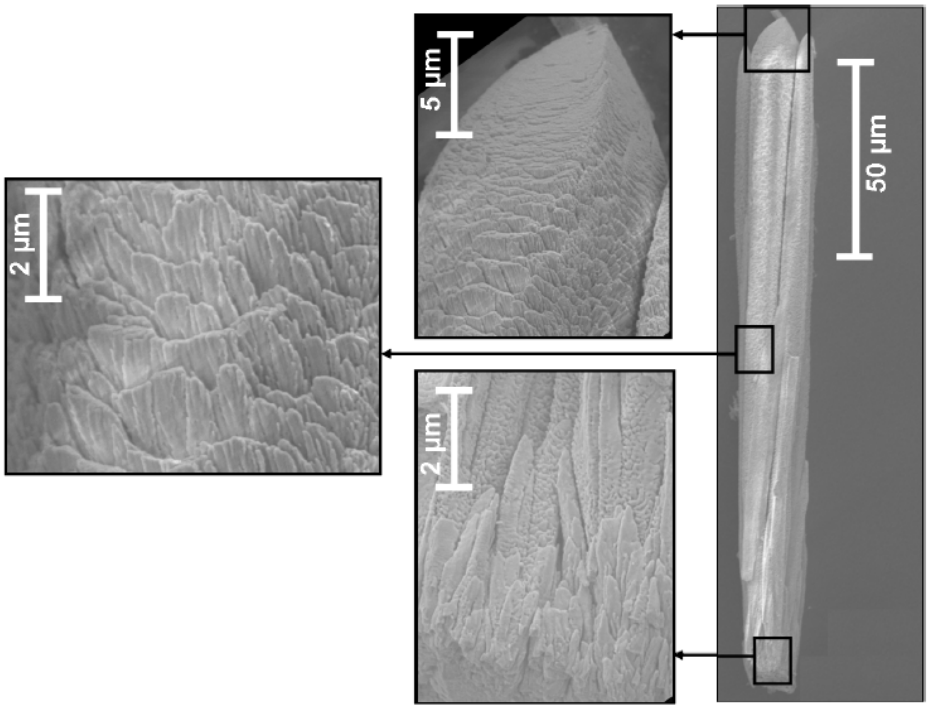


Figure II.5 : Vue d'ensemble et détails d'une colonne de zircone yttriée EB-PVD de type A [FAB13]

La microstructure des revêtements colonnaires dépend donc de la maîtrise des paramètres température, pression, énergie du faisceau, vitesse de rotation et positionnement au sein de l'enceinte. La variation d'un seul de ces paramètres peut ainsi conduire à différentes structures de colonnes qui ont été classifiées par G. Fabre dans ses travaux de thèse [FAB13]. Il identifie ainsi 5 types de morphologies de zircones (de A à E), toutes colonnaires, mais présentant notamment des propriétés optiques différentes pour la mise en place de l'essai LASAT par la méthode de la tache blanche. A partir de cette classification, la morphologie de ces structures colonnaires identifiée par coupe métallographique (Figure II.6) peut toutefois être corrélée avec une observation MEB en vue de dessus (Figure II.7). Les dépôts de type A et B possèdent une structure colonnaire qui semble être pricipalement pilotée par la diffusion en surface des atomes lorsqu'ils se condensent au contact du substrat. Les revêtements de type B présentent quelques cristaux secondaires qui se forment à la surface des colonnes primaires. Il s'agit de quelques atomes qui n'ont pas eu l'énergie suffisante pour s'organiser et croître en fonction des structures déjà pré-établies, et qui génèrent ainsi un nodule d'excroissance. Ce phénomène n'est toutefois pas prépondérant et la majorité de la croissance du dépôt est pilotée par la diffusion surfacique comme pour la microstructure A. Pour la microstructure C les phénomènes de germination et de croissance sont en concurrence frontale, et il devient difficile d'identifier la microstucture principale. Les colonnes de zircone ne sont visibles qu'à très petite échelle de la même manière que les revêtements créés en zone 1 sur la Figure II.4. Enfin au niveau des microstructures D et E, les atomes s'organisent très peu par rapport à la colonne pré-existante. La structure des colonnes est principalement équiaxiale.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

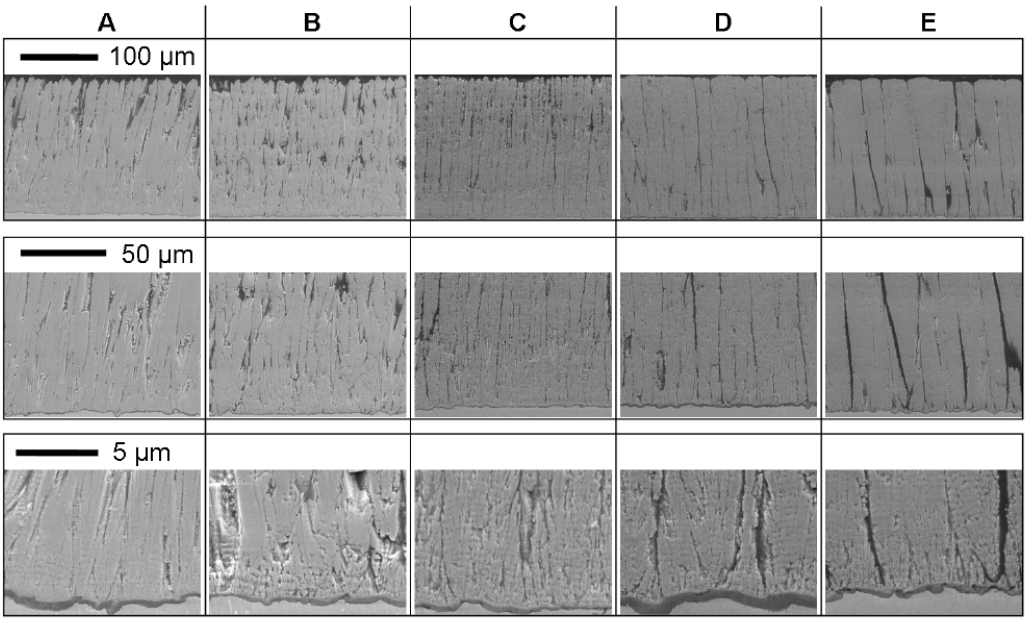


Figure II.6 : Images MEB en électrons rétrodiffusés des coupes métallographiques des familles de zircone yttriée classifiées de A à E [FAB13]

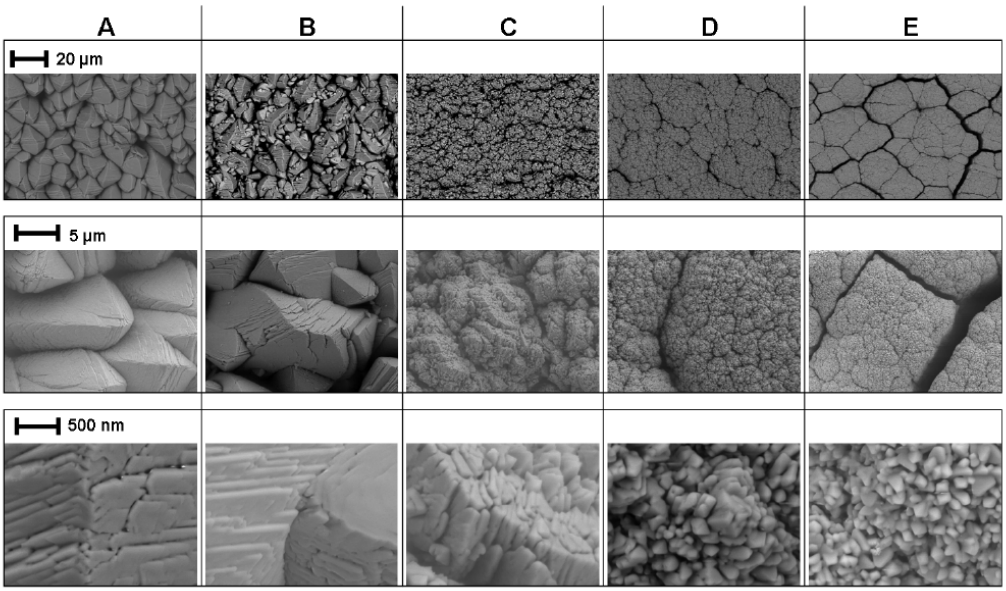


Figure II.7 : Images MEB en électrons rétrodiffusés des microstructures classées A à E [FAB13]

Fabre réalise alors des tirs LASAT-2D en face arrière afin de caractériser l'adhérence de ces différents échantillons (Figure II.8). Les échantillons de microstructure D et E n'ont pas pu être expertisés par Fabre,

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

les fissures éventuellement générées sur ce type d'échantillon n'étant pas observables par la méthode employée dans l'étude (détection optique de la tache blanche, cf. § I.3.1).

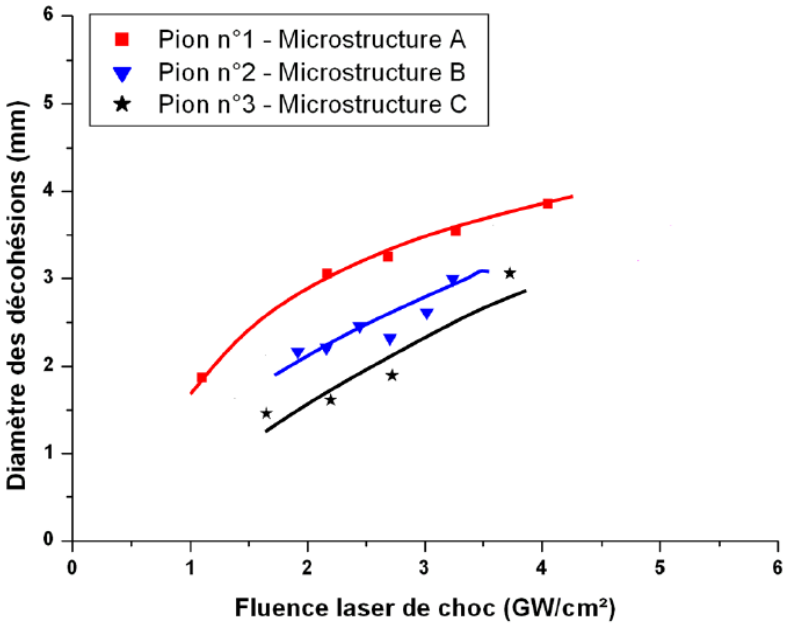


Figure II.8 : Courbes LASAT-2D réalisées en face arrière sur trois types de microstructures différentes [FAB13]

Le tracé des courbes LASAT-2D pour trois échantillons plans distincts montre une réponse différente pour chacun des échantillons. Fabre émet alors deux hypothèses. Dans la première, la propagation des ondes de choc ne serait pas affectée par le type de microstructure de la zircone. Les courbes LASAT-2D traduiraient alors une plus faible adhérence des pions revêtus possédant une microstructure A. Dans la deuxième hypothèse, il est évoqué une éventuelle modification de la propagation de l'onde de choc en fonction des différents types de zircones EB-PVD. Les microstructures B et C pourraient très bien atténuer l'intensité des ondes de choc, ce qui se traduirait par un chargement interfacial plus faible et donc un diamètre de décohésion inférieur à celui obtenu sur une microstructure de type A. La méconnaissance des propriétés des revêtements zircone EB-PVD sous sollicitation dynamique ne lui permettait toutefois pas de valider l'une ou l'autre hypothèse. Il existe enfin une dernière hypothèse, les trois pions pourraient avoir une adhérence différente des uns par rapport aux autres, indépendamment de leur microstructure respective. Il s'agit dès lors de bien connaître la microstructure de la zircone EB-PVD qui semble avoir une influence sur la robustesse de l'essai d'adhérence LASAT-2D.

Les épaisseurs des couches de matériaux ont été mesurées sur chaque échantillon (pour le substrat AM1) ou sur un échantillon témoin (pour l'épaisseur moyenne de céramique et des adhésifs). La mesure de l'épaisseur de céramique est supposée constante et identique aux valeurs mesurées sur les échantillons expertisés en coupe métallographique. Les impédances acoustiques des matériaux utilisés dans ces travaux sont issues de données de la littérature [MAR80]. Elles sont présentées dans le Tableau II.2.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

	Adhésif vinylique	Adhésif aluminium	Eau	Adhésif transparent	Zircone	AM1 (plaque)	AM1 (aube)
Impédance de choc (10^6 g.cm^{-2}.s^{-1})	0,32	1,78	0,148	Indéterminé	3	4,05	4,05
Epaisseur (µm)	145 +/- 8	105 +/- 5	2000	60 +/- 4	180 +/- 10	700 à 5000 +/- 20	600 à 4000

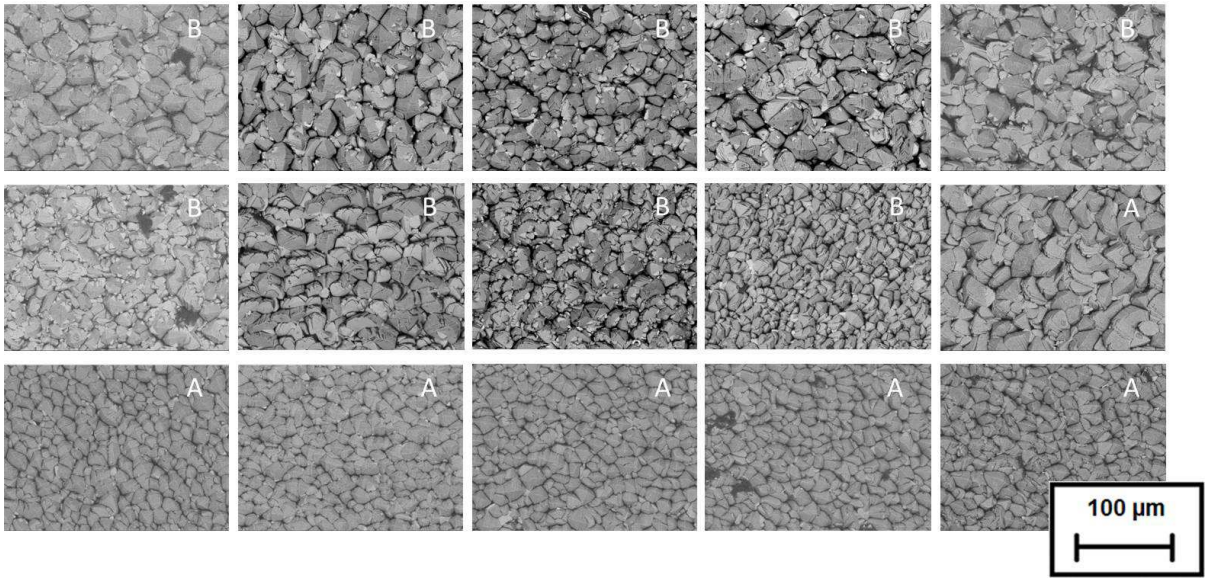
Tableau II.2 : Epaisseur et impédance de choc des matériaux de l'étude [MAR80]

II.1.2 Plaques

Une caractérisation systématique des systèmes a été effectuée préalablement aux essais. L'ensemble des échantillons de l'étude ont alors été classifiés. La structure colonnaire des revêtements EB-PVD, ainsi que l'orientation cristalline du substrat AM1 ont été déterminées.

II.1.2.1 Type de microstructure colonnaire de la zircone

La détermination des types de microstructures colonnaires des échantillons de l'étude (A à E) a été réalisée à partir d'observations du haut des colonnes de zircone. Les échantillons n'ont pas été métallisés et observés en mode électrons rétro-diffusés afin d'éviter les phénomènes de charge (très présents pour une observation microscopique en électrons secondaires sur des céramiques non conductrices).



CONFIDENTIEL INDUSTRIE

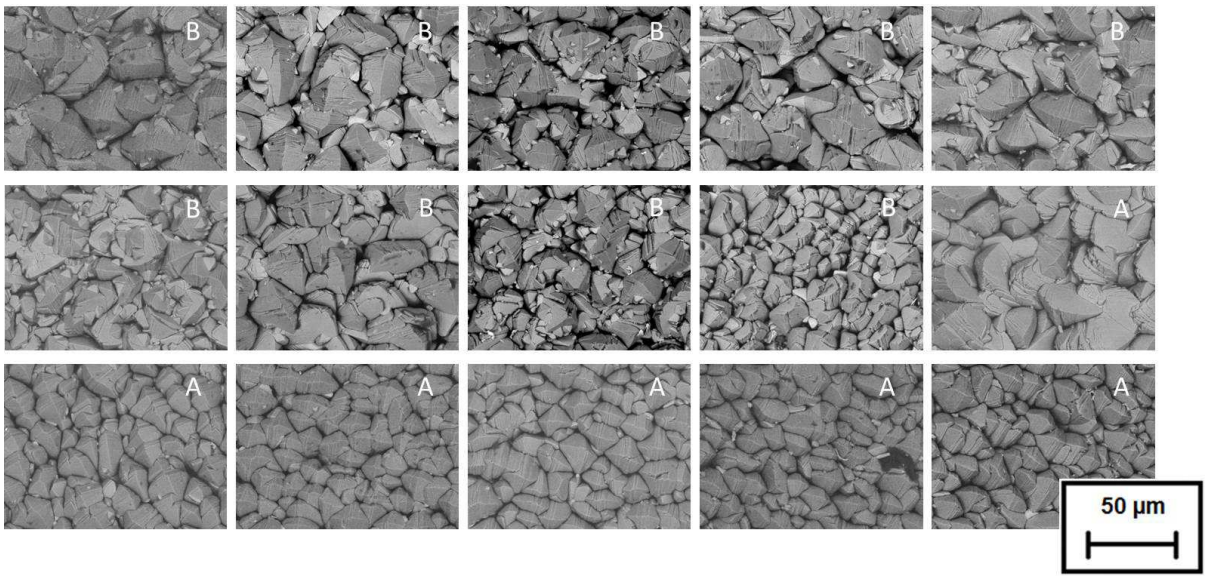


Figure II.9 : Observation MEB en électrons secondaires de la microstructure des colonnes de zircone EB-PVD des 15 échantillons de l'étude à deux grandissements différents

L'ensemble des échantillons de type plaque qui seront utilisés dans cette étude ont été observés en vue de dessus afin de déterminer leur type de structure colonnaire (Figure II.9). Leur structure dépend notamment de leur position au sein de l'enceinte de dépôt EB-PVD. Les échantillons de cette étude qui ont été revêtus lors du même run EB-PVD sont donc susceptibles de présenter des variations les uns par rapport aux autres. La structure du haut des colonnes nous permet de mettre en évidence des colonnes de type A (avec des sommets pyramidaux), mais aussi de type B. Ces dernières structures présentent également des sommets avec des facettes, mais avec une germination secondaire. Tous les échantillons présentent donc une structure de leur revêtement EB-PVD assez proche (type A et B) en comparaison avec la diversité des structures qu'avait observé Fabre (cf. Figure II.6 et Figure II.7) dans ses travaux (5 types de structures distinctes).

II.1.2.2 Détermination de l'orientation cristalline des échantillons

L'orientation cristallographique des plaques utilisées dans cette étude a été déterminée sur les 2 barreaux dont sont issus l'ensemble des échantillons. Les échantillons plaque de l'étude sont ensuite tous usinés selon la même direction. On utilise pour cela une attaque chimique à l'eau régale (75% en volume d'acide chlorhydrique, 25% d'acide nitrique) qui permet de révéler les dendrites formées lors de la solidification du cristal et orientées selon les directions <010> et <100>. On réalise une coupe métallographique selon le plan perpendiculaire à la direction de solidification du cristal (Figure II.10). On observe alors l'orientation secondaire du cristal (Figure II.11).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

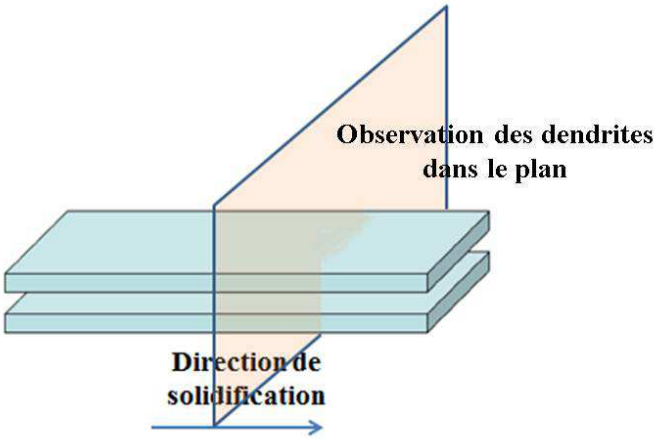


Figure II.10 : Méthode de préparation des plaques

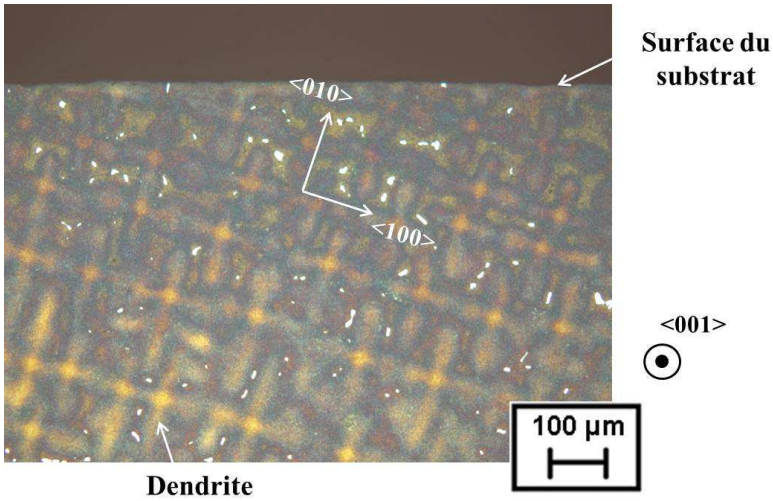


Figure II.11 : Observation en microscopie optique de l'orientation secondaire des plaques en AM1 suite à une attaque chimique à l'eau régale

L'orientation secondaire du monocristal AM1 est révélée par la direction des dendrites qui s'orientent selon les plans cristallins <100> et <010>. On observe ainsi sur la Figure II.11 que la plaque étudiée a été usinée selon un plan désorienté d'environ 15° par rapport à la direction <100>. Le deuxième barreau utilisé présente une désorientation de 12°. On considèrera donc par la suite que l'orientation cristallographique du substrat est identique pour l'ensemble des échantillons plaques de l'étude.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

II.1.3 Aubes de turbines

Deux types d'aubes de turbine sont utilisés dans ce manuscrit. Les aubes dites A (présentes sur le moteur A) sont réalisées dans un superalliage monocristallin AM1. Les aubes B (montées sur le moteur B) sont quant à elles composées d'un superalliage René N5. La sous-couche ainsi que la barrière thermique sont identiques pour les deux systèmes, à savoir un revêtement (Ni,Pt)Al ainsi qu'une zircone yttriée déposée par EB-PVD.

La géométrie des aubes de turbine est propre à chaque ensemble propulseur. Cependant de nombreuses similitudes peuvent être observées d'un type de moteur à un autre. On définit le vocabulaire technique utilisé par les industriels sur la Figure II.12.

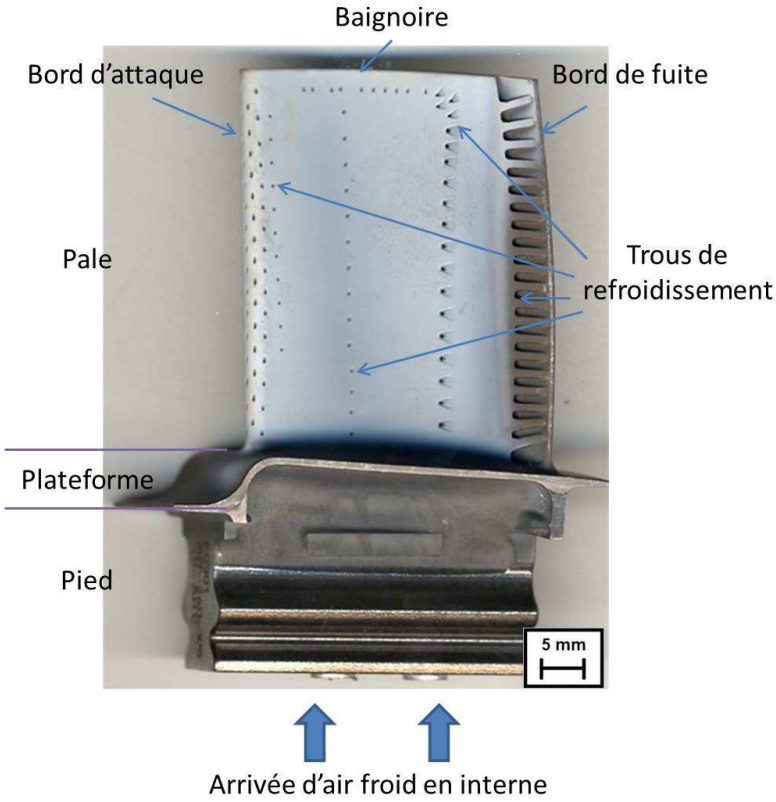
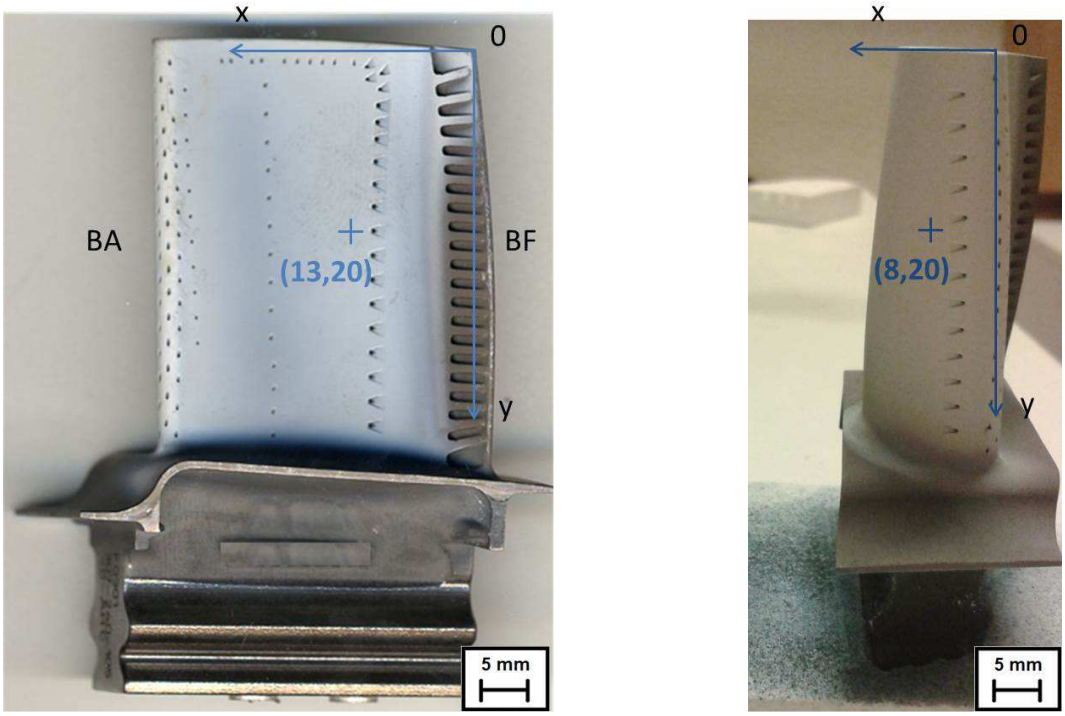


Figure II.12 : Intrados d'une aube de turbine : identification des différentes zones d'intérêt

L'application d'un tir LASAT sur ce type de pièce doit pouvoir être réalisée de manière précise et rigoureuse afin d'effectuer un choc sur une surface plane et une zone définie au millimètre près. On établit deux repères géométriques qui nous permettront de nous repérer sur chaque pièce, le premier pour l'intrados (Figure II.13.a), le second pour l'extrados (Figure II.13.b). La localisation des zones impactées sera indiquée par les coordonnées (x,y) du centre du choc (en millimètre) dans le repère correspondant (intrados ou extrados).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



(a) **(b)**

Figure II.13 : Repères géométriques appliqués sur les aubes de turbine en intrados (a) et en extrados (b)

La connaissance de l'orientation cristalline secondaire du cristal AM1 est nécessaire pour être capable d'effectuer une analyse quantitative de l'adhérence du système. Il n'a toutefois pas été possible d'effectuer des observations métallographiques sur chacune des pièces étudiées.

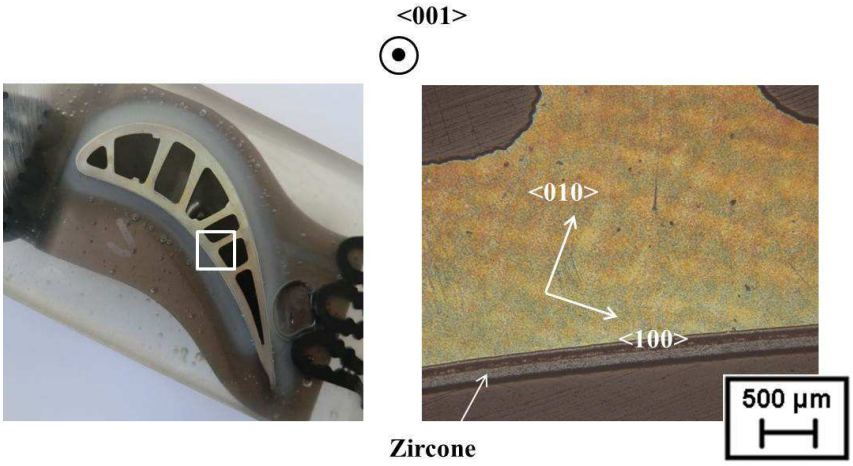


Figure II.14 : Observation en microscopie optique de l'orientation secondaire de l'AM1 en intrados d'une aube de turbine de type A

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

La géométrie de l'aube de turbine met en évidence la variabilité des orientations secondaires du cristal par rapport à la normale à la surface (Figure II.14). L'orientation du substrat par rapport à la surface de la pièce varie ainsi d'une direction <100> à proximité du bord d'attaque à une orientation <110> quand on se rapproche du bord de fuite. Il sera donc difficile de comparer des tirs effectués sur des positions différentes de la pièce. Les épaisseurs de substrat, son orientation par rapport à la surface varient grandement d'une zone à l'autre. La présence de renforts traversant l'intégralité de la structure de la pièce sera à prendre en compte par la suite. Les aubes de turbine de type B n'ont pas pu être expertisées par coupe métallographique. Cependant l'ensemble des observations générales menées sur aubes de type A est a priori transposable à ces dernières (géométrie interne avec circuits de refroidissement, variabilité de l'orientation secondaire, etc.).

II.2 Protocole expérimental

Les essais présentés dans cette thèse ont été réalisés pour la majeure partie au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines. Le protocole de choc original utilisé pour appliquer l'essai LASAT en face avant (côté céramique) est défini. L'équipement de cyclage thermique du Centre des Matériaux développé pour ces travaux est ensuite détaillé. On définit le vocabulaire qui sera utilisé par la suite pour définir l'état de l'interface et du revêtement associé. On parle de délaminage, décohésion, fissuration lorsque la zircone n'est plus en contact localement avec le substrat et forme une tache blanche par exemple. De manière globale, elle reste toutefois accrochée au substrat. On préfèrera le terme écaillage lorsque la céramique est éjectée et laisse apparaître le substrat. Suite à l'écaillage la fonction protectrice du revêtement n'est plus assurée.

II.2.1 Essai LASAT-2D en face avant

II.2.1.1 Equipement LASAT

Les chocs laser ont été effectués sur l'équipement LASAT du Centre des Matériaux. Il s'agit d'un modèle SAGA de Thales Laser (Figure II.15) très facilement transposable à l'échelle industrielle. Cette source pulsée Nd : YAG délivre jusqu'à 2 J à la longueur d'onde de 532 nanomètre. Elle est cadencée sur une fréquence de 10 Hz. La durée moyenne des impulsions est de 5,2 ns.

L'énergie délivrée par le laser est comprise entre 0,1 et 2 J. Un système de polarisation ajustable permet de régler l'énergie incidente qui est mesurée par une photodiode et relevée en temps réel. Le diamètre du faisceau initial est de 22 mm. Une lentille de focalisation dont la position sur le banc optique est réglable en hauteur avec une grande précision permet de réduire le diamètre de faisceau. On travaille ainsi usuellement avec des diamètres de faisceau laser D_l compris entre 2 et 4 mm, et donc des densités de puissance laser comprises entre 1 et 10 GW/cm^2.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure II.15 : Vue d'ensemble de l'enceinte de tir LASAT du Centre des Matériaux

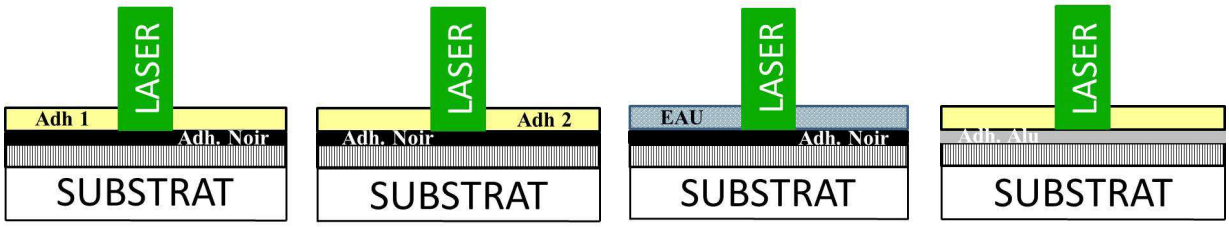
II.2.1.2 Configurations de tir et milieux de choc

On utilise un milieu ablateur pour appliquer l'essai du côté du revêtement de zircone. Deux milieux ablateurs ont été étudiés dans cette thèse : un adhésif vinylique noir et un adhésif aluminium. Trois milieux de confinement différents sont analysés : l'eau distillé, un adhésif noté 1 (Scotch® Crystal, 3M, épaisseur 60 +/- 4 µm) et un dernier adhésif noté 2 (Tartan™ Invisible tape 2005, 3M, épaisseur 56 +/- 4 µm).

Dans les cas où le milieu de confinement utilisé est un adhésif, il est préalablement appliqué sur le milieu ablateur sur une surface plane afin de maximiser le contact et de prévenir la formation de bulles d'air. Il n'est appliqué qu'ensuite au niveau de la zone de tir. Dans le cas où le milieu de confinement retenu est liquide, on applique le milieu d'ablation sur l'ensemble de l'échantillon avant de verser l'eau distillée. Le milieu ablateur apposé en surface de la céramique est enlevé après chaque choc à l'aide d'une pointe métallique afin d'éviter tout contact physique entre l'échantillon et l'opérateur. Il s'agit d'un adhésif vinylique de couleur noire. Sauf mention contraire, les essais présentés dans ce document sont effectués en configuration face avant (choc côté céramique). Pour ce qui est des essais réalisés en face arrière, la procédure est équivalente, seule la surface à choquer étant différente.

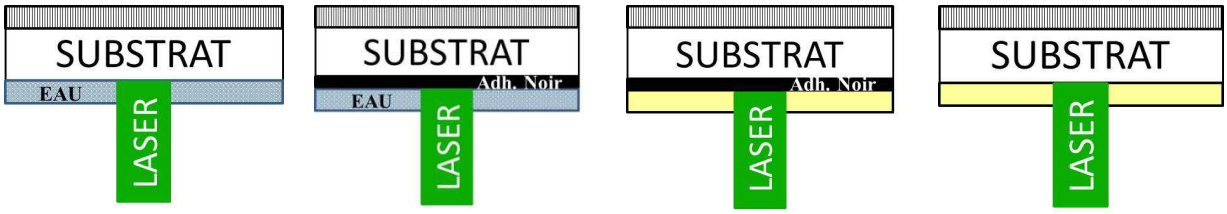
L'ensemble des configurations de tir utilisées dans cette étude sont résumées ci-dessous (Figure II.16).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



Adhésif vinylique noir + adhésif transparent 1 (référence) | **Adhésif vinylique noir + adhésif transparent 2** | **Adhésif vinylique noir + eau distillé** | **Adhésif aluminium + adhésif transparent 1**

(a) face avant



Métal nu + eau distillée | **Adhésif vinylique noir + eau distillé** | **Adhésif vinylique noir + adhésif transparent 1** | **Métal nu + adhésif transparent 1**

(b) face arrière

Figure II.16 : Configurations de tir et milieux de choc utilisés dans l'étude

II.2.1.3 Méthode de récupération d'écaille

L'essai de choc laser se traduit dans certains cas par l'envol de la zircone, notamment aux grandes densités de puissance laser pour les chocs en face arrière sur les systèmes barrière thermique EB-PVD [FAB13]. Pour ce qui est des chocs réalisés en face avant, ce phénomène est rarement observé. Une méthode a été mise en place afin de récupérer la zircone délaminée suite à un choc en face avant (Figure II.17).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

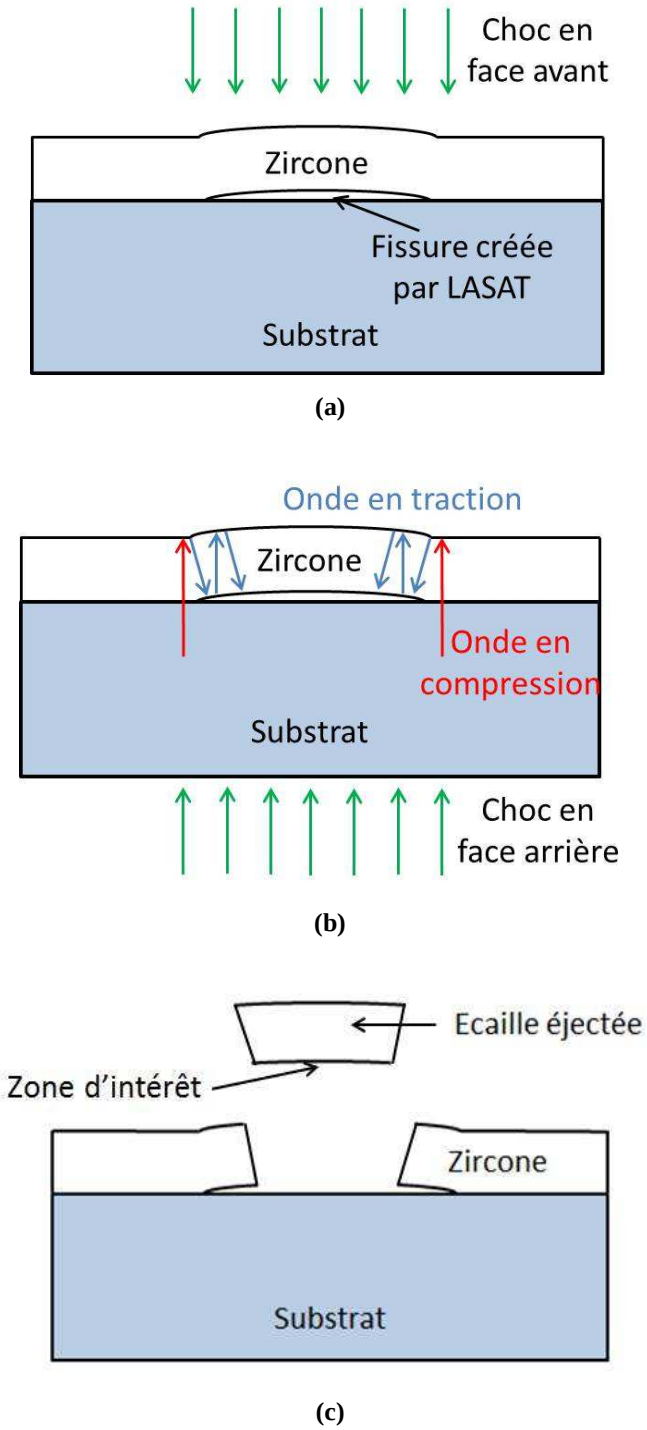


Figure II.17 : Procédure de récupération de zircone pré-écaillée : choc laser en face avant avec création d'une fissure (a) ; choc laser en face arrière et propagation des ondes en particulier au sein de la céramique décollée (b) ; écaillage de la zircone et récupération du revêtement (c)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Suite à un choc en face avant qui a conduit à l'obtention d'une tache blanche (Figure II.17.a), la céramique est décollée, mais n'est pas écaillée. Cette partie délaminée après ce choc peut être récupérée pour étudier le revêtement plus en détail. Afin de ne pas altérer le dépôt céramique lors de son enlèvement, la zone délaminée a été enlevée par un second choc laser produit en face arrière cette fois. Il s'agit d'une méthode non conventionnelle de fissuration dans laquelle la transmission des ondes ne s'effectue pas au niveau de la zone délaminée. On assisterait plutôt à une propagation de l'onde en périphérie de la fissure (Figure II.17.b) dont une partie se retrouverait coincée au sein de la céramique décollée après réflexion en onde de traction, entrainant une rupture fragile au sein de la zircone (Figure II.17.c).

II.2.2 Four de cyclage thermique

La tenue des revêtements barrière thermique est évaluée industriellement par cyclage thermique. La ruine du système se traduit par l'écaillage complet de la céramique. Les spécifications demandent alors aux systèmes un nombre de cycles minimal avant écaillage. On utilise dans cette thèse le cyclage thermique dans cette même perspective, à savoir l'établissement d'une durée de vie avant écaillage, mais aussi pour procéder au vieillissement du système. On interrompra le cyclage à un nombre de cycles donné ce qui permettra ensuite d'effectuer des tirs sur différents états de vieillissement du système.

La conception du four est réalisée autour de l'enceinte (Figure II.18). Les éléments chauffants le constituant sont réalisés en disiliciure de molybdène ($MoSi_2$) connus pour leur très bonne résistance aux chocs thermiques. Ils permettent également une montée en température très rapide. Une aube de turbine sur laquelle plusieurs thermocouples ont été soudés a permis de démontrer que l'échantillon atteignait une température de palier de 1100°C en moins de huit minutes sans dépasser la consigne de plus de 10°C. Les échantillons sont placés dans le four et y restent durant toute la durée du cyclage. Le refroidissement s'effectue à l'intérieur du four. Suite à l'ouverture de la porte actionnée par un moteur, l'électrovanne d'air comprimé est ouverte laissant passer un air filtré à la pression contrôlée. La température mesurée sur pièce est ainsi inférieure à 150°C après 10 minutes de refroidissement sous air. Le volume utile du four du CdM ($70 \times 70 \times 150$ mm^3) permet le cyclage simultané de deux aubes de turbine. Les essais de vieillissement seront donc menés avec cette configuration.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure II.18 : Four de cyclage thermique du Centre des Matériaux avec refroidissement par air comprimé soufflé

Deux des pièces de l'étude ont été cyclées au sein des installations Snecma de Villaroche. Le cycle de température imposé est équivalent, les températures effectives des pièces sont toutefois légèrement différentes. La conception du four industriel avec sortie des échantillons lors de chaque refroidissement tendrait à imposer des fronts de montée et de descente plus importants. Ces pièces ne seront comparées qu'entre elles.

II.3 Détection de fissures créées par LASAT

L'essai LASAT génère des fissures. La connaissance précise de leurs localisations et chemins de propagation n'est possible que par des coupes métallographiques destructives et des observations en microscopie que l'on détaillera dans un premier paragraphe. Il est également possible d'utiliser la tomographie par rayons X pour reconstituer un volume [MAU12]. S'il s'agit d'une technique très prometteuse, elle est toutefois lourde et coûteuse à mettre en œuvre. L'utilisation de l'essai d'adhérence LASAT comme contrôle non destructif suppose de posséder un moyen robuste permettant de statuer sur l'état de l'interface suite au choc. Le deuxième paragraphe présentera les techniques non destructives utilisées dans la thèse : observation optique, profilométrie, thermographie infrarouge et piézospectroscopie.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

II.3.1 Observations métallographiques destructives

La découpe d'un échantillon revêtu de céramique poreuse nécessite de nombreuses précautions. Il s'agit en effet d'observer l'état de l'interface en s'assurant que la découpe n'induise pas de fissures supplémentaires ou même entraine l'écaillage complet du revêtement. Les échantillons sont ainsi enrobés sous vide au sein d'une résine à polymérisation lente (10h à température ambiante). La mise sous vide permet ainsi de remplir de résine les porosités et fissures débouchantes. L'échantillon ainsi enrobé est ensuite découpé à l'aide d'une meule au niveau des zones choquées identifiées au préalable à l'aide d'un marqueur. Le polissage est ensuite effectué en commençant avec les draps de grade #400 jusqu'aux solutions diamantées de taille de grain de 3 et 1 µm.

La microscopie électronique à balayage (MEB) est utilisée pour caractériser les matériaux observés en coupe. Elle repose sur l'interaction d'un faisceau d'électrons incidents avec les atomes de la surface du matériau étudié. On utilise principalement dans ces travaux l'observation en électrons rétrodiffusés qui permet notamment de renseigner sur la nature chimique des éléments. L'observation en électrons secondaires qui renseigne sur la topographie des surfaces n'a pas été privilégiée en raison notamment des phénomènes de charge très présents au niveau de la zircone non conductrice électriquement.

L'ensemble des observations MEB présentées ont été réalisées avec les équipements « LEO 1450VP » et « ZEISS GEMINI DSM982 » du Centre des Matériaux.

II.3.2 Observations non destructives

On souhaite déterminer si les décohésions réalisées suite à un tir LASAT peuvent être détectées et/ou mesurées de manière non destructive. Une observation de la surface de la zircone à l'œil nu peut en effet se traduire par l'apparition d'une tache blanche qui correspond à la présence d'une fissure au sein du système. L'œil humain et sa sensibilité étant propres à chacun et de par nature subjectif, quatre techniques ont été investiguées afin de détecter et mesurer les décohésions au sein du système.

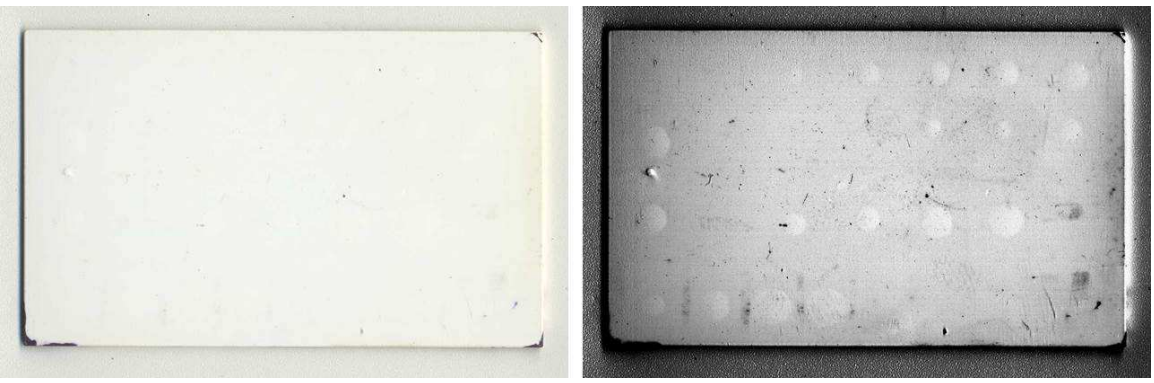
II.3.2.1 Observation en optique

L'acquisition des images numériques a été réalisée à l'aide d'un scanner Epson Expression 1640XL. Une simple observation avec les paramètres par défaut du scanner ne permet pas la détection des taches blanches (Figure II.19.a). Les contrastes et la brillance sont ajustés manuellement afin d'obtenir une image plus facilement traitable (Figure II.19.b). Chaque échantillon a nécessité un réglage propre, la structure, le vieillissement de la zircone et les éventuels résidus ne permettant pas d'obtenir d'image convenable à partir de paramètres communs à l'ensemble des dépôts. La mesure des dimensions des taches blanches est effectuée à l'aide du logiciel d'analyse d'image ImageJ. Il s'agit de trouver le diamètre moyen représentatif de la décohésion observée.

La mesure des taches blanches est effectuée en prenant en compte un facteur de forme. On utilisera le rapport de Ferret, défini comme le rapport du diamètre minimum d'un objet sur son diamètre maximum. Un rapport de de Ferret de 1 correspondra ainsi à un cercle parfait. On considèrera par la suite toute tache

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

présentant un facteur de forme compris entre 0,9 et 1 comme circulaire. Dans le cas particulier d'une tache blanche ellipsoïdale, on considèrera un cercle parfait de surface équivalente pour la mesure du diamètre de fissure.



(a) **(b)**

Figure II.19 : Images optiques numériques du revêtement zircone après chocs laser : sans ajustement de la luminosité et des contrastes (a) ; avec modification de la luminosité et des contrastes (b)

La précision de la mesure du diamètre de la tache blanche dépend de l'appréciation de l'opérateur. La limite entre une zone saine et une zone fissurée peut en effet être légèrement diffuse et conduire à une sur- ou sous-évaluation du diamètre de tache blanche. En encadrant la mesure du diamètre de fissure par deux extrema, on évalue l'incertitude maximale sur le diamètre à +/- 0,15 mm. Le tracé des courbes LASAT sera ensuite effectué à l'aide d'une régression logarithmique.

II.3.2.2 Mesure des bombés par profilométrie

La profilométrie permet la reconstitution du relief d'une surface. On utilise un profilomètre 3D Altisurf 500 de résolution verticale inférieure à 20 nm avec un pas minimum de 0,5 µm. Cet équipement utilise un capteur confocal chromatique. La lumière est focalisée au niveau de la surface de l'échantillon, selon des profondeurs différentes en fonction de la longueur d'onde. La couleur du rayonnement réfléchi est ensuite analysée, ce qui permet d'en déduire la hauteur de la surface étudiée. La procédure utilisée a été de réaliser un balayage de l'ensemble de la surface d'intérêt de l'échantillon (Figure II.20). Un traitement de suppression de forme a ensuite été opéré afin de redresser les zones à observer. Les mesures des diamètres et hauteurs de décohésions ont ensuite été faites à partir d'images agrandies, par rapport à une ligne de base moyenne. On utilisera usuellement un pas de mesure de 10 µm dans les deux directions du plan.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

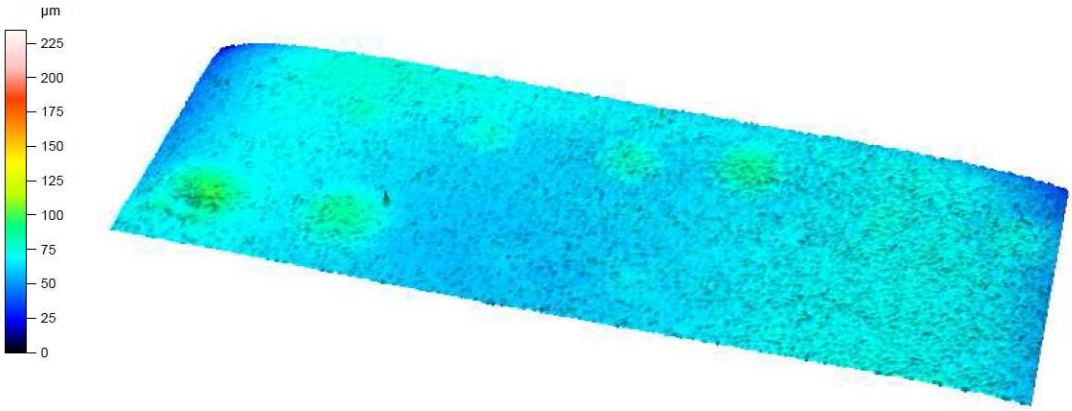


Figure II.20 : Cartographie en profilométrie de la surface céramique d'un échantillon suite à plusieurs tirs LASAT en face avant

II.3.2.3 Thermographie infrarouge

La présence d'une fissure peut être mise en évidence par la variation du flux thermique traversant une couche d'air. Une caméra infrarouge Cedip Titanium 520M à détecteur InSb est utilisée. Elle travaille aux longueurs d'ondes comprises entre 3,6 et 5,1 µm. L'échantillon, observé en vue de dessus est éclairé de manière continue à l'aide d'une source lumineuse de type lampe à incandescence halogène qui émet notamment un rayonnement infrarouge. La source lumineuse est placée selon la verticale de la couche de céramique de manière à permettre l'éclairement de l'ensemble de l'échantillon (Figure II.21). L'image est ensuite traitée numériquement à l'aide du logiciel associé à la caméra infrarouge afin de mettre en évidence les variations de flux thermique mesurées. La résolution de l'appareil est toutefois limitée à 96 ppp.

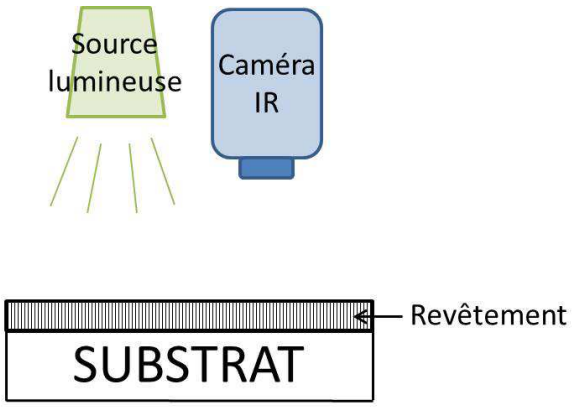


Figure II.21 : Schéma du montage utilisé pour la thermographie infrarouge

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

II.3.2.4 Piezospectroscopie

Les essais de piezospectroscopie ont été menés en collaboration avec l'équipe DMSE de l'ONERA. La piezospectroscopie utilise le phénomène de fluorescence des ions chrome III présents dans la couche d'alumine pour évaluer ainsi la contrainte au sein de celle-ci. On souhaite alors pouvoir détecter les décohésions au sein du système à partir de cartographies de l'état de contrainte au sein de l'alumine. L'analyse spectrale permet d'obtenir des mesures qui permettent d'évaluer les contraintes dans la couche (cf. § I.3.4). Cependant une cartographie spectrale complète point par point d'une surface requiert un temps d'acquisition très important (de l'ordre de la semaine et plus). L'ONERA a ainsi développé une méthode de mesure de l'intensité du signal de fluorescence point par point. L'évolution du signal de fluorescence est analysée à travers 4 paramètres : amplitude du signal de fluorescence A, durée de vie de la fluorescence τ, l'exposant de la décroissance γ et le résidu B (cf. Figure I.48). On calcule ainsi en chaque point de l'échantillon les 4 paramètres A, τ, γ et B, ce qui permet la réalisation de 4 cartographies distinctes. La réalisation de ces cartographies nécessite alors une dizaine d'heures pour une surface de 5 cm^2 (pour indication la surface des plaques utilisées dans cette étude est de 15 cm^2). La résolution spatiale des cartographies effectuées est proche de 100 µm. On n'utilisera dans cette étude uniquement les cartographies en amplitude A et en durée de vie τ.

Conclusion

La caractérisation du type de structure colonnaire a été effectuée sur les échantillons de l'étude. L'orientation cristalline secondaire du substrat a été évaluée à l'aide d'une attaque chimique. L'ensemble des plaques revêtues qui seront utilisées dans ces travaux pourront ainsi être comparées le plus objectivement possible, permettant une détermination de leur adhérence respective.

Les essais LASAT-2D en configuration originale face avant sont décrits. Le contrôle de la présence et de la localisation des fissures est réalisé à l'aide d'observation MEB de coupes métallographiques. La détection et la mesure des fissures sont effectuées de manière non destructive par imagerie optique, profilométrie ou thermographie. Certains échantillons sont également expertisés en piézospectroscopie en collaboration avec l'ONERA (équipe DMSE).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CHAPITRE III Etude de l'essai d'adhérence LASAT-2D en face avant appliqué aux barrières thermiques EB-PVD

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Sommaire

CHAPITRE III Etude de l'essai d'adhérence LASAT-2D en face avant appliqué aux barrières thermiques EB-PVD 89

Introduction 92

III.1 Détection et mesure de décohésions interfaciales par choc laser en face avant 94

III.1.1 Relation entre diamètre de fissures et diamètre de taches blanches 94

III.1.2 Autres techniques non destructives pour la mesure de fissure interfaciale 101

III.1.2.1 Profilométrie optique 101

III.1.2.2 Capteur d'image infrarouge 103

III.1.2.3 Piezospectroscopie de photoluminescence des ions Cr3+ 104

a) Cartographie des signaux de photoluminescence 105

b) Analyse spectrale 109

III.1.3 Courbes LASAT-2D en vue de la mesure d'adhérence 110

III.2 Mise-en-oeuvre de l'essai d'adhérence LASAT-2D en face avant 113

III.2.1 Reproductibilité de l'essai LASAT 114

III.2.1.1 En face arrière 114

III.2.1.2 En face avant 116

III.2.2 Influence du milieu de choc sur la tache blanche 117

III.2.2.1 Influence du milieu d'ablation 118

a) En face arrière 119

b) En face avant 121

III.2.2.2 Influence du milieu de confinement 123

a) En face arrière 123

b) En face avant 126

III.2.2.3 Conclusion 129

III.2.3 Influence de l'épaisseur de substrat 129

III.3 Comparaison des configurations de choc « face avant » et « face arrière » 133

III.3.1 Courbes LASAT-2D 133

III.3.2 Faciès des fissures interfaciales 135

III.3.3 Modifications de l'adhésif noir après ablation 136

III.3.4 Cas d'un échantillon sensible à la fissuration intra-colonnaire 137

III.4 Modèle numérique de propagation d'onde et courbes LASAT-2D 141

III.4.1 Modèle numérique par éléments finis 142

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.4.1.1 Paramètres du modèle 142
III.4.1.2 Application au système barrière thermique 144
III.4.2 Etude de la propagation des ondes en configuration face avant et établissement des courbes LASAT-2D simulées 146
III.4.3 Détermination de l'adhérence par LASAT-2D en face avant 151
Conclusion 154

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction

Pour une aube de turbine, le faisceau laser ne peut être pointé que sur la partie externe de la pièce qui est revêtue de céramique. L'essai LASAT doit donc être envisagé avec le choc laser pratiqué du côté de la couche céramique. Cette nouvelle configuration, originale, d'un essai d'adhérence par choc laser dit « face avant » entraine un certain nombre de changements par rapport à la configuration usuelle ou le choc laser est produit sur la face métallique opposée au dépôt de barrière thermique. Ces changements concernent a priori les modalités de l'interaction laser-matière, la propagation de l'onde de choc avec la contribution éventuelle des effets 2D et également la réponse du système barrière thermique en vue de pratiquer une décohésion interfaciale et si possible, d'en mesurer la taille de manière non destructive. Ces aspects seront détaillés dans ce chapitre en vue de proposer un essai d'adhérence LASAT en face avant sur barrière thermique EB-PVD. L'objet de ce chapitre est donc l'exposé des travaux liés au développement de cet essai d'adhérence LASAT en face avant dans une configuration destructive, c'est-à-dire par la pratique d'une décohésion interfaciale. Ce développement doit ouvrir dans la suite de cette thèse sur la conduite d'un essai LASAT non destructif sur aube de turbine (choc en dessous du seuil de décohésion).

Dans un premier temps, il s'agit d'étudier la réponse d'un système barrière thermique lorsqu'est pratiqué un choc laser du côté de la céramique. La présence et le dimensionnement de la fissuration interfaciale après le choc face avant sont étudiés au travers de l'emploi et l'évaluation de méthodes destructives (métallographie optique ou MEB) ou non destructives (lumière blanche, piezospectroscopie Cr^{3+}, infrarouge, profilométrie). La méthodologie d'un essai LASAT face avant, en particulier avec l'utilisation de courbes LASAT-2D est mise en avant dans le cas d'un essai LASAT destructif. Cette démarche permet d'étudier le système barrière thermique EB-PVD choqué en face avant pour différentes conditions de choc et d'aborder la reproductibilité de la réponse de ce système pour une condition de choc reproduite et répétée de manière interrompue dans le temps. Par ce biais, on aborde dans cette partie du chapitre la comparaison de la robustesse d'un essai LASAT multi-chocs (courbes LASAT 2D) avec celle d'un essai LASAT mono-choc qui correspondrait à la pratique d'un seul tir laser pour la mesure de l'adhérence. De même, on introduit l'examen de conditions de choc proche du seuil de décohésion pour lesquelles la présence ou non d'un défaut de petite taille (Ø < 1mm) doit être étudiée.

Dans un second temps, la mise en place de l'essai LASAT en face avant et le choix de conditions laser opérationnelles passent par l'étude de l'influence de différents milieux d'interaction utilisables pour le choc laser en face avant. Ces milieux comprennent une couche d'ablation au dessus de la céramique, elle-même surmontée d'une couche de confinement. Il s'agit d'évaluer notamment les changements du chargement mécanique produit et introduit par ce milieu d'interaction par rapport aux conditions usuelles lorsque l'on pratique le choc laser directement sur le métal avec un confinement à l'eau. A ce stade du travail on s'intéressera surtout à la résultante de ces changements sur le mode de fissuration à l'interface de la barrière thermique. Cette démarche permet d'aboutir à une comparaison entre l'essai LASAT-2D en face avant et l'essai LASAT-2D usuel en face arrière que l'on présente dans une troisième partie au travers notamment d'un cas particulier de multi fissuration.

A partir de cette comparaison expérimentale des essais LASAT-2D, il s'agit dans la dernière partie de ce chapitre d'étoffer la compréhension des phénomènes de propagation d'onde de choc possibles lorsqu'un tir en face avant au sein d'un système barrière thermique EB PVD est opéré. Pour ce faire, on fait appel à la simulation numérique de la propagation bidimensionnelle d'une onde de choc (logiciel

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Abaqus/Explicit). L'objectif est d'élucider l'origine ou les origines possibles de la décohésion interfaciale observée suite à un choc laser en face avant. On utilise alors la simulation numérique du choc face avant pour différentes épaisseurs de substrat en associant l'effet possible du transfert de l'onde dans le milieu ablateur. Ces comparaisons sont discutées au travers de l'établissement d'abaques des courbes LASAT-2D simulées à superposer aux courbes obtenues expérimentalement sur un échantillon représentatif d'une barrière thermique EB-PVD standard. On estimera alors une valeur de résistance interfaciale théorique du système selon les hypothèses du calcul retenues.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.1 Détection et mesure de décohésions interfaciales par choc laser en face avant

L'essai d'adhérence par choc laser est développé afin de déterminer le seuil d'adhérence d'un revêtement de barrière thermique en sollicitation dynamique ($\dot{\varepsilon} > 10^6.s^{-1}$). Dans le cadre du protocole de mesure usuel [BER11, GUI10], il s'agit d'effectuer plusieurs tirs à des niveaux de fluence du laser croissants (diamètre de choc constant) pour déterminer un seuil encadré par un choc sans fissure et un choc avec une fissure à l'interface céramique/métal. Le contrôle de la présence d'une fissure interfaciale post-choc est généralement effectué selon deux méthodes. Ce peut-être par une coupe métallographique transversale au milieu de la zone choquée ce qui a l'avantage de situer précisément le chemin de fissure et d'estimer la longueur de fissure et le diamètre de surface correspondant à supposer la fissure circulaire (ce qui est le cas pour les essais sur barrière thermique EB-PVD de cette thèse). Cette méthode est cependant destructive. Une autre méthode envisageable traite les mesures des signaux de vitesse de surface libre par interférométrie Doppler (équipement VISAR) obtenus pendant le choc. Ceux-ci permettent de détecter l'apparition ou non d'une fissure et ce, de manière non destructive. Cette technique est cependant lourde à mettre en œuvre dans le cas d'une application industrielle et requiert un équipement particulier avec un accès de la surface opposée à la zone choquée par le laser de mesure. En outre, elle ne permet pas de mesurer la taille de la fissure.

C'est pourquoi on privilégie dans notre étude une méthode particulière, développée essentiellement ces dernières années par G. Fabre [FAB11] et J.-P. Cuq-Lelandais [CUQ10] au travers du développement de l'essai LASAT-2D en face arrière. Cette méthode simple se fonde sur les propriétés optiques du système barrière thermique au travers d'une modification de la blancheur de la zircone en vue de dessus au niveau de la zone fissurée. On appelle ce phénomène optique lié à la présence d'une zone de décohésion interfaciale celui de la « tache blanche ». Il permet une lecture directe de la présence ou non d'une fissure et également une mesure directe de la taille de celle-ci. On associe alors à chaque système revêtu une courbe LASAT-2D qui représente l'évolution du diamètre de fissure en fonction de la densité de puissance laser utilisée. Ces courbes sont symptomatiques d'un niveau d'adhérence à estimer grâce à des abaques simulés à partir d'un critère de rupture fragile sans propagation [FAB13]. Pour notre étude du choc en face avant, on se propose d'utiliser un protocole semblable afin de mesurer l'adhérence de divers échantillons. Le choc laser sera appliqué sur un adhésif vinylique appliqué en surface de la céramique EB-PVD. Un adhésif transparent est utilisé comme confinement. Il s'agit donc dans un premier temps de mesurer les diamètres de la décohésion suite à différents chocs laser en face avant relatifs à différentes densités de flux laser.

III.1.1 Relation entre diamètre de fissures et diamètre de taches blanches

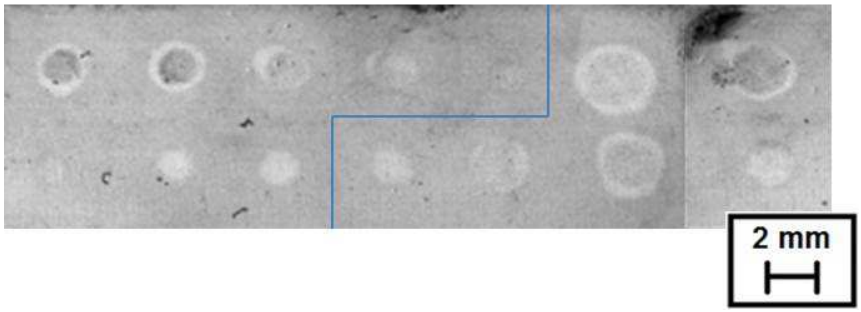
Lors de premiers tirs laser en face avant sur système barrière thermique EB-PVD, on a pu montrer l'apparition de taches blanches [FAB13]. La nature de ce phénomène n'a toutefois pas été étudiée plus avant en comparaison avec les tirs en face arrière (côté métal). Il s'agit alors d'étudier différentes configurations qui mènent à l'apparition de ces taches blanches et d'examiner l'endommagement qui en serait responsable. On s'intéresse également aux possibles différences qu'il pourrait exister entre les

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

taches blanches en fonction de leurs tailles, des plus petites qui sont parfois difficillement visibles et les plus grandes qui sont par contre nettement détectables.

On souhaite tout d'abord déterminer un diamètre de choc à privilégier afin de pouvoir obtenir des taches blanches selon des niveaux d'énergie laser acceptables (notamment pour favoriser l'absence de claquage dans le milieu de confinement). Il s'agit en effet de pouvoir mesurer ultérieurement l'adhérence par LASAT sur une pièce revêtue dont la géométrie nous contraint plutôt à étudier des chocs réalisés sur des surfaces relativement faibles (cf. Figure III.1 avec des diamètres de surface impactés inférieurs à 3 mm).

On observe en vue de dessus (macroscope optique avec contraste numérique modifié) un échantillon d'épaisseur totale 2,2 mm juste après avoir été choqué en face avant (côté céramique) en différents endroits (2 lignes avec 7 chocs alignés dont les paramètres de choc correspondants sont précisés et repérés dans le tableau de la Figure III.1) selon plusieurs densités croissantes de puissance laser (GW/cm²) et deux diamètres de choc (D_l = 2 ou 3mm).



D_l : 2 mm	11,1 GW/cm²	9,0 GW/cm²	6,1 GW/cm²	4,9 GW/cm²	4,3 GW/cm²	3,5 GW/cm²	4,8 GW/cm²	D_l : 3 mm
	4,2 GW/cm²	4,9 GW/cm²	6,1 GW/cm²	2,7 GW/cm²	3,2 GW/cm²	3,7 GW/cm²	2,7 GW/cm²	

Figure III.1 : Vue de dessus de zones choquées côté céramique (face avant) avec taches blanches et paramètres laser correspondants

A la suite des différents tirs, on observe bien à l'œil nu une variation de la blancheur en forme de tache de forme circulaire sur le dessus de la zircone pour certains chocs. On suppose que c'est le même phénomène de « tache blanche » établi en face arrière que l'on obtient également en face avant. Il faut préciser que pour des chocs à forte intensité (4,8 GW/cm^2 et plus), la zircone peut localement être noircie au niveau de la zone choquée (2 premiers chocs en haut à gauche sur la Figure III.1 notamment). Il s'agit de résidus issus du ruban adhésif noir qui seront sublimés rapidement aux températures de fonctionnement du système.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

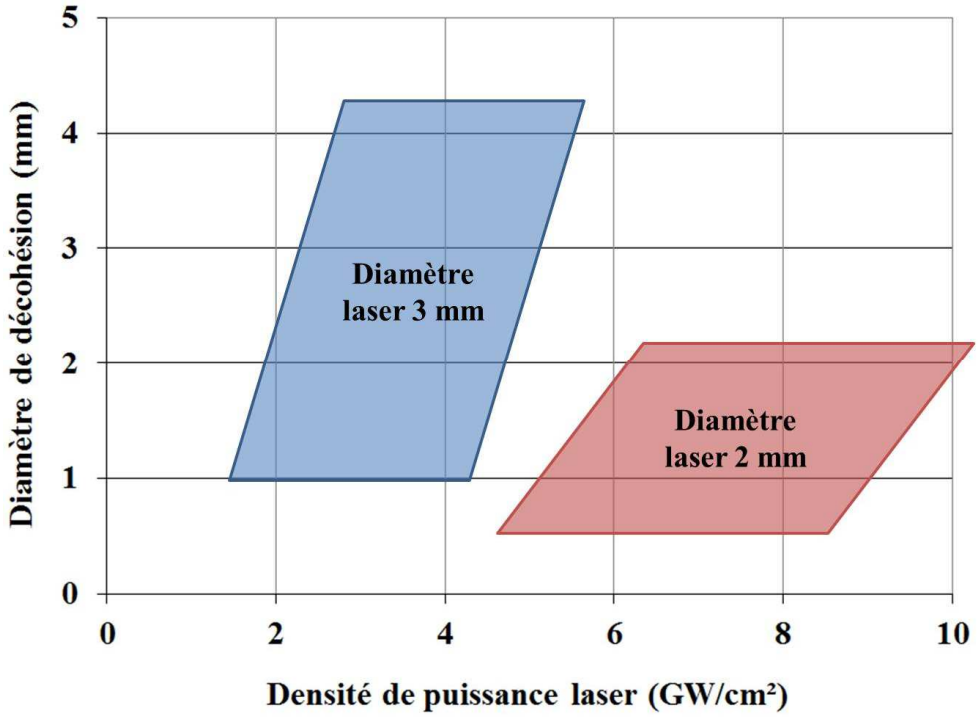


Figure III.2 : Conditions de choc étudiées conduisant à l'apparition de taches blanches pour deux diamètres laser

Notons que pour cette expérience les taches blanches observées pour un diamètre de faisceau laser de 2 mm ont été obtenues dans le domaine des densités de puissance laser comprises entre 5 et 11 GW/cm^2 (Figure III.2). Ces densités de flux relativement élevées sont potentiellement proches de la limite de claquage du laser dans le milieu de confinement (9 GW/cm^2 pour l'eau, indéterminée pour l'adhésif transparent utilisé dans notre cas) voire de l'air lui-même (5 GW/cm^2, [BER98, SOL02]). Les phénomènes mis en jeu à ces niveaux de densité de puissance laser ne permettent pas la création d'un chargement mécanique bien contrôlé. Les chocs de diamètre 2 mm ne seront donc pas utilisés sur ce système. On s'intéressera donc par la suite essentiellement aux tirs effectués pour un diamètre de faisceau de 3 mm qui présentent un bon compromis entre faible surface et densité de flux laser acceptable (comprise entre 1 et 4-5 GW/cm^2) qui permet d'obtenir une gamme de diamètres de taches blanches compris entre 1 et 4,5 mm. L'utilisation de diamètres laser de 2,5 ou 3,5 mm pourrait être envisagée sur ce système. Du fait de la limitation en énergie (1,8 J) du laser du Centre des Matériaux, un diamètre D_l trop important (supérieur à 4 mm) ne permettrait pas l'obtention d'une densité de puissance laser suffisante pour générer un choc fissurant.

L'échantillon a été ensuite observé en coupe au MEB. Plusieurs zones impactées (ayant entrainé ou non l'apparition d'une tache blanche) ont été observées et découpées de manière précise au milieu de la zone choquée.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

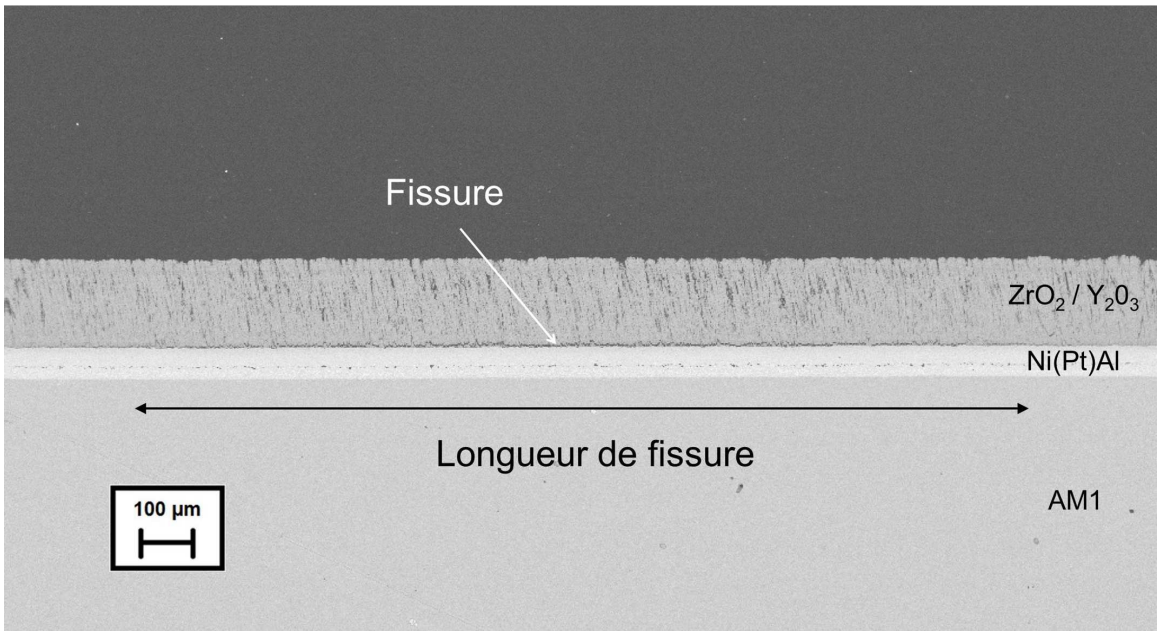
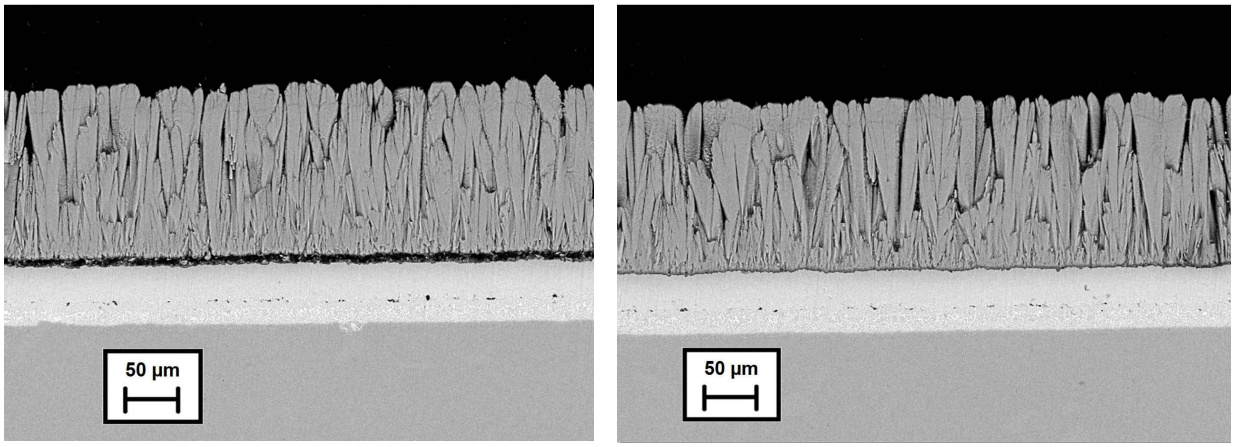


Figure III.3 : Observation et mesure MEB en électrons rétrodiffusés du diamètre de la fissure générée par LASAT (D_l = 3 mm, 2,7 GW/cm^2)

Pour chacun des chocs qui ont conduit à une tache blanche observée à l'œil, une fissure est bien détectée à l'interface céramique/métal par microscopie. Elle se situe entre le haut de la couche d'alumine et le bas des colonnes de zircone (Figure III.4.a). Les colonnes de zircone EB-PVD en hauteur ne semblent pas présenter de modification de leur structure suite à l'application de l'essai LASAT en face avant. Cette localisation de la fissure correspond à ce qui est observé sur les pièces en fonctionnement, l'essai est donc représentatif de l'endommagement en conditions réelles.



(a) Interface choquée avec une fissure et une tache blanche (D_l = 3 mm, 2,8 GW/cm²)

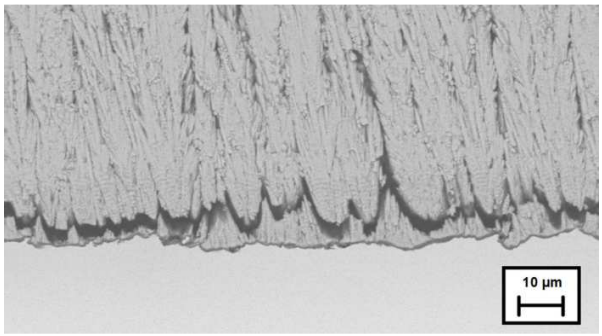
(b) Interface choquée « sous seuil » sans fissure ni tache blanche (D_l = 3 mm, 1,1 GW/cm²)

Figure III.4 : Images MEB en électrons rétrodiffusés de l'interface suite à un choc laser en face avant

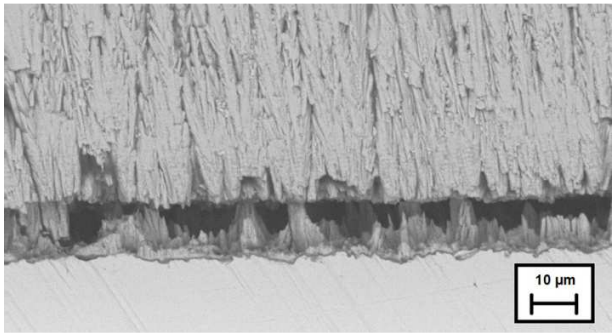
CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les zones choquées n'ayant pas entrainé de tache blanche ne présentent aucun signe particulier que ce soit au niveau de la zircone, de l'interface ou du substrat (Figure III.4.b). En toute rigueur, ces observations ne permettent pas pour l'instant de nous assurer sans ambiguïté de l'absence de fissure qui serait faiblement ouverte et donc difficilement identifiable dans le plan de coupe. Il est cependant vérifié que l'observation d'une tache blanche se traduit systématiquement par la présence d'une fissure interfaciale au sein du revêtement.

Les décohésions obtenues peuvent présenter des dimensions très variables pour le même diamètre de faisceau laser et différentes densités de puissance. On souhaite alors comparer plus précisément les fissures de faible et de grande longueur pour le diamètre de faisceau laser 3 mm (Figure III.5).



(a) Interface choquée (2,7 GW/cm²) avec une fissure de faible dimension relative à une tache blanche de diamètre 2mm



(b) Interface choquée (3,7 GW/cm²) avec une fissure de grande dimension relative à une tache blanche de diamètre 4,4mm

Figure III.5 : Images MEB en électrons rétrodiffusés en milieu de fissure de deux interfaces délaminées : influence de la longueur de fissure sur le faciès de rupture

La fissure est localisée dans tous les cas au-dessus de la couche d'alumine. Elle se propage à travers le bas des colonnes de zircone yttriée, sectionnant par endroit la céramique sur quelques micromètres. L'ouverture de la fissure varie avec le diamètre de la fissure. Pour un choc ayant créé une fissure de faible diamètre (Figure III.5.a), on observe la création d'une fissure avec une hauteur de l'ordre du micromètre. Dans le cas d'une fissure de grand diamètre (Figure III.5.b), l'ouverture de la fissure et donc de la lame d'air créée est d'une dizaine de micromètres.

Ces variations de l'épaisseur de la lame d'air à l'origine de la tache blanche (cf. § I.3.1) pourraient éventuellement avoir une influence sur le rendu optique de la tache blanche et introduire une limitation lors de la mesure des diamètres de taches blanches. C'est pourquoi on souhaite déterminer si la tache blanche obtenue en face avant rend compte fidèlement de la taille de la fissure à l'interface.

Des mesures systématiques des longueurs de fissures par coupe métallographique ont été effectuées. Il s'agit d'évaluer si le diamètre de tache blanche mesuré macroscopiquement avec un scanner à plat optique

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

correspond bien à la longueur de fissure créée à l'interface et mesurée après polissage jusqu'au plan diamétral de la tache laser (Figure III.6).

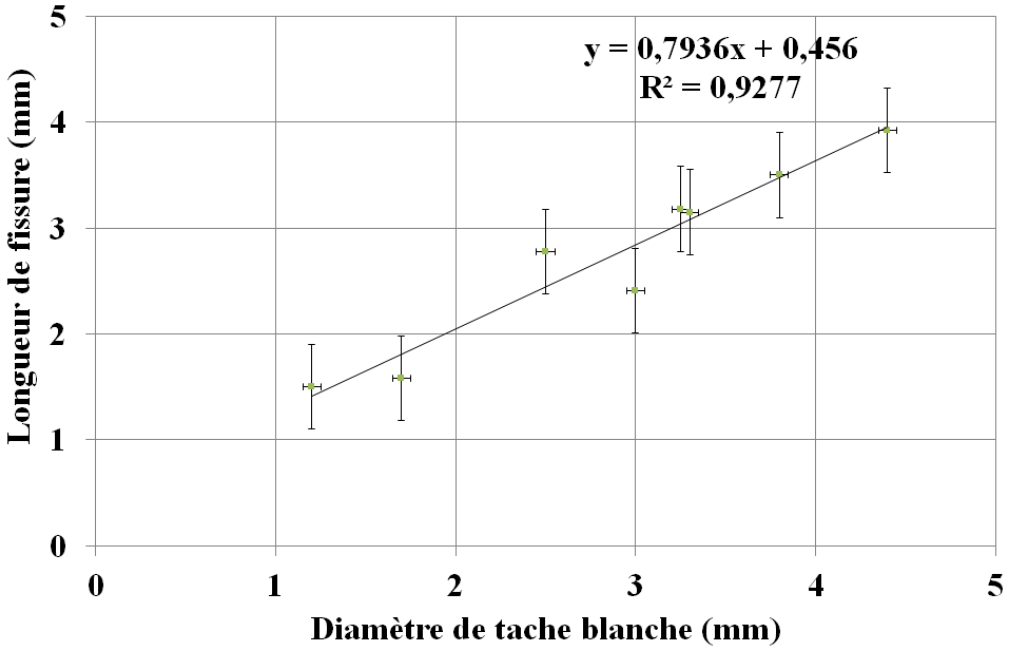


Figure III.6 : Longueurs de fissures mesurées par métallographie en fonction du diamètre de tache blanche correspondant mesuré en vue de dessus

Ces observations montrent une bonne correspondance entre les mesures de fissures réalisées en microscopie et les observations optiques de la tache blanche en vue de dessus (Figure III.6). L'incertitude sur les mesures en coupe résulte de plusieurs facteurs. Tout d'abord, la découpe métallographique ne permet de ne rendre compte que d'un seul diamètre de fissure. Cette mesure est réalisée dans un plan qui n'est pas forcément représentatif de la longueur moyenne de la fissure (notamment pour les fissures ayant un facteur de forme proche de 0,9). De plus la découpe et le polissage sont réalisés manuellement. Le positionnement du milieu de la zone circulaire fissurée dépend donc de l'appréciation la plus méticuleuse possible de l'opérateur. On risque ainsi de sous-évaluer la longueur de fissure. Enfin la détection des fonds de fissure est elle aussi à l'appréciation de l'opérateur (Figure III.7).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

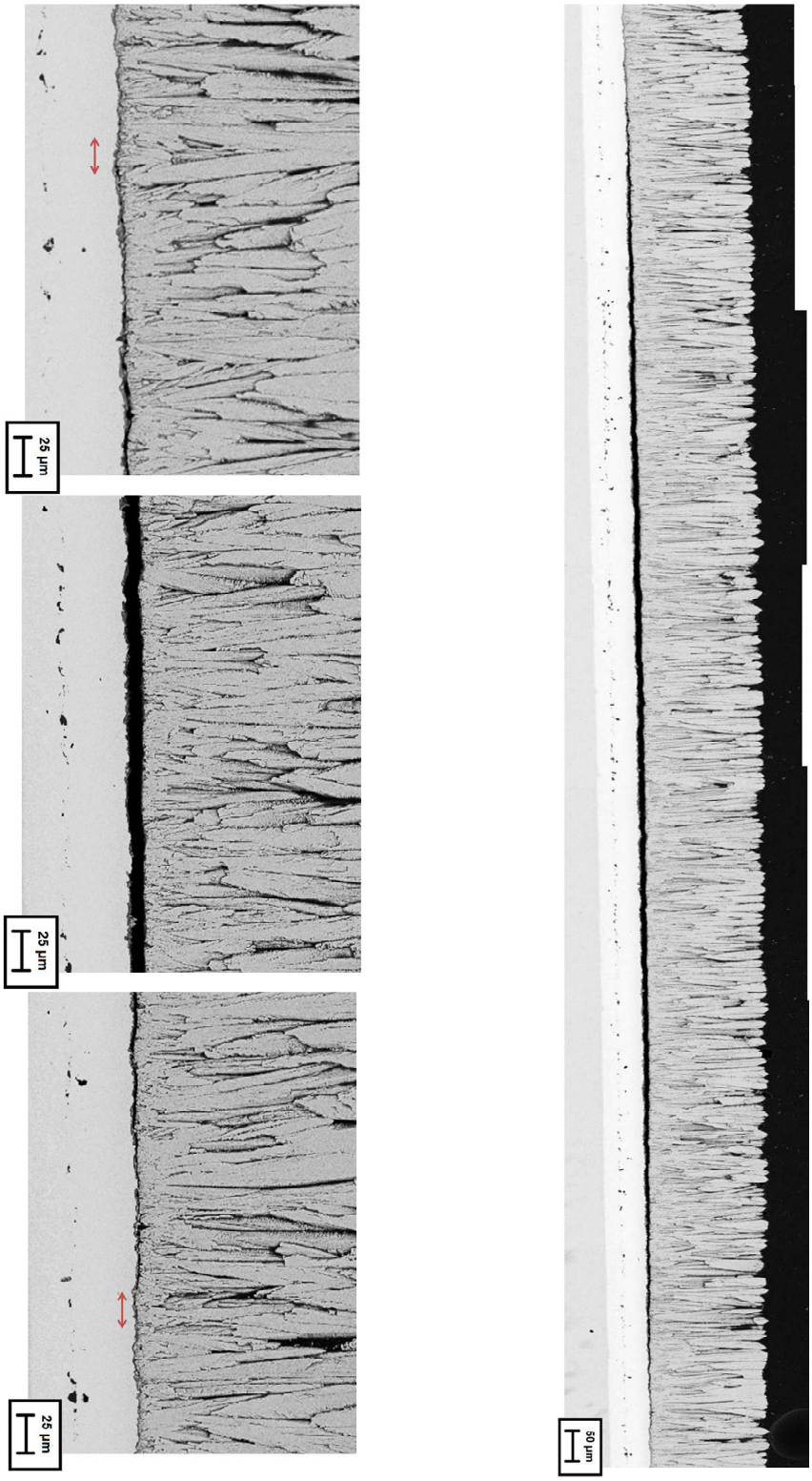


Figure III.7 : Images MEB en électrons rétrodiffusés de l'interface superposées : identification des pointes de fissure (D_I = 3 mm, 3,2 GW/cm^2, diamètre de tache blanche 2,6 mm)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

La Figure III.7 nous permet d'évaluer une incertitude de 50 µm sur la mesure de la longueur de fissure en elle-même. On peut toutefois assurer que la mesure de la tache blanche rend bien compte de la présence et de la taille d'une fissure à l'interface du système comme ce qui avait été observé en face arrière.

Sur l'ensemble des échantillons de cette étude, la détection d'une tache blanche a toujours été possible à l'œil nu en présence de lumière naturelle. Le traitement numérique de l'image sert uniquement à amplifier les contrastes pour obtenir un meilleur rendu contour, il n'est pas un « révélateur ». Notons toutefois que certains dépôts EB-PVD sous-stœchiométriques en oxygène peuvent parfois nécessiter un traitement thermique particulier dit « de blanchiment » ou l'utilisation d'une caméra multispectrale [FAB13]. Comme en face arrière, cette mesure de tache blanche issu d'un choc laser face avant est simple, rapide et non-destructive. Elle nous permet ainsi une grande flexibilité pour la suite de l'étude.

III.1.2 Autres techniques non destructives pour la mesure de fissure interfaciale

La mesure du diamètre de tache blanche par macroscopie optique en vue de dessus est à la fois rapide, fiable et représentative de la fissure créée à l'interface. Cependant cette mesure peut dans certains cas présenter des limites surtout si l'on souhaite garantir la non présence d'une fissure ou encore s'interroger sur la présence de fissure de petit diamètre (typiquement inférieur à 1 mm). Cela pose la question de la limite de détection par cette méthode optique dont on a vu qu'elle peut dépendre également des propriétés optiques de la zircone en relation avec sa microstructure [FAB13]. On s'intéresse ici à trois autres méthodes non destructives de détections et de mesure de diamètre de fissure associée (profilométrie optique, capteur infrarouge, piezospectroscopie des ions Cr^{3+}). Ces méthodes peuvent par ailleurs nous donner des informations complémentaires sur le système barrière thermique après choc avec ou sans décohésion. Nous verrons dans les chapitres suivants comment utiliser certaines de ces informations pour la compréhension et l'analyse des phénomènes rencontrés suite à une décohésion.

III.1.2.1 Profilométrie optique

La zircone EB-PVD est déposée à haute température (jusqu'à 1100°C mesuré en surface du substrat). Lors du refroidissement dans l'enceinte, la différence de coefficients de dilatation thermique entre la céramique et la partie métallique du système génère des contraintes internes au sein du revêtement qui peuvent subsister au repos sous la forme de contraintes résiduelles. Certains auteurs émettent l'hypothèse que la zircone étant déposée à chaud sans contrainte, elle serait alors en compression à la température ambiante et donc pendant que les essais LASAT sont menés [TOL04, THE07].

A la suite d'une décohésion, la céramique relaxée peut être soumise à un phénomène de flambement. Elle forme pour les fissures les plus grandes (3 mm de diamètre et plus) une délamination sous forme de cloque (cf. § I.3.3) facilement détectable. La mesure du diamètre de cette cloque peut également fournir directement des données quantitatives sur la fissure sous-jacente (cf. Figure III.5). Des essais de profilométrie non destructifs ont été réalisés afin de déterminer si cette technique présentait un avantage pour caractériser la fissure interfaciale par rapport à la visualisation de tache blanche qu'on a utilisé dans le paragraphe III.1.1 comme mesure de la taille de la fissure après LASAT en face avant.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

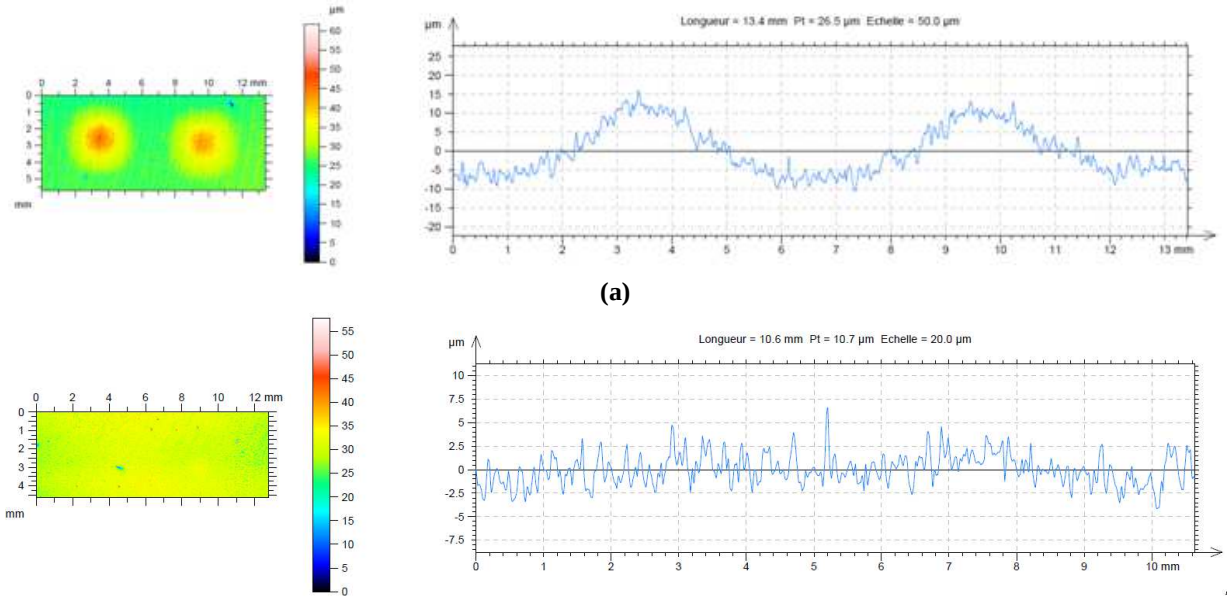


Figure III.8 : Relevé topographique réalisé sur plusieurs zones choquées en face avant et extraction du profil central : taches blanches de 4 mm et 3,8 mm de diamètre (a) ; taches blanches de 1 et 1,3 mm de diamètre (b)

Les observations représentées sur la Figure III.8.a montrent une détection de la zone bombée qui est très bien marquée pour les décohésions circulaires de grand diamètre (supérieur à 2 mm). La mesure manuelle du diamètre de la zone bombée à partir de ces relevés topographiques est sensible à l'interprétation de la position du début de bombé par l'opérateur. Cela peut conduire à des écarts estimés à +/- 0,5 mm qui ont pu être constatés pour différentes mesures effectuées sur des mêmes données de profilométrie. Il s'agit d'un écart plutôt important en comparaison avec les +/- 0,1 mm observés par la méthode optique de la tache blanche. Par contre les hauteurs des bombés sont mesurables avec une précision et une reproductibilité toutes deux bonnes pour les décohésions des taches blanches supérieures à 2 mm de diamètre. Cette donnée n'est pas obtenue par la méthode optique de la tache blanche en visualisation par macroscopie optique. La résolution en hauteur du profilomètre 3D à résolution spectrale (Altisurf 500, Altimet, France) est donnée inférieure à 20 nm. Ceci laisse penser que cet équipement serait capable de discerner les bombés de faible dimension relatifs aux décohésions de faible diamètres. Cependant, la rugosité de la surface de la zircone colonnaire perturbe la détection d'un profil d'un bombé éventuel de faible amplitude associé à une fissure interfaciale de diamètre proche de 1 mm (Figure III.8.b). Cette technique est donc en retrait par rapport à l'observation visuelle et l'acquisition d'image optique quant à l'observation des décohésions les plus faibles.

La Figure III.9 permet de comparer sur plusieurs décohésions les mesures de diamètre de fissure obtenues par profilométrie avec celles obtenues par observation de la tache blanche. En sus de la plus grande incertitude de la mesure sur les bombés, il semble que les diamètres mesurés par cette méthode soient sous évalués par rapport à ceux mesurés à l'aide de la tache blanche. Il nous parait alors peu pertinent d'utiliser

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

cette technique pour dimensionner le diamètre des décohésions, au risque de sous-estimer l'étendue des fissures à l'interface.

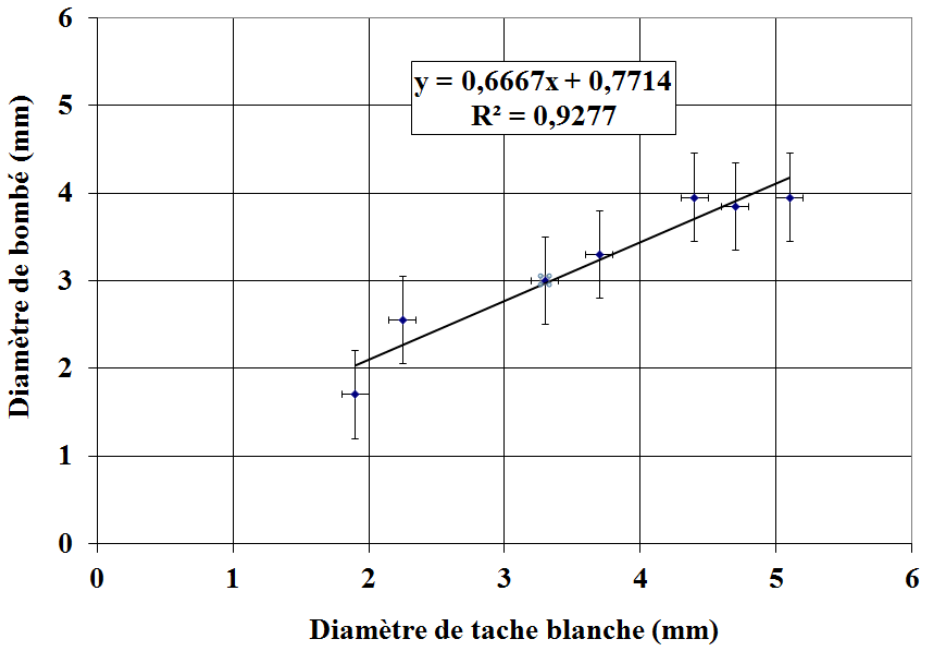


Figure III.9 : Diamètre de bombé mesuré par profilométrie en fonction du diamètre de tache blanche correspondant observé en vue de dessus

La méthode par profilométrie optique nous apporte donc des informations qualitatives sur l'éventuelle rupture de l'interface associée à une déformation vers le haut de la couche céramique, mais de manière moins précise que la détection de tache blanche sur un échantillon de référence. On peut cependant tracer une courbe LASAT-2D obtenue par profilométrie.

La mesure de la tache blanche par macroscopie optique reste la méthode de référence utilisée pour rendre compte du diamètre de la fissure sur ce système. La profilométrie pourrait toutefois être une méthode d'intérêt pour les dépôts pour lesquels l'observation d'une tache blanche est impossible (zircone sous-stœchiométrique, zircone revêtue de CMAS, etc.).

III.1.2.2 Capteur d'image infrarouge

La création de fissures à l'interface du système est susceptible de modifier les flux de chaleur transmis à travers l'échantillon. On utilise alors une caméra thermique à détecteur InSb (détection optimisée dans l'infrarouge entre 3 et 5 µm), afin d'observer la surface de la céramique suite à l'application d'un flux de chaleur continu à proximité.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

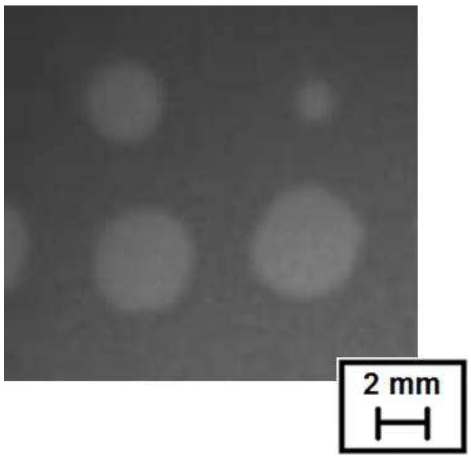


Figure III.10 : Image IR d'un échantillon choqué en vue de dessus (longueur d'onde comprise entre 3 et 5 µm)

Des zones circulaires transmettant un flux thermique distinct du reste de l'échantillon sont détectées avec un capteur infrarouge qui mesure la température de surface de la céramique (Figure III.10). La représentation de la fissure détectée en infrarouge à partir du signal thermique sera appelée tache blanche par analogie avec les observations en optique. L'acquisition dans cette gamme de longueur d'onde semble conduire à un meilleur rendu du contraste en périphérie de la tache blanche. On distingue très nettement les zones fissurées des zones saines. De plus cette technique permet de fournir un signal très facilement interprétable, sans aucun signal parasite provenant de pollutions en surface ou au sein de l'échantillon. Elle semblerait ainsi être particulièrement pertinente pour la détection de fissures de petite taille et de faible ouverture pour lesquelles la fiabilité d'autres techniques peut être mise en doute par la limite des phénomènes physiques ou la présence d'artefacts.

Les mesures de diamètres de taches blanches sont semblables à celles obtenues en macroscopie optique. Cependant, la résolution spataile du capteur de la caméra infrarouge étant plus faible que celle des images obtenues en optique, l'incertitude de mesure des diamètres de tache blanche est plus grande avec cette méthode (0,25 mm contre 0,15 mm). C'est pourquoi le tracé des courbes LASAT-2D n'a pas été effectué à partir de ces clichés en infrarouge. La caméra thermique est malgré tout bien adaptée pour la détection de taches blanches, et notamment pour les échantillons qui présenteraient des fissures de petites tailles. Ce point sera étudié plus amplement dans le chapitre suivant. Ce capteur infrarouge présente un bon compromis entre facilité, rapidité d'utilisation et qualité de contraste de l'image de la tache blanche obtenue, et pourrait ainsi être utilisé sans difficulté dans un environnement industriel en tant que technique de contrôle de présence de fissures. On pourrait approfondir cette méthode en modifiant les modalités de chargement thermique qui pourraient éventuellement améliorer la sensibilité du rendu. Une approche quantitative aidée par la simulation pourrait même aider à remonter à l'ouverture de la fissure.

III.1.2.3 Piezospectroscopie de photoluminescence des ions Cr3+

L'ONERA (au sein de l'équipe DMSE de F. Lepoutre) a développé ces dernières années une méthode de détection des défauts dans les systèmes revêtus EB-PVD. Au sein de l'alumine comprise entre la sous-

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

couche (Ni,Pt)Al et la zircone se trouvent des ions Cr^{3+} en substitution de l'aluminium. Ils sont issus de la diffusion à haute température depuis le substrat. A la suite d'une excitation provoquée par laser (Ar^{+} à 514 nm dans notre cas), ces ions vont revenir à leur état fondamental en émettant un signal de fluorescence. Le décalage du signal de fluorescence des ions Cr^{3+} est analysé par spectromètre, et peut être relié à l'état de contrainte des ions chrome III dans l'alumine. On a ainsi accès à des informations sur l'état de contrainte à l'interface, et donc sur la présence d'une fissure.

La piezospectroscopie est utilisée de manière générale en analysant point par point un spectre de fluorescence. La cartographie d'un échantillon par cette méthode étant particulièrement longue, l'ONERA a développé une nouvelle approche de cette technique. Il s'agit plutôt d'exploiter les signaux temporels et de mesurer les variations suite à des excitations répétées. On a montré que les variations des composantes du signal temporel (essentiellement durée de vie et amplitude) et les décalages de raie sont des informations directes sur l'état de contrainte à l'interface, et donc sur la présence d'une fissure qui modifie cet état (relaxation) par rapport à une zone non fissurée (cf. § I.3.4). On passe ainsi d'une mesure spectrale d'une dizaine de jours à une mesure d'une dizaine d'heures (pour une surface d'une dizaine de cm^2). On ne pourra cependant pas mesurer quantitativement les contraintes résiduelles par cette méthode cartographique car cela réclamerait un calibrage précis et une étude plus approfondie des contraintes internes sur le signal temporel. On se limite donc à la détection géométrique de décohésions interfaciales en relation avec ces variations.

a) Cartographie des signaux de photoluminescence

Une première observation est effectuée sur un échantillon brut de fabrication ayant été choqué à deux endroits. La faible épaisseur de la couche d'alumine (moins de 1 µm) n'a pas permis de réaliser des spectres de fluorescence suffisamment résolus sur cet échantillon pour des temps d'acquisition même assez long. Le niveau de contrainte au sein de l'alumine à l'état brut de production est dès lors impossible à établir avec la méthode spectrale, la technique développée par l'ONERA prend alors toute son importance car les signaux enregistrés sont beaucoup plus intenses et mieux résolus. On souhaite donc analyser les signaux temporels obtenus en fonction de leurs niveaux d'amplitude et de leurs valeurs de durée de vie calculées. Ces données sont associées à un état de l'alumine correspondant, c'est-à-dire contraint ou détensionné par rapport à un état de référence (en général l'état non endommagé ou « sain »).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

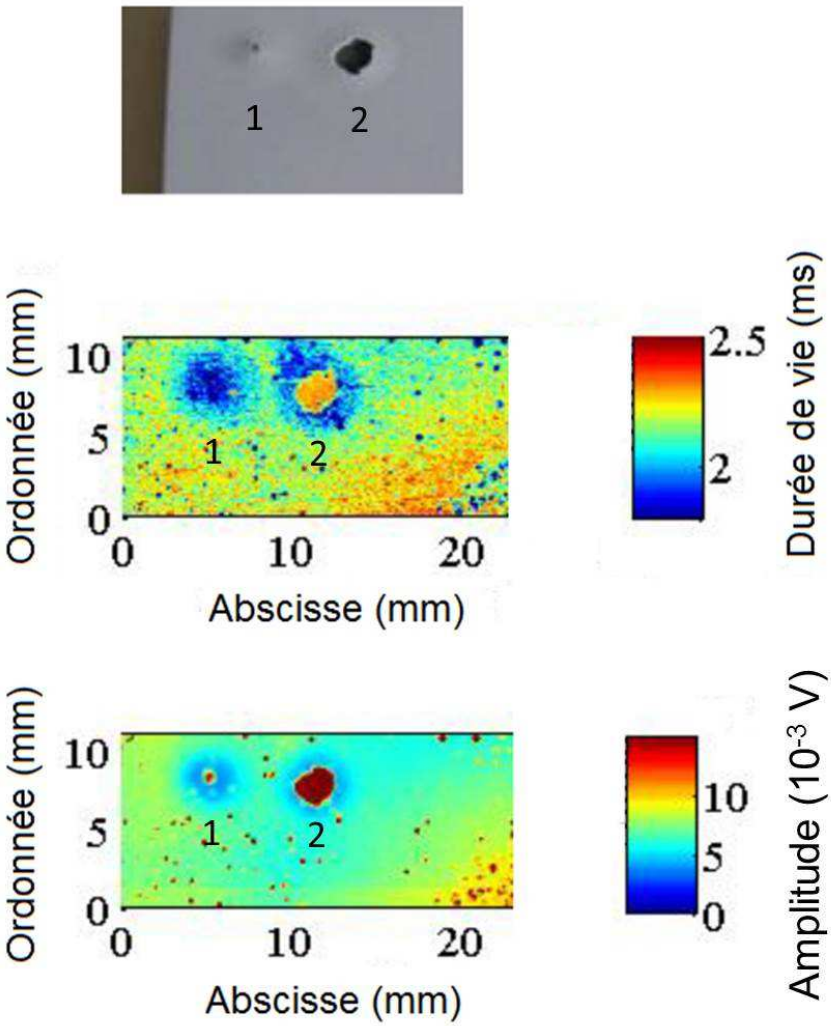


Figure III.11 : Vue macroscopique de dessus des zones choquées (haut) ; cartographies par piézospectroscopie : des durées de vie (τ) (milieu) ; des amplitudes (A) (bas)

Le choc n°1 présenté sur la Figure III.11 a été effectué en face avant. On observe une tache blanche en lumière naturelle, qui correspond sur la cartographie en piézospectroscopie à une zone de plus faible durée de vie (< 2 ms) par rapport à une zone saine (> 2,2 ms). Cette zone de plus faible durée de vie peut être reliée à la présence d'alumine relaxée mécaniquement et en liaison avec la zircone délaminée. La cartographie du signal en amplitude indique une intensité du signal plus faible (< 5 10^{-3} V) à l'endroit de la zone choquée (hors zone écaillée). La littérature [FAB13] montre que suite à un choc en face arrière il est difficile de conclure systématiquement et de manière absolue au sujet de la relaxation quand une diminution de l'amplitude est mesurée dans une zone délaminée. Parfois, une zone délaminée avérée peut se traduire par une augmentation d'amplitude par rapport à une zone saine.

Le choc n°2 présente une zone avec perte d'une écaille et mise à nue de la zone de rupture sur plusieurs mm^2. Le signal en durée de vie à cet endroit correspond à un état d'alumine contrainte qui est proche voire

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

similaire aux états d'une alumine supposée saine restée adhérente avec la sous-couche. Le signal en amplitude est lui de forte intensité (15 10^{-3} V). Ceci est attribué uniquement au fait que l'émission ne subit plus d'atténutaion pour traverser la zircone. En revanche : les zones périphériques à cette zone d'écaille sont délaminées et présentent des caractéristiques d'un signal semblables à celles mesurées dans des zones équivalentes au niveau du choc n°1 (c'est-à-dire diminution relative identique avec des valeurs similaires de la durée de vie et de l'amplitude pour les deux chocs). La cartographie en amplitude montre au centre du choc 1 un signal de forte intensité qui correspondrait à la présence d'une écaille. Contrairement à ce qui est observé sur le choc n°2, la cartographie en durée de vie ne révèle pas cette écaille. La cartographie en amplitude serait alors à préconiser pour la détection de défauts de petite taille.

Comme cela a été abordé dans le paragraphe III.1.1 et mis en évidence plus particulièrement sur des coupes métallographiques de zones avec décohésion par LASAT pratiqué en face avant (cf. Figure III.5), la fissure interfaciale créée est située entre l'alumine et la zircone. On souhaite alors déterminer si la durée de vie du signal peut être corrélée avec des observations microscopiques sur les faciès et les matériaux. Les observations par MEB effectuées sur ces interfaces choquées et délaminées ne semblent pas montrer de fissures se prolongeant même partiellement à l'intérieur ou au travers de la couche l'alumine de croissance dont l'épaisseur est de l'ordre d'un micromètre. On a alors souhaité observer directement le bas des colonnes de zircone dans la zone de décohésion suite à un choc en face avant, afin de statuer sur la présence ou non d'alumine qui resterait cohérente avec la zircone dans le cas d'un choc face avant. Pour ce faire, on procède au prélèvement d'une écaille comme cela est décrit en détail dans le paragraphe II.2.1 avec la Figure II.17 au niveau du choc n°2. On pratique un premier choc en face avant au niveau du choc 2 avec les mêmes paramètres de choc que sur le choc n°1 (Figure III.11). La zircone est alors délaminée (présence d'une fissure à l'interface), mais non écaillée. A la suite du prélèvement de l'écaille par un second choc, on observe sur la cartographie en durée de vie de la Figure III.11 que la surface avec une faible durée de vie est plus étendue pour le choc 2 que pour le n°1 où un seul choc en face avant a été effectué. Il semble donc possible que la zone affectée par le choc en face arrière de prélèvement (second choc chronologiquement) puisse correspondre à un phénomène de propagation autour de la fissure initiale et donc d'augmentation du diamètre de la zone délaminée.

On observe alors par MEB le morceau de zircone prélevée par ce second choc. Ce morceau était localisé au niveau de la zone qui apparait écaillée à l'endroit du choc n°2 comme cela est visible sur la Figure III.11. On peut ainsi observer le faciès de rupture sur un morceau de zircone prélevé dans une zone ayant subi une délamination sans perte d'écaille après un choc laser en face avant.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

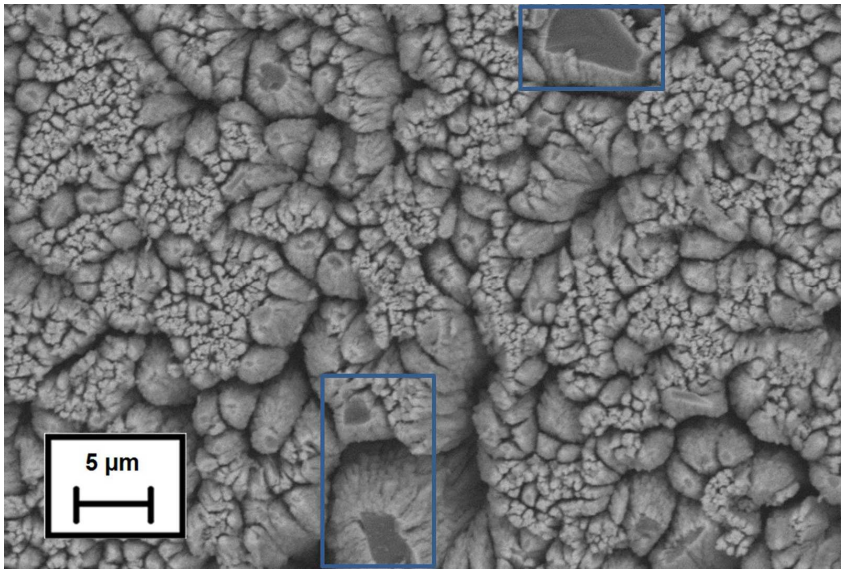


Figure III.12 : Observation MEB en électrons rétrodiffusés du faciès de fissure du côté de la zircone prélevée à l'endroit d'une délamination avec tache blanche obtenue en face avant

Sur l'écaille de plusieurs mm^2 présentée sur la Figure III.12, on observe en gris clair (numéro atomique Z du zirconium : 40) le bas de la couche de zircone, en particulier les nombreux germes de taille micrométrique qui forment la base de croissance des colonnes caractéristiques du procédé EB-PVD. Entourées sur la Figure III.12 des zones au faciès lisse et en gris plus foncé correspondent à de l'alumine (Z de l'aluminium : 13). On identifie donc quelques îlots ou embases de colonne avec de l'alumine restée cohérente avec la zircone suite à un choc en face avant. Ce résultat est en accord avec les observations des interfaces choquées obtenues en coupes métallographiques transversales pour lesquelles le chemin de fissure rencontre de manière très limitée la couche d'alumine. A partir des coupes réalisées de longueur millimétrique, on évalue à moins de 3% les zones délaminées pour lesquelles l'alumine et la zircone sont décollées simultanément. Comme il semble que la densité des ilots d'alumine décollée soit donc très faible. Il est très probable qu'une analyse quantitative 2D des faciès de rupture avec une si faible occurrence d'alumine décollée ne soit pas très représentative de la réalité.

Une analyse fractographique de surface plus poussée (cartographie MEB) à partir d'une écaille prélevée et du substrat correspondant permettrait peut-être de relier des aspects morphologiques à ces aspects de rupture adhesive ou cohésive entre la zircone et l'alumine lors d'un choc. Dans notre cas, l'ensemble de ces observations permet toutefois de confirmer l'hypothèse de la présence (même faible) de petites zones d'alumine relaxée du contact avec le métal et qui reste cohérente avec la zircone décollée par choc laser. Suite à une délamination obtenue par un choc en face avant, on obtient donc une alumine adhérente avec le substrat métallique et dans une plus faible quantité une alumine cohérente avec la zircone. On met donc en évidence des caractéritiques de la rupture sous choc similaires à celles observées suite à un choc laser en face arrière sur le même système [FAB13]. La mesure d'une plus faible durée de vie du signal de fluorescence correspond donc à une alumine moins contrainte par rapport à un état non endommagé, signal qui se superpose avec celui de l'alumine adhérente avec le substrat fortement contrainte. Les

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

atomes présents dans l'alumine relaxée reviennent alors à leur état fondamental plus rapidement que lorsqu'ils sont contraints.

b) Analyse spectrale

Une étude spectrale a été réalisée sur un échantillon choqué en face avant présentant une quantité d'alumine avec des ions chrome en nombre suffisant (Figure III.13). Il a pour cela été oxydé 100 heures à 1100°C sous air (épaisseur d'alumine supérieure à 2 µm). On souhaite alors déterminer si l'allure et la position des spectres de fluorescence des ions chrome III obtenus sur les zones fissurées correspondent à celles mesurées suite à des chocs en face arrière.

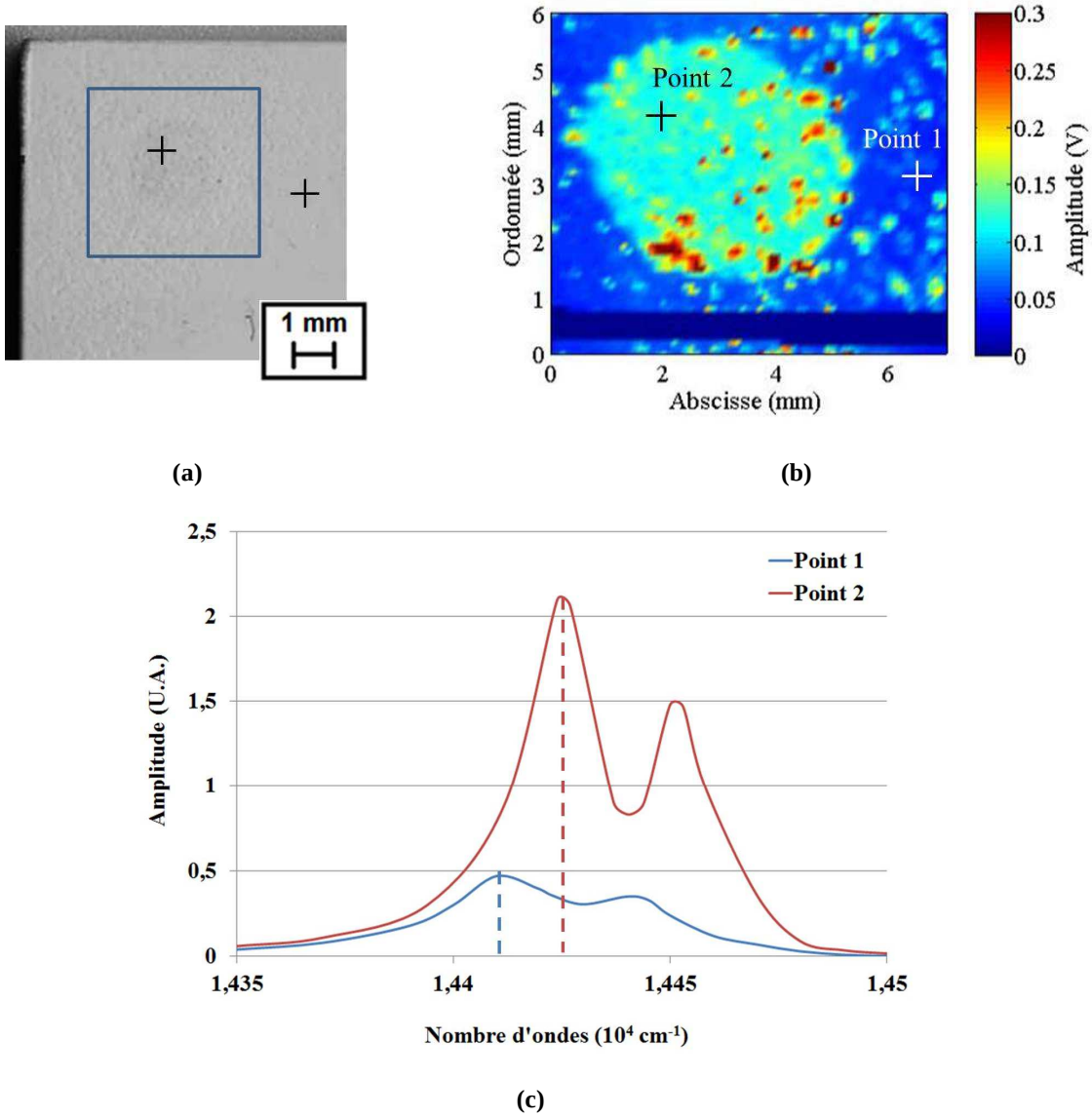


Figure III.13 : Vue de dessus par scanner optique d'une zone choquée sur échantillon vieilli (a), cartographie en amplitude de piezospectroscopie et localisation des pointés (b), spectres de fluorescence des ions Cr^{3+} correspondants (c)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

La détection d'une zone endommagée est réalisée par cartographie en amplitude (Figure III.13.a) sur une interface présentant une plus forte épaisseur d'alumine (3-4 µm). L'origine des signaux pulvérulents a été investiguée mais n'a pu conduire à une conclusion définitive : il s'agirait d'un artefact dû à une pollution qui fluoresce également à la longueur d'onde du laser d'excitation. Deux pointés ont été effectués afin d'obtenir les spectres de fluorescence dans la zone a priori saine (point 1) et dans la zone endommagée suite au choc en face avant (point 2). Les spectres correspondants sont présentés sur la Figure III.13.b. Dans la zone 1, les raies R_1 et R_2 sont élargies, de faibles amplitudes et relativement confondues. Il s'agit d'un signal qui correspond à un état contraint, décalé vers les faibles nombres d'onde par rapport à l'état de référence de l'alumine [HEE05]. Au niveau du pointé 2, les raies R_1 et R_2 sont étroites, de fortes intensité et bien séparées. La contrainte moyenne en compression au sein de la couche d'alumine est alors faible, ce qui peut se produire lorsque l'alumine est uniquement en contact avec une céramique telle que la zircone.

Ces spectres obtenus sur échantillon oxydé sont en accord avec les observations réalisées sur échantillons choqués en face arrière [FAB12] : l'alumine détectée au niveau de la fissure créée par LASAT en face avant possède un signal correspondant à un état global relaxé (contraintes en compression plus faibles) par rapport à une zone saine pour laquelle l'alumine est en compression. Dans l'hypothèse que le mécanisme de fissuration d'une interface choquée en face avant soit le même à l'état brut qu'à l'état oxydé 100 heures, ces spectres pourraient confirmer que les variations des durées de vie des signaux à l'état brut rendent bien compte d'un relâchement des contraintes résiduelles au sein de l'alumine dans une zone fissurée par LASAT. La cartographie par piezospectroscopie des zones choquées en face avant permet bien une identification des zones fissurées. La représentation des variations de durée de vie ainsi que de l'amplitude permettent la détection des variations de contrainte au sein de l'alumine. La cartographie en durée de vie est la technique la plus adaptée pour une détection mieux résolue et plus sensible des décohésions à l'état brut de production (avec peu d'ions chrome en présence).

III.1.3 Courbes LASAT-2D en vue de la mesure d'adhérence

Les différentes méthodes de détection et mesure de diamètre de fissures présentées nous conduisent à choisir l'observation optique en vue de dessus afin de quantifier avec précision et rapidité les zones décollées. On souhaite définir alors, tout comme en face arrière, la courbe LASAT-2D en face avant (Figure III.14) à partir des diamètres de fissures générées par LASAT en fonction de la densité de flux laser. Comme en face arrière, on montre que le diamètre de la fissure interfaciale peut varier continuement et ce, dans une gamme similaire pouvant couvrir des diamètres inférieurs et supérieurs au diamètre de choc selon le niveau de l'énergie appliquée. Comme en face arrière, il est probable que cette évolution croissante en fonction de la densité de puissance laser soit également en relation avec l'atténuation latérale du front plan de l'onde de choc dans dans la direction de propagation principale (« effet 2D »). Il conviendra cependant, notamment par le calcul de propagation d'onde de choc (cf. paragraphe III.4.2) de vérifier cette hypothèse. La courbe présentée ci-dessous a été obtenue à partir de tirs réalisés sur un même échantillon brut de fabrication qui a pu être jugé suffisamment représentatif de l'ensemble du lot étudié. On associera toujours par la suite une courbe LASAT-2D réalisée à partir de points obtenus sur un même échantillon.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

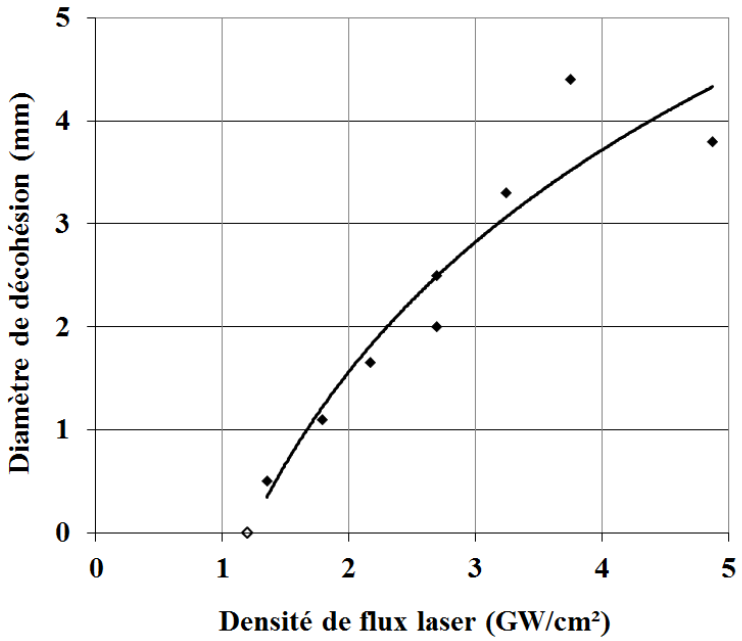


Figure III.14 : Courbe LASAT-2D obtenue suite aux chocs en face avant (côté céramique)

Selon nos obseravtions et en relation avec nos expériences (limitées par le nombre des échantillons à disposition pour mener à bien l'ensemble de la thèse), une courbe LASAT-2D ($Ø_{fissure}$= f(F_{laser})) obtenue en face avant fait apparaître trois domaines. Aux faibles densités de puissance laser, aucune tache blanche n'est observée donc aucune fissure n'est créée. Sur la Figure III.14 le choc effectué à 1,15 GW/cm^2 n'a pas conduit à l'apparition d'une décohésion : il est indiqué par un marqueur non rempli. Le tracé de la courbe LASAT-2D débute au-delà d'un seuil de décohésion (autour de 1,2 GW/cm^2 dans le cas présenté ici) qui est défini comme la première densité de puissance laser à partir de laquelle une tache blanche est observée. Ce seuil est nommé dans nos travaux « seuil d'adhérénce LASAT-1D » pour rappeler la méthode LASAT plus conventionelle fondée sur la détection de ce seuil selon certaines hypothèses établies historiquement sur la base d'une propagation de l'onde dans une seule direction[†]. Au-delà de ce seuil de décohésion, on observe une augmentation progressive et continue du diamètre de fissure : c'est le domaine N°2. Aux plus grandes fluences laser, la fissure semble tendre vers une valeur limite qui correspond au dernier domaine. L'apparition de cette limite de l'endommagement est à mettre en relation avec les phénomènes de claquage possibles au sein du milieu de confinement lorsque la densité de puissance du laser atteint la gamme de 4 à 5 GW/cm^2 et au-delà. Le claquage du milieu de confinement par le laser peut probablement contribuer à cette dispersion par la modification de l'interaction laser-matière qui en découle. Cette courbe LASAT-2D permet de s'affranchir des difficultés d'encadrer les énergies autour d'un seuil de décohésion. Même si la plage de densité de flux laser balayée lors de la

[†] La terminologie « 1D » est mentionnée pour bien distinguer la méthode « LASAT-2D » de la méthode « LASAT-1D ». Cette dernière est en rapport avec la procédure largement répandue dans la littérature. Elle concerne uniquement la détection d'un seuil d'adhérence avec l'hypothèse d'un front d'onde de choc plan sans considérer les surintensités ou atténuations de l'onde dues aux effets 2D. Elle se fonde uniquement sur l'apparition de la décohésion sans considérer le diamètre de celle-ci ni son évolution comme dans le cas du LASAT-2D developpé dans cette thèse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

réalisation d'une courbe LASAT-2D pourrait permettre de déterminer conjointement et plus finement ce seuil, il ne s'agit pas de l'objectif de cette méthode LASAT-2D fondée sur la mesure de l'évolution de la taille de la fissure et non pas sur son apparition. La courbe porte également l'appellation 2D car elle cherche à faciliter la distinction entre échantillons en utilisant les effets bidimensionnels supposés de propagation de l'onde de choc en face avant. Si cette hypothèse est vérifiée, l'allure de la courbe est liée à la répartition spatiale selon le rayon du choc du chargement mécanique induit à l'interface au cours du temps. Cette répartition dépend également des paramètres géométriques L (épaisseur de la cible) et D (diamètre du faisceau laser) propres au choc. Il s'agit de trouver une configuration géométrique de choc acceptable qui puisse permettre d'obtenir une courbe dont l'allure permette une bonne discrimination des diamètres en relation avec l'énergie laser ayant servie à les créer dans la gamme 0-5 GW/cm^2. On définit pour cela le rapport L/D en face avant qui sera compris pour cette étude entre 0,3 et 1,8. Ces valeurs ont été choisies par rapport à l'épaisseur totale de substrat pouvant être rencontrée sur pièce industrielle.

On se restreindra donc pour l'établissement de courbes LASAT-2D à des densités de flux laser comprises entre 1 et 4 GW/cm^2 qui se trouvent dans le domaine N°2 dit utile (augmentation progressive du diamètre de choc avec la densité de puissance laser).

La courbe LASAT-2D obtenue sur échantillon témoin Figure III.14 a été réalisée avec huit points de mesure. Ainsi on considère qu'une courbe LASAT-2D en face avant comprenant au moins 5 points dans la gamme 1-4 GW/cm² pour un échantillon standard permet d'obtenir une allure suffisamment représentative du système étudié. La dispersion et la reproductibilité de l'essai n'ayant pas encore été étudiées, ces cinq tirs permettent d'obtenir une tendance acceptable. L'utilisation d'une régression logarithmique permet de relier avec un coefficient de régression satisfaisant (R^2 de l'ordre de 0,89 et plus) l'ensemble des points correspondant à la présence d'une fissure. La réduction éventuelle du nombre de points nécessaires à l'établissement d'un niveau d'adhérence sera discutée dans le paragraphe III.2.1.2.

Une courbe LASAT-2D (relative à une condition d'un rapport D/L figé) est utilisée pour la mesure de l'adhérence de la couche céramique sur un échantillon d'épaisseurs de couches données. En première analyse, on peut comparer directement qualitativement des dépôts grâce au positionnement relatif des courbes LASAT-2D obtenues pour chaque échantillon. Une courbe LASAT-2D située au-dessus d'une autre traduit une résistance à la rupture moins élevée pour l'échantillon correspondant (Figure III.15).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

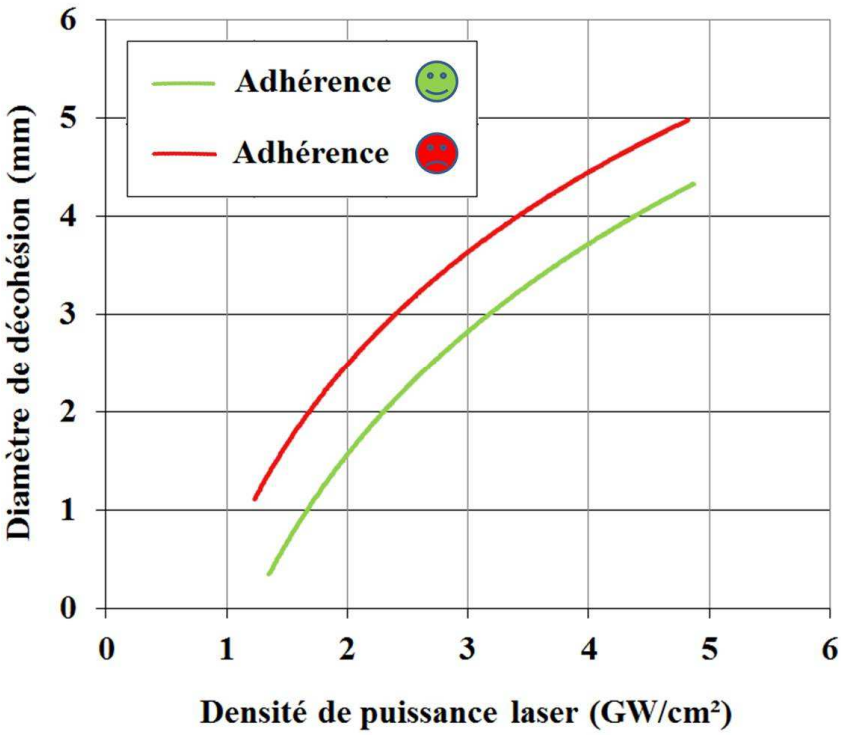


Figure III.15 : Utilisation des courbes LASAT-2D pour comparer qualitativement le niveau d'adhérence de deux échantillons distincts

La simplicité de l'établissement et de l'interprétation qualitative et comparative des courbes LASAT-2D permet une classification aisée des échantillons de barrière thermique. Ces courbes LASAT-2D seront également utilisées par la suite comme références expérimentales pour calibrer le modèle numérique de propagation d'onde de choc et pour la création d'abaques numériques en face avant qui conduisent à une contrainte à rupture pour définir quantitativement l'adhérence mesurée. L'établissement de courbes LASAT-2D nécessite toutefois d'effectuer plusieurs tirs fissurants et de pouvoir mesurer lesdites fissures, ce qui peut être limitant dans quelques cas (échantillons de petite taille, fissures difficilement détectables, etc.).

III.2 Mise-en-oeuvre de l'essai d'adhérence LASAT-2D en face avant

On souhaite tout d'abord étudier la robustesse d'un essai LASAT-2D en face avant. On cherche à le confronter aux différentes configurations (milieu de choc, géométries) qu'il pourrait rencontrer dans l'optique privilégiée d'un essai d'adhérence appliqué sur pièce. On étudie dans un premier temps la reproductibilité de courbes LASAT-2D et la répétabilité de tirs laser en face avant. Puis, l'influence de différents milieux de choc sur l'endommagement est évaluée. On s'intéresse enfin à l'effet de l'épaisseur de substrat sur la mise en œuvre des courbes LASAT-2D et pour améliorer la compréhension des phénomènes de propagation d'onde lors d'un choc amorcé du côté de la céramique.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.2.1 Reproductibilité de l'essai LASAT

L'utilisation du diamètre de fissure créée par un choc laser en face avant peut être ainsi envisagée pour comparer qualitativement ou quantitativement (sous réserve d'un calcul par éléments finis et des hypothèses sur la propagation d'une onde de choc) l'adhérence de différents échantillons par le tracé de courbes LASAT-2D. La mesure du diamètre de tache blanche réalisée par méthode optique se révèle à la fois simple à mettre en œuvre et surtout bien représentative de la dimension réelle de la fissure interfaciale générée par un choc en face avant. On souhaite cependant appréhender la robustesse de l'essai LASAT-2D en face avant, et à sa reproductibilité[‡] par la mesure de tache blanche en fonction de l'énergie laser appliquée (courbes LASAT-2D). Une première série d'essais est menée dans ce but en face arrière avant d'étudier la configuration de choc de cette thèse en face avant.

III.2.1.1 En face arrière

La reproductibilité de l'essai LASAT-2D a été étudiée à partir d'essais en face arrière. Nous avons souhaité à partir des données les plus anciennes étudier qualitativement la répétabilité de l'essai LASAT-2D associé au même équipement LASAT du Centre des Matériaux , sur un même lot d'échantillon et à deux moments différents au cours du temps, et ce, dans la configuration en face arrière plus classique et déjà éprouvée dans la thèse de G. Fabre [FAB13]. L'écart-type observé sur la mesure de tache blanche à partir d'une dizaine de chocs en face arrière était alors de 0,11 mm (diamètres de fissure de 1,70 et 3,71 mm). Sur une période de 70 jours, l'écart-type mesuré est de 0,22mm.

Plusieurs tirs ont pu être réalisés en 2013 sur un échantillon du lot « 2010 », du nom de l'année de la campagne d'essais. Les taches blanches obtenues sont comparées qualitativement aux résultats obtenus en 2010 par l'intermédiaire de leur courbe LASAT-2D respective. Une première courbe LASAT-2D en face arrière est tracée classiquement pour des densités de puissance comprises entre 1 et 5 GW/cm². Pour mener l'analyse d'adhérence à t_0+ 3ans sur un second échantillon revêtu issu d'un même lot (même type de microstructure colonnaire), il n'y avait à disposition qu'une surface susceptible de recevoir quatre tirs assez éloignés entre eux pour éviter des recouvrements de zones délaminées. De même, pour prévenir d'autant plus ce recouvrement, il a été décidé d'effectuer ces tirs à faibles fluences, seulement entre 1 et 3 GW/cm^2. Par ailleurs, ces deux protocoles LASAT-2D ont été réalisés par deux expérimentateurs différents et ce, à presque trois ans d'intervalle. En revanche, la préparation de surface du substrat AM1 (polissage au papier SiC#600) est identique, ainsi que le milieu de confinement (eau distillée).

[‡] On définit la reproductibilité de l'essai par sa faculté à reproduire les mêmes résultats pour le même ensemble de paramètres expérimentaux. On souhaite s'assurer de « la fidélité des résultats d'une même […] expérimentation répétée à des moments, en des lieux ou avec des opérateurs différents ».

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

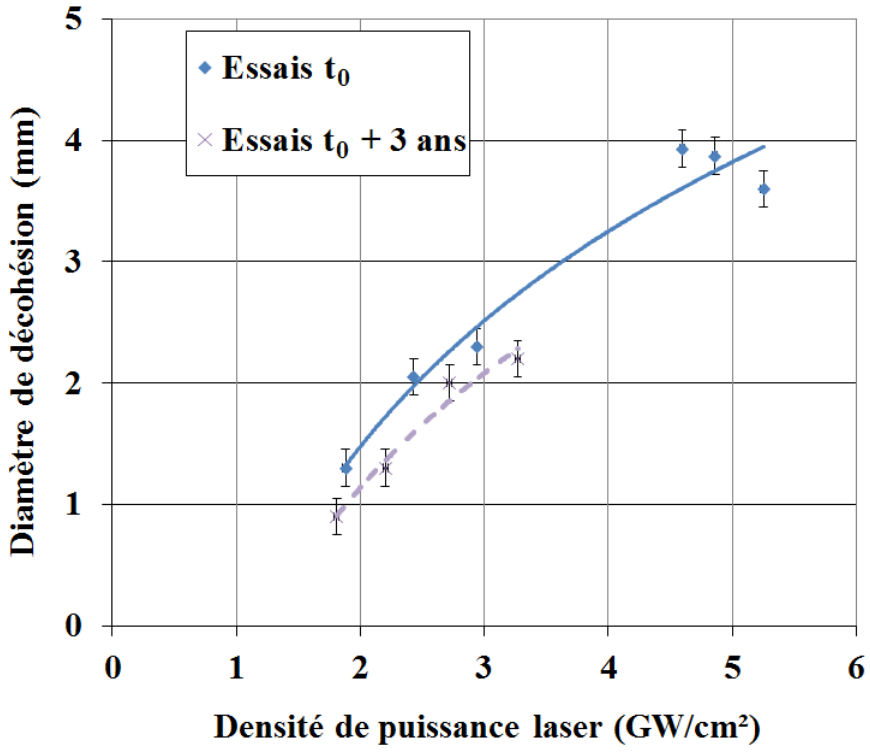


Figure III.16 : Courbes LASAT-2D réalisées en face arrière à 3 ans d'intervalle sur deux échantillons issus d'un même lot

Les deux courbes LASAT-2D sont données sur la Figure III.16. Celles-ci présentent la même allure caractéristique et sont légèrement décalées de manière homogène l'une par rapport à l'autre. Ce décalage est d'environ 0,4 mm au diamètre de fissure. Si l'on compare avec l'incertitude de la mesure de la tache blanche qui est de l'ordre de 0,15 mm (cf. § II.3.2.1), on peut considérer cet écart significatif. Cependant les deux courbes semblent indiquer un niveau d'adhérence proche comme supposé au départ (lot identique). La sensibilité par rapport à la contrainte asscociée à un tel écart ne peut être abordée que par le calcul de la propagation des ondes de choc. A partir du calcul en condition de tir face arrière proposé par G. Fabre, les abaques reportés permettent d'estimer un écart de l'ordre de 100 MPa entre ces deux échantillons du même lot (700 MPa pour l'échantillon à t_0, 800 MPa pour l'échantillon à t_0 + 3 ans). Au-delà de cet écart qu'il conviendrait d'analyser plus en détail et de manière systématique (plus de points, plus d'échantillons d'un même lot), on peut néanmoins constater une bonne reproductibilité de l'essai dans le temps et quel que soit l'expérimentateur. On peut tabler également sur une faible variation de l'adhérence du système après un stockage long dans un environnement à l'air libre et à la température ambiante. Ces éléments sont de bons augures concernant la robustesse de l'équipement LASAT du Centre des Matériaux qui serait aisément transposable à l'échelle industrielle, notamment par la qualité du faisceau laser qui reste élevée au cours du temps (la forme des taches est toujours bien circulaire).

Bien que la propagation des ondes soit différente lors d'un choc généré en face avant, une démarche analogue est menée dans un premier temps pour évaluer la reproductibilité (sur une période plus courte

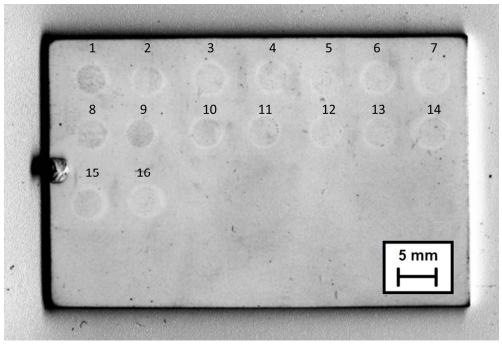
CONFIDENTIEL INDUSTRIE

cependant) de l'essai LASAT en face avant sur échantillon dans l'optique d'un contrôle industriel sur pièce.

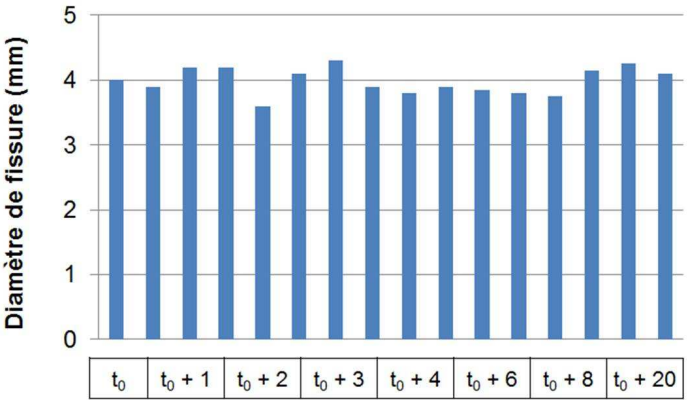
III.2.1.2 En face avant

Si l'on a montré sans ambiguïté que la signature d'une tache blanche obtenue en mode face avant est exactement la trace de la fissure interfaciale générée, il convient d'étudier la reproductibilité de ce phénomène dans le but de pratiquer un essai LASAT. Le comportement du plasma au sein des milieux d'ablation (adhésif noir) et de confinement (adhésif transparent) utilisés est très peu connu. De plus l'utilisation de l'essai LASAT en face avant dans un cadre industriel demande une certaine flexibilité. Il faut pouvoir évaluer l'adhérence d'un dépôt en sortie de production, mais aussi après une certaine période de stockage si le besoin se fait sentir d'examiner un lot de pièces dont certaines peuvent être entreposées et d'autres du même lot en service. Pour toutes ces raisons on souhaite savoir si un choc de référence qui pourrait s'apparenter à un choc de contrôle sur pièce, répété plusieurs fois donnera la même tache blanche au cours du temps. Il s'agit donc plutôt d'une configuration d'un essai LASAT mono-choc (ou mono-tache) qui est étudié à travers l'évaluation de la reproductibilité de la tache blanche. Un avantage de cette configuration est de pouvoir multiplier les tirs sur une même plaque.

Expérimentalement, on répète le même choc laser sur un échantillon sélectionné pour des intervalles de temps allant de un mois à un an entre deux tirs sur une période totale de 20 mois. Les paramètres de choc choisis sont avec un diamètre de choc de 3mm et une densité de puissance laser de 2,72 +/- 0,03 GW/cm^2. Cette densité située au milieu de la gamme de fluence utilisable permet d'obtenir des fissures d'une taille satisfaisante pour une étude statistique. On évalue ainsi les variations sur la génération et sur la mesure de la tache blanche qui peuvent être introduites par l'équipement ou l'opérateur au cours du temps ou selon l'emplacement du choc sur une plaque témoin entreposée à l'air ambiant entre deux tirs. Les relevés obtenus sont présentés sur la Figure III.17.



(a) Image optique numérisée à contraste renforcé du dessus de la plaque témoin



(b) Relevé de taches blanches à différents temps (mois)

Figure III.17 : Essais de reproductibilité d'un essai LASAT mono-choc

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les essais ont été réalisés chronologiquement de gauche à droite et de haut en bas sur la Figure III.17.a. Le diamètre de fissure mesuré est de 3,99 +/- 0,20 mm. Les essais réalisés en face arrière sur une durée de deux mois par Fabre montraient un écart-type de 0,22 mm pour une fissure mesurée de 3,14mm [FAB13].

Les essais menés sur une période de vingt mois montrent la très bonne reproductibilité du phénomène de création de tache blanche en face avant et de la mesure associée. L'application d'un milieu ablateur sous forme d'un ruban adhésif noir ainsi que du milieu de confinement au-dessus également sous forme de ruban adhésif transparent n'apporte pas de variabilité ou d'incertitude supplémentaire qui affecterait la reproductibilité de l'essai en face avant. Au contraire, il semble bien que ce milieu bicouche contribue bien à la robustesse de la méthode.

L'essai LASAT-2D en configuration mono-choc montre également une certaine homogénéité de l'échantillon en termes d'adhérence. Les mesures effectuées à proximité des bords de l'échantillon (numéros 1, 7, 8, 14 et 15 sur la Figure III.17) ne présentent pas d'écart significatif par rapport aux valeurs vers le centre de la pièce. Il en va de même pour les chocs 8 et 15 qui se trouvent à proximité de la zone de la tige d'accroche qui est visible sur la gauche de l'échantillon et à mi-hauteur. Il s'agit d'une tige en acier brasée sur l'AM1 avant le dépôt de platine qui permet de maintenir l'échantillon au sein des enceintes lors des opérations du dépôt (électrolytique, aluminisation, sablage puis dépôt EB-PVD). Les zones à proximité sont particulièrement enrichies en élément Fe, ce qui modifie les propriétés mécaniques du substrat et pourrait donc affecter la propagation des ondes de choc ou même l'adhérence locale. Il semble cependant que ces modifications restent très localisées ou qu'elles n'affectent que très peu l'interface.

Les mesures de tache blanche présentées Figure III.17.b ont été réalisées au maximum 48 heures après le choc. Chaque mesure des décohésions antérieures a également été répétée à nouveau lors de l'introduction d'un nouveau choc. Aucune variation du diamètre de tache blanche n'a été observée lorsque l'on répète la mesure au cours du temps. Le diamètre de tache blanche et la mesure optique sont donc des indicateurs stables dans le temps de l'état de l'interface. Si l'on considère toujours que la tache blanche est reliée à la fissure, il n'est donc pas observé de rupture différée macroscopique qui entrainerait un accroissement de la fissure.

La nouvelle configuration de tir LASAT qui s'appuie sur un choc en face avant confiné par deux rubans adhésifs superposés est jugée très robuste et fiable. Ces mesures répétables confortent aussi la possibilité de proposer à terme un essai mono-choc dans lequel un seul tir serait potentiellement suffisant pour qualifier le niveau d'adhérence du système.

III.2.2 Influence du milieu de choc sur la tache blanche

Le milieu de choc est le milieu dans lequel se forme et se détend le milieu transformé par le laser responsable de la création de l'onde de choc. Il est constitué d'un milieu d'ablation et d'un milieu de confinement. Le milieu d'ablation est le siège de l'interaction laser-matière en extrême surface à l'origine d'une sublimation et de la création d'un plasma localisé à cet endroit. Pour un choc en face arrière d'un revêtement ce milieu d'ablation est le substrat métallique lui-même tandis que pour la configuration en face avant, il s'agit de l'adhésif noir appliqué du côté revêtu céramique qui protège la céramique.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Certaines études peuvent préconiser l'utilisation d'une peinture noire à haute tenue en température [GAY11]. Au-dessus de ce milieu d'ablation, on ajoute un milieu de confinement (gazeux si l'on se trouve sous pression atmosphérique, liquide ou solide comme le verre par exemple [SOL02]) qui implique un étalement temporel de la durée du choc (2 à 3 fois [BER98] plus long que la durée d'impulsion) et surtout une augmentation importante de l'intensité maximale de la pression mécanique générée suite à l'expansion du plasma. L'eau était généralement utilisée comme milieu de confinement en face arrière (l'eau absorbe peu une radiation à 532 nm). En face avant, on préconise l'utilisation d'un ruban adhésif transparent comme confinement afin d'éviter tout contact de l'eau avec la barrière thermique dans la perspective d'un essai transposable industriellement. Pour ces deux configurations de tirs, côté métal ou côté céramique, on peut cependant étudier et comparer la réponse au choc avec ces deux milieux de confinement différents eau et adhésif transparent. Soit en pratiquant des tirs comparés côté métal avec ablation dans le métal ou dans le ruban adhésif noir ou soit du côté céramique avec ablation dans le ruban adhésif noir uniquement.

On se propose d'utiliser une approche originale pour évaluer l'influence du milieu de choc (ablation + confinement) à travers la signature visuelle directe qu'est la tache blanche. Il aurait été envisageable et sans doute plus rigoureux d'utiliser un système d'interférométrie VISAR combiné au calcul sur cible mince en aluminium pour calibrer les profils de vitesses et pressions associées pour chacune des combinaisons milieu ablateur / milieu de confinement envisagées. Par commodité, on a souhaité développer l'utilisation des courbes LASAT-2D et la réponse du système barrière thermique pour un même échantillon comme indicateur du chargement mécanique à l'interface pour différents cas de tirs et milieux de choc. Si des mesures VISAR de calibration du choc sur des cibles minces, renseignent quantitativement sur le profil temporel de pression (en un point situé au centre du choc), l'examen de la tache blanche permet d'avoir une réponse réelle du système réel étudié pour les différentes configurations de tir à comparer. Si des écarts expérimentaux sont constatés pour différents milieux de choc, il conviendra de modifier la calibration numérique du chargement mécanique initial qui permet de calculer la contrainte maximale pendant le temps de propagation le long de l'interface. Si des écarts expérimentaux sont constatés entre les tirs face avant et face arrière (même milieu de confinement) alors c'est la propagation des ondes de choc au sein du système revêtu selon le côté de choc qu'il conviendra d'élucider en intégrant les différents milieux de choc dans la simulation numérique (voir paragraphe III.4.2).

III.2.2.1 Influence du milieu d'ablation

- ***Sans milieu d'ablation***

L'application du choc laser du côté de la couche céramique entraîne des changements importants pour la mise en œuvre d'un tir et nécessite des explications pour la compréhension des nouveaux phénomènes engendrés par la présence d'un milieu d'ablation sous forme d'un ruban adhésif noir. Tout d'abord, la faible absorption de la zircone à la longueur d'onde du laser 532 nm, ajoutée à sa structure poreuse colonnaire ne permettent pas la création d'un plasma en surface du revêtement du fait de la transmission de l'onde dans la couche faiblement réfléctante. On soupçonnerait plutôt la création d'un plasma à l'interface alumine-zircone ou alumine-métal ou même dans le métal seul comme ont pu le montrer Rosa et Oltra [OLT01] dans le cas de dépôts plasma d'alumine. Dans leur cas, la fissuration de l'interface métal-céramique résulte directement de l'expansion du plasma, et non de la propagation des ondes de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

chocs résultantes. Expérimentalement on constate en plus que l'impact direct du laser en surface de la zircone-yttriée EB-PVD se traduit localement par un noircissement en surface à l'endroit de l'interaction (Figure III.18), ce qui serait tout à fait inacceptable pour une application industrielle. Cet assombrissement de la céramique s'atténue progressivement au cours du temps et finit par disparaître après une dizaine de jours. Toutefois cet assombrissement du revêtement rendrait plus difficile la lecture de la décohésion par le phénomène de tache blanche. C'est pourquoi un adhésif opaque est appliqué en surface du revêtement.

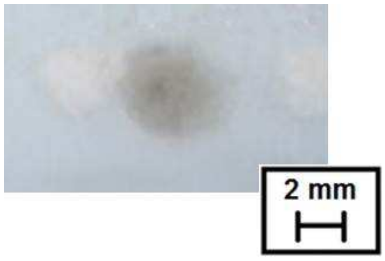


Figure III.18 : Observation macroscopique de la zircone yttriée suite à un tir direct (diamètre du faisceau laser 3mm ; 3 GW/cm²)

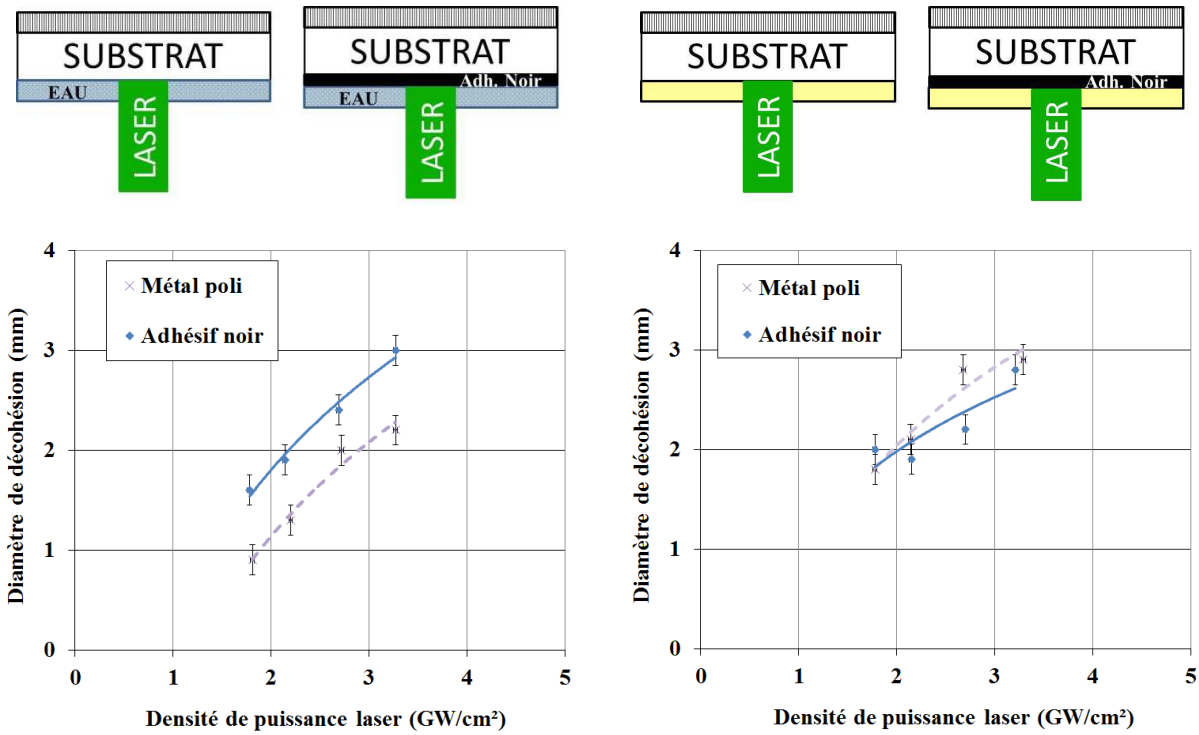
➢ *Avec milieu d'ablation*

Deux milieux d'ablation ont été étudiés dans cette étude : un adhésif vinylique noir (2901 Black Tape, Barnier, Scapa Group, épaisseur : 145 +/- 8 µm) et un adhésif d'aluminium (3M ruban aluminium 425, épaisseur : 105 +/- 5 µm). Afin d'aborder les effets de ce milieu d'ablation sur la tache blanche, on s'intéresse tout d'abord au système barrière thermique standard avec le choc laser pratiqué du côté du substrat AM1.

a) En face arrière

Dans ce cas, on souhaite comparer la réponse au choc en face arrière avec un nouveau milieu d'ablation par rapport à l'interaction laser-matière usuelle directement dans l'AM1 poli et ce, avec un volume d'eau distillée en guise de milieu de confinement transparent pour les deux cas. On réalise alors quatre séries de quatre chocs du côté de l'AM1 **sur un même échantillon** d'épaisseur d'AM1 de 2 mm (épaisseur de zircone = 180µm). Deux séries correspondent à des tirs directement dans le métal. On observe alors une marque circulaire à la surface du métal laissée par le laser. Les deux autres séries ont été menées avec l'adhésif noir recouvrant ce même métal. La surface du métal reste alors intacte. Pour chaque série, on pratique le tir soit avec un confinement du choc à l'eau ou soit avec un ruban adhésif transparent. Les résultats des courbes LASAT-2D obtenues pour ces quatre cas sont reportés dans la Figure III.19.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



(a) Avec un confinement eau **(b) Avec un confinement adhésif transparent**

Figure III.19 : Courbes LASAT-2D en face arrière pour deux milieux d'ablation et deux milieux de confinement différents (ép. AM1 2 mm)

En toute rigueur les deux séries de choc, chacune pour un même milieu de confinement ne peuvent être comparées directement ne serait-ce que l'épaisseur totale traversée par l'onde de choc qui est plus grande avec l'adhésif noir. Cependant, l'augmentation de l'épaisseur totale de la cible reste faible (environ 7%) et peut être négligée en première approximation. On reste cohérent avec les configurations utilisées dans la littérature pour lesquelles l'augmentation d'épaisseur totale de la cible reste inférieure à 10% [GAY13].

On observe tout d'abord sur la Figure III.19.a que l'ajout de l'adhésif noir lors d'un choc face arrière avec confinement eau conduit à une courbe LASAT-2D de même allure que sans adhésif noir. Il s'agit d'un résultat important qui traduit une évolution de la distribution spatiale du chargement mécanique à l'interface du revêtement indépendante du milieu d'ablation. On peut donc penser que l'ajout de ce milieu d'ablation ne modifie pas drastiquement la composante spatiale du chargement interfacial. En revanche, le décalage des courbes avec augmentation systématique du diamètre de fissure lorsqu'un adhésif noir est employé traduit une plus forte intensité du chargement mécanique à l'interface et ce, malgré l'augmentation de la distance parcourue par l'onde de choc par l'ajout du milieu ablateur. Une des explications possibles repose sur la présence d'une première couche d'impédance acoustique plus faible ($Z = 0{,}32.10^6$ $g.cm^{-2}.s^{-1}$) que l'AM1 ($Z = 4{,}05.10^6$ $g.cm^{-2}.s^{-1}$). Cela se traduit par l'apparition d'un phénomène de désadaptation d'impédance déjà démontré par ailleurs [ARR04]. On observe ainsi que lors du passage de l'onde principale en compression du milieu de faible impédance (ici l'adhésif) à celui de forte impédance (AM1), l'intensité de l'onde de choc principale en compression est augmentée. Ceci

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

permettrait peut-être d'expliquer l'observation de taches blanches plus grandes lors de l'application de l'adhésif noir comme milieu ablateur. On peut également envisager une modification de l'intensité initiale et aussi éventuellement une modification de la durée du choc par l'emploi d'un milieu ablateur sous forme d'adhésif. Des calculs numériques paramétriques pourraient être menés dans ce sens afin d'évaluer l'augmentation du niveau de pression qui pourrait mener à un tel accroissement de taille de fissure. De même, toujours numériquement, on pourrait tenter d'estimer si une variation de la durée de pulse peut induire une augmentation de la zone fissurée à faire varier pour aller dans le sens des données expérimentales. Concernant la durée du choc, on s'attend plus à une contribution du milieu de confinement que du milieu ablateur mais en toute rigueur, cette hypothèse ne peut être écartée. Sans aucun doute, l'emploi de données interférométriques VISAR sur ces systèmes réels et aussi sur des cibles de faibles épaisseurs permettraient de calibrer mieux par le calcul la pression de choc et le profil spatio-temporel de l'onde. Ces expériences sont sûrement à considérer en perspective de ce travail de thèse. Cependant, si l'on compare le nouveau milieu de choc (c'est-à-dire: adhésif noir + adhésif transparent) utilisé en face arrière avec l'interaction directe avec le métal poli confiné avec le même adhésif transparent Figure III.19.b, les points expérimentaux sont cette fois très proches et compris dans l'incertitude de mesure qui rend plausible une superposition des deux courbes LASAT-2D. Par ailleurs, ces deux courbes obtenues pour un confinement par un adhésif transparent et deux milieux d'ablation différents (Figure III.19.b) sont proches également de la courbe LASAT-2D obtenue avec l'adhésif noir et le confinement à l'eau sur la Figure III.19.a. Ainsi l'effet de désadaptation d'impédance que l'on mettait en avant précédemment, n'est pas du tout mis en évidence avec un confinement avec un adhésif transparent. On atteint ici une des limites de cette méthode de caractérisation du milieu de confinement. Le cumul des phénomènes de création du plasma et de propagation des ondes mécaniques au sein d'un système tri-couche (milieu d'ablation, substrat métallique et dépôt céramique) avec différentes réflexions et transmissions des ondes lors du passage d'un milieu à un autre rend difficile l'établissement d'une conclusion définitive sur le rôle du milieu ablateur de faible impédance. Il nous faut toutefois envisager un phénomène de désadaptation d'impédance qui permettrait une augmentation du chargement mécanique. On pourrait vérifier avec un autre type de milieu ablateur d'impédance de choc plus faible que celle du substrat (adhésif aluminium par exemple) ou avec un milieu ablateur d'impédance plus élevée la validité de ces hypothèses.

b) *En face avant*

On étudie maintenant l'influence de la nature du milieu ablateur. Deux adhésifs ablateurs différents ont été utilisés avec un seul confinement sous forme d'un adhésif transparent Crystal identique aux précédents cas pour ces essais en face avant mais sur un échantillon plus fin d'épaisseur 0,7 mm pour l'AM1. Il s'agit d'un adhésif noir ($Z = 0{,}32.10^6$ $g.cm^{-2}.s^{-1}$) ainsi qu'un adhésif aluminium ($Z = 1{,}78.10^6$ $g.cm^{-2}.s^{-1}$). Ils présentent tous les deux une impédance acoustique plus faible que celle de la zircone massive ($Z = 3{,}00.10^6$ $g.cm^{-2}.s^{-1}$). La transmission de l'onde principale entre l'adhésif et la zircone devrait donc s'accompagner d'une augmentation de son intensité. Les résultats expérimentaux sont reportés sur la Figure III.20.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

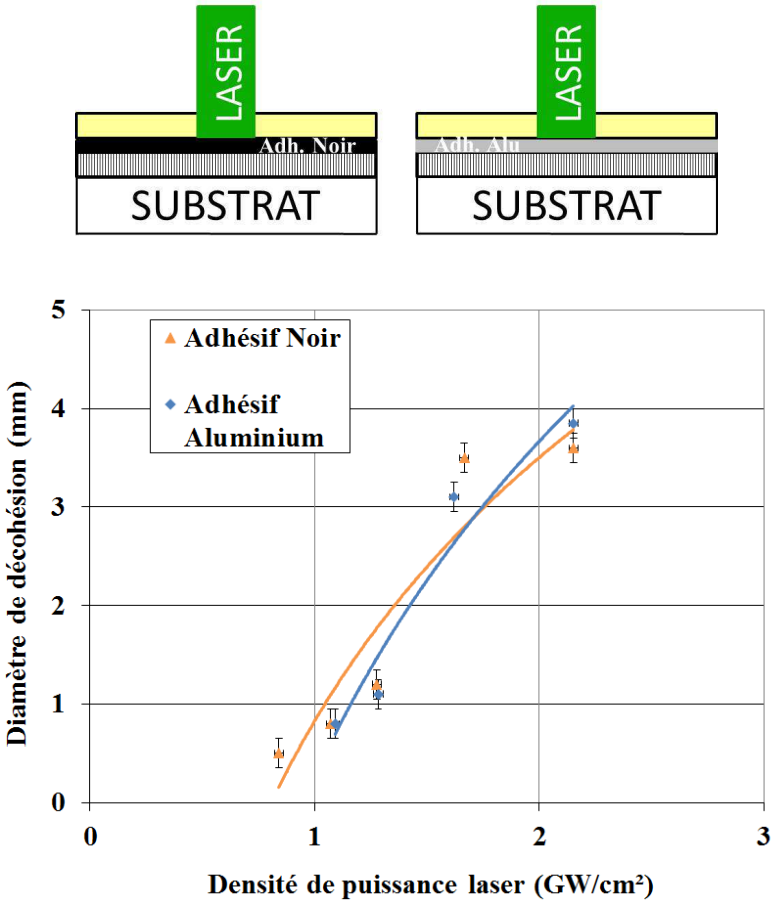


Figure III.20 : Courbes LASAT-2D réalisées en face avant pour deux milieux d'ablation différents et avec un confinement adhésif transparent (ép. AM1 0,7 mm)

La différence d'épaisseur entre les deux milieux ablateurs étudiés est de l'ordre de 40 µm, ce qui correspond à une différence d'épaisseur totale de la cible de moins de 5% entre les deux configurations. On ne tiendra pas compte de ce paramètre pour discuter les effets associés à ces deux milieux. Le fait marquant de ces deux séries de tirs en face avant est que l'on obtient un comportement identique, presque reproductible en termes de fissures produites que ce soit pour l'adhésif noir ou l'adhésif aluminium comme milieux ablateurs. Les tirs menés à faible densités de puissance laser (< 1,5 GW/cm²) mènent à des tailles de fissure similaires, alors que les tirs effectués aux densités de puissance laser plus élevées (> 1,5 GW/cm²) donnent des tailles légèrement dispersées mais toujours proches pour les deux milieux ablateurs. D'un point de vue expérimental, on montre ici que l'utilisation en choc face avant de milieux d'ablation de natures chimiques et aux propriétés mécaniques et acoustiques différentes n'a que peu d'influence sur le chargement mécanique à l'interface. Il s'agit peut-être d'un cas particulier qui permet cependant d'envisager différents milieux d'ablation. Ici, on peut considérer que la création de l'onde de choc ainsi que sa propagation au sein du matériau seraient très proche dans le cas de milieux ablateurs d'impédance de choc plus faible que celle de la zircone. Il aurait donc été intéressant d'étudier l'influence d'un milieu ablateur possédant une impédance acoustique plus élevée que celle de la zircone. N'ayant pas eu à disposition un milieu de ce type qui soit applicable et amovible facilement à la surface de la zircone, ces

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

investigations comparative n'ont pas été poursuivies. Il pourrait être pertinent de passer par la simulation de la propagation d'une onde de choc ainsi créée pour étudier plus avant l'influence d'un milieu ablateur quelconque.

L'application de deux revêtements distincts de plus faible impédance de choc en surface de la zircone yttriée n'induit pas de modifications sensibles sur la fissuration du système. On choisira ainsi les propriétés mécaniques et acoustiques connues du milieu ablateur aluminium pour les travaux de simulation numérique visant à prédire le comportement en face avant avec un adhésif noir. On utilisera dans la suite de ce manuscrit un milieu d'ablation adhésif noir.

III.2.2.2 Influence du milieu de confinement

Le milieu de confinement permet de générer une onde de choc plus intense et de durée plus longue par rapport à la durée du pulse. Transparent à la longueur d'onde du laser (532 nm dans notre cas), il permet d'amplifier par le principe d'action-réaction la quantité d'énergie transmise au matériau lors de l'expansion du plasma. Dans notre système l'utilisation d'un milieu de confinement est indispensable car sinon on risque de produire une onde de choc d'énergie insuffisante pour fissurer l'interface. L'eau distillée ou le verre sont souvent utilisés [GUP90, BER11]. Elle permet de créer un contact régulier avec la surface de l'échantillon à choquer, permettant ainsi de se prémunir d'une éventuelle hétérogénéité d'application du milieu de confinement. Cependant dans cette étude, le milieu utilisé est un adhésif transparent (Scotch® Crystal, 3M, épaisseur 60 +/- 4 µm) qui permet une plus grande flexibilité d'utilisation, en particulier dans l'optique d'une application de la technique sur pièce revêtue pour laquelle le contact avec de l'eau est proscrit lors des manipulations.

On souhaite déterminer dans ce paragraphe les variations introduites par l'utilisation d'un milieu de confinement adhésif transparent sur le chargement mécanique induit. On comparera tout d'abord les courbes LASAT-2D obtenues avec ce milieu de confinement avec celles obtenues avec un confinement eau, en face arrière puis en face avant. On s'intéressera également à l'influence du type d'adhésif transparent.

a) En face arrière

On étudie tout d'abord le comportement des milieux de confinement à partir de courbes LASAT-2D obtenues en face arrière. On réalise ainsi deux séries de tirs à densité de puissance laser croissante, avec un confinement avec de l'eau eau ou avec l'adhésif transparent et un diamètre de tache focale de 3 mm. Le milieu ablateur est le métal nu d'AM1 poli au papier SiC grade #600 dans les deux cas.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

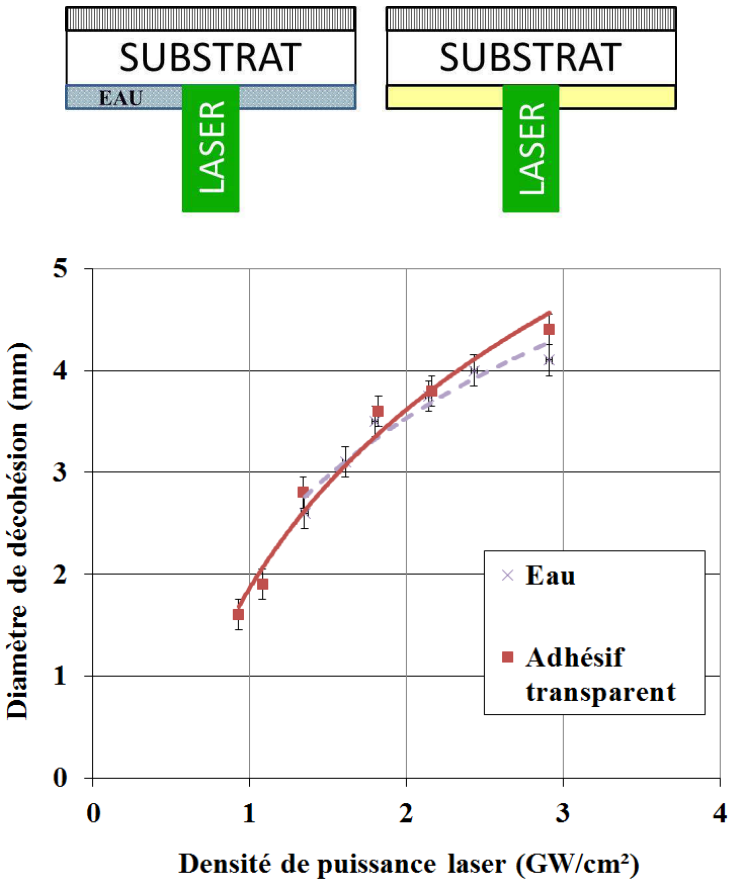


Figure III.21 : Courbes LASAT-2D réalisées en face arrière pour deux milieux de confinement différents (ép. AM1 1 mm)

On observe des diamètres de tache blanche identiques entre les tirs réalisés avec confinement à l'eau et ceux réalisés avec à l'adhésif (Figure III.21). Le chargement interfacial à la suite d'un choc en face arrière ne serait donc que peu impacté par le changement de la nature du milieu de confinement. On peut donc supposer que l'onde de choc initiale générée avec un confinement adhésif possède une intensité ainsi qu'une répartition temporelle et spatiale proche de celle générée avec un confinement eau dans la limite des densités de puissance considérées.

Ces premiers résultats sont plutôt inattendus. On observe en effet dans la littérature [SOL02] que l'utilisation d'un milieu de confinement solide (verre ou apparenté) se traduit par une augmentation de l'intensité de l'onde de choc transmise au matériau d'un facteur compris entre 2 et 3 (cf. Figure I.16). On peut cependant penser que l'adhésif transparent utilisé possède une certaine souplesse et présente donc un comportement « approchant » de celui de l'eau lors de l'expansion du plasma. De plus l'épaisseur d'adhésif (60 µm) est plus importante que les épaisseurs de verre (comprises entre 0,1 et 10 µm) utilisées dans la littérature.

L'utilisation du nouveau milieu de confinement ne semble donc pas modifier drastiquement les mécanismes de génération de l'onde de choc avec un milieu ablateur AM1 métallique. Intéressons-nous

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

maintenant à ce qui se produit avec ce type de confinement toujours en face arrière avec un milieu ablateur adhésif noir. Les tirs sont effectués sur un même échantillon à densité de puissance laser croissante en face arrière en présence d'un milieu ablateur adhésif.

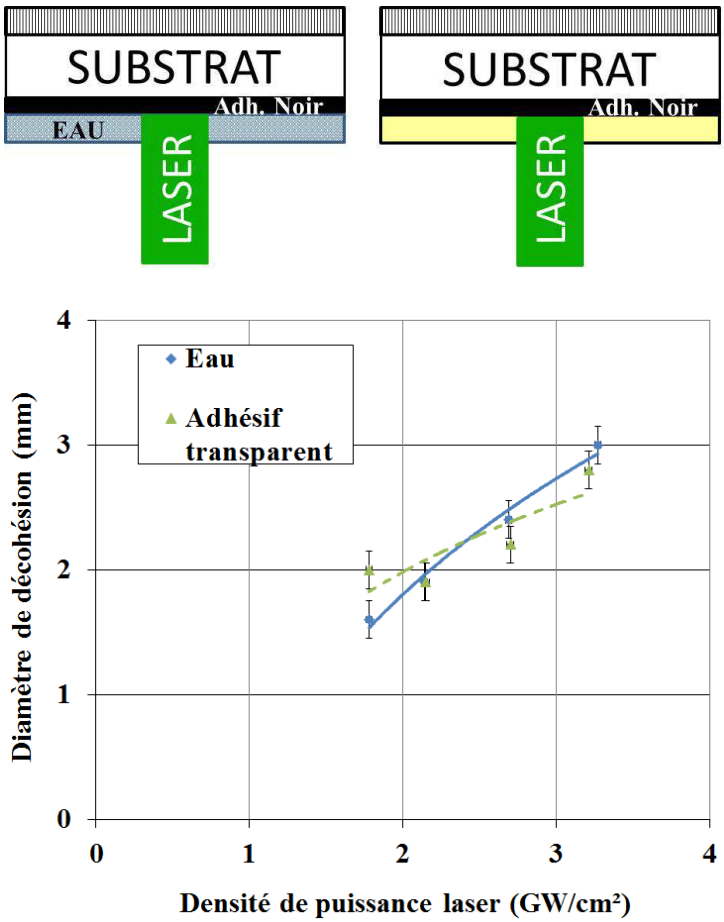


Figure III.22 : Courbes LASAT-2D en face arrière avec milieu ablateur noir : influence du milieu de confinement (ép. AM1 2 mm)

L'ajout du milieu ablateur noir (Figure III.22) ne semble modifier que très peu la tendance observée précédemment, à savoir une réponse en fissuration interfaciale indépendante des milieux de confinement appliqués et étudiés dans cette thèse. En effet, l'allure des deux courbes est assez semblable, les diamètres de fissure observés avec les confinements avec l'eau et avec l'adhésif vinylique noir sont très proches. D'autres points sur les courbes auraient été utiles pour augmenter la statistique des valeurs enregistrées et la qualité de l'orientation des allures des courbes à comparer. Malgré cela, on peut donc affirmer que la génération de l'onde de choc à la surface de l'adhésif noir se passe sensiblement de la même manière avec un confinement eau et un confinement adhésif. Ces essais en face arrière nous permettent de mettre en évidence une faible influence de la nature du milieu de confinement utilisé sur la rupture interfaciale observée par l'intermédiaire des courbes LASAT-2D. Ces essais LASAT-2D ne permettent pas de quantifier de manière précise et complète les différences réelles sur les profils spatio-temporels en fonction du milieu de confinement mais sont très utiles pour l'application visée. Des mesures de vitesse de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

surface libre par interférométrie VISAR pourraient aussi contribuer à confirmer ces résultats expérimentaux. Il est possible également que l'emploi de substrat épais comme pour les barrières thermiques contribue à lisser des effets d'interaction et de propagation qui pourraient fortement dépendre du milieu de confinement mais dont l'influence s'atténuerait pendant la propagation. Ces essais permettent toutefois par l'intermédiaire des courbes LASAT-2D de mettre en évidence une réponse au choc très proche en tir face arrière avec les deux milieux de confinement envisagés que ce soit à la surface du métal nu ou de l'adhésif noir ablateur. Pour notre étude, il faut pouvoir aborder cette même discussion avec des tirs opérés en face avant.

b) En face avant

On étudie maintenant l'influence du milieu de confinement en face avant. Deux séries de tirs pour construire des courbes LASAT-2D ont été effectuées en choquant en face avant un même échantillon avec de l'eau distillée puis avec l'adhésif transparent comme milieux de confinement différents. On choisit le nouveau milieu ablateur de référence qui est l'adhésif vinylique noir pour ces deux cas et un diamètre de tache focale de 3 mm.

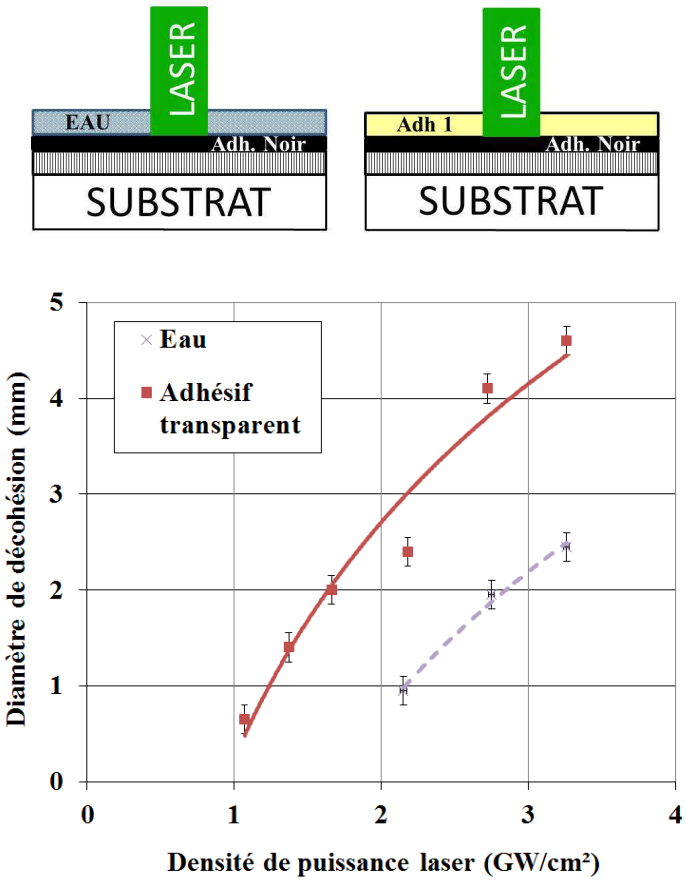


Figure III.23 : Courbes LASAT-2D en face avant avec milieu ablateur en adhésif vinylique noir : influence de deux milieux de confinement eau ou adhésif transparent

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les courbes LASAT-2D sont présentées sur la Figure III.23. Malgré le nombre de points moindre dans le cas des tirs confinés avec de l'eau, on montre que les courbes LASAT-2D présentent une allure proche mais une position décalée. L'écart entre les courbes est très important et cela se traduit par des diamètres de fissure obtenus avec un confinement à l'eau bien inférieurs à ceux obtenus avec l'adhésif transparent. L'utilisation du milieu de confinement adhésif transparent permettrait donc d'obtenir un chargement interfacial plus intense en configuration face avant. Il s'agit ici d'une première différence que l'on peut observer entre la configuration face avant et face arrière. Dans cette configuration de choc, la différence entre les deux milieux de confinement est avérée et très importante mais en faveur de l'adhésif transparent qui permet d'avoir des taches blanches plus grandes.

Ce résultat remet en cause certaines des conclusions précédentes. On a considéré jusqu'à présent que la fissuration de l'interface et donc le chargement mécanique au niveau de cette interface après propagation des ondes de choc à travers toute l'épaisseur de substrat pouvait être en quelque sorte transposé par homothétie au chargement initial. Dans le cas du choc en face arrière, l'onde de choc ne traverse l'interface qu'après un intervalle de temps important correspondant à une propagation à travers 2 mm de substrat et 100 µm d'adhésif vinylique (cf. Figure III.22). Dans le cas du choc en face avant l'interface est traversée beaucoup plus tôt que dans le cas précédent. L'onde de choc ne s'est propagée qu'à travers 180 µm de zircone et 100 µm d'adhésif. Il est ainsi tout à fait possible que les chargements mécaniques puissent être de profils spatiaux et temporels différents à l'état initial, mais que suite aux phénomènes de propagation, de recouvrement et d'atténuation d'onde, ils deviennent sensiblement équivalents après un temps de propagation relativement long (cas du LASAT en face arrière). Le fait que les deux chargements relatifs aux confinements eau et scotch soient de nature différente serait alors mis en évidence grâce au choc LASAT en face avant (Figure III.23), en considérant une fissuration éventuelle dès les premiers instants qui suivent le passage de l'onde principale en compression par exemple. Cette hypothèse reste à confirmer, la calibration de l'onde de pression induite sur adhésif vinylique avec un confinement par un adhésif transparent se révèle nécessaire pour conclure de manière définitive. On cherchera toutefois à apporter des éléments de réponse quant à la propagation des ondes dans le paragraphe III.4 qui traite de la simulation de l'essai LASAT en face avant.

Si on utilise un second type de ruban adhésif de confinement (Tartan™ Invisible tape 2005, 3M) d'épaisseur 56 +/- 4 µm et que l'on notera adhésif 2 par la suite, on constate qu'il diffère de l'adhésif transparent précédent (adhésif 1) car il est translucide mais pas transparent. Il laisse passer une lumière diffuse qui ne permet pas de distinguer les objets à travers. On effectue une série de tirs à densité de puissance laser croissante en face avant avec un milieu ablateur adhésif noir pour les deux types d'adhésif transparent. Les courbes LASAT-2D correspondantes sont données dans la Figure III.24.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

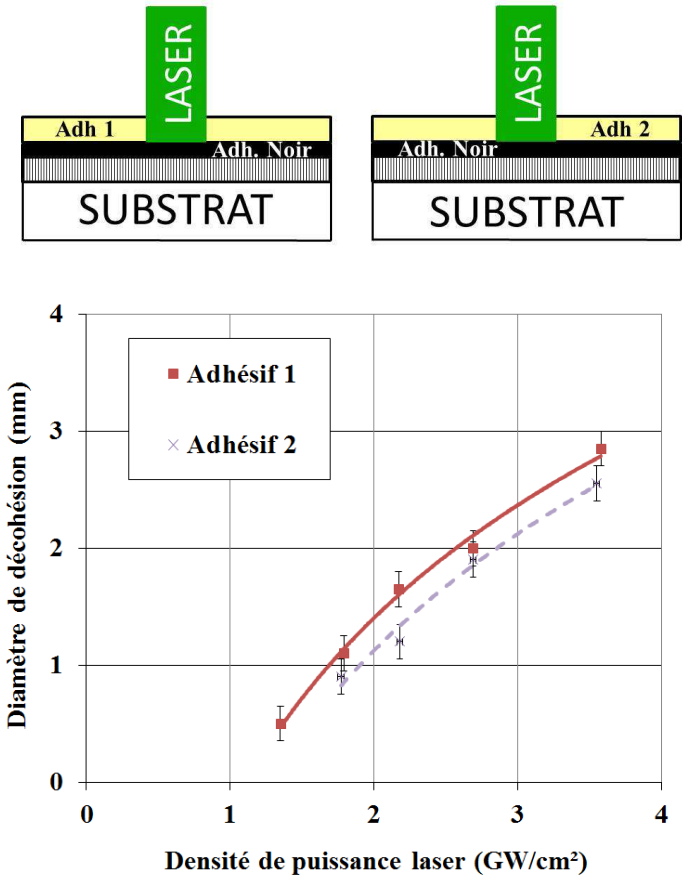


Figure III.24 : Courbes LASAT-2D en face avant pour deux milieux de confinement adhésifs 1 et 2 distincts

L'utilisation d'un nouveau milieu de confinement sous forme d'un ruban adhésif translucide ne modifie pas l'allure de la courbe LASAT-2D par rapport à un ruban adhésif transparent. On observe cependant un décalage notable et régulier vers des diamètres plus faibles (environ 0,3 mm) pour des densités identiques pour les chocs réalisés avec l'adhésif 2 translucide. Si la différence entre les deux courbes est proche de l'incertitude de la mesure, son occurrence laisse penser qu'il s'agit bien d'une différence de comportement liée au milieu de confinement. L'adhésif 2 translucide absorbe probablement une partie du flux laser à 532 nm, ce qui se traduit par une intensité du choc incident plus faible qu'avec l'adhésif 1. Il est possible qu'une partie de l'énergie soit absorbée et qu'une interaction laser-matière à la surface de l'adhésif de confinement intervienne sous forme d'atténuation partielle ou de claquage diélectrique dans ce milieu.

La quantité d'énergie absorbée par chacun des deux adhésifs a été évaluée suite à un choc à blanc à travers chacun des deux milieux de confinement. Lors de l'application de l'adhésif 1 entre la source et le Joule-mètre, on a pu mesurer une baisse de l'énergie transmise par le laser après passage au travers du milieu de confinement d'environ 15%. La fraction de l'énergie « absorbée » par l'adhésif 2 n'a pas pu être mesurée, le faisceau laser n'ayant pas réussi à traverser l'adhésif de manière cohérente. On ne peut cependant pas avancer une absorption d'énergie de 100% étant donné que l'on observe visuellement une transmission de l'onde lumineuse. L'utilisation de ces deux types d'adhésifs différents permet toutefois de mettre en

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

évidence la variabilité de la réponse d'un milieu de confinement à un autre qui peut provenir des propriétés optiques et mécaniques de l'adhésif ou bien peut-être encore d'une différence des propriétés adhésives de la colle utilisée sur ceux-ci. La nature du milieu de confinement a donc une influence sur la génération de l'onde de choc. On a donc par la suite conservé l'adhésif transparent Crystal pour les tirs réalisés en face avant.

III.2.2.3 Conclusion

L'ajout d'un milieu ablateur de plus faible impédance de choc que la cible tend à modifier les phénomènes de propagation au sein du système, du fait de la désadaptation d'impédance induite. La prise en compte de cette troisième couche (en plus du substrat métallique et de la céramique) pour la compréhension de l'essai est donc nécessaire. Deux matériaux distincts ont été utilisés (adhésif vinylique noir et aluminium) et conduisent à des fissurations comparables. Ils possèdent cependant des impédances de choc proches relativement au substrat et à la céramique.

Le milieu de confinement modifie l'interaction laser-matière et le chargement mécanique résultant. La nature de ce confinement (eau, différents adhésifs transparents) peut modifier le chargement initial et la fissuration qui en résulte. On ne comparera par la suite que des essais réalisés avec le même type de confinement (confinement eau ou confinement avec la même référence d'adhésif). Il conviendrait de déterminer à l'aide d'essais complémentaires le chargement mécanique réel propre à chaque milieu de confinement.

III.2.3 Influence de l'épaisseur de substrat

Les phénomènes propres à l'essai LASAT-2D mené en face avant qui diffèrent de celui mené en face arrière concernent en premier lieu le changement du milieu de choc et en second lieu l'ordre de succession du passage de l'onde de choc dans les milieux et interfaces traversés. Après avoir étudié dans la partie précédente l'influence du milieu de choc, on s'intéresse dans ce paragraphe à la propagation des ondes de choc et aux modifications qui peuvent être observées par l'application du chargement mécanique en face avant c'est-à-dire du côté revêtu de zircone colonnaire. Le milieu de choc retenu est l'adhésif vinylique avec un confinement à l'adhésif transparent. L'application sur une pièce industrielle nécessite de prendre assez tôt en compte la géométrie particulière de l'intérieur de l'aube revêtue, et notamment la gamme des épaisseurs des parois d'AM1 qui peuvent varier de moins d'un millimètre à plusieurs millimètres en fonction des différentes zones de la pièce. Précisons que les variations des épaisseurs de dépôt sont négligeables sur les zones d'intérêt de la pièce (15 à 20 µm). On souhaite donc étudier dans ce paragraphe l'influence de l'épaisseur de substrat, et ainsi mieux appréhender les phénomènes de propagation d'onde qui mènent à la création d'une fissure.

On réalise des tirs en configuration face avant **sur un même échantillon** d'épaisseur de substrat AM1 de 2 mm et d'épaisseur 1 mm après amincissement réalisé à l'aide d'une rectifieuse plane. On souhaite en effet pouvoir assurer une mesure sur deux épaisseurs de cible différentes mais sur une liaison présentant

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

une même adhérence initiale (sauf influence potentielle des contraintes résiduelles lors de l'enlèvement de matière).

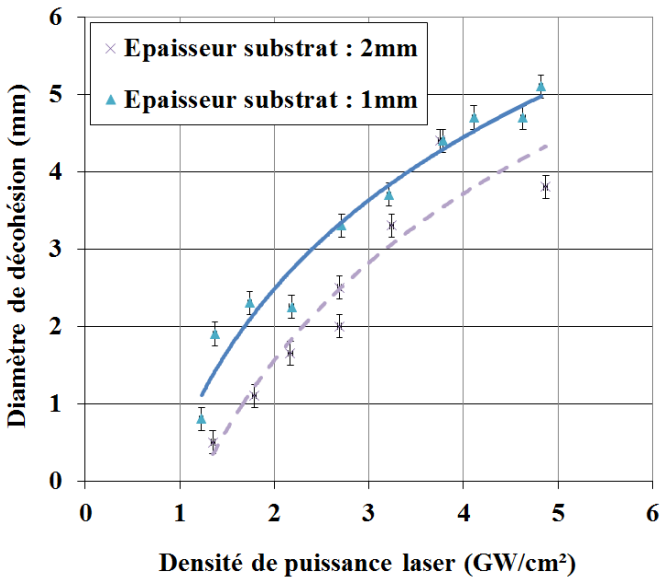


Figure III.25 : Courbes LASAT-2D réalisées en face avant sur barrière thermique EB-PVD pour deux épaisseurs de substrat AM1 (1 et 2 mm)

On observe sur la Figure III.25 les deux courbes LASAT-2D enregistrées. Elles présentent exactement la même allure. La courbe LASAT-2D pour la plus faible épaisseur de substrat est décalée vers les plus hauts diamètres de fissure. L'épaisseur de la cible en configuration face avant a donc une influence sur la taille de la fissure créée à l'interface. Puisque les deux essais ont été réalisés sur le même échantillon dans des zones revêtues à l'identique avec ou sans amincissement, cela traduit un chargement mécanique interfacial atténué dans le cas de l'épaisseur la plus grande par rapport à la plus fine. Comme pour un essai en face arrière, la distance parcourue dans le métal conditionne un niveau d'atténuation et de recouvrement de l'onde principale, de l'onde de détente et de leurs composantes bidimensionnelles. Or, dans la configuration du choc en face avant, cette atténuation est bien révélée par le décalage des courbes obtenues pour les deux épaisseurs de substrat. Donc, on montre par cette expérience simple que l'onde de choc générée du côté de la céramique qui suit bien un aller et un retour dans le métal, participe ensuite à la décohésion interfaciale. On peut donc exclure comme hypothèse unique sur la genèse de la fissure, le rôle d'une poche de traction issue des effets de propagation bidimensionnels de l'onde principale qui convergerait le long de l'axe du choc et qui serait suffisamment intense pour être responsable de la décohésion du revêtement lors du trajet aller de l'onde incidente (cf. Figure I.35 [BOL04-2], [CUQ10]). L'aller-retour de l'onde principale au sein du substrat joue donc un rôle prépondérant dans le phénomène de fissuration associé à des effets bidimensionnels mis en évidence au travers des allures caractéristiques et identiques des courbes LASAT-2D réalisées à partir d'un choc en face avant.

Cette démonstration est importante car elle permet de commencer à comprendre le parcours de l'onde de choc dans la configuration originale utilisée dans cette étude. Par ailleurs, on montre indirectemment qu'un trajet total dans le métal de 4 mm est toujours à même de mener à une décohésion de taille

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

significative. Cela augure possiblement d'une utilisation étendue pour des substrats de fortes épaisseurs (> 2 mm). On trouve dans les aubes de turbine creuses des parois et renforts internes qui peuvent par endroit traverser la pale (jusqu'à 2 cm par endroit!). Il peut donc y avoir un intérêt d'étudier l'essai LASAT pour des très fortes épaisseurs. Une expérience annexe nous a permis de pratiquer des tirs en face avant à densité de puissance laser croissante sur une plaque revêtue d'épaisseur 5 mm en AM1. Un tir en face arrière a également été effectué sur métal nu avec un confinement avec un adhésif transparent afin de servir d'élément de comparaison sur ce même échantillon d'épaisseur 5 mm.

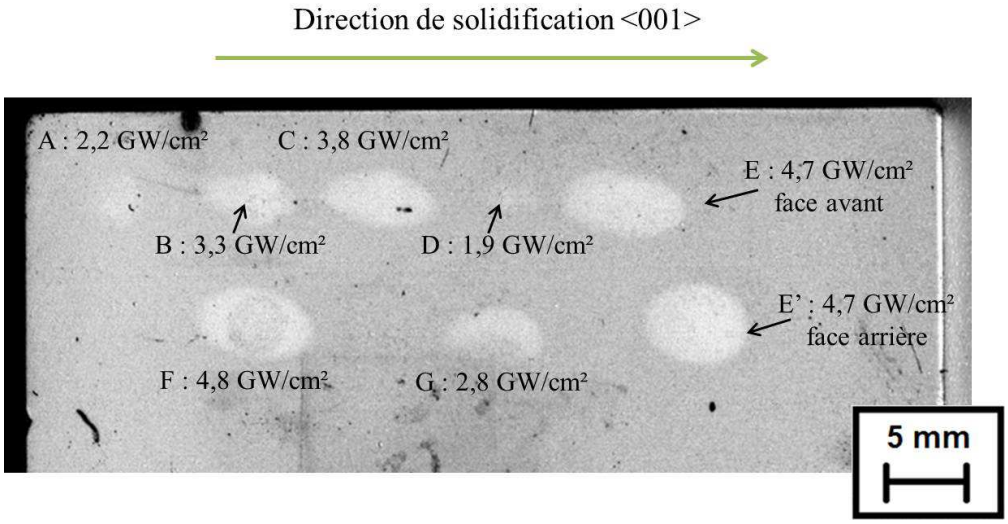


Figure III.26 : Vue de dessus de la zircone avec taches blanches pour un échantillon de 5 mm en AM1

On retrouve sur la Figure III.26 le phénomène observé jusqu'à présent suite à un choc en face avant dans des conditions favorisant les effets bidimensionnels que l'on utilise pour bâtir des courbes LASAT-2D. L'augmentation de la densité de puissance laser se traduit bien par une augmentation de la taille de la zone fissurée suite au choc laser en face avant. On remarque par contre sur cet échantillon que les taches blanches ne sont pas circulaires. Elles présentent toutes une allure ellipsoïdale avec une même orientation des grands et petits diamètres des fissures. On sait que le grand diamètre de chacune des ellipses observées est aligné selon l'orientation cristalline <001> de l'alliage mono-cristallin.

Pour le choc en face arrière E' qui a été effectué à une même densité de puissance laser (4,7 GW/cm²) que le choc E réalisé en face avant, la Figure III.26 montre que le choc en face arrière a une forme également ellipsoïdale. La mesure des facteurs de forme de la fissure montre cependant une plus faible excentricité (facteur de forme de 0,79) sur la tache blanche en face arrière que sur celle obtenue suite à un choc en face avant (facteur de forme de 0,48). Dans tous les cas (face arrière ou face avant), la propagation de l'onde de choc s'effectue donc de manière anisotrope au sein du superalliage monocristallin. Une propagation de 5 mm sur cet échantillon au sein de l'AM1 suffit pour mettre en évidence cet effet d'anisotropie. L'excentricité obtenue est d'autant plus marquée que le parcours de l'onde est grand ce qui corrobore le parcours aller-retour de l'onde dans le cas du choc face avant. Dans ce cas l'onde en face avant aurait traversé avant de fissurer une épaisseur de monocristal deux fois plus grande que dans le cas face arrière. Ce qui pourrait expliquer une plus grande « déformation » du chargement mécanique à l'interface, le

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

module d'Young de l'AM1 étant de 130 GPa dans la direction <100>, de 227 GPa dans la direction <110> et de 315 GPa dans la direction <111>. La propagation de l'onde de choc au travers d'un matériau anisotrope induit alors une dissymétrie spatiale de la contrainte (Figure III.27) d'autant plus prononcée que la distance de propagation de l'onde est grande. Ce phénomène ne s'observe cependant que pour des distances de propagation supérieures à 4 mm (cf. thèse de G. Fabre avec des distances de propagation de 2 mm [FAB13] et les travaux ci-contre avec une propagation supposée de 2 fois 2 mm). Précisons que l'onde principale qui se propage selon la normale à la surface de choc n'est pas responsable de l'anisotropie du chargement. L'intensité de l'onde principale dépend de l'orientation du cristal [FAB13], mais l'orientation du cristal par rapport à la direction de propagation de l'onde reste constante. Il s'agit des ondes latérales, dites bidimensionnelles qui elles se propagent selon différentes directions cristallines du substrat et sont la cause de cette différence de chargement mécanique. Dans un monocristal, ces ondes latérales ne peuvent plus être considérées comme axisymétriques et deviennent de fait tridimensionnelles. Une propagation à travers de faibles épaisseurs de superalliage (jusqu'à 3 ou 4 mm) ne se traduit alors que par une faible dissymétrie (facteur de forme supérieur à 0,9) de la répartition spatiale du chargement mécanique (profondeur x_1 sur la Figure III.27). Après une distance de propagation supérieure à 5 mm, la dissymétrie du chargement mécanique due aux effets de propagation latérale devient évidente avec un facteur de forme inférieur à 0,9 (profondeurs x_2 et x_3).

Ce résultat permet de mettre en évidence la propagation de l'onde de choc en 3 dimensions. Le phénomène de tache blanche est dans ce cas très pertinent pour visualiser l'anisotropie de la propagation des ondes de choc. Il serait intéressant d'utiliser des systèmes de mesure de vitesse de surface libre multi points comme l'IDF (Interféromètre de Déplacement Fibré, [CHA09]) afin de mesurer l'évolution de la vitesse de surface libre selon l'orientation du cristal. De surcroît, il est remarquable que l'on puisse envisager de mener un essai LASAT sans difficulté sur une barrière thermique déposée sur un substrat de 10 mm en face arrière (5mm en face avant). Il serait profitable d'investiguer dans l'avenir la limite de l'essai LASAT pour des pièces de fortes épaisseurs. Cela ouvre surement des hypothèses de contrôle industriel sur des pièces revêtues autres que celles présentant des parois minces.

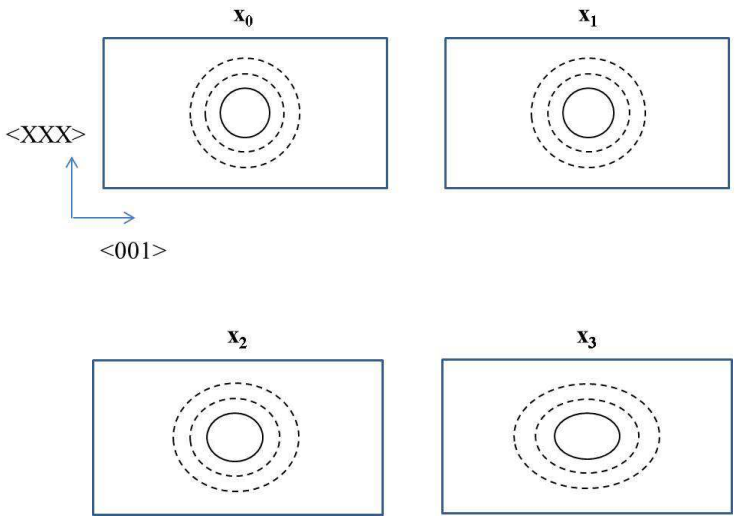


Figure III.27 : Schéma de l'évolution des iso contraintes au sein de la plaque d'AM1 (vue de dessus) en fonction de la profondeur de substrat parcourue

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Ces éléments sur la propagation des ondes de choc à travers différentes épaisseurs de substrat permettent de démontrer qu'un trajet aller-retour de l'onde à travers l'épaisseur de la cible agit sur la fissuration suite à un choc en face avant. Il n'est toutefois pas exclu que la fissure créée dans ces conditions de choc résulte également d'un autre mécanisme supplémentaire ou complémentaire, notamment au trajet aller comme cela fut évoqué au paragraphe III.2.2.2.b.

III.3 Comparaison des configurations de choc « face avant » et « face arrière »

L'application de l'essai LASAT en face avant sur pièce industrielle se traduit par l'apparition de nouvelles problématiques évoquées précédemment. Il s'agit dans cette partie de mettre de côté les nécessités industrielles pour évaluer les différences, les points de convergence, les atouts de chacune des deux configurations de choc « face avant » et « face arrière ». On souhaite également s'appuyer sur des données expérimentales qui pourraient nous permettre de mieux comprendre le LASAT-2D en face avant. S'il s'agit d'un comparatif établi à partir des données récoltées sur ce système, il est toutefois envisageable que certains points puissent être transposables sur d'autres systèmes revêtus.

III.3.1 Courbes LASAT-2D

Les courbes LASAT-2D permettent une mesure qualitative de l'adhérence d'un système revêtu par la position de la courbe qui relie le diamètre de la décohésion avec l'énergie laser. Pour proposer une méthode sensible et faciliter la lecture par l'applicateur, il faut trouver des paramètres de choc laser qui permettent d'obtenir une courbe de la courbe LASAT-2D dont la pente soit ni trop faible ni trop élevée. On réalise ainsi **sur le même échantillon** d'épaisseur 2mm une série de tirs en face arrière (AM1 poli, confinement eau) et en face avant (adhésif noir, confinement adhésif transparent). Les deux séries de tirs sont effectuées avec un paramètre L/D de 0,7 (soit D_{laser} = 3 mm). Les deux courbes LASAT-2D sont données sur la Figure III.28.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

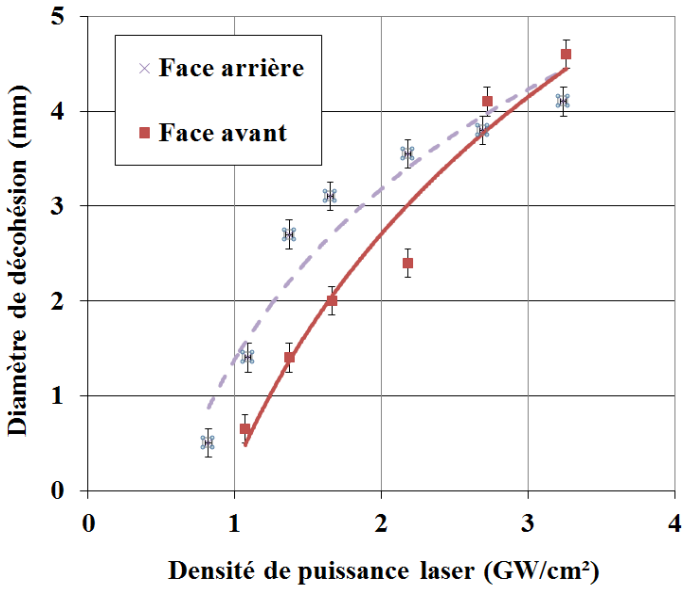


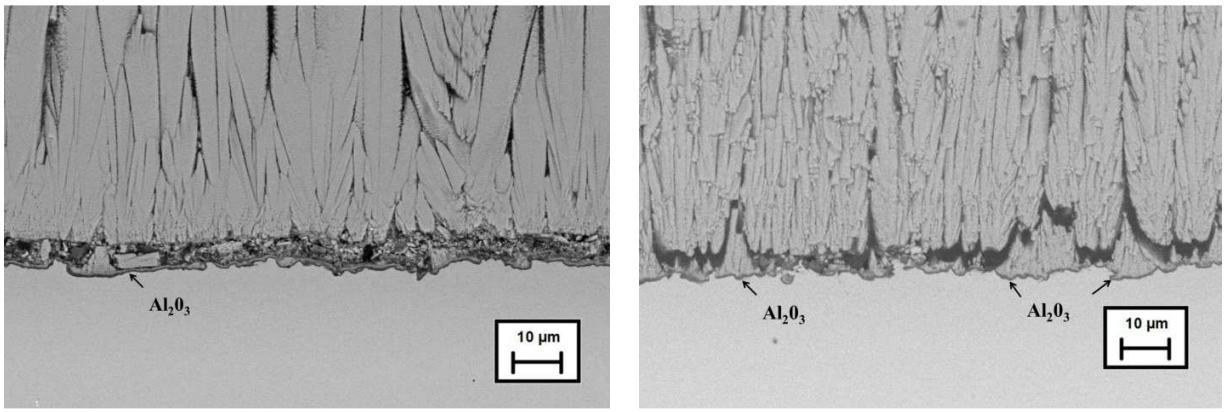
Figure III.28 : Courbes LASAT-2D en face avant et face arrière réalisées sur un même échantillon (ép. AM1 2 mm)

On observe sur la Figure III.28 deux allures différentes qui se croisent vers les haut flux. Cette réponse de l'interface aux chocs subis, signifie une différence de la répartition spatiale du chargement mécanique à l'interface. Ceci s'explique par les trajets très différents de l'onde de choc selon les deux configurations. Pour comparer ces deux courbes il faut préciser que les deux chargements initiaux sont différents, et qu'à densité de puissance laser égale correspondent deux intensités de l'onde de choc initiale différentes mais que l'on juge proches au regard des essais de différents milieux de choc. Il n'y a pas de décalage systématique et régulier entre ces deux courbes obtenues pour un même échantillon. Les décohésions réalisées aux densités de puissance inférieures à 2,5 GW/cm^2 sont de diamètres plus faibles pour les chocs réalisés en configuration face avant. Ceci traduirait une atténuation de l'onde de choc plus importante du fait de l'aller-retour parcouru. Mais notons qu'avec l'emploi de l'adhésif noir, la différence des diamètres de décohésion à bas flux est assez limitée bien que l'épaisseur d'AM1 parcourue soit double. Précisions que pour ces épaisseurs de substrat de 2 mm les taches blanches sont circulaires tant pour les tirs effectués en face arrière que ceux effectués en face avant. Au-delà de 2,5 GW/cm^2, il est établi sur la Figure III.28 que les décohésions réalisées aux densités de puissance supérieures à cette limite sont notablement de plus grands diamètres en face avant qu'en face arrière. L'observation plus en détail de la courbe en face avant sur la Figure III.28 montrerait un évènement autour de cette limite de 2,5 GW/cm^2 qui pourrait ressembler à une rupture de pente. Il pourrait s'agir d'une variation du mécanisme d'endommagement sous choc associé à la complexité du trajet et la multiplication des interfaces traversées en mode face avant. Il se pourrait alors que pour les densités de puissance élevées, la fissuration ne s'effectue plus uniquement lors du retour de l'onde principale. Cette hypothèse sera confrontée avec la simulation numérique dans le paragraphe III.4. Avec cette comparaison sur un même échantillon, on établit donc une différence notable de comportement entre les deux modes de choc. Nous avons montré que les tirs en face avant sur barrière thermique sont répétables et reproductibles mais d'un point de vue expérimental, l'essai LASAT-2D en face avant ne peut pas être transposé directement avec l'essai LASAT-2D en face arrière.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.3.2 Faciès des fissures interfaciales

Les fissures créées suite à ces tirs en face avant ou face arrière ont été observées en coupe par microscopie électronique à balayage afin de distinguer plus précisément les différents chemins de fissure.



(a) Face avant **(b) Face arrière**

Figure III.29 : Observations MEB en électrons rétrodiffusés des fissures générées par LASAT en face avant et face arrière

La fissure créée suite à un choc en face avant (Figure III.29.a) suit le bas des colonnes de zircone. La fine couche d'alumine est cohérente avec la sous-couche Ni(Pt)Al. On observe par endroits le bas de colonnes de zircone qui restent adhérents avec l'alumine. La fissure créée en face arrière (Figure III.29.b) se propage aussi au bas de la zircone. L'alumine reste adhérente avec le substrat métallique. Les blocs de céramique adhérents avec l'alumine sont ici de plus grandes dimensions. Les deux configurations de choc mènent à des localisations et des faciès de fissure interfaciale identiques. La densité de résidus de céramique cohérents avec l'alumine diffère selon la nature du choc. Les deux chargements mécaniques responsables de la fissuration dans chaque cas sont différents et pourraient expliquer cette variation de la taille des résidus de zircone. Toutefois les deux échantillons testés ne présentent pas exactement la même microstructure de zircone. L'échantillon de droite (Figure III.29.b) semble de plus avoir été découpé selon un plan légèrement incliné par rapport à l'échantillon de gauche. Il peut s'agir d'une imprécision lors de la préparation métallographique de l'échantillon ou d'une légère inclinaison des colonnes de zircone par rapport à la normale à la surface. Il est plus probable que cette différence puisse être corrélée avec le degré de germinations secondaires au niveau du bas des colonnes de zircone à proximité de la zone fissurée. Une zircone présentant peu de germinations secondaires (microstructure de type A) présenterait alors peu de zircone adhérente au substrat après choc au contraire des microstructures de type B par exemple (cf. Figure II.6 et Figure II.7).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.3.3 Modifications de l'adhésif noir après ablation

L'une des particularités de l'essai LASAT en face avant selon la méthode mise en avant dans cette thèse est l'application d'un adhésif noir comme milieu ablateur à la surface de la zircone yttriée. A la suite de chacun des chocs effectués avec un confinement adhésif transparent, la zone impactée n'est plus recouverte par le milieu de confinement. Ce dernier est arraché et éjecté en fragments dans l'enceinte de tir lors de l'expansion du plasma. Par contre, le milieu ablateur reste adhérent à la surface du revêtement en céramique. Il est généralement ensuite détaché mécaniquement et avec précaution afin de pouvoir observer la zircone sous-jacente et la présence d'une éventuelle tache blanche. Afin d'étudier l'état du milieu de choc post-tir, une observation MEB en coupe est réalisée directement après le tir (cf. Figure III.30).

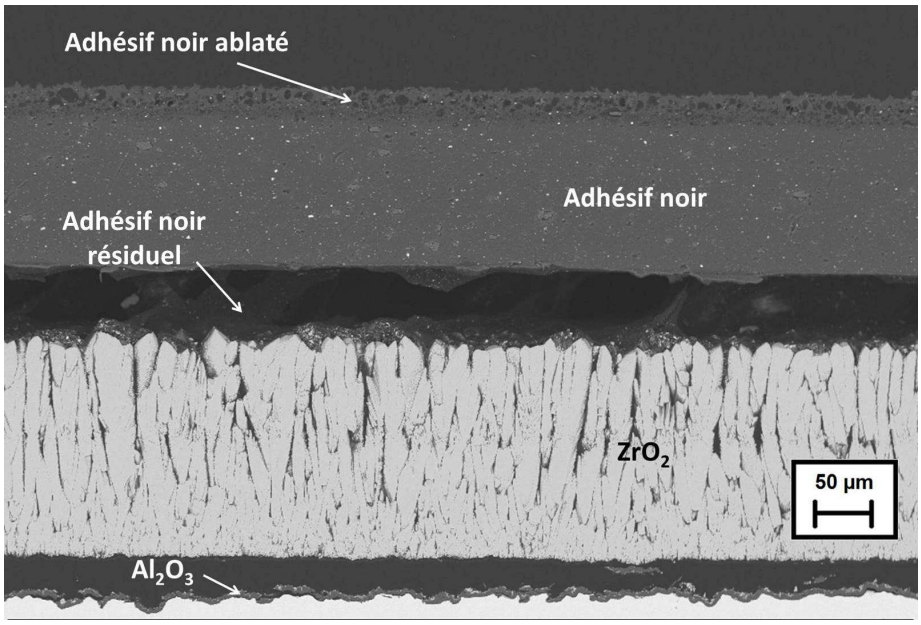


Figure III.30 : Observation MEB en électrons rétrodiffusés du milieu ablateur suite au tir en face avant

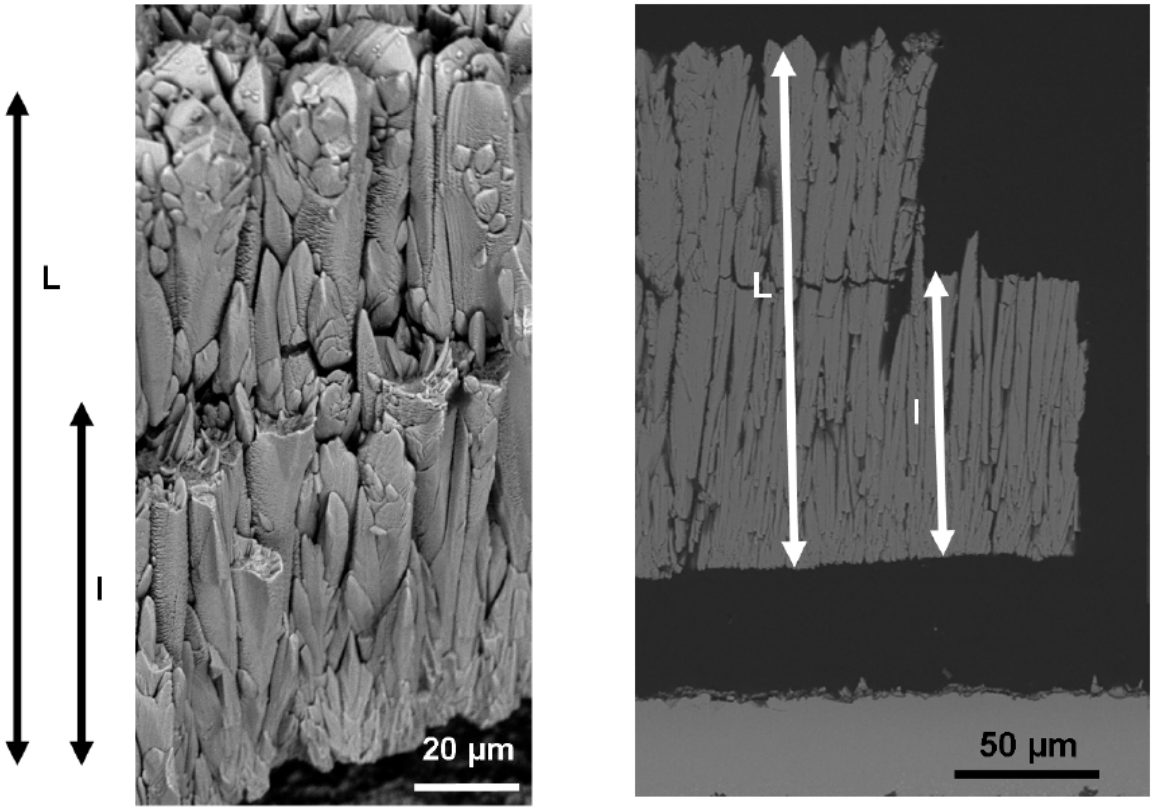
La zone observée sur la Figure III.30 correspond au milieu de la surface impactée. On observe tout d'abord l'absence du milieu de confinement à la surface de l'adhésif noir conformément à ce qui a pu être observé macroscopiquement. L'interaction laser-matière à la surface du milieu ablateur se traduit par l'apparition d'une zone d'environ 15 µm d'épaisseur sur laquelle on observe des porosités. On considère une sublimation des premières couches atomiques qui sont ensuite ionisées et formeront ainsi le plasma. En revanche, l'épaisseur d'adhésif affectée semble plutôt correspondre aux phénomènes thermiques qui accompagnent la création du plasma. On aurait alors une fusion partielle de l'adhésif noir vinylique qui présente une température d'ébullition proche de 200°C avec apparition de bulles conduisant à de la porosité. Le reste du matériau ablateur n'est pas modifié morphologiquement est reste dense sur environ 100 µm. On observe également le décollement du milieu ablateur avec de la colle arrachée sous l'adhésif, mais également en surface de la céramique. On a également quelques points de liaison encore présents entre la zircone et l'adhésif sous la forme de filets de colle. Ces restes organiques correspondraient aux résidus que l'on a pu observer précédemment dans certains cas au niveau des taches blanches (cf. Figure

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.1). La décohésion de l'adhésif pendant le choc ainsi que le moment de son apparition par rapport à la condition de choc sont ainsi des éléments dont il faut tenir compte. Afin de simuler l'essai LASAT, il convient alors de prendre en compte le comportement de cette interface adhésif/zircone qui est susceptible de conduire à l'apparition d'une surface libre et donc de modifier la propagation des ondes de choc.

III.3.4 Cas d'un échantillon sensible à la fissuration intra-colonnaire

Lors des travaux précédents [FAB13], un échantillon sensible à la fissuration intra-zircone a été étudié en LASAT-2D avec la configuration de tir en face arrière. Dans le cas des systèmes revêtus EB-PVD, des fissures provoquées par LASAT ont pu être localisées (Figure III.31) au niveau de zones de regermination des colonnes liées à des discontinuités du faisceau d'électrons pendant le dépôt. Une telle zone de fragilité liée aux conditions d'élaboration EB-PVD peut produire également un phénomène de tache blanche en LASAT. Ce phénomène pourrait être interprété de manière erronée comme une rupture de l'interface. Il permet cependant de détecter des zones fragiles dans le dépôt.



(a) Fractographie du bord de l'écaille **(b) Coupe métallographique**

Figure III.31 : Observation MEB en éléctrons rétrodiffusés de la rupture générée par LASAT au niveau des zones de regermination dans la céramique [FAB13]

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Afin d'élargir la compréhension et établir au mieux la robustesse de l'essai LASAT en face avant, des essais LASAT ont été effectués sur un échantillon présentant a priori ce type de défaut. Une première série de tirs a été réalisée en configuration de choc face arrière (choc côté substrat, confinement eau) à niveau croissant de densité de puissance laser.

Diamètre de choc : 3 mm					
E_{laser} (J)	0,8	1,0	1,2	1,4	1,8
Densité de puissance (GW/cm²)	2,2	2,7	3,4	3,8	4,9

Tableau III.1 : Paramètres laser utilisés pour l'échantillon avec regermination intra-zircone, chocs en face arrière

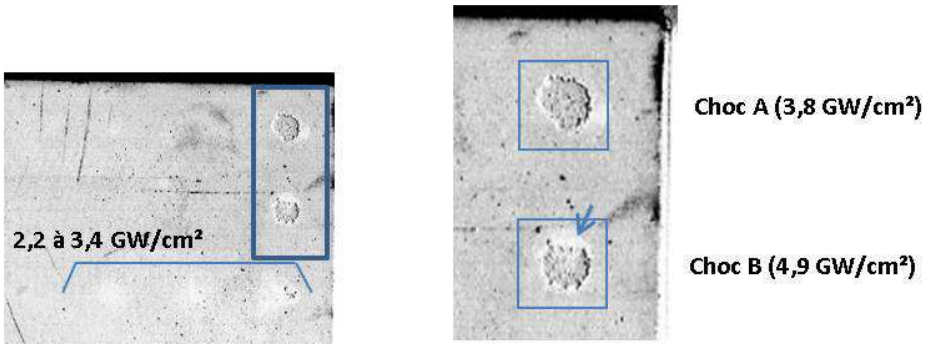
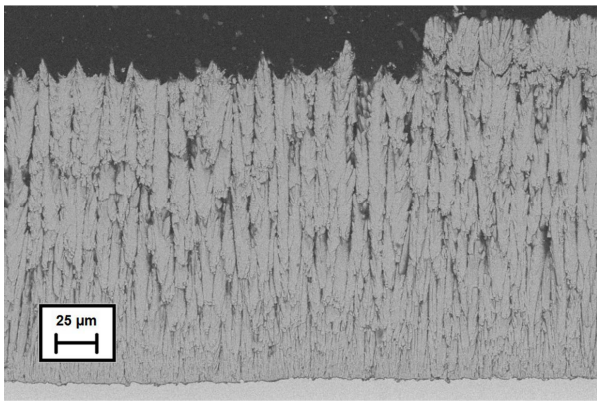


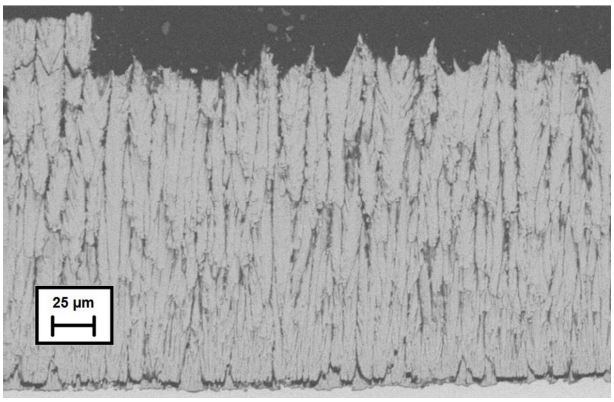
Figure III.32 : Image optique en vue de dessus de la zone choquée en face arrière, en particulier chocs avec écaillage partiel de la zircone (cas d'un échantillon avec problème de regermination)

Les premiers chocs à faible densité de puissance laser (jusqu'à 3,4 GW/cm^2) se comportent de manière habituelle, avec une tache blanche correspondant à une fissure unique observée au microscope. Les deux derniers chocs en face arrière entrainent un écaillage avec envol du haut de la zircone à 3,8 GW/cm^2 (choc A sur la Figure III.32), puis dans le dernier cas à et 4,9 GW/cm^2 une fissure interfaciale en plus de l'écaillage du haut de la zircone (choc B). L'image en vue de dessus montre une légère différence entre le choc A pour lequel on voit un enlèvement de matière sans tache blanche, et le choc B où un halo blanc est aussi présent, notamment vers le haut du choc (indiqué par une flèche sur la Figure III.32). L'observation en coupe de ces chocs confirme l'écaillage intra-colonnaire (Figure III.33.a) pour le choc A et la double fissuration (écaillage et fissure interfaciale) pour le choc B (Figure III.33.b).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



(a) Choc A



(b) Choc B

Figure III.33 : Images MEB en électrons rétrodiffusés des interfaces choquées en face arrière avec rupture intra-colonnaire

On observe ainsi 3 cas différents et chemins de fissure distincts associés lors de l'augmentation de l'énergie laser. Une première rupture avec tache blanche à l'interface pour les faibles énergies (de 2,2 à 3,4 GW/cm²). Une rupture sans tache blanche uniquement dans les colonnes de zircone ensuite (3,8 GW/cm²) et une double fissuration à l'interface et dans les colonnes (4,9 GW/cm²) avec une tache blanche. On peut supposer qu'aux chargements les plus faibles, l'interface alumine céramique qui possède la résistance interfaciale la plus faible, est rompue la première. A partir du chargement correspondant au choc A, la limite de rupture de la ligne de défaut est atteinte. Hors la chronologie du choc fait que l'onde en traction traverse en premier la ligne de regermination. Une fissure se forme alors, entrainant l'écaillage de la partie supérieure de la zircone. L'énergie libérée lors de cette rupture fait que l'onde de traction qui continue sa progression vers l'interface est affaiblie. Elle ne peut donc plus fissurer l'interface alumine-zircone. Dans le dernier cas (choc B), l'énergie initiale est plus élevée et telle que l'onde de traction rompt dans la zone fragile de regermination du revêtement puis fissure également l'interface avec le substrat. On entrevoit ainsi une limitation du mode face arrière dans l'optique d'une mesure d'adhérence indépendante du dépôt. Cependant on ouvre une autre voie indirecte pour évaluer la cohérence de la céramique au stade de sa fabrication.

Une deuxième série d'essais est ensuite réalisée dans la nouvelle configuration de choc face avant (choc côté revêtement) sur le même échantillon.

Diamètre de choc : 3 mm				
E_{laser} (J)	1,0	1,2	1,4	1,8
Densité de puissance (GW/cm²)	2,7	3,3	3,8	4,8

Tableau III.2 : Paramètres laser utilisés pour l'échantillon avec regermination intra-zircone, chocs côté céramique

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

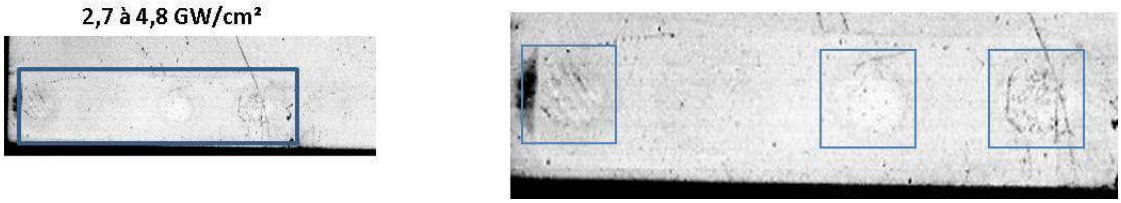


Figure III.34 : Image optique numérisée à contrastes renforcés de la zone choquée en face avant, en particulier des chocs ayant entrainé une tache blanche

Toutes les observations (Figure III.35) indiquent que les chocs réalisés en face avant fissurent uniquement l'interface. Aucun écaillage intra-colonnaire n'est observé.

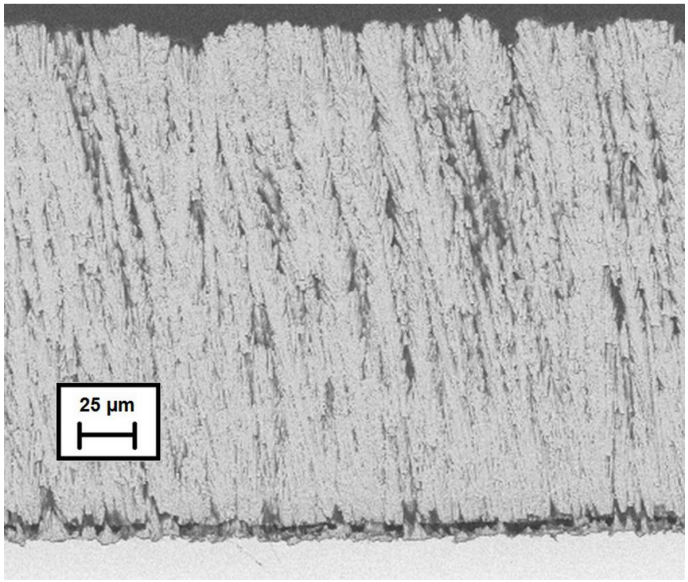


Figure III.35 : Image MEB en électrons rétrodiffusés d'une interface fissurée réalisée suite à un choc en face avant à 3,3 GW/cm²

Cette différence de fissuration sur un même échantillon peut être expliquée selon plusieurs hypothèses. Le premier est la différence fondamentale entre le choc réalisé côté céramique et substrat. Le choc ne se crée pas dans les mêmes conditions, ce qui signifie un chargement mécanique différent. Ensuite, l'onde de traction responsable de la fissuration à l'interface ne traverse pas les différents matériaux dans le même ordre chronologique, ce qui signifie des propagations spatiales et temporelles des ondes différentes.

On peut supposer cependant que contrairement au choc conventionnel obtenu en face arrière, l'historique du chargement ne solliciterait que très peu la zone de regermination. En ne considérant uniquement que l'onde principale, l'onde en compression initiale se propage tout d'abord de la céramique vers le substrat. Elle se réfléchit alors en une onde en traction. Elle traverse ensuite toute l'épaisseur du substrat, puis rencontre à nouveau l'interface en onde de traction cette fois (point C sur la Figure III.36). La fissure se créée alors comme dans le cas d'un choc face arrière avec retour de l'onde en traction dans la céramique si

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

le chargement mécanique est suffisant. La zone de fragilité de regermination n'est traversée qu'à la suite de l'interface, par une onde dont l'intensité est affaiblie.

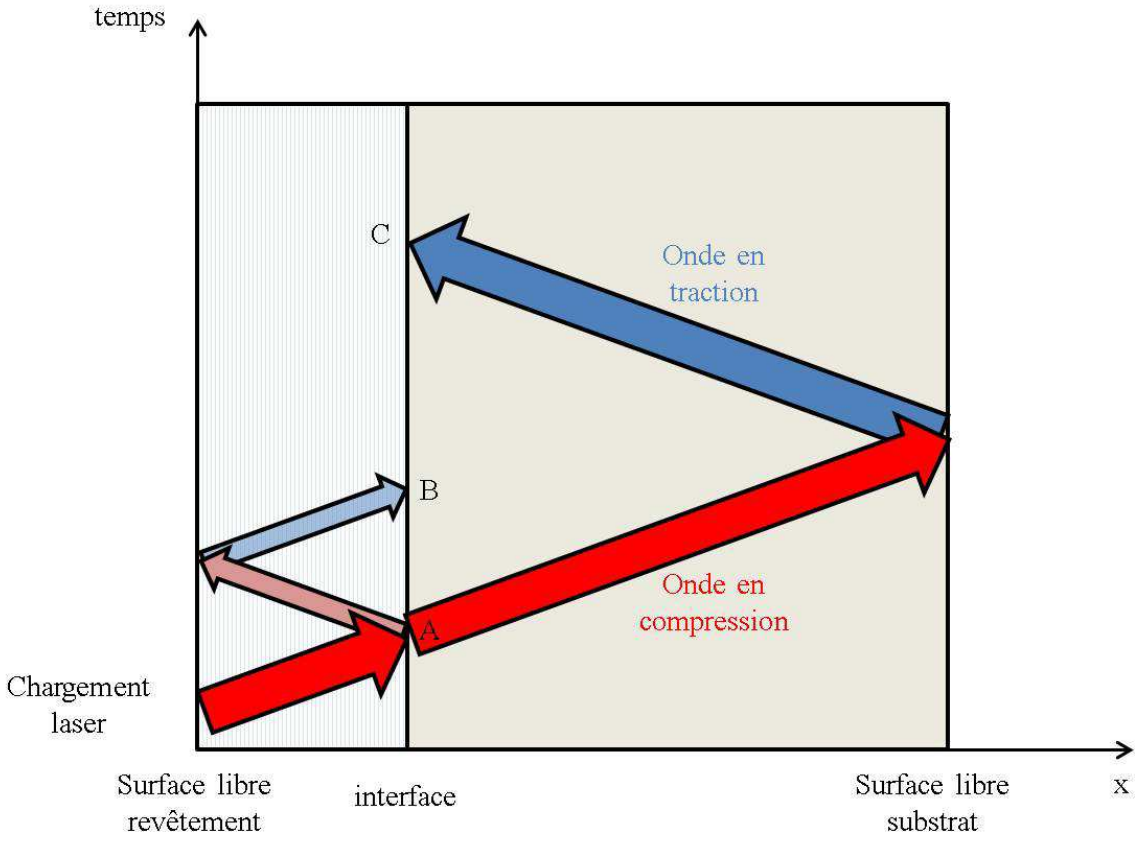


Figure III.36 : Diagramme (X,t) de propagation des ondes de choc en face avant

Sur l'ensemble des échantillons choqués en face avant durant cette étude, aucun signe de fissuration intra-colonnaire n'a été détecté dans la limite des densités de puissance utilisées (1 à 5 GW/cm²).

Cet échantillon, issu d'une production industrielle particulière, mais cependant conforme aux spécifications du procédé de dépôt, montre la pertinence du choc côté céramique en face avant. La propagation de choc propre à cette configuration semblerait être plus propice à une mesure de l'adhérence au niveau de l'interface substrat-revêtement.

III.4 Modèle numérique de propagation d'onde et courbes LASAT-2D

On tente dans cette partie de comprendre les différents mécanismes de propagation de l'onde de choc au sein du système afin d'établir le déroulement spatio-temporel du chargement mécanique produit pendant le choc. Les paramètres L (épaisseur totale de la cible) et D (diamètre du faisceau laser) balayés ainsi que

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

les résultats obtenus dans les paragraphes précédents nous conduisent à étudier de manière poussée la propagation bidimensionnelle des ondes en face avant à l'aide d'une simulation numérique 2D. On s'intéressera plus particulièrement aux effets singuliers (aller-retour de l'onde principale avant fissuration et/ou rôle de la poche de traction axiale) qu'on a pu observer dans la partie précédente pour les chocs en face avant. La confrontation des données numériques avec les courbes LASAT-2D expérimentales permettra de discuter la validité des hypothèses avancées. L'ensemble de ces données permettra de donner une valeur approchée de la résistance interfaciale du revêtement en sollicitation dynamique et qui fonde la mesure quantitative de l'adhérence par LASAT-2D.

III.4.1 Modèle numérique par éléments finis

Le modèle numérique ainsi que l'ensemble des paramètres d'entrée du calcul sont présentés dans un premier temps. Les lois de comportement et équations d'état utilisées pour les différents matériaux du système sont ensuite exposés. On choisit d'effectuer les simulations sans critère d'endommagement car le phénomène de rupture entraîne une relaxation des contraintes qui empêche la bonne mesure des extrema.

III.4.1.1 Paramètres du modèle

La modélisation numérique de la propagation des ondes de choc est réalisée à l'aide du logiciel ABAQUS. Les grandes vitesses de déformation inhérentes à l'essai LASAT (10^5 à 10^7 s^{-1}) nécessitent l'utilisation du solveur Explicit. La symétrie axiale autour de l'axe du faisceau laser circulaire nous permet d'utiliser un modèle axisymétrique afin de limiter le temps de calcul. Le profil de chargement mécanique a été déterminé à partir de chocs réalisés sur feuillards d'aluminium d'épaisseurs 100, 250 et 500 µm et dont les profils de vitesse de surface libre ont été obtenus par interférométrie à l'aide d'un dispositif VISAR (collaboration PPrime ENSMA Poitiers et PIMM ENSAM Paris). Cet étalonnage du laser SAGA du Centre des Matériaux a été effectué avec un confinement eau par G. Fabre (Figure III.37). L'équipement VISAR n'a malheureusement pas pu être utilisé pour calibrer le profil de chargement mécanique avec un adhésif noir recouvert d'un confinement avec un adhésif transparent. A partir des essais menés dans le paragraphe III.2.2, on émet une première hypothèse forte : le chargement mécanique résultant de l'interaction laser-matière au niveau du milieu de choc utilisé en face avant (adhésif opaque - adhésif transparent) sera considéré comme équivalent à celui réalisé avec un confinement à l'eau.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

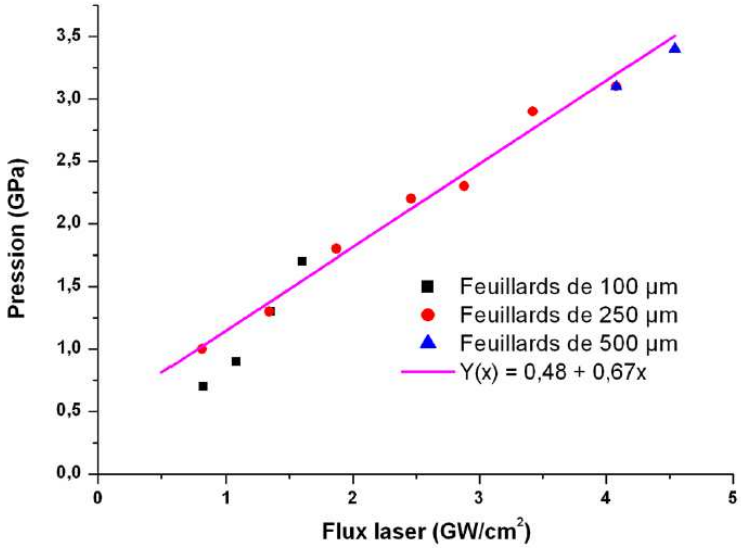


Figure III.37 : Pression de choc en fonction de la densité de puissance laser déposée avec un confinement eau [FAB13]

Le profil temporel de pression utilisé est présenté sur la Figure III.38.a. La durée de l'impulsion à mi-hauteur est de 11,3 ns à comparer avec le durée du pulse du laser du Centre des Matériaux de 5,2 ns. L'augmentation de la durée du chargement résulte de la présence du milieu de confinement [SOL02]. Le profil de pression du choc est appliqué sur un rayon de 1,5 mm pour un choc de diamètre 3 mm. Un profil « top-hat » correspondant à la surface d'impact du laser conduit à une discontinuité du chargement en bordure de choc qui peut entrainer des problèmes de déformation des mailles à ces endroits. On met alors en place une atténuation du chargement mécanique selon un profil spatial gaussien (Figure III.38.b). Le pas de temps du calcul est un élément à prendre en compte dans la modélisation de la propagation d'une discontinuité. Le respect du critère de Courant-Friedrichs-Lewy est nécessaire à la stabilité du calcul afin de résoudre correctement le passage d'une discontinuité est [CFL28] : toute perturbation ne doit pas traverser plus d'une maille entre deux pas de temps. Le maillage utilisé est réalisé avec des éléments de type CAX4R. La dimension du maillage a été optimisée afin de réduire le temps de calcul, tout en vérifiant que les mailles sont suffisamment grandes pour ne pas modifier les niveaux de contrainte au sein du système. Des mailles trop grandes peuvent en effet atténuer de manière significative l'amplitude des ondes de choc et ainsi minimiser les contraintes. Des cellules élémentaires de 1 µm dans la direction de propagation principale du choc et de 5 µm dans la direction transverse ont été utilisées. Le paramètre de viscosité artificielle quadratique permet une meilleure réponse du code de calcul lors du passage d'un choc dont la nature discontinue est difficile à assimiler numériquement. Il est fixé à 1,5 dans ces travaux.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

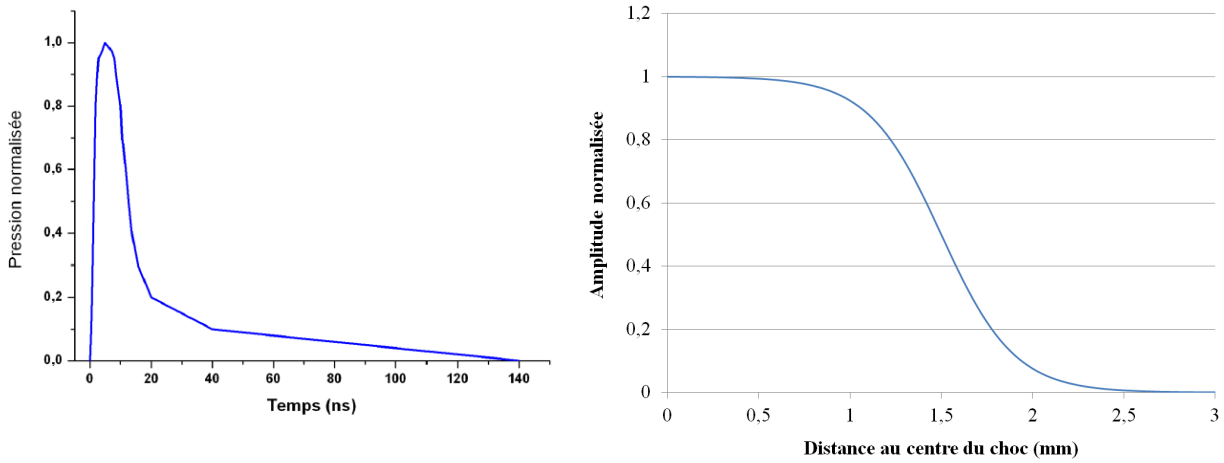


Figure III.38 : Profil de pression temporel normalisé utilisé dans la simulation (a) [FAB13] et répartition spatiale correspondante (b)

III.4.1.2 Application au système barrière thermique

Une équation d'état de Mie-Grüneisen est appliquée pour l'adhésif aluminium ainsi qu'une loi de comportement élastique (Tableau III.3). Le choc est appliqué sur une épaisseur d'adhésif de 120 µm. L'épaisseur de colle (15 µm) présente au niveau du milieu ablateur est négligée.

Adhésif Aluminium					
Densité	Equation d'état			Comportement élastique isotrope	
ρ (g/cm^3)	c_0 (m/s)	s	Γ_0	E (GPa)	ν
2,7	5386	1,339	2,09	70	0,33
				G = 26,5 GPa	

Tableau III.3 : Paramètres matériaux appliqués à l'adhésif aluminium

La zircone EB-PVD stabilisée à l'yttrine possède une structure colonnaire poreuse et hétérogène. Le bas des colonnes lieu de la germination du dépôt possède une plus forte densité ainsi qu'une plus faible anisotropie que le reste des colonnes. La présence de porosités modifie la vitesse de propagation et atténue l'intensité des ondes de choc [ARR04-2] [BOL04]. Les espaces inter-colonnaires rendent les propriétés mécaniques du dépôt très différentes selon les directions normales ou transverses au revêtement. On considèrera ainsi dans ce modèle un comportement anisotrope de la zircone. Le vieillissement de la céramique à haute température se traduit par le frittage des colonnes et donc leur densification, ce qui modifie le comportement mécanique du dépôt. Le vieillissement de la céramique ne sera pas pris en compte dans notre modèle. On utilise un modèle basé sur l'approche développée par J. Frachon dans ses travaux sur le vieillissement thermique des barrières EB-PVD [FRA09] [BUS06]. La matrice de raideur

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

(exprimée en GPa) appliquée à la zircone d'épaisseur 180 µm, de masse volumique 5,7 g/cm^3 est présentée dans le Tableau III.4.

$$R = \begin{pmatrix} C_{1111} & C_{1122} & C_{1133} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{2222} & C_{2233} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{3333} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{2323} & 0 & 0 \\ & \text{Sym.} & & & C_{1313} & 0 \\ & & & & & C_{1212} \end{pmatrix}$$

C_{2323}	68,18
C_{1313}	22,72
C_{1212}	68,18

C_{1111}	52,49
C_{2222}	160,71
C_{3333}	52,49
C_{1122}	17,86
C_{1133}	7,03
C_{2233}	17,86

Avec la direction 2 dans le sens des colonnes de la microstructure EB-PVD de la zircone

Tableau III.4 : Paramètres matériaux appliqués à la zircone yttriée EB-PVD [FRA09, FAB13]

Dans un souci de simplification, l'alumine de croissance est considérée plane et d'épaisseur 1 µm. Elle est également supposée parfaitement cohérente avec le revêtement céramique et le substrat métallique. Les caractéristiques mécaniques utilisées sont présentées dans le Tableau III.5 [BIC98].

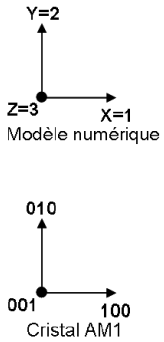
Alumine					
Densité	Equation d'état			Comportement élastique isotrope	
ρ (g/cm^3)	c_0 (m/s)	s	Γ_0	E (GPa)	ν
3,97	8179	1	1,32	400	0,24
				G = 261,3 GPa	

Tableau III.5 : Paramètres matériaux appliqués à l'alumine de croissance

La sous-couche métallique (Ni,Pt)Al n'est pas représentée dans le modèle. Son épaisseur est comprise dans le substrat métallique. Cette hypothèse est appuyée par les observations réalisées par Fabre sur les profils de vitesse de surface libre sur AM1 revêtu de la sous-couche [FAB13] pour lesquels aucune réflexion d'onde n'a été mise en évidence, ce qui traduit la faible influence des propriétés mécaniques de la sous-couche sur la propagation des ondes. Le comportement anisotrope du superalliage monocristallin AM1 de masse volumique 8,7 g/cm^3 est pris en compte à travers la matrice de raideur présentée dans le Tableau III.6 et exprimée en GPa. La direction <010> du barreau AM1 est considérée comme parallèle à la direction de propagation du choc selon l'axe Y = 2. Il s'agit d'une simplification par rapport aux observations expérimentales sur plaques pour lesquelles la direction Y = 2 était désorientée d'environ 10° par rapport à l'orientation <010> du monocristal (cf. Figure II.11).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$R = \begin{pmatrix} C_{1111} & C_{1122} & C_{1122} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{1111} & C_{1122} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{1111} & 0 & 0 & 0 \\ & & & C_{1212} & 0 & 0 \\ & \text{Sym.} & & & C_{1212} & 0 \\ & & & & & C_{1212} \end{pmatrix}$$



C_{1111}	294,83
C_{1122}	203,22
C_{1212}	124,3

Tableau III.6 : Matrice de raideur appliquée au superalliage monocristallin AM1 [FAB13]

III.4.2 Etude de la propagation des ondes en configuration face avant et établissement des courbes LASAT-2D simulées

La propagation des ondes suite à un choc en face avant à travers le système barrière thermique est simulée numériquement. Le chargement mécanique initial présenté au paragraphe III.4.1.1 est appliqué en surface du milieu ablateur. L'évolution des contraintes au sein du système d'épaisseur 1 mm d'AM1 est déterminée à différents intervalles de temps sur la Figure III.39. Les contraintes en traction seront retranscrites avec un signe positif alors que la compression sera indiquée avec des valeurs négatives.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

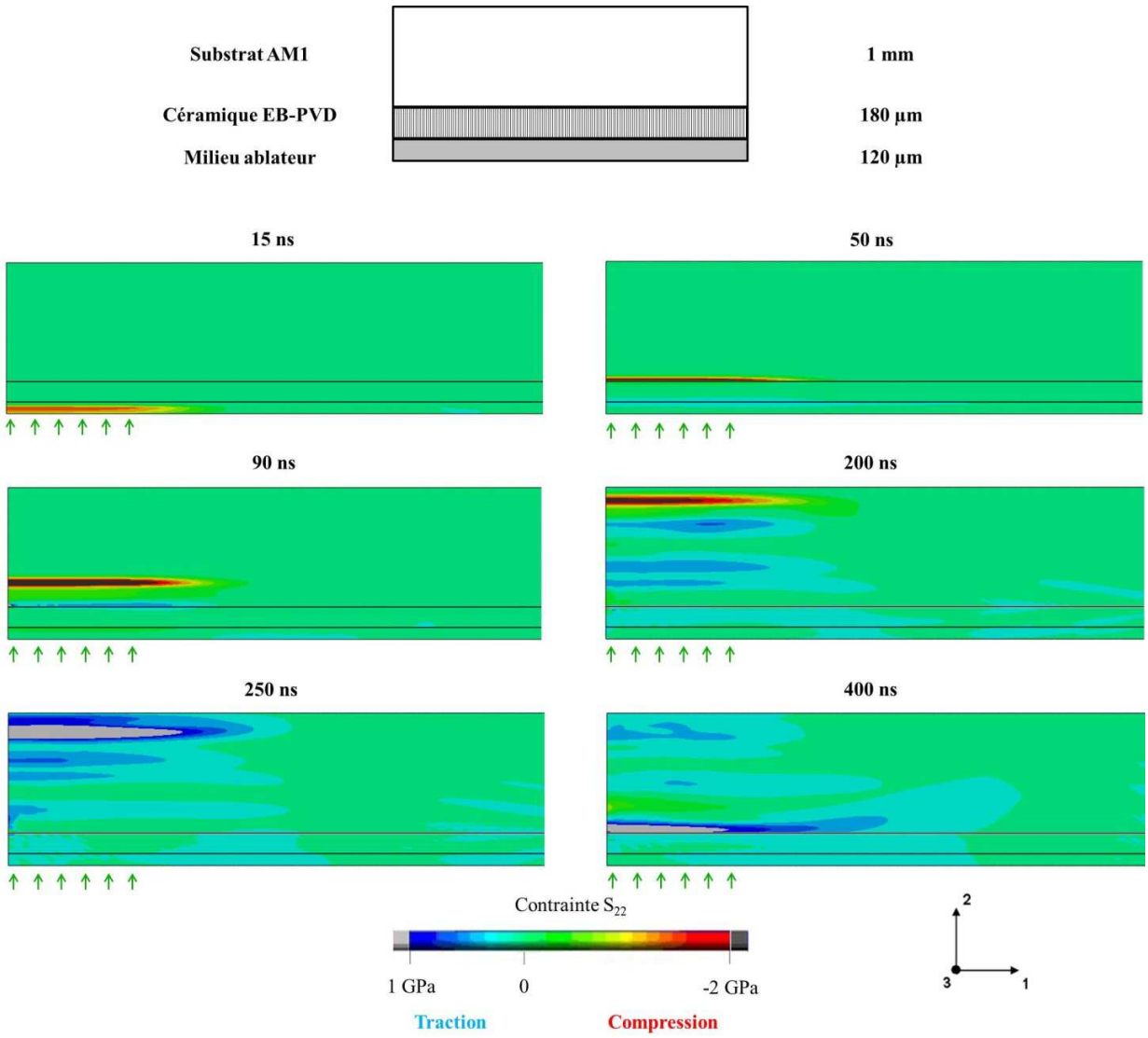


Figure III.39 : Cartographie des contraintes à différents instants suite à un choc en face avant (épaisseur AM1 : 1mm, 3,78 GW/cm^2, 3,01 GPa)

Suite à l'application du chargement initial, l'onde principale en compression traverse le milieu ablateur, la céramique puis l'interface métal/oxyde après 50 ns sur la Figure III.39. Une onde de traction apparait rapidement à la suite de l'onde principale. Il s'agit d'un rebond issu de l'onde réfléchie lors du passage du milieu ablateur au milieu céramique. On assiste ainsi au passage d'une onde en traction au niveau de l'interface environ 90 ns après le choc initial. Les rebonds successifs dus à la présence de deux interfaces à proximité de la surface libre sont responsables du passage de plusieurs ondes en traction à la suite de l'onde principale (mis en évidence à t = 200 ns sur la Figure III.39). L'onde principale en compression quant à elle poursuit sa progression à travers le superalliage et se réfléchit en onde de traction au niveau de la surface libre du substrat. L'onde principale traverse alors l'épaisseur du substrat une deuxième fois avant d'atteindre l'interface 400 ns après le choc initial.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

On met ainsi en évidence deux phénomènes qui génèrent une onde de traction à l'interface métal/céramique : une, voire plusieurs tractions aux temps courts relatives aux ondes secondaires, et une traction dite aux temps longs issue de la réflexion sur la surface libre de l'AM1 de l'onde principale. La chronologie du chargement à l'interface (mesurée à 500 µm du centre du choc) est détaillée sur la Figure III.40.

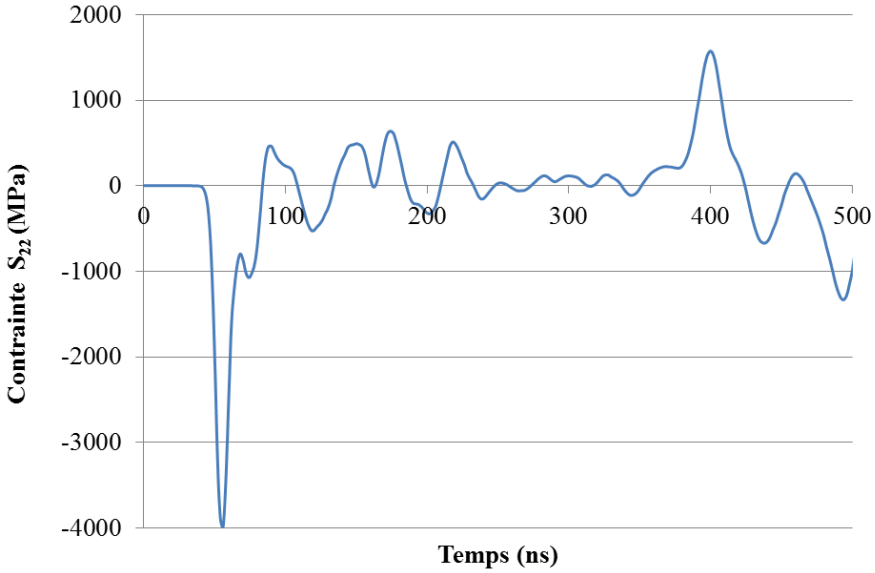


Figure III.40 : Historique des contraintes S_{22} à l'interface substrat/céramique (r = 0,5 mm)

L'interface est traversée tout d'abord par l'onde principale en compression (pic à 4000 MPa pour 50 ns sur la Figure III.40). Notons que l'intensité du chargement est ici amplifiée (4000 MPa contre 3010 MPa pour le chargement initial) du fait de la désadaptation d'impédance entre l'adhésif et la céramique. S'en suivent plusieurs ondes en traction qui atteignent l'interface entre 90 et 220 ns pour des intensités comprises entre 500 et 700 MPa. Ce chargement est susceptible de fissurer le système dans le cas où sa résistance interfaciale serait inférieure à ces valeurs. A 400 ns l'onde principale désormais en traction après sa réflexion en surface libre traverse l'interface pour une intensité de 1550 MPa. Trois cas de figure peuvent alors se présenter en ce qui concerne la fissuration de l'interface en supposant une rupture fragile associée à un seuil de rupture (ou seuil « cut-off »). Si la résistance interfaciale du système est inférieure à 700 MPa, une fissure apparaîtra avant les 200 premières nanosecondes, c'est-à-dire avant le retour de l'onde principale. Dans le cas où la résistance interfaciale serait comprise entre 700 et 1550 MPa, l'interface resterait cohérente jusqu'à 400 ns et le passage de l'onde principale en traction serait alors seul responsable de la fissuration. Enfin, si la résistance de l'interface est supérieure à 1550 MPa l'interface reste intacte suite au choc.

La fissuration de l'interface peut également résulter de la combinaison des deux mécanismes. L'intensité du chargement à l'interface dépend en effet de la distance au centre du choc du fait des effets de propagation bidimensionnels (effets de bord). On reporte ainsi sur la Figure III.41 l'historique du chargement au niveau de l'interface pour deux points distant de 500 et 1400 µm du centre du choc.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

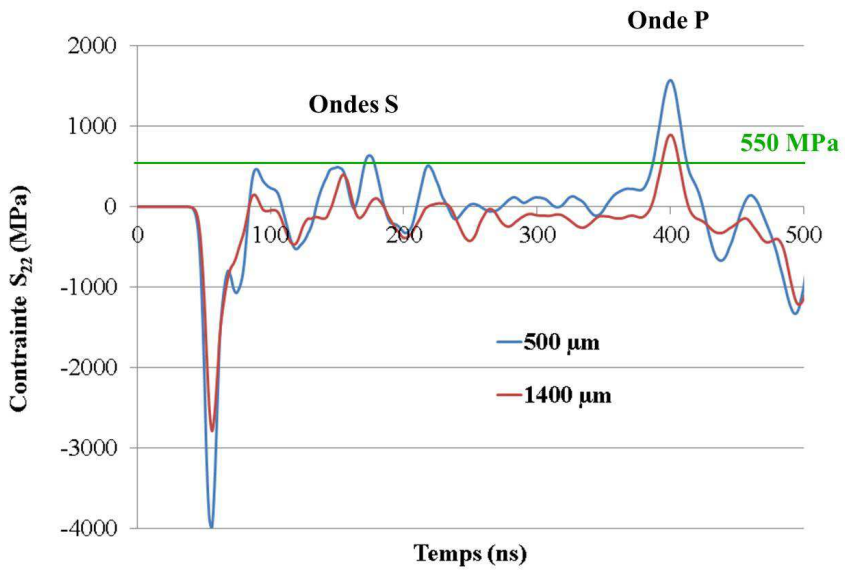


Figure III.41 : Historiques des contraintes mesurées à 500 et 1400 µm du centre du choc

On met en évidence sur la Figure III.41 un chargement mécanique à l'interface plus faible lorsque l'on se rapproche de la périphérie du choc du fait de la répartition gaussienne de la pression initiale ainsi que des effets de bord. Si l'on suppose comme présenté sur la Figure III.41 une résistance interfaciale de 550 MPa, on obtient une fissure dès 170 ns positionnée à 500 µm du centre suite au passage des ondes de détente secondaires (ondes S). A 1400 µm du centre, ces mêmes ondes en traction sont trop faibles pour conduire à la fissuration. A 400 ns, le retour de l'onde principale (onde P) en traction entraine la fissuration de l'interface à 1400 µm du centre. Ainsi, il est alors possible de créer une même fissure en deux temps. Une première partie de l'interface (proche du centre du choc) fissure suite au passage aux temps courts des ondes S, alors qu'une deuxième partie (la périphérie) n'est délaminée que plus tard après le retour de l'onde P. Toutefois cette représentation de l'historique des contraintes ne considère pas physiquement la fissure éventuellement créée (création de vide) lors du passage des ondes S. La présence d'une fissure au sein du matériau modifie bien évidemment la propagation des ondes. L'implémentation d'un critère de rupture (modèle d'endommagement) au niveau de l'interface permettrait peut-être de prendre en compte ce phénomène. Cependant la fissuration due aux ondes S ne remet pas en cause la propagation de l'onde principale P, en avance par rapport à ces dernières. L'intensité de l'onde P en traction lorsqu'elle traverse l'interface n'est donc pas impactée par l'absence de critère de rupture dans la simulation. Il pourrait être envisagé d'étudier sur des substrats de très grande épaisseur la distance à partir de laquelle l'onde principale serait suffisamment atténuée pour pouvoir être négligée. La fissuration serait alors uniquement due aux ondes S.

L'historique des contraintes à l'interface permet ensuite de tracer le maximum des contraintes en traction le long de l'interface (Figure III.42). La simulation de plusieurs chocs effectués à différentes pressions permet de mettre en évidence une augmentation du chargement interfacial avec l'intensité de la pression de choc. Cette répartition radiale des contraintes maximales présente une allure proche de celle obtenue par Cuq-Lelandais en face arrière pour un rapport L/D = 0,5 (cf. Figure I.27). On se propose alors de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

tracer les abaques indiquant l'évolution des diamètres de fissure virtuelle en fonction du chargement mécanique évalué sans endommagement par la simulation (Figure III.43). On considère l'étendue d'une fissure en relevant les points de l'interface dont le niveau de chargement local maximal simulé au cours du temps dépasse la résistance interfaciale supposée (critère sous forme de seuil de rupture fragile).

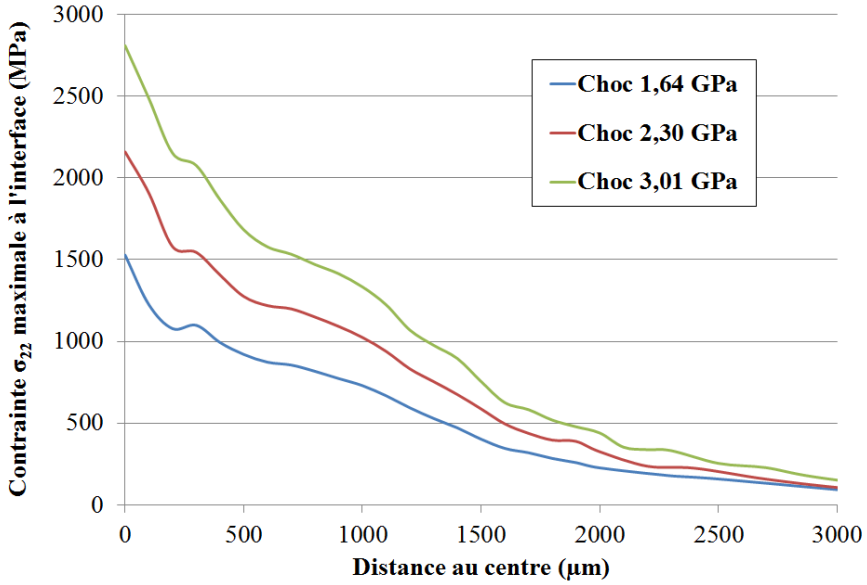


Figure III.42 : Maxima des contraintes en traction relevées le long de l'interface pour 3 intensités de choc

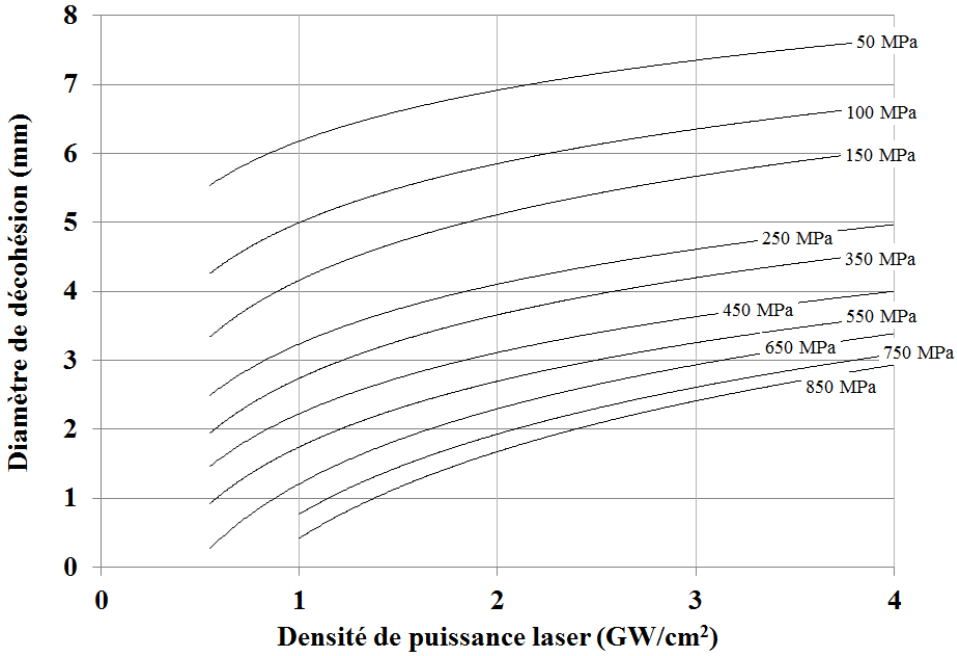


Figure III.43 : Abaques numériques d'isocontraintes

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les abaques de courbes LASAT 2D simulées sont tracés sur la Figure III.43 pour un diamètre de choc de 3 mm et une épaisseur de substrat AM1 de 1 mm. Pour une valeur de seuil d'adhérence et une valeur de densité de puissance laser, cela détermine une longueur de fissure interfaciale qui correspond aux points de l'interface qui ont subi une contrainte S_{22} égale ou supérieure au seuil considéré. Ces abaques doivent permettre alors d'évaluer la résistance interfaciale du système par comparaison avec les courbes LASAT-2D expérimentales. On vérifie ainsi à partir de la simulation numérique qu'une courbe LASAT-2D située aux plus grands diamètres de fissure correspond à une résistance interfaciale plus faible. Cette approche quantitative de l'adhérence entre plusieurs échantillons sera notamment utilisée dans le CHAPITRE V.

III.4.3 Détermination de l'adhérence par LASAT-2D en face avant

On souhaite maintenant confronter les courbes LASAT-2D expérimentales avec les résultats de la simulation numérique. On étudie tout d'abord l'influence de l'épaisseur de substrat sur la propagation des ondes. Deux épaisseurs de substrat AM1 (1 et 2 mm) sont simulées dans l'optique de comparer le chargement à l'interface. Il s'agit ainsi de rendre compte des phénomènes observés sur les courbes LASAT des deux échantillons d'épaisseur différentes présentés dans le paragraphe III.2.3 (cf. Figure III.25). On calcule tout d'abord les valeurs de S_{22} maximales à l'interface pour deux épaisseurs d'AM1 différentes (1 et 2 mm) sur la Figure III.44.

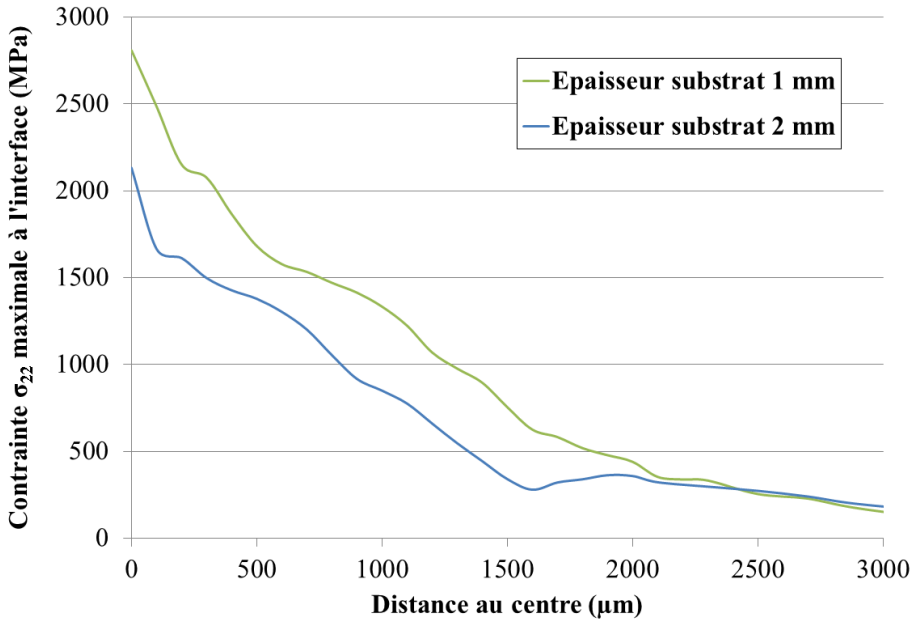


Figure III.44 : Maxima des contraintes relevés le long de l'interface pour un choc effectué en face avant à 3,78 GW/cm^2 (3,01 GPa) pour deux épaisseurs de substrat AM1 de 1 et 2 mm

La Figure III.44 montre que le chargement maximal à l'interface est plus faible lorsque l'épaisseur de substrat est augmentée. La simulation met donc bien en évidence l'influence de la distance parcourue par l'onde principale et donc son atténuation sur le chargement interfacial responsable de la fissuration. La

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

fissuration obtenue suite à un tir en face avant, mise en évidence au paragraphe III.2.3 pour différentes épaisseurs de substrat dépend donc de l'épaisseur totale de substrat traversé par l'onde principale qui se réfléchit sur la surface libre en onde de traction. Il est intéressant de noter que la contrainte interfaciale subie pour des rayons supérieurs à 2 mm (pour un rayon de choc de 1,5 mm) est indépendante de l'épaisseur totale de substrat. La contraintes maximale est induite par les effets de propagation bidimensionnels de l'onde principale et ne dépendent pas du retour de l'onde principale après sa réflexion sur la surface libre. Dans le cas où la résistance interfaciale du système serait suffisamment faible, il deviendrait envisageable de réaliser des fissures de diamètre supérieur au diamètre de choc initial grâce à ces ondes secondaires.

On propose maintenant une méthode qui permet de déterminer à partir d'un courbe LASAT-2D réalisée en face avant la résistance interfaciale d'un échantillon revêtu. On utilise l'abaque réalisé dans le paragraphe précédent (cf. Figure III.43). On prendra comme exemple l'échantillon présenté sur la Figure III.25 d'épaisseur 1 mm d'AM1.

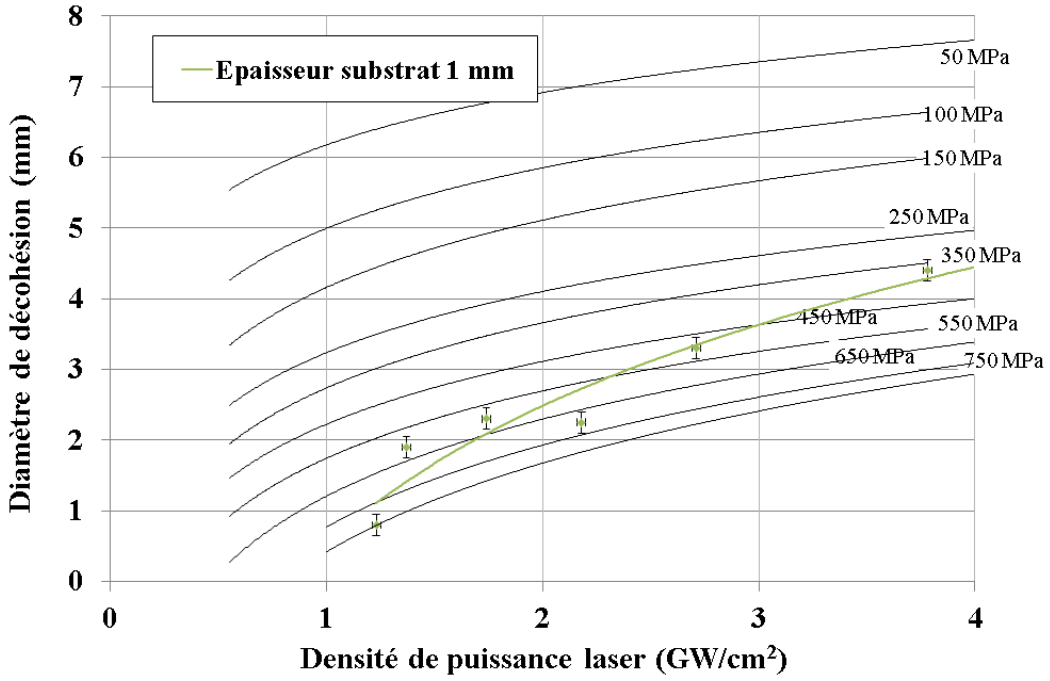


Figure III.45 : Comparaison de la courbe LASAT-2D expérimentale et des abaques simulés numériquement

La confrontation entre la courbe LASAT-2D expérimentale et les abaques simulés est présentée sur la Figure III.45. L'allure de la courbe expérimentale ne correspond pas à celle des abaques. Les abaques tendraient à surévaluer le diamètre de fissure aux faibles densités de puissance laser et à les sous-évaluer aux densités plus fortes. On retrouve toutefois des résultats très proches de ceux obtenus suite à des tirs en face arrière sur système BT (cf. Figure I.33 [CUQ10]). J.-P. Cuq-Lelandais évalue une résistance interfaciale comprise entre 0,4 et 0,7 kbar avec le code RADIOSS. L'incertitude sur nos mesures expérimentales correspond à une variation sur la résistance interfaciale qui peut atteindre +/- 50 MPa dans la gamme de valeurs étudiée. On détermine ainsi une valeur d'adhérence moyenne pour l'échantillon de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

550 +/- 150 MPa. L'intervalle de confiance sur la mesure de la résistance interfaciale suite à un choc en face avant est donc sensiblement équivalent à ce qui a pu être démontré sur le même système suite à un choc en face arrière. L'exploitation d'un essai LASAT-2D en face avant est donc aussi pertinente que celle d'un essai en face arrière. Le modèle numérique pourrait toutefois être amélioré afin de restituer de manière plus précise les données expérimentales. On pense en particulier à caractériser le chargement mécanique initial avec le milieu de confinement adhésif transparent. L'implémentation d'un critère de rupture dans le code de calcul est également envisageable. La porosité de la zircone peut être prise en compte. De plus, le modèle considère un contact permanent entre le milieu de choc (adhésif aluminium) et la céramique. On pourrait insérer un deuxième critère de rupture au niveau de l'interface ou représenter l'épaisseur de colle qui s'y rapporte. Toutefois, on peut penser que la caractérisation expérimentale du système sous choc (substrat et céramique) avec des mesures de contrainte ou de vitesse de surface libre permettrait de valider les modèles matériaux utilisés.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Conclusion

La faisabilité d'un essai LASAT en face avant (choc appliqué sur le revêtement céramique) a été démontrée dans ce chapitre. L'apparition d'une tache blanche observable au niveau de la céramique suite à un tir LASAT correspond à la présence d'une fissure interfaciale au sein du système. Les mesures de longueur de fissure effectuées par coupes métallographiques sont en accord avec les mesures non destructives de diamètre de tache blanche. On introduit alors en face avant la courbe LASAT-2D caractéristique du système qui relie le diamètre de fissure à la densité de puissance laser.

L'application de l'essai côté céramique nécessite la présence d'un milieu de choc sensiblement différent à celui qui est très largement utilisé en configuration face arrière. Il est composé d'un adhésif opaque ainsi que d'un milieu de confinement adhésif transparent. La reproductibilité de l'essai d'adhérence dans cette configuration a été validée. La calibration de l'onde de choc créée dans ces conditions n'a malheureusement pas pu être effectuée.

La nature du milieu d'ablation appliqué en surface de la zircone yttriée n'induit pas de modifications sensibles sur la fissuration du système dans le cas de deux revêtements distincts (aluminium et polymère vinylique) de plus faible impédance de choc que la cible. La présence de ce milieu est toutefois à prendre en considération du fait du phénomène de désadaptation d'impédance associé. La comparaison entre les fissures obtenues pour une même densité de puissance laser avec différents milieux de confinement (adhésifs transparents, eau) permet toutefois d'avancer le fait que le chargement mécanique induit est proche de celui connu et calibré avec de l'eau comme milieu de confinement. Des mesures de vitesse de surface libre permettraient une quantification précise de la contrainte induite avec le milieu de choc utilisé dans l'étude.

L'essai LASAT étant appliqué en face avant, l'origine de la fissuration a été étudiée. Les essais expérimentaux fissurants menés sur plusieurs épaisseurs de substrat démontrent que la réflexion de l'onde principale en face arrière contribue à la création de la fissure. Certaines observations expérimentales laissent toutefois penser que la fissuration pourrait également se produire à la suite du premier passage de l'onde principale. La simulation numérique montre que la fissuration peut en effet se produire et à l'aller et au retour de l'onde. On peut faire l'hypothèse (non vérifiée) qu'une première fissure interfaciale de faible dimension est susceptible d'apparaitre dès les premiers instants suivant le 1er passage de l'onde principale en compression qui génère de la traction à l'interface. Cette même fissure est ensuite agrandie lors du retour de l'onde principale en traction (d'intensité plus élevée que la traction précédente) après réflexion sur la surface libre. On assisterait donc dans certains cas à une fissuration par étapes. L'application d'un milieu ablateur de faible impédance de choc contribue également à augmenter l'amplitude du chargement mécanique. Il est ainsi envisageable d'effectuer dans certains cas un essai d'adhérence sur des substrats de fortes épaisseurs.

La quantification de la résistance interfaciale ou mesure de l'adhérence du système est réalisable à l'aide des abaques calculés numériquement. La détermination d'une valeur d'adhérence est satisfaisante en première approche : l'intervalle de confiance sur la mesure n'est pas différent de ce qui a pu être déterminé par ailleurs suite à un choc en face arrière. La simulation numérique nécessite toutefois une meilleure caractérisation du chargement initial afin d'améliorer la restitution des essais expérimentaux. Une étude du comportement de la zircone EB-PVD sous sollicitation dynamique pourrait permettre

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

d’affiner le modèle. La structure tri-dimensionnelle du substrat AM1 pourrait également être implémentée dans un modèle 3D pour valider les hypothèses de propagation au sein du superalliage monocristallin.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CHAPITRE IV Etude de l'innocuité d'un choc laser en face avant en vue d'un essai LASAT non destructif

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Sommaire

CHAPITRE IV Etude de l'innocuité d'un choc laser en face avant en vue d'un essai LASAT non destructif 157

Introduction 160

IV.1 Etude de l'innocuité d'une zone non fissurée par LASAT 162

IV.1.1 Détection d'une fissure de diamètre <1mm..... 162

IV.1.1.1 Observation visuelle 163

IV.1.1.2 Imagerie par scanner optique 163

IV.1.1.3 Imagerie infrarouge 166

IV.1.1.4 Photoluminescence des ions Cr3+ 168

a) Cartographies de A et τ sur l'échantillon brut de fabrication..... 169

b) Cartographies de A et τ sur l'échantillon après 100 cycles 1H/1100°C/Air..... 170

IV.1.1.5 Conclusion 171

IV.1.2 Choix de conditions laser pour un essai sous seuil 172

IV.1.3 Vérification par auto-contrôle LASAT de l'innocuité d'un choc laser sous seuil..... 173

IV.1.3.1 Cas d'un choc laser à 0,15 GW/cm2 sous seuil..... 174

IV.1.3.2 Cas d'un choc laser avec abattement de 0,1 GW/cm2 sous seuil 175

IV.1.4 Vérification de l'innocuité par cyclage thermique..... 176

IV.1.4.1 Innocuité par cyclage thermique de zones choquées sous seuil (état brut) 176

a) Analyse par imagerie au scanner..... 177

b) Analyse par piezospectroscopie de photoluminescence 179

c) Zones choquées sous seuil en périphérie de tache blanche..... 181

IV.1.4.2 Innocuité par cyclage thermique de zones choquées sous seuil (état vieilli) 183

IV.1.4.3 Conclusion 184

IV.2 Etude de la nocivité d'une zone fissurée par LASAT 184

IV.2.1 Caractéristiques de zones fissurées à l'état initial..... 185

IV.2.2 Caractéristiques de zones fissurées en cours de cyclage à 1100°C..... 188

IV.2.2.1 Mesure de la hauteur de bombés en fonction du nombre de cycle 189

IV.2.2.2 Mesure du diamètre de fissure en fonction du nombre de cycle 189

IV.2.2.3 Discussion 190

IV.2.3 Caractéristiques de l'interface et du dépôt dans une zone pré-fissurée et après 500 cycles à 1100°C 191

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.2.3.1 Morphologie 191
IV.2.3.2 Influence sur la durée de vie en cyclage thermique 193
IV.2.3.3 Conclusion 195
Conclusion 197

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction

Notre mesure d'adhérence d'une barrière thermique par choc laser se fonde sur la mesure de la taille de la fissure interfaciale créée pour une onde de choc et sur la compréhension des pressions de choc conduisant à l'endommagement fragile de l'interface. Cette thèse se consacre au cas original du tir laser pratiqué du côté du dépôt de céramique (face avant). Pour l'application barrière thermique par EB-PVD, on emploie les courbes LASAT-2D et les abaques numériques associés pour quantifier cette adhérence à partir de l'observation des taches blanches créées. Avec cette méthode LASAT, il existe également une gamme d'énergie laser qui permet de pratiquer un choc au-dessous du seuil de décohésion. Ce seuil, propre à chaque dépôt, est d'ailleurs souvent utilisé pour déterminer un seuil d'adhérence par choc laser sur des couches minces ou des dépôts épais métalliques ou céramiques [BAR04, GUI10]. Cette approche nécessite une série de choc en face arrière et un enregistrement de vitesse matérielle en face avant pendant le choc. Elle constitue le cas le plus répandu de l'application de la méthode LASAT dans la littérature. C'est une méthode destructive qui nécessite des tirs laser en dessous et au-dessus du seuil de décohésion pour encadrer celui-ci. Dans le cas d'un essai sur un dépôt céramique aux propriétés optiques satisfaisantes, l'apparition et la mesure d'une tache blanche permet d'envisager un essai d'adhérence avec un seul tir laser au-dessus du seuil de décohésion que ce soit en face arrière ou en face avant. En effet, selon les hypothèses de l'essai LASAT-2D (cf. paragraphe I.2.2.4), la taille d'une seule fissure peut être reliée directement à l'adhérence. De même, s'il n'y a pas de fissure pour l'énergie laser sélectionnée, c'est que l'on se situe au-dessous du seuil de décohésion. Alors, on peut espérer que le choc laser a été sans aucun effet sur les caractéristiques intrinsèques du système revêtu ou, à tout le moins, qu'il n'affecte pas les propriétés effectives attendues du système revêtu. Dès lors, on peut introduire une notion originale d'un essai d'adhérence non destructif qui reposerait sur la mise-en-œuvre d'un choc en dessous d'un seuil d'acceptation pour lequel les revêtements suffisamment adhérents seraient inchangés tandis que les revêtements faiblement adhérents seraient endommagés. Pour ces derniers, l'essai serait destructif et la pièce correspondant serait rebutée. En revanche, la pièce restée intacte après un essai LASAT-2D mono-tir pourrait continuer son cycle de vie. Cette méthodologie se prête bien à un contrôle industriel sur pièce avec un essai LASAT en face avant (ou face arrière si la géométrie s'y prête) à la sortie de production. Il faut cependant garantir qu'une pièce choquée mais non endommagée par LASAT conserve ses propriétés fonctionnelles. En d'autres termes, il faut s'assurer de l'innocuité d'un choc LASAT pratiqué sous le seuil d'adhérence. A terme, il s'agit aussi de définir la marge à appliquer sur le choix des conditions de choc laser pour garantir une sensibilité et une robustesse de l'essai LASAT non destructif sur barrière thermique EB-PVD. On souhaite également déterminer si cette procédure d'essai mono-tir pourrait être appliquée sur un état vieilli.

Dans ce chapitre, l'innocuité d'un choc LASAT pratiqué en face avant est étudiée en détail à travers la réponse du système revêtu soumis au cyclage thermique à 1100°C. Il est attendu qu'un système revêtu sain, c'est-à-dire brut de production et non choqué comparé à un même système revêtu choqué en dessous du seuil de décohésion se comportent de manière identique en cyclage thermique. Le cyclage thermique est la méthode utilisée actuellement par tous les industriels du secteur aéronautique pour estimer une durée de vie (nombre de cycles) des systèmes revêtus de barrière thermique. Pour générer un choc non destructif, cela suppose que l'essai LASAT soit appliqué avec des paramètres d'énergie laser pour lesquels un revêtement présentant le niveau d'adhérence acceptable ne soit pas fissuré. Cette approche repose donc

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

de manière cruciale sur la robustesse de la méthode de la tache blanche dans le cas de fissures générées dans le domaine des énergies laser proches du seuil de décohésion. Cependant, avec les effets d'atténuation de l'onde de choc, la zone de décohésion potentielle dans ce domaine correspond nécessairement à des petits diamètres de fissures, de l'ordre de 1 mm mais potentiellement moins. Il s'agit donc d'étudier plus avant les limites de détection d'une fissure par la méthode de la tache blanche en la confrontant à des autres méthodes, non destructives si possible. Cet aspect d'un contrôle de fissure destructif ou non destructif pose un problème de fond sur ce qu'est la limite de détection d'une fissure de très petite taille, quelle que soit sa cause, par n'importe quelle méthode disponible. De surcroît, du point de vue de la pratique d'un essai LASAT, cette notion d'un choc laser non destructif pose aussi le problème de la taille de fissure minimum physiquement atteignable avec un laser nanoseconde sur une barrière thermique. Dans ce chapitre, on s'attache donc à éclairer ces aspects dans le but de vérifier et d'asseoir le concept d'un essai LASAT non destructif qualifié par un essai de cyclage thermique. Deux cas peuvent alors se produire selon que l'on conduit l'expérience de cyclage thermique sur un échantillon resté indemne (ou supposé comme tel) après choc laser ou effectivement pré-fissuré (cas de chocs au-dessus du seuil de décohésion). Le premier cas permettra bien de vérifier que l'essai LASAT peut être non destructif, le second cas mène plutôt à étudier la durée de vie en cyclage thermique de barrière thermique pré-fissurée. Grâce à cette approche, on peut donc même envisager d'aborder l'étude de la nocivité de fissures interfaciales pré-existantes. Ce peut être à travers la mise en évidence d'un abattement de la durée de vie ou de la modification de la taille de la zone pré-endommagée au cours du cyclage thermique. Cette étude de la nocivité d'un défaut interfacial pré-calibré sur la durée de vie barrière thermique améliorera la connaissance du comportement à chaud des barrières thermiques EB-PVD. De plus, comme l'on traite plutôt des défauts de petites tailles, cela peut conjointement renseigner expérimentalement sur la notion de taille critique de défaut admissible. Dans l'optique d'un essai industriel sur pièce, il est peut être judicieux d'anticiper un degré d'acceptabilité d'une pièce qui présenterait une tache blanche plus ou moins franche visuellement. Cela pourrait concerner aussi des pièces avec des défauts de fabrication s'apparentant visuellement avec des taches blanches obtenues par LASAT. La présence d'une fissure interfaciale est-elle rédhibitoire quant à l'adhérence de la céramique avoisinante ? Existe-t-il un diamètre critique au-delà duquel la fissure se propagera irréversiblement ? Voila deux questions qui peuvent alors se poser à l'aûne de ces travaux.

On distingue donc deux grandes parties dans ce chapitre. La première partie traite de l'analyse de zones choquées en face avant de barrière thermiques sous le seuil d'adhérence pour vérifier qu'il est possible de produire des conditions de chocs qui préservent l'intégrité de l'interface. L'accent est mis sur les méthodes non destructives de détection de fissures. En seconde partie, l'étude de l'innocuité de l'essai LASAT est menée par la conduite d'essais de cyclage thermique sur des échantillons choqués en dessous du seuil de décohésion. On s'intéressera également à des chocs non fissurants réalisés sur un système vieilli qui nous permettraient d'envisager l'application de l'essai sur des pièces de retour de service. La fin de cette partie est consacrée aux chocs au-dessus du seuil (avec tache blanche) qui permettent d'approcher un degré de nocivité du défaut en fonction de sa taille initiale et plus généralement d'examiner l'évolution du dépôt et de son interface à l'aplomb d'une tache blanche en cours de cyclage thermique.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.1 Etude de l'innocuité d'une zone non fissurée par LASAT

Pour étudier l'innocuité d'un choc laser pratiqué du côté de la céramique par l'intermédiaire d'un ruban adhésif épais et opaque, on sélectionne désormais des densités de puissance laser inférieures à celles relatives au seuil de décohésion par LASAT (seuil d'apparition d'une tache blanche). Avant de pouvoir étudier en particulier des tirs réalisés dans une gamme d'énergie en dessous ce seuil et leur éventuel caractère non destructif, on doit s'assurer par différentes méthodes à notre disposition de la réelle l'absence d'une fissure dans des zones choquées mais sans tache blanche. Cette démarche est réalisée dans l'optique d'application de l'essai LASAT mono-tir en mode non destructif à l'échelle industrielle sur des systèmes brut de fabrication.

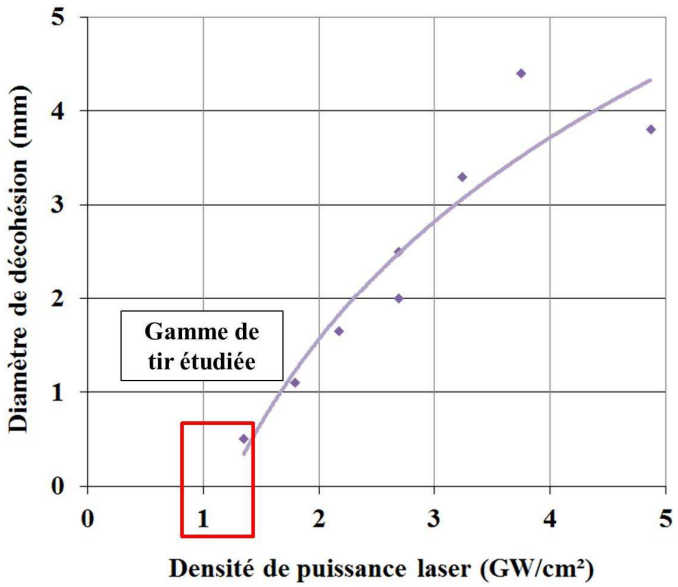


Figure IV.1 : Domaine et conditions de tir pour un essai LASAT mono-tir sous seuil d'adhérence

IV.1.1 Détection d'une fissure de diamètre <1mm

Plusieurs méthodes de détection et mesure de fissure ont été évaluées dans les parties III.1.1 et III.1.2. Il s'agissait alors d'étudier quelle méthode de mesure si possible non destructive combinait à la fois meilleure facilité de mise-en-œuvre, fiabilité et reproductibilité de la mesure du diamètre de fissure. Dans ce paragraphe il ne s'agit plus d'établir des courbes LASAT-2D et donc de mesurer de manière précise différentes dimensions de fissure, usuellement allant de 1 à 5 mm de diamètre, mais de statuer sans ambiguïté sur la présence ou non d'un défaut à l'interface pour une gamme de diamètre inférieure à 1 mm typiquement. Chaque méthode envisagée est donc évaluée afin d'établir une procédure de contrôle qui permette de détecter assurément la présence ou non d'une fissure. La procédure de réalisation de chocs de faibles diamètres de fissure et sous-seuil est décrite ci-dessous. A partir d'une tache blanche établie sur l'échantillon à tester on réalise plusieurs chocs à densité de puissance laser décroissante (avec un intervalle d'énergie minimal de l'ordre de 0,05 J) jusqu'à extinction de la tache blanche. On rappelle que le seuil de décohésion est défini comme la plus petite densité de puissance sélectionnée qui conduit à

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

l'obtention d'une fissure. On étudiera un échantillon témoin à l'aide des trois méthodes (scanner optique, caméra infrarouge et photoluminescence des ions Cr^{3+}). Certains échantillons supplémentaires sont également présentés afin de montrer certaines particularités des techniques.

IV.1.1.1 Observation visuelle

La méthode la plus simple et rapide permettant une détection de fissure suite à un choc LASAT en face avant reste l'observation visuelle à l'œil nu. Une simple inspection visuelle post-choc de l'échantillon pourrait donc suffire à contrôler l'état de l'interface. Cette méthode a été appliquée systématiquement sur l'ensemble des échantillons et pièces choquées durant cette thèse. On a ainsi pu vérifier que tous les chocs effectués au-dessus du seuil (toutes énergies confondues) donnent un résultat identique par observation à l'œil nu et les autres méthodes d'analyse, dans les limites de détection et d'incertitude de mesure de chaque méthode.

Quand la taille des décohésions éventuelles est faible et qu'une variation très peu prononcée du degré de blanc de la zircone existe, il faut toute l'expérience de l'opérateur avec une vision exercée pour statuer sur la présence d'une fissure. L'ouverture de la fissure est d'autant plus grande que le diamètre de fissure est élevé. La présence d'une lame d'air modifie la réflectance de la zircone et permet l'observation du phénomène de tache blanche aux longueurs d'onde du visible (cf. paragraphe I.3). A partir des observations menées en coupe métallographique dans le chapitre précédent (Figure III.5), on peut supposer que pour les décohésions de diamètre inférieur à 1 mm, l'ouverture de fissure sera de l'ordre du micromètre et moins. Les phénomènes de réflexion sur une lame d'air de si faible épaisseur pourraient ne plus se produire ce qui pourrait expliquer la difficulté de détection de ces fissures. On fait face ici à la problématique de détection de fissures de très faibles dimensions pour lesquelles la détection est aux limites de résolution de nombreuses méthodes. Une technique possible pour aider à révéler une tache blanche suspectée a été utilisée sur quelques cas particuliers où l'observation en lumière naturelle se révélait infructueuse ou douteuse. Il s'agit de tamponner la surface de la zone choquée avec un peu de gaze de coton hydrophile légèrement imbibée d'acétone. L'imprégnation de la zircone par l'acétone à l'endroit du choc et le remplissage de la fissure par le liquide organique très volatile change de manière temporaire les propriétés optiques de la zone fissurée. Cela augmente la réflexion lumineuse pendant les quelques secondes nécessaires à l'évaporation de l'acétone accumulée en plus grande quantité dans la zone fissurée supposée. On révèle ainsi très souvent des fissures de faibles diamètres ou difficilement observables. On parlera de « méthode de détection par évaporation de l'acétone ». Il s'agit toutefois d'une méthode qualitative qui permet uniquement de mieux révéler une fissure et non de la mesurer. La trace fugace rend difficile une mesure mais dans le cas d'un essai LASAT non destructif, seule la détection est en jeu.

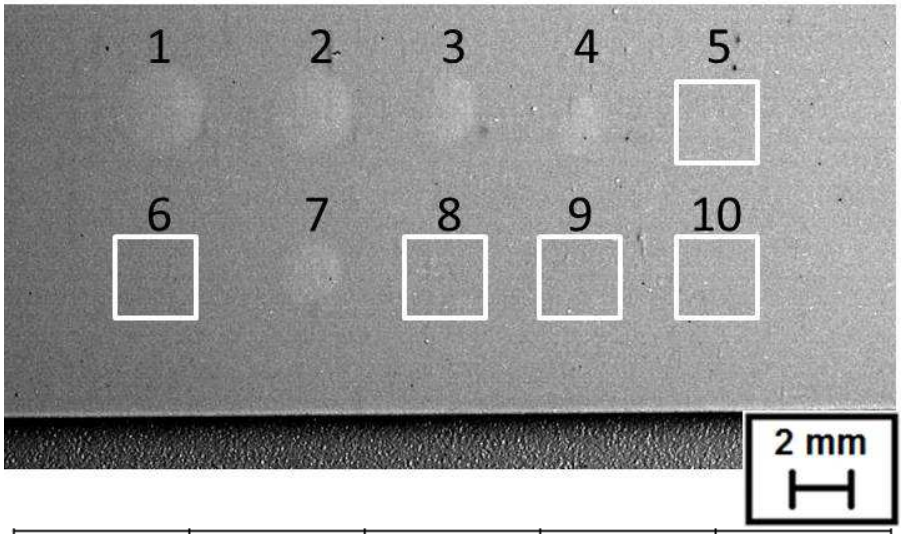
IV.1.1.2 Imagerie par scanner optique

Afin de disposer d'une procédure unique, utilisable par le plus grand nombre et de s'affranchir d'éventuelles sources d'erreur de nature humaine, l'échantillon choqué est plutôt numérisé en niveaux de gris et la luminosité et le contraste de l'image numérique sont ajustés manuellement pour renforcer le

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

rendu à l'image d'une tache blanche ou zones choquées avec une éventuelle tache blanche. On obtient ainsi un observable plus aisément analysable, avec une résolution spatiale et numérique (600 dpi) qui permet d'effectuer des grandissements sur les zones qui présenteraient une incertitude.

Une première observation d'un échantillon témoin est effectuée avec cette technique. Cet échantillon sera également expertisé par la suite à l'aide des méthodes développées dans cette étude. Les paramètres de chocs sont présentés sur la Figure IV.2.



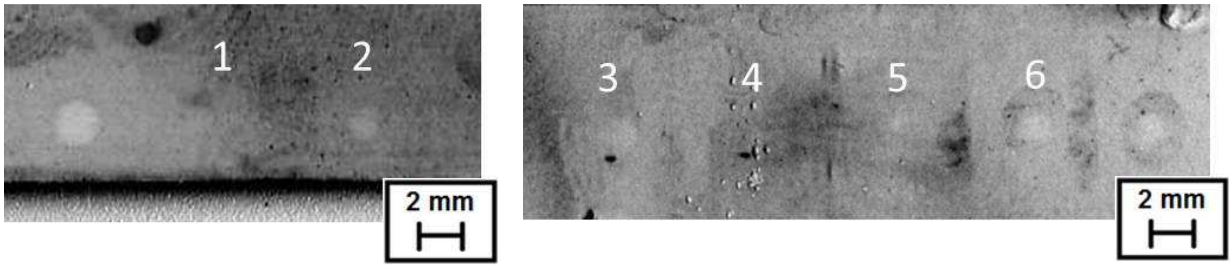
Choc 1	Choc 2	Choc 3	Choc 4	Choc 5
1,4 GW/cm²	1,1 GW/cm²	0,95 GW/cm²	0,81 GW/cm²	0,65 GW/cm²
Choc 6	Choc 7	Choc 8	Choc 9	Choc 10
0,54 GW/cm²	0,83 GW/cm²	0,69 GW/cm²	0,69 GW/cm²	0,55 GW/cm²

Figure IV.2 : Image optique numérisée de l'échantillon témoin et paramètres laser utilisés correspondants en choc face avant (épaisseur AM1 0,7 mm)

L'échantillon témoin a subi 10 tirs à différentes énergies dans le but d'encadrer son seuil d'adhérence (Figure IV.2). Les chocs numérotés de 1 à 4 ainsi que le choc 7 conduisent à l'observation sans ambiguïté d'une tache blanche. Les cinq autres tirs semblent n'avoir créé aucune tache blanche. On détermine alors par cette technique un seuil d'adhérence de 0,81 GW/cm^2 pour cet échantillon. Notons cependant que les chocs 3 et 4 présentent la particularité de taches blanches de forme allongée (facteur de forme de 0,7). Il est envisageable que la répartition spatiale du faisceau laser puisse être en question. En supposant une surintensité du faisceau dans l'axe vertical, il suffirait d'effectuer un même tir que le choc 4 sur l'échantillon placé à 90°, et vérifier alors si la tache blanche obtenue possède également un facteur de forme comparable dans la direction perpendiculaire au choc 4. Malheureusement, la surface de l'échantillon disponible après choc ne nous a pas permis d'effectuer cet essai de contrôle de l'hétérogénéité de la distribution du faisceau. Il est également envisageable que l'on mette en évidence une éventuelle hétérogénéité locale de l'adhérence de la zircone qui serait révélée d'autant plus que le choc est pratiqué à proximité du seuil (chocs de 0,1 à 0,2 GW/cm^2 au-dessus du seuil de décohésion).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Deux autres plaques brutes de fabrication choquées en face avant à proximité du seuil d'adhérence (1 GW/cm^2) ont également été analysées par cette méthode (Figure IV.3) afin de vérifier si la détection de taches blanches de faibles dimensions par scanner optique peut être envisagée pour n'importe quel échantillon, quel que soit l'aspect de son revêtement.



(a) Plaque avec un bon rendu optique **(b) Plaque avec des zones difficilement interprétables**

Figure IV.3 : Images optiques numérisées avec accentuation des contrastes

L'observation des taches blanches avec accentuation du contraste et de la luminosité est ainsi facilitée sur la Figure IV.3.a. La présence de décohésions de diamètre 1,0 mm est en particulier bien visible au niveau du choc 2 (1,23 GW/cm^2 / 0,45 J). Le choc numéro 1 (1,07 GW/cm^2 / 0,39 J) ne présente aucune tache blanche : on se trouve ici dans le cas d'un tir sans tache que l'on considère sous le seuil de décohésion évalué donc pour cet échantillon à 1,23 GW/cm^2. On remarque que l'amplification des contraste et luminosité révèle de manière plus marquée des traces sombres que l'on associe à des impuretés de surface ou autres défauts de fabrication qui n'étaient pas forcément mis en évidence à l'œil nu à la lumière naturelle. On observe ainsi sur la Figure IV.3.b la présence de zones sombres qui sont susceptibles de masquer une tache blanche (choc 4). Le choc numéro 3 semble avoir entrainé une tache blanche, tout comme les chocs 5 et 6. De surcroît, la présence de zones sombres de forme circulaire dues à l'application et l'enlèvement de l'adhésif ablateur (résidus de colle) qui peuvent englober la tache blanche de faible diamètre présumée altère la netteté de la tache blanche. La zone du choc 5 est représentative de l'incertitude qui peut subsister dans un tel cas après acquisition d'une image contrastée. On observe bien une tache blanche de diamètre inférieur à 1 mm qui est jouxtée par une zone très noire à sa droite qui modifie les contrastes de la tache blanche. Le choc 4 est lui aussi situé au niveau d'une zone sombre issue de la persistance de résidus organiques suite à l'application de l'adhésif d'ablation, mais pour laquelle la zircone présente localement une structure hétérogène avec une germination dite en « épi de maïs » qui se traduit par une aspérité importante en surface visible à l'œil nu. Il devient alors impossible de statuer sur la présence d'une tache blanche, la dimension des aspérités de surface étant du même ordre de grandeur que l'éventuelle tache blanche.

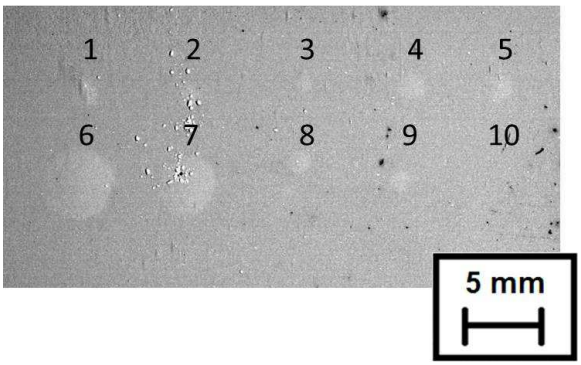
On montre ici par ces deux exemples, quelques limites de l'observation optique de taches de dimensions inférieures à 1 mm avec acquisition directe par un scanner à plat, même si dans certains cas favorables l'observation de taches blanches d'environ 500 µm de diamètre reste possible. Contrairement au chapitre précédent où l'établissement des courbes LASAT-2D pouvait être réalisé facilement avec cette méthode,

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

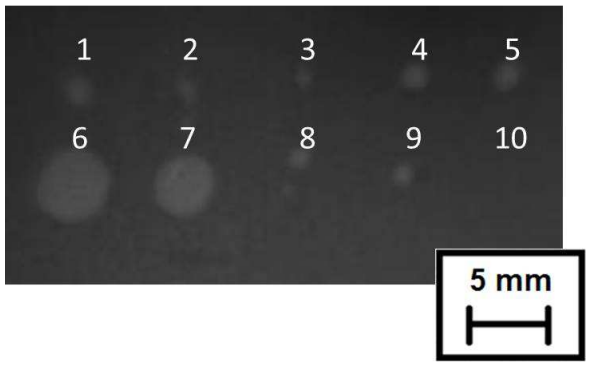
on voit que dans la gamme d'énergie du seuil de décohésion, il faut envisager d'autres méthodes qui pourraient mieux nous renseigner. Afin de s'affranchir des problématiques de détection de taches de faible diamètre, une autre possibilité aurait été de privilégier des conditions de choc mono-dimensionnelles [CUQ10], pour lesquelles la répartition spatiale du chargement mécanique à l'interface favorise l'apparition de fissures de diamètre équivalent à la taille du faisceau laser (5 mm de diamètre et plus dans notre cas). Il s'agit cependant d'une configuration qui ne se prêterait pas à la géométrie des aubes revêtues mais qui pourrait faire l'objet d'un développement et d'une étude d'optimisation sur échantillon.

IV.1.1.3 Imagerie infrarouge

La présence d'une fissure peut également se traduire par des variations de température de surface en relation avec la modification de la chaleur transmise à travers la zone fissurée lorsque le système est soumis à un flux de chaleur. Ce phénomène est observable dans l'infrarouge. On se propose d'utiliser une caméra infrarouge Cedip Titanium 520M avec un capteur InSb (3,6 - 5,1 µm) dont on constate qu'elle permet une acquisition d'image plus sensible qu'en lumière blanche (naturelle ou artificielle) de la tache blanche dans le cas de décohésions inférieures à 1 mm. On observe tout d'abord sur un même échantillon une image d'ensemble de la surface de zircone obtenue dans l'infrarouge à celle acquise dans le domaine du visible (Figure IV.4).



(a)



(b)

Choc 1	Choc 2	Choc 3	Choc 4	Choc 5
1,19 GW/cm²	0,96 GW/cm²	0,84 GW/cm²	1,07 GW/cm²	1,28 GW/cm²
1,20 mm	0,95 mm	0,70 mm	1,20 mm	1,25 mm
Choc 6	Choc 7	Choc 8	Choc 9	Choc 10
2,15 GW/cm²	1,62 GW/cm²	1,28 GW/cm²	1,09 GW/cm²	0,69 GW/cm²
3,95 mm	3,10 mm	1,25 mm	0,80 mm	0

(c)

Figure IV.4 : Images d'un échantillon de barrière thermique en vue de dessus après une série de choc laser face avant : image optique au scanner (a), image à la caméra IR (b) et données de chocs laser correspondantes (c)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'identification de fissures réalisée dans l'infrarouge moyen (Figure IV.4.b) se révèle équivalente à celle effectuée en lumière visible (Figure IV.4.a). Les formes et les dimensions caractéristiques des taches blanches détectées en infrarouge correspondent exactement à celles mesurées dans le domaine du visible. Le tracé des courbes LASAT-2D peut ainsi être réalisé à partir des observations IR. Les contrastes du signal IR rendent bien compte de la présence d'une fissure à l'interface. L'utilisation de longueurs d'ondes plus lointaines que le visible permet de s'affranchir en partie des signaux parasites qui peuvent subsister en surface de l'échantillon à cause des résidus de milieu ablateur. Il faut toutefois noter que la résolution spatiale de l'équipement utilisé ne permet pas une mesure du diamètre de fissure aussi précise que celle effectuée par une acquisition au scanner (96 ppp contre 600 ppp avec le scanner optique). Elle reste néanmoins suffisante pour détecter l'intégralité des fissures identifiées. Les fissures les plus petites que nous avons pu observer par cette méthode sont de dimensions inférieures à un millimètre de diamètre, de l'ordre de 400 à 500 µm. Il est possible que la résolution de l'instrument ne permette pas d'observer les décohésions inférieures à 400 µm.

L'utilisation d'une caméra infrarouge ayant montré ses performances, on souhaite désormais appliquer cette technique de détection à une série de défauts de petites tailles sur des zones choquées dans une gamme d'énergie laser proche du seuil de décohésion, en particulier sous le seuil de décohésion sur le même échantillon témoin observé précédemment en optique (Figure IV.2). On souhaite ainsi déterminer si le seuil de décohésion identifié en optique pourra être confirmé par ces observations complémentaires.

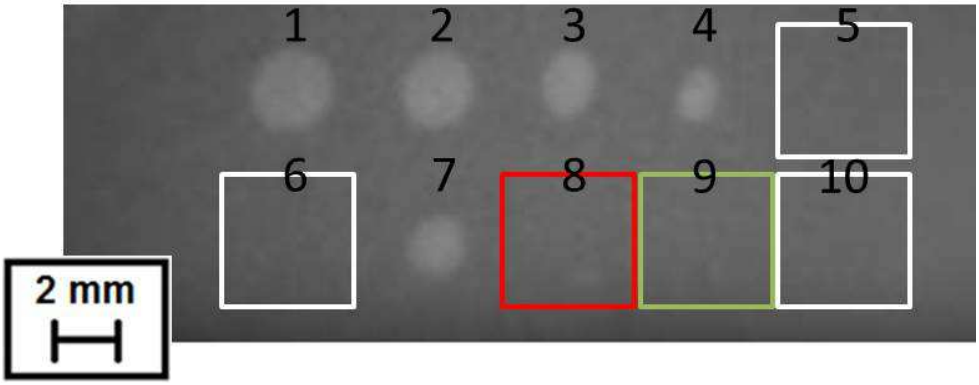


Figure IV.5 : Image IR de chocs laser réalisés sur l'échantillon témoin pour encadrer le seuil de décohésion et paramètres laser utilisés (épaisseur AM1 0,7 mm)

Une série de dix chocs en face avant a été réalisée et une image infrarouge est acquise et reproduite sur la Figure IV.5. Cinq des chocs effectués ont conduit à l'observation de fissures évidentes à l'œil et aussi sur une image scannée (cf. Figure IV.2) pour des densités de puissance laser supérieures à 0,81 GW/cm^2. Deux chocs ont été mesurés à 0,69 GW/cm^2 (zones entourées en rouge et vert sur la Figure IV.5). Le premier choc numéroté 8 se traduit par l'apparition d'une très petite zone blanche très diffuse (en bas à

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

droite du carré rouge). Selon les modes d'analyse à notre disposition, le deuxième choc numéroté 9 mesuré à 0,69 GW/cm^2 n'a pas provoqué l'apparition de fissure (aucune tache blanche). Cette valeur de densité de flux laser est donc dans une zone intermédiaire pouvant mener à une rupture partielle et très locale, peut-être en relation avec des hétérogénéités locales de tenue mécanique de l'interface. Trois zones ont été choquées en dessous de cette valeur de 0.69 GW/cm², respectivement à 0,65, 0,55 et 0,54 GW/cm^2 (zones entourées en blanc numérotées 5, 6 et sur la Figure IV.5). Aucune zone blanche n'a été observée suite à ces tirs ce qui semble bien indiquer que l'on se trouve en dessous du seuil de décohésion pour ces tirs. Sur la base de cette expérience de dix chocs, le seuil d'adhérence de cet échantillon serait donc de 0,69 GW/cm^2 ou encore compris entre 0,65 et 0,81 GW/cm² si l'on borne un seuil par les énergies laser qui mène à une rupture franche ou pas de rupture. Notons que dans le cas des zones partiellement fissurées conduisant à de très petites taches, il parait difficile d'envisager une mesure très localisée comme par un VISAR pour diagnostiquer de telles ruptures qui ne sont pas forcément concentriques avec la zone de choc.

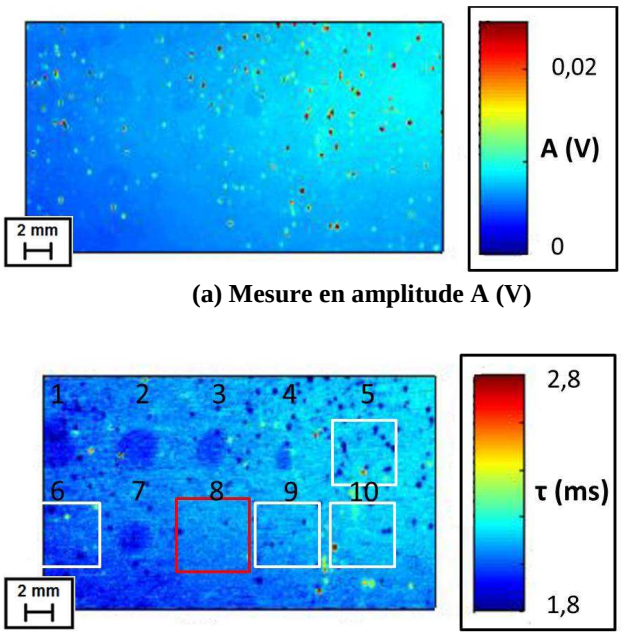
IV.1.1.4 Photoluminescence des ions Cr3+

La piezospectroscopie de photoluminescence des ions Cr^{3+} permet de mesurer localement à travers la couche céramique l'état de contrainte interne dans la couche d'alumine d'une barrière thermique EB-PVD. On utilise le spectre de photoluminescence après excitation par un laser [HEE05, NYC03]. Le signal temporel de photoluminescence peut également être analysé en amplitude et en durée de vie (temps caractéristique de la désexcitation). La cadence d'acquisition permet alors d'envisager des enregistrements de cartographies spatiales de ces deux grandeurs que l'on relie aussi à une relaxation des contraintes internes. Même si les connaissances de la physique du solide ne permettent pas actuellement de relier directement les variations d'amplitude et de durée de vie à un état de contraintes internes absolu, les travaux précédents [FAB13] menés en collaboration avec l'équipe DMSC de l'ONERA ont permis d'établir des cartographies. Les zones de décohésion sont le siège d'une variation des contraintes internes due à la séparation entre le substrat et le dépôt. Avec cette méthode, ces zones sont marquées par des modifications locales du signal temporel réémis par la couche d'alumine soit saine ou soit fracturée. La résolution spatiale des balayages réalisés est de l'ordre de 10^4 µm^2 soit une résolution latérale d'environ 100 µm qui pourrait peut-être compléter les observations réalisées à la lumière blanche (voire celles réalisées avec une caméra spectrale aux grandes longueurs d'onde 800 – 1000 nm [FAB13]) ou en mode infrarouge, en révélant les défauts de petites tailles. On souhaite surtout détecter les éventuelles décohésions de dimensions inférieures à 500 µm. Il a déjà été montré un très bon accord sur la mesure des taches blanches supérieures à 1 mm par cette méthode [FAB13].

L'intensité et la qualité des signaux issus de l'excitation des ions Cr^{3+} en substitution dans l'alumine dépend toutefois de la présence d'une quantité suffisante d'alumine à l'interface, elle-même proportionnelle au temps d'oxydation (pendant la fabrication puis en service). On réalisera ainsi deux séries de mesure sur l'échantillon de référence, analysé préalablement par lumière blanche et en mode infrarouge (Figure IV.2). Une première sur l'état brut de fabrication et une seconde sur un état après 100 cycles d'une heure à 1100°C sous air. Les mesures d'amplitude A (V) des signaux de photoluminescence ainsi que leur durée de vie τ (ms) ont été cartographiés.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

a) Cartographies de A et τ sur l'échantillon brut de fabrication



(a) Mesure en amplitude A (V)

(b) Mesure en durée de vie τ (ms)

Figure IV.6 : Cartographies en A et τ du signal de photoluminescence sur échantillon à l'état brut de fabrication

Le signal en amplitude est de faible intensité sur cet échantillon brut (0-20 mV) et ne permet pas d'observer facilement la présence de décohésions (Figure IV.6.a). Ceci est dû à la très faible épaisseur d'alumine présente à l'état brut de fabrication (quelques centaines de nanomètres). Le traitement du signal en durée de vie permet de repérer les cinq zones fissurées bien visibles par une tache blanche ou en mode infrarouge. Ces zones conduisent à une durée de vie plus faible (1,9 ms) que les zones saines environnantes (2,2 ms sur la Figure IV.6.b) avec une amplitude plus faible également. Les deux cartographies présentent cependant une certaine hétérogénéité du signal sur l'ensemble de l'échantillon. On remarque de petites zones sous forme de picots de l'ordre de la centaine de micromètres qui correspondent à des signaux de forte amplitude (environ 20 mV) et des durées de vie très faibles élevées (1.8 ms) relativement aux gammes mesurées. Le comportement en piezospectroscopie de photoluminescence des picots est donc différent de celui des zones délaminées. Il semble donc que ce signal ne corresponde pas à la présence de fissures, mais pourrait être attribué à une pollution. Le choc numéro 5 est rendu difficilement interprétable du fait de la présence de ces zones à très forte amplitude et très faible durée de vie. Les zones localisées au bas de la Figure IV.6 sont relativement épargné par ce phénomène qu'il reste à interpréter. Ceci nous permet de statuer sur la présence de quatre zones choquées sur cet échantillon (chocs 6, 8, 9 et 10) qui conduisent à des zones saines sans contraste notable de durée de vie ou d'amplitude. Ceci signifie que la zone 8 dont l'imagerie IR (Figure IV.5) montrait une petite zone fissurée non concentrique de l'ordre de 400-500 µm n'entraine pas la détection d'une décohésion sur les cartographies en en A ou τ. Il est possible que la résolution spatiale associée à la taille du faisceau

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

collecté par la tête optique multifibres soit trop faible par rapport à la zone considérée. Par ailleurs, le phénomène de photoluminescence est proportionnel aux nombres d'ions Cr^{3+} présents dans la couche d'alumine et les contrastes dépendent également de l'état de contraintes du réseau cristallin d'une zone à l'autre. Ce nombre d'ions Cr^{3+} est proportionnel au temps de diffusion à haute température de ces ions dans la couche d'alumine. Cette diffusion s'accompagne d'une croissance de la couche d'alumine et de l'introduction de contraintes internes dans la couche d'alumine (et dans tout le système barrière thermique). Donc, un échantillon brut de fabrication est sans doute peu sensible à la méthode dû à la faible proportion d'ion Cr^{3+} et un état de contrainte peut-être trop peu prononcé à l'état brut de fabrication.

b) Cartographies de A et τ sur l'échantillon après 100 cycles 1H/1100°C/Air

L'échantillon témoin est alors porté à 1100°C pendant 100 cycles d'une heure afin d'examiner la réponse en photoluminescence et de statuer sur l'éventuel apparition et évolution en taille des fissures créées détectées ou non par les méthodes employées.

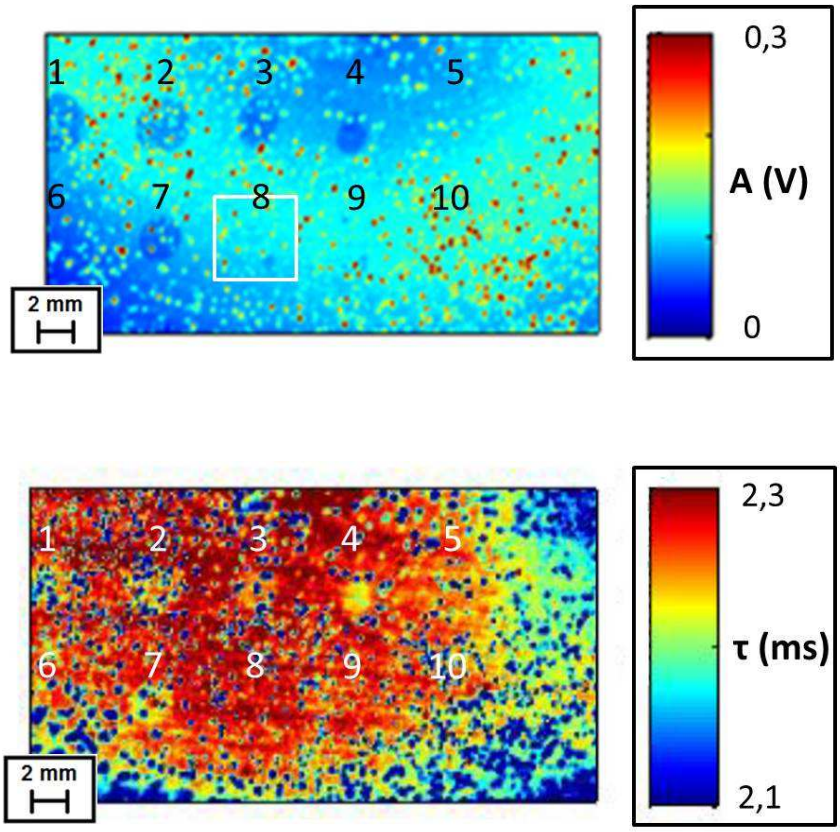


Figure IV.7 : Cartographies en A et τ du signal de photoluminescence sur l'échantillon témoin après 100 cycles à 1100°C sous air (chocs réalisés avant le cyclage thermique)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Le vieillissement de l'échantillon par le cyclage thermique conduit à une forte amplitude du signal de fluorescence jusqu'à 0,3 V soit 12 fois supérieure à celle enregistrée à l'état brut de fabrication (Figure IV.7). On constate également que des picots relatifs à des zones circulaires de 300 à 500 µm environ (contre moins de 300 µm avant cyclage) correspondent à nouveau à des zones d'amplitude maximale en plus grand nombre et réparties sur une plus grande surface de l'échantillon. Certains sont localisés dans les zones de décohésion. Il semble donc que l'origine soit indépendante de l'état de jonction de l'interface mais en relation avec une espèce présente à cet endroit. On attribuerait plutôt ce phénomène à la diffusion d'une éventuelle « pollution » qui modifierait la photoluminescence. Des observations en coupe métallographique ont été menées sur cet échantillon sur deux zones : la première étant fortement perturbée par la présence du signal parasite, la seconde sur une zone épargnée par ce phénomène. Aucune différence n'a pu être observée entre ces deux zones. Aucune expérience antérieure ne permet d'étoffer cette discussion sur d'autres échantillons. On considère donc ces picots comme un artefact qui ne remet pas en cause la détection de zone décollée par choc par cette méthode. La cartographie réalisée en durée de vie est quant à elle complètement parasitée par cette pulvérulence et ne permet pas d'observation acceptable.

Donc, les fissures issues des chocs laser sont toujours détectables après cyclage, même si l'amplification du signal parasite peut rendre difficile certaines observations. On remarque en revanche que la détection de la fissure de 400-500 µm du choc n°8 et visible en mode IR sur la Figure IV.5 est désormais avérée en photoluminescence. Bien qu'elle n'ait pas été observée sur la Figure IV.6 dans le cas de l'état brut de fabrication, on sait ce n'est pas le cyclage thermique qui est à l'origine de cette fissure.

IV.1.1.5 Conclusion

L'augmentation de l'amplitude du signal causée par l'augmentation du nombre d'ions Cr^{3+} par cyclage favorise la détection de défauts interfaciaux pré-existants. Fort de ces analyses en photoluminescence après cyclage et en mode IR à l'état brut de fabrication, on confirme la présence d'une petite fissure et on peut à nouveau examiner l'échantillon témoin à l'état non cyclé à l'endroit du défaut de petite taille (Figure IV.8).

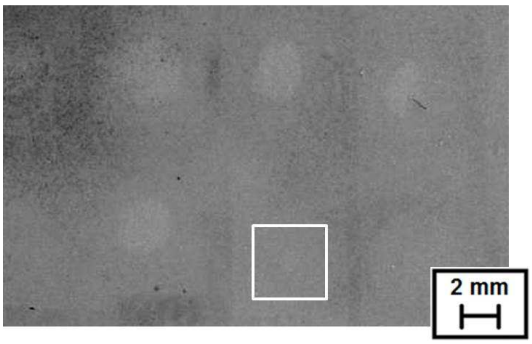


Figure IV.8 : Image optique au scanner de l'échantillon témoin à l'état brut de fabrication

Les techniques étudiées et fondées sur des principes physiques optiques et thermiques totalement différents permettent donc de détecter une fissure de l'ordre de 400 µm pratiquée par choc laser dans une

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

gamme d'énergie laser où l'on obtient une fissuration partielle non concentrique relative à une zone intermédiaire pour l'adhérence déterminée par LASAT. Cette taille de fissure reste cependant difficilement détectable et réalisable par choc laser dans les conditions de l'étude. Il semble difficile de nous assurer de l'absence de fissures d'un diamètre inférieur à 400 µm environ et a fortiori de les réaliser. On peut également penser que l'apparition d'une fissure dans cette configuration de choc (rapport D/L fixé) est effective à partir d'un diamètre minimal (ou diamètre « seuil »). On fonde de meilleurs espoirs sur la photoluminescence qui permet une identification bien plus contrastée des éventuelles fissures mais repose beaucoup sur l'état d'oxydation de la barrière thermique. L'utilisation d'une technique IR éventuellement activée en température ou pulsée permettrait peut-être une amélioration notable de la détectabilité de ces fissures inférieures à 500 µm, si possible sans interprétation par un opérateur. La lecture directe visuelle de la tache blanche parait limitée et laborieuse pour l'œil humain, il serait souhaitable d'utiliser une technique d'analyse d'image IR si la détection de ces décohésions de très faible diamètre se révélait cruciale. Pour poursuivre notre étude on cherchera des conditions de chocs laser non destructif dans un domaine d'énergie laser assez éloigné du seuil de décohésion selon l'expérience acquise. Les critères de choix et leurs limites doivent être expliqués.

IV.1.2 Choix de conditions laser pour un essai sous seuil

Une fois la densité de puissance critique dite « sous seuil » mesurée, il s'agit de déterminer comment calibrer le choc laser sous seuil qui pourra être utilisé de manière non destructive sur un échantillon sain. Précisons que la détermination du niveau d'adhérence de référence acceptable en sortie de production n'est pas l'objet de cette thèse qui se concentre sur la faisabilité et sur la vérification du concept d'un essai LASAT non destructif. Il s'agit donc ici d'expliciter une procédure de mise-en-œuvre d'un tir LASAT « sous seuil » tel qu'il pourrait être appliqué à partir d'une spécification donnée si le concept est prouvé. La dispersion d'un tir LASAT en face avant bien que faible (cf. paragraphe III.2.1.2) peut montrer des variations sur le diamètre obtenu d'un endroit à l'autre d'un échantillon (adhérence locale intrinsèque) et d'un tir à l'autre (variation de l'énergie exacte déposée pour des conditions figées). De plus, nous sommes tributaires d'un seuil de détectabilité étudié précédemment en relation avec la difficulté de définir un seuil de décohésion franc. Ce contexte opératoire doit être pris en compte et il parait raisonnable d'appliquer un coefficient de sécurité pour le choix du niveau d'énergie à appliquer pour pratiquer un tir certifié sans décohésion a priori et qui sera vérifié par son innocuité sur les propriétés.

Le seuil de décohésion étant difficile à observer et à s'en assurer de manière indiscutable, il convient de considérer un intervalle de confiance de l'ordre de 0,05 GW/cm^2 sous ce seuil précédemment identifié. Par exemple pour un seuil de décohésion de 1,0 GW/cm^2, on effectuera un choc non fissurant à 0,95 GW/cm^2.La fluctuation de l'énergie délivrée par le laser impulsionnel SAGA se traduit au sein de la plage considérée par une dispersion de la densité de puissance obtenue qui peut atteindre +/-0,04 GW/cm^2 pour un faisceau de diamètre 3 mm. Il nous faut donc plutôt considérer une surintensité du chargement mécanique par rapport à la valeur cible désirée. Pour réaliser un choc de consigne à 0,95 GW/cm^2, la densité de puissance laser effectivement délivrée sera comprise entre 0,91 et 0,99 GW/cm^2. Pour obtenir une densité de puissance maximale de 0,95 GW/cm^2, on demandera donc une consigne de 0,91 GW/cm^2. En rajoutant un intervalle de sécurité de 0,01 GW/cm^2, on souhaite effectuer un choc à 0,90 GW/cm^2. On préconise donc un choc effectué à une densité de puissance laser inférieure de 0,1 GW/cm^2 sous le seuil de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

décohésion. On introduit ainsi la notion d'abattement sous seuil de décohésion. On considèrera ensuite dans le protocole d'essai non destructif qu'un choc qui serait destructif à ce niveau d'énergie témoignerait de facto d'une adhérence de la céramique plus faible que la limite admise. Ces valeurs en GW/cm^2 sont relatives au diamètre de 3mm expérimenté dans cette thèse en vue d'un essai sur aube. Le chargement mécanique correspondant est évalué dans le paragraphe III.4.1.1 (cf. Figure III.37).

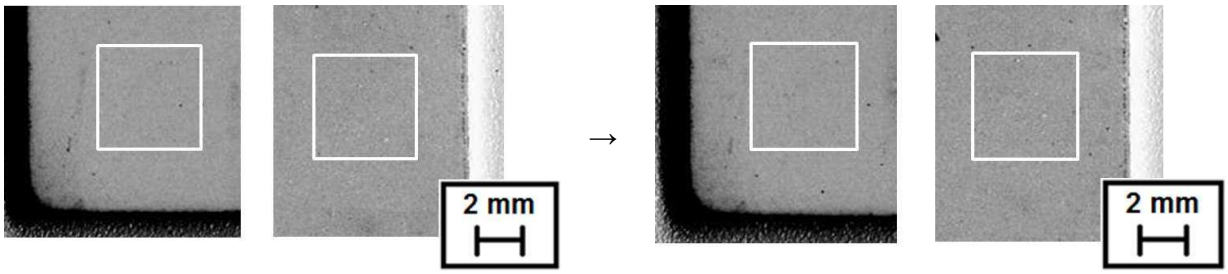
IV.1.3 Vérification par auto-contrôle LASAT de l'innocuité d'un choc laser sous seuil

On s'intéresse ici à un système revêtu choqué sous seuil et au maintien des propriétés de son interface post-choc. Plusieurs méthodes peuvent être envisagées afin de vérifier le caractère non destructif de la sollicitation mécanique par choc sur le système. Une coupe métallographique peut être effectuée afin de vérifier l'absence de fissure à l'interface (cf. Figure III.4.b). Par exemple, avec un dispositif de mesure de vitesse de surface libre par interférométrie VISAR, on peut enregistrer une éventuelle plasticité rémanente induite par le passage de l'onde de choc (détection d'un précurseur élastique dans le signal de vitesse). Encore, si l'on répète un choc sans décohésion à l'identique, alors si le premier choc est non destructif on peut supposer que le ou les suivants le seront (hors conditions de fatigue pour un grand nombre de tirs sous seuil) ce qui permet de statuer sur l'innocuité du choc. On souhaite aborder ici une démarche similaire en utilisant la tache blanche comme indicateur de l'état de l'interface après un choc sous seuil et de l'innocuité de celui-ci.

Deux expériences complémentaires sont réalisées sur un même échantillon : un « double essai sous seuil » et un « essai de contrôle ». Les caractéristiques de l'interface mesurée par LASAT en mode destructif pour l'établissement des courbes LASAT-2D seront étudiées dans le chapitre suivant (cf. paragraphe V.2.3). Cet échantillon est choqué sous seuil selon le protocole donné précédemment (cf. paragraphe IV.1.2) avec deux intervalles de confiance de 0,1 et 0,15 GW/cm^2 sous le seuil de décohésion identifié à 1,02 GW/cm^2. Dans le cadre de la première expérience que l'on nommera « double essai sous seuil », après la vérification de l'absence de décohésion par imagerie au scanner, on applique un second choc sous seuil avec les mêmes conditions laser au même endroit du précédent choc. On vérifie alors qu'aucune tache blanche n'est créée à l'issu de ce second choc. Pour la deuxième expérience sur une zone choquée préalablement sous seuil, on réalise un second choc nettement au-dessus du seuil (3 GW/cm^2) dont on connait la réponse et la sensibilité de celle-ci sur une interface brute de fabrication. On parlera dans ce cas d'un « essai de contrôle ».

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.1.3.1 Cas d'un choc laser à 0,15 GW/cm2 sous seuil

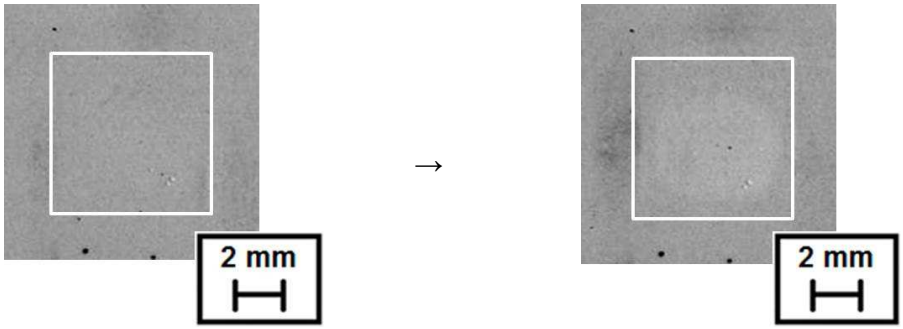


(a) Choc laser sous seuil (0,87 GW/cm²) sur échantillon brut de fabrication

(b) Choc laser sous seuil (0,87 GW/cm²) répété sur une zone précédemment choqué sous le seuil

Figure IV.9 : Images optiques au scanner des zones choquées sous seuil (-0,15 GW/cm^2)

Les chocs laser de diamètre 3 mm réalisés en face avant sur les portions d'échantillons représentés sur la Figure IV.9 sont repérés par des zones entourées en blanc. Ils sont tous effectués avec une densité de puissance laser de 0,87 GW/cm^2, ce qui correspond pour cet échantillon à un choc opéré à 0,15 GW/cm^2 sous le seuil de décohésion (1,02 GW/cm^2). Deux chocs similaires ont été réalisés sur chaque échantillon à l'état brut de fabrication de la barrière thermique (Figure IV.9.a) et ne présentent donc pas de tache blanche. Les deux mêmes chocs réalisés au même endroit précédemment choqué (Figure IV.9.b) ne présentent pas de tache blanche. Il semble donc que l'application d'un choc non fissurant n'altère pas de manière flagrante les propriétés d'adhérence du revêtement dans la limite de la sensibilité de tir LASAT. On approche ainsi une démonstration d'une innocuité du choc à travers la répétition de tirs sous seuil. Suite à cette première expérience, on effectue un tir LASAT au-dessus du seuil avec fissuration. L'essai réalisé sous seuil pourrait en effet endommager l'interface sans que l'essai LASAT n'ait pu détecter une modification, qui pourrait être dans l'incertitude de mesure. Il est possible toutefois qu'une éventuelle altération des propriétés de l'interface puisse être mise en évidence lors de phénomènes de fissuration ultérieurs. On réalise ainsi un essai sous seuil suivi d'un essai fissurant.



(a) Choc laser sous seuil (0,87 GW/cm²) sur échantillon brut de fabrication

(b) Choc laser au-dessus du seuil (2,7 GW/cm²) répété sur une zone précédemment choquée sous le seuil

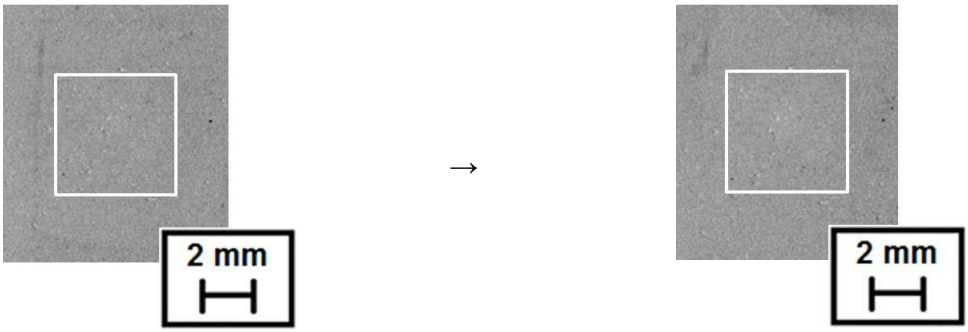
Figure IV.10 : Images optiques au scanner des zones choquées sous seuil puis au-dessus du seuil

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les chocs laser de diamètre 3 mm réalisés en face avant sur les portions d'échantillons représentés sur la Figure IV.10 sont repérés par des zones entourées en blanc. L'essai réalisé sous seuil (Figure IV.10.a) est effectué à 0,87 GW/cm^2 comme pour les chocs précédents. Le deuxième choc (Figure IV.10.b) est réalisé à une densité de puissance laser de 2,70 GW/cm^2 correspondant aux paramètres utilisés lors de l'étude de reproductibilité de la section III.2.1.2. On observe une tache blanche d'un diamètre de 3,95 mm. Le diamètre mesuré après choc au-dessus du seuil sur une zone pré-choquée sous seuil est identique. La valeur de référence est de 3,99 +/- 0,20 mm. Il n'y a donc pas de modification induites par le choc sous seuil sur la fissuration engendrée au par un tir LASAT fissurant. Ces expériences visant à encadrer au choc sous seuil permettent de tabler sur maintien de la tenue mécanique de l'interface suite à un choc sous seuil. On peut donc envisager une innocuité d'un essai LASAT sans fissuration et proposer une approche non destructive.

IV.1.3.2 Cas d'un choc laser avec abattement de 0,1 GW/cm2 sous seuil

Il s'agit ici de s'approcher encore plus de seuil de décohésion retenu comme valeur de référence (1,02 GW/cm^2 pour cet échantillon) pour sélectionner ensuite une énergie laser inférieure qui ne conduira pas à une décohésion. On sélectionne cette fois un abattement de 0,1 GW/cm^2 sous le seuil, puis on répète ce même choc selon la procédure de « double choc », également à 0,1 GW/cm^2 sous le seuil de décohésion. Précisons que ces expériences menées à 0,1 GW/cm^2 sous le seuil de décohésion sont à la limite de l'intervalle de confiance de 0,1 GW/cm2 évalué dans le paragraphe IV.1.2 que l'on s'est fixé pour déterminer le seuil de décohésion avec la méthode LASAT.



(a) Choc laser sous seuil (0,95 GW/cm²) sur échantillon brut de fabrication

(b) Choc laser sous seuil (0,94 GW/cm²) répété sur une zone précédemment choqué sous le seuil

Figure IV.11 : Images optiques au scanner des zones choquées sous seuil (0,10GW/cm^2)

L'application du premier choc avec un abattement désiré de -10% (-8% réalisé, 0,08 GW/cm^2 sous le seuil) ne montre pas de tache blanche (Figure IV.11.a). On se trouve donc bien en condition d'innocuité sous le seuil de décohésion. Le deuxième choc répété à 0,09 GW/cm^2 sous le seuil est analysé sur la Figure IV.11.b. L'identification d'une tache blanche n'est pas évidente, mais on retrouve au milieu de la zone sollicitée une surface de l'ordre de 1 mm^2 qui présente les caractéristiques d'une tache blanche. Les observations oculaires simple ou assistée avec de l'acétone en lumière naturelle confirment ce résultat et la présence d'une tache blanche suite à ce deuxième choc avec un abattement effectif de 9%. Il reste à déterminer si cette fissuration suite au deuxième tir sur la zone pré-choquée est due à une fragilisation de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

l'interface par le premier choc sous seuil ou si la fissuration observée est liée à l'incertitude de l'essai LASAT en lui-même. Dans le paragraphe IV.1.2, on a évalué une incertitude sur la détermination du seuil de décohésion de 0,1 GW/cm^2, en considérant un seuil de décohésion de référence homogène en tout point de l'échantillon. L'application du deuxième choc mesurée exactement à 0,09 GW/cm^2 sous le seuil de référence ne serait donc plus dans l'intervalle de confiance de l'essai LASAT non destructif. L'application d'un choc à -0,1 GW/cm2 soit 10% sous le seuil de décohésion serait donc préjudiciable aux propriétés d'adhérence de la zircone selon l'essai LASAT.

Les expériences d'un l'essai LASAT mono-tir non destructif préconiseraient donc d'effectuer un tir à -0,15 GW/cm^2 (soit -0,05 J pour un diamètre de faisceau de 3 mm) ce qui correspond à 15% sous le seuil de décohésion de référence dans le cas présenté. Cette marge de 15% permet de s'écarter suffisamment du seuil de décohésion et des incertitudes qui entourent à la fois l'énergie du seuil de référence et celle du choc non destructif. Il serait intéressant de compléter ces résultats par des mesures de vitesse de surface libre par interférométrie afin de comparer les deux méthodes quant à leur sensibilité face à l'endommagement sous seuil. De même, une approche statistique plus fournie permettrait d'augmenter le degré de fiabilité de choix d'un seuil de référence et de choix d'une condition non destructive. Ceci passe par un plus grand nombre d'échantillons industriels mis à disposition pour une étude spécifique. Ces travaux constituent une première approche encourageante et témoignent déjà d'une certaine robustesse du protocole mis en place.

IV.1.4 Vérification de l'innocuité par cyclage thermique

L'essai de référence actuellement utilisé par les industriels de l'aéronautique pour déterminer la bonne adhérence du système BT est le cyclage thermique. Trois échantillons A, B et C sont étudiés dans cette partie. Ils ont tout d'abord été choqués sous seuil puis cyclés.

IV.1.4.1 Innocuité par cyclage thermique de zones choquées sous seuil (état brut)

Après avoir déterminé les paramètres laser conduisant à l'application d'un choc sous seuil, il s'agit désormais de nous intéresser à la tenue au cyclage thermique de ces zones afin de garantir une innocuité au regard d'une caractéristique globale de l'échantillon, cruciale pour les barrières thermiques. On considèrera comme choquées sous seuil les zones pour lesquelles aucune tache blanche n'a été détectée en optique avec modification des contrastes. Si deux des échantillons présentés ont également pu être expertisés par certaines des méthodes citées dans le paragraphe IV.1.1 (caméra IR et photoluminescence des ions chrome III), la disponibilité de certaines analyses n'ont pas permis de les utiliser sur l'ensemble des échantillons. La détermination du seuil de décohésion est réalisée par scanner optique dans ce paragraphe.

On utilise un four de cyclage thermique sous air pour précipiter le vieillissement et la fatigue thermomécanique du système barrière thermique et en particulier celui de l'interface. Les paramètres du cycle de température utilisé sont conformes aux spécifications Snecma : une heure à 1100°C comprenant la rampe de montée en température suivi d'un refroidissement assisté par air comprimé pour diminuer la

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

température des pièces jusqu'à moins de 150°C. On considère comme la zone d'intérêt d'un choc sous seuil, la surface de l'impact laser elle-même et une zone de pourtour qui correspond à environ deux fois la surface de l'impact. Pour un diamètre de choc de 3mm, cela donne une surface de diamètre total d'environ 5-6 mm. Le vieillissement par cyclage thermique est suspendu au plus tard après 500 cycles de 1h. Il s'agit en effet de la limite basse de durée de vie en écaillage admissible industriellement. Pour notre étude spéciale, le cyclage est interrompu tous les 50 ou 60 cycles environ pour une inspection visuelle du devenir des zones choquées. On observe alors si une tache blanche apparait ou si un écaillage s'initie à proximité de cette zone choquée sous seuil.

a) Analyse par imagerie au scanner

Le nombre d'éprouvettes à notre disposition étant limité, nous avons opéré ces expériences sur des échantillons sous forme de plaque sur lesquelles des zones choquées avec taches blanches côtoyaient des zones choqués sous seuil sans tache blanche. On s'est assuré que les décohésions éventuelles ou avérées soient distantes de plusieurs mm au moins pour ne pas interférer entre-elles en cours de cyclage. Ce choix est empirique car il ne préjuge pas de l'évolution de la fissure avec l'exposition à la chaleur. Les chocs sous seuil étudiés sont réalisés à des densités de puissance laser comprises entre -0,10 et -0,25 GW/cm^2 sous le seuil de décohésion de référence retenu.

Figure IV.12 : Image au scanner d'une zone choquée sous seuil de l'échantillon A après un vieillissement à 1100°C de 250 cycles

Un choc est réalisé à l'état brut sur l'échantillon A à -0,2 GW/cm^2 sous seuil. Il est observé après 250 cycles (entouré en noir) sur la Figure IV.12. Aucune tache blanche n'a été détectée dans cette zone après 250 cycles. Un écaillage est apparent sur le bord supérieur droit de cet échantillon. Il semble s'être amorcé sur l'une des arêtes de la plaque. Le reste de la couche céramique demeure cohérente lors de l'interruption du cyclage à 450 cycles. Cet échantillon sera totalement écaillé (perte complète de la céramique) lors de l'interruption finale du cyclage à 500 cycles. L'écaillage complet de cet échantillon a ainsi pu être observé sans que l'on observe d'apparition de fissure spécifique au niveau de la zone choquée sous seuil aux différents cycles interrompus. Il semble donc que la durée de vie en cyclage thermique de cette barrière thermique, que l'on classera ensuite dans la catégorie « faible durée de vie » ne soit pas diminuée par le choc appliqué sous seuil d'adhérence.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'échantillon B issu de la même production EB-PVD a également pu être choqué sous seuil à -0,25 et -0,15 GW/cm^2 (seuil de décohésion de 1,35 GW/cm^2) puis cyclé à chaud. Les zones choquées sous seuil sont repérées par des carrés sur la Figure IV.13 relative à cet échantillon.

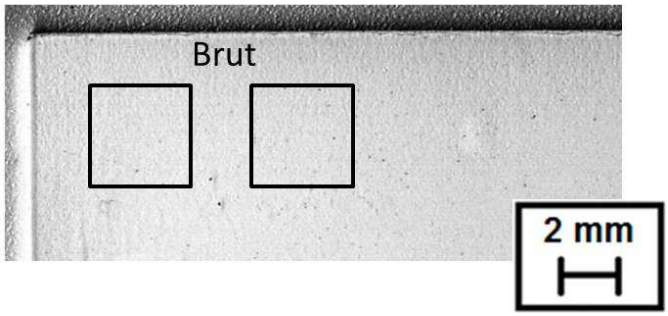


Figure IV.13 : Image au scanner de deux zones pré-choquées sous seuil sur l'échantillon B puis vieillies 500 cycles

Les chocs réalisés à l'état brut ne présentent pas de tache blanche après 500 cycles à 1100°C sur cet échantillon qui possède une durée de vie satisfaisante car la zircone est encore présente et ne montre aucune fissure au scanner optique. L'interface d'une de ces zones choquées est observée au MEB en coupe après ces 500 cycles afin d'examiner de manière exhaustive l'évolution de la zone choquée sous seuil à -0,25 GW/cm^2.

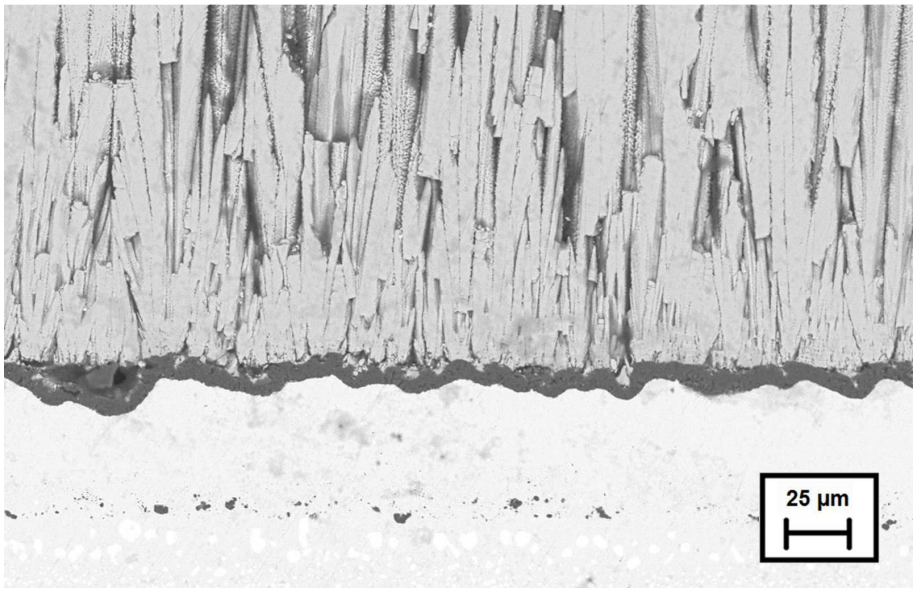


Figure IV.14 : Observation MEB en électrons rétrodiffusés d'une zone choquée sous seuil à l'état brut puis vieillie 500 cycles

La Figure IV.14 montre une interface vieillie avec la présence de légères décohésions dues à la croissance de la couche d'alumine interfaciale et aux phénomènes de « rumpling ». Il s'agit d'un faciès d'interface conforme à celui que l'on peut observer suite à cet état de vieillissement sur le système barrière thermique

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

[TOL01]. L'application d'un choc sous seuil à l'état brut de fabrication est donc sans effet observables après 500 cycles. Un choc sous seuil est sans influence sur la durée de vie à l'écaillage d'un échantillon revêtu, dans la limite des 500 cycles effectués. Il est toutefois possible que les durées de cyclage étudiées soient trop courtes pour mettre en évidence une dégradation locale éventuelle de l'interface choquée sous seuil par rapport à un état de référence. Les travaux de Fabre sur ce même système choqué en face arrière sont en accord avec ces résultats. Il ne met en évidence aucune différence significative en durée de vie entre des échantillons non choqués et des échantillons choqués sous seuil (abattement de -10, -20 et -40%) pour des nombres de cycles jusqu'à deux fois supérieurs.

b) *Analyse par piezospectroscopie de photoluminescence*

Suite aux observations en optique réalisées ci-dessus sur les échantillons A et B, des analyses ont été réalisées en piezospectroscopie sur l'échantillon C. Cette technique permet dans certains cas de révéler des décohésions qui pourraient avoir été omises en optique. L'échantillon C choqué à -0,04, -0,15 et -0,20 GW/cm^2 sous seuil à l'état brut de fabrication a été cyclé jusqu'à 100 cycles puis cartographié en piezospectroscopie.

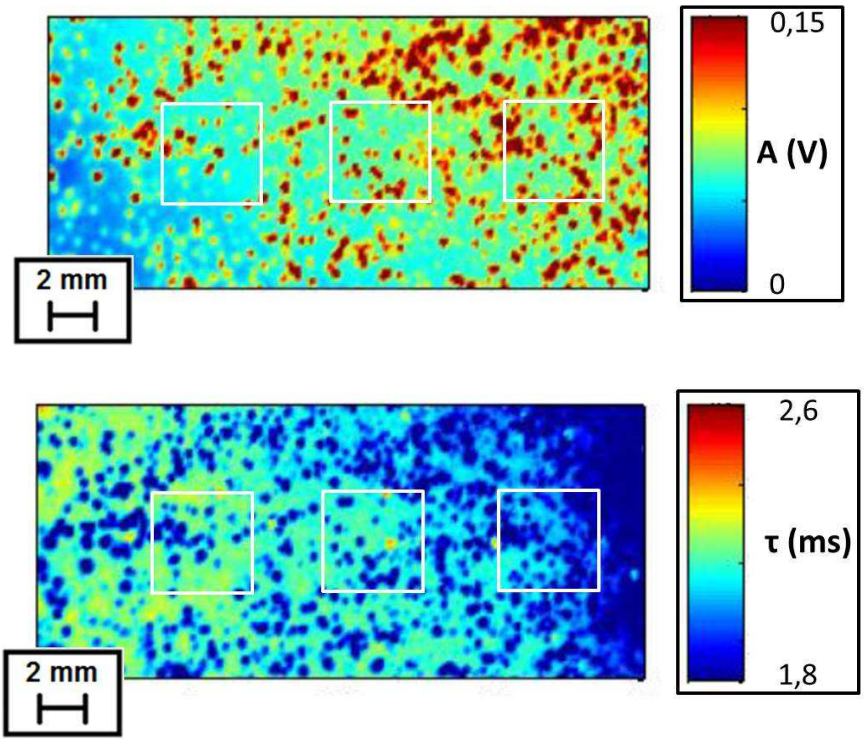


Figure IV.15 : Cartographies en amplitude et en durée de vie de trois zones choquées sous seuil puis vieillies 100 cycles

Les signaux de photoluminescence de 3 zones choquées sous seuil ont été analysés en amplitude A (V) ainsi qu'en durée de vie τ (ms) sur les cartographies données en Figure IV.15. On observe une forte

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

augmentation du signal après 100 cycles, ce qui exacerbe la présence de picots déjà évoquée précédemment (cf. paragraphe IV.1.1.4). Bien que ces cartographies soient perturbées par ces picots intenses, aucune décohésion signée par une tache circulaire ne semble apparaitre au niveau des zones choquées sous seuil après un vieillissement de 100 cycles que ce soit au niveau de la cartographie en amplitude ou en durée de vie. On vérifie donc à nouveau l'innocuité du choc sous seuil, et en particulier pour un choc réalisé à -0,04 GW/cm^2 très proche du seuil de décohésion et au-delà de la zone de sécurité de -0,1 GW/cm^2. On peut toutefois se demander si ce temps un cyclage de 100 cycles est suffisant pour provoquer un endommagement significatif qui serait initié et précipité par le passage de l'onde de choc. Compte tenu de la longueur des analyses en piezospectroscopie, il a été décidé de ne pas réitérer l'analyse sur cet échantillon pour des cycles plus nombreux du fait de la présence de ces picots parasites.

Le nombre d'échantillons à notre disposition étant limité et la plupart de ceux réservés pour l'étude en piezospectroscopie malheureusement parasités par ces picots, seul l'échantillon B a pu être analysé par des cartographies en durée de vie et en amplitude après 500 cycles. Celui-ci a été choqué à l'état brut à -0,15 GW/cm^2 sous le seuil de décohésion. Cet échantillon est donc observé en cartographie de piezospectroscopie après un vieillissement de 500 cycles (Figure IV.16). On souhaite ainsi pouvoir confirmer sur cet échantillon B les observations menées en optique (cf. Figure IV.13).

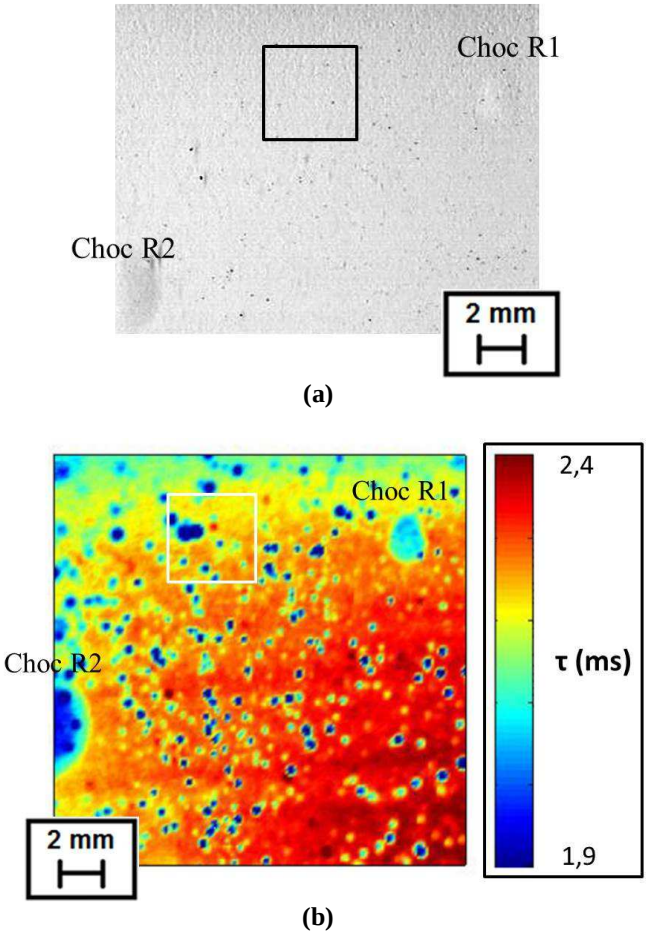


Figure IV.16 : Image au scanner (a) et cartographie en durée de vie correspondante (b) d'une zone choquée sous seuil puis vieillie 500 cycles

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

La Figure IV.16 présente une zone choquée sous seuil à 0 cycle puis vieillie pendant 500. Seule la cartographie en durée de vie est présentée, la cartographie en amplitude étant très polluée par la présence des picots. La cartographie en durée de vie seule permet de mettre en évidence les décohésions observées en optique (cf. zones R1 et R2 sur la Figure IV.16). Ces décohésions effectuées volontairement nous permettent notamment de faciliter le repérage des différentes zones de l'échantillon, en particulier pour les techniques comme la piezospectroscopie pour lesquelles l'échantillon ne peut pas être analysé en totalité pour des raisons techniques. On détecte une durée de vie plus faible pour ces zones décollées. Il est intéressant de noter que dans ce cas après 500 cycles il s'agit de la cartographie en durée de vie qui est apte à nous renseigner sur l'état de l'interface alors que dans le paragraphe IV.1.1.4b) , il s'agissait de la cartographie en amplitude qui nous permettait mieux d'identifier un défaut de petite taille après 100 cycles. Il est possible que la grande quantité d'alumine de croissance à l'état 500 cycles implique une intensité trop élevée du signal en amplitude pour permettre une analyse du phénomène de décohésion.

La zone choquée sous seuil à l'état brut (entourée en blanc sur la Figure IV.16.b) indique un signal suspect. La présence d'un signal de plus faible durée de vie de diamètre 900 µm (en bleu foncé) est clairement visible. Elle semble à première vue ne pas correspondre à la distribution du signal parasite aux alentours et pourrait donc être interprétée comme une décohésion interfaciale. Deux éléments nous incitent cependant à mettre en doute les indices de présence d'une zone décollée après 500 cycles à cet endroit d'un choc sous seuil. Tout d'abord la forme allongée de cette zone qui ressemble plus à la réunion de deux cercles qui correspondraient mieux à deux picots d'environ 400 µm. Le niveau de durée de vie est de plus très faible (1,9 ms) pour une décohésion éventuelle de petit diamètre en comparaison avec la décohésion observée sur la droite de la Figure IV.16 (2,1 ms). Il est donc affirmé que la zone choquée sous seuil à l'état initial ne présente pas de fissures après 500 cycles.

c) *Zones choquées sous seuil en périphérie de tache blanche*

Une procédure de choc sous seuil particulière a été utilisée par la suite. On considère alors un chargement mécanique radial à l'interface comme simulé numériquement sur la Figure IV.17 pour un diamètre de choc 3 mm et un chargement mécanique de 3,58 GPa. En supposant un critère de fissuration interfaciale avec un seuil de rupture fragile, l'alumine située dans la zone non fissurée après le fond de fissure est donc soumise à une contrainte juste inférieure au seuil de décohésion de l'interface.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

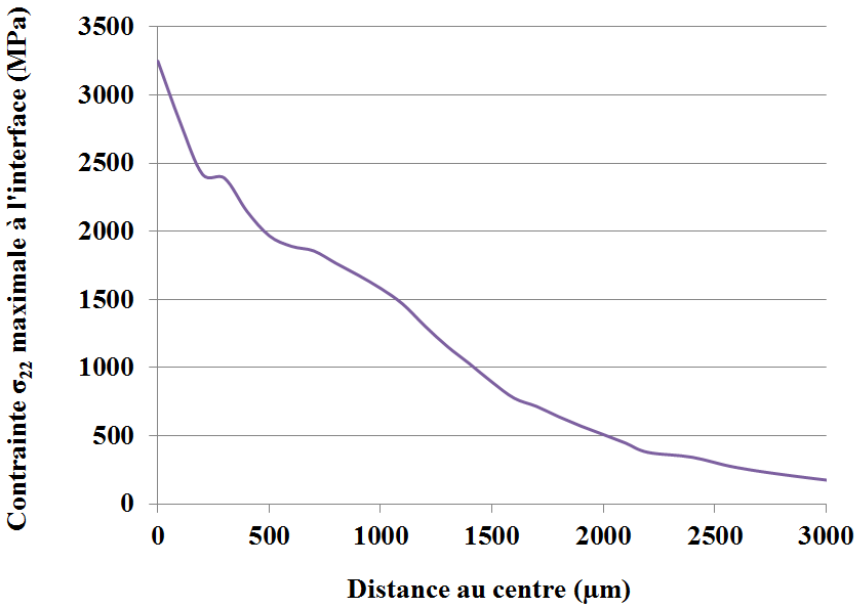


Figure IV.17 : Répartition radiale de la contrainte interfaciale subie après un choc en face avant effectué à 3, 58 GPa sur un échantillon avec une épaisseur d'AM1 de 1 mm

Deux décohésions de diamètre 3,6 et 3,9 mm séparées de 0,8 mm de zircone adhérente ont pu être réalisées sans obtenir de recouvrement des zones délaminées. Cette configuration particulière permet d'étudier notamment la zone en bord de fissure, chargée mécaniquement au voisinage du seuil d'adhérence. L'application d'un second choc à proximité pourrait affaiblir l'adhérence de la zone de recouvrement entre les deux chargements. On se propose d'examiner ces zones après cyclage thermique après qu'elles aient été cyclées 400 cycles (Figure IV.18).

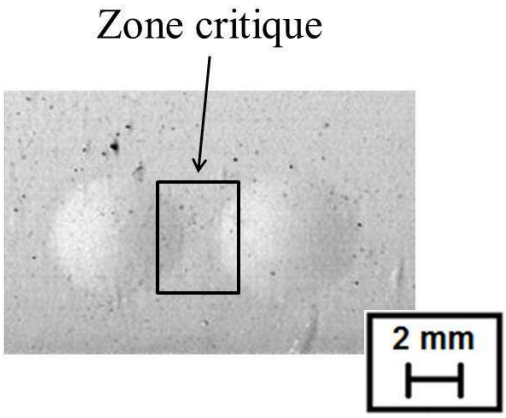


Figure IV.18 : Image au scanner de deux zones pré-choquées avec décohésions (3,6 et 3,9 mm de diamètre) puis vieillies 400 cycles

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les deux décohésions restent de forme circulaire après cyclage. La zircone située au niveau de l'espace inter-décohésion reste cohérente, aucune coalescence n'est observée. Il est ainsi particulièrement intéressant de noter que cette surface chargée deux fois consécutivement avec un chargement mécanique proche du seuil (réalisation du choc de gauche puis de celui de droite) reste adhérente après 400 cycles. On aurait pu penser que les 2 fissures séparées de moins d'un millimètre auraient coalescées et que la zircone saine au niveau de la zone critique (Figure IV.18) cloque ou écaille. Avec ce résultat, il devient également envisageable de réaliser des chocs à intervalle plus réduit. Si cette tendance est confirmée et que la reproductibilité d'un tir à faible distance d'une zone décohérente est validée, on pourrait augmenter le nombre de tirs pour une surface donnée, et optimiser ainsi l'espace disponible.

Si l'application d'un essai LASAT mono-tir sous seuil ne semble pas introduire d'affaiblissement de la résistance interfaciale, il pourrait être intéressant de développer une approche en fatigue en procédant à une série de chocs répétés sous seuil afin d'étudier précisément si l'on peut endommager l'interface au bout d'un certain nombre de tir sous seuil.

IV.1.4.2 Innocuité par cyclage thermique de zones choquées sous seuil (état vieilli)

On étudie désormais le comportement d'un choc sous seuil réalisé sur le système vieilli. On souhaite ainsi évaluer si l'essai LASAT de contrôle de l'état de l'interface pourrait notamment être applicable sur une interface vieillie que l'on retrouve notamment sur une pièce de retour de service. Plusieurs chocs sous seuil ont alors été effectués après 10, 50 et 100 cycles sur l'échantillon B et sont présentés sur la Figure IV.19.

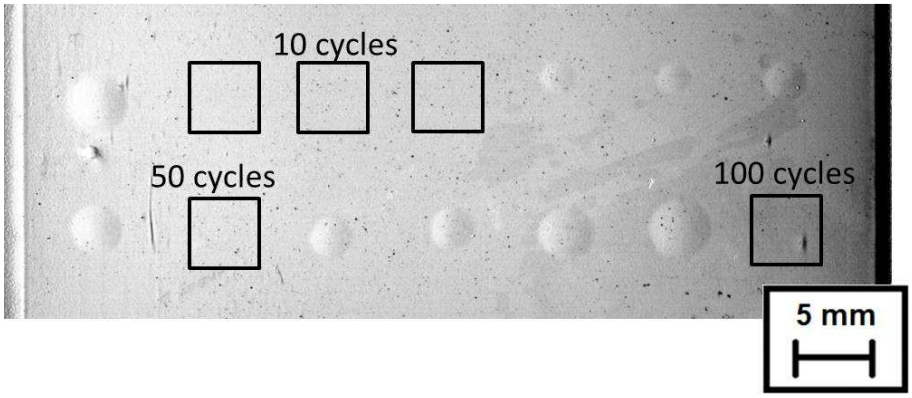


Figure IV.19 : Image au scanner de deux zones pré-choquées sous seuil à différents états de cyclage (10, 50 et 100 cycles) puis vieillies jusque 500 cycles

Précisons que l'évolution de la morphologie de l'interface par la croissance de la couche d'oxyde et les contraintes associées ainsi que le vieillissement de manière générale (densification de la zircone, diffusion des espèces) du système se traduit par un changement du seuil d'adhérence avec le cyclage (cf. § V.2). Le même choc sous seuil effectué sur le système brut de fabrication à 0 cycle se traduit par l'apparition d'une tache blanche sur le même échantillon à l'état cyclé 100 cycles. L'observation après 500 cycles de la zircone en vue de dessus ne montre aucune tache blanche sur ces zones choquées sous seuil à 10, 50 et

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

100 cycles. Ces chocs sous seuil n'ont donc pas provoqué l'apparition d'une fissure après un cyclage de 400 à 490 cycles.

En complément des chocs réalisés sur le système à l'état brut de production, les essais sous seuil réalisés sur une interface vieillie jusqu'à 100 cycles ne montrent aucune modification du comportement de la zone concernée lors du cyclage. L'application d'un choc de contrôle sous seuil pourrait ainsi être envisagée lors d'une révision sur une pièce vieillie déjà montée. On pourrait alors évaluer un état d'avancement du vieillissement de l'interface, et prédire ainsi une durée de vie restante de la pièce concernée.

IV.1.4.3 Conclusion

L'analyse des données recueillies sur les 3 échantillons A, B et C permet de montrer qu'un essai LASAT mono-tir sous le seuil de décohésion défini par un abattement de 0,15 GW/cm^2 n'altère pas la tenue mécanique en cyclage thermique. En effet, aucune modification particulière n'a pu être établie au niveau de ces zones choquées jusqu'à des durées de vieillissement de 500 cycles à 1100°C. Ce critère des 500 cycles est suffisant par rapport au critère d'acceptabilité d'une production EB-PVD dans l'industrie. Il s'agit toutefois d'un critère à minima. En toute rigueur, il n'est pas exclu que les chocs sous seuil puissent introduire un affaiblissement de la durée de vie notamment pour des systèmes présentant une longue durée de vie. On a fait le choix dans cette étude d'arrêter le cyclage une fois le critère des 500 cycles atteint pour des raisons de temps imparti, mais aussi pour effectuer des expertises métallographiques destructives à ce stade (cf. Figure V.14 et Figure V.16). Il serait judicieux de poursuivre la démarche de cette étude jusqu'à écaillage complet sur un échantillon présentant une très bonne durée de vie, et de vérifier si les zones choquées sous seuil se comportent de la même manière que sur les échantillons de plus faible durée de vie. Les tirs sous seuil effectués par Fabre en face arrière montraient également que la durée de vie du système à l'écaillage n'est pas affectée par la présence de chocs non fissurants. Ces résultats montrent que la traversée du système par l'onde de choc suite à un tir en face avant n'endommage pas le système revêtu.

Par ailleurs on montre également un essai non fissurant sur un échantillon prélevé en cours de vieillissement est également sans endommagement par cyclage thermique. On peut donc envisager un essai de contrôle non destructif appliqué sur un système vieilli. Il devient ainsi possible de réaliser des essais destructifs qui permettraient d'établir des courbes LASAT-2D à différents états de cyclage. On étudiera cette problématique dans le CHAPITRE V.

IV.2 Etude de la nocivité d'une zone fissurée par LASAT

L'application de l'essai LASAT sur le système barrière thermique conduit à deux cas de figure. Comme vu dans la partie précédente, l'essai peut être réalisé sous seuil et n'entrainer aucune fissure ou bien se traduire par l'apparition d'une tache blanche et donc d'une décohésion. On ne s'intéressera ici qu'à ce dernier cas. En complément de l'étude de l'innocuité, la présence d'une fissure de taille connue à l'interface d'une barrière thermique pose la question de sa nocivité, en l'occurrence sur la durée de vie de la pièce qui présenterait une telle fissure. La fissure peut entrainer un point chaud, un rayonnement particulier pour le flux de chaleur, une concentration de contraintes ou un siège privilégié pour la

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

fissuration accélérée. Alors que l'étude de l'innocuité se consacre plus aux éventuels amorçages de fissure lors du cyclage thermique, on se concentre dans cette partie sur la propagation éventuelle de fissures créées et dimensionnées par LASAT et ce, à différentes étape de vie de l'échantillon témoin. Il s'agit donc d'évaluer dans quelle mesure ce défaut serait susceptible de mener plus ou moins rapidement à la ruine du système. On utilise à nouveau le cyclage thermique pour étudier le vieillissement du système pré-fissuré par LASAT.

IV.2.1 Caractéristiques de zones fissurées à l'état initial

Les précédentes parties se sont concentrées sur l'observation, la détection ainsi que la mesure bidimensionnelle des taches blanches. On se propose ici d'étudier le dernier paramètre géométrique impliqué lors de la fissuration de l'interface, à savoir la hauteur du bombé qui correspond à l'ouverture de la fissure. Ne serait-ce que pour le dimensionnement de la pièce industrielle, une modification trop importante en hauteur doit être envisagée, en particulier pour les modifications du flux d'air présent dans la veine des gaz de combustion.

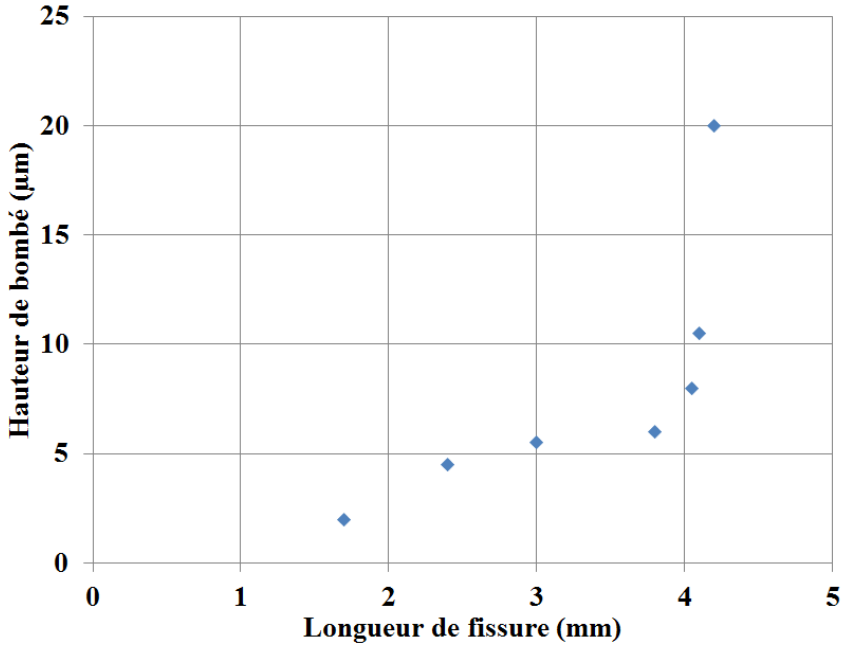


Figure IV.20 : Mesure de la hauteur maximale de bombé en fonction du diamètre de fissure sur l'échantillon étudié X

L'ensemble des fissures réalisées suite à un choc en face avant sur un même échantillon brut de production (épaisseur d'AM1 1mm) que l'on appellera X, se traduit par la présence d'une cloque de hauteur croissante avec le diamètre de la fissure. L'évolution de la hauteur maximale du bombé en fonction du diamètre de tache blanche est donné sur la Figure IV.20. Les hauteurs de bombés pour ces chocs sur cet échantillon brut de fabrication sont compris entre 2 et 20 µm environ pour des fissures de 2 à

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

4 mm de diamètre environ. Il semblerait que l'évolution du cloquage à la suite d'un choc en face avant de plus en plus endommageant suive une allure exponentielle. On observe notamment une forte augmentation de la hauteur de bombé à partir des décohésions mesurées autour de 4 mm de diamètre. Précisons que les observations en coupes métallographiques effectuées sur ces bombés de grande hauteur n'indiquent pas de fissurations différentes de celles observées à plus faible diamètre. Aucune rupture au sein du revêtement n'a été révélée. G. Fabre [FAB13] a également observé une évolution exponentielle de la hauteur de bombé suite à une série de choc en face arrière sur ce même système (cf. Figure I.46).

On trouve par ailleurs qu'une évolution logarithmique de la hauteur de cloque a été observée sur un oxyde de silicium choqué à l'aide d'un laser femtoseconde appliqué à la surface du revêtement [MDO10]. Il s'agit de la configuration de choc observée dans la littérature qui se rapproche le plus de notre cas. Dans ces travaux, il s'agit d'un système revêtu de faible épaisseur d'oxyde de silicium (de l'ordre de 1 µm), sur lequel les chocs sont effectués sur une surface de petite taille également (centaine de μm^2). Si l'on compare cependant les hauteurs h de décohésion observées dans les deux cas, normalisées en fonction de l'épaisseur e du revêtement pour notre étude et l'étude sur couche mince issue de la bibliographie, on obtient les deux courbes représentées dans la Figure IV.21.

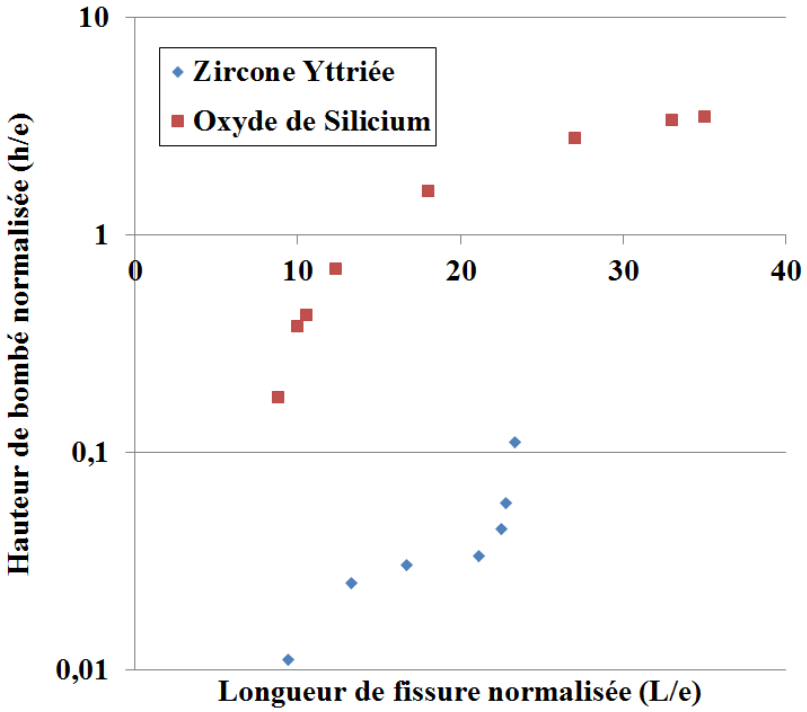


Figure IV.21 : Amplitude des bombés observés suite un choc laser sur deux revêtements différents [MDO10]

La Figure IV.21 montre une amplitude relative des bombés relative à l'épaisseur observés sur dioxyde de silicium SiO_2 dix fois supérieure à celle mesurée sur la zircone EB-PVD. Le système barrière thermique sollicité par laser nanoseconde serait donc moins sensible à ce phénomène de flambement ou alors ce peut-être lié à la rigidité très éloignée des deux systèmes. On peut penser que la structure colonnaire de la céramique permet une répartition des contraintes entre chaque colonne suite à la décohésion, et limiterait alors l'amplitude des bombés. L'allure des bombés obtenus sur notre système semble suivre deux

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

mécanismes. Pour les diamètres de fissure inférieurs à 3,5 mm on observe une allure logarithmique qui correspondrait à ce qui est observé par McDonald sur le dépôt de SiO_2. En revanche, pour les diamètres de fissure supérieurs à 3,5 mm, on retrouve une allure exponentielle de la hauteur de bombé comme montré sur la zircone EB-PVD par Fabre. La dimension des fissures obtenues suite à l'essai LASAT aurait un rôle déterminant sur l'allure des bombés correspondant.

Suite à ces observations réalisées sur le seul échantillon revêtu X (et donc un nombre de points de mesure limité), on a souhaité compléter ces relevés d'amplitude de la hauteur de bombés avec des mesures effectuées sur trois autres échantillons (épaisseurs d'AM1 1,5 et 2 mm) choqués par LASAT (dont l'échantillon utilisé dans le paragraphe III.2.1.2, Figure III.17). L'ensemble des points est présenté sur la Figure IV.22.

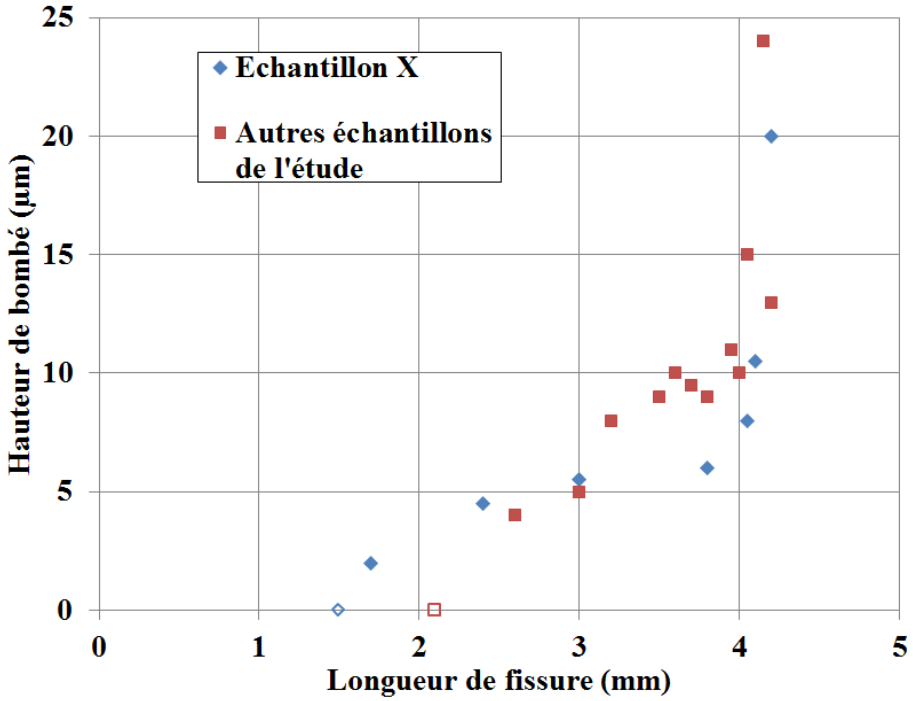


Figure IV.22 : Hauteur de bombé maximale mesurée en fonction du diamètre de fissure pour différents échantillons choqués par LASAT

L'ensemble des points obtenus sur d'autres échantillons (Figure IV.22) permet de confirmer la tendance observée sur le seul échantillon X (Figure IV.20). La hauteur de bombé sur un échantillon revêtu de zircone EB-PVD suit une allure exponentielle avec l'augmentation de la longueur de fissure. Pour les longueurs de fissure comprises entre 1,5 et 2,1 mm, certaines fissures indiquent une hauteur de bombé nulle. Elles sont indiquées par un marqueur non rempli. Il pourrait s'agir de la valeur de diamètre à partir de laquelle la céramique décollée s'éloigne du substrat et forme une cloque, comme montré par Hutchinson [HUT92]. Hutchinson propose alors d'évaluer la contrainte critique σ_C au niveau de l'interface à partir de laquelle une cloque apparait.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$\sigma_C = 1{,}2235\,\frac{E.h^2}{(1-\nu^2)R^2}$$

Avec E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson du revêtement considéré, h la hauteur de la cloque et R son rayon. On estime alors une contrainte critique de 1 à 3 MPa pour notre système revêtu.

La présence d'un bombé sera considérée comme non préjudiciable pour les décohésions de faible dimension (diamètre inférieur à 3,5 mm) pour lesquelles l'amplitude du bombé (inférieur à 6 µm) correspond à l'amplitude maximale observée au sommet des colonnes (minima et maxima entre les sommets et vallées à la surface de la céramique : 5-6 µm). Ces décohésions seraient donc acceptables sur une pièce revêtue du point de vue de la géométrie de la pièce et ne perturberaient pas l'écoulement du flux de gaz dans la veine. Les décohésions de dimension supérieure ou égale à 4 mm de diamètre seraient quant à elles à éviter.

IV.2.2 Caractéristiques de zones fissurées en cours de cyclage à 1100°C

On étudie l'évolution de l'endommagement et des déformations de la couche céramique associée à ces zones fissurées après l'essai LASAT au cours du cyclage thermique. On souhaite ainsi déterminer dans quelle mesure un défaut réalisé par LASAT peut devenir critique et impacter la durée de vie du système revêtu.

Pour cette expérience, un échantillon est choqué à 4 densités de puissance laser au-dessus du seuil de décohésion à l'état initial puis vieilli jusqu'à 400 cycles. Le cyclage thermique est interrompu tous les 50 cycles afin d'effectuer des mesures de profilométrie ainsi que des observations optiques du diamètre de tache blanche.

Diamètre de choc : 3 mm				
Numéro de choc	1	2	3	4
E_{laser} (J)	0,5	0,6	0,8	1,0
Densité de puissance (GW/cm²)	1,4	1,6	2,2	2,7
Diamètre de fissure (mm)	1,8	2,5	3,1	3,8
Hauteur de bombé (µm)	2,0	4,5	5,5	6,0

Tableau IV.1 : Paramètres de choc laser et mesures de décohésion à l'état initial pour l'étude de l'évolution morphologique de taches blanches

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.2.2.1 Mesure de la hauteur de bombés en fonction du nombre de cycle

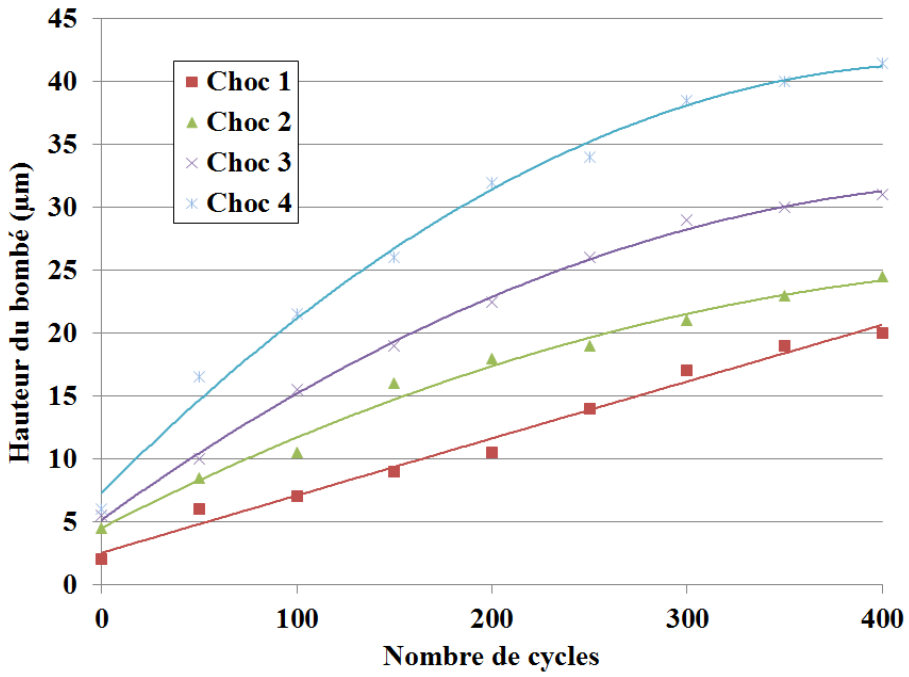


Figure IV.23 : Evolution lors du vieillissement thermique de la hauteur de bombé de décohésions de diamètres différents réalisée à l'état initial

Les relevés de hauteurs de bombé en fonction du nombre de cycles sont tracés sur la Figure IV.23. On mesure une augmentation significative et continue de la hauteur du bombé initial suite au cyclage thermique. D'une gamme de 3 à 8 µm à l'origine, on passe de 5 à 17 µm dès les 50 premiers cycles. L'augmentation de ce phénomène se poursuit de manière régulière jusqu'à 400 cycles et d'autant plus prononcé que la taille initiale est grande. On conserve le même classement par taille de bombé croissante entre les différents chocs tout au long du vieillissement. Une zone choquée initiale autour de 3µm en hauteur conduit à une hauteur de 20 µm après 400 cycles tandis qu'une hauteur initiale de 7 µm aura une hauteur finale de 42 µm. Il y a donc presque un facteur 10 sur cette hauteur pour 400 cycles. Ceci constitue déjà une limite forte en termes de criticité de défaut même si aucun écaillage, même partiel, n'est observé sur ces cloques après 400 cycles. Précisons que lors de le traitement à chaud de la plaque revêtue, un léger flambage de l'éprouvette a été observé (flèche de 150 µm). Les mesures de hauteur de bombé sont réalisées en utilisant une fonction numérique de redressement du profil.

IV.2.2.2 Mesure du diamètre de fissure en fonction du nombre de cycle

Les relevés des diamètres de taches blanches en fonction du nombre de cycles sont tracés sur la Figure IV.24.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

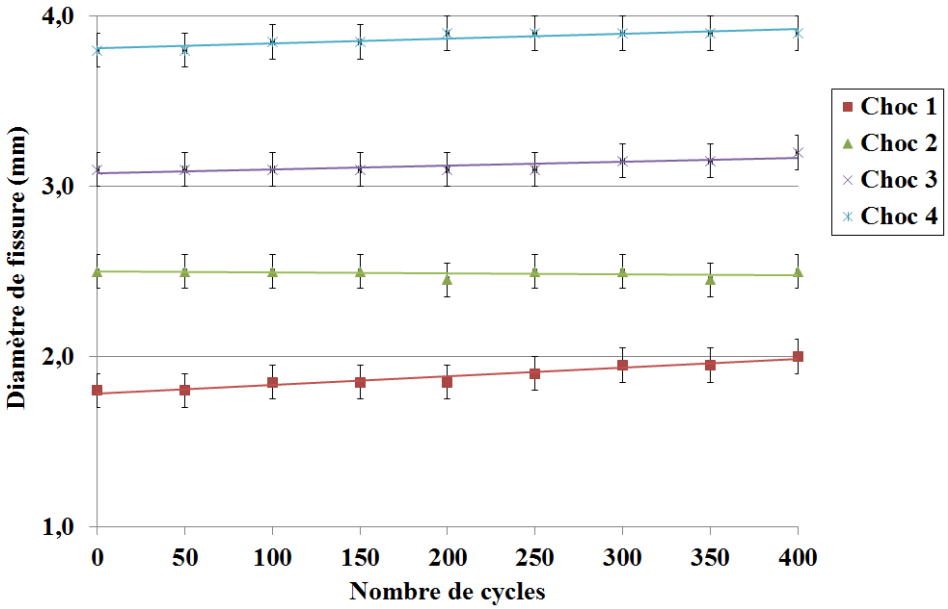


Figure IV.24 : Evolution du diamètre de fissure d'un choc réalisé à l'état initial lors du vieillissement thermique

On constate que le diamètre de chacune des quatre fissures réalisées à l'état initial reste stable après 400 cycles. Trois des chocs observés montrent un accroissement significatif et régulier du diamètre mais cet accroissement reste très limité. Le dernier quant à lui reste bien constant tout au long du cyclage. La précision de la mesure de tache blanche ayant toutefois été évaluée à environ 200 µm, l'ensemble de ces mesures se trouve dans l'intervalle d'incertitude de l'essai LASAT-2D. On peut donc affirmer que le vieillissement par cyclage thermique jusqu'à 400 cycles n'entraîne pas de fissuration accrue.

IV.2.2.3 Discussion

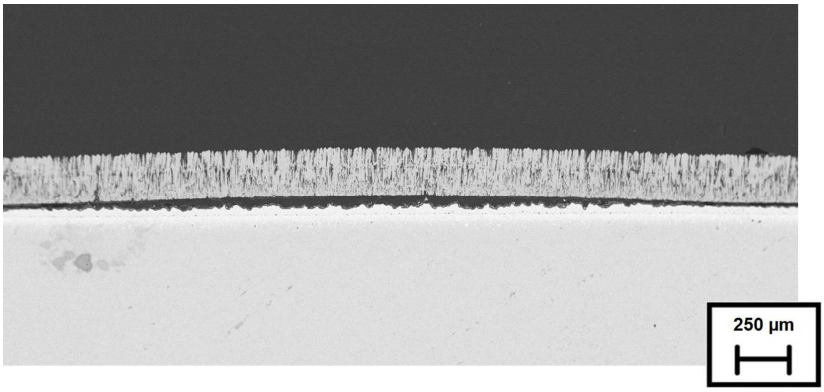
Selon nos observations et mesures, il apparait que la hauteur du bombé augmente continument tandis que la surface de la fissure reste indépendante du nombre de cycles. Cette augmentation de la hauteur du bombé est à mettre en relation avec l'augmentation des contraintes internes au sein de l'alumine lors du cyclage thermique. Le frittage des colonnes de zircone EB-PVD tendrait probablement à augmenter la raideur du revêtement, et donc à diminuer la hauteur des cloques. Ce phénomène de frittage ne semble donc pas être prédominant pour ces durées et températures de cyclage. L'augmentation de la hauteur de bombé peut donc s'expliquer par l'augmentation des contraintes interfaciales avec le cyclage thermique. Cette augmentation de la hauteur du bombé permettrait alors de dissiper par plasticité certaines contraintes et d'éviter la propagation de la fissure. Après cette durée de cyclage, les contraintes en pointe de fissure ne sont pas suffisantes pour prolonger l'ouverture de la fissure.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

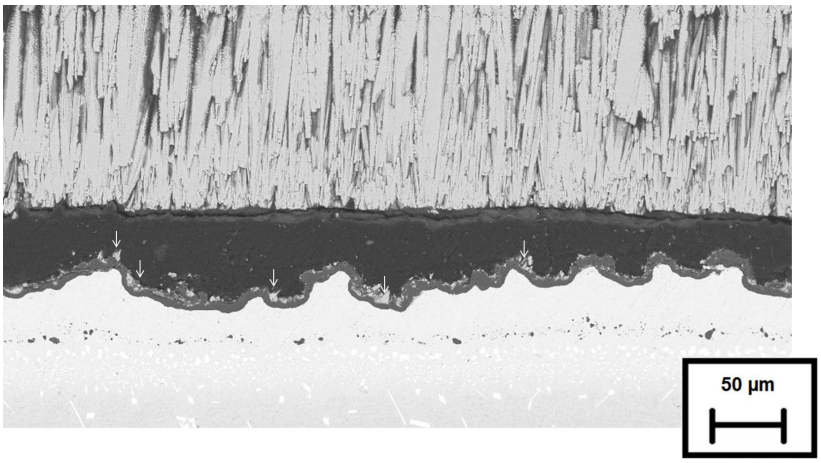
IV.2.3 Caractéristiques de l'interface et du dépôt dans une zone pré-fissurée et après 500 cycles à 1100°C

IV.2.3.1 Morphologie

Des observations en coupe sont menées au milieu d'une zone pré-fissurée à l'état initial (2,7 GW/cm^2, diamètre de fissure 3,0 mm) puis cyclé jusqu'à 500 cycles. La hauteur de bombé alors mesurée est de 54 µm. On s'intéresse en particulier au faciès de l'interface en pointe de la fissure circulaire et à la longueur de fissure effective.

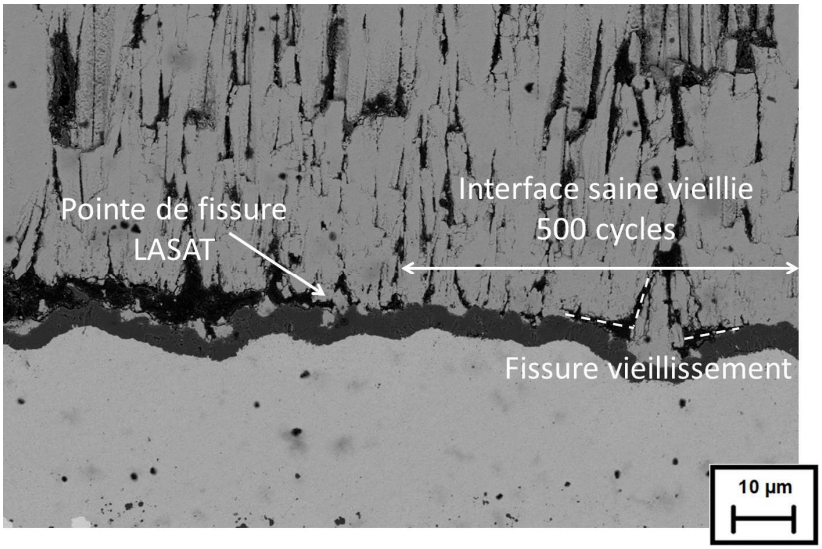


(a) Vue d'ensemble de l'interface fissurée et du dépôt bombé



(b) Vue de détail de l'interface en milieu de la fissure

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



(c) Vue de détail de l'extrémité de la fissure

Figure IV.25 : Observation MEB en électrons rétrodiffusés d'une zone choquée puis vieillie 500 cycles

A la suite du vieillissement par cyclage thermique d'un échantillon présentant une fissure par LASAT face avant à l'état initial, on vérifie après 500 cycles que le bombé mesuré en profilométrie correspond à l'ouverture de la fissure interfaciale entre le substrat métallique et la zircone EB-PVD (Figure IV.25.a). Cette dernière forme une cloque mesurée à 54 µm en profilométrie. La sous-couche métallique à l'aplomb de la zone décollée présente une couche épaisse d'oxyde d'alumine. Cette couche d'alumine reste adhérente et on retrouve quelques résidus de zircone présents dès la création de la fissure à l'état initial au-dessus de cette couche d'alumine (Figure IV.25.b). L'épaisseur d'oxyde est équivalente entre les zones adhérentes et fissurées. Libérée des contraintes de liaison avec la céramique et moins protégée par celle-ci, la sous-couche présente une rugosité plus élevée que dans le cas d'une zone non choquée et cyclée dans les mêmes conditions. Ce comportement aussi appelé « rumpling » est bien connu [TOL01] et observé en oxydation cyclique sur le système sans zircone [SAL13]. En milieu de fissure, le système se comporte plutôt comme un substrat revêtu seulement d'une sous-couche de diffusion Ni(Pt)Al.

La Figure IV.25.c nous montre la morphologie de l'extrémité de la fissure. On observe que l'interface saine (non fissurée) du fait du choc initial présente des décohésions de l'ordre de 10 à 20 µm de longueur (en pointillés sur la coupe métallographique). La présence de ces fissures dues au vieillissement de l'interface rend délicate l'identification précise de l'extrémité de la délamination créée par LASAT. Ces décohésions dans les zones saines lors du vieillissement peuvent rencontrer la zone fissurée par LASAT et contribuer à l'accroissement de la zone fissurée. Ce phénomène peut être une des explications de la tendance observée sur la Figure IV.24 lorsque la tache blanche évolue de quelques centaines de µm dans certains cas. La Figure IV.25.c rend également compte de l'augmentation progressive de la rugosité dans la zone choquée dès l'extrémité de la fissure. L'amplitude des ondulations associées au faciès de rumpling au milieu de la zone choquée (Figure IV.25.b) diminue au fur et à mesure que l'on rejoint la périphérie de la fissure, c'est-à-dire que l'ouverture de la fissure diminue. Une fois la céramique décollée, la surface

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

libre de la sous couche permet un degré de liberté supplémentaire et laisse place à des phénomènes (bien connus) de rumpling. La zircone adhérente avec le substrat ne se déforme quasiment pas, ce qui réduit l'amplitude des ondulations de la sous-couche métallique. On peut penser qu'un rumpling de plus grande amplitude permet une relaxation des contraintes plus importante. La zone centrale délaminée permettrait alors une forte libération des contraintes. Ainsi la présence de fissures à l'interface métal/oxyde pourrait faire office de « zone amortisseuse ». L'augmentation des contraintes avec le cyclage thermique serait contrebalancée par la libération d'une partie d'entre elles au niveau de ces surfaces libres créées suite au choc laser. L'écaillage de la céramique ne serait pas accéléré par la présence de fissures à l'état initial, il pourrait même être légèrement retardé. La présence de fissures initiales de petites tailles ne semble pas avoir d'effet sur l'intégrité macroscopique du système BT qui montre alors une certaine tolérance aux dommages. Il reste à définir ce qui pourrait déclencher majoritairement la ruine du système. Ces essais de pré-fissuration ouvrent peut-être une voie d'analyse dimensionnelle de l'endommagement, y compris en tenant compte de l'oxydation en relation avec la tenue de la couche céramique.

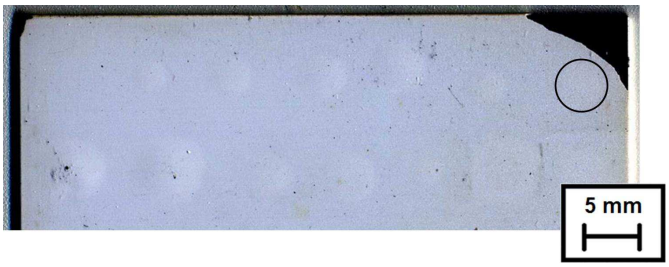
IV.2.3.2 Influence sur la durée de vie en cyclage thermique

La tenue à l'écaillage du système peut être observée malgré la présence de nombreuses taches blanches présentes dès l'état initial ou ajoutées en cours de cyclage dans certains cas. Du fait de l'arrêt des expériences à 500 cycles pour la plupart des échantillons, on n'a pas pu étudier de manière exhaustive la limite en durée de vie en relation avec la présence de zones fissurées pré-éxistantes. On ne sait donc pas si des zones fissurées de diamètres différents et quasiment constants jusque 500 cycles seraient le lieu privilégié d'un amorçage anticipé qui précipiterait l'écaillage de la zircone. On peut cependant faire état d'un retour d'expérience au sujet de l'écaillage de la zircone sur un échantillon pré-fissuré par LASAT ayant été cyclé jusqu'à 500 cycles.

Pour les besoins de l'étude de l'adhérence pour établir des courbes LASAT-2D, une plaque revêtue peut être impactée en différentes zones pour des tirs laser à différentes densités de puissance, conduisant pour la plupart à des décohésions de diamètre compris entre 1,5 et 4,5 mm. En condition de cyclage continu, la rampe de refroidissement est réglée afin que l'échantillon atteigne au moins une température 150 °C avant de subir un nouveau cycle. Lorsque l'échantillon est prélevé tous les 50 cycles pour observation et mesure des taches blanches, il est refroidi à la température ambiante. Le premier cas illustrant la durée de vie de plaques avec des zones fissurées est présenté avec l'échantillon A sur l'image au scanner de la Figure IV.26.a alors qu'il a subi 200 cycles de 1h à 1100°C. L'échantillon est indemne et ne présente aucun indice visuel flagrant d'une amorce d'écaillage. Suite au refroidissement à l'ambiante lors de l'interruption suivante du cyclage à 250 cycles, on constate que la partie supérieure droite de l'échantillon s'est écaillée (Figure IV.26.b). L'écaillage n'est donc pas initié à l'endroit d'un choc avec décohésion et de plus, ne s'est pas propagé jusqu'à la zone décollée la plus proche (cercle sur l'image au scanner de la Figure IV.26.b). L'amorçage a eu lieu probablement au niveau des arêtes (non chanfreinées) au coin de cet échantillon. Le cyclage thermique a été poursuivi jusqu'à 300 puis 350 cycles mais le retour à l'ambiante s'est accompagné alors d'un écaillage de la couche de zircone sur l'intégralité de sa surface. La délamination de l'intégralité de la zircone dès 350 cycles suggère que cet échantillon serait non conforme aux spécifications retenues par l'industriel Snecma lorsque l'essai est mené sur des pions.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

(a) à 200 cycles



(b) à 250 cycles

Figure IV.26 : Images au scanner optique des zones choquées de l'échantillon A avec décohésion après cyclage thermique (a) à 200 cycles, (b) à 250 cycles (cas d'un échantillon à faible durée de vie)

Un second cas d'échantillon avec diverses tailles de zones fissurées pour un revêtement EB-PVD et issu de la même production est soumis au cyclage interrompu tous les 50 cycles. L'échantillon B observé en vue de dessus après 500 cycles est représenté sur la Figure IV.27. Dans ce cas d'échantillon, 22 des tirs effectués ont conduit à la présence d'une fissure. Sur ces 22 tirs, 14 ont été effectués sur le système à l'état brut ou après 50 cycles, les autres à des étapes d'interruption ultérieures. On constate cette fois que la zircone reste complètement adhérente même après un temps long de repos et aussi sans précaution particulière de manipulation. Cette plaque ne présente par ailleurs aucun signe d'écaillage qui serait déjà amorcé ou que l'on suspecterait de l'être, que ce soit au niveau des arêtes ou des bombés. On a donc 14 fissures créées par LASAT de diamètre compris entre 1,5 et 4 mm qui ont cyclé 450 cycles et plus sans que le revêtement céramique ne montre le moindre signe d'amorçage ni d'écaillage.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure IV.27 : Image au scanner optique des zones choquées de l'échantillon B avec décohésion après cyclage thermique à 500 cycles (cas d'un échantillon à forte durée de vie)

La confrontation des expériences relatives aux échantillons à faible et forte durée de vie (cf. Figure IV.26 et Figure IV.27) issu d'une même production interroge sur la disparité des comportements à l'écaillage que l'on observe. Les phénomènes d'écaillage de barrière thermique sont connus pour être causés par de nombreux paramètres (effets de bord, taux d'humidité [DEN09], rupture différée, etc.). Concernant l'impact des zones pré-fissurées sur la durée de vie, malgré la faible représentativité du nombre des échantillons étudiés on ne peut établir que l'application du choc LASAT suivie de la création de fissures millimétriques soit préjudiciable à la durée de vie de l'échantillon. Si l'écaillage rapide de l'échantillon choqué après 350 cycles (Figure IV.26) peut laisser penser que la présence de nombreux chocs endommageant précipite l'écaillage, on note que l'écaillage observé ne permet pas d'incriminer les décohésions créées par LASAT. La décohésion subite de la céramique après 350 cycles semble plutôt être la généralisation à toute l'interface de l'écaillage entamé au niveau des arêtes en bord de l'échantillon. On peut alors s'interroger au sujet de l'adhérence effective de ce revêtement après fabrication puis en cours de cyclage. Pour statuer définitivement, il faudrait cycler simultanément un échantillon avec une zone pré-fissurée et un échantillon de référence jusqu'à écaillage. Il faudrait cependant s'assurer que les deux échantillons possèdent une même adhérence au départ. Par ailleurs, le nombre significatif de fissures réalisées sur l'échantillon avec une durée de vie satisfaisante permet de montrer que la présence de ce type de décohésion n'entraine pas de singularités d'amorce ou de propagation de fissure qu'on pourrait juger néfastes pour la durée de vie du système. La position aléatoire des zones fissurées sur la plaque (centre, bords de l'échantillon) invite plutôt à considérer que des délaminations de diamètre allant jusque 4 mm ne se propagent pas. Une étude exhaustive de la nocivité de telles fissures impliquerait des temps de vieillissement plus long, notamment du fait du « rumpling » plus prononcé dans les zones décollées qui peuvent précipiter la ruine du système.

IV.2.3.3 Conclusion

La présence de fissures créées par un essai LASAT fait perdre son caractère non destructif à la méthode. On montre cependant ici qu'une fissure circulaire de 1 à 4 mm pré-existante, voire une population de fissures espacées dans cette gamme n'impactent pas la durée de vie en cyclage thermique selon le

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

protocole d'analyse standard réalisé sur plaque. Ce protocole se fonde uniquement sur la perte d'une écaille et non pas sur l'adhérence locale de l'interface au cours du temps de cyclage. Il serait probablement judicieux de combiner les deux approches en mesurant l'adhérence au cours du cyclage thermique. En revanche la hauteur de bombé varie beaucoup lors du cyclage thermique et d'autant plus que le diamètre de fissure est élevé. La présence de cette cloque génère une dégradation de la sous-couche sous-jacente. Par ailleurs, sur ces deux échantillons identiques sélectionnés pour aborder l'étude de la nocivité de zones pré-fissurées, on note une dispersion significative sur la durée de vie. Celle-ci n'est pas attribuée à la présence des zones pré-fissurées. On verra dans le chapitre suivant (paragraphe V.1) que l'on peut envisager de relier cette dispersion à l'adhérence des dépôts mesurés à l'état initial puis en cours de cyclage thermique (par des essais LASAT destructifs en configuration mono-tir, cf. paragraphe V.2.2).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Conclusion

La mise en place ainsi que la réalisation du protocole de choc de contrôle de l'adhérence du système ont été développées dans ce chapitre. Plusieurs méthodes de détection de fissures ont été étudiées afin de nous assurer de l'absence de fissures suite à un essai LASAT sous le seuil d'adhérence. L'absence de tache blanche suite à un choc en face avant sous seuil a ainsi pu être confirmée par quatre méthodes non destructives (observation de la tache blanche en optique, variation du flux de chaleur observé en IR, visualisation des contraintes au sein de la couche d'alumine par piezospectroscopie, profilométrie de la surface de la zircone) puis suite à des observations métallographiques. L'essai LASAT en face avant appliqué sous le seuil d'adhérence est ainsi démontré comme non fissurant. L'équipement de choc ainsi que les techniques de détermination du seuil d'adhérence requièrent un essai de contrôle type effectué à minima 0,10 GW/cm^2 sous le seuil d'adhérence. Cela permet ainsi de ne fissurer avec certitude uniquement des échantillons présentant une résistance interfaciale inférieure à celle de l'échantillon de référence.

L'observation optique en lumière blanche présente un bon rendu de la tache blanche, mais pour ce qui est de la détection de défauts de très faible dimension (inférieure au mm) la caméra thermique semble la technique la plus fiable. La piezopectroscopie permet également la détection de défauts de petite taille, elle nécessite toutefois une épaisseur d'alumine suffisante qui n'est pas présente à l'état brut de production.

La présence de ces zones choquées sous seuil ne semble pas introduire une quelconque fragilité lors du vieillissement par cyclage thermique du système jusqu'à 500 cycles. Aucune fissuration n'a été observée sur les endroits chargés mécaniquement sous seuil. On aurait donc une innocuité de l'essai sous seuil par rapport à la durée de vie de l'échantillon en cyclage thermique. Cet élément très important nous permet d'envisager une application de l'essai sur pièce en service.

L'évolution et le devenir des fissures créées par LASAT ont été étudiés dans un second temps. Ces décohésions ne se propagent pas avec le cyclage thermique. La hauteur du bombé initial observé après la création de la décohésion évolue quant à elle sensiblement avec le cyclage thermique. Cette variation est d'autant plus élevée que les défauts sont de grandes dimensions (proches de 4 mm de diamètre). Cet aspect pourrait être limitant par rapport à l'écoulement du flux d'air. La création d'une décohésion à l'état initial se traduit localement par l'accélération du phénomène de rumpling qui pourrait conduire à la ruine du système.

Le système barrière thermique ne présente pas de comportement particulier lors du cyclage thermique en présence de fissures créées par LASAT. Des essais menés sur systèmes vieillis montrent que l'essai LASAT pourrait également être effectué sur une interface oxydée, et apporter des informations sur la durée de vie restante d'une pièce ayant déjà fonctionné. On développera ces problématiques d'évolution de l'adhérence au cours du cyclage thermique dans le chapitre suivant.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CHAPITRE V Mesure de l'adhérence par LASAT-2D en face avant et évolution au cours du cyclage thermique

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Sommaire

CHAPITRE V Mesure de l'adhérence par LASAT-2D en face avant et évolution au cours du cyclage thermique 199

Introduction 201

V.1 Comparaison de l'adhérence de barrières thermiques EB-PVD à l'état brut 203

V.1.1 Plaques revêtues issues d'un même lot analysées par LASAT face avant 203

V.1.2 Plaques et pions revêtus issus de lots actuel et ancien analysés par LASAT face arrière. 206

V.1.3 Conclusions 207

V.2 Suivi de l'adhérence au cours du cyclage thermique jusque 500 cycles 208

V.2.1 A partir de courbes LASAT-2D sur 3 plaques initialement différentes 209

V.2.1.1 Evolution qualitative des adhérences jusque 500 cycles 209

a) Echantillon P1 211

b) Echantillon P2 211

c) Echantillon P3 212

V.2.1.1 Evolution quantitative des adhérences jusque 500 cycles 212

a) Echantillons P1, P2 et P3 212

b) Limites du calcul numérique et du modèle de rupture 213

c) Conclusions 214

V.2.1.2 Comparaison des adhérences après 250 cycles 215

V.2.2 A partir d'un essai LASAT mono-tir 217

V.2.3 Etude des interfaces et des microstructures 224

Conclusion 231

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction

L'essai d'adhérence LASAT-2D nous permet d'évaluer un niveau de résistance interfaciale soumise à une sollicitation dynamique de forte intensité à travers le tracé de courbes LASAT-2D. Il s'agit d'établir un relevé dimensionnel d'une série de fissures dont le diamètre évolue en fonction de la densité de puissance laser appliquée. Comme cela a été montré dans cette thèse pour un choc en face avant (i.e. du côté de la céramique), il est tout à fait possible de calculer numériquement le chargement maximal en traction subi le long de l'interface au cours d'un choc donné. On peut alors tracer un abaque de courbes LASAT-2D simulées pour différents seuils de rupture interfaciale. Une approche quantitative permet toujours de mesurer l'adhérence sur un échantillon à partir des propriétés sous choc des matériaux supposées connues. Une approche qualitative permet une classification directe du niveau d'adhérence de systèmes revêtus équivalents au travers de la position relative des courbes LASAT-2D. C'est l'approche de l'essai LASAT-2D.

Suite à l'étude de l'innocuité ou de la nocivité de chocs laser avec ou sans tache blanche que l'on soumet à l'arbitrage du cyclage thermique, il nous a été possible d'envisager un suivi de l'adhérence mesurée par LASAT en mode destructif à l'état brut et en fonction d'un nombre de cycles à haute température sous air. Dans ce chapitre, on se propose d'appliquer la mesure d'adhérence selon la procédure usuelle établie précédemment (courbe LASAT-2D multi-points) et ce, pour différents états de vieillissement. En prolongement de ces mesures, il s'agit d'une part de mettre en relation l'adhérence initiale avec la performance en durée de vie mesurée par cyclage thermique et d'autre part, de mesurer l'évolution de l'adhérence au cours du cyclage thermique par des essais interrompus. Pour appréhender cette évolution sans ambiguïté, on propose de procéder sur un seul échantillon qui possède donc à coup sûr la même adhérence initiale. On introduit ainsi une procédure nouvelle d'un essai LASAT-2D mono-tir pratiqué sur une série d'échantillons de taille réduite obtenus par découpe puis cyclés. Cette procédure reste fondée sur le même principe de choc laser conduisant à une fissure mais la mesure d'adhérence repose alors sur un seul diamètre de tache blanche.

Dans ce chapitre, on débute par l'étude comparative qualitative et quantitative de l'adhérence mesurée par des tirs en face avant à l'état brut de fabrication sur un ensemble de trois échantillons revêtus qui sont issus d'une même fabrication ou « run » EB-PVD. Ces échantillons sont supposés de même adhérence initiale. Cette étude comparative qui vise à connaître mieux l'état initial l'adhérence est agrémentée de résultats d'adhérence sur un lot antérieur obtenus en face arrière, confrontés avec un lot actuel obtenus également en face arrière pour les besoins de la comparaison. Dans un deuxième temps, ces mêmes échantillons précédemment choqués à 0 cycle sont portés en cyclage thermique que l'on interrompt afin d'évaluer la résistance interfaciale pour établir des courbes LASAT-2D en cours de vieillissement. On peut alors comparer qualitativement et quantitativement l'évolution relative des adhérences respectives de ce lot d'échantillons en regard de leurs durées de vie enregistrées au maximum jusque 500 cycles.

A la suite de ces expériences de cyclages thermiques combinées avec des essais d'adhérence sur 3 échantillons d'un même lot, on propose une procédure particulière d'un essai LASAT mono-tir sur un seul échantillon issu de ce même lot mais dont on isole des portions par découpe mécanique douce. On compare facilement l'adhérence initiale de chacune des portions par un tir laser avec tache blanche. On contrôle à nouveau cette adhérence avec des tirs laser identiques sur chaque portion ayant subi un certain nombre de cycle. Cette procédure doit permettre d'évaluer et de quantifier directement l'adhérence en

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

cours de cyclage thermique. Même si destructive, cette approche d'un essai LASAT mono-tir combinée avec le cyclage thermique pourrait être avantageuse pour discriminer finement des systèmes supposés identiques ou volontairement différents. Cela permet également d'approcher ce que pourrait être un suivi direct et localisé sur une aube de turbine revêtue combinant LASAT et cyclage thermique lors de son développement. On évaluera alors la pertinence de cette approche et son éventuelle transférabilité aux pièces industrielles. Cette étude est complétée par l'examen des interfaces et microstructures en cours de vieillissement afin d'observer les modifications et d'appréhender celles qui peuvent affecter l'état mécanique du système barrière thermique EB-PVD et éventuellement aussi impacter ses propriétés sous choc. On aura ainsi accès également aux endommagements interfaciaux dus au cyclage et au choc laser combinés à différents instants.

.

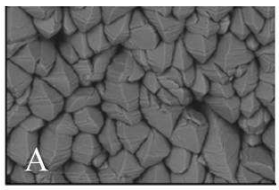
CONFIDENTIEL INDUSTRIE

V.1 Comparaison de l'adhérence de barrières thermiques EB-PVD à l'état brut

On s'intéresse dans cette section à des échantillons sous forme de plaques revêtues (50 × 30 × 1 mm^3) pour lesquelles on suppose une adhérence égale sur l'ensemble de la surface. Cette hypothèse est étayée grâce aux mesures de taches blanches répétées à différents temps sur un échantillon témoin pour étudier la reproductibilité de tirs laser en face avant (cf. § III.2.1.2). L'essai LASAT sera utilisé tout d'abord pour vérifier le niveau d'adhérence de trois plaques (P1, P2, P3) d'un même lot en sortie de production, puis en fonction du cyclage thermique (cf. § II.2.2). En conséquence, puisque le protocole expérimental envisagé consiste à pratiquer l'enregistrement de courbes LASAT-2D en face avant pour différents états de cyclage (dont l'état initial), nous devons anticiper au mieux un nombre minimal de tirs laser pour chaque état. Ce choix est donc fait en fonction de la surface occupée par les taches blanches pratiquées au fur et à mesure des cycles (0, 10, 50, 100, 250 et 500 cycles a priori). Dans ce contexte et dans certains cas, on verra que des tracés de courbes LASAT-2D avec seulement deux points seront proposés pour l'analyse. En ce sens, on admet que l'étude de l'application de l'essai d'adhérence LASAT en face avant dans cette partie souffre en termes de statistique. Cette faiblesse du protocole retenu pour l'analyse est compensée par l'intérêt majeur qui consiste à pratiquer et comparer strictement des valeurs d'adhérence sur un même échantillon et ce, à différents états de vieillissements.

V.1.1 Plaques revêtues issues d'un même lot analysées par LASAT face avant

Les trois échantillons sélectionnés sont issus de deux barreaux d'AM1 différents (cf. Tableau V.1). L'orientation cristalline de ces deux barreaux est considérée identique après analyse par des observations métallographiques en coupe avec attaque chimique (cf. § II.1.2). Par contre, toutes les étapes de préparation de surface suivies des traitements de dépôt de sous-couche Ni(Pt)Al ont été réalisées dans les mêmes conditions pour les trois échantillons et simultanément dans la même enceinte pour l'EB-PVD de ZrO_2-Y_2O_3 . La morphologie des sommets de colonnes de la microstructure de la zircone EB-PVD a été vérifiée par une vue de dessus au MEB pour chacune des plaques. On ne retient pour cette étude que des échantillons qui présentent bien une microstructure colonnaire dite « fine » classées en type A ou type B dans la thèse de G. Fabre [FAB13] (cf. Figure II.7) et conformes aux caractéristiques morphologiques usuelles contrôlées industriellement.



Référence de l'échantillon	P1	P2	P3
Barreau d'AM1	X7976A	X7664A	X7976A
Type de microstructure	A	B	A-B

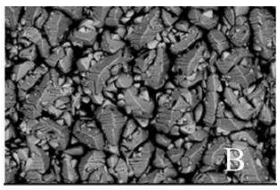


Tableau V.1 : Origine et classification des échantillons P1, P2, P3 (épaisseur AM1 = 1 mm)

Notons que l'échantillon P2 qui est issu d'un barreau différent des échantillons P1 et P3 est celui qui présente une microstructure de zircone de type B avec la présence assez marquée de germinations secondaires sur les colonnes principales tandis que les deux autres échantillons en sont soit exempts (type A) ou soit en faible quantité (entre type A et type B).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

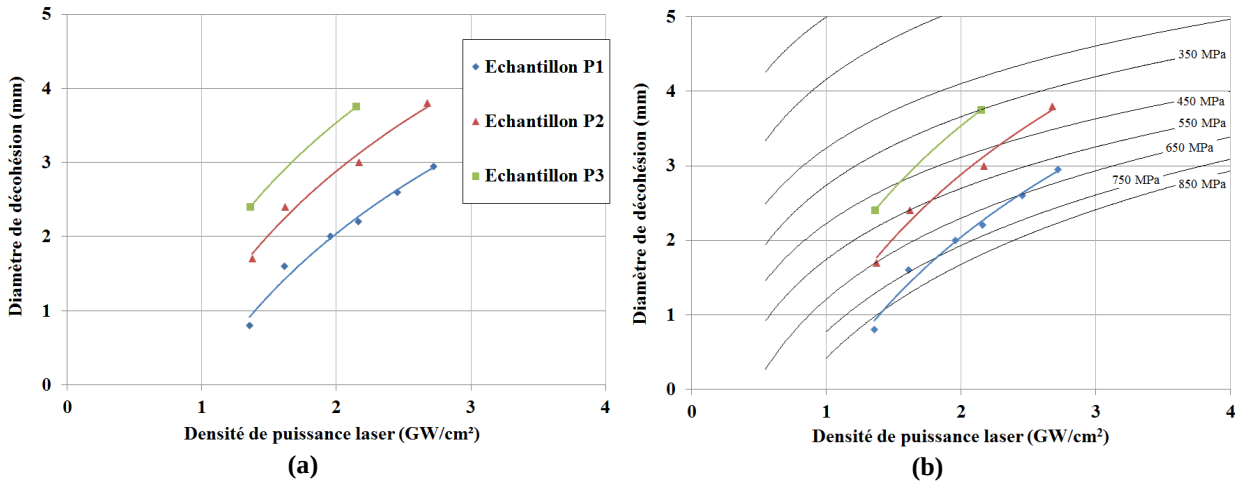


Figure V.1 : LASAT-2D en face avant de trois échantillons P1, P2, P3 issus du même lot à l'état brut de production : courbes LASAT-2D (a) ; courbes LASAT-2D et abaques simulés (b)

Les courbes LASAT-2D relatives aux échantillons P1, P2, P3 à l'état brut de fabrication sont données dans la Figure V.1. Le positionnement des courbes montre clairement une différence importante de l'adhérence entre ces trois plaques revêtues simultanément avec l'ordre suivant P1<P2<P3. Ces écarts traduisent des différences significatives de diamètres de fissures mesurées. Ici, les valeurs enregistrées peuvent varier de 0.5 à 1.5 mm entre deux échantillons pour un même choc laser. Il s'agit d'un résultat inattendu par rapport au schéma de travail initial qui se fondait plus sur l'étude d'échantillons supposés identiques pour les soumettre à l'analyse de la durée de vie en cyclage thermique (avec une statistique sur 3 échantillons). L'essai LASAT-2D révèle qualitativement une différence qu'il convient d'expliquer. G. Fabre a fait l'observation suivante lors de ses travaux de thèse : un décalage des courbes LASAT-2D (obtenues par des tirs en face arrière sur des échantillons issus d'un même lot) pouvait accompagner une différence flagrante du type de la microstructure de zircone issue d'une même fabrication. A supposer que l'adhérence fut identique d'une microstructure à l'autre, la différence de type de microstructure peut conduire à des variations des propriétés optiques de la zircone et donc des rendus de la tache blanche différents lors de l'essai LASAT. Cette hypothèse resterait à vérifier par la découpe et l'examen des tailles de fissures réelles dans les cas de microstructures différentes. Aussi, la microstructure de la zircone ainsi que sa porosité pourraient avoir une influence sur la propagation de l'onde de choc en atténuant son intensité dans le cas d'une zircone plus dense possédant une germination secondaire plus prononcée. Il faudrait alors connaître et mesurer les propriétés exactes sous choc en fonction de la microstructure. G. Fabre avait observé que les courbes LASAT-2D obtenues en face arrière étaient nettement décalées vers le bas (dépôt plus adhérent), dans le cas d'une microstructure de type B par rapport à une microstructure de type A. Rappelons que les résultats de G. Fabre sont issus de chocs réalisés en face arrière et que l'onde de choc responsable de la décohésion traverse dans ce cas deux fois la totalité de l'épaisseur de zircone (contre une seule fois en face avant). Ainsi, il n'est pas à exclure une éventuelle exacerbation du phénomène en configuration face arrière. (cf. Figure II.8). Dans notre cas, les positionnements des courbes ne reproduisent pas du tout cette logique basée sur la densité de la microstructure. En effet, c'est l'échantillon avec la microstructure la moins dense (P1-type A) qui présente la courbe la plus basse et la microstructure la plus dense (P2-type B) qui est en position intermédiaire. En général, on peut supposer

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

que la différence de type de microstructure de zircone est effectivement le témoin d'un chemin de fabrication différent. Cela peut donc affecter les caractéristiques mécaniques du système, et donc de l'adhérence que l'on cherche à mesurer. A travers la relation de l'essai LASAT en fonction de variations notables des microstructures de zircone, on montre plutôt la grande sensibilité de l'essai LASAT. Ainsi, dans notre cas nous avons bien 3 plaques d'adhérence différentes classées qualitativement en fonction des diamètres de fissures obtenus : σ (P1) > σ (P2) > σ (P3).

Cette classification qualitative de l'adhérence des échantillons est complétée par une quantification du niveau d'adhérence par superposition d'abaques numériques simulés selon le modèle sans endommagement présenté au chapitre III.4.2 (cf. Figure V.1.b). Si l'on considère que les 3 plaques ont une même adhérence, on peut s'interroger à nouveau sur l'incertitude absolue de la méthode fondée sur le tracé des courbes LASAT-2D. Si la reproductibilité de tirs LASAT sur un même échantillon est tout à fait satisfaisante (écart-type de 0,2 mm au diamètre des taches blanches), alors que les variations observées sur les fissures entre ces 3 différents échantillons sont de 1,5 mm au diamètre. On observe que les allures des abaques numériques ne rendent pas compte de manière exacte des allures des courbes expérimentales. Pour chaque échantillon, on est donc obligé d'utiliser plutôt un intervalle pour déterminer une valeur quantitative de l'adhérence. Il s'agit d'une tendance observée notamment en face arrière par Cuq-Lelandais dans sa simulation [CUQ10], dans laquelle le diamètre de fissure simulé était également sous-évalué aux faibles densités de puissance (cf. Figure I.33). L'échantillon P1 présenterait ainsi une résistance interfaciale comprise entre 600 et 850 MPa et l'échantillon P2 entre 400 et 650 MPa tandis que l'échantillon P3 serait avec une adhérence comprise entre 350 et 500 MPa. On note l'écart homogène entres les courbes qui permettent de classer les trois échantillons avec des écarts absolus très significatifs de -200MPa entre P2 et P1 et -150MPa entre P3 et P2, soit -350MPa entre P3 et P1. Ces écarts sont bien représentatifs d'échantillons avec une adhérence initiale très différente. Il serait alors nécessaire d'identifier les paramètres du procédé de dépôt susceptibles d'être à l'origine de cette variation. On peut penser que la position de l'échantillon dans l'enceinte EB-PVD, la qualité du sablage pourraient être particulièrement discriminants. Précisons toutefois que si une variabilité est de fait démontrée sur des échantillons plaque, elle n'induit en aucun cas forcément une même variabilité de l'adhérence sur pièce de forme industrielle. Ce point sera étudié dans le paragraphe VI.2.

Ces mesures d'adhérence basées sur un faible nombre de points expérimentaux (sauf P1) peuvent être sujettes à caution, mais la tendance semble bien établie et cela permet indirectement de montrer tout le potentiel de l'essai LASAT-2D même mené avec peu de points pour discriminer différentes interfaces supposées identiques et finalement très différentes. C'est un outil de choix pour le suivi de production qui aurait pu probablement ici être décliné en mode non destructif pour révéler l'échantillon le moins adhérent. Cependant, il se pose alors la question du choix d'un niveau d'adhérence absolu pris comme référence. L'échantillon P1 possède-t-il une adhérence particulièrement supérieure ou c'est l'échantillon P3 qui présente une adhérence trop faible ? Dans cette étude nous avons privilégié l'examen de l'évolution de l'adhérence avec le cyclage thermique au détriment probablement de la statistique nécessaire et à améliorer pour définir un état de référence. Cependant, il parait plus crucial de relier l'adhérence à l'état initial et la durée de vie en cyclage thermique. En d'autres termes, la classification établie à l'état initial par LASAT-2D peut-elle laisser présager de la durée de vie du système en cyclage thermique ? La classification qualitative de courbes LASAT-2D réalisées en face avant et l'estimation des niveaux de contrainte à rupture associés permettent donc de mettre en évidence une dispersion de l'adhérence de la céramique entre plusieurs échantillons issus du même lot de production.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

V.1.2 Plaques et pions revêtus issus de lots actuel et ancien analysés par LASAT face arrière

On souhaite éclairer les résultats précédents avec d'autres comparaisons déjà réalisées par LASAT sur l'état brut de dépôt EB-PVD. Il s'agissait d'une plaque et d'un pion fabriqués dans un même lot en 2010 et utilisés alors pour la mise au point de l'essai en face arrière. Pour ce faire, on extrait une plaque des échantillons relatifs à cette thèse (lot 2013) que l'on soumet au LASAT face arrière afin de poursuivre la comparaison directe (qualitative) de l'adhérence d'états bruts sur des échantillons de mêmes dimensions et de microstructures similaires. L'ensemble de ces 3 échantillons soumis à LASAT présentent une épaisseur totale de 2,2 mm, et sont revêtus de zircone identifiée comme de type B (cf. paragraphe II.1). En revanche, l'orientation cristallographique du substrat AM1 de ces 3 échantillons est différente. La normale à l'interface sur le pion de 2010 est orientée selon la direction <001> tandis que la normale sur la plaque 2013 est désorientée d'environ 10° par rapport à la direction <001>. L'orientation cristallographique de la plaque 2010 n'a malheureusement pu être vérifiée à l'origine de ces travaux. Le retour d'expérience industriel sur ce type d'échantillon à solidification dirigée indiquerait toutefois une variation peu importante de l'orientation secondaire du cristal (quelques dizaines de degrés) bien que non contrôlée de manière systématique. L'influence de l'orientation cristallographique sur la propagation des ondes de choc a été démontrée par Fabre [FAB13]. Toutefois dans le cas d'un choc de diamètre 3 mm pour une épaisseur de cible en AM1 de 2 mm, les effets de l'anisotropie sur le chargement à l'interface restent limités, et ce même pour les orientations cristallines <001> et <111> aux comportements mécaniques très éloignés. On pourra donc comparer de manière assez rigoureuse dans notre cas les différents échantillons et ce d'autant plus que leur désorientation relative (connue ou supposée) est faible. Les courbes LASAT-2D de la plaque et du pion 2010 et de la plaque 2013 sont données sur la Figure V.2.

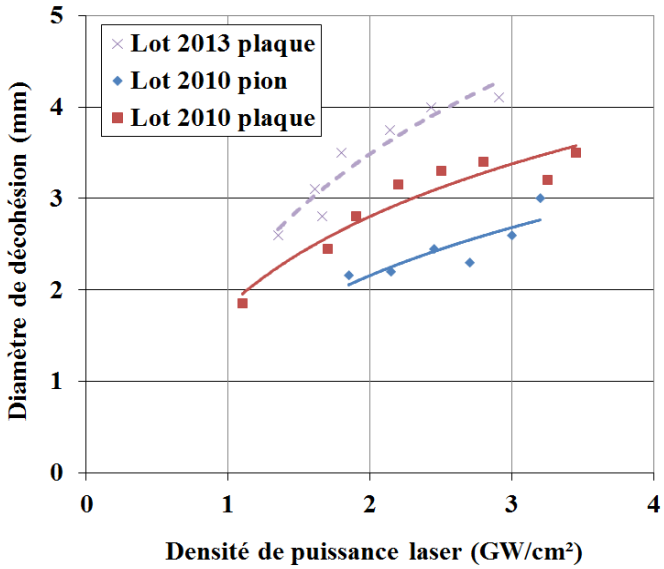


Figure V.2 : Courbes LASAT-2D en face arrière de deux lots matière distincts (épaisseur AM1 2 mm)

A partir de la Figure V.2, on montre une différence qualitative de l'adhérence entre les deux lots d'une part et entre la plaque et le pion du même lot d'autre part (résultat antérieur). Ceci est au détriment des

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

plaques et de celle du lot 2013 qui possède qualitativement l'adhérence la plus faible (pour une densité de puissance laser fixée, une fissure de plus grand diamètre est systématiquement mesurée pour la plaque du lot 2013). L'écart entre les différentes courbes est significatif avec une variation au diamètre de l'ordre de 0,8 mm pour un même choc. Si l'on ne compare alors que les deux échantillons à l'orientation cristallographique connue, le pion 2010 et la plaque 2013, alors on observe un grand écart entre les deux courbes LASAT-2D. S'agissant de ces deux substrats monocristallins désorientés uniquement d'une dizaine de degrés dans une seule direction, on ne imputer une telle différence à une modification de la pression de l'onde de choc en relation avec l'écart des propriétés mécaniques entre ces deux directions cristallographiques. Les résultats donnés dans la partie III.2.1 ayant démontré une bonne stabilité dans le temps de notre moyen d'essai, on met bien en évidence une différence d'adhérence de l'échantillon issu du lot 2013 qui présente une adhérence significativement inférieure à celui datant de 2010 (écart entre les deux courbes représentatif d'une différence de diamètre supérieure à 1 cm). La comparaison entre le pion et la plaque issus du lot 2010 montre également une différence entre les courbes LASAT-2D. Fabre n'avait pas observé de différence significative entre l'adhérence d'un pion et d'une plaque de microstructure identique [FAB13], comparaison pour laquelle l'orientation de la plaque n'avait également pas pu être définie. Il n'est pas à exclure que la plaque mesurée par Fabre soit orientée exactement de la même manière que les pions, et que dans notre cas la plaque testée sur la Figure V.2 soit très désorientée par rapport à la direction cristallographique <001>, ce qui expliquerait la divergence de ces résultats. Ce n'est pas l'hypothèse que l'on privilégiera ici. On sait que l'état de surface de la sous-couche métallique a une grande influence sur la tenue de la zircone. Les variations observées pourraient être dues à une variation des conditions de sablage qui est réalisé manuellement. La position des échantillons dans l'enceinte de dépôt EB-PVD peut également être un élément contribuant à cette variabilité. Les angles et temps d'exposition des échantillons par rapport au flux de vapeur peuvent en effet entrainer des modifications des mécanismes de croissance de la céramique associés à des gradients thermiques locaux. Une étude comparative destructive à l'état brut de production entre différents échantillons testés par LASAT présentant une forte disparité d'adhérence serait envisageable. Des coupes métallographiques nous renseigneraient alors sur les compositions chimiques de la sous-couche, l'épaisseur d'alumine de croissance, la rugosité initiale ainsi que les éventuelles variations qui pourraient être observées dans la structure des colonnes de zircone. La nature allotropique de l'alumine de croissance (α ou θ) pourrait également être vérifiée. Ces observations n'ont pas pu être menées sur les échantillons étudiés dans ces travaux, le plan d'essais privilégiant l'étude de l'évolution de l'adhérence lors du cyclage thermique.

V.1.3 Conclusions

Ces résultats d'analyse de l'adhérence sur des états bruts de production, bien que limités car pratiqués sur peu d'échantillons et dans certains cas avec peu de points montrent une variation très significative des niveaux d'adhérence. Par exemple pour les 3 plaques P1 P2 et P3 (cf. Figure V.1), ces niveaux peuvent être quantifiés dans une gamme variant de 350 MPa à 750 MPa si l'on se fonde sur les valeurs calculées à 2.0 GW/cm². On s'appuie rigoureusement sur des échantillons de mêmes épaisseurs et fabriqués en même temps par EB-PVD pour ces cas soumis à LASAT en face avant et en face arrière. Si l'influence de la microstructure de la céramique ou de l'orientation de l'AM1 peut entrainer un biais sur l'intensité de la pression de choc propagée, ces écarts significatifs, plutôt inattendus au départ pour le lot actuel, sont représentatifs de variations d'adhérence importantes dès le stade de la fabrication. On entrevoit ici un

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

potentiel important de l'essai LASAT-2D dans une optique de suivi de production qui pourrait être aussi non destructif. Un contrôle régulier de la production, même qualitatif, éventuellement à l'aide d'un pion ou d'une plaque témoin embarquée dans la fabrication et testée en quelques minutes pourrait être facilement envisagé. Dans un premier temps il faudrait vérifier la pertinence d'un tel suivi et dans un second temps envisager la possibilité de rebuter des pièces. Dans la suite de ce travail, on compare toujours des échantillons présentant une même géométrie, une microstructure des colonnes de zircone similaire, ainsi qu'une même orientation cristalline du superalliage.

V.2 Suivi de l'adhérence au cours du cyclage thermique jusque 500 cycles

L'essai LASAT-2D a été utilisé jusqu'à présent pour comparer l'état d'adhérence de 3 échantillons (P1, P2, P3) comparables entre eux car issus d'une même production. On a montré une différence importante de la tenue mécanique à l'état brut. En relation avec l'étude de l'innocuité ou de la nocivité de chocs laser sur ces échantillons, on dispose de données LASAT en fonction du nombre de cycles thermiques à 1100°C jusque 500 cycles maximum. On souhaite alors suivre qualitativement les courbes LASAT-2D et quantitativement la mesure d'adhérence correspondante à différents états de vieillissement. On néglige alors en première analyse les modifications du système barrière thermique induites par le cyclage thermique qui pourraient agir sur la propagation des ondes de choc et remettre en cause les hypothèses du modèle numérique correspondant (épaisseur d'alumine variable, rugosité croissante, porosité interfaciale croissante, densification de la zircone).

A la suite de ces expériences limitées par le nombre de points disponibles sur chacune des trois plaques et le fait que les échantillons supposés identiques se sont avérés différents en adhérence initiale, on propose une procédure particulière d'un suivi de l'adhérence au cours du cyclage sur un seul échantillon (P4) toujours issu du même lot de fabrication et de même épaisseur que les trois précédents. Cet échantillon est débité en 8 portions rectangulaires ($12 \times 15 \times 1$ mm^3). Chacune de ces portions est soumise à un essai LASAT mono-tir à 0 cycle (adhérence initiale) puis après interruption à différents nombres de cycles thermiques choisis jusque 500 cycles. Cette approche combinant LASAT et cyclage thermique interrompu permet de surcroît des observations des microstructures et interfaces post-mortem afin de mieux discuter l'évolution de l'adhérence qui est enregistrée.

Cinq états de vieillissement ont été étudiés en plus de l'état brut de production : 0 cycle puis 10, 50, 100, 250 et 500 cycles de 1h à 1100°C avec refroidissement sous air pulsé (cf. § II.2.2). On verra dans certains cas que les échantillons écaillent complètement avant d'arriver à 500 cycles. Même si le dispositif de ces essais de cyclage n'est pas standard par rapport aux essais industriels, les éléments d'observation collectés au sujet de l'écaillage nous permettent également de discuter la durée de vie en cyclage thermique des quatre échantillons considérés (P1, P2, P3, P4).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

V.2.1 A partir de courbes LASAT-2D sur 3 plaques initialement différentes

V.2.1.1 Evolution qualitative des adhérences jusque 500 cycles

Les courbes LASAT-2D obtenues en face avant selon les points disponibles sur trois échantillons P1, P2 et P3 (Figure V.1) pour différents états de vieillissement (10, 50, 100, 250, 500 cycles) sont rassemblées dans la Figure V.3 et comparées avec celles de l'état brut (0 cycle). Le cyclage de chaque échantillon a été interrompu et la plaque extraite du four entre chaque série de tirs. La dimension de chaque plaque (50 × 30 mm^2) et la réponse à 0 cycle (état brut) puis au fur et à mesure des interruptions nous a contraint à ajuster le nombre de tirs en fonction des tailles des taches blanches pratiquées (très différentes entre les 3 échantillons). Le protocole expérimental est donc adapté dans la perspective de préserver assez de place pour mener l'expérience jusque 500 cycles en privilégiant a priori les mesures à 250 et 500 cycles. On verra a posteriori que pour deux des trois plaques, l'écaillage complet est intervenu avant 500 cycles ce qui a limité les données LASAT recensées dans la Figure V.3. En revanche, indirectement, ces écaillages anticipés nous ont renseignés sur la tenue mécanique effective d'un échantillon à l'autre. Cette tenue à l'écaillage sur plaque peut en effet s'apparenter à la durée de vie mesurée par cyclage thermique.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

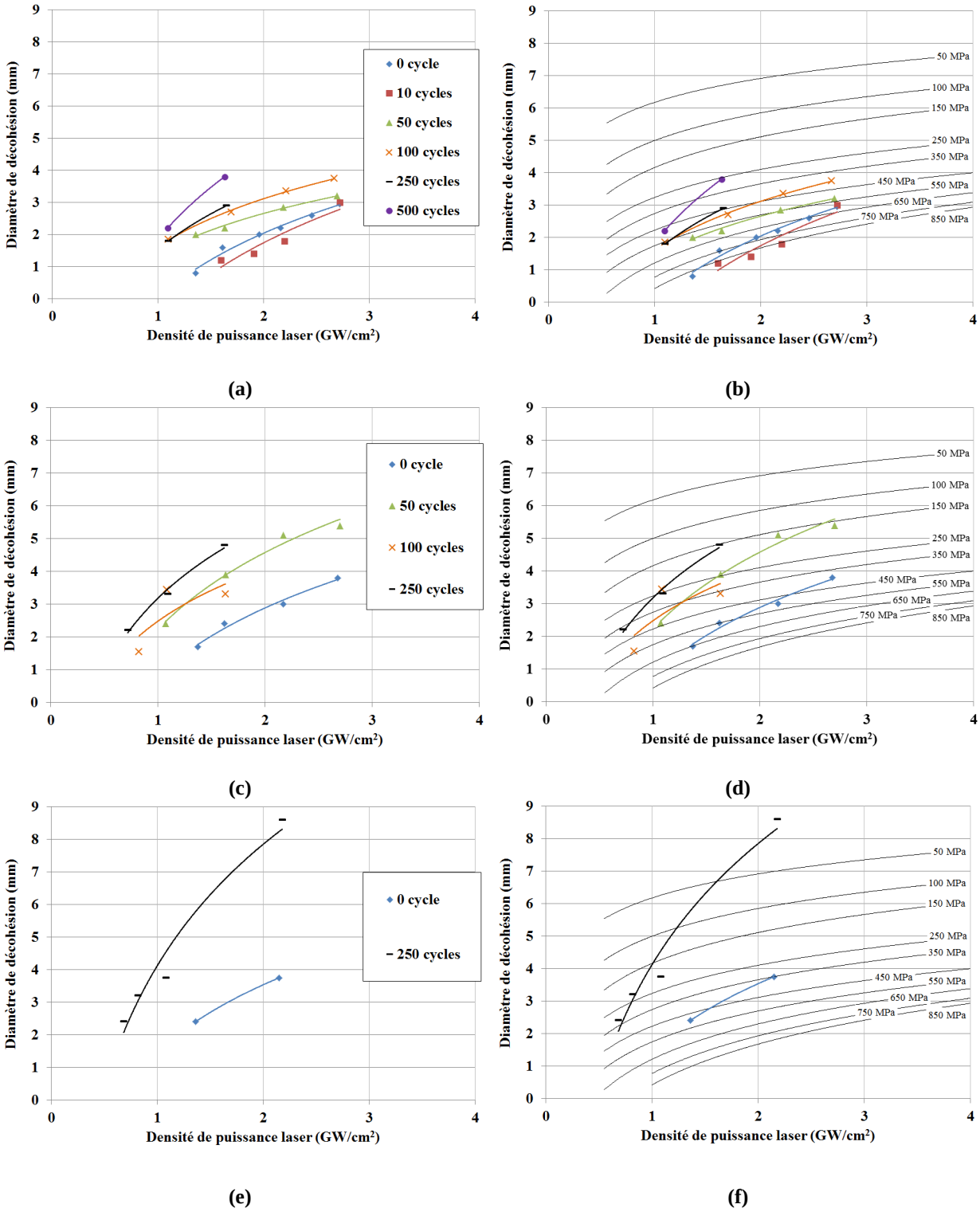


Figure V.3 : Courbes LASAT-2D réalisées pour différents états de vieillissement et superposition à l'abaque numérique simulés pour 3 échantillons : P1 (a, b), P2 (c, d), P3 (e, f)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

a) Echantillon P1

Les courbes LASAT-2D sont enregistrées pour 6 états de vieillissements pour l'échantillon P1 (Figure V.3.a). L'allure des courbes relatives aux états 10, 50 et 100 cycles est proche de celle obtenue pour l'état brut (0 cycle). La simple évolution de la position respective de ces courbes LASAT-2D traduit alors qualitativement une différence de résistance interfaciale du système. De plus, les allures des courbes étant proches, on peut supposer que le mode de rupture en fonction de l'intensité de choc reste semblable pour ces 4 états d'interface. L'allure des courbes LASAT-2D des états à 250 et 500 cycles est plus discutable à cause du faible nombre de points. L'allure de ces 2 courbes LASAT-2D et notamment de celle de l'état cyclé 500 cycles semble évoluer de manière différente des courbes précédentes. En effet, l'augmentation du diamètre de décohésion en fonction de la puissance délivrée (pente de la courbe) est beaucoup plus prononcée pour cet état le plus vieilli. On peut alors supposer que le mécanisme de rupture pour ces deux états cyclés 250 et 500 cycles est peut-être différent et ceci probablement en relation avec les caractéristiques de l'interface.

L'évolution de la résistance interfaciale du système peut alors être discutée. La courbe LASAT-2D de l'état 10 cycles située sous la courbe relative à l'état brut montre une amélioration du niveau d'adhérence après 10 cycles de 1h à 1100°C. Cet effet bénéfique sur l'adhérence du système s'accompagne de la multiplication par deux de l'épaisseur de la couche d'alumine (cf. § V.2.3). Précisons que la nature allotropique de l'alumine (α-Al_2O_3) n'est pas modifiée entre l'état brut de production et l'état cyclé 10 cycles. Ce renforcement de la tenue mécanique de l'interface peut aussi correspondre à une homogénéisation des contraintes internes et à une interdiffusion des éléments lors des premières heures à haute température. Une épaisseur d'alumine de l'ordre de 1 µm permettrait une meilleure adhérence entre la sous-couche métallique et la zircone céramique par rapport à la quantité présente à l'état brut de production (autour de 0,5 µm) qui se forme après seulement une trentaine de minutes à 1100°C lors du dépôt EB-PVD. La croissance de l'alumine pendant plusieurs heures à 1100°C ainsi que la diffusion d'espèces lors des premièers heures à chaud sont donc bénéfiques à l'adhérence du système barrière thermique. La courbe LASAT-2D de l'état vieilli 50 cycles est quant à elle située au-dessus des états bruts et 10 cycles. L'adhérence du système s'abaisserait donc rapidement après les premiers temps de cyclage (50 heures). La courbe de l'état 100 cycles est située également au-dessus de celle de l'état 50 cycles, ce qui traduit également une dégradation de l'état d'adhérence. Les courbes des états 250 et 500 cycles traduisent également une diminution de l'adhérence du système avec le temps de cyclage. Précisons cependant que les courbes relatives aux états 100 et 250 cycles sont très proches et peuvent être comprises dans l'incertitude de l'essai. On peut donc envisager que l'adhérence du système reste quasi-constante pendant cet intervalle de temps de cyclage.

b) Echantillon P2

L'échantillon P2 issu de la même production EB-PVD est choqué uniquement à 0, 50, 100 et 250 cycles (Figure V.3.c). L'écaillage précoce de l'échantillon avant 500 cycles ne nous a pas permis de réaliser la courbe LASAT-2D correspondant à cet état. L'allure des courbes LASAT-2D de l'échantillon P2 (Figure V.3.b) relatives aux 4 états de cyclage est cohérente avec ce qui a été observé sur l'échantillon P1 (Figure V.3.a). La pente de la courbe de l'état cyclé 250 cycles est plus prononcée que celle de l'état brut. On observe une classification qualitative de l'adhérence sur cet échantillon B du même ordre que ce qui a été

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

observé sur l'échantillon P1. La résistance interfaciale du système diminue dès les 50 premiers cycles. L'état 250 cycles présente une adhérence plus faible que l'état 50 cycles. Il semblerait cependant que sur cet échantillon l'adhérence ne soit pas modifiée entre 50 et 100 cycles, alors qu'un phénomène semblable était observé entre 100 et 250 cycles sur l'échantillon P1. La comparaison des courbes LASAT-2D des deux échantillons montre que l'échantillon P2 possède une adhérence plus faible que le P1. Il se pourrait alors que les phénomènes décrits pour l'échantillon P1 se produisent plus rapidement pour l'échantillon P2, ce qui expliquerait que l'éventuel « palier d'adhérence » envisagé pour P1 se reproduise pour P2 pour un nombre de cycle moindre, soit 50 et 100 cycles sur l'échantillon P2 contre 100 et 250 sur l'échantillon P1. Cette hypothèse peut également être appuyée par le fait que l'échantillon P2 a complètement écaillé plus tôt que l'échantillon P1.

c) Echantillon P3

L'échantillon P3 également issu de la même production EB-PVD est choqué uniquement à 0 et 250 cycles (Figure V.3.e). L'écaillage précoce de l'échantillon avant 400 cycles ne nous a pas permis d'effectuer les tirs LASAT correspondant à cet état de vieillissement. L'allure de la courbe LASAT-2D de l'échantillon P3 (Figure V.3.e) correspondant à l'état brut de production est en accord avec les courbes obtenues sur les échantillons P1 (Figure V.3.a) et P2 (Figure V.3.c). La courbe réalisée à l'état 250 cycles est située nettement au-dessus de celle de l'état brut, traduisant ainsi qualitativement la plus faible adhérence de ce dernier état cyclé enregistré avant écaillage. Le point réalisé à densité de flux laser de 2,2 GW/cm^2 à l'état 250 cycles met en évidence une allure très différente de la courbe LASAT-2D pour cet état vieilli. La pente de la courbe tracée par une fonction logarithmique est alors bien plus importante. Il est possible que l'utilisation d'une régression logarithmique ne soit plus aussi pertinente pour cet échantillon vieilli. Si cette tendance peut être confirmée par des observations complémentaires sur d'autres échantillons, on pourrait utiliser une régression exponentielle pour les états vieillis. On peut penser que la tendance observée sur les échantillons vieillis pour les plaques P1 et P2 concernant l'augmentation de la pente des courbes LASAT-2D pourrait être amplifiée si d'autres points avaient pu être réalisés pour des fluences plus élevées.

V.2.1.1 Evolution quantitative des adhérences jusque 500 cycles

a) Echantillons P1, P2 et P3

L'évolution de l'adhérence du système barrière thermique par l'établissement de courbes LASAT-2D peut alors être confrontée aux abaques numériques établis dans le paragraphe III.4.2 (cf. Figure III.43) dans le but de déterminer des valeurs quantitatives de résistance interfaciale à différents états de vieillissement. L'adhérence de l'échantillon P1 est évaluée (Figure V.3.b). L'échantillon possèderait une résistance interfaciale à l'état brut de production comprise entre 600 et 850 MPa. Elle augmenterait ensuite d'environ 50 MPa après 10 cycles. Elle ne serait plus que comprise entre 550 et 600 MPa après 50 cycles de 1h à 1100°C. A l'état 100 cycles l'adhérence de l'échantillon serait comprise entre 400 et 550 MPa. A l'état 250 cycles (courbe très proche de l'état 100 cycles) la résistance interfaciale du système serait également de l'ordre de 450 MPa en moyenne. L'état le plus vieilli (500 cycles) indiquerait une adhérence comprise

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

entre 250 et 450 MPa. La céramique est encore complètement adhérente à ce stade, on peut donc indiquer qu'une résistance interfaciale évaluée à 250 MPa représenterait un état vieilli avec une adhérence encore acceptable. L'adhérence de l'échantillon P2 est évaluée sur la Figure V.3.d. Evaluée entre 400 et 650 MPa à l'état brut de production, elle ne serait plus que comprise entre 150 et 450 MPa après 50 cycles. A l'état 100 cycles, la résistance interfaciale de l'échantillon se situerait entre 300 et 450 MPa. Elle diminuerait ensuite pour être comprise entre 150 et 350 MPa après 250 cycles. L'échantillon P3 est confronté aux abaques sur la Figure V.3.f. A l'état brut, son adhérence est comprise entre 350 et 500 MPa. Après 250 cycles, l'allure de sa courbe LASAT-2D indiquerait une résistance interfaciale située entre 25 et 400 MPa. La courbe représentant cet état cyclé 250 cycles est toutefois très éloignée de l'allure des abaques numériques, les valeurs d'adhérence sont données à titre indicatif.

L'ensemble des courbes LASAT-2D réalisées en face avant et comparées aux abaques numériques montre une évolution du diamètre de fissure avec la densité de flux laser plus importante sur les données expérimentales que sur les valeurs numériques. On observe une sous-évaluation du diamètre de fissure aux basses fluences contre une sur-évaluation aux fortes densités de puissance, indépendamment de l'état de cyclage. L'intervalle d'adhérence donné est à mettre en perspective avec l'incertitude de mesure expérimentale en fonction du niveau d'adhérence correspondant. Pour un échantillon de résistance interfaciale théorique de l'ordre de 750 MPa (cas de l'état brut pour l'échantillon P1 sur la Figure V.3.b) l'intervalle de précision de +/- 0,15 mm sur le diamètre de mesure du diamètre se traduit intrinsèquement par une incertitude de +/- 65 MPa sur l'adhérence. Dans le cas d'un échantillon de résistance interfaciale théorique autour de 300 MPa (état cyclé 50 cycles pour l'échantillon P2 sur la Figure V.3.d), l'incertitude de la mesure de diamètre ne correspond plus qu'à une incertitude de +/- 25 MPa sur l'adhérence interfaciale. Ainsi, les écarts relatifs entre les points expérimentaux et les courbes simulées peuvent correspondre à deux cas de figure. Pour les échantillons présentant une résistance interfaciale élevée (550 MPa en moyenne et plus), la détermination d'une valeur d'adhérence à +/- 100 à 125 MPa est acceptable, l'incertitude sur les mesures expérimentales étant de l'ordre de 65 MPa. En revanche, pour les échantillons présentant une résistance interfaciale faible (350 MPa en moyenne et moins), la détermination d'une valeur d'adhérence à +/- 100 à 175 MPa est très importante par rapport à l'incertitude expérimentale de seulement +/- 25 MPa. Il convient donc de remettre en question le modèle numérique qui ne rend pas compte des phénomènes de fissuration observés pour les échantillons de faible adhérence.

b) Limites du calcul numérique et du modèle de rupture

Précisons que le modèle numérique présente une incertitude sur le profil de chargement mécanique initial. La calibration du laser du Centre des Matériaux a été effectuée sur une cible métallique d'aluminium avec un confinement eau. La largeur du pic à mi-hauteur a donc vraisemblablement été sous-évaluée du fait de l'application du laser sur un ruban adhésif vinylique noir comme montré par Gay [GAY11]. De même l'effet du milieu de confinement adhésif transparent n'a pas pu être pris en compte. Ces deux éléments peuvent notamment expliquer les imprécisions du modèle. La dérive du modèle pour les échantillons de faible adhérence et/ou vieillis peut être reliée à différents éléments. Le vieillissement du système s'accompagne d'une modification des propriétés mécaniques de la zircone (densification de la céramique : diminution de la porosité), ainsi que d'une augmentation de la rugosité de l'interface (rumpling). Le modèle d'une interface plane et totalement cohérente entre l'alumine et la zircone ne serait alors plus représentatif de l'état du système. La rupture mécanique considérée ici est purement de type I (cf. § I.2.1

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

et Figure I.12). Il n'est pas à exclure une rupture mixte mode I / mode II comme on peut l'observer sur ces mêmes systèmes lors de l'écaillage en statique. Dans notre cas on observe numériquement que l'amplitude de l'onde de traction à l'interface selon le mode II de fissuration est évaluée à environ 66% de la traction maximale à l'interface selon le mode I. Cette contribution du mode II de fissuration reste constante pour les différentes densités de puissance laser simulées, au centre comme en périphérie du choc. On ne peut donc pas a priori attribuer la sur- ou sous-évaluation de la résistance interfaciale à ce paramètre. La détermination des diamètres de fissure dans notre modèle se base sur le calcul du maximum de contraintes à l'interface. Aucun critère d'endommagement et a fortiori endommagement dynamique n'a été implanté dans le calcul. La méthodologie employée reste convenable si le phénomène de fissuration s'effectue en une seule étape (création instantanée de la totalité de la fissure lors du retour de l'onde principale après sa réflexion en surface libre). Dans l'hypothèse qu'une fissure ait pu se créer lors de l'aller (poche de traction traversant l'interface immédiatement après l'onde principale en compression), une fissuration en deux étapes (onde de traction à l'aller et lors du retour) n'est pas à exclure. Auquel cas, on peut s'interroger sur la résultante finale d'une fissuration engendrée par une onde au retour sur une petite fissure déjà crée à l'aller. Il s'agirait d'un mécanisme se produisant uniquement sur les systèmes de plus faibles adhérences pour lesquels l'onde de traction aller est suffisamment intense pour créer une fissure de petite taille. En perspective de cette thèse, on pourrait réaliser des essais sur un matériau école métal/céramique de résistance interfaciale plus faible afin de pouvoir bien discriminer les deux mécanismes évoqués. Cela permettrait de valider ainsi expérimentalement les mécanismes de rupture envisagés et leurs domaines respectifs selon les chocs appliqués qui resteraient à corréler ensuite avec une simulation avec endommagement.

c) Conclusions

Ces résultats demandent à être complétés avec d'autres échantillons et pour des temps de cyclage plus importants jusqu'à écaillage pour tous les échantillons. A partir d'un panel d'échantillons représentatifs on pourrait ainsi déterminer un état d'adhérence de référence à l'état brut et déterminer les cinétiques de vieillissement propres à chaque échantillon. Ainsi grâce à cette courbe LASAT-2D de référence, il serait possible d'effectuer des classifications qualitatives des échantillons par comparaison de leur courbe LASAT-2D propre. L'application d'un choc LASAT sur système vieilli doit toutefois être effectuée avec discernement par rapport à l'état de dégradation présumé du système. On a souhaité reproduire sur un même échantillon les mêmes conditions de choc à différents états de vieillissement (état brut, 250 et 500 cycles) afin d'obtenir des données pour les états vieillis dont on n'a obtenu en général que 2 à 3 mesures (Figure V.3.a et Figure V.3.c).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

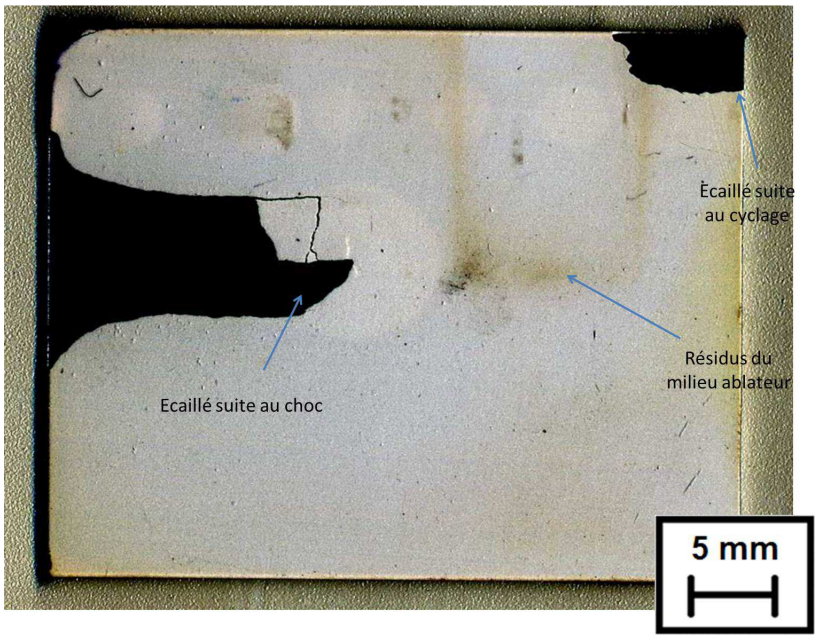


Figure V.4 : Observation de l'échantillon P3 vieilli 250 cycles après application d'un choc à 2,2 GW/cm^2

Suite à un tir en face avant à 2,2 GW/cm^2 sur l'état vieilli 250 cycles, on obtient notamment une tache blanche de 8,6 mm de diamètre qui s'accompagne également de l'écaillage d'une partie de la céramique décollée suite au choc mais aussi de la zircone adhérente à proximité (Figure V.4). Précisons que la céramique était en apparence bien cohérente avec le substrat, les autres tirs effectués aux densités de puissance laser plus faibles n'ont pas entrainé d'écaillage. On met ici en évidence un cas extrême de délamination suite à un tir en face avant. Il semblerait que la création d'une fissure de diamètre 8,6 mm soit préjudiciable à la tenue de la zircone. Il convient donc de se limiter à des densités de puissance inférieures à 2 voire 1,5 GW/cm^2 pour les états les plus vieillis qui permettraient d'éviter un écaillage précoce du système vieilli.

V.2.1.2 Comparaison des adhérences après 250 cycles

Suite aux essais menés à l'état brut de production sur les 3 échantillons dans la section V.1.1, on souhaite comparer le comportement respectif de ces systèmes lors du vieillissement par cyclage thermique. Il s'agit de vérifier si la différence d'adhérence et la classification observée à l'état initial par LASAT-2D entre ces 3 échantillons évolue lors du vieillissement du système.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

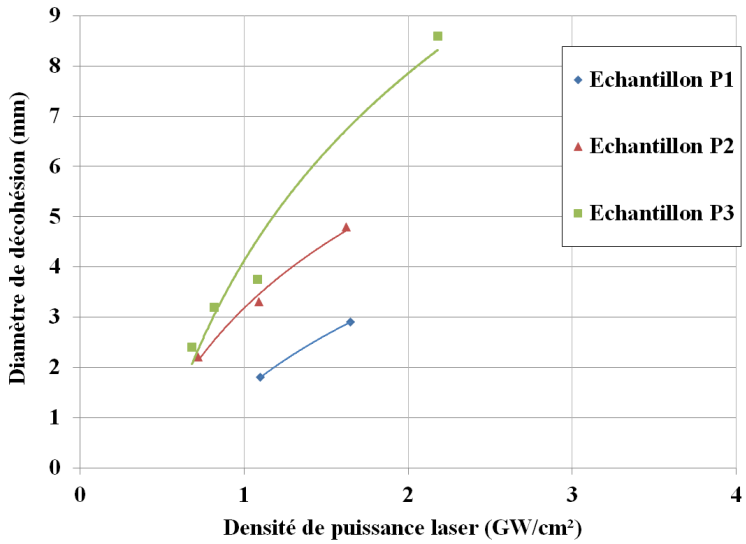
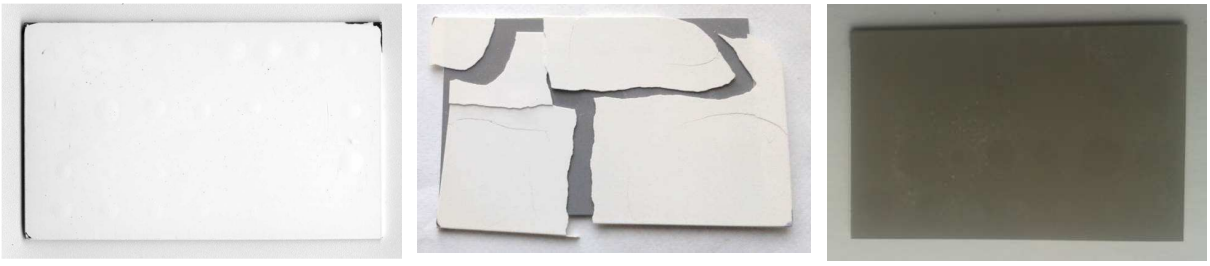


Figure V.5 : Courbes LASAT-2D réalisées sur 3 échantillons vieillis 250 cycles

Les courbes LASAT-2D obtenues après 250 cycles sont reprises sur la Figure V.5 et peuvent être mises aussi en comparaison avec celles réalisées sur ces mêmes échantillons à l'état brut (cf. § V.1.1 et Figure V.1). La courbe de l'échantillon P3 présentant l'adhérence la plus faible à l'état initial reste au-dessus de celles des autres échantillons après 250 cycles, ce qui traduit toujours une adhérence relative plus faible à 250 cycles. Après vieillissement les courbes des échantillons P2 et P3 restent relativement proches, mais leur écart moyen en diamètre (0,4 mm) reste supérieur au double de l'incertitude de mesure (0,15 mm). La classification qualitative de ces échantillons de faible adhérence reste possible. On observe le même classement de l'adhérence entre les 3 plaques à l'état brut de production et après 250 cycles. On peut alors envisager que les vitesses de dégradation de l'adhérence propres à chaque échantillon sont assez proches. L'échantillon P1 présentant la meilleure adhérence à l'état initial présente toujours la meilleure adhérence relative après 250 cycles.

Les classifications des niveaux d'adhérence des échantillons à l'état brut et vieillis 250 cycles peuvent être mises en relation avec la durée de vie de la barrière thermique (tenue à l'écaillage) qui est évaluée par cyclage thermique pour des temps de cyclage au-delà de 250 cycles et 500 cycles au maximum. Les trois échantillons ont été cyclés jusqu'à 500 cycles de 1h à 1100°C. Les résultats sont présentés sur la Figure V.6.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



(a) Echantillon P1 après 500 cycles (b) Echantillon P2 après 500 cycles (c) Echantillon P3 après 400 cycles

Figure V.6 : Observations macroscopique en vue de dessus des échantillons en fin de cyclage

La classification des niveaux d'adhérence effectuée après 250 cycles est respectée suite au cyclage thermique. L'échantillon P1 reste adhérent après 500 cycles. L'échantillon P2 a écaillé à 500 cycles, alors que l'échantillon P3 identifié comme celui avec la moins bonne adhérence a écaillé totalement lors du refroidissement à 400 cycles. L'échantillon P1 identifié dès l'état initial comme celui présentant la meilleure adhérence possède encore après 500 cycles une zircone cohérente. L'essai LASAT nous permet donc d'établir une classification de niveaux d'adhérence, à l'état brut de production, comme à l'état vieilli. Cette classification semble pouvoir être mis en relation avec la durée de vie à écaillage du système barrière thermique. L'essai LASAT en face avant caractérise donc bien la résistance interfaciale du système et reproduit une classification de niveau d'adhérence équivalente à la durée de vie observée à l'écaillage du système. Une courbe LASAT située vers les plus grands diamètres traduirait donc une plus faible durée de vie restante avant écaillage.

Ces résultats bien qu'incomplets et nécessitant un plus grand panel d'échantillons pour en assurer la robustesse sont toutefois un indicateur fort sur la relation entre essai LASAT-2D et durée de vie par cyclage thermique. L'essai LASAT serait en mesure d'identifier des échantillons de plus faible durée de vie. Avec une base de données suffisamment représentative, il pourrait même être envisageable d'estimer la durée de vie en cyclage thermique d'un échantillon dès sa sortie de production.

V.2.2 A partir d'un essai LASAT mono-tir

Dans une optique de contrôle de l'adhérence sur pièce industrielle (contrôle non destructif), la philosophie de l'essai n'est pas de mesurer une adhérence moyenne à partir d'un grand nombre de mesures, mais au contraire de pouvoir détecter très rapidement les pièces défaillantes. On souhaite alors évaluer une procédure de mesure d'adhérence mono-tir sur plaque qui pourrait être appliquée sur pièce revêtue. On utilise pour cela l'échantillon P4 sur lequel un seul tir sera effectué à chaque état cyclé (Figure V.8). On cherche à montrer si la classification établie par les courbes LASAT-2D peut être retrouvée à partir d'un seul choc. Ainsi, il deviendrait envisageable de déterminer le niveau d'adhérence d'un échantillon à partir d'une seule mesure de tache blanche.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'échantillon P4 a été préparé selon une procédure spéciale (Figure V.7) afin de pouvoir effectuer des observations post-mortem des zones choquées par LASAT à différentes durées de cyclage. Ces observations en microscopie seront présentées dans le paragraphe V.2.3.

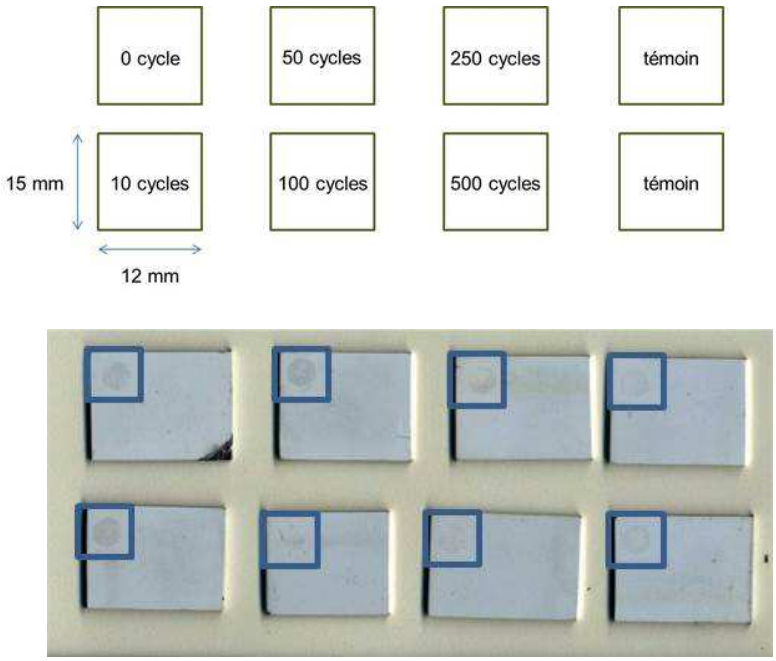


Figure V.7 : Plan de découpe de l'échantillon P4 et identification du choc de contrôle (1,61 GW/cm^2) effectué sur chaque élément résultant

Un tir LASAT de contrôle (à 1,61 GW/cm^2) a été effectué en face avant sur chaque sous-plaque à l'issu de la découpe à la scie à fil de l'échantillon P4. La tache blanche créée est alors mesurée à 2,95 +/- 0,17 mm de diamètre. On évalue ainsi une adhérence à l'état initial de l'ordre de 450 MPa. Ces résultats sont cohérents avec les mesures réalisées dans le paragraphe III.2.1.2, pour lequel un mono-tir effectué à 2,72 GW/cm^2 a conduit à l'apparition de taches blanches mesurées à 3,99 +/- 0,20 mm de diamètre (cf. Figure III.17). On vérifie bien l'homogénéité de l'adhérence sur l'ensemble de l'échantillon P4. De plus on démontre également que la découpe effectuée n'a pas introduit une quelconque variation des propriétés d'adhérence d'un élément découpé à un autre.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

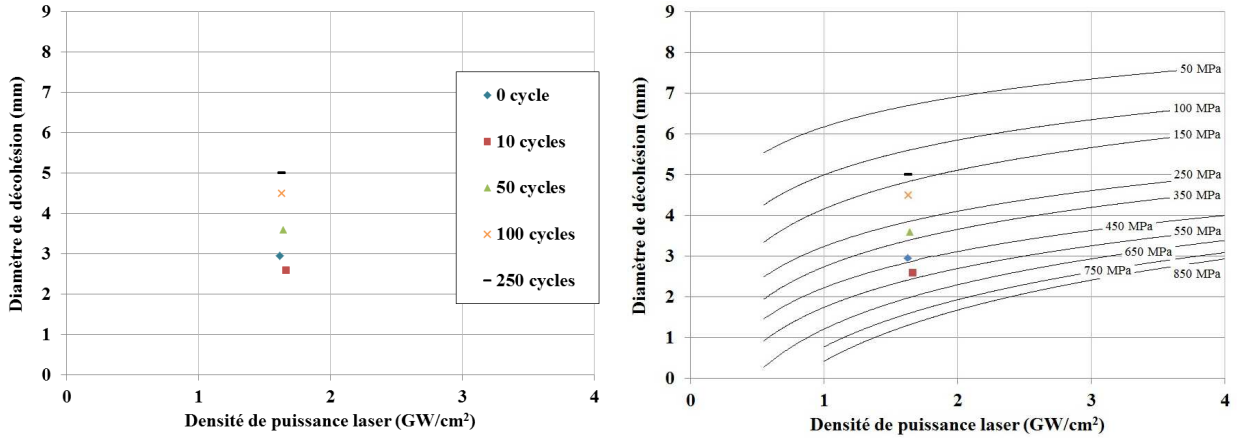


Figure V.8 : Essai LASAT mono-tir sur l'échantillon P4 à différents états de cyclage

Cinq tirs ont été effectués sur l'échantillon P4 (Figure V.8), un à chaque état de vieillissement (état brut, cyclé 10, 50, 100 et 250 cycles). Les 5 tirs ont mené à l'apparition d'une tache blanche. La procédure n'a pas pu être poursuivie à l'état 500 cycles, l'échantillon ayant écaillé à la suite du tir effectué. Ces tirs permettent de déterminer l'évolution de l'adhérence en fonction du cyclage thermique de la même manière que ce qui a été réalisé dans le paragraphe V.2.1.1 avec les courbes LASAT-2D. On considère qu'à densité de puissance laser identique une décohésion de plus grand diamètre correspond à une adhérence plus faible. On observe donc une amélioration de l'adhérence sur cet échantillon P4 après 10 cycles, de la même manière que ce qui a été observé sur l'échantillon P1 (cf. Figure V.3.a). A l'état cyclé 50 cycles, la résistance interfaciale du système est diminuée par rapport à l'état brut de fabrication. L'adhérence continue de décroître avec le cyclage thermique après 100, puis 250 cycles. Contrairement au comportement observé sur les échantillons précédents P1 et P2, on ne retrouve pas de « palier d'adhérence ».

Un seul tir LASAT serait donc susceptible d'évaluer le niveau de résistance interfaciale du système. On propose alors de tracer à iso-densité de puissance laser (1,6 GW/cm^2 dans notre cas), l'évolution du diamètre de fissure en fonction du nombre de cycles (Figure V.9).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

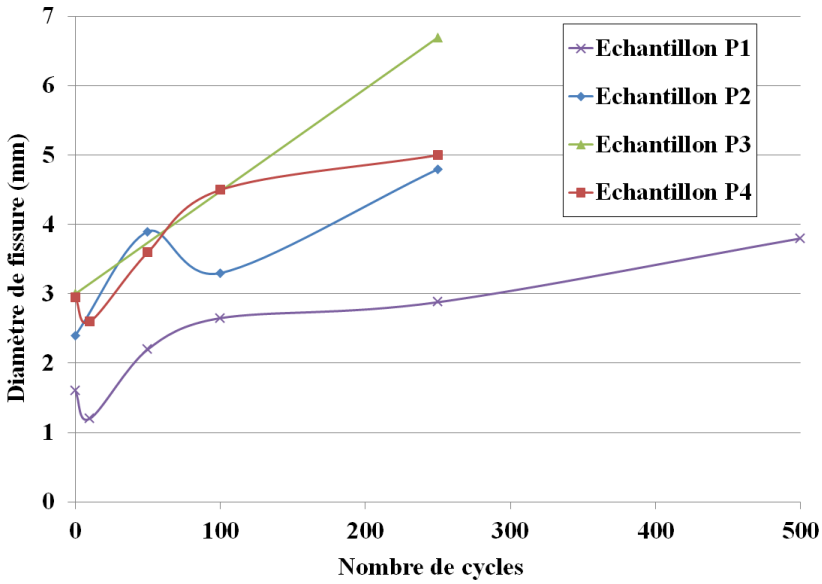


Figure V.9 : Evolution du diamètre de fissure pour les échantillons P1 à P4 en fonction du nombre de cycles

Cette représentation permet une évaluation qualitative des cinétiques de dégradation de l'interface en fonction de l'état de cyclage. Après une phase transitoire d'environ 100 cycles pendant laquelle l'adhérence varie rapidement, on observe un régime d'endommagement régulier qui est observé pendant 400 cycles sur l'échantillon P1 et 150 cycles sur les échantillons P2 et P4 (Figure V.9). Il s'agit d'un comportement dans le temps qui n'est pas sans rappeler celui du fluage. Par analogie avec ce dernier, on aurait donc un mode d'endommagement primaire (évolutions et variations rapides des diamètres de fissure) évalué à moins de 100 cycles dans notre cas. Le mode d'endommagement secondaire de plusieurs centaines de cycles correspondrait au palier pendant lequel le diamètre de décohésion n'évolue que très peu. Enfin le mode d'endommagement tertiaire se traduit par une variation exponentielle des diamètres de tache blanche et correspond à la ruine imminente du système. Ce dernier régime est difficile à observer du fait de la faible durée entre la détection de l'instant à partir duquel on change de mode et l'écaillage de la céramique. De plus la réalisation de taches blanches de grand diamètre sur un échantillon très endommagé risque de précipiter son écaillage complet. C'est ce qui s'est produit sur l'échantillon P4 à l'état 500 cycles. La céramique adhérente lors de la sortie du four a écaillé totalement suite au tir LASAT. En supposant qu'une fissure circulaire débouchant sur 3 surfaces libres (bords de l'échantillon) et donc inscrite au sens géométrique dans un parallélépipède rectangle (Figure V.10) a de très fortes chances d'entrainer l'écaillage complet de l'échantillon, on peut extrapoler et considérer qu'une fissure d'un diamètre minimal de 12 mm a été créée.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

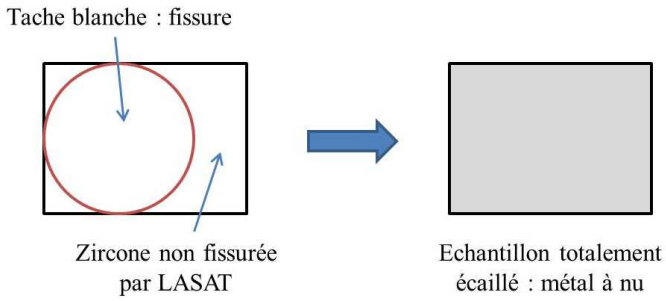


Figure V.10 : Schéma de fissure de grand diamètre créée par LASAT : hypothèse de l'écaillage complet de l'échantillon

On peut dès lors compléter la courbe correspondant à l'échantillon P4 sur la Figure V.9. L'ajout de ce point nous permet ainsi de définir sur l'échantillon P4 les trois domaines de comportement sur la Figure V.11.

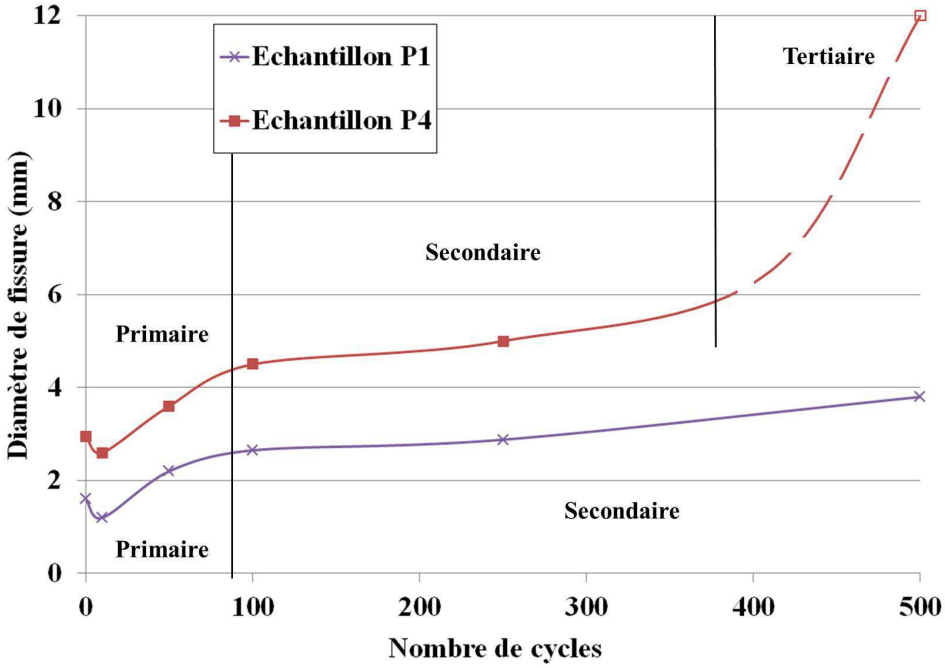


Figure V.11 : Evolution des diamètres de fissure et identification des modes d'endommagement pour les échantillons P1 et P4

Le nombre de tirs effectués sur les deux échantillons P1 et P4 nous permet de proposer une délimitation des différents domaines identifiés (Figure V.11). Pour ces deux plaques, l'endommagement en mode primaire durerait un peu moins de 100 cycles. La durée du mode secondaire serait de plus de 400 cycles pour P1, contre environ 300 cycles pour P4. Le mode d'endommagement tertiaire n'a pas été atteint pour l'échantillon P1. Il serait observé aux alentours de 400 cycles pour l'échantillon P4. L'interprétation des données pour les échantillons P2 et P3 reste difficile du fait du plus faible nombre de points de mesure.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les données partielles en notre possession (Figure V.9) semblent indiquer une durée équivalente du mode primaire (environ 100 cycles) pour l'échantillon P2. Elles pourraient suggérer une apparition du mode tertiaire dès 250 cycles pour P3. Cette interprétation qualitative de l'évolution de la résistance interfaciale en fonction du cyclage thermique pourrait être reliée à des valeurs numériques d'adhérence. On trace pour cela les abaques numériques simulés (cf. Figure V.3 et Figure V.8).

L'association des points expérimentaux avec les courbes simulées numériquement nous permet d'évaluer un niveau d'adhérence de la céramique à différents états de cyclage. Comme observé et discuté précédemment (cf. § V.2.1.1) le modèle numérique nous donne des valeurs approchées. On choisira d'indiquer par la suite une valeur moyenne d'adhérence pour chaque courbe LASAT-2D. Cette valeur donnée à titre indicatif sera par exemple de 750 MPa pour un échantillon dont l'adhérence a été estimée entre 650 et 850 MPa. L'échantillon P4 aurait donc ainsi une résistance interfaciale de 400 MPa (cf. Figure V.8) à l'état initial. Il s'agit d'un niveau d'adhérence faible en comparaison avec l'échantillon P1 notamment pour lequel on avait 750 MPa (cf. Figure V.3). La représentation de l'évolution de la résistance interfaciale des quatre échantillons P1 à P4 est donnée à titre indicatif sur la Figure V.12.

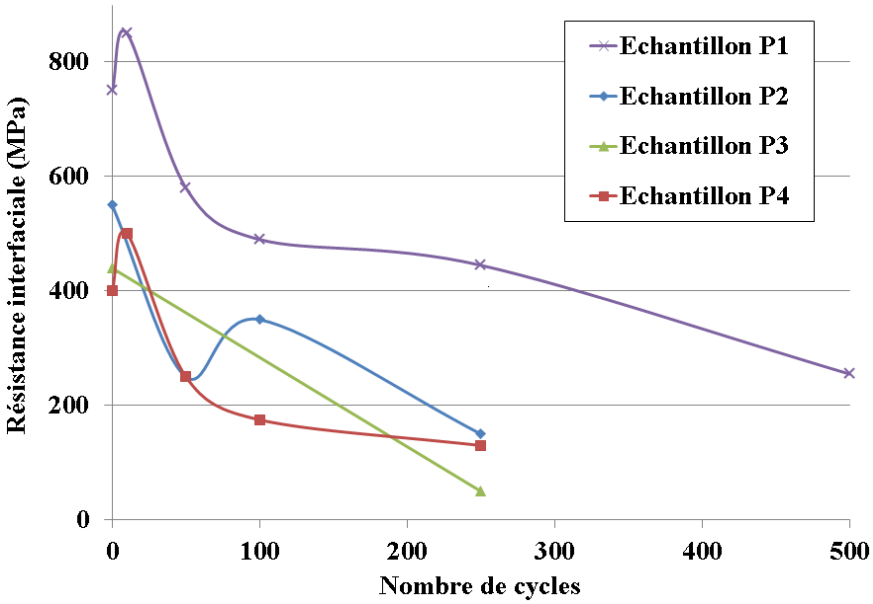
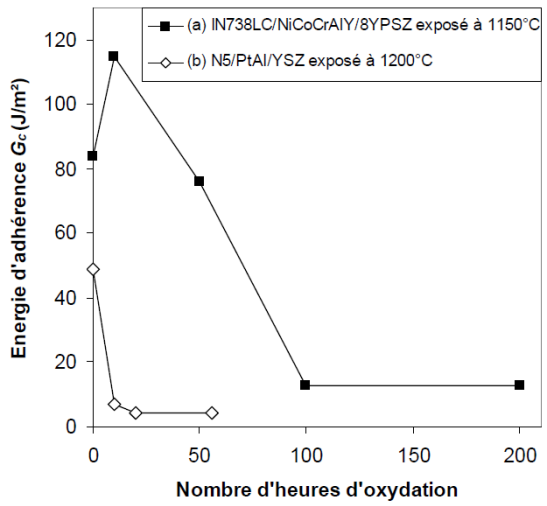


Figure V.12 : Evolution de l'adhérence du système barrière thermique : observations expérimentales et perspectives

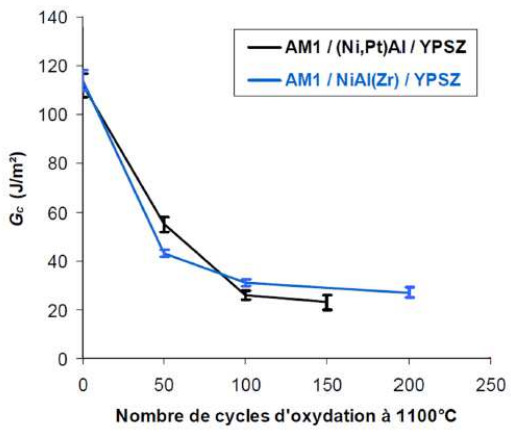
L'écaillage de la céramique correspond sur le graphe à une résistance interfaciale nulle. A partir de ces courbes expérimentales, on peut émettre l'hypothèse que l'échantillon P3 se rapproche d'un éventuel écaillage. Ce graphe pourrait ainsi permettre de situer l'état d'avancement de la dégradation de l'interface cyclée. Expérimentalement rappelons que l'échantillon P3 a écaillé lors de sa sortie du four après 400 cycles, P2 après 500 cycles. P4 n'a pas écaillé lors de sa sortie du four à 500 cycles (seulement après un tir LASAT) et P1 n'a ni écaillé lors de l'interruption de son cyclage à 500 cycles, ni après 2 tirs LASAT (dont l'un effectué à la même densité de puissance que celui qui a écaillé P4). La nette supériorité de l'adhérence de P1 par rapport aux autres échantillons est établie dès l'état initial : on peut imaginer que cet échantillon puisse être dispensé de cyclage. L'établissement d'une classification entre les 3 autres

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

échantillons qui serait conforme à la classification en durée de vie à l'écaillage nécessiterait un temps de cyclage de 250 cycles. Ces résultats sont à mettre en perspective avec plusieurs études d'évolution de l'adhérence du système barrière thermique [VAS01, KIM07, THE07] présentées sur la Figure V.13.



(1) Essai de cisaillement d'interface par compression [KIM07] et essai d'indentation normale [VAS01]



(2) Mesures par flexion 4 points sur deux systèmes BT [THE07]

Figure V.13 : Evolution de l'adhérence au cours du vieillissement de plusieurs systèmes barrière thermique pour différentes méthodes d'essai

On retrouve dans les études sur l'évolution de l'adhérence en fonction du cyclage thermique une tendance proche de celle observée dans cette thèse. Cependant les conditions de vieillissement (isotherme pour la Figure V.13.1), la nature de la sous-couche (NiCoCrAlY pour [KIM07]) sont à prendre en compte avant de comparer les différents essais. Les essais en cyclage thermique par flexion 4 points menés par Théry [THE07] montrent une bonne correspondance avec l'allure des courbes obtenues dans cette thèse.

A partir de ce type de données il deviendrait possible d'extrapoler un potentiel de cyclage restant pour chaque échantillon. Aujourd'hui, lors du cyclage effectué en conditions industrielles, l'unique observable est l'apparition d'une zone écaillée, ce qui immobilise un four de cyclage pour une durée minimale d'un mois. Pour reprendre le cas présenté, une utilisation combinée du cyclage thermique et de l'essai LASAT pourrait permettre de réduire le temps d'immobilisation d'un four. On passerait de 4 échantillons cyclés pendant 600 cycles environ, voire plus, à seulement 3 échantillons cyclés 250 cycles. Si la robustesse de l'évaluation de l'adhérence par LASAT est démontrée sur un nombre significatif d'échantillons, il deviendrait alors envisageable de prédire une durée de vie restante, ou du moins de distinguer un système proche de la rupture d'un système avec un potentiel d'heures restant.

Cette démarche nous montre tout le potentiel de l'essai LASAT associé au cyclage thermique. L'utilisation de l'essai LASAT-2D, en conditions de multi chocs, tout comme en conditions mono choc nous permet de déterminer un état d'adhérence du système. La constitution d'une base de données solide

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

sur un grand nombre d'échantillons issus de diverses productions permettrait d'asseoir ces premiers résultats, ainsi que d'évaluer plus précisément les vitesses de dégradation du système.

V.2.3 Etude des interfaces et des microstructures

Précisons tout d'abord que les observations de la céramique et de l'interface de référence réalisées dans ce paragraphe ont été effectuées sur un échantillon de référence distinct de ceux étudiés dans le début de ce chapitre. Le cyclage de l'échantillon témoin est réalisé dans les mêmes conditions de température et de chargement (équivalent à 2 plaques 50 × 30 mm²) du four de cyclage thermique du Centre des Matériaux. La morphologie de l'interface peut donc être considérée comme représentative de l'état de vieillissement du système. En revanche, les coupes métallographiques de l'interface choquée à différents états de cyclage ont été réalisées sur l'échantillon P4 présenté dans le paragraphe précédent (cf. Figure V.7).

L'échantillon de référence est prédécoupé en 6 parties avant le début du vieillissement afin de pouvoir être prélevé aisément lors de l'interruption du cyclage (10, 50, 100, 250 et 500 cycles). L'interface sous-couche / alumine / zircone et son évolution au cours du cyclage thermique est présentée sur la Figure V.14. Les épaisseurs d'oxyde ont été mesurées par rapport à la longueur rectiligne de l'interface [VAU13]. Les mesures ont été effectuées sur des images MEB en mode électrons rétrodiffusés sur des champs de largeur millimétrique.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

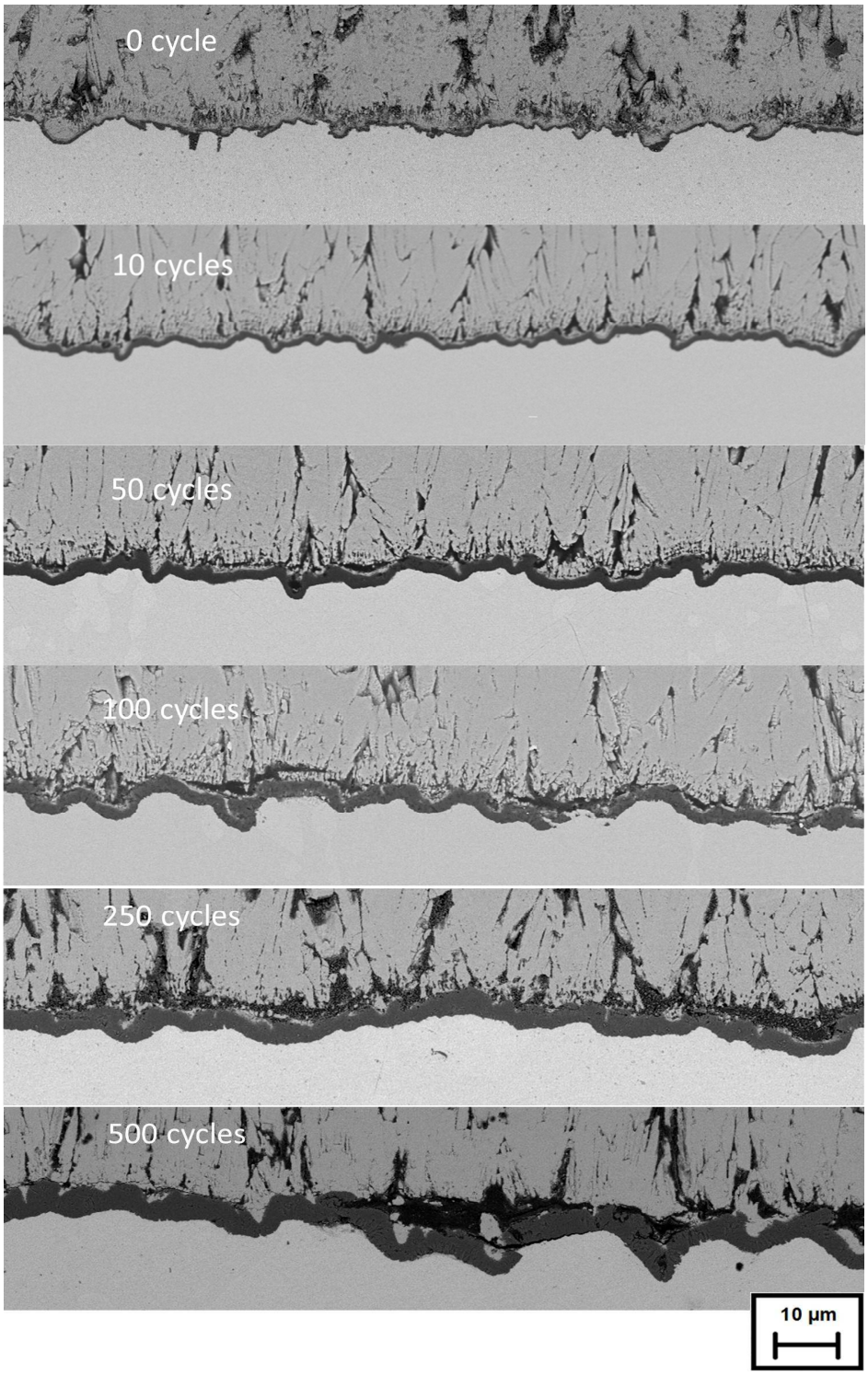


Figure V.14 : Observations MEB en électrons rétrodiffusés de l'état de l'interface à différents états de cyclage thermique

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Nombre de cycles	0	10	50	100	250	500
Epaisseur d'alumine (µm)	0,43	0,96	1,52	2,00	2,53	3,49
% de cavités	0,00	8,10	24,30	37,80	68,30	71,90

Tableau V.2 : Epaisseurs d'alumine mesurées et pourcentages cavités interfaciales pour différents états de cyclage thermique

La sous-couche (Ni,Pt)Al est sablée avant le dépôt de la zircone EB-PVD ce qui se traduit par une certaine rugosité dès l'état initial. L'oxyde d'aluminium qui se créée lors du procédé EB-PVD (préchauffage de l'enceinte puis dépôt de la zircone à 1100°C pendant 30 minutes) est alors de très faible épaisseur (0,4 µm). Le vieillissement du système sous air se traduit au niveau de l'interface par une augmentation de l'épaisseur d'alumine, ainsi que par l'augmentation du phénomène de rumpling. Les épaisseurs d'alumine ont été mesurées et sont présentées dans le Tableau V.2. Dès les 10 premiers cycles, des cavités apparaissent au bas des colonnes de zircone. A partir de l'état cyclé 50 cycles, on observe très distinctement l'apparition de fissures au-dessus de l'alumine, au-dessus de l'alumine de croissance. Le pourcentage moyen de l'interface fissurée suite au cyclage est présenté sur le Tableau V.2. La localisation de ces décohésions est caractéristique du vieillissement du système barrière thermique sous sollicitations cycliques [TOL01]. Ces fissures d'une dizaine de micromètres après 50 cycles peuvent atteindre plus de 40 µm de long à 500 cycles. Elles restent localisées à l'interface alumine-céramique pour chacun des états de vieillissement observés. On détecte cependant sur l'état vieilli 500 cycles des fissures qui peuvent se prolonger à travers l'alumine voire à l'interface entre la sous-couche et l'alumine du fait de la rugosité de l'interface.

Le cyclage thermique peut également introduire des phénomènes de frittage au niveau des colonnes de zircone. Il pourrait en résulter une évolution des propriétés mécaniques de la céramique, et donc une propagation d'ondes modifiée aux états vieillis. Les colonnes de céramique EB-PVD sont observées à différents états sur la Figure V.15.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

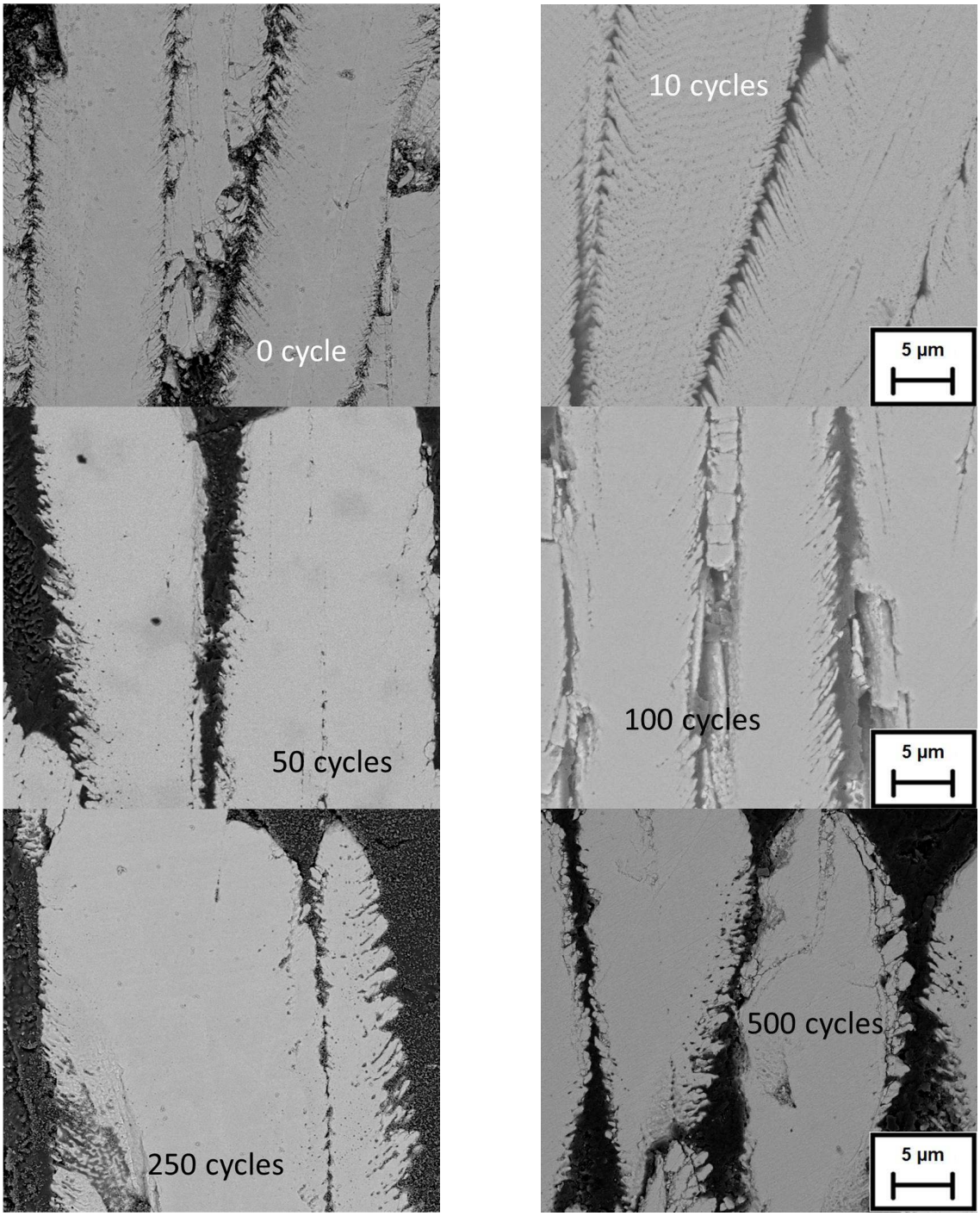


Figure V.15 : Observations MEB en électrons rétrodiffusés des colonnes de zircone EB-PVD à différents états de cyclage

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les colonnes présentent à l'état initial une structure feuilletée (en strates) en leur périphérie. On appelle cela des « barbules ». Ces éléments morphologiques sont particulièrement intéressants pour observer le frittage de la céramique sur une coupe métallographique. Disposés de manière régulière et selon un même axe d'environ 45° par rapport à la direction de croissance des colonnes, ils sont bien identifiés jusqu'à l'état vieilli 100 cycles. On mesure une épaisseur moyenne de ces feuillés submicroniques, de l'ordre de 700 à 900 nm. On observe à 250 cycles que de nombreux feuillets ne sont plus indépendants les uns des autres et ont fusionné par endroits avec les feuillets supérieurs ou inférieurs. Après 500 cycles, l'identification de certains feuillets peut devenir difficile, les seules indications de leur présence passée étant une porosité qui peut subsister à certains endroits. Ces observations permettent donc de mettre en évidence la densification des colonnes de zircone lors du vieillissement par cyclage thermique. Les colonnes restent toutefois disjointes entre elles pour chaque état de vieillissement.

Lors d'un essai LASAT en face avant sur un échantillon vieilli l'interaction laser matière au niveau du milieu de choc (adhésif d'ablation et adhésif transparent de confinement) reste a priori identique à celle produite sur un échantillon brut. Le chargement mécanique initial est donc supposé identique à celui créée sur un système brut de production. Comme constaté sur les Figure V.14 et Figure V.15, le vieillissement du système par cyclage thermique induit des modifications non négligeables sur les matériaux traversés par les ondes de choc. Les phénomènes de fissuration sur échantillons vieillis peuvent donc être complètement différents de ceux observés à l'état brut. Aucune observation de ces phénomènes n'a été menée à notre connaissance, une étude micrographique de la fissuration à différents états de vieillissement induite par choc laser en face avant est menée (Figure V.16).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

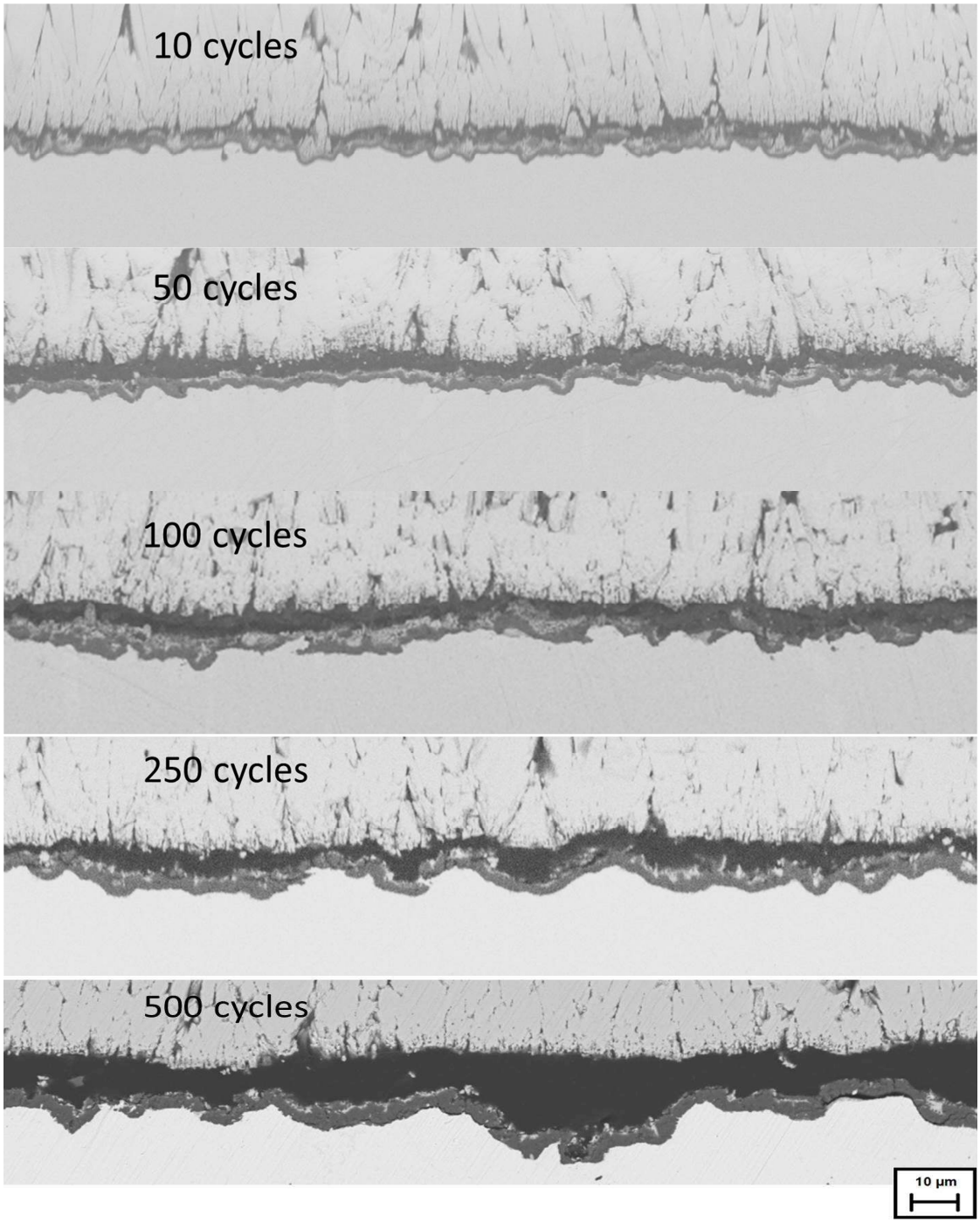


Figure V.16 : Observations MEB en électrons rétrodiffusés des interfaces fissurées suite à des chocs réalisés à différents états de cyclage

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Un même tir LASAT (1,62 GW/cm^2) est réalisé à différents états de cyclage thermique sur l'échantillon P4 et observé en coupe métallographique (Figure V.16). Chacun des 5 tirs effectués s'est traduit par l'apparition d'une tache blanche qui correspond à la présence d'une fissure. Cette fissure est localisée pour l'ensemble des états de cyclage (10, 50, 100, 250 et 500 cycles) au-dessus de la couche d'alumine. La fissure se propage par endroits à travers les premiers micromètres du bas des colonnes de zircone. On retrouve ainsi une alumine libre avec quelques îlots de zircone. Il semble que la quantité de zircone restante du côté alumine soit diminuée avec le cyclage. Ceci pourrait s'expliquer par la plus grande occurrence de fissures dues au vieillissement (cf. Figure V.14) sur les états vieillis 250 et 500 cycles notamment. Le chemin de fissuration préférentiel par LASAT sur ces états pré-fissurés tendrait à rejoindre les zones déjà délaminées. Le vieillissement du système n'aurait donc pas d'incidence sur la localisation de la fissuration induite par un choc laser en face avant.

A partir de ces observations métallographiques réalisées sur l'échantillon P4, il devient possible de relier l'évolution de l'adhérence par LASAT au cours du cyclage thermique avec l'état de l'interface avant choc. Ainsi l'augmentation de l'adhérence après 10 cycles (cf. Figure V.12) observée sur les échantillons P1 et P4 résulte de la multiplication par deux de l'épaisseur d'alumine de croissance (Tableau V.2). Il semble que l'apparition de quelques cavités (de l'ordre de quelques µm de long sur moins de 10% de l'interface) ne soit pas préjudiciable à la tenue de l'interface. Après 50 cycles, la résistance interfaciale diminue pour l'ensemble des échantillons. L'augmentation de l'occurrence des porosités à l'interface (autour de 25%) serait alors la cause de cette diminution de l'adhérence. L'accroissement du nombre de porosités avec le cyclage thermique (de 100 à 500 cycles, cf. Tableau V.2) se traduit alors par l'augmentation du diamètre de tache blanche obtenu par LASAT, et donc l'affaiblissement de la résistance interfaciale du système. Les échantillons P1 et P2 pour lesquels un « palier d'adhérence » a été observé entre 100 et 250 et 50 et 100 cycles respectivement (cf. Figure V.3.a et Figure V.3.c), n'ont pas pu être expertisés à l'aide de coupes métallographiques à ces états de vieillissement. Il ne nous a donc pas été possible de vérifier l'état de l'interface et notamment le nombre de porosités sur ces deux échantillons.

Les évolutions du système lors du vieillissement (augmentation de l'épaisseur d'alumine, rugosité, apparition de fissures, densification de la céramique) ne remettent pas en cause le phénomène de fissuration suite à un choc laser en face avant. Au vu des observations métallographiques on peut supposer en première approche que l'essai LASAT-2D appliqué sur le système vieilli à différents états de cyclage suit le même mécanisme (rupture suite au retour de l'onde principale en traction) qu'à l'état brut. Un certain nombre d'éléments propres aux systèmes vieillis sont toutefois à garder à l'esprit (évolution de l'interface, etc.).

La présence de fissures de plusieurs dizaines de micromètres le long de l'interface des systèmes vieillis pourrait favoriser un mécanisme de propagations multiples des fissures déjà présentes au détriment de la rupture fragile globale de l'interface continue qui est observée à l'état brut. L'établissement des courbes simulées pour les maxima de contrainte à l'interface ne serait alors plus représentatif du phénomène de fissuration mis en jeu. De plus, la morphologie de l'interface après 250 cycles n'est plus assimilable à une droite et le contact entre l'oxyde et la zircone n'est plus continu (Figure V.14). Le modèle géométrique utilisé pour l'établissement de ces courbes pourrait être amélioré pour rendre compte de ces paramètres et évaluer ainsi leur importance.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Conclusion

L'essai LASAT nous a permis de détecter une dispersion de l'adhérence au sein des échantillons de notre étude. On évalue ainsi par LASAT-2D en face avant une adhérence à l'état initial qui serait comprise entre 350 et 750 MPa.

L'étude métallographique du système nous montre que la fissuration obtenue par choc laser se traduit dans chaque cas par une délamination entre l'alumine et le bas des colonnes de zircone EB-PVD.

L'évolution de l'adhérence lors du vieillissement thermique est mise en évidence par les courbes LASAT-2D. La confrontation des résultats expérimentaux avec les abaques numériques nous permet d'évaluer de manière quantitative les variations de la résistance interfaciale avec le cyclage thermique. On établit ainsi trois régimes d'endommagement du système barrière thermique. L'adhérence varie fortement lors des premiers cycles du fait de la croissance de l'alumine interfaciale : c'est le régime primaire à la fin duquel l'adhérence est plus faible qu'à l'état initial. Pendant le régime secondaire, l'adhérence ne varie que très peu et diminue progressivement. La détérioration du système s'accélère rapidement en mode tertiaire avant l'écaillage de la céramique. Le développement du modèle numérique de propagation des ondes de choc devra toutefois être poursuivi afin d'affiner les résultats actuels. Il s'agira notamment de prendre en compte la morphologie de l'interface (porosités, ondulation) qui peut modifier la propagation des fronts de choc.

On constate que les échantillons identifiés à l'état initial comme ayant une meilleure adhérence relative présentent également la meilleure adhérence lors d'essais interrompus menés pendant le cyclage thermique. La tendance est observée également pour les échantillons les moins bons qui le restent lors du cyclage. Les écarts d'adhérence observés à l'état initial ne semblent pas se combler lors du cyclage.

La classification de la résistance interfaciale établie par LASAT peut être mise en relation directe avec la durée de vie à écaillage du système barrière thermique : les échantillons identifiés à l'état initial par LASAT avec une plus faible adhérence écaillent les premiers lors du cyclage thermique. Il devient donc envisageable de pouvoir étudier une relation entre la durée de vie d'un échantillon en fonction de son adhérence initiale mesurée par LASAT-2D.

L'évaluation de la résistance interfaciale peut également être effectuée avec une condition mono-tir, ce qui ouvre la possibilité de mesurer l'adhérence de la céramique déposée sur aube de turbine.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CHAPITRE VI Essais d'adhérence par LASAT sur aubes de turbine industrielles : approches destructive et non destructive

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Sommaire

CHAPITRE VI Essais d'adhérence par LASAT sur aubes de turbine industrielles : approches destructive et non destructive 233

Introduction 235

VI.1 Mise en place d'une procédure d'essai LASAT sur aube HP 237

VI.1.1 Géométries des aubes HP et choix des zones à analyser 237

VI.1.2 Conditions d'essai LASAT et échantillonnage d'aubes revêtues 242

VI.1.2.1 En mode destructif 242

VI.1.2.2 En mode non destructif 242

VI.1.3 Détection et mesures des taches blanches sur aube 243

VI.2 Analyse comparative de l'adhérence mesurée sur aubes 244

VI.2.1 Sur aubes de type A 244

VI.2.2 Sur aubes de type B 249

VI.2.3 Conclusion 251

VI.3 Innocuité/nocivité de l'essai LASAT sur aube en relation avec la tenue au cyclage thermique 251

VI.3.1 Sur aubes de type A (Max. 500 cycles) 252

VI.3.2 Sur aubes de type B (Max. > 1000 cycles) 255

Conclusion 258

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction

L'essai LASAT en face avant qui a été développé dans cette thèse vise à être appliqué *in fine* sur pièces industrielles en alliage monocristallin revêtu de barrière thermique EB-PVD (distributeur et/ou aube de turbine HP). Les chapitres précédents ont démontré la robustesse de la méthode fondée sur la détection et la lecture du diamètre de la zone fissurée par l'intermédiaire de la tache blanche. Ont été introduits avec succès une approche d'un contrôle d'adhérence en modes destructif et non destructif (ou semi-destructif). Apte à discriminer des niveaux d'adhérence de plaques issues d'une même fabrication à l'état brut ou encore en fonction du nombre de cycles thermiques (essais interrompus), cet essai LASAT peut être mené par le biais d'un essai multi-tirs mais s'envisage aussi par la pratique d'un seul point (essai mono-tir) L'ensemble des travaux pour étudier ces essais ont été menés sur des éprouvettes sous forme de plaques planes d'épaisseur d'AM1 comprises entre 0,7 et 5 mm. Dans ce chapitre, on cherche à établir des modalités d'utilisation de l'essai LASAT sur une pièce industrielle revêtue, et d'évaluer dans quelles mesures les résultats obtenus sur plaques peuvent être transposés sur ces pièces et accompagner la mise-en-œuvre d'une procédure dédiée.

La géométrie des pièces contrôlées étant très hétérogène (courbure de la surface, présence d'orifices, canaux de refroidissement internes, etc.), on ne peut plus réaliser de courbes LASAT-2D sur ces pièces. En effet la réalisation de courbes LASAT-2D suppose une géométrie de la cible identique pour chacun des tirs effectués (épaisseurs du revêtement et du substrat, orientation secondaire du monocristal, orientation des colonnes de zircone). Il convient alors d'utiliser l'approche mono choc développée dans le chapitre précédent (cf. paragraphe V.2.2). Les zones de la pièce susceptibles d'être choquées seront étudiées et déterminées dans un premier temps. On ne comparera entre différentes pièces que les tirs effectués strictement sur les mêmes zones.

Plusieurs pièces brutes de production fournies par l'industriel seront ensuite choquées en face avant (aubes de type A ainsi que des aubes de type B issues de deux programmes moteur A et B différents). Nous en profitons pour remercier très sincèrement l'encadrement industriel de la thèse qui a réussi à mettre à notre disposition un grand nombre de pièces permettant d'effectuer un début d'analyse statistique sur des aubes de turbine d'un coût de production unitaire excessivement élevé. La détection du phénomène de tache blanche sera étudiée sur chaque type de pièce. Une classification du niveau d'adhérence à l'état brut de production entre les différentes pièces sera établie à partir de la comparaison des taches blanches obtenues par LASAT. Une aube sera dédiée à l'étude de l'essai en conditions de choc sous seuil de décohésion. La détermination du seuil sera réalisée de manière approchée, du fait de la faible expérience et du nombre de tirs effectués sur pièces revêtues.

Les aubes de turbines seront ensuite vieillies thermiquement jusqu'à 500 cycles afin d'évaluer l'impact sur la durée de vie de tirs LASAT. On étudiera conjointement l'innocuité de zones choquées sous seuil dans la perspective d'un essai LASAT non destructif (ou semi-destructif) et le degré de nocivité de tirs fissurants marqués par la présence d'une tache blanche. Ces résultats seront mis en perspective avec ceux obtenus sur plaques revêtues dans le CHAPITRE IVCHAPITRE IV . On y montrait que la tenue de la céramique sur plaque jusqu'à 500 cycles n'était pas affectée par la présence de zones choquées sous seuil de décohésion. De plus les fissures créées par LASAT avant cyclage ne se propageaient pas lors du vieillissement, même si la hauteur de bombé correspondant évoluait de manière significative. La durée de vie jusqu'à écaillage complet sur une pièce de référence est actuellement l'élément qui permet de valider

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

la bonne tenue de la céramique sur un lot de pièces. Certaines pièces seront donc cyclées au-delà de 500 cycles afin d'obtenir des durées de vie limites en cyclage thermique à mettre en relation avec l'estimation comparative de l'adhérence initiale.

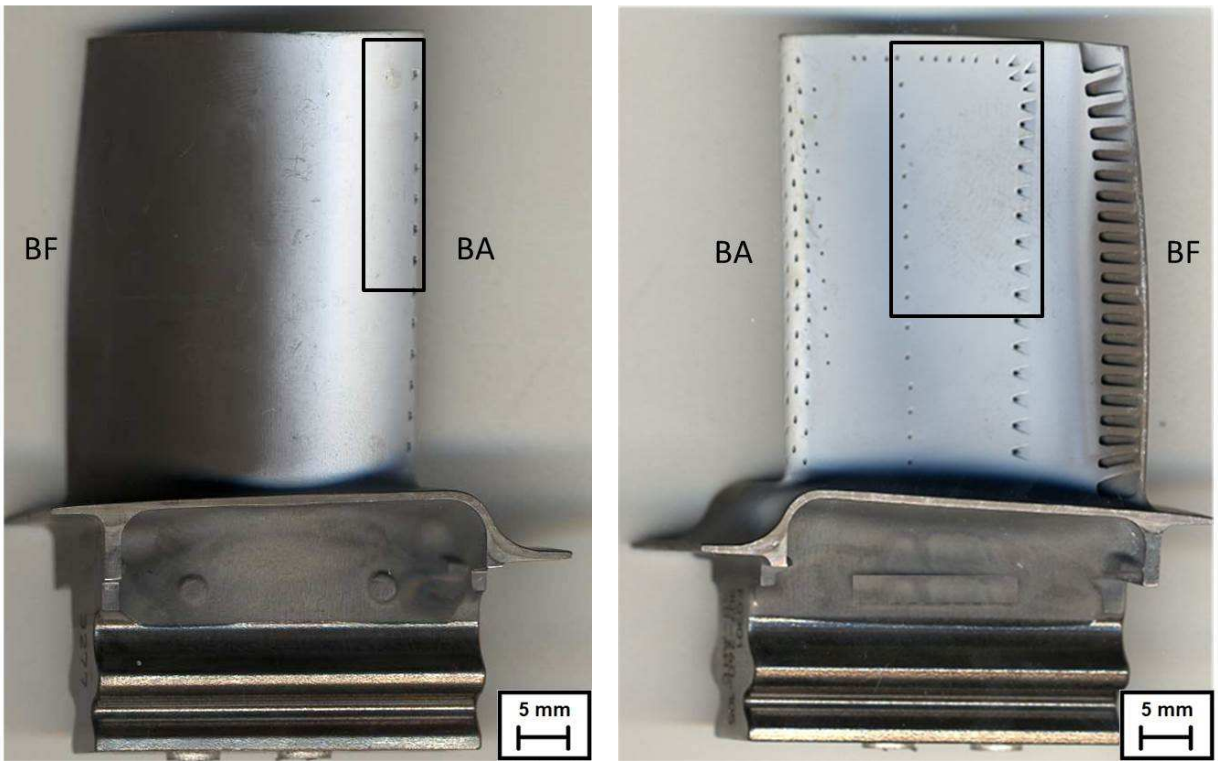
CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.1 Mise en place d'une procédure d'essai LASAT sur aube HP

VI.1.1 Géométries des aubes HP et choix des zones à analyser

L'application de l'essai LASAT mono-tir, qui revêt d'un caractère local de par sa nature est effectuée sur deux types d'aube de turbine haute pression que l'on dénommera modèle A et modèle B. La préparation des milieux ablateur et de confinement de la zone avant le tir LASAT en face avant est la même que celle effectuée pour un tir en face avant sur plaque plane (cf. paragraphe II.2.1). L'application d'un adhésif comme confinement est particulièrement pertinente sur une pièce présentant des courbures. De plus l'utilisation d'un milieu de confinement eau sur une pièce revêtue est proscrite. Certaines études ont en effet montré que la tenue de la céramique pouvait être affectée en milieu humide [DEN09]. Le choix de la localisation des zones à impacter par le laser doit être étudié pour chaque type de pièce. La géométrie des aubes de turbine qui sont creuses comporte des renforts et des parois de canaux internes qui débouchent sur des orifices externes de tailles diverses. Ces géométries internes et externes complexes et curvilignes contraignent d'effectuer une sélection des zones à choquer. On retient quatre critères initiaux principaux. Le premier critère est relatif à l'intérêt porté sur la zone à considérer pour un essai LASAT mono-tir. Cet intérêt est essentiellement fondé sur la connaissance du retour d'expérience sur l'écaillage effectif de la céramique observé sur des pièces réelles en essai de cyclage ou en service réel. En condition réelle, la position de la pièce au sein du flux de gaz chauds ainsi que sa géométrie tendent notamment à solliciter thermiquement plus fortement certaines zones de la pièce (Figure VI.1). Il s'agit notamment du bord d'attaque (BA) au niveau de l'extrados d'une aube mobile HP de type A (bande étroite d'un peu plus de 1 cm^2), ainsi que de la partie haute de l'intrados (4 à 5 cm^2) à proximité du bord de fuite (BF) qui sont encadrés sur la Figure VI.1. Au niveau de ces endroits, la courbure de la pièce est très peu prononcée, il est donc propice d'appliquer l'essai LASAT.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

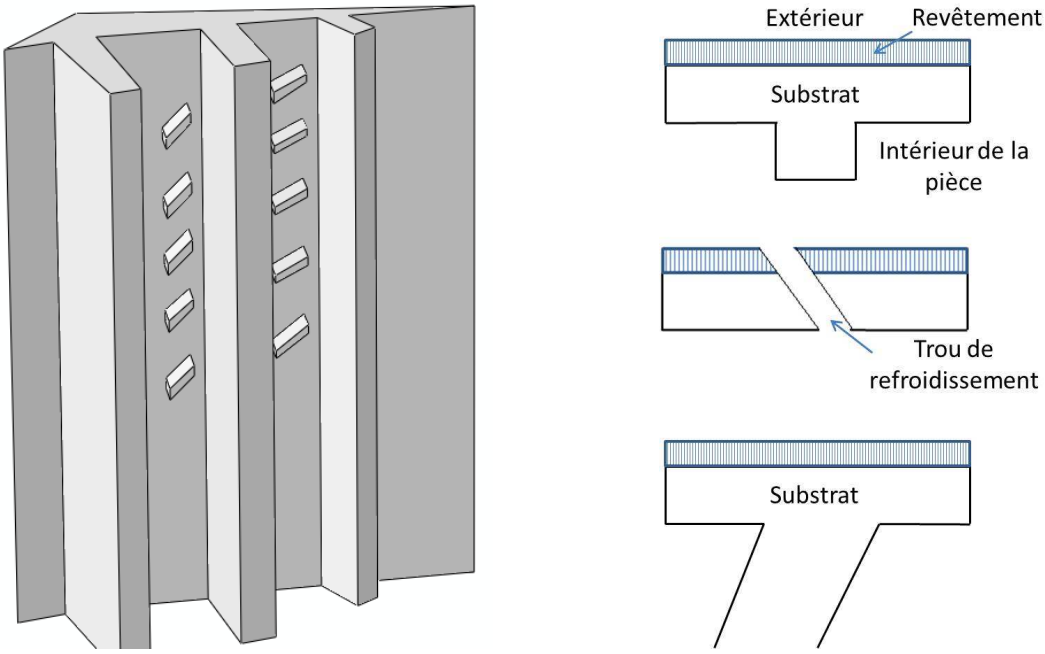


(a) **(b)**

Figure VI.1 : Identification des zones fortement sollicitées thermiquement sur aube de turbine HP (modèle A) en extrados (a) et en intrados (b)

Ces deux zones sont bien connues par les motoristes aéronautiques pour être le siège d'un écaillage prononcé et parfois prématuré. Elles sont donc particulièrement indiquées dans le cadre d'un contrôle local de l'adhérence par LASAT par le biais d'un essai mono-tir qui pourra être destructif (création d'une fissure) ou non destructif. Ce premier critère pris en compte, il convient ensuite de considérer la géométrie précise de la pièce dans ces zones plus réduites. La propagation de l'onde de choc suite à un choc en face avant dépend éminemment des épaisseurs de matière traversées. On sélectionne de préférence les endroits les plus proches de la géométrie de plaque parallélépipédique étudiée. On exclut donc certaines zones pour lesquelles l'épaisseur d'AM1 varie fortement très localement (renforts, parois, orifices, etc.) comme cela a pu être établi par l'examen interne d'une aube après une découpe dans la hauteur de l'aube et enlèvement de la paroi de l'extrados (cf. Figure VI.2.a).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



(a) **(b)**

Figure VI.2 : Représentation 3D simplifiée de l'intérieur d'une aube de turbine (intrados) avec parois et renforts internes (a) et schéma en coupe des géométries typiques correspondantes de l'intérieur d'une aube de turbine (b)

Les géométries typiques de l'intérieur des pièces telles que schématisées que la Figure VI.2.b sont destinées à optimiser le flux d'air plus « froid » prélevé en amont de la turbine au niveau du compresseur (500 à 700 °C) et à créer un écoulement turbulent à l'intérieur de l'aube et un film en surface de la pièce au niveau des trous de refroidissement. On obtient ainsi un refroidissement interne pour l'ensemble de la pièce ainsi qu'un refroidissement en surface externe à proximité des trous percés. On essaye de positionner les tirs sur des zones sans forte surépaisseur dues aux renforts ou parois (surépaisseurs de substrat métallique comprises entre 0,5 et 12 mm) mais cela est assez difficile dans le cadre de cette première étude. Pour s'affranchir de ce problème dans le futur, on pourra envisager de cibler des diamètres de choc laser très petits (typiquement inférieur à 1,5mm de diamètre). Dans notre cas nous avons conservé des diamètres de choc laser proches de ceux étudiées sur plaques témoins (3 mm de diamètre de spot laser pour une épaisseur de paroi hors renforts comprise entre 0,6 et 1,5 mm environ). Par ailleurs, l'épaisseur de la couche céramique sur une pièce revêtue n'est pas homogène selon la hauteur de la pièce et on mesure généralement une épaisseur de zircone comprise entre 90 et 140 µm sur une coupe effectuée à 1/5ème de la hauteur de la pale. Ceci est dû à la présence du pied et de la plateforme à proximité qui contribuent à diminuer le temps d'exposition de la partie inférieure de la pale au flux de vapeur de céramique lors du dépôt EB-PVD. Enfin, l'aube de turbine présente également plusieurs zones de surface concave ou convexe très prononcées. On évitera a priori ces surfaces trop courbes en première analyse mais des travaux poussés pourraient être envisagés pour appliquer sur le choc laser dans des zones complexes. L'anisotropie du substrat monocristallin n'est pas considérée a priori quant au choix des zones de tir.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'ensemble de ces éléments (pertinence de la zone par rapport au retour d'expérience, géométrie interne de la pièce, épaisseur de céramique et concavité) a été pris en compte pour déterminer un ensemble de points susceptibles d'être choqués sur chaque type d'aube de turbine étudiée dans ce manuscrit. La localisation de ces zones d'intérêt est repérée précisément dans le Tableau VI.1 selon les repères dimensionnels établis sur la Figure II.13. Afin de faciliter la lecture de ce document, les nombreuses zones de tir en intrados sont montrées (grossièrement) sur la Figure VI.3 pour chacune des deux aubes de turbine.

Intrados type A	N° de tir	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
	x (mm)	27,5	27,5	27,5	27,5	21	21	21	13	13	13	13
	y (mm)	11	20	29	37	11	20	29	11	20	29	37

Extrados type A	N° de tir	12	13
	x (mm)	8	8
	y (mm)	11	29

Intrados type B	N° de tir	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	x (mm)	20,5	20,5	20,5	20,5	20,5	20,5	15	15	15	15	12,5	12,5
	y (mm)	12,5	17,5	28	32	38	42	12,5	17,5	28	32	38	42

Extrados type B	N° de tir	13	14
	x (mm)	7,5	7,5
	y (mm)	12,5	33

Tableau VI.1 : Identification géométrique des zones de tir LASAT retenues sur aubes de turbine revêtues

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

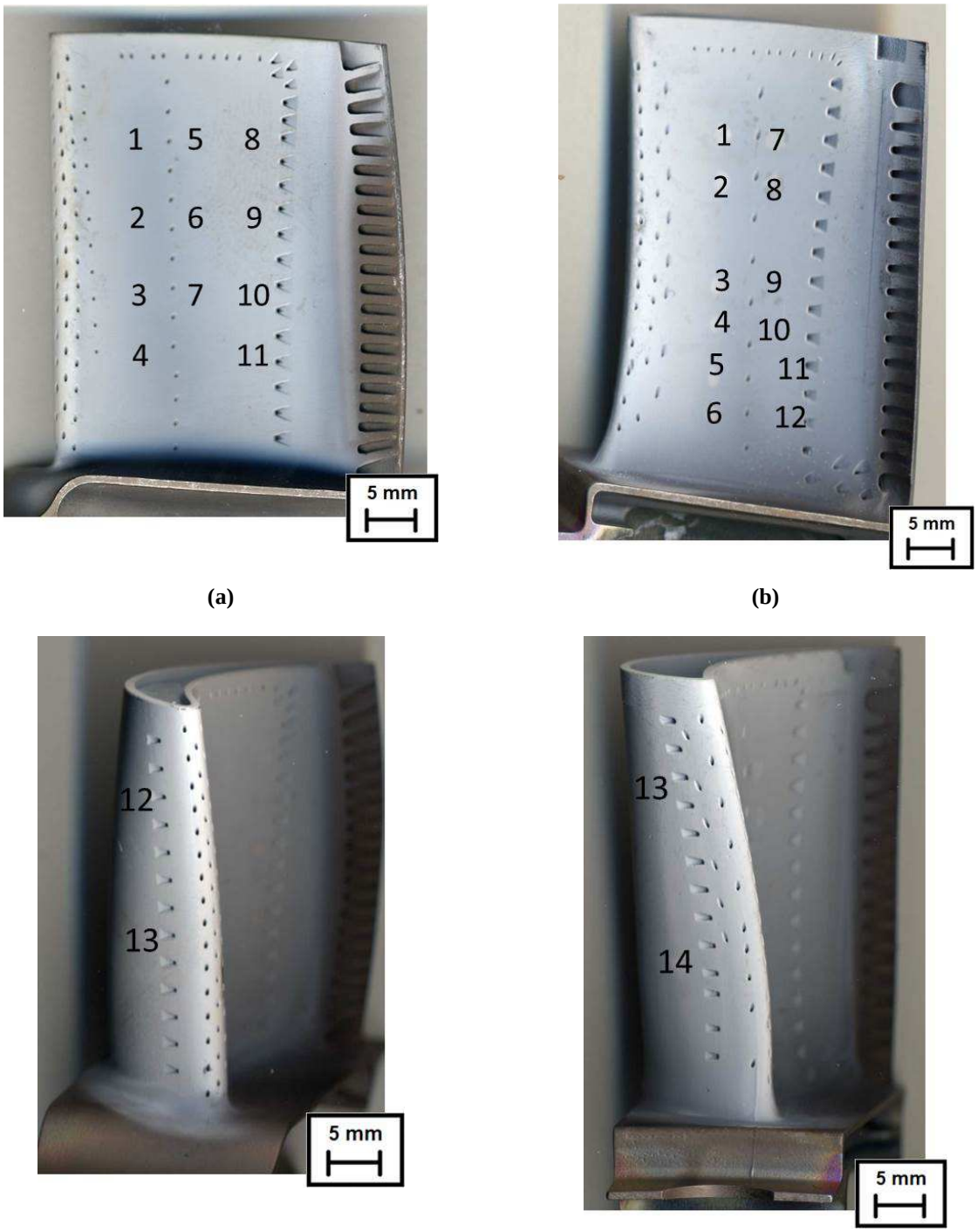


Figure VI.3 : Repérage des zones de tirs effectués en intrados et en extrados sur aube de turbine de type A (a) et type B (b)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.1.2 Conditions d'essai LASAT et échantillonnage d'aubes revêtues

VI.1.2.1 En mode destructif

On souhaite reproduire sur plusieurs pièces des conditions de tir fissurantes qui permettraient une classification des niveaux d'adhérence par mesure du diamètre de tache blanche. On étudiera cet aspect dans le paragraphe VI.2.

Chaque zone de tir LASAT bien identifiée dans le Tableau VI.1 est choquée en face avant selon une procédure mono-tir afin de comparer les pièces les unes aux autres. On souhaite ici disposer d'un observable permettant de classer les niveaux d'adhérence des différentes pièces entre elles. On se placera donc de préférence en conditions destructives (création d'une fissure). Les densités de puissance laser utilisées sur chaque zone sont identiques d'une aube à l'autre. On suppose aussi une épaisseur de zircone déposée identique entre les différentes pièces, conformément aux mesures de gain de masse totale effectuées en sortie de l'enceinte EB-PVD. Cette hypothèse est bien sûr un raccourci (simpliste), les épaisseurs pouvant varier de 50 µm d'une zone à une autre. On pourra donc comparer les diamètres de fissure obtenus d'une aube à l'autre et statuer sur leur résistance interfaciale respective. Trois aubes de type A référencées PA31, PA95 et PA80 sont choquées avec les mêmes paramètres laser reportés dans le Tableau VI.2.a avec un code de couleur pour signifier les niveaux de flux identiques pour différents points d'une zone à l'autre sur la même pièce et d'un type d'aube à l'autre également. Ces aubes de moteur sont issues des lignes de production industrielles et ont suivi la gamme standard de fabrication avant d'être rebutées pour des problèmes de finition (perçage non conforme, etc.). Ces trois pièces sont donc tout à fait représentatives de la production industrielle. Trois aubes de type B référencées en abrégé F53, F33 et F92 sont choquées avec les densités de puissance présentées sur le Tableau VI.2.b. Elles sont quant à elles directement issues de la même production industrielle et conformes aux normes de qualité (non rebutées).

N° de tir	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Flux (GW/cm²)	3,2	3,2	3,3	3,2	2,2	2,7	3,2	3,3	2,2	2,7	3,3	3,3	3,2

(a)

N° de tir	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Flux (GW/cm²)	4,1	2,2	4,1	2,7	4,1	3,3	3,2	2,7	3,3	2,7	3,2	2,7	3,2	3,2

(b)

Tableau VI.2 : Densités de puissance utilisées sur les aubes de turbine de type A (a) et de type B (b)

VI.1.2.2 En mode non destructif

Grâce aux essais de tirs menés en mode destructif qui permettent d'appréhender les réponses des aubes sur la création de taches blanches pour un flux donné et une zone de tir donnée, on peut opérer une série de tirs sur une aube de type A supplémentaire notée PA65 avec des densités de puissance laser volontairement plus faibles dans le but d'encadrer le seuil de décohésion du revêtement système. Les flux sélectionnés pour cette approche en mode non destructif regroupés dans le Tableau VI.3. Cet échantillon pourra être ensuite étudié en cyclage thermique dans la partie VI.3 pour évaluer *in fine* l'innocuité de chocs laser sans tache blanche pratiqués sur une pièce réelle.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

N° de tir	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Flux (GW/cm²)	2,7	2,7	2,7	2,7	1,4	1,6	2,3	1,4	1,6	2,3	2,3	3,2	3,2

Tableau VI.3 : Densités de puissance utilisées sur l'aube de PA65 (type A) choquée à proximité du seuil d'adhérence

VI.1.3 Détection et mesures des taches blanches sur aube

Les éventuelles taches blanches seront observées et mesurées en scanner optique en suivant le même protocole que celui décrit dans le paragraphe III.1.1. Suite aux conclusions de la partie IV.1.1, des observations en caméra IR ont également été réalisées. La mesure de la hauteur de bombé en intrados sur pièce revêtue n'est pas réalisable actuellement avec le profilomètre 3D Altisurf 500 du fait de la concavité de l'aube. L'orientation des colonnes de zircone sur aube est variable (Figure VI.4). La croissance des colonnes sur une surface courbe induit une construction du dépôt non perpendiculaire à la surface de la pièce. La détection de fissures en lumière naturelle à travers ces structures pourrait se révéler plus difficile.

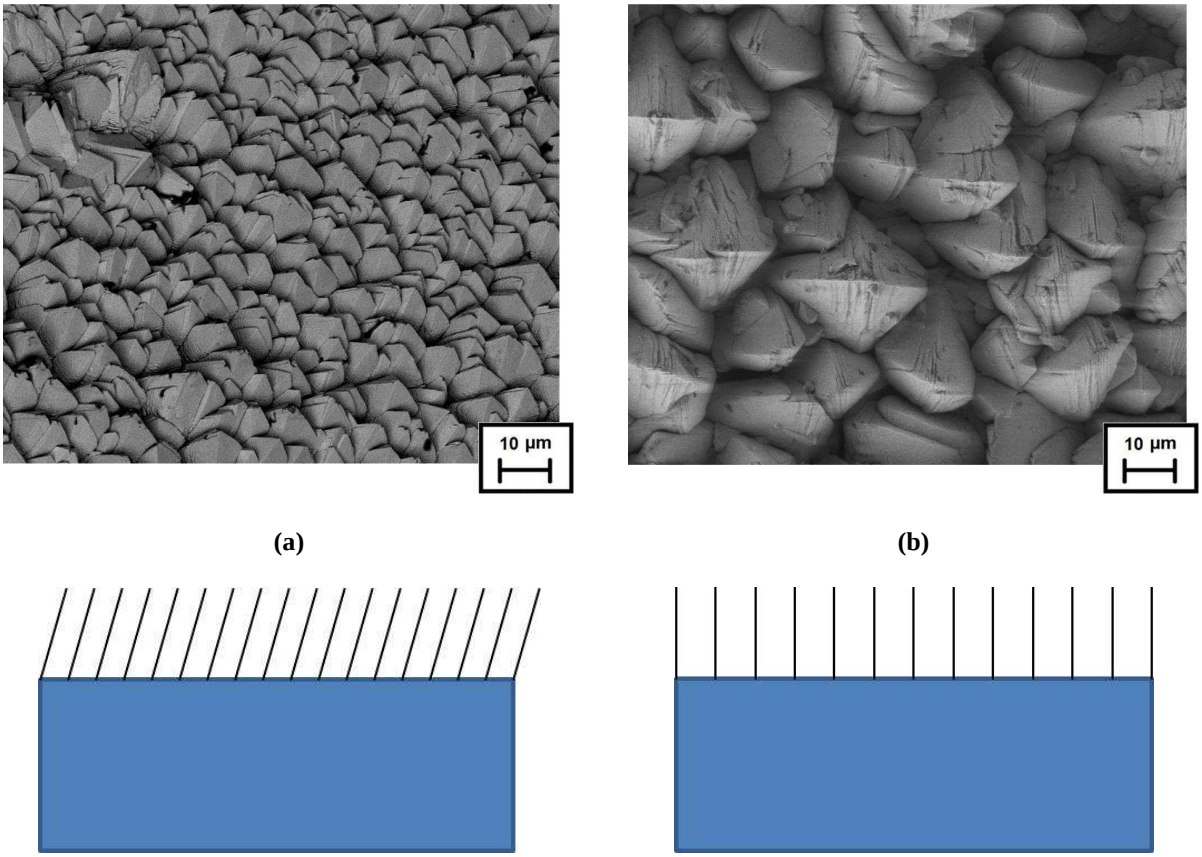


Figure VI.4 : Orientation du haut des colonnes de zircone EB-PVD sur aube (a) et plaque revêtue (b) observée en microscopie électronique en vue de dessus

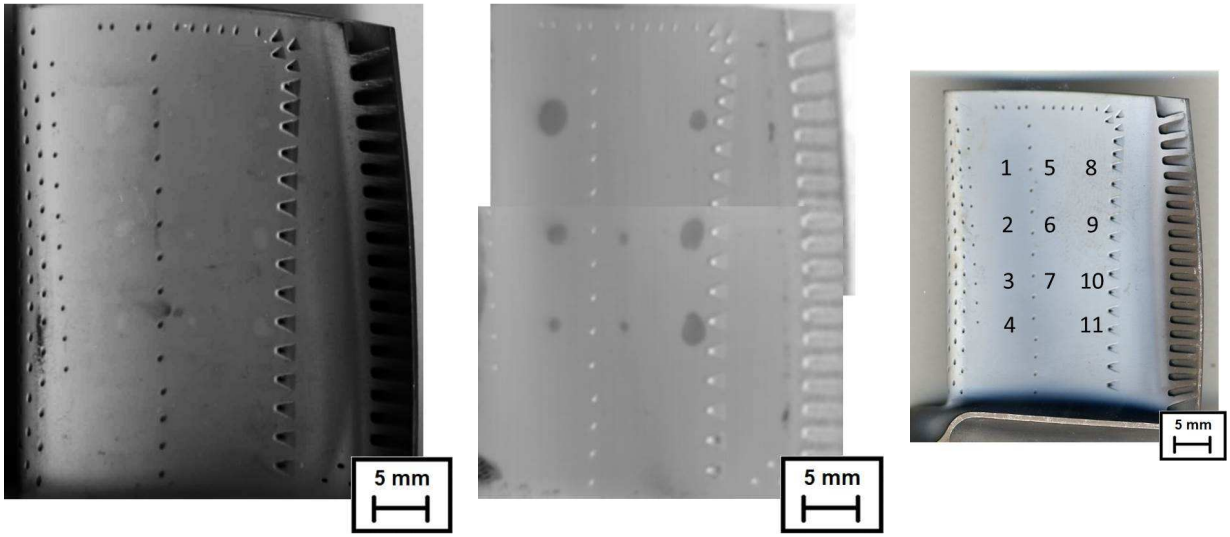
CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.2 Analyse comparative de l'adhérence mesurée sur aubes

Il s'agit ici de mesurer qualitativement la résistance interfaciale d'un ensemble de pièces brutes de fabrication. Conformément à un protocole d'essai mono-tir, on compare directement les tailles de fissure obtenues pour chacune des zones identifiées précédemment (cf. Tableau VI.1). Chaque zone de tir présente une géométrie unique (épaisseur de substrat, courbure, présence de renforts, etc.), c'est pourquoi en toute rigueur nous ne pouvons comparer que des fissures réalisées sur les mêmes zones. Comme pour les plaques, l'adhérence relative de la couche céramique est d'autant plus faible que la taille des fissures relevées est grande. Deux groupes d'aubes sont étudiés, le premier composé de modèles de type A, le second d'aubes de type B. Chaque groupe est composé de trois aubes de turbine équivalentes.

VI.2.1 Sur aubes de type A

Trois aubes M88 ont été choquées en face avant selon les paramètres présentés dans le Tableau VI.2.a (diamètre du faisceau laser 3 mm). Leurs numéros de série et abréviations correspondantes utilisées dans la suite du manuscrit sont donnés ci-dessous : aube mobile PA31, mobile HP PA95 et mobile HP PA80. Ces trois pièces sont issues de lots de production différents. La détection des éventuelles fissures est effectuée par l'intermédiaire d'image optique ou infra-rouge (cf. § II.3.2.1 et II.3.2.3). Un exemple de rendu est donné sur la Figure VI.5 pour l'aube PA31.



(a) **(b)** **Référence des tirs**

Figure VI.5 : Observations de la pale PA31 suite aux tirs LASAT et identification des taches blanches au scanner optique (a) et en infrarouge (b)

On retrouve sur pièce industrielle revêtue le phénomène de tache blanche observé sur les échantillons plaques au paragraphe III.1. L'ensemble des taches blanches détectées en lumière blanche est également observé en infrarouge (Figure VI.5). Huit taches blanches sont par exemple détectées sur l'intrados de cette pièce. Donc trois zones ont été choquées sous le seuil de décohésion pour cet échantillon. On

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

remarque également qu'en infrarouge certaines zones non choquées à proximité du bord de fuite pourraient correspondre à des taches blanches (Figure VI.5.b). Il s'agit de zones très proches du bord de fuite où l'épaisseur de zircone EB-PVD est en effet beaucoup plus faible. Il est possible que très localement, cet endroit recouvert d'un cache lors du procédé EB-PVD présente une irrégularité au niveau de l'interface avec une absence locale de l'intégrité du revêtement céramique. Ces zones ne sont pas considérées dans l'analyse mais cela montre peut-être un des intérêts de l'analyse par imagerie infrarouge. La vérification de la présence et/ou de l'absence de taches blanches par observation au scanner optique est confirmée par les observations réalisées en infrarouge. On ne considèrera par la suite que les observations en optique. Les trois aubes de type A sont donc analysées par scanner optique (Figure VI.6).

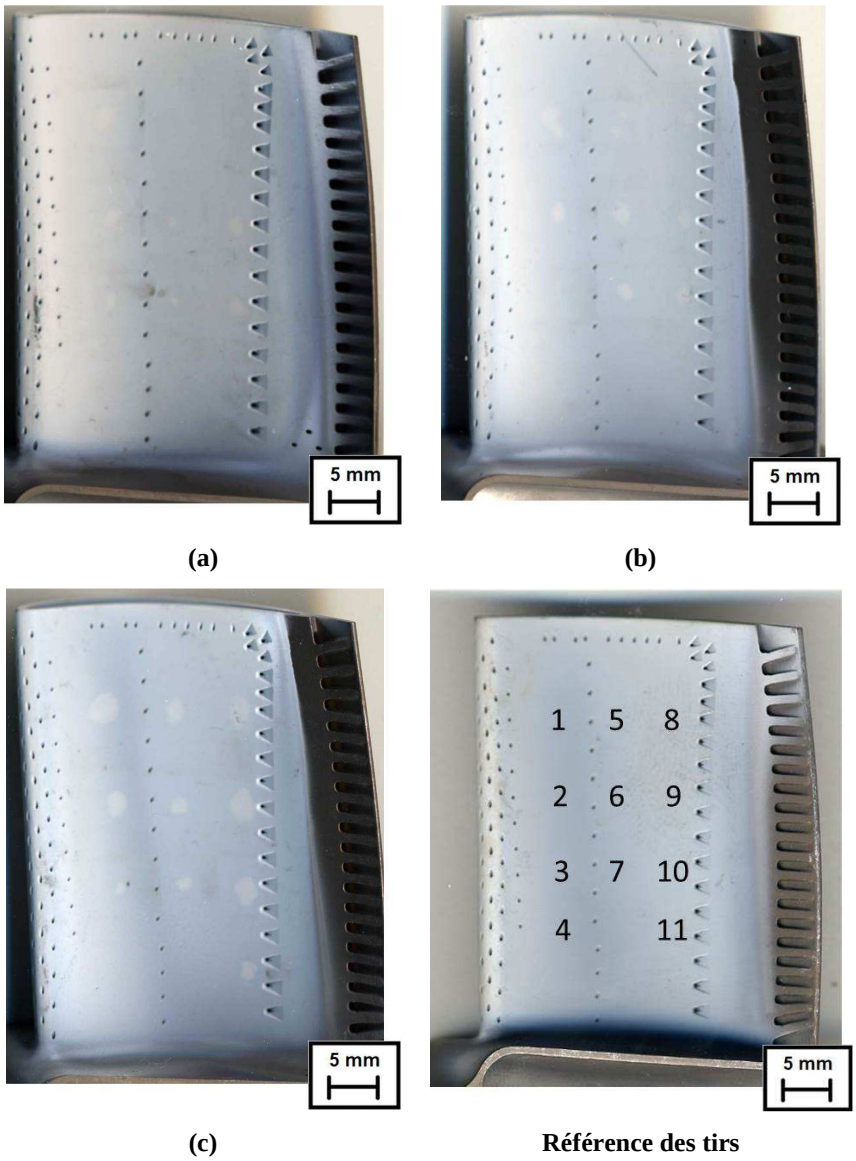


Figure VI.6 : Observation au scanner optique des mobiles HP (type A) suite aux tirs LASAT : PA31 (a), PA95 (b) et PA80 (c)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

On observe bien sur la Figure VI.6 la présence de taches blanches de tailles différentes. Le caractère circulaire obtenu sur plaque de 2 mm de certaines taches blanches n'est pas respecté avec des facteurs de forme pouvant varier de 0,7 à 0,4. On remarque que ces fissures sont plutôt allongées selon la direction verticale de solidification de l'aube, soit pour un monocristal orienté cristallographiquement selon l'axe <001>. Ces taches blanches allongées sont observées en particulier à proximité du bord de fuite. Il s'agit d'une zone où deux parois verticales joignant l'intrados avec l'extrados sont présentes (Figure VI.7). On a donc localement avec une épaisseur de substrat de plusieurs millimètres en relation avec la hauteur des parois et l'épaisseur de métal en surface. On pourrait donc observer une fissuration du même type qu'observée dans le paragraphe III.2.3 dans lequel des formes ellipsoïdales en relation avec l'anisotropie du monocristal étaient observées suite à des chocs en face avant sur des substrats d'épaisseur 5 mm.

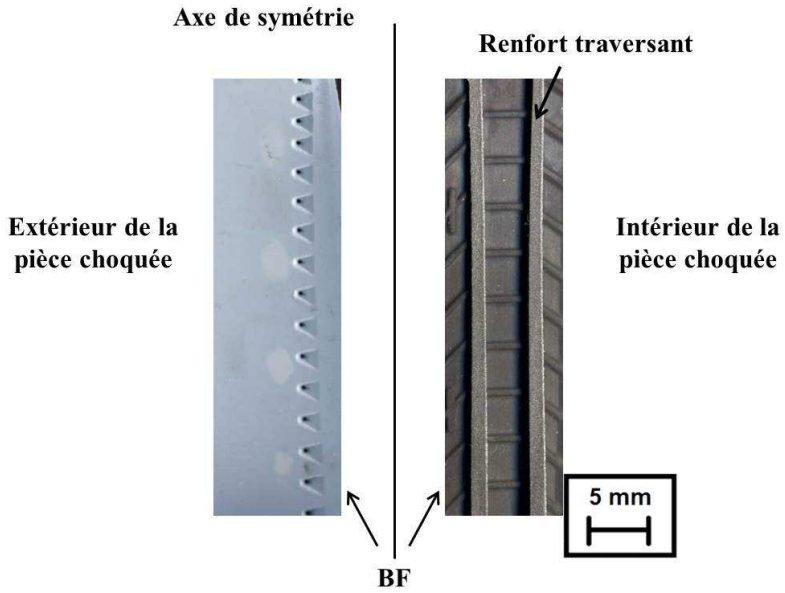
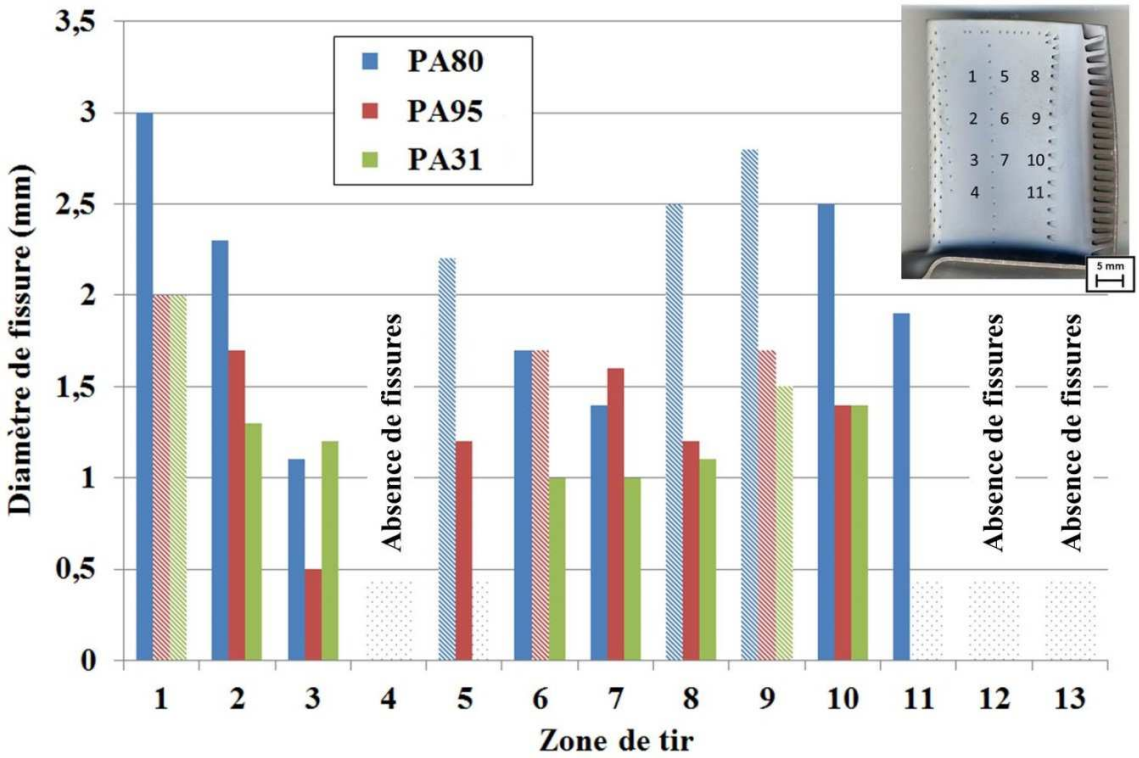


Figure VI.7 : Observations de l'extérieur de l'aube PA80 revêtue et choquée et mise en évidence des renforts internes correspondants

Les taches blanches de formes non circulaires ont toutefois été mesurées et été ramenées à des diamètres de cercle équivalents (cf. § II.3.2.1). Le relevé de mesure des taches blanches ainsi effectué par analyse d'image est présenté sous forme d'histogramme pour chacune des zones d'intérêt et pour chaque série des trois aubes sur la Figure VI.8. On repère les fissures non circulaires par un remplissage de colonne hachuré. Un code couleur particulier (remplissage par des points) est utilisé lorsqu'aucune tache blanche n'est détectée.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



N° de tir	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Flux (GW/cm²)	3,2	3,2	3,3	3,2	2,2	2,7	3,2	3,3	2,2	2,7	3,3	3,3	3,2

Figure VI.8 : Mesures de taches blanches effectuées sur les 3 aubes de type A choquées

A partir de la Figure VI.8 on remarque dans un premier temps que pour certaines zones la variation des diamètres de taches blanches est avérée et significative entre les 3 aubes analysées. Il s'agit des zones numéros 2, 5, 9, 10 et 11 notamment. Dans une optique d'un contrôle non destructif sur pièce, on préconiserait donc d'effectuer les tirs sur ces zones particulièrement discriminantes. Certaines zones comme la numéro 4 ou les deux zones choquées en extrados (numéros 12 et 13) ont été choquées mais n'ont pas conduit à l'apparition d'une tache blanche pour les flux sélectionnés, flux de valeurs pour lesquelles on observe des fissures dans d'autres endroits. On se trouve alors en conditions de tir non destructif sous seuil d'adhérence pour ces zones. Les chocs effectués sur la zone 9 ont tous résulté d'une fissure non circulaire.

La mesure des taches blanches obtenues met en évidence des diamètres plus grands sur l'aube PA80 que sur les deux autres pour 8 des 10 zones discriminantes. Deux zones de tir (N° 3 et 7) présentent des résultats contraires avec un diamètre légèrement inférieur à celui mesuré pour la PA31 (tir N°3) et à celui mesuré sur la PA95 (tir N°7). Il s'agit toutefois de diamètres très proches (0,1 à 0,3 mm de différence) que l'on considère dans l'incertitude de l'essai. Ainsi, à partir d'une analyse sur les treize différents points, sept d'entre eux montrent que l'aube PA80 présente une adhérence significativement plus basse que les deux autres pièces PA31 et PA95. La zone numéro 11 est très représentative de cette différence marquée puisque les mêmes conditions de choc laser ne conduisent pas à une fissure pour ces deux dernières tandis que la PA 80 présente une fissure de taille importante proche de 2 mm.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Si l'on compare l'adhérence relative entre les deux aubes PA31 et PA95. Les décohésions mesurées sur l'aube PA95 sont cinq fois plus grandes, deux fois identiques et une fois plus faible que celles observées sur l'aube PA31. Cinq zones choquées n'ont pas conduit à l'apparition de taches blanches et ne nous renseignent donc pas sur l'adhérence relative des aubes. La classification relative entre ces deux pièces n'est pas identique en fonction des zones de tir. Si l'on exclue la zone de tir N° 3 qui présentait également des résultats divergents pour la classification avec l'aube PA80, on montre que l'aube PA31 possède une meilleure adhérence que la PA95 (d'après les tirs N° 2, 5, 6, 7 et 9). La comparaison relative entre les 3 aubes ne semble pas présenter de variation particulière entre les zones présentant des fissures bien circulaires et celles pour lesquelles un facteur de forme important est mesuré. La classification établie sur la zone 9 (3 fissures créées de forme allongées) est semblable à la tendance globale.

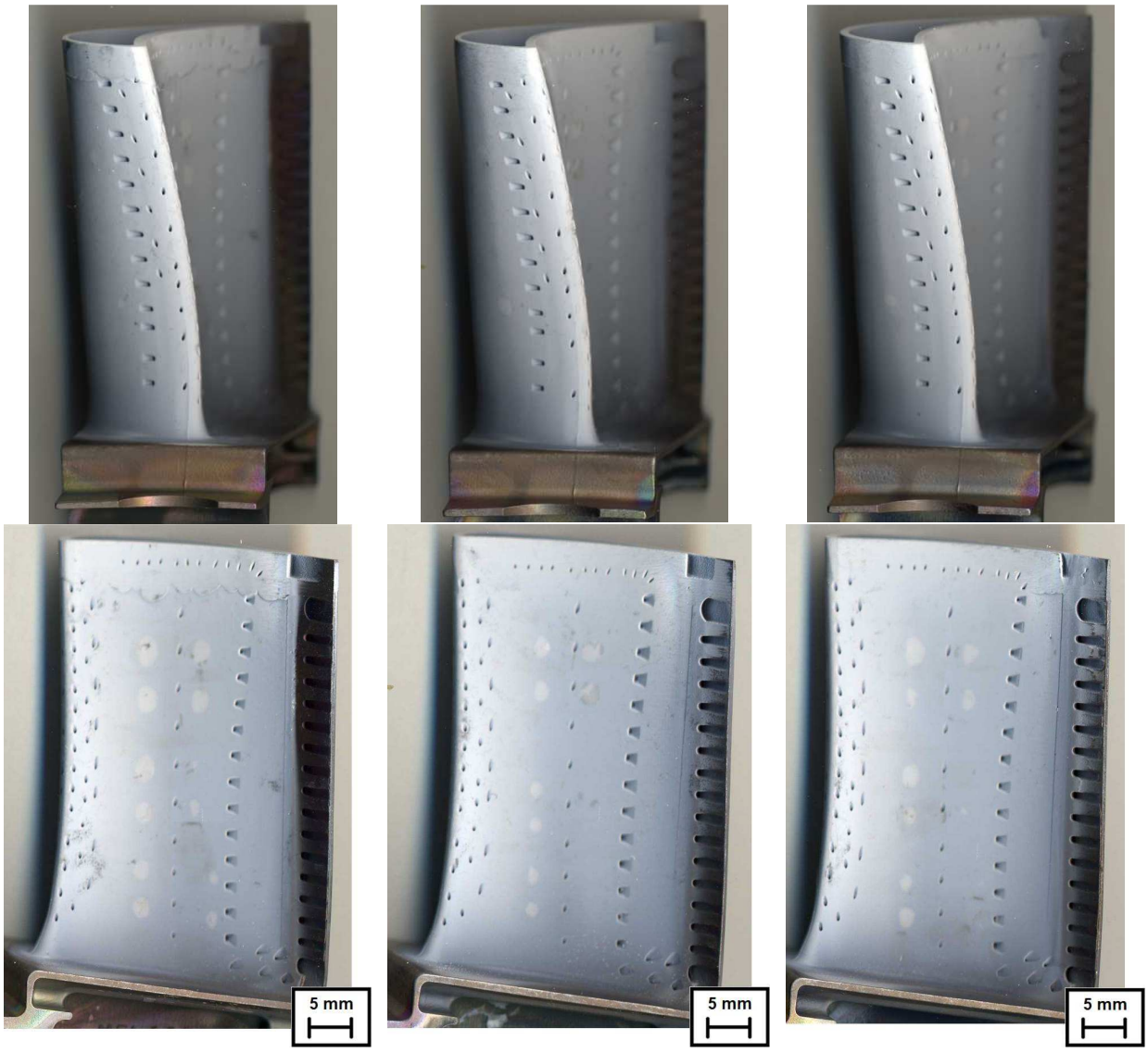
Sur une même pièce, on retrouve des diamètres de fissures très différents pour des chocs effectués à une densité de puissance laser identique (chocs 1, 2, 3 et 4 à proximité du bord d'attaque sur la Figure VI.6.c par exemple dont les diamètres de tache blanche sont reportés sur la Figure VI.8). Les épaisseurs de parois d'AM1 étant plus fortes en bas de pale (jusqu'à 2 mm contre 0,6 à 0,7 mm en haut de pale), on attribue cette variation des diamètres de fissures dans cette direction verticale à une plus grande atténuation de l'intensité de l'onde de choc vers le bas (voir paragraphe III.2.3 et Figure III.25) due à une plus grande épaisseur de substrat AM1.

Il est possible que l'adhérence d'un dépôt EB-PVD sur pièce de forme soit très sensible aux aspects locaux en relation aux hétérogénéités de la sous-couche et de la couche d'alumine, aux courbures locales, aux gradients thermiques et processus de construction des colonnes de zircone associés qui varient d'une zone à l'autre. La zone de tir N° 3 est ainsi identifiée comme présentant une tendance contraire à ce qui a été observé par ailleurs. Cette particularité devra être confirmée par des essais supplémentaires ainsi qu'une expertise métallographique éventuelle. L'orientation des colonnes et l'épaisseur de céramique sur aube présentent forcément une hétérogénéité plus grande que sur un échantillon plan. Par ailleurs la réalisation de l'essai sur pièce de forme ne s'accompagne pas forcément du même savoir-faire tiré de l'expérience du laboratoire et de l'installation LASAT quant aux tirs sur cibles planes. L'incertitude quant à la mesure de tache blanche sur plaque établie à +/- 0,20 mm (cf. § III.2.1.2) pourrait ainsi être réévaluée sur pièce. La comparaison relative selon la procédure mono-tir est cependant possible et permettrait donc l'évaluation d'un niveau d'adhérence sur pièce revêtue. Toutefois la dispersion des mesures obtenues et des écarts relatifs entre chaque échantillon est un peu plus importante que ce qui a pu être observé sur échantillon plan. Il nous faut aussi préciser que dans le cas d'un tir sur aube, l'incertitude expérimentale sur la densité de puissance laser et l'onde de choc délivrée est en effet plus élevée du fait de la courbure de la pièce (même si nous avons privilégié des zones assez planes), ainsi que sur la mesure de la distance focale qui est effectuée manuellement sans repère extrêmement précis. Ce point serait à améliorer sur le dispositif LASAT. La mesure de la distance focale de la tache laser pourrait être effectuée à l'aide d'un système de mesure de distance optique et améliorer ainsi la précision du montage (incertitude expérimentale de 0,5 mm actuellement sur la distance focale de la lentille sur une pièce de forme contre 0,25 mm sur une pièce plane).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.2.2 Sur aubes de type B

Trois aubes de type B ont été choquées en face avant selon les paramètres présentés dans le Tableau VI.2.b (diamètre du faisceau laser 3 mm). Leurs numéros de série correspondants sont donnés ci-dessous : aube mobile F53, mobile F33 et mobile F92. Ces trois pièces sont issues du même lot de production et de dépôt EB-PVD.



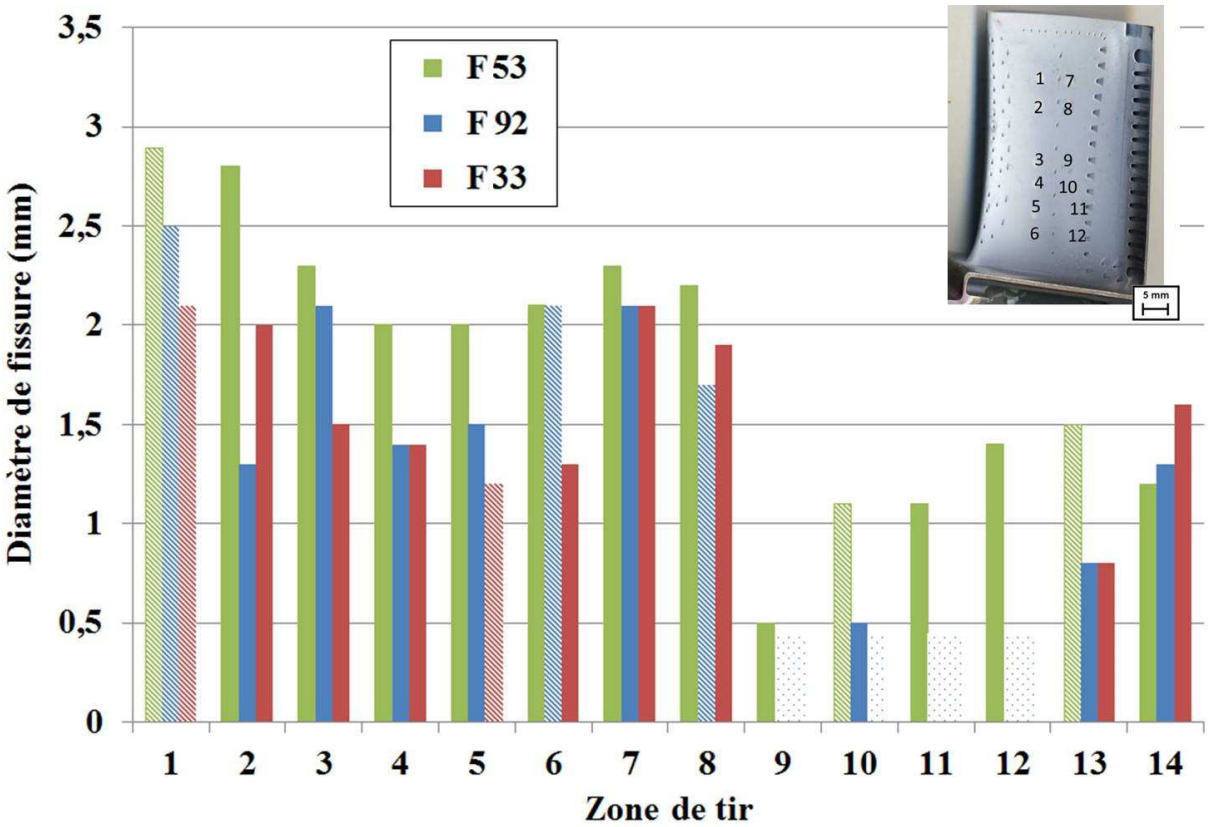
(a) **(b)** **(c)**

Figure VI.9 : Observation au scanner optique des mobiles HP de type B suite aux tirs LASAT : F53 (a), F33 (b) et F92 (c)

A partir de l'observation des aubes (Figure VI.9), de la même manière que sur les aubes de type A (Figure VI.6), on observe aussi sur ces aubes de type B l'apparition de taches blanches de diamètres différents

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

d'une aube à l'autre à l'endroit de certaines zones choquées. Il s'agit d'un résultat complètement original car le superalliage monocristallin utilisé sur ces pièces est le Rene N5. Certains tirs n'ont pas été suivis de l'apparition d'une tache blanche (zones 9 à 12 du F33 par exemple sur la Figure VI.9.b et Figure VI.10). Certaines taches blanches présentent une forme ellipsoïdale selon la direction de solidification <001> (numéro 8 sur F92, Figure VI.9.c et numéro 1 sur la F53, Figure VI.9.a notamment). Si ces aubes de type B sont constituées d'un superalliage N5 leur solidification dirigée selon l'orientation cristalline <001> est réalisée selon le même procédé que pour les aubes de type A. Les 3 pièces de type B à notre disposition n'ont pas pu être découpées afin de vérifier l'emplacement exact des renforts internes traversant. Les plans de la pièce n'ont également pas pu être obtenus. On attribue toutefois cette anisotropie des taches blanches aux mêmes causes que celles avancées pour les pièces de type A (cf. § VI.2.1).



N° de tir	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Flux (GW/cm²)	4,1	2,2	4,1	2,7	4,1	3,3	3,2	2,7	3,3	2,7	3,2	2,7	3,2	3,2

Figure VI.10 : Mesures de taches blanches effectuées sur les 3 aubes de type B choquées

L'observation (Figure VI.9) et la mesure de taches blanches (Figure VI.10) est réalisée sur les modèles de type B d'aubes de turbine. Les zones de tir N° 1, 2, 5, 10, 11 et 12 permettent une discrimination aisée entre les 3 pièces. Ces zones seront donc à préconiser dans l'optique d'un contrôle non destructif sur pièce, au contraire de la zone de tir N° 7 par exemple pour laquelle la discrimination de l'adhérence entre les aubes n'est pas favorisée. La zone 1 conduit à l'obtention de taches blanches à l'excentricité

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

prononcée. Toutefois elle ne remet pas en cause la possibilité de comparer l'adhérence des différentes pièces.

La comparaison relative de l'adhérence entre les 3 pièces est effectuée. F53 présente pour 12 des 14 zones choquées un diamètre de fissure plus élevé que pour les deux autres aubes F92 et F33. Le diamètre de décohésion mesuré pour F53 en zone 6 est égal à celui de l'aube F92. On montre donc une adhérence plus faible de la pièce revêtue F53 que pour les deux autres.

Les décohésions observées sur l'aube F92 sont plus grandes que celles de la F33 pour 5 des zones de tir. Elles sont inférieures pour 3 zones de tir et strictement égales pour 3 dernières zones. Enfin 3 zones choquées n'ont pas conduit à l'apparition de taches blanches pour aucune des deux pièces (zones 9, 11 et 12 sur la Figure VI.10). L'ensemble de ces résultats indiquerait donc une adhérence légèrement plus faible pour l'aube F92 que pour la F33. Cependant la zone de tir N° 2 indique clairement le contraire. Il est plus probable que ces deux pièces soient proches au niveau de leur adhérence et que les variations observées soient situées dans l'intervalle de confiance de l'essai.

VI.2.3 Conclusion

La faisabilité d'une classification qualitative par LASAT de pièces industrielles revêtues de deux types différents est établie. On montre une différence de la résistance interfaciale d'une aube à l'autre. De la même manière qu'observé dans le paragraphe V.1.1 sur plusieurs plaques revêtues, les pièces supposées a priori équivalentes répondent de manière différente à l'essai LASAT, traduisant une variabilité de l'adhérence d'une pièce à l'autre.

La sensibilité de l'essai LASAT permet donc une évaluation de la résistance interfaciale relative entre différentes pièces. Il devient alors possible de détecter une aube dont le revêtement serait susceptible de ne pas satisfaire à sa fonction en écaillant prématurément. La détermination précise du seuil de décohésion à l'aide de plusieurs pièces supplémentaire permettrait d'appliquer un essai sous seuil de manière reproductible. Il suffirait alors de vérifier l'absence de tache blanche à l'aide d'une caméra infrarouge pour valider la bonne tenue de la céramique après dépôt EB-PVD. La quantification de l'adhérence à l'aide d'un calcul numérique reste à effectuer. Le grand nombre de paramètres à obtenir sur pièce (géométrie interne, orientation du cristal monocristallin, épaisseur de céramique) qui forment un ensemble unique pour chaque zone de la pièce nécessite le choix d'un endroit représentatif de l'ensemble de la pièce avant d'effectuer une simulation numérique. Plusieurs zones ont ainsi été identifiées pour chacune des pièces étudiées. On conseille donc de solliciter lors des études futures ces endroits particuliers.

VI.3 Innocuité/nocivité de l'essai LASAT sur aube en relation avec la tenue au cyclage thermique

L'application d'un tir LASAT a pour objectif final le contrôle non destructif (ou semi-destructif) de l'adhérence sur une pièce revêtue soumise à des tirs LASAT sous le seuil de décohésion. Ce caractère non destructif de la sollicitation LASAT a été déjà démontré par le biais du cyclage thermique sur des plaques

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

choquées en-dessous du seuil dans le paragraphe IV.1.4. De surcroît, on a aussi montré que sur des plaques choquées au-dessus du seuil de décohésion (cf. paragraphe IV.2.3.2) qu'un choc fissurant (dans la gamme étudiée) ne précipitait pas la ruine du revêtement pour un nombre de cycle maximum de 500 cycles. On se propose ici d'étudier le comportement en vieillissement thermique des aubes de turbines choquées précédemment pour étudier et appliquer une procédure de mesure LASAT sur aube (qualitative). La qualification d'un lot d'aube est actuellement validée industriellement si moins de 20% de la surface de la pièce témoin n'a pas écaillé avant 500 cycles de 1h à 1100°C. On se base donc aussi sur cette validation pour qualifier les pièces choquées issues de cette étude. Dans un premier temps quatre pièces de type A sont cyclées 500 cycles dans le four de cyclage thermique du Centre des Matériaux (cf. § II.2.2). Deux pièces de type B sont en revanche cyclées jusqu'à un état d'écaillage avancé (plus de 50% de céramique écaillée) au sein des installations de Snecma Villaroche afin d'obtenir les durées de vie finale des pièces. La vérification de l'écaillage de la céramique est effectuée tous les 50 à 65 cycles.

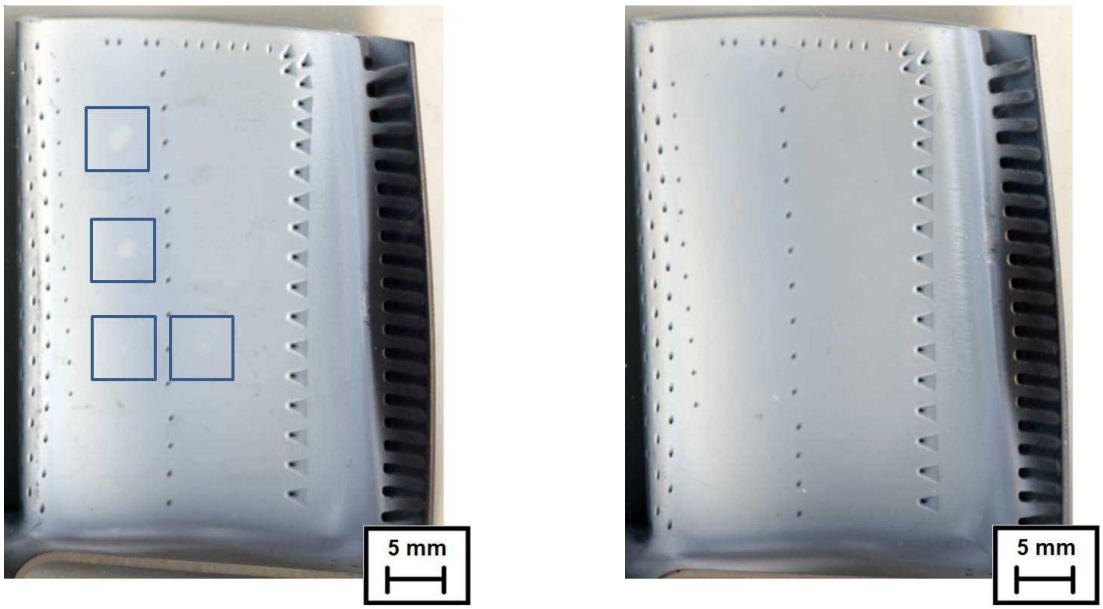
VI.3.1 Sur aubes de type A (Max. 500 cycles)

Quatre aubes de l'ensemble propulseur A ont donc été cyclées. Les deux premières (PA31 et PA95) ont été choquées avec des densités de puissance laser (cf. Tableau VI.2.a) qui conduisent à respectivement 8 et 9 taches blanches en intrados et aucune tache blanche en extrados. On a aussi 5 zones choquées sous seuil pour l'aube PA31 et 4 zones choquées sous seuil pour la PA95. Ces deux pièces nous permettent d'appréhender plus particulièrement la nocivité possible des zones fissurées par LASAT. La troisième est l'aube PA65 qui est choquée avec une série de densités de puissance plus faibles que les deux précédentes (cf. Tableau VI.3), dans le but notamment de s'approcher mieux de conditions LASAT sous le seuil de décohésion. Du fait de la méconnaissance précise du seuil de décohésion du système EB-PVD sur aube revêtue et de l'impossibilité de réaliser une courbe LASAT-2D sur pièce, les tirs sous seuil n'ont pas pu être effectués selon la procédure préconisée sur plaque au paragraphe IV.1.2 qui permet de fixer un seuil de décohésion et ensuite une marge réductrice pour être sûr de choquer sans fissurer. Sur l'aube PA65, neuf zones ont toutefois bien été choquées sous seuil d'adhérence. On observe sur la Figure VI.11.a quatre zones choquées au-dessus du seuil en intrados. Les diamètres de fissure obtenus sur les 3 aubes M88 cyclées sont présentés dans le Tableau VI.4. Les diamètres mesurés correspondent bien aux mêmes zones de la pièce, mais pas forcément au même flux pour l'aube PA65 notamment. Enfin, l'aube PA66 non choquée sera la pièce de référence (Figure VI.11.b). Notons qu'aucune tache blanche n'a été observée sur l'extrados de chacune des pièces (zones de tir 12 et 13).

	N° de tir	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Diamètre fissure (mm)	PA95	2,0	1,7	0,5	0,0	1,2	1,7	1,6	1,2	1,7	1,4	0,0	0,0	0,0
	PA31	2,0	1,3	1,2	0,0	0,0	1,0	1,0	1,1	1,5	1,4	0,0	0,0	0,0
	PA65	1,7	1,1	0,5	0,0	0,0	0,0	0,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

Tableau VI.4 : Diamètres de fissure mesurés sur les 3 aubes de type A cyclées

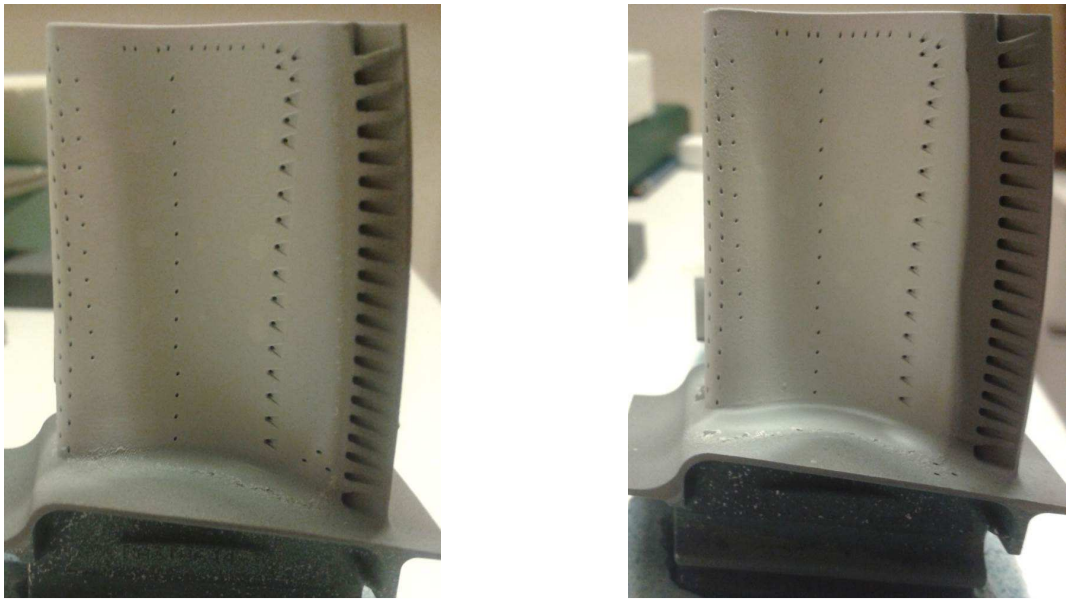
CONFIDENTIEL INDUSTRIE



(a) **(b)**

Figure VI.11 : Observation au scanner optique avant le cyclage thermique de l'aube PA65 choquée à proximité du seuil de décohésion, 4 taches blanches (a) et de l'aube PA66 de référence non choquée (b)

Le cyclage thermique est interrompu tous les 50 à 65 cycles pour un refroidissement jusqu'à la température ambiante à la suite duquel les échantillons sont photographiés. Les quatre échantillons sont présentés sur la Figure VI.12 à l'issu des 500 cycles.



(a) **(b)**

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

(c)

(d)

Figure VI.12 : Aubes de turbines non écaillées après cyclage thermique à 500 cycles : aube PA31 (a), aube PA95 (b), aube PA65 (c) et aube de référence PA66 (d)

On constate que les deux pièces choquées avec des flux laser conduisant à une dizaine de taches blanches préalables au cyclage (PA31 et PA95, respectivement (a) et (b) sur la Figure VI.12) n'ont pas du tout écaillé et il n'y a pas de signes d'évolution autour des taches. L'aube PA65 choquée à 9 endroits sous le seuil de décohésion n'a pas écaillé non plus (Figure VI.12.c). L'aube non choquée PA66 choisie comme référence (Figure VI.12.d) ne montre également aucun d'écaillage après 500 cycles. La céramique reste adhérente sur l'ensemble de la pale pour chaque pièce, en intrados comme en extrados. On remarque sur les Figure VI.12.c et Figure VI.12.d qu'un début d'écaillage apparait au niveau de la plateforme du pied d'aube. Il s'agit d'une zone présentant une très faible épaisseur de zircone. Le cyclage thermique des 3 pièces choquées est donc conforme aux spécifications de l'industriel. On note toutefois une augmentation prononcée de la hauteur du bombé des zones déjà décollées, évaluée à plusieurs dizaines de microns. Il s'agit d'un résultat cohérent avec ce qui a pu être observé sur plaque dans le § IV.2.2.1. De même aucune apparition de tache blanche n'a été observée au niveau de chacune des 18 zones au total choquées sous seuil.

L'application de l'essai LASAT au-dessous comme au-dessus du seuil d'adhérence sur aube de type A ne montre pas de modifications de la durée de vie à écaillage jusqu'à 500 cycles. On peut donc statuer à nouveau sur l'innocuité de l'essai LASAT dans ces conditions. Par ailleurs, des fissures circulaires initiales de plusieurs millimètres semblent inoffensives pour l'écaillage jusque 500 cycles. On suppose cependant que comme cela a été démontré sur plaque, le faciès morphologique de l'interface en relation avec la croissance de la couche d'oxyde est différent dans ces zones qui sont plus sensibles au « rumpling » du fait de la décohésion de la céramique. Ces résultats seront toutefois à compléter pour évaluer le comportement des pièces au-delà de 500 cycles.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.3.2 Sur aubes de type B (Max. > 1000 cycles)

Deux aubes de turbine de type B ont été cyclées dans les fours de cyclage Snecma jusqu'à l'écaillage final. La première F92 a été choquée comme présenté sur le Tableau VI.2 et a conduit à l'apparition de onze taches blanches (cf. Figure VI.9.c et Figure VI.10). Trois zones choquées n'ont pas été fissurées suite au tir LASAT. Contrairement aux tirs effectués dans le paragraphe précédent sur les aubes de type A, les zones choquées en extrados ont conduit à l'apparition de taches blanches. L'aube F80 choisie ici comme aube non choquée de référence est cyclée en même temps.

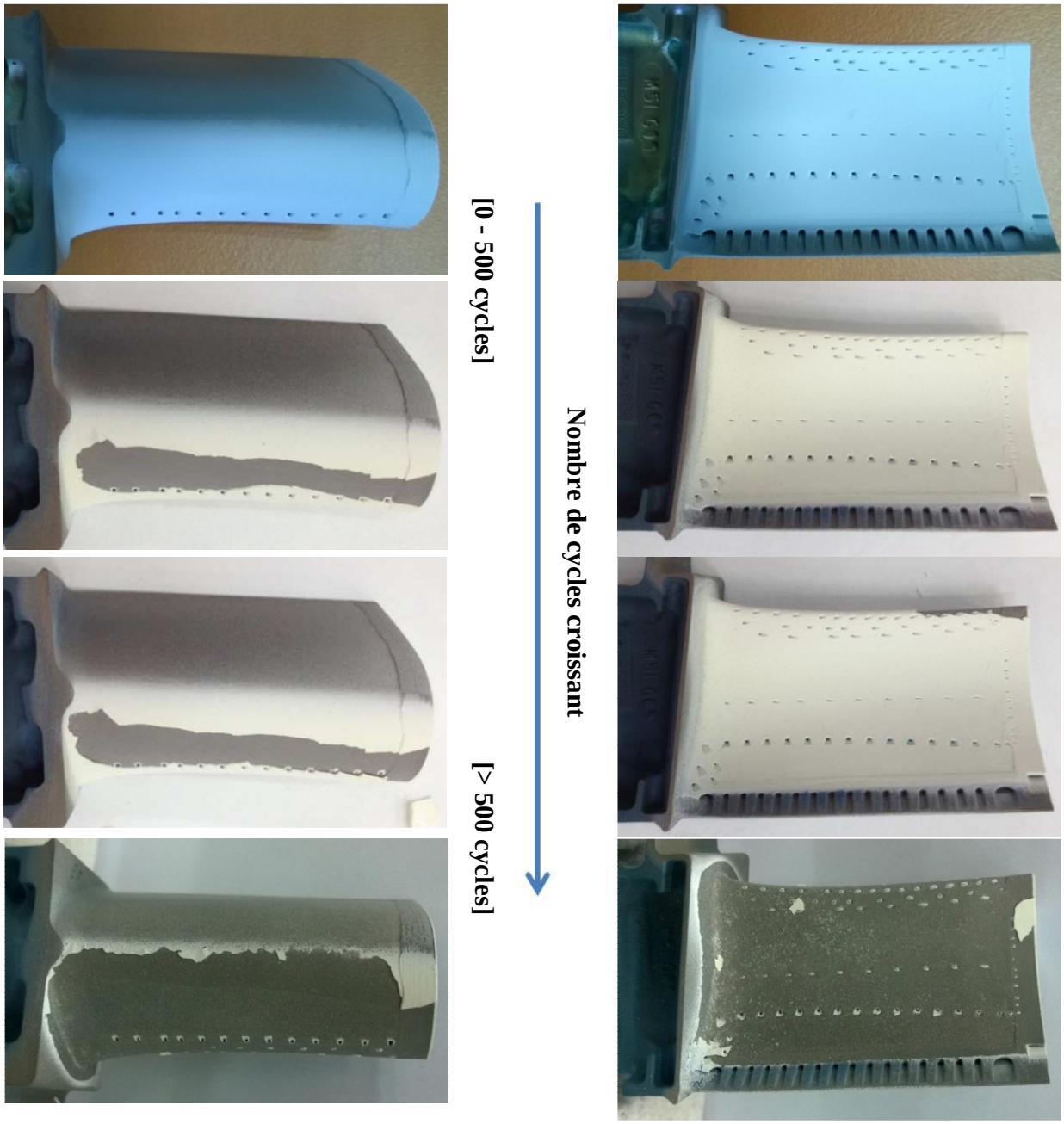


Figure VI.13 : Aube de référence F80 observée en intrados et extrados à différents états de cyclage

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

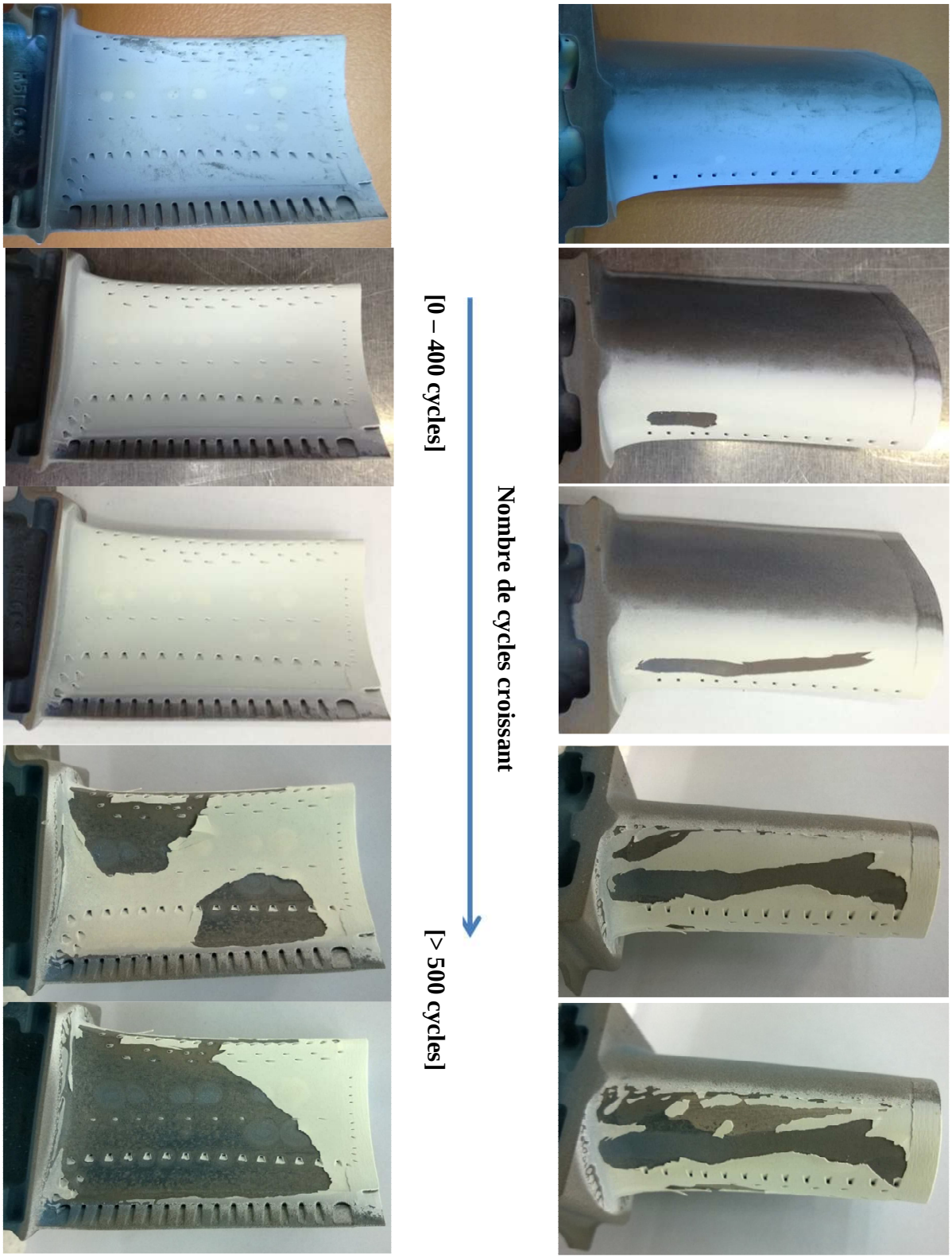


Figure VI.14 : Aube choquée F92 observée en intrados et extrados à différents états de cyclage

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Le cyclage de l'aube de référence F80 a été interrompu définitivement après plus de 850 cycles. Le premier écaillage apparait assez tôt au niveau de l'extrados, avant les 500 premiers cycles (Figure VI.13). La surface écaillée ne se propage que très peu en extrados. Après 500 cycles il apparait une première zone écaillée de très petite taille en intrados au niveau du bord d'attaque et donc dans la continuité de l'écaillage présent en extrados. Le reste de la pièce reste revêtu de céramique. L'écaillage de l'intégralité de la céramique, en intrados comme en extrados a lieu après 850 cycles. La durée de vie de cette aube de référence est donc de l'ordre de 850 cycles. Il s'agit d'une durée de vie conforme à ce qui est observé en moyenne sur ce banc d'essai pour ce type de pièces.

Le cyclage de l'aube choquée F92 a été interrompu après plus de 1000 cycles. Dès les 200 à 300 premiers cycles une zone écaillée apparait en extrados (Figure VI.14). Elle se trouve autour d'une fissure créée par LASAT avant le début du cyclage (zone 14, cf. Figure VI.3.b). Cette fissure se propage au cours des cycles suivants jusqu'à rejoindre la deuxième zone choquée (zone 13, cf. Figure VI.3.b) après 400 cycles. L'intrados de l'aube reste toutefois complètement revêtu jusqu'à plus de 900 cycles. Après 900 à 1000 cycles, deux zones en intrados écaillent représentant un peu plus de 40% de la surface de l'aube. La fissuration en extrados s'est également poursuivie. A plus de 1000 cycles, plus de 75% de la surface totale revêtue est écaillée. La durée de vie de cette pièce est donc d'environ 900 cycles. Les fissures présentes à l'état initial montrent une augmentation sensible de la hauteur de bombé comme ce qui a pu être observé sur plaques (cf. § IV.2.2.1). La hauteur de ces bombés sera à évaluer lors d'essais complémentaires afin de déterminer si le flux d'air au sein de la veine pourrait être perturbé. Une telle anomalie géométrique serait assurément plus sensible à l'érosion par les gaz et aux impacts de corps étrangers. En revanche le diamètre des taches blanches augmente notablement avec le cyclage sur cette aube. Il s'agit d'un résultat différent de ce qui a pu être observé sur plaques et sur les aubes de type A (cf. § IV.2.2.2 et § VI.3.1). L'aspect de texture particulière des surfaces de métal (sous-couche & alumine) devenues libres après écaillage au niveau des taches blanches (à la rugosité prononcée, cf. Figure V.16) est visible à l'œil nu sur l'aube F92 après écaillage (dernier état plus de 1000 cycles sur la Figure VI.14). L'augmentation du diamètre de tache blanche semble toutefois être accélérée pour les temps de cyclage long, après 500 cycles notamment. Il est donc fort probable que les résultats sur plaques, arrêtés avant 500 cycles n'aient pas atteint ce régime de dégradation de l'interface et qu'il faille prolonger les essais au-delà de 500 cycles pour statuer au mieux sur la nocivité de pré-défauts générés par LASAT.

Ces essais de cyclage sur aube de type B mettent en évidence une faiblesse de l'adhérence du revêtement céramique en extrados sur ce modèle de pièce. Que ce soit sur l'aube de référence ou l'aube choquée, un écaillage précoce est observé sur cette partie de l'aube par rapport au reste de la pièce. La présence d'une fissure créée par LASAT se révèle préjudiciable à la tenue de la céramique environnante. L'écaillage en extrados se produit alors deux fois plus rapidement que sur l'aube de référence. Il s'agit toutefois d'un écaillage qui reste localisé et ne se propage pas au reste de la pièce. L'application d'un essai LASAT en extrados est donc à exclure sur cette aube B. L'ensemble des tirs effectués en intrados n'a au contraire pas été suivi d'un quelconque écaillage prématuré par rapport à l'aube de référence. La durée de vie de l'aube choquée est même supérieure d'une centaine de cycles à celle de l'aube de référence. C'est un résultat en accord avec les résultats de cyclage thermique sur pions effectués par Fabre [FAB13] pour lesquels des pions choqués peuvent posséder une durée de vie supérieure à ceux de référence ce qui signifie que les fissures telles que pratiquées peuvent être inoffensives. La présence de zones choquées au-dessus comme au-dessous du seuil d'adhérence en intrados de l'aube de type B est donc tout à fait acceptable quant à la durée de vie de l'aube en cyclage thermique.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Conclusion

L'application de l'essai LASAT a été réalisée avec succès sur deux types d'aubes de turbine industrielle. La géométrie propre de chaque type de pièce, externe mais aussi interne (localisation des canaux de refroidissement, renforts, etc.) nécessite une étude au cas par cas pour chaque type, voire version de chaque pièce. Cinq zones de tir pertinentes ont ainsi pu être identifiées en intrados sur chacune des pièces. Deux zones sont identifiées au niveau de l'extrados sur aube de type A. L'apparition d'une fissure se traduit par l'apparition d'une tache blanche observable à l'œil nu, également identifiée en infrarouge. La forme de cette décohésion peut être circulaire ou allongée en relation avec l'épaisseur de substrat sous-jacent. La création de fissures non circulaires ne limite pas la portée de l'essai LASAT.

La procédure de choc choisie consiste à effectuer des mono tirs et évaluer la réponse zone à zone d'une aube à l'autre. Les taches blanches obtenues à même densité de puissance laser peuvent alors être comparées d'une pièce à l'autre, rendant ainsi possible une comparaison du niveau d'adhérence entre plusieurs aubes de turbine. On met ainsi en évidence les variations d'adhérence d'une pièce à l'autre, aussi bien pour les aubes A que celles de type B. On identifie en particulier certaines zones de tir qui permettent une discrimination manifeste. En complétant ces résultats avec des pièces supplémentaires, ces premières données obtenues sur aubes de turbine seront susceptibles de conduire à l'obtention de valeurs d'adhérence quantitatives sur pièces. Une première étape pourrait être la détermination précise du seuil de décohésion sur pièce. Il serait alors possible d'appliquer la procédure développée au paragraphe IV.1.2 dans laquelle on effectue un tir à environ 0,1 GW/cm^2 sous seuil. La visualisation ou non d'une tache blanche à l'aide d'une caméra infrarouge suite à ce choc de contrôle entrainerait la mise au rebut ou non de la pièce incriminée (Figure VI.15).

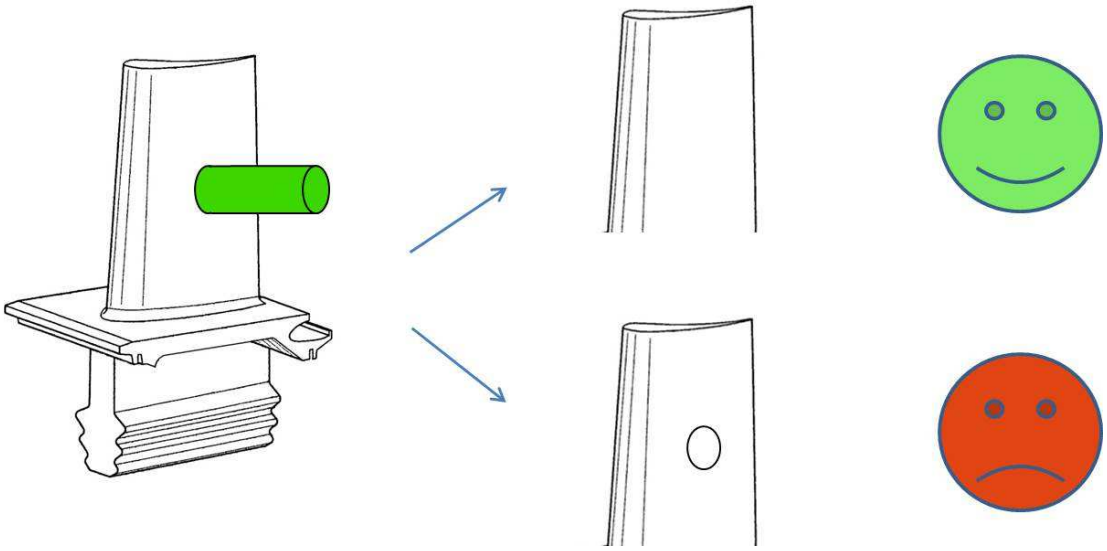


Figure VI.15 : Procédure de contrôle envisagée sur pièce industrielle revêtue en sortie de production

Le caractère inoffensif du choc laser a été étudié à l'aide du vieillissement thermique. On ne constate après 500 cycles de 1h à 1100°C aucun écaillage des pièces A revêtues, que ce soit au niveau des zones

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

non fissurées choquées en dessous du seuil de décohésion ou des zones fissurées choquées au-dessus du seuil. Les essais de cyclage menés sur deux aubes de type B jusqu'à écaillage montrent une faiblesse de l'adhérence de la céramique en extrados sur cette pièce. On préconise donc d'effectuer uniquement des tirs en intrados sur ces pièces. La durée de vie à l'écaillage de l'aube de type B choquée au-dessus et au-dessous du seuil de décohésion n'est pas modifiée. L'essai LASAT en face avant sur aube de turbine ne réduit pas la durée de vie de la pièce en cyclage thermique. L'essai LASAT est donc tout à fait approprié pour le contrôle de l'adhérence de la barrière thermique sur aube de turbine.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Conclusion générale

L'ensemble des travaux présentés dans ce manuscrit a été réalisé dans le but de développer un contrôle non destructif du niveau d'adhérence du revêtement céramique sur une pièce de turbine revêtue. Le développement ces dix dernières années de l'essai d'adhérence par choc laser (laboratoires PPrime, PIMM et Centre des Matériaux) a permi de montrer les possibilités de cette technique pour l'évaluation de la résistance interfaciale d'un système revêtu. La configuration de tir généralement utilisée consiste à focaliser le faisceau laser sur le substrat métallique (thèse de G. Fabre [FAB13]). Dans le cas des aubes de turbine aéronautiques le laser ne peut pas être appliqué au niveau du substrat monocristalin. L'essai LASAT qui permet de déterminer un niveau de tenue mécanique sous sollicitation dynamique est ainsi appliqué dans ces travaux côté revêtement de zircone EB-PVD.

La détection et la mesure de la fissure générée suite au choc laser peuvent être effectuées de manière reproductible grâce au phénomène de tache blanche. Les fissures obtenues, révélées par une simple observation optique de la zircone en vue de dessus sont localisées au-dessus de la couche d'alumine de croissance au bas des colonnes de zircone. L'observation en optique des décohésions se révèle le meilleur compromis entre la précision, la sensibilité et la rapidité de la mesure. La profilométrie permet d'identifier uniquement des décohésions de diamètre supérieur à 2 mm. La piezospectroscopie permet de détecter les décohésions avec précision. Elle nécessite toutefois une quantité d'alumine interfaciale adéquate, ce qui la rend difficile d'utilisation sur les états trop ou trop peu oxydés. La thermographie infrarouge est la technique la plus sensible, elle est donc à privilégier dans le cas de la détection de fissures de faibles dimensions. Sa résolution est toutefois insuffisante pour obtenir des mesures de grande précision. Le développement des technologies d'imagerie infrarouge devrait permettre à cette technique de supplanter l'observation en optique en termes de qualité d'ici peu. Dans l'optique d'un essai de contrôle non destructif où il d'agit de détecter sans équivoque une éventuelle fissure, la thermographie infrarouge sera à privilégier. Les mesures de diamètre de fissure effectuées dans cette thèse ont été réalisées en optique permettant la plus faible incertitude sur les mesures.

On établit ainsi les courbes LASAT-2D en face avant caractéristiques du système qui associent l'évolution du diamètre de fissure à la densité de puissance laser. L'application de l'essai LASAT côté céramique nécessite la présence d'un milieu ablateur à la surface duquel se créée le plasma. On utilise ainsi dans ces travaux un adhésif vinylique opaque. La reproductibilité de l'essai LASAT-2D dans cette configuration est démontrée. Plusieurs tirs effectués sur un même échantillon à la même densité de puissance laser conduisent à la création de fissures de diamètres identiques.

La simulation numérique de la propagation d'une onde de choc au sein du système a été menée à l'aide du logiciel Abaqus / Explicit. Elle permet la compréhension de l'historique des chargements mécaniques. On met ainsi en évidence deux cas de fissuration qui sont susceptibles de se produire en configuration de tir face avant. Dans le premier cas, le seul aller-retour de l'onde principale au sein du système conduit à la fissuration de l'interface. Dans le deuxième, la fissure peut être initiée suite au premier passage de l'onde principale et être propagée en périphérie lors du retour de l'onde principale. On établit ainsi des abaques numériques permettant d'évaluer numériquement la résistance interfaciale du système. La confrontation entre les courbes expérimentales et numériques est acceptable et permet de valider un certain nombre

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

d'hypothèses. Le modèle numérique présente cependant des limites. Il pourrait être complété par une prise en compte du réel chargement initial, ainsi que par une représentation plus précise de l'interface.

Les décohésions interfaciales de diamètre supérieur à 2 mm entrainent l'apparition d'un bombé. La hauteur de ces cloques peut être rhédibitoire, en particulier pour les fissures de diamètre important (supérieur à 4 mm) pour lesquelles la hauteur peut attendre plusieurs dizaines de micromètres. Toutefois, les décohésions de diamètre inférieur à 2 mm ne semblent pas s'accompagner d'un bombé.

L'essai de contrôle non destructif de l'adhérence d'un échantillon est défini. Il s'agit d'effectuer un tir qui sollicite l'interface à un niveau de contrainte légèrement inférieur au seuil de décohésion. Pour tous les échantillons présentant l'adhérence requise, aucune fissure ne sera créée. L'échantillon qui possèderait une faible adhérence sera alors fissuré pour ce même tir et identifié rapidement par la présence d'une tache blanche. Dans l'optique d'un essai d'adhérence effectué sur pièce à l'état brut de production, on étudie le devenir des zones choquées au-dessus et au-dessous du seuil d'adhérence lors du vieillissement du système. Il convient de s'assurer de l'innocuité de l'essai sur les propriétés du système. Le cyclage thermique est utilisé pour représenter les conditions de fonctionnement. Les zones choquées sous seuil ne présentent aucune trace de commencement de fissuration après 500 cycles d'une heure à 1100°C. Le fissures créées par LASAT ne se propagagent pas lors du cyclage thermique, elles forment cependant des bombés dont la hauteur augmente de manière significative avec le nombre de cycles. La présence de fissures ou de zones choquées sous seuil n'est pas mise en cause quant à l'écaillage de certains des échantillons.

L'établissement des courbes LASAT-2D permet de comparer l'adhérence entre différents échantillons. On met ainsi en évidence des différences d'adhérence entre les échantillons de l'étude. Ces différences relatives semblent persister lors du vieillissement du système. De plus l'écaillage lors du cyclage thermique peut être mis en relation avec l'adhérence évaluée dès l'état brut de production : les échantillons identifiés à l'état initial par LASAT avec une plus faible adhérence écaillent les premiers lors du cyclage thermique. Il devient donc envisageable de pouvoir relier la durée de vie d'un échantillon à son adhérence mesurée par LASAT-2D.

L'évolution de l'adhérence au cours du cyclage thermique est mise en évidence avec les courbes LASAT-2D. On accède ainsi à des données intermédiaires sur les « cinétiques » de dégradation de l'interface, données que les essais de cyclage thermique standards ne sont pas susceptibles de fournir. Il est également possible de réaliser cette évolution de l'adhérence en conditions mono-choc, avec cependant une plus grande incertitude si l'on souhaite obtenir des données quantitatives de l'adhérence. On définit ainsi différents domaines de vieillissement en fonction de l'état d'avancement de la dégradation du système. L'utilisation de l'essai LASAT-2D, en conditions de multi chocs, tout comme en conditions mono choc nous permet de déterminer un état d'adhérence du système. La constitution d'une base de données solide sur un grand nombre d'échantillons issus de diverses productions permettrait d'asseoir ces premiers résultats, ainsi que d'évaluer plus précisément les vitesses de dégradation du système.

Les essais de vieillissement ont également été menés sur aube de turbine. Les essais menés jusqu'à 500 cycles sur aubes ne montrent aucun écaillage. Deux pièces (dont une aube de référence) ont été cyclées jusqu'à écaillage complet, sans montrer un éventuel affaiblissement du système fissuré par LASAT. L'essai LASAT en face avant sur aube de turbine ne réduit pas la durée de vie de la pièce en cyclage

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

thermique. L'essai LASAT est donc tout à fait approprié pour le contrôle de l'adhérence de la barrière thermique sur aube de turbine.

Un contrôle régulier de la production, même qualitatif, éventuellement à l'aide d'un pion ou d'une plaque témoin embarquée dans la fabrication et testée en quelques minutes pourrait être facilement envisagé. Les perspectives de l'essai LASAT sont nombreuses. Aujourd'hui, lors du cyclage effectué en conditions industrielles, l'unique observable est l'apparition d'une zone écaillée, ce qui immobilise un four de cyclage pour une durée minimale d'un mois. La combinaison de ces essais de cyclage avec des essais LASAT pourrait permettre de diviser au moins par 2 les temps d'immobilisation des fours et surtout le délai de réponse pour ou non accepter un lot suspect. Si la robustesse de l'évaluation de l'adhérence par LASAT est démontrée sur un nombre significatif d'échantillons, il devient alors envisageable de distinguer un système proche de la rupture d'un système avec un grand potentiel d'heures restant. On en vient alors à envisager l'essai LASAT sur des pièces en retour de service, l'essai ayant montré sa faisabilité sur un système vieilli. Il conviendrait toutefois d'étudier les zircones vieillies en service (CMAS, autres dépôts). Cela pose aussi la problématique de l'épaisseur additionnelle du CMAS qui est variable, de la prise en compte de l'épaisseur d'alumine et de la détérioration du système complet.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bibliographie

[ANT03] T. Antoun, (2003) Wave Propagation, in *Spall Fracture*, 37-58, L. Davison & Y. Horie (eds), Springer, New York

[ARR04] M. Arrigoni, M. Boustie, H.L. He, C. Bolis, L. Berthe, S. Barradas, M. Jeandin, *Benefits of the impedance mismatch technique for LAser Shock Adhesion Test (LASAT)*, AIP Conference Proceedings 706(1) (2004) 1369-1372

[ARR04-2] M. Arrigoni, *Etude de l'influence des rugosités d'interfaces, de porosités et de l'épaisseur de l'échantillon sur la propagation des chocs laser dans les systèmes revêtus*, Thèse de l'ENSMA Poitiers (2004)

[ARR13] M. Arrigoni, M. Boustie, C. Bolis, S. Barradas, L. Berthe, and M. Jeandin, (2012) *Shock Mechanics and Interfaces*, in Mechanics of Solid Interfaces (eds M. Braccini and M. Dupeux), John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA

[BAL05] D.S. Balint, J.W. Hutchinson, *An Analytical Model of Rumpling in Thermal Barrier Coatings*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids 53 (2005) 949-973

[BAR04] S. Barradas, *Étude à l'aide du choc laser des mécanismes d'adhérence aux interfaces cuivre/aluminium et cuivre/cuivre obtenues par projection thermique*, Thèse de Mines ParisTech (2004)

[BAR06] S.Barradas, N.De Dave-Fabrègue, V.Guipont, M.Jeandin : *Caractérisation de l'endommagement du système barrière thermique par mesure de l'adhérence déterminée par choc Laser (technique LASAT)*, rapport d'étude ARMINES, Snecma Moteurs, 2006

[BER98] L. Berthe, *Processus de claquage de milieux transparents sous irradiation laser. Application au choc laser en régime de confinement par eau*, Thèse de l'Université Paris XI (1998)

[BER99] L. Berthe, R. Fabbro, P. Peyre, E. Bartnicki, *Wavelength dependent of laser shock-wave generation in the waterconfinement regime*, Journal of Applied Physics, 85 (1999) 7552

[BER11] L. Berthe, M. Arrigoni, M. Boustie, J. P. Cuq-Lelandais, C. Broussillou, G. Fabre, M. Jeandin, V. Guipont, M. Nivard, *State-of-the-art laser adhesion test (LASAT)*, Nondestructive Testing and Evaluation 26 (2011) 303-317

[BIC98] A. Bickard, *Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'une barrière thermique et d'un aluminuire de nickel déposés sur un superalliage monocristallin*, Thèse de Mines ParisTech (1998)

[BLA09] W. Ben Larbi, *Experimental Comparison of Loch-in and Pulsed Thermography for the Nondestructive Evaluation of Aerospasce Materials*, 6th International Workshop advances in signal Processing for Non Destructive Evaluation of Materials, London, Québec (2009)

[BOL04] C. Bolis, L. Berthe, M. Boustie, M. Arrigoni, H.L. He, M. Jeandin, S. Barradas, *VISAR PullBack Signals as a Diagnostic for the LASer Adherence Test Applied to Copper Coating on Aluminum Substrate*, AIP Conference Proceedigs, 706 (2004) 1373

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

[BOL04-2] C. Bolis, *Etude numérique et expérimentale de la séparation par choc bref d'interface de revêtements multi-couches. Application au test d'adhérence par choc laser*, Thèse de l'Université de Poitiers (2004)

[BOL07] C. Bolis, L. Berthe, M. Boustie, M. Arrigoni, S. Barradas, M. Jeandin, *Physical approach to adhesion testing using laser-driven shock waves*, Journal of Physics D : Applied Physics, 40 (2007) 3155-3163

[BOS09] R. Bossi, K. Housen, C. Walters, D. Sokol, *Laser Bond Testing*, Materials Evaluation 67 (2009) 819-827

[BOU07] M. Boustie, J.-P. Cuq-Lelandais, C. Bolis, L. Berthe, S. Barradas, M. Arrigoni, T. de Resseguier, M. Jeandin, *Study of damage phenomena induced by edge effects into materials under laser driven shocks*, Journal of Physics D: Applied Physics 40 (2007) 7103-7108

[BUF95] I.A. Bufetov, G.A. Bufetova, S.B. Kravtsov, V.B. Fedorov, V.K. Fomin, *Plasma heating near a metal target by nanosecond pulses of the first, second, and fourth Nd-laser harmonics*, Soviet Journal of Quantum Electronics, 25 (1995) 794-798

[BUS06] E. Busso, Z. Qian, *Mechanistic study of microcracking in transversaly isotropic ceramic-metal systems*, Acta Materialia 54 (2006) 325-338

[CAO89] H.C. Cao, A.G. Evans, *An Experimental Study of Fracture Resistance of Bimaterial Interfaces*, Mechanics of Materials 7 (1989) 295-304

[CFL28] R. Courant, K. Friedrichs, H. Lewy, *On the partial difference equations of mathematical physics*, Mathematische Annalen, 100 (1928) 32-74

[CHA91] P.R. Chalker, S.J. Bull, D.S. Rikerby, *A review of the methods for the evaluation of coating substrate adhesion*, Materials Science and Engineering, A140 (1991) 583-592

[CHA09] P.-Y. Chanal, J. Luc, *Development of fibered velocity interferometers for dynamic materiel behaviour studies*, 60th Meeting of the Aeroballistic Range Association (ARA), September 20-25 (2009)

[CHE03] M.W. Chen, M.L. Glynn, R.T. Ott, T.C. Hufnagel, K.J. Hemker, *Characterization and Modeling of a Martensitic Transformation in a Platinum Modified Diffusion Aluminide Bond Coat for Thermal Barrier Coatings*, Acta Materialia 51 (2003) 4279-4294

[CHO99] S.R. Choi, J.W. Hutchinson, A.G. Evans, *Delamination of Multilayer Thermal Barrier Coatings*, Mechanics of Materials, 31 (1999) 431-447

[CLA97] D.R. Clarke, R.J. Christensen, V. Tolpygo, *The Evolution of Oxidation Stresses in Zirconia Thermal Barrier Coated Superalloy Leading to Spalling Failure*, Surface and Coatings Technology 94-95 (1997) 89-93

[CUQ10] J.-P. Cuq-Lelandais, *Étude du comportement dynamique de matériaux sous choc laser sub-picoseconde*, Thèse de l'ENSMA-Poitiers (2010)

[DEB07] V. Debout, *Contribution à l'étude des propriétés optiques de dépôts plasma de zircone yttriée : Infuences de leurs caractéristiques microstructurales et physico-chimiques*, Thèse de doctorat, Université de Limoges (2007)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

[DEN09] V. Déneux, Y. Cadoret, S. Hervier, D. Monceau, *Effect of water vapor on the spallation of thermal barrier coating systems during laboratory cyclic oxidation testing,* Oxidation of Metals 73 (2009) 83-93

[DEV93] D. Devaux, *Caractérisation des plasmas formés par laser impulsionnel en géométrie confinée. Application au choc laser,* Thèse de l'Université Paris XI Orsay (1993)

[EVA01] A.G. Evans, D.R. Mumm, J.W. Hutchinson, G.H. Meier, F.S. Pettit, *Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings,* Progress in Materials Science 46 (2001) 505-553

[EVA08] A. Evans, D. Clarke, C. Levi, *The influence of oxides on the performance of advanced gas turbines,* Journal of European Ceramic Society 28 (2008) 1405-1419

[FABB90] R. Fabbro, J. Fournier, P. Ballard, D. Devaux, J. Virmont, *Physical study of laserproduced plasma in confined geometry,* Journal of Applied Physics 68 (1990) 775-784

[FAB11] G. Fabre, V. Guipont, M. Jeandin, M. Boustie, J.P. Cuq-Lelandais, L. Berthe, A. Pasquet, J-Y. Guedou, *LAser Shock Adhesion Test (LASAT) of Electron Beam Physical Vapor Deposited Thermal Barrier Coatings (EB-PVD TBCs),* Advanced Materials Research 278 (2011) 509-514

[FAB12] G. Fabre, M. Jeandin, V. Guipont, F. Passilly, F. Lepoutre, J.-Y. Guedou, 8th International Symposium on High-Temperature Corrosion and Protection of Materials (HTCPM'8), 20-25 May 2012, Les Embiez, France, O-152 (2012)

[FAB13] G. Fabre, *Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermiques EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D,* Thèse de Mines ParisTech (2013)

[FAB13-2] G. Fabre, M. Jeandin, V. Guipont, *Method for determination of adhesion of layer of ceramic thermal barrier i.e. zirconia layer, formed on substrate involves searching for image representative of area of possible separation between ceramic layer and substrate.* Brevet FR 2 979 015 (B1), 15/02/2013

[FAI74] B.P. Fairand, A.H. Clauer, R.G. Jung, B.A. Wilcox, *Quantitative assessment of laser-induced stress waves generated at confined surfaces,* Applied Physics Letters 25 (1974) 431-433

[FAI76] B.P. Fairand, A.H. Clauer, *Effect of water and paint coatings on the magnitude of laser-generated shocks,* Optics Communications 18 (1976) 588-591

[FAI79] B. P. Fairand, A. H. Clauer, *Laser generation of high-amplitude stress waves in materials,* Journal of Applied Physics 50 (1979) 1497-1502

[FAU06] S. Faulhaber, C. Mercer, M.-W. Moon, J.W. Hutchinson, A.G. Evans, *Buckling delamination in compressed multilayers on curved substrates with accompanying ridge cracks,* Journal of the Mechanics and Physics of Solids 54 (2006) 1004–1028

[FGG11] G. Fabre, J.-Y. Guedou, V. Guipont, M. Jeandin, Brevet FR 1157283 : *Procédé de détermination de l'apparition de décohésions dans une couche de revêtement en céramique transparente formée sur un substrat* (2011)

[FRA09] J. Frachon, *Multiscale approach to predict the lifetime of EB-PVD Thermal Barrier Coatings.* Thèse de Mines ParisTech (2009)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

[FOX74] J.A. Fox, *Effect of water and paint coatings on Laser-irradiated Targets,* Applied Physics Letters 24 (1974) 461-464

[GAY11] E. Gay, *Comportement de composites sous choc induit par laser : Développement de l'essai d'adhérence par choc des assemblages de composites collés,* Thèse Arts et Métiers ParisTech (2011)

[GEL99] M. Gell, E. Jordan, K. Vaidyanathan, K. McCarron, B. Barber, Y.H. Sohn et V.K. Tolpygo, *Bond strength, bond stress and spallation mechanisms of thermal barrier coatings,* Surface and Coatings Technology, 120 (1999) 53-60

[GUE10] S. Guetta, *Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement sur de l'aluminium,* Thèse de Mines Paristech (2010)

[GUI10] V. Guipont, M. Jeandin, S. Bansard, K.A. Khor, M. Nivard, L. Berthe, J.-P. Cuq-Lelandais, M. Boustie, *Bond strength determination of hydroxyapatite coatings on Ti-6Al-4V substrates using the LAser Shock Adhesion Test (LASAT),* Journal of Biomedical Materials Research A 95A (2010) 1096-1104

[GUI13] V. Guipont, *Microstructures et interfaces ceramique/metal obtenues par depôt physique : vers une conception architecturee des systemes revetus multi-materiaux,* Mémoire d'Habilitation à Diriger les Recherches, Université de Limoges, 4 juin 2013

[GUJ14] A.K. Gujba, M. Medraj, *Laser Peening Process and Its Impact on Materials Properties in Comparison with Shot Peening and Ultrasonic Impact Peening,* Materials 7 (2014) 7925-7974

[GUP90] V. Gupta, A.S. Argon, *Measurement of Interface Strength by Laser-pulse-induced Spallation,* Materials Science and Engineering 26 (1990) 105-117

[HAM09] S. Hamadi, *Etude du comportement en oxydation de nouveaux revêtements en aluminiure de nickel dopé au zirconium. Application aux barrières thermiques,* Thèse de l'Université Pierre et Marie Curie (2009)

[HEE05] B. Heeg, D.R. Clarke, *Non-Destructive Thermal Barrier Coating (TBC) Damage Assessment Using Laser-Induced Luminescence and Infrared Radiometry,* Surface and Coatings Technology 200 (2005) 1298-1302

[HON98] X. Hong et al., *Confining medium and absorptive overlay: Their effects on a laser-induced shock wave,* Optics and Lasers in Engineering 29 (1998) 447-455

[HOU05] P. Y. Hou, A. P. Paulikas, B. W. Veal, *Stress development and relaxation in Al_2O_3 during early stage oxidation of β-NiAl,* Materials at High Temperatures 22 (2005) 535-541

[HUT92] J.W. Hutchinson, M.D. Thouless, E.G. Liniger, *Growth and configurational stability of circular, buckling-driven film delamination,* Acta Metallurgica et Materialia 40 (1992) 295-308

[IKE05] R. Ikeda, H. Cho, A Sawabe, M. Takemoto, *Laser spallation method to measure strength against Mode-I decohesion of CVD diamond films,* Diamond & Related Materials 14 (2005) 631-636

[IKE06] R. Ikeda, T. Uchiyama, H. Cho, T. Ogawa, M. Takemoto, *An advanced method for measuring the residual stress of deposited film utilizing laser spallation technique,* Science and Technology of Advanced Materials 7 (2006) 90-96

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

[KIM07] S. Kim, Y. Liu, Y. Kagawa, *Evaluation of Interfacial Mechanical Properties Under Shear Loading in EB-PVD TBCs by the Pushout Method,* Acta Materialia 55 (2007) 3771-3781

[KOE99] M. Koenig, A. Benuzzi-Mounaix, F. Philippe, B. Faral, D. Batani, T.A. Hall, N. Grandjouan, W. Nazarov, J.-P. Chieze, R. Teyssier, *Laser driven shock wave acceleration experiments using plastic foams,* Applied-Physics-letters 75 (1999) 3026-3028

[LIE92] K.M. Liechti, Y.S. Chai, *Asymmetric Shielding in Interfacial Fracture under In-Plane Shear,* Journal of Applied Mechanics 59 (1992) 295-304

[LIP97] D.M. Lipkin, D.R. Clarke, M. Hollatz, M. Bobeth, W. Pompe, *Stress Development in Alumina Scales Formed upon Oxidation of (111) NiAl Single Crystals,* Corrosion Science 39 N°2 (1997) 231-242

[MAR80] C.L. Mader, T.R. Gibbs, J.W. Hopson, S.P. Marsh et al., *Lasl Shock Hugoniot Data* (ed. S.P. Marsh), University of California Press, Berkeley, CA, USA

[MAU12] V. Maurel, L. Helfen, F. N'Guyen, A. Koster, M. Di Michiel, T. Baumbach, T. Morgeneyer, *Three-dimensional investigation of thermal barrier coatings by synchrotron-radiation computed laminography,* Scripta Materialia 66 (2012) 471-474

[MDO10] J.P. McDonald, M.D. Thouless, S.M. Yalisove, *Mechanics analysis of femtosecond laser-induced blisters produced in thermally grown oxide on Si(100),* Journal of Materials Research 25 (2010) 1087-1095

[MOV69] B.A. Movchan, A.V. Demchishin, *Study of the structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, and aluminium oxide and zirconium dioxide,* Fizika Metallov i Metallovedenie 28 (1969) 83-90

[NEW05] G. Newaz, X. Chen, *Progressive damage assessment in thermal barrier coatings using thermal wave imaging technique,* Surface and Coatings Technology 190 (2005) 7-14

[NYC03] J.A. Nychka, D.R. Clarke, S. Sridharan, E. Jordan, M. Gell, M.J. Lance, C.J. Chunnilall, I.M. Smith, S.R.J. Saunders, R. Pillan, V. Sergo, A. Selçuk, A. Atkinson, K.S. Murphy, *NDE Assessment of TBCs: an Interim Report of a Photo-Stimulated Luminescence 'Round-Robin' Test,* Surface and Coatings Technology 163-164 (2003) 87-94

[OLT99] R. Oltra, J.C. Colson, P. Pasquet, *Simulation of abrasion–corrosion at high temperatures by in situ pulsed laser spallation of oxide films,* Wear 233-235 (1999) 372-376

[OLT01] G. Rosa, R. Oltra, C. Coddet, S. Costil, M.-H. Nadal, *Quantification of plasma sprayed coating adhesion using pulsed laser induced decohesion technique,* Surface Engineering 17 (2001) 472-476

[PEY98] P. Peyre, L. Berthe, X. Scherpereel, R. Fabbro, *Laser-shock processing of aluminium-coated 55C1 steel in water-confinement regime, characterization and application to high-cycke fatigue behaviour,* Journal of Materials Science 33 (1998) 1421-1429

[PEY98-2] P. Peyre, L. Berthe, X. Scherpereel, R. Fabbro, E. Bartnicki, *Experimental study of laser-driven shock waves in stainless steels,* Journal of Applied Physics 84 (1998) 5985-5992

[PIN98] B.A. Pint, I.G. Wright, W.Y. Lee, Y. Zhang, K. Prübner, K.B. Alexander, *Substrate and Bond Coat Compositions : Factors Affecting Alumina Scale Adhesion,* Materials Science and Engineering A245 (1998) 201-211

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

[POL06] T.M. Pollock, S. Tin, *Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure, and Properties,* Journal of Propulsion and Power 22 (2006) 361-374

[PRO93] A. Pronin, V. Gupta, J. Yuan, K.K. Chawla, R.U. Vaidya, *Tensile strength of interface between SnO2 coating and alumina sustrate,* Acta Metallurgica et Materialia 28 (1993) 1371-1376

[RAC93] A. Racine, A. Hazotte, *Chemical composition around γ/γ' interface in single crystal nickel-based superalloys in the early stage of creep,* Journal de Physique IV 3 (1993) 355-358

[REV10] N. Revuz, *Étude de l'endommagement d'un superalliage monocristallin à base de nickel induit par microperçage laser milliseconde,* Thèse de Mines Paristech (2010)

[SAI01] K. Saito, K. Takatani, T. Sakka, Y.H. Ogata, *Observation of Light Emitting Region Produced by Pulsed laser irradiation to solid-liquid interface,* Proceedings of the Conference On Laser Ablation (Tsukuba, Japan, October 1-5, 2001) 65

[SAL12] P. Sallot, *Modélisation de la durée de vie d'un revêtement aluminoformeur en conditions de sollicitations thermo-mécaniques,* Thèse de Mines ParisTech (2012)

[SOL02] A. Sollier, *Etude des plasmas générés par interaction laser-matière en régime confiné. Application au traitement des matériaux par choc laser,* Thèse de l'Université de Versailles Saint Quentin en Yvelines (2002)

[SOU14] R. Soulignac, *Prévision de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques,* Thèse de Mines ParisTech (2014)

[TER01] S. G. Terry, *Evolution of microstructure during the growth of Thermal Barrier Coatings by Electron-Beam Physical Vapor Deposition,* Thèse de l'University of California Santa Barbara (2001)

[THE07] P.-Y. Théry, *Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de liaison (Ni,Pt)Al ou NiAl(Zr),* Thèse de l'Université Joseph Fourier (2007)

[TOL01] V.K. Tolpygo, D.R. Clarke, K.S. Murphy, *Oxidation-induced failure of EB-PVD thermal barrier coatings,* Surface and Coatings Technology 146–147 (2001) 124–131

[TOL04] V.K. Tolpygo, D.R. Clarke, K.S. Murphy, *Evaluation of Interface Degradation during Cyclic Oxidation of EB-PVD Thermal Barrier Coatings and Correlation with TGO Luminescence,* Surface and Coatings Technology, 188-189 (2004) 62-70

[TOL98] V. K. Tolpygo, D.R. Clarke, *Wrinkling of α-Alumina Films Grown by Thermal Oxidation-II. Oxide Separation and Failure,* Acta Materialia 46 (1998) 5167-5174

[VAU13] J.-R. Vaunois, *Modélisation de la durée de vie de barrières thermiques par le développement et l'exploitation d'essais d'adhérence,* Thèse de l'Université de Grenoble (2013)

[VAS01] A. Vasinonta, J.L. Beuth, *Measurement of Interfacial Toughness in Thermal Barrier Coating Systems by Indentation,* Engineering Fracture Mechanics 68 (2001) 843-860

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

[WEN05] M. Wen, E.H. Jordan, M. Gell, *Evolution of Photo-Stimulated Luminescence of EB-PVD (Ni,Pt)Al Thermal Barrier Coatings*, Materials Science and Engineering A 398 (2005) 99-107

[YAS96] M. Yashima, M. Kakihana, M. Yoshimura, *Metastable-stable phase diagrams in the zirconia-containing systems utilized in solid-oxide fuel cell application*, Solid States Ionics 86-88 (1996) 1131-1149

[ZHA03] Y. Zhang, J.A. Haynes, B.A. Pint, I.G. Wright, W.Y.Lee, *Martensitic Transformation in CVD NiAl and (Ni,Pt)Al Bond Coatings*, Surface and Coating Technology 163-164 (2003) 19-24

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

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

RESUME :

L'évaluation de la résistance interfaciale des systèmes barrière thermique EB-PVD est primordiale afin de pouvoir contrôler la production d'aubes de turbine revêtues et d'améliorer la compréhension des phénomènes d'écaillage de la céramique qui se produisent en fonctionnement. L'essai d'adhésion par choc laser LASAT qui s'appuie sur la propagation bidimensionnelle des ondes de choc (le phénomène LASAT-2D) consiste à mesurer le diamètre de fissure interfaciale pour différents tirs effectués à densité de puissance laser croissante. L'application de l'essai LASAT sur une pièce industrielle nécessite d'effectuer le choc du côté revêtu de céramique. Un adhésif vinylique protecteur ainsi qu'un milieu de confinement par adhésif transparent sont utilisés afin de générer un choc en surface de la céramique. La propagation de l'onde de choc est étudiée à travers des expériences spécifiques ainsi qu'une simulation numérique. La fissuration de l'interface est révélée par la présence d'une tache qui est mesurée par observation optique du dessus de la céramique. La reproductibilité de l'essai LASAT appliqué côté céramique est établie. Dans l'optique de valider un protocole de contrôle non destructif, le cyclage thermique est utilisé pour évaluer la nocivité d'une zone choquée présentant ou non des fissures. La présence de fissures à l'interface entre l'alumine et la zircone ne diminue pas la durée de vie à écaillage d'aubes de turbines lors du cyclage thermique. La tenue mécanique initiale de la céramique est comparée de manière qualitative et quantitative pour différents échantillons et qualitativement pour plusieurs aubes de turbine. L'évolution de la résistance interfaciale en fonction du cyclage thermique est étudiée. On démontre également sur plusieurs échantillons une corrélation entre l'adhérence initiale mesurée par LASAT et la durée de vie à écaillage par cyclage thermique.

Mots clés : Revêtement céramique Barrière Thermique EB-PVD, Adhérence, LASAT-2D, CND, endommagement, durée de vie

Interfacial strength measurement of EB-PVD Thermal Barrier Coatings by laser shock and development of a non-destructive test on turbine blade

ABSTRACT :

The assessment of the interface strength of EB-PVD thermal barrier coating (TBC) is a key issue to control the production and better understand the ceramic spallation that will occur during life duration of coated turbine blades. The Laser Shock Adhesion Test (LASAT) involving bi-dimensional shock wave propagation, namely the LASAT-2D, consists in measuring the interfacial crack diameter when implementing a set of laser shocks with increased laser power densities. Applying the LASAT onto an industrial blade requires implementing the laser shock onto the ceramic side. A protective vinylic adhesive tape and a confinement by transparent adhesive tape are used to generate the shock on the ceramic. Shock wave propagation is studied through specific experiments and a numerical simulation. The interfacial crack is revealed by the presence of a spot that could be measured on a top-view optical image of the ceramic. Reproductibility of the LASAT applied on the coated side of the TBC is thereby established. Harmfulness of a loaded area with and without cracks is investigated thanks to thermal cycling in order to validate a non-destructive protocol. The presence of cracks at the interface between alumina and zirconia does not reduce the life duration of coated turbine blades in thermal cycling. Initial adhesion strength is compared both qualitatively and quantitatively for different samples and qualitatively for some turbine blades. Evolution of the interface strength with thermal cycling is presented. A correlation between initial adhesion and time of spallation of the ceramic is demonstrated on different samples.

Keywords : EB-PVD Thermal Barrier Coatings, Mechanical adhesion, LASAT-2D, NDT, damage, lifespan

MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY