

Evolution du système barrière thermique AM1/(Ni,Pt)Al/YPSZ en conditions de fatigue thermo-mécanique

Lara Mahfouz

► To cite this version:

Lara Mahfouz. Evolution du système barrière thermique AM1/(Ni,Pt)Al/YPSZ en conditions de fatigue thermo-mécanique. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2022. Français. NNT: 2022UPSLM068. tel-04050790

HAL Id: tel-04050790 https://pastel.hal.science/tel-04050790

Submitted on 29 Mar 2023 $\,$

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à Mines Paris - PSL

Evolution du système barrière thermique AM1/(Ni,Pt)AI/YPSZ en conditions de fatigue thermo-mécanique

Soutenue par Lara MAHFOUZ Le 06 décembre 2022

Ecole doctorale nº 432

Ingénierie des Systèmes, Matériaux, Mécanique, Energétique

Spécialité Mécanique



Composition du jury :

Daniel, MONCEAU Directeur de recherche, CIRIMAT Toulouse	Rapporteur
Guillaume, PARRY Maître de conférences, HDR, SIMAP Grenoble	Rapporteur
Michel, BOUSTIE Directeur de recherche, Institut Pprime	Président
Robert, VAßEN Professeur, Ruhr Universität Bochum	Examinateur
Pascale, KANOUTE Ingénieure de recherche, ONERA	Examinateur
Vincent, GUIPONT Chargé de recherche, HDR, Centre des Matériaux, Mines Paris	Examinateur
Basile, MARCHAND Ingénieur de recherche, Centre des Matériaux, Mines Paris	Examinateur
Vincent, MAUREL Directeur de recherche, Centre des Matériaux, Mines Paris	Directeur de thèse

Table des matières

Introduction générale	6
Chapitre I. Le système Barrière Thermique	10
I.1. Un système multi-matériaux	10
I.1.1. Le substrat	.10
I.1.2. La sous-couche	.11
I.1.3. La couche d'alumine	.11
I.1.4. La céramique	.12
I.2. Un problème multi-physiques	12
I.2.1. Rumpling	.12
I.2.2. Micro fissurations	.14
I.2.3. Transformations de phase dans la sous-couche	.15
I.2.4. Frittage de la céramique	.17
I.3. Modélisation de la ruine du système barrière thermique	19
Chapitre II. Dispositifs et Méthodes expérimentales	25
II.1. Eléments bibliographiques sur la caractérisation de l'adhérence du système Barrière	
Thermique	25
II.1.1. Mécanique de la rupture interfaciale	.26
II.1.2. L'essai de traction	.27
II.1.3. L'essai de flexion 4 points	.28
II.1.4. Essai de compression jusqu'à écaillage	.29
II.1.5. Essai d'adhérence LASAT	.30
II.2. La méthode LASAT	32
II.2.1. Principe de la technique LASAT	.32
II.2.2. Propagation de l'onde de choc et contraintes induites	.33
II.2.3. Dispositif d'essai LASAT au Centre des Matériaux	.36
II.2.4. Courbe LASAT	.38
II.2.5. Protocole expérimental	.39
II.2.6. Techniques de caractérisation non destructives	.41
II.2.6.1. Thermographie infrarouge	41
II.2.6.1.1. Méthode de mesure de la zone délaminée	43
II.2.6.2. Profilométrie optique	45
II.2.6.2.1. Mesure de hauteur de marche	46
II.3. Procédés et méthodes de vieillissement	48
II.3.1. Fatigue thermique	.48
II.3.2. Fatigue thermo-mécanique	.49
II.3.3. Fatigue thermique à gradient de température sur banc à flamme	.54
Chapitre III. Introduction d'un défaut d'interface par choc laser	60
III.1. Pré-vieillissement des échantillons	60
III.2. Courbes LASAT	62
III.3. Mesure du flambage	63

Chapitre IV. Résultats expérimentaux – Influence des sollicitations thermo-mécaniques sur	
l'évolution du défaut d'interface	
IV.1. Influence du vieillissement en fatigue thermique en conditions homogènes de tempér	ature.69
IV.2. Influence du vieillissement en fatigue thermo-mécanique	
IV.2.1. Vieillissement en fatigue thermo-mécanique « en phase »	0
IV.2.2. Vieillissement en fatigue thermo-mécanique « hors phase »	4
IV.3. Influence du vieillissement en fatigue thermique en présence de gradients de tempéra	ture 89
IV.3.1. Banc à flamme à SAE Villaroche	9
IV.3.2. Banc à flamme à IEK-1 Jülich9	3
IV.3.2.1. Cycle à gradient à forte vitesse de refroidissement	95
IV.3.2.2. Cycle à gradient à faible vitesse de refoidissement	
IV.4. Synthèse des résultats	105
Chapitre V. Forces motrices associées au flambage d'un défaut d'interface du revêtement ban	rière
thermique en fatigue thermique	107
V.1. Choix de modélisation	107
V.1.1. Géométrie et Maillage10	17
V.1.2. Chargement et conditions limites10	19
V.1.3. Comportement des matériaux11	0
V.1.4. Modèle de croissance d'oxyde11	3
V.2. Forces motrices de l'augmentation du taux de restitution d'énergie en fatigue thermiq	ue116
V.2.1. Calcul « couplage faible »11	6
V.2.2. Analyse des forces motrices du flambage	,1
V.2.2.1. Contraintes de compression dans la barrière thermique	121
V.2.2.2. Contraintes normales a l'interface B1/1GO	123
V.2.2.5. Deformation plastique dans la sous-couche	120
V 2 2 5 Facteurs d'intensité des contraintes et taux de restitution d'énergie	120
V.3. Etude paramétrique du modèle éléments finis	
V.3.1. Sensibilité du modèle aux propriétés élasto-viscoplastiques de la sous-couche13	5
V.3.2. Sensibilité du modèle au module de Young de la barrière thermique14	-0
V.3.3. Conclusion	.3
V.4. Cinétique d'oxydation réelle	143
V.5. Analyse de l'état mécanique du système barrière thermique sous chargement thermo-	
mécanique en phase et hors phase	145
V.5.1. Etat de contraintes dans le substrat14	-6
V.5.2. Etat de contraintes dans le dépôt céramique14	7
V.5.3. Etat de contraintes dans le blister14	.9
V.6. Analyse de l'influence d'un gradient thermique dans l'épaisseur du revêtement	
V.6.1. Cycle « standard »15	5
V.6.2. Cycles banc à flamme15	9
V.6.3. Conclusion	4
Conclusion générale et perspectives	
Références bibliographiques	
	-

Annexes	176
Annexe 1. Plan des éprouvettes	177
Annexe 2. Méthodes numériques de calcul du taux de restitution d'énergie pour un matériau	
multicouche	180
Annexe 2.1. Extension virtuelle du front de fissure	
Annexe 2.2. Extrapolation des déplacements en pointe de fissure : méthode DE182	
Annexe 2.3. Application des méthodes184	
Liste des figures	189
Liste des tableaux	200

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Centre des Matériaux de Mines Paris, en collaboration avec le département Matériaux et Procédés du centre de recherche Safran Tech du groupe Safran. Il est certes le résultat de la contribution de plusieurs personnes que j'aimerais simplement remercier.

Je vais tout d'abord remercier les membres de mon jury de thèse, Daniel Monceau, Guillaume Parry, Michel Boustie, Robert Vassen et Pascale Kanoute, pour leurs remarques pertinentes et pour les échanges agréables que nous avons eus lors de la soutenance, ainsi que pour leurs encouragements et leurs félicitations.

Je remercie particulièrement Vincent Maurel, mon directeur de thèse, pour m'avoir dirigé au cours de ces trois années d'aventure. Merci de m'avoir donné de l'autonomie là où j'en avais besoin, et de éclairé conseils avisés dans moments m'avoir de tes les moins sereins. Je remercie Vincent Guipont, mon co-encadrant académique, pour son suivi et pour son implication sur une grande partie du travail expérimental. Je souhaite pareillement remercier Basile Marchand, mon co-encadrant académique, pour son aide précieuse sur la partie numérique. Merci pour ta disponibilité et pour ta passion contagieuse pour les sciences du numérique. Je souhaite également remercier Florent Coudon, mon encadrant industriel. Je te remercie pour ta bienveillance, tes conseils pertinents et ton suivi tout au long de la thèse. Je tiens également à remercier Martine Monin et Arjen Roos, mes chefs d'équipe successifs à Safran Tech, pour leur bienveillance et leurs encouragements. Enfin, j'ai une pensée particulière pour Alain Köster, mon co-encadrant académique qui nous a malheureusement quitté en 2021. Merci pour l'attention que tu as porté à mes travaux.

Je voudrais également remercier l'ensemble du personnel du Centre des Matériaux, plus particulièrement Matthieu Rambaudon pour son aide précieuse sur les essais de fatigue thermomécanique, mais aussi Sylvain Galliègue, Gérard Brabant, Stéphanie Dang, Antoine Debray et Fabrice Gaslain. Je remercie également mes collègues à Safran, plus particulièrement Dana Cosson, Nicolas Chauzy et Nicolas Martin. Je tiens également à remercier Robert Vassen, Daniel E. Mack, Martin Tandler et Jens Igel, nos collègues de l'IEK-1 à Jülich en Allemagne, pour la collaboration fructueuse autour de l'essai de cyclage au banc à flamme. Enfin je remercie les stagiaires qui sont passés au Centre des Matériaux et qui ont contribué à mon travail de thèse, Guillaume Cottin, Marie Sterkos, Mark Latournarie, Pauline Delarue et Elliot Thuillier, je vous souhaite bonne continuation.

Plus généralement, je tiens à adresser un remerciement aux amies et amis rencontrés durant cette expérience de thèse : Mélanie avec qui j'ai passé de très bons moments et Théophile avec qui j'ai eu beaucoup d'échanges et qui m'a beaucoup aidé sur plein de sujets scientifiques. J'ai eu le plaisir de partager le bureau avec vous, mais aussi avec Amar, Nessrine et Capucine qui ont participé à la très bonne ambiance au travail. Je tiens également à remercier Alexandre pour m'avoir initié au LASAT et pour les bons moments de discussion. Je pense aussi à Nicolas du bureau d'à côté, merci pour ta générosité. Je n'oublie pas Abderrahman, Zeineb et Niama.

Et pour finir, je vais adresser mes plus chaleureux remerciements à ma famille. Merci pour tout ! Pour mes parents, merci pour votre soutien tout au long de mon parcours, cette thèse est dédiée à vous. Un dernier mot pour toi José, merci pour ton soutien sans limites.

Introduction générale

La nécessité de protéger les structures des turbines aéronautiques, et plus particulièrement les aubes des étages de haute pression, contre la corrosion et le fluage mécanique, conduit à limiter la température de fin de combustion. Pour répondre aux enjeux d'amélioration de la performance des turbomachines aéronautiques et permettre notamment une augmentation de la température des gaz brûlés, l'optimisation des revêtements barrière thermique (TBC) devient de plus en plus importante. Les revêtements barrière thermique sont des systèmes de protection utilisés en surface des aubes et distributeurs de turbine haute pression, Figure 1 b). En plus de l'optimisation des canaux de refroidissement internes, les revêtements barrières thermiques vont permettre un abattement conséquent de la température en surface du substrat de l'ordre de 100 °C grâce à la faible conductivité thermique de la céramique. Ils permettent également de protéger le substrat contre l'oxydation et la corrosion. Ils ont généralement une structure bicouche comportant une couche de liaison métallique (Bond Coat) et un revêtement en céramique de faible conductivité thermique, Figure 1 c). Cette étude porte sur le système barrière thermique (Ni,Pt)Al/7YPSZ déposé par EB-PVD (Electron Beam Physical Vapor Deposition (évaporation sous faisceau d'électrons), sur le substrat AM1, superalliage monocristallin base nickel. Le revêtement céramique, appelé Top Coat, exposé aux gaz chauds assure l'isolation thermique. La couche métallique de liaison ou sous-couche apporte une protection contre l'oxydation et la corrosion du superalliage, à travers la formation d'une couche intermédiaire protectrice d'oxyde d'alumine par réaction entre l'aluminium de la couche de liaison et l'oxygène de l'atmosphère. Toutefois, l'ajout de ce système de protection nécessite de comprendre ses modes de ruine en fonctionnement. Dès lors que ce système n'assurera plus son rôle protecteur (écaillage total ou partiel de la céramique), la durée de vie résiduelle du substrat est très faible car celui-ci est alors hors de son domaine d'utilisation.



collaboration Safran Aircraft Engines / **GE** Aviation

b) Aube de turbine HP (Safran Aircraft Engines)

c) Thermal Barrier System Composition (Karlsson, et al., 2002)

Figure 1 - a) Vue en coupe d'un moteur aéronautique CFM LEAP, b) aube de turbine aéronautique et c) système barrière thermique étudié

L'endommagement du système barrière thermique a été étudié et rapporté dans des études précédentes. Elles mettent en évidence un schéma de ruine du revêtement barrière thermique suivant une séquence d'endommagement interfacial microscopique créant des sites potentiels pour l'amorçage de fissures qui résultent en un délaminage macroscopique et la ruine par écaillage du revêtement (Tolpygo & Clarke, 2004; Evans, et al., 2008), ce passage à l'échelle macroscopique restant difficile à établir, Figure 2.



Figure 2 – Schématisation a) de l'endommagement de l'interface céramique/oxyde par nucléation de micro-cavités et leur coalescence à l'échelle microscopique et b) et du flambage/délaminage macroscopique

L'essai de référence utilisé pour la caractérisation de la durée de vie du système est l'essai d'oxydation cyclique jusqu'à écaillage. Des essais plus complexes ont été testés pour caractériser la durée de vie du système barrière sous chargements thermo-mécaniques plus représentatifs de l'application, (Courcier, 2009; Vaunois, 2013; Soulignac, 2014; Riallant, 2014), notamment des essais de compression à écaillage (Courcier, 2009; Soulignac, 2014), des essais de traction par plots collés ou des essais de flexion (Vaunois, 2013), mais ces essais présentent des effets dispersifs inhérents qui rendent difficile la compréhension des effets des paramètres de chargement thermo-mécaniques au milieu de bruits de mesure importants. De plus ces essais sont coûteux à mettre en place, nécessitant un échantillon testé par condition de vieillissement. Récemment, une autre voie de caractérisation a été proposée au Centre des Matériaux de Mines Paris. Dérivée de la méthode LASAT pour la mesure d'adhérence de revêtements par choc laser, elle consiste à créer une zone circulaire délaminée par une onde de choc générée par une impulsion laser nanoseconde focalisée sur quelques mm² permettant de contrôler la localisation et la dimension de cette zone. Ensuite, le délaminage progressif de cette zone pré-fissurée est mesuré au cours des cycles de chargement. Cette méthode a été testée en oxydation cyclique. Pour des temps de maintien de 5 min et d'une heure, l'évolution du délaminage dépend de ce paramètre de chargement thermique testé (Theveneau, 2019). Cette méthode permet de suivre la décohésion du revêtement de façon robuste sans être coûteuse puisqu'elle permet plusieurs mesures en fonction du nombre de cycle sur un même échantillon grâce à des contrôles non destructifs. De plus, cette méthode permet d'explorer un large panel de conditions de sollicitation tout en étant facile à mettre en œuvre. Les présents travaux de thèse visent à étendre l'utilisation de la méthode de suivi de la propagation d'un défaut interfacial de géométrie connue généré par LASAT, en privilégiant un suivi 3D à la fois du délaminage et du flambage, à des conditions de sollicitations plus représentatives des conditions de service. Des essais de suivi de zone délaminée sont réalisés en conditions de fatigue thermo-mécanique et de fatigue thermique en présence de gradients de température au banc à flamme,

type d'essai entrepris pour la première fois dans la continuité des études sur les systèmes de revêtement barrière thermique réalisées au Centre des Matériaux en partenariat avec le Groupe Safran.

La sensibilité de la méthode LASAT et celle des méthodes de suivi de décohésion employées, couplées à la modélisation numérique, permettent d'établir un couplage fort entre les mécanismes d'endommagement modélisés à l'échelle microscopique et le flambage macroscopique. Ce lien établi permet de combler un manque de données expérimentales à ce sujet dans la littérature, l'endommagement étant modélisé principalement selon des visions macroscopiques phénoménologiques ou par des approches locales à l'échelle de la rugosité d'interface, avec une absence de chaîne robuste pour le passage entre les deux échelles.

L'ensemble du travail présenté dans ce manuscrit se divise en cinq chapitres. Le premier chapitre est une description du système barrière thermique de l'étude et de ses modes d'endommagement, et présente une revue rapide des travaux de modélisation du système barrière thermique. Le deuxième chapitre présente l'ensemble des dispositifs expérimentaux utilisés au cours de ces travaux de thèse pour l'introduction d'un défaut d'interface dont les caractéristiques dimensionnelles sont connues et pour le suivi de propagation in situ ou ex situ du défaut sous sollicitations de fatigue thermo-mécanique. Nous détaillerons notamment chaque dispositif d'essai et type de vieillissement, ainsi que les méthodes utilisées pour le dépouillement des résultats d'essais. Dans les chapitres trois et quatre nous présenterons les résultats expérimentaux de l'étude, allant de la mise en pratique de la méthode LASAT pour l'introduction des défauts jusqu'au suivi macroscopique de la propagation des défauts d'interface sous les différentes conditions de chargement testées. La base d'essais regroupe des essais de fatigue thermique en conditions homogènes de température réalisés dans un four, des essais de fatigue thermo-mécanique, ainsi que des essais de fatigue thermique à gradient de température réalisés au banc à flamme. Enfin, le chapitre cinq présente une étude numérique qui a pour but de déterminer à travers un modèle aux éléments finis, les forces motrices liées à l'évolution macroscopique observée du défaut d'interface sous les conditions de chargement testées.

Chapitre I. Le système Barrière Thermique

I.1. Un système multi-matériaux

Le système barrière thermique étudié est un système multi-matériaux développé par Safran, Figure I-1.

Il est constitué :

- d'une couche de zircone ytriée partiellement stabilisée (YSZ : Yttria Stabilized Zirconia ou top coat) déposée par dépôt physique en phase vapeur par faisceau d'électrons (EB-PVD : Electron Beam Physical Vapor Deposition) ;
- d'une couche d'oxyde protectrice (alumine α) à l'interface entre la céramique et la sous-couche. Les échantillons sont oxydés avant le dépôt de la céramique pour obtenir une épaisseur d'oxyde initiale de l'ordre de 0.5 µm. Cette couche d'oxyde évolue au cours du chargement (TGO : Thermally Grown Oxide);
- d'une sous-couche d'accroche métallique riche en aluminium (bond coat), l'aluminure de nickel modifié platine dans notre étude (Ni,Pt)Al déposée sur le substrat AM1.

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





I.1.1. Le substrat

Le substrat de l'étude est un superalliage monocristallin à base nickel, AM1 de première génération (Davidson, et al., 1983), et à faible teneur en soufre (AM1 bas soufre), par opposition à l'AM1 standard utilisé jusqu'aux années 2000, (Fleury, 1991; Hanriot, 1993; Bickard, 1998). Il constitue le cœur de la pièce, assure sa tenue structurale et sa résistance à la corrosion à haute température. Les aubes ou les simples barreaux d'AM1 sont élaborés par solidification dirigée avec sélecteur de grains (procédé Bridgman).

La microstructure de l'AM1 est caractérisée par une matrice austénitique γ de structure cubique faces centrées, au sein de laquelle précipite une phase durcissante γ ' de structure L12. La fraction volumique des précipités γ ' atteint environ 70%. La composition de l'AM1 bas soufre en éléments d'alliage est donnée dans le Tableau 1. Les éléments tels que le chrome, le cobalt et le molybdène 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 et d'oxydation. Le carbone et le soufre qui permettent notamment de faciliter la mise en forme ont toutefois un effet néfaste sur l'adhérence du système barrière thermique, (Hou & Tolpygo, 2007). Leur concentration est donc à minimiser.

Elément	Со	Cr	Mo	W	Та	Al	Ti	С	Fe	S
Min	6	7	1.8	5	7.5	5.1	1			
Max	7	8	2.2	6	8.5	5.5	1.4	0.01	0.2	0.2 ppm

Tableau 1 – Composition de l'AM1 bas soufre (wt%), (Rouzou, et al., 2004)

I.1.2. La sous-couche

La sous-couche métallique assure deux fonctions principales dans le système : c'est un revêtement aluminoformeur limitant l'oxydation du superalliage à hautes températures par la production de l'oxyde ; et c'est une couche de liaison permettant d'assurer « l'accroche » de la couche céramique sur le substrat accommodant la différence de coefficient de dilatation thermique entre la céramique et le superalliage. La sous-couche du système barrière thermique de l'étude est un revêtement de diffusion (Ni,Pt)Al (aluminure de nickel modifié platine). L'ajout de platine favorise l'adhésion de la couche d'alumine formée par oxydation sur la couche de liaison. La sous-couche est réalisée par dépôt électrolytique de platine après sablage du substrat, suivi d'une aluminisation en phase vapeur APVS (Aluminisation en Phase Vapeur Snecma). Le procédé consiste à apporter l'aluminium par voie thermochimique, sous forme d'halogénure produit par la réaction entre un activateur halogéné et un cément donneur constitué d'aluminium et de chrome. Un traitement thermique est conjointement réalisé. Ce dernier permet aux éléments d'alliages du substrat et de la sous-couche de diffuser pendant le dépôt électrolytique. Le revêtement obtenu est constitué de la phase β -(Ni,Pt)Al de type B2.

Sous cette couche, une zone d'interdiffusion (IDZ : InterDiffusion Zone) se forme avec le substrat par diffusion de l'aluminium du revêtement vers le superalliage, et inversement du nickel du superalliage vers le revêtement. Les deux zones sont délimitées par les résidus de sablage (particules de corindon).

I.1.3. La couche d'alumine

La sous-couche protectrice forme une couche d'oxyde sur sa surface. Plus cette couche sera adhérente, dense et auto-réparatrice, et plus la protection sera efficace. Un traitement de surface par sablage avant le dépôt EB-PVD favorise l'adhérence de la sous-couche préoxydée afin de former une couche d'alumine stable α d'une épaisseur initiale d'environ 0.5 µm après préchauffage dans l'enceinte de dépôt EB-PVD. Cette étape permet d'éviter la formation d'une alumine dite de transition θ . La phase recherchée est la phase stable α -Al₂O₃, (Evans, et al., 2008). En effet, l'alumine α présente l'avantage d'être plus 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. La couche de l'alumine dite « de croissance » continue de croître à la surface de la sous-couche dans les conditions de service. Sa croissance et son évolution sont fortement liées à la durée et aux températures des cycles thermiques appliqués.

I.1.4. La céramique

La couche céramique est la barrière thermique proprement dite. Elle présente une faible conductivité thermique pour diminuer la température de surface du substrat métallique. La barrière thermique de l'étude est une zircone yttriée partiellement stabilisée à l'yttrine 7YPSZ déposée par dépôt phase vapeur EB-PVD (Electron Beam Physical Vapor Deposition). Un faisceau d'électrons, focalisé en direction du matériau à revêtir assure l'évaporation de la zircone fondue, qui se condense ensuite sur le substrat (Rigney, et al., 1995). Ce procédé confère à la céramique une structure colonnaire qui permet une bonne accommodation des déformations. Elle associe une conductivité thermique faible de l'ordre de 2 W.m⁻¹.K⁻¹ et un coefficient de dilatation thermique relativement élevé de 1.0×10^{-5} K⁻¹, ce qui permet de limiter le désaccord dilatométrique avec le substrat pour lequel $\alpha = 1.4 \times 10^{-5}$ K⁻¹.

I.2. Un problème multi-physiques

Les différentes couches du système barrière thermique vont évoluer en service et ces modifications jouent un rôle majeur dans la ruine du système par écaillage, qui signifie la mise à nu du superalliage par la perte d'une partie ou de la totalité de la céramique. Une pièce écaillée ne serait donc plus protégée et sa durée de vie devient alors critique. Les aubes de turbine haute pression sont soumises à deux types de dégradation en service. Les phénomènes dits extrinsèques proviennent de l'environnement externe à la pièce. Ils sont en particulier liés aux flux d'air et de gaz de combustion. Les phénomènes dits intrinsèques concernent quant à eux les mécanismes propres au vieillissement du système. Nous considérons ici les mécanismes de dégradation intrinsèques du système barrière thermique.

I.2.1. Rumpling

Le rumpling se traduit par une ondulation de la couche d'oxyde croissante avec le cyclage thermique sous air. Les différents facteurs en cause dans le phénomène de rumpling ont été largement explorés dans la littérature. Il est éprouvé que le rumpling soit beaucoup plus prononcé dans des conditions cycliques qu'en oxydation isotherme (Tolpygo & Clarke, 2004), Figure I-2, et s'amplifie en cours de cyclage (Sallot, 2012), Figure I-3.



Figure I-2- Evolution de la rugosité en oxydation isotherme et cyclique à 1150 °C avec des temps de maintien d'une heure en cyclique (Tolpygo & Clarke, 2004)



Figure I-3- Evolution de la rugosité du revêtement (Ni,Pt)Al déposé sur l'AM1 sans céramique, pour a) 500, b) 1000, c) 2000, d) 3000 et e) 5000 cycles entre 100 et 1100 °C, de 5 min de temps de maintien (Sallot, 2012)

Le rumpling est moins prononcé en présence de barrière thermique, (Soulignac, 2014), mettant en évidence un effet de confinement de la céramique sur l'augmentation de la rugosité.

Dans (Tolpygo & Clarke, 2004), le phénomène de rumpling est observé pour des cycles thermiques sous vide sans pratiquement aucune oxydation mais l'amplitude des ondulations après 100 cycles d'une heure à haute température y est environ 30% plus faible sous vide que sous air. La morphologie des ondulations est qualitativement similaire pour les deux environnements d'essai. Ce résultat est également montré dans (Sallot, 2012) en comparant la rugosité de l'interface pour des essais réalisés

sous air et des essais sous argon. Le rumpling est présent dans les deux cas mais il est plus prononcé pour l'essai sous air et surtout il ne se développe plus pour un nombre de cycles immportant sous argon, (Sallot, 2012; Maurel, et al., 2016). Dans (Tolpygo & Clarke, 2004), Tolpygo observe que la longueur d'onde équivalente des ondulations est plutôt constante au cours d'une oxydation cyclique, et qu'elle coïncide avec la taille de grains équivalente dans la sous-couche. Des observations de microstructure l'amènent à suggérer que le rumpling pourrait être initié par un gonflement au niveau des grains et un creusement au niveau des joints de grains dû aux mécanismes d'interdiffusion entre la sous-couche et le substrat. Cette phase présente une résistance à la plasticité plus importante et donc inhibe le rochet aux niveaux des gonflements. L'énergie plastique est ainsi dissipée dans les zones encore constituées de phase β (Mumm, et al., 2001; Darzens, et al., 2003).

Plus tard dans (Tolpygo & Clarke, 2009), les auteurs ont réalisé des essais de cyclage thermique à 1150 °C avec une baisse de température relativement faible de l'ordre de 100 °C qui était suffisante pour générer du rumpling. Pour une température minimale variant entre 750 °C et 1050 °C, le rumpling est légèrement supérieur au rumpling observé pour un retour à température ambiante. Ces résultats l'amènent à exclure l'effet de la transformation martensitique dans la sous-couche qui avait été évoquée dans (Karlsson & Evans, 2001; Balint & Hutchinson, 2003; Thery, 2007), ou le changement de phase $\beta \rightarrow \gamma$ ' aux joints de grains, comme moteurs du rumpling. Le rumpling est donc intimement lié à la croissance de la couche d'oxyde sur une couche visqueuse à haute température et dont le volume reste constant. Pour accomoder l'augmentation de la surface libre imposée par la croissance de l'oxyde, la surface du revêtement se met à onduler, donnant naissance au rumpling, et qui sera amplifié par les contraintes dues à la différence de dilatation thermique existante entre les couches.

On retiendra que le rumpling est conditionné par (i) les contraintes de compression subies par la couche d'oxyde de par sa croissance, (ii) par les contraintes dues à la différence de dilatation thermique existante entre les couches et (iii) par la capacité qu'aura la sous-couche à relaxer ces contraintes.

I.2.2. Micro fissurations

Le phénomène de rumpling décrit ci-dessus, se traduisant par une amplification de la rugosité initiale de l'interface oxyde/sous-couche, va entraîner des décohésions entre la couche de céramique et la couche d'alumine, Figure I-4. En effet, la couche de céramique présentant une résistance au fluage nettement plus élevée que la sous-couche, elle ne va pas accommoder les déformations créées par le rumpling. Des micro-cavités vont donc apparaître à l'interface entre la céramique et la sous-couche, spécialement au niveau des zones concaves. L'apparition de micro-fissures à l'interface entre la sous-couche et la céramique, réduit la surface encore adhérente, et par conséquent, l'adhérence globale du revêtement. Les fissures qui se propagent et coalescent entre elles entraînent une décohésion de la barrière thermique qui peut conduire à son écaillage (Tolpygo & Clarke, 1998)



Figure I-4 – Apparition de micro-fissurations à l'interface entre la céramique et la couche d'oxyde, (Clarke, et al., 2012)

I.2.3. Transformations de phase dans la sous-couche

Initialement, la sous-couche est homogène et constituée uniquement de la phase β -(Ni,Pt)Al. Des évolutions microstructurales au niveau de la sous-couche ont lieu et se traduisent par une transformation de phase β vers γ ' par appauvrissement en Al, et éventuellement une transformation martensitique de la phase β . Ces transformations de phase en fonction de la nature de la sollicitation ont largement été étudiées dans la littérature.

L'apparition de précipités de phase γ ' dans la sous-couche externe a été observée pour des vieillissements en fatigue thermique sur des éprouvettes en AM1 revêtues (Ni,Pt)Al. Ces précipités sont généralement localisés aux joints de grains de la sous-couche externe et à l'interface avec l'oxyde (Rémy, et al., 2003; Harvey, et al., 2008; Sallot, 2012). Une différence sur la localisation de la transformation de phase en régime isotherme et cyclique est mise en évidence dans (Sallot, 2012). En régime isotherme, l'auteur observe une avancée d'un front de transformation du substrat vers la surface, tandis qu'en régime anisotherme, la transformation se manifeste essentiellement par de la précipitation aux joints de grains et à l'interface sous-couche/oxyde (Figure I-5). Les régimes transitoires de température influencent donc la précipitation.



Figure I-5- Comparaison entre la microstructure obtenue en cyclage thermique à gauche et en condition isotherme à droite (Sallot, 2012)

La transformation de phase $\beta \rightarrow \gamma'$ est thermiquement activée. La fraction surfacique de phase γ' -Ni₃Al est plus importante pour une température de palier plus élevée en cyclage thermique, (Sallot, 2012). La formation de la phase γ' -Ni₃Al est accompagnée par la disparition de la couche β -IDZ de la zone d'interdiffusion (partie de la zone d'interdiffusion formée majoritairement de phase β), au profit d'une zone d'interdiffusion de matrice γ' (Figure I-6).



Figure I-6- Transformation de phase β - γ ' dans la sous-couche et évolution de la couche β -IDZ au cours d'un essai de cyclage thermique (100/1100 °C, 5 min) (Sallot, 2012)

D'un point de vue mécanique, l'apparition progressive de la phase γ ' au niveau de la zone externe de la sous-couche va modifier progressivement le comportement mécanique de la sous-couche. En particulier, cette phase est plus « ductile » que la phase β . La zone externe de la sous-couche va donc gagner. Toutefois, cela reste à quantifier par des essais mécaniques. Des caractérisations du comportement mécanique de la sous-couche en vieillissement isotherme sont réalisées dans (Texier, 2013).

La transformation martensitique est une transformation de phase ne faisant pas intervenir la diffusion mais un réarrangement des atomes au sein de la matrice. La structure cristallographique initiale de la phase β -NiAl est cubique simple, et après transformation martensitique, la structure cristallographique devient cubique à face centrée (L10). La phase martensitique a une structure lamellaire caractéristique (Figure I-7). Cette transformation peut être observée en fin de refroidissement pour des vitesses de refroidissement élevées limitant la précipitation de la phase γ '. La vitesse de refroidissement minimale pour observer cette transformation a été évaluée à 25°C/min (Sordelet, et al., 2007) et pour des teneurs en aluminium inférieures à 37 % at. environ (Zhang, et al., 2003).

Cette transformation se traduit par une modification de volume d'environ 2%, ce qui correspond à une déformation d'environ 0,7 % (Chen, et al., 2003). Elle joue donc un rôle important en oxydation cyclique puisqu'elle ajoute une composante de déformation dans la sous-couche. Contrairement à la transformation $\beta \rightarrow \gamma'$, cette transformation est réversible.



Figure I-7- Phase martensitique lamellaire au sein de la couche de liaison (Ni,Pt)Al après 200 cycles d'oxydation de 1 h à 1100°C (Thery, et al., 2007)

La température pour laquelle a lieu la transformation martensitique dépend des éléments d'alliage dans la sous-couche. Le Cr, le Co, le Mo, le Ti, le Ta, le W et le Zr entraînent une diminution notable de cette température, (Thery, 2007). Au contraire, l'ajout de Pt entraîne une augmentation de la température de la transformation martensitique.

I.2.4. Frittage de la céramique

A haute température, la porosité inter colonnaire et intra colonnaire au sein de la couche céramique évolue par frittage. Ce phénomène n'intervient que pour des températures supérieures à 1150 °C, (Lughi, et al., 2004). Il entraîne une densification de la céramique et l'apparition de zones de contact entre les colonnettes, ce qui a pour effet une augmentation de la conductivité de la céramique mais aussi de sa rigidité. La céramique accommode alors moins bien les déformations mécaniques, (Kulkarni, et al., 2004; Zhao, et al., 2006).

La morphologie sous forme de plume de chacune des colonnes disparaît progressivement. Les colonnettes se lissent et des ondulations de surface apparaissent (Figure I-8).



Figure I-8- Microstructure des colonnettes de céramiques (a) à l'état initial et (b) après 50 h à 1200 °C (Lughi, et al., 2004)

Les auteurs dans (Lughi, et al., 2004) mettent en évidence le rôle de la rugosité à l'interface du revêtement sur le frittage. La rugosité induite par cyclage thermique de la couche de liaison (Ni,Pt)Al amène les colonnes individuelles à s'incliner les unes par rapport aux autres et à favoriser un frittage « groupé ». De façon localisée, des colonnettes en groupe vont se rapprocher, et des pores se forment dans leur longueur au niveau des ondulations formées par évolution morphologique. Ce frittage groupé conduit à la formation de lacunes à plus grande échelle qui ont l'apparence de fissuration de « boue séchée ». En revanche, lorsque le même revêtement est déposé sur une surface qui reste plane, ce phénomène n'est plus observé. Le réseau de fissures observé sur la (Figure I-9) n'a lieu que si la couche de liaison possède une certaine rugosité initiale (Lughi, et al., 2004).



Figure I-9- Surface de la céramique déposée sur (Ni,Pt)Al/N5 après 815 cycles d'1 h à 1150 °C (Lughi, et al., 2004)

Le frittage entraîne une augmentation du module d'élasticité dans le plan de la céramique. Dans (Zhao, et al., 2006), la technique de nano-indentation est utilisée pour mesurer le module de Young de la céramique YSZ-EBPVD à plusieurs instants d'un chauffage isotherme à 1200°C (Figure I-10). Il est observé que le module de Young dans le plan de la couche augmente progressivement avant d'atteindre un palier après environ 60h d'exposition à 1200 °C.



Figure I-10- Module d'Young de la céramique YSZ-EBPVD à plusieurs instants d'un chauffage isotherme à 1200 °C (Zhao, et al., 2006)

Le chauffage isotherme permet d'identifier les mécanismes associés à l'exposition à haute température, mais exclut la quantification directe des taux de densification sous des gradients de température réalistes. En service, la surface externe du revêtement est exposée à une température plus élevée que la surface interne en contact avec la couche de liaison et le superalliage sous-jacent. Afin d'étudier la densification des revêtements dans des conditions réalistes, la réalisation d'essais doit être faite sous un gradient thermique dans l'épaisseur caractéristique du fonctionnement de la turbine. De plus, la variation de morphologie des colonnettes sur une structure réelle, selon le rayon de courbure de la surface revêtue (concavité en extrados ou convexité en intrados) entraîne des variations de propriétés mécaniques de la céramique et un phénomène de frittage plus ou moins important.

I.3. Modélisation de la ruine du système barrière thermique

Des approches phénoménologiques ont été utilisées pour modéliser l'endommagement du système barrière thermique à travers la modélisation de la cinétique de croissance de l'oxyde. Une cinétique parabolique classique de la croissance de la couche d'oxyde a été mise en évidence pour la couche de (Ni,Pt)Al. L'évolution temporelle de l'épaisseur d'oxyde h est décrite par :

$$h^n = h_0^n + k.t \tag{I-1}$$

où k et n sont des paramètres matériau.

La couche d'oxyde est sujette à des fissurations ou écaillages locaux, entraînant une forte modification de la cinétique d'oxydation, (Evans, 1947). La théorie dite p-k_p, où p décrit une probabilité d'écaillage local de l'oxyde, associée à la croissance parabolique, a été utilisée pour modéliser une cinétique d'oxydation réaliste (Poquillon, et al., 2004; Monceau & Poquillon, 2004). La probabilité d'écaillage de la couche d'oxyde peut être mesurée expérimentalement par thermogravimétrie continue qui est une mesure in situ du gain de masse ou Net Mass Gain (NMG) d'un échantillon. La prise de masse est alors associée au phénomène d'oxydation du revêtement et la perte de masse à la dégradation du système par écaillage, Figure I-11 a). Une épaisseur critique peut alors être définie pour définir un critère de durée de vie du revêtement. Toutefois, une modélisation par « écaillage de l'oxyde » est intrinsèquement limitée à des systèmes dont l'interface faible est l'interface oxyde/sous-couche, ce qui n'est pas le cas pour notre système. En effet, l'ajout de platine dans la composition de la sous-couche

NiAl a permis d'améliorer l'adhérence de l'oxyde sur la sous-couche. Ainsi, alors que l'interface faible du système était l'interface sous-couche/oxyde dans le système AM1/C1A/YPSZ-EBPVD (Bickard, 1998), avec l'ajout de platine, l'interface faible du système est désormais l'interface céramique/oxyde (Courcier, 2009).



Figure I-11 – a) Schématisation d'une mesure continue du gain de masse en oxydation cyclique sur deux cycles M1 et M2, (Monceau & Poquillon, 2004) et b) Définition d'un critère de durée de vie à partir de mesures de gain de masse à basse température pour des échantillons AM1/(Ni,Pt)Al cyclés à différentes températures maximales (Sallot, 2012)

Une telle approche est utilisée dans (Sallot, 2012) Figure I-11 b). Un critère de durée de vie du système AM1/(Ni,Pt)Al est défini comme étant le nombre de cycles nécessaires pour atteindre un niveau de perte de masse donné. Toutefois, la présence de la barrière thermique peut modifier l'épaisseur critique de l'oxyde (Soulignac, 2014). L'étude de (Courcier, 2009), considère une modélisation de l'endommagement par apparition de micro-fissures principalement à l'interface céramique/oxyde, en associant un terme d'endommagement lié à la cinétique d'oxydation (D_{ox}), et un terme d'endommagement lié à un rochet cyclique (ratcheting), (D_{ratch}). Il est fonction de la déformation plastique cumulée dans la sous-couche La déformation plastique cumulée est évaluée à travers un modèle macroscopique simple multi-barres (Harvey, et al., 2008).

$$D = 1 - (1 - D_{ox})(1 - D_{ratch})$$
(I-2)

L'endommagement lié à l'oxydation suit une loi puissance fonction de l'épaisseur d'oxyde hox :

$$dD_{ox} = \frac{m_1}{h_1} \left(\frac{h_{ox}}{h_1}\right)^{m_1} dh_{ox}$$
(I-3)

avec h1 et m1 les paramètres du modèle.

Le terme d'endommagement de ratcheting est modélisé par le produit de deux lois puissance : le premier terme étant une loi puissance, fonction de la plasticité cumulée dans la sous-couche, le second étant analogue au terme d'endommagement lié à l'oxydation :

$$dD_{ratch} = N\left(\frac{\Delta\varepsilon_{v,cum}}{\varepsilon_0}\right) \frac{m_1}{h_1} \left(\frac{h_{ox}}{h_1}\right)^{m_{1-1}} dh_{TGO} + \left(\frac{\Delta\varepsilon_{v,cum}^0}{\varepsilon_0}\right)^{n_3} \left(\frac{h_{ox}}{h_1}\right)^{m_1} dN$$
(I-4)

où $\Delta \varepsilon_{v,cum}$ est la valeur de déformation visqueuse cumulée sur un cycle dans la sous-couche, h_{ox}^0 l'épaisseur d'oxyde initiale et ε_0 , n₃, h₁, m₁ et $\Delta \varepsilon_{v,cum}^0$ les paramètres du modèle. En particulier $\Delta \varepsilon_{v,cum}^0$ correspond à la déformation viscoplastique obtenue à la fin du refroidissement initial à partir de la température de dépôt. Le modèle d'endommagement est identifié par approche inverse à partir de la déformation critique à l'écaillage de la barrière thermique en se basant sur une modélisation du flambage d'un disque encastré:

$$\varepsilon_{crit} = \frac{1.2235}{1 - \upsilon^2} \left(\frac{h_{TBC}}{R}\right)^2 \tag{I-5}$$

$$R = \frac{R_0}{\sqrt{1 - D}} \tag{I-6}$$

où ε_{crit} la déformation critique (i.e. maximale) admissible en compression par le système, h_{TBC} est l'épaisseur de la couche céramique, *R* le rayon du disque susceptible de flamber (R_0 à l'état initial), et *D* est le terme d'endommagement.

D'autres modèles analytiques et numériques introduisent un couplage à l'échelle microscopique des différents éléments de l'endommagement impliquant une description de la rugosité de l'interface céramique/métal (Caliez, et al., 2003; Balint & Hutchinson, 2005; Frachon, 2009; Vaunois, 2013). La prise en compte de la morphologie locale de l'interface permet de rendre compte de l'interaction entre chaque couche constitutive du système à travers la description des contraintes locales de cisaillement et des contraintes hors plan. Ces contraintes locales sont fonction de la morphologie des interfaces et sont ignorées dans une hypothèse d'interfaces planes. Les modèles analytiques considèrent généralement une forme simplifiée sinudoïdale de la rugosité de la couche d'oxyde, sous des conditions de chargement équi-biaxiales (Balint & Hutchinson, 2003) ou en cas de sollicitations thermo-mécaniques non équi-biaxiales, (Vaunois, 2013). Dans son modèle numérique, (Frachon, 2009) décrit une évolution temporelle du front d'oxydation par modélisation éléments finis et tient compte d'une description réaliste de la rugosité de la rugosité locale et des défauts sur la propagation d'une fissure d'interface. Il montre la prépondérance de l'influence du comportement des zones cohésives, par rapport aux paramètres locaux de rugosité ou de micro-fissures, Figure I-12.



Figure I-12 – Approche par zones cohésives pour l'étude de l'influence de paramètres locaux de l'interface sur la propagation d'une fissure, (Soulignac, 2014)

Les modélisations à l'échelle microscopique, bien qu'elles tiennent compte du couplage entre les différents paramètres d'endommagement, présentent certains inconvénients. D'une part, le temps de calcul rend non efficace ce type d'approche pour des simulations à l'échelle de la structure. D'autre part, ces approches tentent de reproduire des phénomènes d'endommagement locaux difficiles à caractériser ce qui peut mettre en cause leur robustesse. De même, la transition entre l'échelle microscopique et l'échelle macroscopique est relativement difficile à mettre en place.

L'emploi de zones cohésives mécaniques et thermiques à une échelle macroscopique sans modélisation de la rugosité de l'interface ou de défauts à l'échelle locale, a été éprouvé sur calcul de structure dans (Rakotomalala, 2014). L'analyse macroscopique fournit une évolution globale du champ de contraintes/déformations sous l'effet de chargements thermo-mécaniques et permet d'accéder à une localisation de l'écaillage d'interface dans le plan du système mais ne donne pas accès aux contraintes hors plan qui peuvent modifier le mode de fissuration.

D'autres études proposent d'utiliser des critères énergétiques pour l'étude de la fissuration macroscopique du revêtement, (Hutchinson & Suo, 1991). Une solution de la propagation du délaminage à partir d'une zone circulaire délaminée est présentée dans (Hutchinson, et al., 1992), basée sur l'analyse du flambage d'un disque encastré à ses bords, pour des conditions de chargement en compression équi-biaxiale. Une expression analytique du taux de restitution d'énergie est donnée selon :

$$\frac{G}{G_0} = c_2 \left[1 - \left(\frac{\sigma_c}{\sigma_0} \right)^2 \right]$$
(I-7)

Avec σ_c la contrainte critique de flambage σ_c est donnée par :

$$\sigma_c = 1.2235 \frac{E}{1 - v^2} \left(\frac{h}{R}\right)^2 \tag{I-8}$$

h est l'épaisseur du revêtement et R le rayon du disque et E le module d'Young du revêtement.

 G_0 correspond à l'énergie stockée dans le revêtement pour un niveau de contraintes résiduelles équi-biaxiales σ_0 .

Les contraintes résiduelles de compression dans le revêtement sont obtenues à partir de la géométrie du blister pour laquelle le flambement a lieu :

$$\sigma_0 = \sigma_c \left[c_1 \left(\frac{\delta}{h} \right)^2 + 1 \right]$$
 (I-9)

La propagation de fissure se produit lorsque le taux de restitution d'énergie est égal à l'énergie d'adhérence, pour laquelle une dépendance à la mixité modale est introduite.

Dans (Vaßen, et al., 2009), le taux de restitution d'énergie est évalué par l'expression du taux de restitution d'énergie calculé pour une fissure d'interface dans (Cherepanov, 1970) à travers une intégration du champ de contraintes dans l'épaisseur du revêtement après fissuration :

$$G(t) = \tau \frac{1 - \nu^2}{2(1 - \nu)^2} \int_{y}^{d_{TBC}} E(t, x) [(T(x) - T_{crack})\alpha_{TBC} + (T_{crack} - T_{cool})(\alpha_{TBC} - \alpha_{sub})]^2 dx \quad (I-10)$$

La rupture aura lieu pour : $G(t) \ge G_{crit}$.

 G_{crit} est évalué selon l'équation I-11, en considérant que le taux de restitution d'énergie critique atteint 10% de sa valeur initiale pour une longueur infinie de fissure, la valeur initiale étant obtenue expérimentalement.

$$G_{crit} = \left[a_1 - a_2\left(1 - exp\left(-\frac{a}{L}\right)\right)^2\right] G^0_{crit}$$
(I-11)

Des méthodes numériques pour le calcul du taux de restitution d'énergie sont également utilisées, basées sur une approche d'extension virtuelle du front de fissure. Ainsi dans (Vaunois, 2013) la décroissance de la ténacité de l'interface est décrite à travers une loi d'endommagement de l'interface à l'échelle microscopique tenant compte de la rugosité de l'interface, et est ajustée à partir des essais de propagation de fissure en flexion (flexion 4 points). La méthode d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure est utilisée dans (Guipont, et al., 2019) pour le calcul du taux de restitution d'énergie. Toutefois, la dépendance de la ténacité interfaciale à la mixité modale reste difficile à caractériser. Les approches énergétiques ont principalement été utilisées pour prédire un écaillage spontané de la barrière thermique, la durée de vie prévue correspond au nombre de cycles pour lequel l'énergie d'adhérence (G_c) de l'interface est égale à l'énergie stockée dans le système et libérable lors de la propagation d'une fissure (W_s), Figure I-13, (Thery, 2007; Vaunois, 2013). Cette approche peine à reproduire une propagation stable d'une décohésion à l'interface céramique/métal.



Figure I-13 – Modèle de prévision de l'écaillage par une approche énergétique en fonction de la diminution de l'énergie d'adhérence du système barrière thermique, (Thery, 2007)

Enfin, une approche basée sur la propagation de fissure en fatigue est proposée dans (Jonnalagadda, et al., 2019). Une fissure de taille « c » est supposée avoir une cinétique de propagation cyclique selon une équation de type loi de Paris fonction du taux de restitution d'énergie :

$$\frac{dc}{dN} = A(G)^m \tag{I-12}$$

A et m sont les paramètres classiques de la loi de Paris et G le taux de restitution d'énergie.

Chapitre II. Dispositifs et Méthodes expérimentales

Ce chapitre fait le point sur les moyens expérimentaux mis en œuvre lors de la présente étude. Nous présentons également les protocoles d'essais, les méthodes d'analyses et de mesures utilisées.

II.1. Eléments bibliographiques sur la caractérisation de l'adhérence du système Barrière Thermique

Les types de fissuration principalement identifiés sur les aubes de retour de vol sont une fissuration à partir d'un bord libre et une fissuration par flambage de la barrière thermique. Ils sont schématisés dans la Figure II-1.



Figure II-1- Deux types de propagation de fissure sur aube : la fissuration à partir d'un bord libre (edge delamination) à gauche (Hutchinson, et al., 2000) et le délaminage induit par le flambage (buckling-driven delamination) à gauche,

Ces fissurations ont principalement pour origine les phénomènes intrinsèques d'endommagement du système barrière thermique. Elles sont décrites comme une séquence de nucléation, coalescence et propagation interfaciale, (Evans, et al., 2001; Karlsson, et al., 2002). Le phénomène de « rumpling » est considéré comme étant le mode de dégradation dominant entraînant la nucléation des micro-cavités interfaciales, (Balint & Hutchinson, 2005). Le flambage d'un revêtement soumis à un état de contraintes de compression dans le plan apparaît généralement à partir de défauts d'interface ou de zones peu adhérentes. Ce phénomène a été analysé dans de nombreuses études (Thouless, 1993; Hutchinson, 2001; Faou, et al., 2015; Moon, et al., 2002). Il dépend de l'épaisseur du revêtement, du niveau de contraintes de compression et de l'adhérence du revêtement sur le substrat. Le flambage peut prendre plusieurs formes notamment une ride droite ou « straight sided blister » (Figure II-1), une forme circulaire ou « circular blister » (Hutchinson, et al., 1992) ou encore un cordon de téléphone principalement observé pour les films minces et souples Figure II-2. Le flambage mène à la propagation de la zone délaminée sous-jacente, le « buckling-driven delamination », menant in fine à l'écaillage de régions critiques de la barrière thermique, néfaste pour le superalliage sur lequel est déposée la couche protectrice.



Figure II-2 – Exemples de flambage en a) cloque circulaire, b) rides droites et c) cordon de téléphone, formés par un film de carbone sur un substrat en Silicon (Moon, et al., 2002)

L'adhérence du système barrière thermique doit être étudiée pour des angles de mixité modale particuliers représentatifs du délaminage sur une aube de turbine et pour différents stades de vieillissement du système. La caractérisation de la résistance interfaciale du système barrière thermique a fait l'objet de plusieurs études mettant en œuvre différents types d'essais permettant d'accéder à la ténacité d'interface pour différents modes de sollicitation. Quelques essais, parmi les plus utilisés sont présentés par la suite.

II.1.1. Mécanique de la rupture interfaciale

Les premiers travaux en mécanique de la rupture remontent aux années 1920 suite aux travaux de (Griffith, 1921), qui a proposé un modèle pour représenter le mécanisme de rupture fragile. Ce modèle postule l'existence d'une énergie de surface consommée par l'avancée de la fissure.

La notion de facteurs d'intensité de contraintes qui permet de quantifier l'intensité de la singularité des contraintes est introduite par (Irwin, 1957). Un facteur d'intensité des contraintes est défini par mode de propagation de fissure : K_I, K_{II}, et K_{III} pour chacun des modes I, I et III.



Figure II-3 – Modes de sollicitation d'une fissure dans un espace tridimensionnel

Ces différents modes peuvent agir seuls sur la fissure ou bien se combiner entre eux dans le cas d'une propagation dite en mode mixte. La ténacité d'une interface étant généralement plus faible que la ténacité d'un matériau, le cas d'une fissuration à une interface est relativement courant. La différence

de comportement entre les deux matériaux entraîne une combinaison des modes de sollicitation en pointe de fissure. La propagation de fissure interfaciale est alors bien souvent en mode mixte. L'énergie d'adhérence dépend du mode de sollicitation qui est souvent quantifié par l'angle de mixité modale qui situe le chargement entre les différents modes de propagation de fissure.

Généralement, les outils numériques permettant la simulation des phénomènes de fissuration utilisent des approches locales ou globales conduisant au calcul de facteurs d'intensité de contraintes et de taux de restitution d'énergie. Les approches locales calculent généralement le champ de déplacements en pointe de fissure. Les approches globales sont basées sur le calcul du taux de restitution d'énergie qui est par définition le taux de diminution de l'énergie potentielle par rapport à la taille de la fissure. Pour obtenir numériquement le taux de restitution d'énergie, certaines méthodes utilisent des intégrales invariantes (Rice, 1968), d'autres sont basées sur une extension virtuelle du front de fissure (Parks, 1974). Ces méthodes contournent les difficultés accompagnant la détermination des champs de déformation singuliers en pointe de fissure. Elles utilisent la solution numérique en champ lointain plus fiable que les solutions locales ce qui les rend populaires en modélisation numérique de mécanique de la rupture.

Une étude des principales méthodes numériques de calcul du taux de restitution d'énergie et des facteurs d'intensité des contraintes d'une fissure à l'interface d'un système multicouche est présentée en Annexe 2.

II.1.2. L'essai de traction

L'essai de traction ou d'arrachement normal à l'interface sollicite l'interface en mode I. Il consiste à mesurer une contrainte à rupture de l'interface en la sollicitant en traction par application d'un effort perpendiculaire à l'interface par l'intermédiaire d'un ou deux plot(s)/pion(s) collé(s) sur le revêtement et le substrat, Figure II-4.



Figure II-4 - Exemple de montage d'un essai de traction normale, (Vaunois, 2013)

Néanmoins, l'essai de traction présente différents inconvénients qui limitent la répétabilité des résultats, dont le positionnement relatif délicat du pion et du contre-pion et la difficulté de générer un effort uniforme sur l'interface, sans quoi des efforts de cisaillement sont introduits. Dans ce contexte, l'étude de (Pons, 2016) a montré que le choix de la géométrie de l'essai modifie le profil radial de contraintes normales et donc le lieu d'amorçage de la fissure, comme présenté dans la Figure II-5.



Figure II-5 – Profil de contrainte normale à l'interface pour différentes configurations de l'essai, (Pons, 2016)

De plus, la contrainte à rupture de la colle ou sa pénétration dans les dépôts poreux, peuvent également induire des incertitudes et des dispersions dans les résultats de mesure de l'adhérence.

II.1.3. L'essai de flexion 4 points

L'essai de flexion 4 points sur le système barrière thermique de l'étude a été développé notamment dans (Thery, 2007) et repris dans (Vaunois, 2013). Cet essai présente une mixité modale qui est proche du mode I. Le principe de l'essai est d'introduire une pré-fissure centrale à l'interface d'intérêt et de faire propager la fissure sous un chargement macroscopique de type flexion 4 points. Une contre-plaque rigide est collée au revêtement et une entaille centrale, perpendiculaire à l'interface est introduite jusqu'à la pré-fissure, ce qui permet de favoriser la propagation de la fissure, Figure II-6. L'introduction de l'entaille fait que la propagation de la pré-fissure sera faite selon le mécanisme « edge delamination » ou propagation à partir d'un bord libre.



b)

Figure II-6 – a) Schéma et b) Photo sous charge de l'essai de flexion 4 points (Vaunois, 2013)

Toutefois, le mode de fissuration globalement prépondérant sur aube est le mode de cisaillement du fait des différences de coefficients de dilatation thermique des couches, (Guo, et al., 2005; Hutchinson & Hutchinson, 2011).

Pour se rapprocher d'une propagation de la fissure par cisaillement de l'interface et donc d'un mode II, d'autres essais de flexion sont développés dans (Vaunois, 2013), notamment l'essai de flexion 4 points inversée (F4PI) et l'essai 4-points End Notched Flexure (4ENF).

La seule différence entre l'essai F4P et l'essai F4PI est le sens du moment appliqué. Ainsi, la fissure est fermée en F4PI alors qu'au contraire elle est ouverte en F4P (Hutchinson & Hutchinson, 2011). Dans le cas de l'essai 4ENF, la pré-fissure est introduite à une extrémité de la plaque et le chargement appliqué est en flexion 4 points (Davies, et al., 2005). Le calcul d'angle de mixité modal confirme que ces deux essais induisent des propagations selon des modes proches de ceux identifiés sur aube. L'énergie d'adhérence interfaciale de l'éprouvette testée peut être calculée analytiquement ou au moyen d'une modélisation par éléments finis, à partir des données de force et de déplacement (Vaunois, et al., 2017).

L'introduction de la pré-fissure reste une étape critique dans la mise en œuvre de l'essai. De même, la présence de la contre-plaque et l'usinage de l'entaille peuvent entraîner des artefacts dans les résultats expérimentaux.

II.1.4. Essai de compression jusqu'à écaillage

Pour de nombreuses études réalisées au Centre des Matériaux, la caractérisation expérimentale de la durée de vie des systèmes barrière thermique est basée sur l'analyse d'essais de compression uniaxiale, (Guerre, 2002; Harvey, et al., 2008; Courcier, 2009; Chieux, 2010; Soulignac, 2014). Une éprouvette vieillie (en oxydation isotherme, oxydation cyclique ou fatigue thermo-mécanique) est soumise à des incréments de déformation de compression jusqu'à rupture du revêtement barrière thermique par

flambage. La déformation critique à l'écaillage est mesurée. Un modèle d'écaillage basé sur l'analyse de l'écaillage d'un élément de barrière thermique de taille finie est établi dans (Courcier, 2009). Ce calcul est réalisé en post-traitement d'un calcul thermomécanique de structure. Il ne décrit pas la propagation de l'écaillage d'un élément à l'autre. Pour chacun des éléments du maillage de l'aube, une contrainte maximale admissible en compression pour provoquer un écaillage de la céramique par flambage est calculée, selon la condition d'Euler (flambage élastique d'un disque encastré) :

$$\sigma_{crit} = 1.2235 \frac{E_{TBC}}{1 - \upsilon^2} \left(\frac{h_{TBC}}{R}\right)^2$$
(II-1)

où h_{TBC} est l'épaisseur de la couche céramique, E_{TBC} est le module d'Young de la céramique, υ son coefficient de Poisson, R le rayon du disque susceptible de flamber et σ_{crit} la contrainte critique (i.e. maximale) admissible en compression par le système. Le terme R assure le couplage entre l'endommagement et le flambage :

$$R = \frac{R_0}{\sqrt{1 - D}} \tag{II-2}$$

où R_0 est le rayon du disque susceptible de délaminer initialement.

Le rayon du disque susceptible de flamber va croître avec l'endommagement modélisé à l'échelle macroscopique en fonction de l'épaisseur de l'oxyde et de la plasticité cumulée dans la sous-couche. La déformation critique est alors :

$$\varepsilon_{crit} = \frac{1.2235}{1 - \upsilon^2} \left(\frac{h_{TBC}}{R}\right)^2 \tag{II-3}$$

où h_{TBC} est l'épaisseur de la couche céramique, R le rayon du disque susceptible de flamber et ε_{crit} la déformation critique (i.e. maximale) admissible en compression par le système.

Dans (Soulignac, 2014), la déformation critique à écaillage est utilisée pour calculer une énergie à rupture de la céramique.

L'essai de compression induit un délaminage localisé à l'interface céramique/oxyde sous cyclage thermique et en fatigue thermo-mécanique et permet de s'affranchir des effets de singularité de l'usinage de l'entaille en essais de flexion 4 points, mais reste un essai coûteux puisque un seul état de vieillissement peut être caractérisé par éprouvette testée, ce qui limite les conditions de vieillissement testées.

II.1.5. Essai d'adhérence LASAT

L'essai LASAT est un procédé expérimental de test d'adhérence des barrières thermiques à l'aide d'un impact LASER de très courte durée et à haute énergie (Fabre, 2013; Bégué, 2015). L'impact laser engendre des ondes de détente dans le système qui sollicitent l'interface en traction. Lorsque le seuil de traction est suffisamment élevé, l'écaillage de l'interface survient.



Figure II-7 – Schéma de principe de l'essai LASAT (Fabre, 2013)

La méthode LASAT permet de tester l'adhérence du revêtement sous sollicitation dynamique sans avoir recours à un essai mécanique classique. Classiquement, un seuil d'adhérence du revêtement est déterminé, il se caractérise par l'apparition d'une décohésion interfaciale. Néanmoins la quantification des contraintes de traction (mode I) générées à l'interface reste difficile. Elle nécessite le recours à une simulation numérique de la propagation des ondes de choc au sein du multicouche. La valeur de la contrainte à rupture de l'interface peut ensuite être calculée à partir d'un modèle éléments finis, (Bolis, 2004). La méthode offre également la possibilité d'automatiser le contrôle industriel de pièces revêtues par une méthode non destructive. Son utilisation s'est avérée à la fois fiable pour classer les différentes solutions de revêtement en fonction de leur adhérence, comme dans (Fabre, 2013), et pour évaluer l'évolution de l'état d'un revêtement en fatigue thermique (Bégué, 2015; Theveneau, 2019; Maurel, et al., 2019) sur des barrières thermiques en zircone EB-PVD. Dans (Theveneau, 2019) le LASAT a également été utilisé comme initiateur de défaut d'interface dans le système barrière thermique. Dans (Sapardanis, 2016), la propagation d'un défaut introduit par LASAT est étudiée sous chargement macroscopique en cisaillement à température ambiante pour un dépôt d'alumine élaboré par projection plasma.

La méthode LASAT se distingue par sa facilité d'application et sa robustesse. Elle est rapide à mettre en œuvre et ne nécessite pas de préparation particulière de l'échantillon. Elle présente également l'avantage d'être dépourvue de contacts avec un quelconque élément intermédiaire. La localisation de la zone d'impact est parfaitement contrôlée.

Dans le cadre de notre étude, l'essai LASAT est utilisé comme « générateur » de défauts d'interface. Le défaut d'interface résultant se caractérise par une zone délaminée circulaire de l'ordre de quelques millimètres de diamètre et d'une cloque formée par la couche de céramique. En effet, la relaxation des contraintes résiduelles d'origine thermique dans le dépôt conduit au flambage du revêtement après choc laser (Hutchinson, et al., 1992; Ikeda, et al., 2006), identifiable en coupe et en vue de dessus ou en mesure de forme par profilométrie.

La propagation d'un défaut LASAT est ici étudiée en fatigue thermique à température homogène, en fatigue thermique en présence de gradients de températures et en fatigue thermo-mécanique.

Le principe de la fissuration par choc laser et le protocole expérimental d'introduction d'un défaut d'interface LASAT sont détaillés par la suite.

II.2. La méthode LASAT

Dans le cadre de notre étude, l'essai LASAT (LAser Shock Adhesion Test) est utilisé pour introduire un défaut d'interface millimétrique dans le système barrière thermique. L'introduction de défaut d'interface par la méthode LASAT se distingue par sa rapidité de mise en œuvre. La localisation du défaut est contrôlée et des possibilités de contrôle non destructives sont utilisées pour la détection et la mesure du défaut interfacial.

II.2.1. Principe de la technique LASAT

L'impact laser de haute énergie et de très courte durée, concentré sur une zone circulaire millimétrique, conduit à la formation d'un plasma par ablation de la surface impactée, Figure II-8. L'expansion du plasma génère une onde de choc principalement en compression qui va se propager au sein de l'échantillon et se réfléchir sur la surface libre opposée à la surface de l'impact. L'onde réfléchie est alors principalement une onde de détente. En fonction de l'énergie laser appliquée, les contraintes de traction générées localement peuvent alors conduire à une rupture de l'interface du revêtement quand elles sont supérieures à sa contrainte de rupture.



Figure II-8 – Schéma du principe de l'essai LASAT (Fabre, et al., 2011)

- (A) : Faisceau laser focalisé sur la surface de l'échantillon
- (B) : Création d'un plasma
- (C): Propagation d'une onde de choc de compression
- (D) : Réflexion de l'onde de choc en une onde de traction
- (E): Décohésion de l'interface si les contraintes appliquées > contraintes à rupture de l'interface

L'impact laser est généralement réalisé sur la face non revêtue de l'échantillon, mais peut également être appliqué en configuration d'impact sur la surface du revêtement, (Fabre, 2013; Bégué, 2015). Ce point sera abordé dans la partie II.2.5. La partie qui suit décrit plus précisément la propagation de l'onde de choc au sein d'une cible impactée par choc laser. Le principe général de la propagation de l'onde de choc est le même pour un matériau massif ou un système revêtu. Toutefois, des particularités plus complexes liées à la localisation des contraintes dans un système revêtu seront brièvement abordées.

II.2.2. Propagation de l'onde de choc et contraintes induites

L'onde de choc générée à la surface d'impact est toujours suivie d'une onde de détente décalée dans le temps d'une durée égale à la durée de l'impulsion laser, Figure II-9. L'onde de choc principale réfléchie en une onde de détente croise l'onde de détente incidente. La superposition des deux ondes de détente conduit à l'apparition d'une sur-traction qui peut entraîner une fissuration dans le système cible si l'énergie de l'impact laser est suffisante. Dans le cas d'un système revêtu, le passage de ce croisement d'ondes à l'interface peut entraîner sa rupture (si le revêtement est suffisamment résistant et ne rompt pas d'abord).



Figure II-9 – Schéma du principe de propagation unidimensionnelle de l'onde de choc (Cottin, 2021)

- (0) : Etat de pression nulle
- (1): Onde de choc
- (2) : Réflexion de l'onde de choc en une onde de détente
- (3) : Superposition des ondes de détente incidente et réfléchie

Cette approche monodimensionnelle de la propagation de l'onde de choc est valable dans la mesure où le diamètre de choc est bien supérieur à l'épaisseur de la cible. Pour des cibles plus épaisses, des aspects bidimensionnels de la propagation de l'onde de choc doivent être considérés pour déterminer la localisation des contraintes de traction maximales dans le système.

La Figure II-10 montre une représentation axisymétrique de la propagation de l'onde de choc dans une cible plus ou moins épaisse et les effets de bords qui l'accompagnent, (Cuq-Lelandais, 2010). Ces effets bidimensionnels modifient la localisation radiale des contraintes maximales de traction. Aux premiers instants de sa formation, l'onde de choc forme un front de propagation plan unidimensionnel, de diamètre égal au diamètre du choc laser.



Figure II-10 – Propagation 2D de l'onde de choc et effets de bords (Cuq-Lelandais, 2010)

Progressivement, les effets de bords qui apparaissent sont responsables d'une extension du front d'onde, qui va s'accompagner de l'apparition d'ondes de détente, formant ainsi une géométrie semi-torique qui se développe au fur et à mesure que l'onde de choc se propage dans l'épaisseur de la cible, (Bolis, 2004; Cuq-Lelandais, 2010). Ainsi, la localisation radiale des contraintes maximales de traction résultant de la superposition des ondes de détente réfléchie et incidente, sera différente en fonction du profil des ondes, lié à l'épaisseur de la cible et au diamètre de choc. Pour les faibles épaisseurs, la superposition de l'onde de choc principale réfléchie et des ondes de détente incidentes, a lieu en périphérie. Pour une cible d'épaisseur intermédiaire, les contraintes de traction maximales se localisent sur l'axe de propagation formant une zone de « traction 2D axiale ». Enfin, pour les cibles plus épaisses, « la traction 2D axiale » dépasse et atténue l'onde de choc avant sa réflexion. Des croisements d'ondes de détente d'intensité moins élevée ont lieu après réflexion de l'onde de choc.

Dans ses travaux, (Cuq-Lelandais, 2010) étudie la répartition des contraintes selon le rapport géométrique L/d, L étant l'épaisseur de la cible et d le diamètre de choc, pour une cible en Aluminium. La Figure II-11 montre la modification de la position radiale du maximum de contraintes pour différents rapport L/d.



Figure II-11 - Répartition radiale des maxima de contraintes pour différents rapports L/d, (Cuq-Lelandais, 2010)

Cet aspect bidimensionnel de la propagation de l'onde de choc permet d'expliquer l'augmentation du diamètre de décohésion observé en fonction de l'énergie laser appliquée, pour un diamètre de choc identique, Figure II-12. En effet, la décroissance de l'intensité de l'onde de choc est progressive en s'éloignant de l'axe du choc. En augmentant l'énergie laser appliquée, la zone radiale qui sera soumise à des contraintes de traction supérieures à la contrainte de rupture sera plus grande, et par conséquence le diamètre de la zone de décohésion sera plus grand.



Figure II-12 – Image optique d'une série de chocs laser à énergie croissante et diamètre de choc identique sur un système barrière thermique en zircone yttriée EB-PVD, adaptée de (Fabre, 2013)

Enfin, pour une description plus fine des contraintes dans un système revêtu soumis à un impact laser, les phénomènes de réflexion et de transmission ayant lieu à l'interface doivent être analysés. Ces phénomènes dépendent du rapport d'impédance Z entre les deux matériaux. Dans sa thèse, (Bolis, 2004) a étudié ces phénomènes et a constitué une base de données composée de diagrammes de propagation d'une onde de choc en fonction des matériaux. La Figure II-13 montre un exemple de diagramme de propagation d'une onde de choc dans l'épaisseur d'un système Al/Cu.


Figure II-13 – Diagramme de propagation d'une onde de choc dans un système bicouche Al/Cu (Z_C et Z_S étant les impédances respectives du revêtement et du substrat) avec en rouge les ondes de choc et en en bleu les ondes de détente, (Bolis, 2004)

II.2.3. Dispositif d'essai LASAT au Centre des Matériaux

Le dispositif de choc laser ou LASAT du Centre des Matériaux se compose principalement d'une source laser Nd:YAG qui est un modèle SAGA de Thales Laser, et d'une enceinte sécurisée au sein de laquelle est placé l'échantillon de l'essai, Figure II-14.



Figure II-14 – Dispositif LASAT du Centre des Matériaux

La source laser produit des impulsions d'une durée à mi-hauteur de 5.2 ns, à une fréquence de 10 Hz en mode pulsé. Il est toutefois possible de l'utiliser en mode mono-impulsion, ce qui est le cas pour l'essai LASAT. L'impulsion émise est dans le spectre vert d'une longueur d'onde de 532 nm. L'énergie du faisceau laser émis par la source est de 2J.

A la sortie de la source laser, le faisceau passe par un dispositif de polarisation (élément A sur la Figure II-15) qui permet, à travers une vis micrométrique, d'ajuster l'énergie du faisceau partiellement transmis entre 0.1 et 2J.



Figure II-15 – Système optique du dispositif LASAT du Centre des Matériaux : cheminement du faisceau laser de la source vers la lentille de focalisation (Fabre, 2013)

Une photodiode positionnée à ce niveau est connectée à un joulemètre qui permet de mesurer l'énergie du faisceau laser transmis (élément B, Figure II-16). Le faisceau atteint ensuite l'obturateur, qui reste fermé pendant l'étape de réglage d'énergie (élément C, Figure II-16). Une fois le réglage de l'énergie terminé, le faisceau est dirigé vers une lentille de focalisation (élément D, Figure II-16), lentille mobile selon l'axe du faisceau laser. Elle permet de concentrer le faisceau sur une zone circulaire plus ou moins réduite suivant la distance fixée entre la lentille de focalisation et la surface cible de l'échantillon, ce qui nous permet de choisir le diamètre d'impact du choc laser.



Figure II-16 – Enceinte de tir du dispositif LASAT du Centre des Matériaux : passage du faisceau laser par une lentille de focalisation mobile selon l'axe du faisceau (Fabre, 2013)

L'échantillon cible est placé sur un support fixé à une platine motorisée mobile dans le plan perpendiculaire au faisceau laser. Elle permet un positionnement précis de la zone cible à l'endroit de

l'impact du laser. En effet, une source laser rouge HeNe de faible énergie (élément D sur la Figure II-15) passant par le même axe que celui du laser d'impact, permet de pointer précisément la zone de choc.

II.2.4. Courbe LASAT

La densité surfacique de puissance de l'impact laser, notée ϕ , dépend de l'énergie du faisceau laser, de la durée de l'impulsion et du diamètre de choc selon la relation :

$$\phi (GW/cm^2) = \frac{4 \times E(J)}{\tau (ns) \times \pi D_{choc}^2 (cm^2)}$$
(II-4)

La Figure II-17 montre les plages de densités de puissances atteintes avec la source laser SAGA pour des diamètres de choc de 3, 6 et 10 mm, (Cottin, 2021).



Figure II-17 – Densités de puissances atteintes avec un laser d'énergie maximale de 2J (Cottin, 2021)

Ainsi, pour un diamètre de choc choisi, une série de chocs laser à énergie croissante permet de balayer une plage de densité de puissances laser et d'établir une « courbe LASAT » expérimentale, définie par le tracé de l'évolution du diamètre équivalent de la décohésion introduite, en fonction de la densité de puissance de l'impact, Figure II-18. Les courbes LASAT sont classiquement utilisées dans le cadre d'essais d'adhérence pour qualifier les revêtements. Dans (Fabre, 2013), l'adhérence de barrière thermique en zircone déposée EB-PVD est qualifiée pour différentes préparations d'interface, Figure II-18. Pour les mêmes conditions de choc, un diamètre délaminé plus grand qualifie un revêtement moins adhérent.



Figure II-18 – Courbes LASAT pour différentes préparations d'interfaces de barrières thermiques EB-PVD (Fabre, 2013)

La construction d'une courbe LASAT permet d'identifier un « seuil de décohésion » ou « seuil de rupture ». C'est la densité de puissance minimale au-delà de laquelle une décohésion dans le système revêtu est détectée. Lorsqu'aucune décohésion n'est décelée par imagerie optique, les travaux de (Bégué, 2015) vérifient l'absence de fissure effective à travers des observations en coupe métallographique. Ces observations attestent de la fiabilité de la détection de décohésion simplement par imagerie optique rendue possible par les propriétés optiques du dépôt de zircone EB-PVD. Pour un flux surfacique supérieur au « seuil de décohésion », la taille de la zone délaminée est croissante en fonction de l'énergie laser. Cela s'explique par l'effet « LASAT 2D » présenté dans la partie II.2.2. Pour les plus hautes énergies, l'impact laser conduit à un écaillage du revêtement. La Figure II-19 montre une série de chocs laser réalisés sur un échantillon ayant servi à la construction d'une courbe LASAT pour un système barrière thermique EB-PVD (Theveneau, 2019).



Figure II-19 – Série de chocs pour la construction d'une courbe LASAT pour un système barrière thermique EB-PVD (Theveneau, 2019)

II.2.5. Protocole expérimental

Deux types d'échantillons ont été utilisés dans le cadre de la thèse : des disques de 23 mm de diamètre et des éprouvettes cylindriques de fatigue (les plans des éprouvettes sont présentés en Annexe 1). Le

but de notre utilisation de l'essai LASAT est l'introduction d'un défaut de délaminage à l'interface du revêtement barrière thermique. Pour chacun des lots d'échantillons de l'étude, un échantillon « référence » est utilisé pour la construction d'une courbe LASAT.

Dans sa thèse, (Bégué, 2015) a étudié l'essai LASAT en configuration de « tir face métal » et « tir face céramique », avec soit un adhésif transparent soit de l'eau comme milieu de confinement et une bande adhésive noire comme milieu ablateur. Le milieu de confinement est utilisé pour confiner l'expansion du plasma créé par l'impact et ainsi maximiser l'énergie transmise dans le système cible. Le milieu d'ablation est utilisé lorsque la surface d'impact est transparente dans le domaine de longueur d'onde du laser et ne se prête donc pas à l'ablation laser ou également pour protéger la surface de l'ablation. Toutefois la configuration standard pour un essai LASAT sur un système revêtu est l'ablation directe du substrat avec un milieu de confinement. Nous l'avons utilisée pour les échantillons disques. Le milieu de confinement utilisé est un ruban adhésif transparent (550 de la marque 3M d'épaisseur 50 µm environ) et l'échantillon est positionné sur un porte-échantillon qui laisse la surface du substrat libre, Figure II-20 a). Les éprouvettes cylindriques ne se prêtent pas à cette configuration vu que la face métal n'est pas accessible. La configuration de « tir face céramique » a donc été utilisée, avec ablation par scotch noir (bande adhésive en PVC noire de marque 3M et d'épaisseur 200 µm) et confinement au-dessus par scotch transparent, Figure II-20 b). Toutefois, la configuration de tir peut influencer le mode de rupture du dépôt comme dans les travaux de (Bégué, 2015) où des chocs face métal menaient à des ruptures cohésives et adhésives alors que des chocs face céramique n'entrainaient que des ruptures à l'interface, mais cela dépend de la ténacité du dépôt et celle de l'interface. Aussi, dans le cas des éprouvettes cylindriques, le rayon de courbure de l'éprouvette entraîne une variation de la distance de choc au niveau de la zone impactée qui peut influencer la distribution de densité de puissance laser dans la direction orthogonale à l'axe de l'éprouvette. Dans la configuration de tir « face dépôt », le milieu ablateur est indispensable puisqu'un tir direct sur la céramique abîme le dépôt en plus d'être peu efficace compte tenu de sa semi-transparence à la longueur d'onde du laser, ce qui limite son ablation (Cottin, 2021).





Figure II-20 – Mise en place de l'essai LASAT pour a) les échantillons disques et b) les éprouvettes cylindriques



Figure II-21 – Schémas des configurations d'essai LASAT utilisée a) pour les échantillons disques et b) pour les éprouvettes cylindriques

Les éprouvettes cylindriques sont maintenues sur un support spécifique Figure II-20 b). Nous avons positionné le support de sorte que l'axe de l'éprouvette soit aligné avec le mouvement de la platine selon l'axe X. Le laser est centré sur la zone utile, ainsi plusieurs chocs peuvent être réalisés en déplaçant la platine selon l'axe X. Le support nous permet de tourner l'éprouvette autour de son axe et donc de garder cet alignement pendant l'essai.

La surface soumise au choc laser ne nécessite pas de préparation particulière à l'essai LASAT. Cependant pour les échantillons disques, un polissage manuel de la surface métallique est effectué avec des draps SiC classiques en diminuant progressivement la granulométrie (1200, 2400 et 4000), en vue d'éliminer d'éventuels débris de dépôts céramique sur la face du substrat qui peuvent perturber la propagation de l'onde de choc.

Nous procédons ensuite au réglage des paramètres du choc laser, qui sont le diamètre de choc et l'énergie du faisceau laser incident. L'étalonnage du diamètre de choc est d'abord réalisé sur papier photo placé au-dessus de l'échantillon, en utilisant une faible énergie de choc de 0.1 J. Le diamètre de la tâche circulaire obtenue est alors mesuré au microscope optique. En fonction du diamètre souhaité, nous ajustons le diamètre en augmentant ou en diminuant la distance entre la lentille de focalisation et la surface de choc (réglage grossier en déplaçant la potence et réglage fin à l'aide du logiciel de commande Venus1term). Une fois la distance lentille-échantillon fixée, nous déposons les milieux de confinement et/ou d'ablation sur la surface de choc. Nous réglons ensuite la position de l'échantillon en déplaçant la platine motorisée manuellement ou à l'aide du logiciel Venus1term, tout en localisant la zone à impacter avec le pointage du laser rouge HeNe. Nous procédons enfin au réglage de l'énergie de choc au moyen de la vis micrométrique ou du logiciel de contrôle Thorlabs, en lisant l'affichage numérique de l'énergie sur la photodiode.

II.2.6. Techniques de caractérisation non destructives

II.2.6.1. Thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge est une technique de diagnostic couramment utilisée en contrôle non destructif pour détecter la présence de défauts dans des systèmes massifs ou des systèmes multicouches. Les systèmes de détection thermique ou infrarouge utilisent des capteurs pour détecter

le rayonnement dans la partie infrarouge du spectre électromagnétique et le convertir en signal électrique. Le signal est ensuite traité pour produire une image. L'image obtenue, appelée thermogramme, peut alors révéler des perturbations localisées du flux radiatif et mettre en évidence un défaut. Plus la température d'un corps est élevée, plus il émet du rayonnement. L'énergie de rayonnement thermique peut alors être directement liée à la température de la cible si son émissivité thermique est connue. La variante passive de la thermographie infrarouge consiste à recueillir par une caméra thermique, le flux radiatif émis naturellement par le corps étudié. Elle est le plus souvent utilisée pour des défauts surfaciques tels que des fissures débouchantes (Bouteille, et al., 2013). Pour des défauts plus fins et non débouchants il faut généralement perturber l'échantillon et analyser sa réponse radiative, on parle de thermographie active (Maldague, 2002). Plusieurs modes de perturbation sont classiquement employés dans la littérature. Le matériau analysé peut être excité par voie optique (flash, lampes halogènes, laser, ...), électromagnétique (induction par courants de Foucault), par sollicitations mécanique par ultrasons (Zweschper, et al., 2003), par un flux d'air chaud ou par conduction thermique (Sapardanis, 2016; Cottin, 2021). Ces différentes possibilités font qu'il existe de nombreuses façons de mettre en œuvre la thermographie infrarouge active.

Le dispositif que nous avons adopté consiste à utiliser une source de chaleur continue en contact avec l'échantillon, donc configuration dite de transmission : source d'excitation et capteur thermique de part et d'autre de l'échantillon. L'échantillon est placé sur une plaque chauffante maintenue à 60 °C et la caméra thermique est fixée à une potence mobile selon l'axe vertical pour permettre de contrôler la distance caméra/échantillon, Figure II-22.



Figure II-22 – Dispositif d'observation par thermographie infrarouge avec sollicitation continue par plaque chauffante

Cette technique a été introduite dans (Bégué, 2015) sur des systèmes barrière thermique EB-PVD dans le cadre d'essais LASAT sur aube de turbine, et reprise et éprouvée par (Sapardanis, 2016) dans le cas d'un dépôt plasma d'alumine et par (Cottin, 2021) sur dépôts plasma d'hydroxyapatite pour la détection de zone délaminée introduite par LASAT.

Le flux thermique traversant l'échantillon par conduction est perturbé par la couche d'air présente au niveau d'une zone de décohésion du revêtement. La température à l'aplomb de la couche d'air isolante est localement diminuée. Cela se traduit par un rayonnement plus faible émis par le revêtement délaminé. Un équilibre stable est atteint avec des contrastes observés entre les zones adhérentes et fissurées. L'exploitation de l'information de température permet alors de détecter les zones de décohésion. La Figure II-23 montre un exemple d'image de thermographie d'un échantillon soumis au LASAT.

Deux caméras thermiques ont été utilisées selon leur disponibilité. Le modèle TITANIUM 520 du fabriquant CEDIP Infrared et la caméra INFRATEC modèle ImageIR® 8300 hp. Les caractéristiques des deux caméras sont présentées dans le Tableau 2.

	TITANIUM 520 - CEDIP	ImageIR® 8300 hp - INFRATEC
Capteur	InSb	InSb
Résolution	320x256 Pixels 640x512 Pixels	
Gamme spectrale	1,9 μm – 5,1 μm	1,8 μm – 5,5 μm
Fréquence d'images	170 Hz	355 Hz
Temps d'intégration	3 - 20000 μs	0,6 - 20000 µs

Tableau 2 – Caractéristiques des caméras thermiques CEDIP et INFRATEC

La résolution des images avec la caméra CEDIP est de 155 μ m/px mais peut être améliorée par l'utilisation de bagues allonge qui permettent d'obtenir une résolution de 35 μ m/px mais réduit le champ d'observation. Nous avons choisi pour les acquisitions avec les deux caméras un grossissement nous permettant de visualiser pratiquement l'ensemble de la zone d'intérêt, Figure II-23. La taille d'un pixel est alors de 72 μ m/px avec la caméra CEDIP et de 42 μ m/px avec la caméra INFRATEC.



Figure II-23 – Exemple d'images obtenues par thermographie infrarouge par deux caméras thermiques différentes : a) Titanium 520 – Cedip et b) ImageIR® 8300 hp - INFRATEC

II.2.6.1.1. Méthode de mesure de la zone délaminée

La zone délaminée se caractérise sur une observation par thermographie infrarouge, dans la configuration présentée précédemment, par une zone de température inférieure à celle mesurée au niveau d'une zone adhérente.

Le contour de la zone délaminée peut être mis en évidence à partir d'un calcul du gradient de l'image. Cette étape permet d'extraire une information réduite et pertinente de l'image en localisant les zones de changement d'intensité. Pour plus de précision dans le calcul du gradient, nous utilisons le fichier de données brutes ou « Digital Levels » enregistrés par la caméra, Figure II-24. En effet, le rayonnement infrarouge traversant la lentille de la caméra est converti par un capteur en un signal de tension électrique qui est ensuite convertit en un signal numérique codé en Niveaux Numériques (Digital Levels ou DL) par un convertisseur analogique-numérique. Le module "ryptw" de la librairie python "pyradi" permet de lire ce genre de fichier de sortie.



Figure II-24 a) Champ de température enregistré par la caméra thermique, b) gradient des données brutes d'acquisition

Généralement en traitement d'image, la détection d'un contour se limite à la détermination du maximum de gradient. Cependant, cette information n'est pas satisfaisante pour notre étude puisque ce n'est pas un contour vif qu'on cherche à repérer. En effet le gradient de température augmente graduellement en allant des bords de la zone délaminée, atteint un maximum puis diminue et devient nul en son centre. Le contour qu'on veut détecter est celui à l'amorce de l'apparition du gradient local qui dépasse le niveau de gradient associé au bruit de l'image. Le filtre « scharr » de la libraire python « skimage » est utilisé pour calculer le gradient de l'image. Cet opérateur calcule le gradient d'intensité de chaque pixel en utilisant un filtre de convolution 3x3, c'est-à-dire à travers une moyenne pondérée horizontal et vertical sur trois pixels.

La routine python développée utilise le module « find_contours » de la librairie « skimage » pour identifier par une méthode de « marching squares » des iso-contours sur l'image à un « threshold » donné. L'utilisateur précise ce « threshold » en cliquant sur un pixel correspondant sur l'image. La démarche appliquée consiste ainsi à identifier manuellement par itération, le seuil minimum permettant de tracer un contour fermé autour de la cloque, au-delà duquel, il n'est plus possible à l'algorithme de trouver un contour. Ce contour est alors retenu et ajusté par une ellipse. La Figure II-25 a) montre le résultat obtenu par application de cette méthode et la correspondance entre le contour calculé sur l'image gradient et le profil en DL extrait sur un profil horizontal au centre de la cloque. Sur la Figure II-25 b) le contour détecté est superposé à l'image gradient seuillée afin d'obtenir un

contraste révélant le bruit de l'image. L'algorithme détecte bien « l'amorce » de gradient de température supérieure au niveau de bruit de l'image.



Figure II-25 a) Ajustement du contour de la zone délaminée par une ellipse et comparaison au profil de Digital Levels, b) superposition du contour détecté à l'image gradient seuillée

Le module affiche en sortie les paramètres d'ellipticité de la zone délaminée : son centre, son petit axe, son grand axe et son orientation. Cette méthode facile à mettre en œuvre a l'avantage d'être répétable et quasi-indépendante de l'utilisateur.

II.2.6.2. Profilométrie optique

Deux profilomètres sont utilisés dans le cadre des essais LASAT en fonction de leur disponibilité et sont présentés dans cette partie.

Le profilomètre optique 3D Altisurf du Centre des Matériaux, Figure II-26 a), est un système de mesure de topographie à balayage, sans contact, à capteur optique ponctuel de type confocal chromatique à lumière blanche. Combiné à une table motorisée de haute précision, la topographie d'une surface est obtenue en la mesurant point par point. La technologie de mesure confocale chromatique se base sur la focalisation d'un faisceau de lumière blanche sur la pièce à analyser à travers un système de lentilles à aberration chromatique. Les rayons monochromatiques composant le faisceau sont focalisés à des altitudes différentes en fonction de leur longueur d'onde. La lumière réfléchie par la surface de mesure est analysée par un spectromètre et l'altitude est mesurée par codage chromatique en analysant la couleur dominante du faisceau réfléchi.



Figure II-26 – Profilomètres a) Altisurf au Centre des Matériaux et b) Alicona à Safran Tech

En déplaçant la table XY motorisée de haute précision, le profilomètre acquiert une série de points focalisés à la surface de l'échantillon permettant la création d'un profil ou d'une surface 3D. La résolution maximale dans le plan de mesure est de 1 μ m et correspond au diamètre de spot de mesure. La résolution théorique en altitude est de 25 nm. La durée de scan dépend de la résolution latérale choisie, de la vitesse d'acquisition et des dimensions de l'échantillon. Nous avons choisi pour nos mesures une résolution latérale de 7 μ m pour limiter le temps d'acquisition. La fréquence d'acquisition du profilomètre Altisurf est de 2 kHz.

Le profilomètre 3D Alicona de Safran Tech a également été utilisé, Figure II-26 b). Il s'agit du modèle InfiniteFocus G5. C'est un profilomètre optique sans contact. Sa technologie de mesure se base sur le principe de reconstruction 3D par variation focale. La variation focale associe la faible profondeur de champ d'un système optique à un balayage vertical du capteur. La variation de focalisation, ou autrement dit, de la netteté des images sur le capteur, en fonction de la distance entre le capteur et la surface mesurée, fournit l'information de topographie. L'élément principal du système consiste en un système optique de précision comportant plusieurs lentilles et équipé de différents objectifs, qui permettent de réaliser des mesures à différentes résolutions. Contrairement aux profilomètres optiques à balayage munis de capteurs optiques ponctuels, le profilomètre à variation focale est un système de mesure matriciel. L'acquisition est réalisée en divisant la surface de mesure en petits secteurs limités par le champ défini par l'objectif optique. Le déplacement latéral motorisé de la table support permet l'acquisition consécutive des différents secteurs qui sont ensuite recollés par le logiciel d'acquisition (stitching). L'avantage principal de cette technologie est la rapidité de la mesure. Le temps d'acquisition est de l'ordre de quelques minutes pour scanner la totalité d'un échantillon circulaire de 20 mm de diamètre. Nous avons utilisé pour nos mesures l'objectif x5 avec un éclairage annulaire, une résolution latérale de 10 µm et vertciale de 3.6 µm.

II.2.6.2.1. Mesure de hauteur de marche

Les logiciels de traitement et d'analyse des acquisitions aux profilomètres offrent un grand nombre d'outils métrologiques permettant de post-traiter les acquisitions et d'extraire de nombreuses informations à la fois sur les surfaces et les profils.

Deux informations nous sont particulièrement utiles : la hauteur de cloque et éventuellement l'épaisseur du revêtement, accessible si un écaillage est produit.

Le post-traitement implémenté consiste d'abord à réaliser un redressement de la surface et un ajustement de l'échelle d'altitude pour faire ressortir au mieux les cloques. Nous effectuons ensuite une extraction de profil selon les axes de la cloque si celle-ci est elliptique, ou bien selon le diamètre si la cloque est circulaire, puis nous appliquons un filtre gaussien pour réduire le bruit de mesure et lisser légèrement les rugosités de surface. Finalement nous utilisons l'outil de mesure de hauteur de marche pour mesurer la hauteur de cloque (Figure II-27). La mesure de hauteur de marche consiste à évaluer la différence de hauteur entre deux plans définis par l'utilisateur. Nous définissons le premier plan par deux barres de référence de part et d'autre de la cloque et le second plan sur une zone réduite au sommet de la cloque et on relève la hauteur moyenne calculée sur cette zone définie au sommet.



Figure II-27 – Mesure de hauteur de marche avec le logiciel Altimap

A noter que le profilomètre peut également être utilisé pour évaluer le diamètre de la zone flambée. Toutefois pour les faibles hauteurs de cloque, de l'ordre de la rugosité, il est difficile de repérer la zone délaminée, par conséquent l'incertitude de mesure est élevée. Pour les hauteurs de cloque plus élevées, on montre une bonne correspondance entre les mesures de diamètre délaminé réalisées en thermographie infrarouge et en profilométrie (Figure II-28).



Figure II-28 - Comparaison des diamètres des zones délaminées mesurés à partir d'acquisitions faites au profilomètre et en thermographie infrarouge

II.3. Procédés et méthodes de vieillissement

II.3.1. Fatigue thermique

Les vieillissements en fatigue thermique ont été effectués au Centre des Matériaux. Ils sont réalisés dans un four résistif à axe vertical de puissance 8 kW, Figure II-29 a). La température du four est globalement maintenue à 1175 °C. Les échantillons à vieillir sont positionnés sur un porte-échantillon en céramique spécialement conçu pour accueillir une série de 5 échantillons Figure II-29 b). Le porte-échantillons est fixé à un vérin linéaire qui fait l'aller-retour entre l'enceinte chaude du four et l'extérieur du four à température ambiante. A la fin de chaque cycle, le plateau revient en position initiale et les échantillons sont refroidis par convection accélérée par un ventilateur intégré.



Figure II-29 – a) Le four à axe vertical du Centre des Matériaux utilisé pour le vieillissement en cyclage thermique, b) zoom sur le porte échantillon

Un thermocouple de type S positionné au centre du porte-échantillons permet une régulation en température via l'asservissement du piston du support mobile par un boîtier de commande. A noter qu'en dessous de 400 °C environ, l'inertie thermique des échantillons est importante et ne permet pas d'obtenir des vitesses de refroidissement élevées. Le refroidissement n'est alors plus piloté, il est simplement guidé par l'inertie thermique des échantillons. Sur les cinq échantillons positionnés sur le support, quatre sont instrumentés aves des thermocouples de contrôle de type K pour permettre une mesure de la température en surface du substrat sur chacun de ces échantillons, Figure II-29 b). A noter que les échantillons triangulaires qu'on peut voir sur la Figure II-29 b) appartiennent à une autre étude du Centre des Matériaux.

Les profils de température obtenus en cours d'essai sont illustrés en Figure II-30.



Figure II-30 – Oxydation cyclique au four résistif du Centre de Matériaux: cycles thermiques réels

On a ici préféré d'éviter de dépasser la température de 1100 °C à l'aide de différentes rampes de chauffage.

Des interruptions du cyclage sont effectuées pour caractériser l'évolution de la zone de décohésion par thermographie infrarouge et par profilométrie. Les dispositifs d'observation et de mesure sont présentés en partie II.2.6.

II.3.2. Fatigue thermo-mécanique

Les vieillissements en fatigue thermo-mécanique (TMF pour thermo-mechanical fatigue) ont été effectués sur une machine d'essais de fatigue Instron® électro-mécanique à vis équipée d'une cellule de charge \pm 50 kN (Figure II-31).



Figure II-31 – Montage de l'essai de fatigue thermo-mécanique sur la machine Instron du Centre des Matériaux

Le chargement thermique appliqué comporte une phase de chauffage, une phase de maintien à haute température et une phase de refroidissement. La montée en température est assurée par un four à lampes halogènes à 4 lobes elliptiques, d'une puissance maximale de 6000 W. Le refroidissement est assuré par un flux d'air comprimé soufflé par une électrovanne à travers des perçages dans la paroi du four. La température est mesurée par un thermocouple maintenu en contact avec la surface de l'éprouvette au niveau de la partie utile par un fil de platine. La puissance allouée au four et le débit de l'électrovanne sont régulés à l'aide d'un boîtier Eurotherm relié à l'ordinateur de commande. La déformation est mesurée par un extensomètre à tiges d'alumine passant à travers le four et positionné au milieu de la partie utile de l'éprouvette. Les commandes en température et en déformation sont effectuées au moyen d'un programme codé sous Labview®.

Les chargements thermo-mécaniques appliqués sont présentés dans la Figure II-32.



Figure II-32 – Graphes représentant les composantes thermique en rouge et mécanique en vert des cycles TMF appliqués, a) cycle en phase et b) cycle hors phase

Le cycle TMF en phase, Figure II-32 a), comporte une déformation mécanique positive qui augmente avec la température pour atteindre 0.4% durant le maintien de 5 min à haute température. Le cycle TMF hors phase, Figure II-32 b), est au contraire composé d'une déformation mécanique négative imposée qui atteint une valeur de -0.4% durant le maintien à haute température.

La déformation mesurée par l'extensomètre est la déformation totale de l'éprouvette, qui est la somme de la déformation thermique liée à la dilatation thermique de l'éprouvette, et de la déformation mécanique appliquée par la cellule de charge. Au début de chaque essai, une série de cycles thermiques sans chargement mécanique est réalisée, permettant d'atteindre une stabilisation thermique, (Guerre, 2002; Soulignac, 2014). La déformation thermique mesurée pendant le dernier cycle de stabilisation est alors enregistrée et soustraite de la déformation totale de l'éprouvette mesurée par l'extensomètre pendant l'essai de fatigue thermo-mécanique pour régulation de la déformation mécanique appliquée.

La surface de l'éprouvette est observée par thermographie infrarouge pendant l'essai de cyclage thermo-mécanique. La caméra thermique est placée en face de l'orifice du four et programmée pour prendre des clichés à basse température du cycle (< 200 °C) à une fréquence de 1 Hz. Cette configuration in-situ ne permet qu'une observation de 180° de la circonférence totale de l'éprouvette. Pendant le refroidissement, les images thermiques montrent une différence nette de température entre une zone « saine » et une zone délaminée du revêtement ce qui rend possible un suivi in-situ de l'évolution du défaut introduit par LASAT pendant le cyclage thermo-mécanique. Une température plus élevée est mesurée au niveau d'une zone délaminée, due à la présence de la fine couche d'air au niveau de la décohésion qui entrave l'évacuation du flux thermique.

La technique de stéréo-corrélation d'images a été ponctuellement utilisée en interrompant le cyclage, pour permettre une mesure de la hauteur de cloque sans démonter l'éprouvette, Figure II-33. En effet, démonter l'éprouvette peut nécessiter l'application de chocs à cause du grippage du filetage de l'éprouvette dans son axe de maintien ce qui peut détériorer le revêtement.



Figure II-33 – Montage du système de deux caméras optiques de mêmes caractéristiques pour la mesure du flambage d'un défaut LASAT par technique de stéréo-corrélation

Technique de stéréo-corrélation

La corrélation d'images numériques est une méthode optique de mesure de champs de déplacements et de déformations largement utilisée en mécanique expérimentale. Elle consiste à faire correspondre les pixels entre une image de référence et une image déformée, en maximisant un critère de corrélation sur une fenêtre ou « imagette » au voisinage de chaque pixel. Elle nécessite que la surface analysée ait une texture assez contrastée et suffisamment aléatoire. Si ce n'est pas le cas, différentes techniques existent pour déposer un « mouchetis » sur la surface, dont la technique de projection d'un spray de peinture noire. Le motif aléatoire ainsi obtenu permet d'obtenir un voisinage caractéristique unique pour chaque pixel.

La corrélation d'images numériques réalisée avec une seule caméra (corrélation 2D classique ou DIC : Digital Image Correlation), ne peut donner que des champs de déplacement/déformation dans le plan sur des objets plans. L'utilisation de deux caméras est nécessaire pour la mesure d'un champ de déplacement 3D de surface de n'importe quel objet 3D. On parle alors de stéréo-corrélation (SDIC), (Chu, et al., 1985; Sutton, et al., 2000; Orteu, et al., 2003). La technique de stéréo-corrélation s'appuie sur le principe de triangulation pour reconstituer la géométrie 3D de la pièce analysée à partir de deux images 2D prises sous des angles différents, Figure II-34.



Figure II-34 – Principe de triangulation : calcul de la position dans l'espace 3D d'un point physique P à partir de ses projections P1 et P2 sur les images des deux caméras C1 et C2, (Orteu, 2009)

Le traitement de deux paires d'images, l'une considérée comme « Référence », l'autre comme « Déformée », permet alors de construire le champ de déplacement en trois dimensions.

Dans le cadre de l'essai de fatigue thermo-mécanique, nous utilisons la technique de stéréo-corrélation pour obtenir la surface en 3D de la zone observée de l'éprouvette à partir des deux images planes enregistrées par les caméras CCD, et pouvoir mesurer le flambage de la cloque.

Une étape d'étalonnage du système de caméras est effectuée au préalable afin de calculer les paramètres du système stéréoscopique dont la distance C1C2 entre les deux capteurs et leur orientation. Une plaque de calibration ou mire de dimensions équivalentes à la zone de mesure, dont les repères sont précisément connus par l'algorithme d'étalonnage est enregistrée à différentes positions et orientations dans la profondeur de champ du système.

Deux sources lumineuse LEDs sont utilisées, pour améliorer le contraste des images. Les deux caméras utilisées sont identiques, forment un angle de 20 degrés et sont placées à une distance de travail de 30 cm. Les caméras sont équipées d'un capteur CMOS de 4,2 Megapixels de résolution, codage 12 bit et d'un objectif SCHNEIDER Xenoplan 2.8/50.

Les images sont acquises avec le logiciel Vic-Snap et sont analysées avec le logiciel de corrélation Vic-3D.

Les résultats d'une acquisition par stéréo-corrélation d'images sont montrés en Figure II-35. La courbure de l'éprouvette rend difficile la visualisation de la cloque et par conséquent l'extraction d'un profil central. Nous avons donc exporté les coordonnées calculées pour une série de profils selon des lignes verticales espacées de 50 µm, pour lesquels nous avons mesuré les hauteurs de marche respectives. Nous avons alors retenu comme hauteur de cloque, la hauteur maximale mesurée sur la série de profils.



Figure II-35 - Vue 3D de la surface de l'éprouvette à l'état initial obtenue par stéréo-corrélation d'images

La résolution dans le plan des images est de 24 μ m/pixel. La variation de position hors plan détectée est de l'ordre du micromètre.

II.3.3. Fatigue thermique à gradient de température sur banc à flamme

Les essais réalisés sur banc à flamme permettent d'accroître la représentativité des essais de cyclage thermique. Contrairement aux modes de chauffage conventionnels au four, le banc à flamme permet d'introduire un gradient thermique dans le système barrière thermique. Cela se rapproche plus des conditions en service où les gaz de combustion, les canaux de refroidissement ainsi que la faible conductivité thermique de la céramique induisent un gradient important de l'ordre de 100 °C dans l'épaisseur de la céramique. D'autre part, le champ de température varie fortement en surface de la pale, générant des gradients thermiques à l'échelle macroscopique dans le plan de celle-ci. Il est donc important d'enrichir la compréhension de l'évolution du système barrière thermique en ajoutant les effets d'un gradient thermique.

Le comportement en cyclage thermique des revêtements a été testé sur deux bancs d'essais à gradient utilisant un brûleur à gaz fonctionnant avec un mélange gaz naturel/oxygène. Les essais sur banc à flamme ont été réalisés à Safran Aircraft Engines (SAE) sur le site de Villaroche, et à l'institut IEK-1 à Jülich en Allemagne.

Le montage du banc à flamme de Safran Aircraft Engines permet de cycler deux pions en parallèle, Figure II-36. Les échantillons sont maintenus par leurs tiges serrées dans deux étaux. Une flamme mobile chauffe en alternance la surface du revêtement d'un des deux échantillons. Un refroidissement en face arrière de l'échantillon par un jet d'air comprimé est appliqué durant le maintien à haute température du cycle.



Figure II-36 – Montage de l'essai banc à flamme à SAE Villaroche

Le combustible alimentant le brûleur est le gaz naturel en bouteille approvisionné par Air Liquide, essentiellement composé de méthane CH₄. Il se mélange au comburant qui est le dioxygène pur en bouteille Air Liquide.

Une caméra infrarouge placée à l'extérieure du banc permet d'avoir une acquisition du champ de température en surface du revêtement d'un cycle complet tous les 12 cycles, et un pyromètre nous fournit une température moyenne à la surface du revêtement sur une zone centrale de 10 mm de diamètre. La caméra infrarouge et le pyromètre sont à une distance d'environ 55 cm des échantillons. Le dispositif d'essai ne nous permet pas de s'en rapprocher davantage (Figure II-37). La caméra thermique utilisée est le modèle FLIR A655sc à ondes longues (LWIR) de résolution 640 x 480 pixels, de gamme spectrale 7,5 à 14,0 μ m. Le pyromètre utilisé est le modèle IRCON Modline 3 série 800 qui fonctionne à une longueur d'onde de 7.92 μ m. L'émissivité de la céramique est fixée à 0.95. Un thermocouple de type N mesure la température dans le substrat au cours de l'essai. Le débit de gaz naturel, la température et le débit de l'air de refroidissement sont réglés de façon à obtenir une température maximale en surface de la céramique d'environ 1200 °C et une température à cœur dans le substrat de 1050 °C.



Figure II-37 – Instrumentation de l'essai banc à flamme à SAE Villaroche

Des interruptions de cyclage ont été effectuées pour observer en champs proche les défauts d'interface introduits par LASAT. Les échantillons sont alors prélevés et placés sur une plaque chauffante à 60 °C et la caméra thermique TITANIUM 520 – CEDIP présentée dans la partie II.2.6.1 est utilisée. Pour chacun des échantillons, une mesure au profilomètre Altisurf (partie II.2.6.2) du Centre des Matériaux est réalisée avant et après le cyclage thermique.

Le cycle thermique appliqué est montré dans la Figure II-38.



Figure II-38 – Cycle thermique à gradient appliqué au banc à flamme à SAE, Villaroche

L'installation du banc à flamme utilisé à l'institut IEK-1 à Jülich est montrée en Figure II-39.



Figure II-39 - Installation du banc à flamme à l'institut IEK-1 à Jülich, Allemagne

Le combustible alimentant le brûleur est le gaz naturel de ville, essentiellement composé de méthane CH₄, qui se mélange au dioxygène contenu dans l'air ambiant. La combustion est initiée par un chalumeau à gaz qui va apporter l'énergie d'activation nécessaire. La flamme du brûleur couvre environ la totalité de la surface de l'échantillon, son diamètre étant proche de celui des échantillons d'essai.

Un jet d'air comprimé régulé en débit et en température permet d'assurer un refroidissement de la face du substrat. Un refroidissement par air comprimé peut aussi être appliqué sur la face avant, en fonction de la vitesse de refroidissement et du gradient de température recherchés, (Steinke, et al., 2010).

La température de surface de la céramique est mesurée par un pyromètre infrarouge KT15.99 IIP (Heitronics®) positionné à une distance d'environ 60 cm de l'échantillon. La plage de longueurs d'onde du pyromètre est 9.6 μ m – 11.5 μ m. La valeur de température mesurée est une moyenne sur une zone de 10 mm de diamètre au centre de l'échantillon. Une émissivité constante de la céramique est fixée à 1. Cette valeur d'émissivité est une approximation. En effet, des valeurs plus réalistes d'émissivité pour la céramique YSZ dans la gamme de longueurs d'onde du pyromètre utilisé sont d'environ 0.98. La valeur approchée d'émissivité conduit à une sous-estimation de la température de surface inférieure à 3% alors que l'incertitude de mesure du pyromètre lui-même est inférieure à 1%. Toutefois, les émissions provenant de la flamme qui se situent dans la même plage spectrale entraînent une légère augmentation de la mesure du pyromètre, ce qui compense en partie l'effet d'une émissivité surestimée. Comme il est difficile d'évaluer précisément ces effets concurrents, on suppose une sous-estimation limitée de la température de surface, (Vaßen, et al., 2021).

La température du substrat est mesurée par un thermocouple positionné dans un trou percé dans l'épaisseur du substrat allant vers le centre de l'échantillon.

Une caméra thermique infrarouge FLIR A655sc à ondes longues (LWIR) de résolution 640 x 480 pixels et gamme spectrale de $7.5 - 14.0 \mu m$ permet d'assurer une acquisition in-situ de la

distribution du champ de température en surface de la céramique. Un suivi par caméra optique permet d'avoir une observation continue in-situ de la surface du revêtement. La caméra utilisée est équipée d'un capteur CMOS de résolution 1400x1024 pixels, codage 10 bit et d'un objectif RICOH FL-BC7528-9M. La caméra infrarouge ainsi que la caméra optique sont montées à l'intérieur de boîtiers refroidis pendant l'essai.

Deux vitesses de refroidissement ont été étudiées, Figure II-40. Un refroidissement rapide (BR2-fast pour « Fast Cooling Rate ») de 40 °C/min en moyenne et un refroidissement plus lent ou BR2-slow pour « Slow Cooling Rate » avec une pente de 9 °C/min en moyenne. Les cycles thermiques appliqués sont montrés dans la Figure II-40.



Figure II-40 – Cycles thermiques appliqués au banc à flamme à l'IEK-1, Jülich

Des interruptions ponctuelles du cyclage sont effectuées pour mesurer la hauteur du blister. Le profilomètre CyberTECHNOLOGIES, modèle CT350T, à l'IEK-1, Jülich est utilisé, Figure II-41. Il fonctionne selon le même principe que le profilomètre Altisurf du Centre des Matériaux présenté dans la partie II.2.6.1. Il est équipé de 3 capteurs de résolutions différentes. Pour nos mesures nous avons utilisé le capteur CHR-1000, de résolution latérale maximale de 3.5 µm et verticale de 35 nm. Sa fréquence d'acquisition est de 4 kHz.



Figure II-41 – Profilomètre CyberTECHNOLOGIES utilisé à l'institut IEK-1, Jülich

Pour nos acquisitions faites au profilomètre CyberTECHNOLOGIES à l'IEK-1, nous avons réalisé un premier post-traitement à Jülich notamment le redressement de surface et un ajustement de l'échelle des données d'altitude. Nous avons exporté les données à cette étape et poursuivi ensuite l'extraction de profil et la mesure de hauteur de marche à l'aide d'un module python, Figure II-42.



Figure II-42 – Exemple de mesure de la hauteur de cloque à partir des données du profilomètre CyberTECHNOLOGIES

Chapitre III. Introduction d'un défaut d'interface par choc laser

III.1. Pré-vieillissement des échantillons

Les études précédentes utilisant la technique LASAT sur des systèmes EB-PVD, (Bégué, 2015; Guipont, et al., 2019), ont montré que la localisation de la décohésion induite par choc laser est différente dans le cas où l'impact est réalisé à l'état brut de dépôt ou après vieillissement. La Figure III-1 b) montre des observations MEB des décohésions réalisées par LASAT dans les mêmes conditions de choc à différents stades d'un vieillissement à 1100 °C/ 1h entre 0 à 500 cycles. Parallèlement, la Figure III-1 a) montre l'évolution de l'interface d'un échantillon de référence soumis au même cyclage thermique. On observe une augmentation de l'épaisseur de l'oxyde et de la rugosité de l'interface, et l'apparition de fissurations localisées entre la zircone et l'alumine.



Figure III-1 – Coupes MEB montrant l'évolution de l'état de l'interface au cours de cycles thermiques et parallèlement, la localisation d'une décohésion introduite par LASAT, (Guipont, et al., 2019)

Le choc laser réalisé à l'état brut de dépôt, Figure III-1 b) à 0 cycles, induit une fissuration dans la céramique, proche de l'interface. Des colonnettes de moins de 10 µm de hauteur restent adhérentes à l'alumine. Pour les interfaces qui ont été vieillies préalablement au choc LASAT, on constate une évolution de la localisation de la décohésion vers une fissuration à l'interface entre la zircone et la couche d'alumine avec nettement moins d'îlots de zircone qui restent liés à la couche d'alumine sous-jacente.

Le choc laser sollicitant le système en traction, va entraîner une rupture au niveau des zones les plus fragiles dans le système. A l'état brut de dépôt, la fissuration a généralement lieu à la base de la zircone, non pas au niveau d'une interface. En effet, le procédé de dépôt EB-PVD par germination entraîne la

formation de petites colonnettes à l'interface qui sont surmontées par des colonnettes plus longues et qui forment des régions fragiles.

Cependant, le vieillissement thermique entraîne l'apparition de cavités localisées essentiellement à l'interface zircone/alumine, caractéristiques du vieillissement du système barrière thermique sous sollicitations cycliques (Tolpygo, et al., 2001). Ces micro-fissurations favorisent alors une rupture de l'interface zircone/alumine sur les systèmes vieillis soumis au LASAT. En outre, les colonnettes de zircone ont tendance à se solidifier sous l'effet du chargement thermique ce qui rend moins probable une fissuration dans le revêtement céramique.

L'effet de la localisation de la fissuration par LASAT a également été mis en évidence par (Theveneau, 2019). La Figure III-2 montre deux séries de courbes LASAT réalisées respectivement sur 3 échantillons à l'état brut de dépôt, Figure III-2 a), et 3 échantillons vieillis de 113 cycles 1100°C/1h, Figure III-2 b). Une importante dispersion du diamètre de décohésion pour une même densité de puissance est révélée à l'état brut de dépôt. Cette dispersion est clairement diminuée sur les courbes LASAT réalisées après vieillissement. Cela montre que la localisation de la rupture dans un système à l'état brut de dépôt et de l'inhomogénéité locale de la microstructure de la zircone. En revanche, après vieillissement, la zone de rupture est localisée à l'interface et reflète l'état de l'interface à ce stade de vieillissement.



Figure III-2 – Courbes LASAT réalisées a) à l'état brut de dépôt et b) après vieillissement thermique (Maurel, et al., 2019)

Nous avons donc choisi d'effectuer un pré-vieillissement en oxydation cyclique pour tous les échantillons testés. Les pré-vieillissements, de 100 cycles d'une heure à 1100 °C (L-FCT pour « Long-Furnace Cycle Testing »), sont réalisés au banc d'oxydation cyclique « Delta Thermique » à Safran Tech. Le cycle thermique de pré-vieillissement est présenté dans la Figure III-3. Le cyclage est effectué sous balayage d'air avec un débit de 1L/min. Le refroidissement est réalisé sous air pulsé.



Figure III-3 – Programme de cyclage thermique de pré-viellissement des échantillons au four à Safran Tech

III.2. Courbes LASAT

La Figure III-4 montre une décohésion LASAT représentative observée au MEB réalisée sur un échantillon après pré-vieillissement de 100 cycles d'1h de temps de maintien à haute température.



Figure III-4 – Coupe MEB au niveau d'une cloque d'un échantillon pré-vieilli avant réalisation de chocs Laser pour construction d'une courbe LASAT

Le zoom numéro 1 de l'observation MEB montre la localisation de la décohésion essentiellement à l'interface pré-endommagée entre la zircone et l'alumine. Plus localement, on constate par endroits une fissuration au sein de la couche d'alumine. Plus loin de la zone de choc, l'interface n'est pas affectée par l'impact laser. Les décohésions locales à l'interface céramique/oxyde sont liées au pré-vieillissement, Figure III-4.

Pour les différents essais LASAT réalisés dans notre étude, nous avons choisi d'utiliser un diamètre de choc d'environ 3 mm. Cette valeur a déjà été utilisée dans (Theveneau, 2019). Elle nous permet d'explorer une large plage de densité de puissances et de multiplier les chocs laser sur un échantillon de référence en vue de déterminer un seuil de rupture, et d'évaluer l'évolution de la taille de la zone délaminée en fonction de la densité de puissance pour établir une courbe LASAT. Entre 12 et 15 chocs de 3 mm peuvent être réalisés sur un échantillon circulaire de 20 mm de diamètre, tout en évitant d'être

trop proche de la périphérie et ainsi limiter les effets des bords, et en gardant une distance minimale de 2 mm entre les chocs pour éviter une interaction entre eux.

Une courbe LASAT pour chacun des lots d'échantillons de l'étude a été réalisée sur un échantillon « référence ». La Figure III-5 montre une bonne correspondance de l'évolution du diamètre délaminé en fonction de la densité de puissance laser sur les 3 courbes. La courbe LASAT du Lot A présente plus de dispersions au niveau de l'évolution du diamètre et un seuil d'écaillage plus élevé que celui du Lot C.



Figure III-5 - Courbes LASAT des trois lots d'échantillons disques de l'étude

III.3. Mesure du flambage

La relaxation des contraintes de compression du revêtement peut entraîner le flambage de la zone délaminée. Le phénomène de flambage dépend du niveau de contraintes, de l'épaisseur du revêtement et de la taille de la zone délaminée (Hutchinson, et al., 1992). Pour une épaisseur donnée et des conditions de dépôt données, le phénomène de flambage a lieu si le niveau de contraintes dépasse une contrainte critique.

Dans (Hutchinson, et al., 1992), le flambage d'un disque encastré aux bords est étudié en configuration axisymétrique pour des conditions de chargement en compression équi-biaxiale, Figure III-6.



Figure III-6 – Analyse du flambage d'un disque délaminé, (Hutchinson, et al., 1992)

La contrainte de compression σ_c nécessaire au flambage du revêtement est liée à son épaisseur, son module de Young, son coefficient de Poisson et le rayon du disque délaminé selon :

$$\sigma_c = 1.2235 \ \frac{E_1}{1 - {\nu_1}^2} \left(\frac{h}{R}\right)^2 \tag{III-1}$$

h : Epaisseur du revêtement

*E*₁ : *Module de Young du revêtement*

- v₁ : Coefficient de Poisson du revêtement
- R : Rayon du disque délaminé

La hauteur de la cloque δ est alors exprimée par :

$$\frac{\delta}{h} = \left[\frac{1}{c_1} \left(\frac{\sigma}{\sigma_c} - 1\right)\right]^{\frac{1}{2}} \tag{III-2}$$

La variable c_1 est fonction du coefficient de Poisson v du revêtement selon :

$$c_1 = 0.2473(1 + \nu_1) + 0.2231(1 - {\nu_1}^2)$$
(III-3)

Nous avons mesuré sur l'échantillon « référence » du Lot B les hauteurs de cloques des différents défauts introduits. Nous observons une augmentation de la hauteur de cloque en fonction du diamètre délaminé, Figure III-7.



Figure III-7 – Tracé de la hauteur de cloque en fonction du diamètre pour l'ensemble des défauts sur « l'échantillon LASAT » du Lot B, ajusté par régression polynomiale d'ordre 2

Les mesures présentées dans (Sapardanis, et al., 2017) suggèrent une évolution bilinéaire de la hauteur de cloque en fonction du diamètre délaminé, Figure III-8. Une taille minimale de zone délaminée au-delà de laquelle le flambage est activé est mise en évidence. Dans notre cas, nous n'avons pas assez de mesures pour de faibles diamètres délaminés afin de mettre en évidence une initiation du flambage à partir d'une taille critique de zone délaminée.



Figure III-8 – Analyse de l'évolution du flambage en fonction du diamètre délaminé pour un revêtement alumine déposé par plasma pour trois préparations de surface différentes (Sapardanis, et al., 2017)

Chapitre IV. Résultats expérimentaux – Influence des sollicitations thermo-mécaniques sur l'évolution du défaut d'interface

Les travaux de ce chapitre ont pour objectif d'analyser l'influence du type de vieillissement cyclique sur la propagation d'un défaut d'interface. Les défauts d'interface sont introduits par choc laser dans les éprouvettes et leurs propagations sont suivies en fatigue thermique en conditions homogènes de température, en fatigue thermique en présence de gradients de température (banc à flamme) et en fatigue thermo-mécanique. Les différents types de chargements en fatigue thermique et thermo-mécanique appliqués sont décrits dans la partie II.3 et repris dans le Tableau 3.

Type de vieillissement		Acronyme	Signification	Lieu de l'essai	
Cyclage thermique au four		S-FCT	Short – Furnace Cycling Testing	CdM	
Cyclage thermique au banc à flamme	Banc à flamme 1 ¹	BR1	Burner Rig 1	SAE	
	Banc à flamme 2, Faible vitesse de refroidissement ²	BR2- slow	Burner Rig 2 – Slow Cooling	Jülich IEK- 1	
	Banc à flamme 2, Forte vitesse de refroidissement	BR2- fast	Burner Rig 2 – Fast Cooling	Jülich IEK- 1	
Cyclage thermo- mécanique	En phase	TMF-IP	In Phase Thermo- Mechanical Fatigue	CdM	
	Hors phase	TMF-OP	Out of Phase Thermo-Mechanical Fatigue	CdM	

Tableau 3 - Les différents types de chargements en fatigue thermique et thermo-mécanique appliqués et leurs acronymes utilisés

La première étape de l'analyse consiste à définir l'état pré-fissuré des éprouvettes testées, principalement la taille des défauts mais aussi le nombre de défauts et leur positionnement sur les éprouvettes. Les caractéristiques géométriques des défauts peuvent être contrôlées par le choix des paramètres du choc laser, en se référant à la courbe LASAT réalisée sur un échantillon référence du même lot. Les défauts d'interface introduits se caractérisent par une zone délaminée et une cloque formée par la couche de céramique. La géométrie initiale des défauts est alors caractérisée à partir de techniques d'observation non destructives.

Les échantillons pions utilisés dans ce chapitre proviennent des lots A et C (cf. partie III.2). Nous allons adopter la convention d'écriture suivante pour identifier un échantillon pion : un échantillon PXi est le pion numéro i prélevé du lot X.

¹ Burner Rig 1 : Safran Aircraft Engines (SAE), Villaroche, France

² Burner Rig 2 : Institut für Energie und Klimaforschung -1 (IEK-1), Jülich, Allemagne

Nous allons référencer un défaut LASAT n sur un échantillon pion PXi ou une éprouvette tube Ti respectivement par PXi-n et Ti-n.

Le Tableau 4 récapitule les échantillons utilisés et le type de vieillissement associé. Les caractéristiques des différents chargements sont résumées dans les Tableaux 5, 6 et 7. Toutes les éprouvettes sont vieillies en oxydation cyclique, de 100 cycles entre 100 °C et 1100 °C avec un temps de maintien d'une heure (L-FCT pour « Long- Furnace Cycle Testing »), préalablement à l'introduction des défauts d'interface.

Réf. Barreau	Echantillon	Géométrie	Nombre de	Type d'essai
			chocs laser	
X7362B	PA17	Pion	15	Courbe LASAT
X7362B	PA15	Pion	4	BR1
X7362B	PA18	Pion	4	BR1
X7362B	PA23	Pion	4	BR1
OF161000/P430018	PC02	Pion	10	Courbe LASAT
OF161000/P430018	PC04	Pion	3	S-FCT
OF161000/P430018	PC05	Pion	3	S-FCT
OF161000/P430018	PC06	Pion	3	S-FCT
OF161000/P430018	PC07	Pion	3	S-FCT
OF161000/P430018	PC09	Pion	3	S-FCT
OF161000/P430018	PC19	Pion	3	BR2-fast
OF161000/P430018	PC25	Pion	3	BR2-slow
OF161000/P430018	PC29	Pion	3	BR2-slow
X6581E	T1	Tube	18	Courbe LASAT + TMF-IP
X6518B	T2	Tube	6	TMF-OP

Tableau 4 – Tableau récapitulatif des échantillons de l'étude et le type d'essai associé

Tableau 5 – Caractéristiques de l'essai de vieillissement thermique au four S-FCT, (v : vitesse de refroidissement moyenne)

Essai	T _{min} (°C)	T_{max} (°C)	v (°C/s)	t _{HT} (min)
S-FCT	300	1100	2.5	5

Essai	T _{min} (°C)	T_{max} (°C)		$\mathbf{v} (^{\circ} \mathbf{C} / \mathbf{s})$	tur (min)
		Substrat	Céramique	v (C/S)	
BR1	50	1050	1120	9	4.2
BR2-slow	50	1050	1200	9	4.2
BR2-fast	50	1050	1200	40	4.2

Tableau 6 – Caractéristiques des essais de vieillissement thermique au banc à flamme BR1, BR2-slow et BR2-fast, (v : vitesse de refroidissement moyenne et t_{HT} : temps de maintien à température maximale)

Tableau 7 – Caractéristiques des essais de vieillissement thermo-mécaniques en phase TMF-IP et hors phase TMF-OP, (v : vitesse de refroidissement moyenne et t_{HT} : temps de maintien à température maximale)

Essai	T _{min} (°C)	T_{max} (°C)	v (°C/s)	t _{HT} (min)	ε ₁₁ max/min (%)
TMF-IP	100	1100	3.3	5	0.4
TMF-OP	100	1100	3.3	5	-0.4

La première partie présente les résultats des essais d'oxydation cyclique au four. La propagation des défauts LASAT au cours des essais de cyclage thermo-mécanique est analysée dans la deuxième partie. Deux types de cycles thermo-mécaniques sont testés, le cycle « en phase » et le cycle « hors phase » pour lesquels une sollicitation mécanique pilotée en déformation est superposée au cycle thermique, elle est respectivement positive durant le palier haute température pour le cycle « en phase » et négative pour le cycle « hors phase ». La troisième partie présente l'influence des gradients thermiques reproduits sur les essais de cyclage thermique réalisés au banc à flamme.

IV.1. Influence du vieillissement en fatigue thermique en conditions homogènes de température

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à la caractérisation de la propagation d'un défaut d'interface sous sollicitation thermique cyclique en conditions homogènes de température.

A cet effet, cinq éprouvettes prélevées du même lot C (cf. Figure III-5) sont utilisées pour un essai de cyclage thermique au four. Le dispositif d'essai est présenté dans la partie II.3.3. Nous avons choisi d'introduire plusieurs défauts sur un même échantillon. Toutefois les échantillons présentent des zones critiques à éviter car pouvant perturber l'essai LASAT. Notamment la zone située à l'aplomb du trou prévu pour accueillir un thermocouple et la zone de gravure laser portant la référence de l'échantillon. Il est également indispensable pour les besoins de l'analyse que les défauts soient suffisamment distants les uns des autres pour éviter une interaction entre eux ou une coalescence trop rapide. Ainsi, tenant compte de ces éléments, des dimensions de l'échantillon et de la taille des défauts, trois défauts ont été introduits sur chacun des échantillons en prévoyant une distance suffisante entre les zones délaminées et les bords de l'échantillon, Figure IV-1.



Figure IV-1 – Schéma de répartition des chocs LASAT sur les échantillons pions de l'essai S-FCT, exemple sur l'échantillon PC05.

Les éprouvettes sont vieillies en oxydation cyclique L-FCT, préalablement à l'introduction des défauts d'interface. Les paramètres de choc laser sont choisis de façon à ce que les défauts introduits se caractérisent par un délaminage et une cloque intègre formée, c'est-à-dire sans fissuration ni écaillage partiel.

Tous les tirs sont effectués avec un diamètre de choc de 3 mm et une densité de puissance consigne de 2.16 GW/cm². Le flux surfacique mesuré varie entre 2.06 GW/cm2 et 2.3 GW/cm2. Les valeurs de diamètre équivalent des défauts introduits dans les cinq éprouvettes sont présentées en Figure IV-2 et comparées au tracé de la courbe LASAT obtenue sur l'échantillon référence du lot dans les mêmes conditions d'essai LASAT.



Figure IV-2 – Relevés des diamètres équivalents des défauts d'interface introduits sur les échantillons de l'essai de cyclage thermique au four, comparés au tracé de la courbe LASAT obtenue sur l'échantillon de référence

Nous observons, pour les mêmes conditions d'essai LASAT, une dispersion sur la mesure du diamètre délaminé. Les valeurs obtenues sur les échantillons PC04, PC07 et PC09 se rapprochent de la courbe LASAT de référence mais sont plus élevées. Les diamètres équivalents mesurés sur les échantillons PC05 et PC06 sont notablement inférieurs au reste des mesures. On note que dans le cas de l'échantillon PC06, un seul délaminage est détecté, en position 2, les deux autres tirs n'ayant pas conduit à une décohésion. Cette différence d'adhérence du revêtement pour un même lot d'échantillon avait également était mise en évidence à travers l'essai LASAT dans les travaux de (Theveneau, 2019), une approche d'analyse de l'effet du vieillissement thermique par classe d'adhérence avait alors était adoptée, d'une part en suivant l'évolution de la zone délaminée en répétant les chocs laser à plusieurs stades du vieillissement, et d'autre part en suivant l'évolution du délaminage à partir d'un choc réalisé à l'état brut de dépôt.

Les zones délaminées observées en thermographie infrarouge, Figure IV-3, présentent une forme légèrement elliptique. Le coefficient d'ellipticité défini par l'expression : $e = 1 - \frac{b}{a}$, a étant le demi-grand axe et b le demi-petit axe de l'ellipse, obtenu sur l'ensemble des mesures est relativement faible, d'une valeur moyenne de 0.05, et indique une faible excentricité des ellipses comparable à celle obtenue dans les travaux de (Bégué, 2015) sur le système barrière thermique de l'étude. Il semble cependant difficile de dégager une orientation préférentielle des grands et petits axes des ellipses sur l'ensemble des défauts. On considèrera donc par la suite un cercle de surface équivalente pour la mesure d'un diamètre délaminé équivalent.



Figure IV-3 – Observation par thermographie infrarouge des échantillons après chocs LASAT

Les mesures de forme des défauts d'interface dans l'état post-choc ont été effectuées au profilomètre Altisurf (cf. partie II.2.6) pour l'échantillon PC04. Les valeurs obtenues, comprises entre 4 et 7 µm, sont en bon accord avec les mesures de flambage réalisées sur le lot B (cf. Figure III-7).

Caractérisation de l'évolution du délaminage

Le cyclage thermique est interrompu à 871 et 2015 cycles et les échantillons sont observés par thermographie infrarouge. La méthode de traitement des images de thermographie infrarouge est détaillée dans la partie II.2.6. L'évolution du diamètre délaminé équivalent sur les cinq échantillons est représentée en Figure IV-4. L'échantillon PC04 n'a pas été remis en cyclage après la première interruption à 871 cycles afin d'être contrôlé par profilométrie.


Figure IV-4 – Evolution du diamètre délaminé équivalent en fonction du nombre de cycles mesurée sur les cinq échantillons cyclés ($t_{HT} = 5 \text{ min à } 1100 \text{ }^\circ\text{C}$)

Nous observons une dispersion sur la tendance d'évolution du diamètre à 871 cycles. Toutefois, la précision de mesure étant de 50 μ m, l'ensemble des valeurs se trouve dans l'intervalle d'incertitude de mesure. Il semble donc qu'aucune progression du délaminage ne s'est produite entre le début du cyclage et le premier arrêt à 871 cycles.

Entre 871 cycles et 2015 cycles, une augmentation notable du diamètre délaminé est observée sur tous les défauts. On constate que l'augmentation est plus importante pour un diamètre délaminé initial plus grand. Nous avons regroupé les échantillons en deux groupes en fonction de la taille initiale du défaut introduit. Le groupe 1, plus adhérent, comprend les échantillons PC05 et PC06 démontrant une faible décohésion post-choc par rapport à la courbe LASAT (Figure IV-2) et le groupe 2 moins adhérent, comprend les échantillons PC04, PC07 et PC09 présentant une décohésion plus importante par rapport à la courbe LASAT. On trace alors sur la Figure IV-5, l'évolution relative du diamètre délaminé définie par le rapport : $\frac{D(N)-D(0)}{D(0)}$, D(0) étant le diamètre délaminé équivalent initial et D(N) le diamètre délaminé équivalent au bout de N cycles.



Figure IV-5 – Evolution relative du diamètre délaminé équivalent en fonction du nombre de cycles sur les échantillons cyclés au four et regroupés en deux groupes.

Ces résultats montrent que l'évolution du diamètre de décohésion dépend de la taille initiale du défaut et donc de l'adhérence initiale du revêtement, ce qui confirme les résultats obtenus dans les travaux de (Theveneau, 2019). Ainsi, la propagation du délaminage semble être favorisée par un délaminage initial de diamètre supérieur à environ 3,5 mm.

La Figure IV-6 montre les images de thermographie infrarouge à 2015 cycles. On observe sur l'échantillon PC07 une propagation importante du délaminage qui atteint la proximité des bords de l'échantillon, en particulier au niveau des défauts PC07-1 et PC07-2. En effet, le diamètre délaminé équivalent initial du défaut PC07-3 est inférieur à ceux mesurés pour les défauts PC07-1 et PC07-2, le délaminage aurait ainsi moins propagé.



Figure IV-6 – Images par thermographie infrarouge des échantillons PC05, PC06, PC07 et PC09 au bout de 2015 cycles (pour chaque échantillon, les défauts 1 à 3 correspondent aux positions indiquées sur PC05)

L'échantillon PC09 présente des singularités au niveau des défauts en position 1 et 3. L'augmentation du délaminage du défaut PC09-3 est relativement limitée. Le défaut PC09-1 présente un délaminage plus important dans la direction radiale. Nous constatons également des irrégularités prononcées de la distribution de température repérées par des zones blanches, traduisant des températures supérieures à

celles mesurées sur le reste de la zone adhérente du revêtement. Ces zones entourent le défaut PC09-3. On pourrait attribuer le comportement singulier de ces deux défauts à une inhomogénéité de l'adhérence sur cet échantillon.

On note que sur le pion PC06, au niveau des chocs laser qui n'ont pas conduit à une décohésion, on n'observe aucune dégradation du revêtement au bout de 2015 cycles. L'absence d'effet d'un choc laser avec une énergie surfacique inférieure au seuil de décohésion sur l'adhérence du revêtement a été étudiée dans (Bégué, 2015), et ces résultats le confirment.

Aucun écaillage n'est survenu sur les cinq échantillons jusqu'à 2015 cycles.

Une analyse du délaminage LASAT par « groupe d'adhérence » a également été faite dans (Theveneau, 2019; Maurel, et al., 2019) en cyclage thermique S-FCT et L-FCT Figure IV-7. Nous observons qu'une progression du délaminage avait été mesurée plus tôt à partir de 500 cycles environ pour les deux types de cycles, et des valeurs plus élevées de l'évolution relative sont atteintes à 2000 cycles. On note que la méthode de mesure du diamètre délaminée n'est pas la même entre les deux études. Elle est effectuée par seuillage d'images et détection de « particules » dans le logiciel « ImageJ » dans l'étude de (Theveneau, 2019) ce qui peut introduire une variabilité qui s'ajoute à la variabilité d'adhérence entre différents lots. On note de plus que pour les pions utilisés dans l'étude de (Theveneau, 2019), l'épaisseur du substrat est de 1 mm, contre 3 mm pour les pions de notre étude (le plan des éprouvettes est présenté en Annexe 1). Toutefois, dans les travaux de (Theveneau, 2019) il a été mis en évidence une sorte de « courbe maîtresse » de l'évolution de délaminage avec une dépendance prépondérante du délaminage au nombre de cycles par rapport au temps passé à haute température.



Figure IV-7 – Evolution relative du diamètre délaminé en fonction du nombre de cycles à partir d'un défaut initial LASAT en cyclage thermique S-FCT et L-FCT, (Maurel, et al., 2019)

Nous avons réalisé des observations MEB de deux cloques vieillies dans le cadre de l'étude de (Theveneau, 2019) respectivement de 695 cycles M-FCT et 2000 cycles S-FCT Figure IV-8. On mesure respectivement une hauteur de cloque de 134 μ m en L-FCT et 143 μ m en S-FCT.



Figure IV-8 – Observations au MEB en coupe de cloques après a) 695 cycles L-FCT et b) 2000 cycles S-FCT

Pour les deux types de cyclage, on observe un rumpling accentué dans la zone délaminée du revêtement. Nous observons plus loin de la cloque la formation de microfissures à l'interface céramique/oxyde qui semblent être plus développées en S-FCT, Figure IV-8.

Pour résumer, les résultats de mesure de l'évolution du délaminage montrent une première phase de variation très faible compte tenu des dispersions expérimentales qui s'étend au moins jusqu'à 871 cycles et une seconde phase de croissance prononcée du délaminage, évaluée à 2015 cycles, et pour laquelle la variation de propagation est fonction du diamètre initial.

Caractérisation de l'évolution du flambage

Des mesures de forme sont réalisées au profilomètre Altisurf (cf. partie II.2.6), à N = 0 et N = 871 sur l'échantillon PC04, Figure IV-9, et à N = 2015 cycles sur les échantillons PC05, PC06, PC07 et PC09. On constate que malgré la dispersion observée sur la mesure du diamètre à 871 cycles, qui reste toutefois globalement constant, on mesure une augmentation significative de la hauteur de cloque qui augmente en moyenne de 20 μ m sur les cloques PC04-1 et PC04-3 et d'environ 30 μ m sur la cloque PC04-2.



Figure IV-9 - Profils d'altitude extraits selon l'axe principal des décohésions à l'état initial et au bout de 871 cycles pour les défauts en position (a) 1, (b) 2 et (c) 3 de l'échantillon PC04

La relation entre la hauteur de cloque et le diamètre délaminé confirme la proportionnalité et montre une forte influence du nombre de cycles, Figure IV-10.



Figure IV-10 – Hauteur de cloque en fonction du diamètre délaminé équivalent à l'état initial, au bout de 871 cycles et de 2015 cycles

Nous pouvons conclure que l'évolution des défauts d'interface en fatigue thermique S-FCT peut être décrite par la succession d'une phase au cours de laquelle une croissance du flambage des cloques formées est observée mais la zone délaminée ne se propage pas, suivie par une phase de propagation significative du délaminage. Ainsi, un suivi cohérent de l'évolution du délaminage induit par le cyclage thermique passe par l'évaluation à la fois du diamètre de la zone délaminée et du flambage associé. On note qu'on n'observe pas d'écaillage ou de fissuration durant le cyclage thermique. L'ensemble des cloques observées sur les cinq échantillons étudiés restent intègres tout au long de l'essai.

La première phase caractérisée par une évolution du flambage sans progression du délaminage a déjà été observée sur un unique défaut LASAT par (Guipont, et al., 2019). Notre analyse menée sur plusieurs défauts et portée à un niveau de vieillissement plus important offre une vision globale de la

relation hauteur-diamètre des défauts. En fonction du nombre de cycles, on peut observer une évolution de la relation entre le diamètre délaminé et la hauteur de cloque. Cette évolution est à mettre en relation avec une forte évolution de l'état mécanique dans le système barrière thermique. Elle traduit une évolution significative des contraintes résiduelles dans le revêtement (Hutchinson, et al., 1992).

La deuxième phase décrite se traduit par une propagation du délaminage. Cela signifie que la ténacité de l'interface est atteinte à la fin de la phase de croissance du flambage (Thery, et al., 2009; Vaunois, et al., 2017). Les résultats expérimentaux montrent une propagation stable du délaminage. En d'autres termes, l'initiation de la propagation du délaminage ne produit pas un écaillage complet du revêtement. Ce sujet a été abordé par (Coudon, 2018), il utilise le formalisme développé par (Hutchinson & Suo, 1991) expliquant la stabilité de la propagation du délaminage par l'augmentation de la ténacité d'interface à travers une dépendance à la mixité modale, notamment l'augmentation du mode II au détriment du mode I lors de la propagation du délaminage. Dans (Guipont, et al., 2019), il est démontré que le taux de restitution d'énergie, évalué par la méthode d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure en utilisant des profils de cloques expérimentaux mesurés au cours d'un cyclage thermique, augmente jusqu'à la propagation du délaminage puis diminue après l'initiation du délaminage.

IV.2. Influence du vieillissement en fatigue thermo-mécanique

L'objectif de cette partie est d'étudier l'évolution en fatigue thermo-mécanique d'un défaut d'interface introduit dans le système barrière thermique par choc laser.

Les éprouvettes utilisées pour cet essai proviennent d'un lot de la thèse de (Soulignac, 2014) à l'état brut de dépôt. Comme pour le reste des échantillons de l'étude, nous avons soumis les éprouvettes TMF à un vieillissement de 100 cycles L-FCT préalablement à l'introduction de défauts d'interface par LASAT.

Deux éprouvettes ont alors été utilisées. La première, référencée par T1, a été utilisée à la fois pour établir une courbe LASAT et pour la caractérisation de l'évolution d'un défaut LASAT en cyclage thermo-mécanique « en phase ». La seconde éprouvette, référencée par T2, a été utilisée pour l'essai de cyclage thermo-mécanique « hors phase ».

La Figure IV-11 a) présente la courbe LASAT obtenue sur l'éprouvette T1 pour une condition de choc face avant. La géométrie de l'éprouvette dans la zone utile permet l'introduction de 18 défauts suffisamment distants et uniformément répartis sur six génératrices de l'éprouvette. On note une dispersion relativement importante. L'évolution de la hauteur de cloquage en fonction du diamètre des défauts introduits présente moins de dispersion, Figure IV-11 b).



Figure IV-11 – a) Courbe LASAT obtenue sur l'éprouvette T1 et chocs laser réalisés sur l'éprouvette T2 et b) Tracé de la hauteur de flambage en fonction du diamètre délaminé équivalent des défauts introduits dans les éprouvette T1 et T2 (les cercles rouges et roses correspondent aux défauts suivis in situ)

Les défauts suivis in situ sur les éprouvettes T1 et T2 par thermographie infrarouge, et à l'interruption du cyclage par stéréo-corrélation sont repérés par des marqueurs rouges et roses respectivement sur la Figure IV-11.

Nous avons comparé les données LASAT obtenues sur l'éprouvette cylindrique T1 à celles obtenues sur les échantillons pions des différents lots de l'étude, Figure IV-12.



Figure IV-12 – Comparaison sur les lots d'échantillons pions et sur l'éprouvette T1 a) des courbes LASAT et b) du flambage en fonction du diamètre délaminé

Nous constatons que les mesures de diamètre en fonction de la densité de puissance laser sont, malgré les dispersions, globalement cohérentes sur les différents lots, Figure IV-12 a). Les seuils de décohésion du lot B et de l'éprouvette T1 sont proches. On peut donc admettre que l'adhérence du revêtement pour l'éprouvette tubulaire T1 est approximativement similaire à celle obtenue sur les pions référence des lots pions.

Toutefois, le flambage est bien plus prononcé sur l'éprouvette cylindrique T1, Figure IV-12 b). La différence de flambage pourrait être attribuée à une différence d'épaisseur du revêtement céramique. Le Tableau 8 regroupe les valeurs d'épaisseurs mesurées au profilomètre des différents lots d'échantillons. Vu que les épaisseurs mesurées sur les pions références des lots B et C et sur l'éprouvette T1 sont proches, on écarte également cette hypothèse. Une autre hypothèse peut être liée à une différence de contraintes résiduelles dans le revêtement, qui pourrait provenir d'une différence de température de dépôt due à un éventuel gradient thermique dans le four de dépôt EB-PVD. Enfin, indépendamment des conditions de dépôt, la différence de flambage peut être associée à la géométrie du substrat, induisant des contraintes radiales (Bickard, 1998), influant sur le flambage de la cloque.

Tableau 8 – Epaisseur du revêtement barrière thermique mesurée sur le pion LASAT des trois lots d'échantillons pions et sur l'éprouvette tubulaire T1

Lot	Echantillon	Mesure	Epaisseur (µm)
Α	PA17	Profilomètre	115
В	PB28	Profilomètre	140
С	PC02	MEB	140
Eprouvette T1		Profilomètre	130

Par ailleurs, on note que les zones délaminées des défauts introduits sur l'éprouvette T1, observées par thermographie infrarouge sont d'une forme elliptique dont l'axe principal est parallèle à la direction axiale de l'éprouvette. La courbure de l'éprouvette entraîne une sous-estimation du diamètre équivalent. Toutefois, même en traçant sur la Figure IV-12 b) le diamètre du grand axe de l'ellipse,

l'ensemble des mesures de hauteur de cloque sur l'éprouvette T1 sont supérieures à celles obtenues sur l'échantillon pion référence du lot B.

Nous avons ensuite introduit 6 défauts sur l'éprouvette T2. Compte tenu du choix plus aisé de l'emplacement des chocs sur les éprouvettes tubes dû à l'étendue de surface de la zone utile et l'absence de zones singulières, nous avons répartis les défauts deux par deux selon trois azimuts séprarés de 90 ° et de 45 °. Cette répartition nous permet de mettre en évidence une éventuelle influence de l'anisotropie du substrat sur le comportement des cloques au cours de l'essai. Les dimensions caractéristiques initiales des défauts introduits dans l'éprouvette T2 cyclée en fatigue thermomécanique hors phase sont tracées sur Figure IV-11. Nous avons choisi de faire le suivi in situ des cloques se rapprochant le plus de la courbe LASAT de l'éprouvette T1. Elles sont repérées par les marques en rouge sur la Figure IV-11.

Deux types de sollicitation mécanique sont ici étudiés : une sollicitation mécanique dite « en phase », et une sollicitation dite « hors phase », Figure IV-13 a) et b) respectivement.



Figure IV-13 - Cycle thermo-mécanique a) « en phase » et b) « hors phase »

L'évolution des défauts d'interface est suivie in situ par thermographie infrarouge à une fréquence de 1 Hz pour les températures du cycle inférieures à 200 °C. La taille réduite de l'orifice du four ne permettant pas un suivi in situ supplémentaire pour caractériser la forme des cloques, des mesures de forme par la technique de stéréo-corrélation décrite dans la partie II.3.2, ont ponctuellement été réalisées à l'arrêt de l'essai.

IV.2.1. Vieillissement en fatigue thermo-mécanique « en phase »

Les défauts suivis in situ au cours de l'essai en phase sont repérés sur les courbes de la Figure IV-11 par des marqueurs rouges. Les deux cloques suivies sont désignées par T1-07 et T1-08, Figure IV-14.

La cloque T1-08 se situe au milieu de la zone utile de l'éprouvette, réputée homogène en température (Maurel, et al., 2007). Le centre de la cloque T1-07 se situe à 6 mm du milieu de la zone utile. A l'état initial, les deux cloques observées sont intègres.



Figure IV-14 - Etat post-choc des cloques T1-07 et T1-08 de l'éprouvette T1 qui sont observées in situ au cours de l'essai de fatigue thermo-mécanique en phase TMF-IP

Le chargement en fatigue thermo-mécanique « en phase » induit des contraintes de compression dans le substrat à basse température, suivant l'axe de sollicitation, de l'ordre de 400 MPa. En effet, la relaxation des contraintes dans le substrat à haute température entraîne dès le premier cycle de fortes contraintes de compression à la température minimale du cycle pour le cycle TMF « en phase ». La réponse contrainte-déformation mécanique est tracée sur la Figure IV-15 pour le premier cycle, le cycle 200 et le cycle 600.



Figure IV-15 – Condition de chargement imposée par le substrat : cycle contrainte-déformation mécanique dans le substrat pour le 1^{er}, 200^e et 600^e cycle de vieillissement en fatigue mécanothermique en phase

A partir du cycle 135, on observe une fissure qui apparait au sommet de la cloque T1-07 dans la direction de l'axe du chargement mécanique appliqué, Figure IV-16. La zone délaminée n'a pas propagé. Vers 400 cycles passés, une fissure est détectable au sommet de la cloque T1-08. Ces fissures ne semblent pas se propager et se referment vers 670 cycles passés. On constate alors l'apparition sur la cloque T1-08 d'une fissure orthogonale à l'axe de traction. A 675 cycles, la fissure orthogonale au sommet de la cloque T1-08 s'est développée, et une fissure identique se forme au sommet de la cloque T1-07. Les fissurations orthogonales se développent mais restent localisées au niveau des cloques. L'essai est arrêté à 690 cycles. Des fissurations orthogonales à l'axe de l'éprouvette sont également observées sur les cloques latérales. Il est difficile de détecter visuellement une progression du délaminage au niveau des deux cloques.



Figure IV-16 – Observation in situ par thermographie infrarouge de l'éprouvette X6581E au cours de l'essai de fatigue thermo-mécanique en phase

Les Figure IV-17 a) et b) représentent l'évolution au cours des cycles du petit axe et du grand axe des cloques T1-07 et T1-08 respectivement.

Le délaminage semble être constant tout au long du cyclage jusqu'à l'apparition des fissurations orthogonales aux sommets des cloques. Le délaminage se propage alors légèrement selon la direction de sollicitation mécanique, et une légère diminution du diamètre du petit axe est observée.



Figure IV-17 – Evolution au cours du cyclage thermo-mécanique en phase des petit et grand axes des défauts LASAT a) T1-07 et b) en position T1-08.

Une acquisition par stéréo-corrélation d'images est réalisée à la fin de l'essai. Toutefois, l'éprouvette avait été démontée entre la fin de l'essai et le moment de l'acquisition par stéréo-corrélation. Le démontage de l'éprouvette a nécessité l'application de mouvements brusques à cause du grippage du filetage de l'éprouvette dans son axe de maintien. Cela a entraîné l'éjection de parties du revêtement au niveau des cloques. La mesure a pourtant été possible pour les cloques qui sont restées adhérentes.

Nous avons évité de démonter l'éprouvette lors de l'essai suivant. La Figure IV-18 montre la mesure de forme obtenue sur l'éprouvette avec en premier plan les cloques T1-07 et T1-08.





On mesure une hauteur de $232 \mu m$ pour la cloque T1-07 sur le profil extrait au niveau du grand axe de l'ellipse, ce qui implique une augmentation d'environ un facteur de 4.

La reconstruction 3D a été difficile à obtenir sur la surface de l'éprouvette même après plusieurs tentatives de corrélation avec différentes combinaisons de paramètres d'entrées, notamment le choix de la taille des imagettes et du pas de corrélation. En effet, la surface du revêtement présente une faible texturation malgré l'utilisation d'un éclairage pour mettre en valeur la rugosité du revêtement.

Les fissurations orthogonales apparaissent également sur les cloques de faibles dimensions initiales, notamment les cloques de diamètre équivalent autour de 2.5 mm et de hauteur initiale de 7 et 8 μ m, comme on le voit sur la Figure IV-19.



Figure IV-19 – Image optique de l'éprouvette montrant des fissurations orthogonales sur les cloques de plus faibles dimensions

Pour résumer, l'analyse menée sur les résultats de l'essai de vieillissement en fatigue thermo-mécanique « en phase » montre que la zone délaminée reste constante. Une augmentation de la hauteur de cloque a lieu, le cloquage peut être visible à l'œil nu mais les mesures ne sont pas très fiables au vu de la difficulté à réaliser la stéréo-corrélation et du fait qu'on n'a l'information qu'en fin d'essai sur les cloques fissurées. Le délaminage se propage légèrement, uniquement à partir de l'apparition d'une fissure orthogonale au sommet des cloques.

IV.2.2. Vieillissement en fatigue thermo-mécanique « hors phase »

Contrairement à l'essai en phase, l'essai hors phase induit des contraintes positives de traction dans le substrat à basse température, Figure IV-20.



Figure IV-20 – Cycle contrainte-déformation mécanique dans le substrat pour le 1^{er}, 200^e, 600^e et 1200^e cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique hors phase

Les résultats de suivi de la propagation des défauts d'interface révèlent un comportement différent de celui observé au cours de l'essai de cyclage thermo-mécanique en phase, Figure IV-21.



Figure IV-21 – Observation in situ par thermographie infrarouge de l'éprouvette T2 au cours du vieillissement thermo-mécanique hors phase

On observe une progression du délaminage favorisée selon l'axe de sollicitation de l'éprouvette, et particulièrement prononcée au niveau la cloque T2-2 située au centre de la zone utile de l'éprouvette. La propagation du délaminage selon la direction de chargement contraste fortement avec la faible propagation dans la direction orthogonale. Compte tenu de l'incertitude de mesure liée principalement à la résolution des images infrarouges, on estime que la propagation est initiée vers environ 500 cycles, Figure IV-22.



Figure IV-22 - Evolution au cours du cyclage thermo-mécanique hors phase des petit et grand axes des défauts LASAT a) 1 et b) 2 introduits sur l'éprouvette T2

La propagation du délaminage reste limitée tout au long de l'essai sur la cloque T2-1. Cependant la zone délaminée au niveau du défaut T2-2 se propage de manière significative à partir de 750 cycles, marquant une rupture de pente à ce niveau et une accélération de la propagation dans la direction de

l'axe de chargement. La surface délaminée semble alors croître de manière relativement linéaire en fonction du nombre de cycles.

Orthogonalement à l'axe de sollicitation, aucune progression du délaminage n'est détectée.

L'évolution de la forme de la cloque est étudiée à partir des résultats de la stéréo-corrélation d'images, Figure IV-23. Les résultats de stéréo-corrélation obtenus sur l'essai de cyclage en phase nous ont montré que la surface du revêtement n'est pas assez texturée pour avoir de bons résultats de stéréo-corrélation. Nous avons donc appliqué un mouchetis par projection de peinture noire avant de monter l'éprouvette T2 sur la machine de fatigue.



Figure IV-23 - Cartographie d'altitude obtenue par stéréo-corrélation d'images a) à l'état initial et b) au bout de 400 cycles de fatigue thermo-mécanique hors phase

Le contrôle par stéréo-corrélation est réalisé à l'état initial, au bout de 400 cycles, de 930 cycles et à la fin de l'essai à 1014 cycles. Le mouchetis étant resté persistant pendant l'essai, il n'a pas été refait aux différents moments de contrôle par stéréo-corrélation. Les mesures de flambage sont reportées sur la Figure IV-24.



Figure IV-24 – Evolution de la hauteur du flambage des cloques T2-1 et T2-2 en fonction du diamètre délaminé équivalent au cours du cyclage en fatigue thermo-mécanique hors phase

Comparaison des résultats de vieillissement S-FCT, TMF-IP et TMF-OP

Les essais de vieillissement en fatigue thermo-mécanique présentés dans cette partie, montrent une forte dépendance du délaminage au chargement mécanique appliqué. Par l'application du cycle TMF-IP, la propagation du délaminage est très limitée. En revanche au sommet des cloques, une fissure orthogonale à la direction de chargement est observée au bout de 670 cycles. Cette fissuration en sommet de cloque modifie l'état mécanique sur le contour du défaut (passage d'une condition de flambage à un « bord libre »). Cet état mécanique pourrait être moins favorable au délaminage à l'interface céramique/oxyde. Par contre, par application du chargement TMF-OP, une propagation significative du délaminage se produit dans la direction de sollicitation mécanique. En TMF-OP le délaminage est activé plus tôt qu'en fatigue thermique S-FCT (pour les deux groupes d'adhérence S-FCT 1 et S-FCT 2), avec une cinétique élevée de délaminage mesurée in situ Figure IV-25. La fissuration observée en TMF-IP n'est pas observée dans le cas des chargements S-FCT et TMF-OP.



Figure IV-25 – Comparaison de l'évolution du délaminage en vieillissement S-FCT, TMF-IP et TMF-OP

Les résultats obtenus sont cohérents avec les travaux de (Soulignac, 2014), où des éprouvettes préalablement vieillies sont soumises à un essai de compression uniaxiale en vue de mesurer une déformation en compression critique à l'écaillage. Cette technique permet d'évaluer la déformation critique menant à l'écaillage macroscopique de la couche de céramique. L'auteur mesure une déformation critique à l'écaillage plus faible sur une éprouvette vieillie en fatigue thermo-mécanique en phase par rapport à une éprouvette vieillie en fatigue thermo-mécanique hors phase ou en fatigue thermique. La surface délaminée mesurée alors après écaillage est bien plus importante sur les éprouvettes préalablement vieillies en fatigue thermo-mécanique hors phase, Figure IV-26 (Soulignac, 2014).



Figure IV-26 – Évolution de la surface délaminée à l'interface sous-couche / céramique après écaillage en fonction du temps cumulé à haute température (Soulignac, 2014)

IV.3. Influence du vieillissement en fatigue thermique en présence de gradients de température

Dans cette partie, nous cherchons à caractériser l'influence des gradients de températures dans le système barrière thermique sur la propagation en fatigue thermique d'un délaminage d'interface. Les essais de cyclage thermique à gradients de température sont réalisés sur banc à flamme (cf. partie II.3.3). L'utilisation d'un banc à flamme permet de se rapprocher des conditions en service où les canaux de refroidissement ainsi que la faible conductivité thermique de la céramique induisent un gradient important dans son épaisseur. De plus, le champ de température varie fortement en surface de la pale, générant des gradients thermiques surfaciques à l'échelle macroscopique. Il est donc important d'enrichir la compréhension du comportement du système barrière thermique en ajoutant les effets d'un gradient thermique en épaisseur et dans le plan de l'échantillon. Deux installations de banc à flamme ont été utilisées, celle à Safran Aircraft Engines à Villaroche en France (BR1) et celle à IEK-1 à Jülich en Allemagne (BR2).



Les cycles thermiques testés sur les deux bancs à flamme sont représentés dans la Figure IV-27.

Figure IV-27 – Cycles thermiques testés a) BR1 au banc à flamme à SAE, Villaroche, et b) BR2 au banc à flamme à IEK-1, Jülich

La température moyenne mesurée au moyen d'un pyromètre en surface de la barrière thermique est plus élevée sur les essais réalisés au banc à flamme BR2. La vitesse de refroidissement du substrat sur le banc BR1 se rapproche de celle du cycle BR2-slow, avec un refroidissement plus rapide de la surface de la barrière thermique, la flamme étant retirée en début de refroidissement, alors qu'elle ne l'est pas sur le cycle BR2-slow, seul son débit étant diminué au fur et à mesure du refroidissement.

IV.3.1. Banc à flamme à SAE Villaroche

Trois échantillons du lot A ont été testés au banc à flamme BR1.

Pour augmenter le nombre de données expérimentales, nous avons introduits 4 défauts LASAT sur chacun des pions. Les zones délaminées initiales observées par thermographie infrarouge sont montrées sur la Figure IV-28 pour les trois pions cyclés. On observe des tailles initiales de zones délaminées proches sur les pions PA15 et PA18. Toutefois, le pion PA23 présente une inhomogénéité liée à l'adhérence du revêtement, caractérisée par une disparité claire de la taille des zones délaminées.



Figure IV-28 – Observation par thermographie infrarouge des zones délaminées initiales introduites par LASAT sur les échantillons PA15, PA18 et PA23 avant vieillissement au banc à flamme BR1 (la nomination des défauts sur PA15 est la même pour les autres échantillons)

Les tirs LASAT ont été réalisés à une densité de puissance programmée de 1.7 GW/cm². Les mesures initiales de diamètres sont reportées sur la courbe LASAT de référence du lot A sur la Figure IV-29.



Figure IV-29 – Diamètres délaminés équivalents des défauts LASAT introduits sur les échantillons PA15, PA18 et PA23 reportés sur la courbe LASAT réalisée sur le pion PA17

Deux pions sont simultanément cyclés sur le banc BR1, cf. Figure II-36. Une première séquence de 279 cycles est réalisée sur les pions PA18 et PA23. Ensuite, le pion PA18 est remplacé par le pion PA15. Le cyclage est relancé sur 425 cycles. Le nombre total de cycles vus par chacun des échantillons est indiqué dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Nombre total de cycles vu par les échantillons cyclés au banc à flamme BR1

Pion	Nombre de cycles	
PA18	279	
PA15	425	
PA23	704	

L'installation du banc BR1 ne permettant pas une observation in situ en champ proche de la surface des pions, des observations par thermographie infrarouge ont été réalisées à l'état initial post-choc laser, à l'interruption au bout de 279 cycles, et en fin de cyclage pour chacun des pions. Des mesures de profilométrie de surface ont seulement été réalisées à l'état post-choc laser et en fin de cyclage.

Les Figure IV-30 a) et b) montrent l'évolution en fonction du nombre de cycles du diamètre équivalent de la zone délaminée mesuré sur les thermogrammes, et de la hauteur du flambage avant et après le vieillissement.



Figure IV-30 – Evolution a) du diamètre délaminé équivalent et b) des hauteurs de cloque des défauts LASAT en fonction du nombre de cycles au banc à flamme BR1

On note une faible variabilité du diamètre équivalent jusqu'à 425 cycles, Figure IV-30 a). Au bout de 704 cycles, une augmentation est mieux visible sur les cloques PA23-1, PA23-2 et PA23-3 et un écaillage accompagné d'une croissance importante du délaminage sont observés sur la cloque PA23-4. La Figure IV-30 b) montre une croissance du flambage observée sur toutes les cloques en fin de cyclage.

Les observations par thermographie infrarouge fournies par la caméra thermique placée à l'extérieure du banc montrent une excentricité de la flamme vers le bas des échantillons, comme on peut le voir sur la Figure IV-31.



Figure IV-31 – Observation in situ de l'échantillon PA23 en cours de cyclage pendant le maintien à haute température

L'écaillage observé sur le pion PA23 à 704 cycles correspond à la localisation du maximum de température à la surface de la céramique, Figure IV-32.



Figure IV-32 - Observation par thermographie infrarouge des zones délaminées sur les échantillons PA15, PA18 et PA23 après vieillissement au banc à flamme BR1

Nous avons réalisé une observation au MEB de la cloque PA23-4 en fin de cyclage. Nous observons que l'écaillage observé au sommet de la cloque est local au niveau de la couche céramique, Figure IV-33. On n'observe pas de fissurations dans la sous-couche. On met également en évidence un niveau de rumpling relativement faible dans la zone délaminée, qualitativement comparable au rumpling S-FCT, Figure IV-34. La zone délaminée est observée au niveau de la cloque PA23-1 non écaillée.



Figure IV-33 – Observation au MEB en coupe de la cloque PA23-4



Figure IV-34 – Echantillons ayant subi a) 500 cycles S-FCT, b) 704 cycles BR1 (MEB) et c) 1000 cycles S-FCT. Les observations des échantillons cyclés en S-FCT sont réalisées au microscope optique et sont issues de la thèse de (Sallot, 2012).

La comparaison des mesures des dimensions caractéristiques du délaminage au cours du cyclage obtenues au banc à flamme BR1 à celles en vieillissement thermique homogène en température (cyclage S-FCT) présentées en partie IV.1, montre que la croissance du flambage au bout de 871 cycles S-FCT est plus prononcée que celle au bout de 704 cycles BR1, Figure IV-36. On note que sur le cycle S-FCT, le temps de maintien à haute température du cycle est plus long que sur le cycle BR1, Figure IV-35.



Figure IV-35 - Comparaison des cycles S-FCT et BR1



Figure IV-36 – Comparaison des tracés du diamètre délaminé en fonction de la hauteur du blister en vieillissement S-FCT et BR1

De plus, les températures mesurées dans les zones supérieures du pion plus loin de la flamme, durant le maintien à haute température sont inférieures à la température homogène de 1100 °C en S-FCT. Une seule cloque sort du lot BR1, la cloque PA23-4 qui présente un écaillage en son sommet. Elle se situe dans la zone la plus chaude du pion, Figure IV-32. Nous n'avons pas observé d'écaillage sur les essais de cyclage S-FCT au four, cela justifie d'une sollicitation différente subie par le revêtement barrière thermique et liée aux températures élevées atteintes en cyclage BR1 au niveau de la zone directement chauffée par la flamme. Ce point sera analysé plus en détails dans la partie V.6.

IV.3.2. Banc à flamme à IEK-1 Jülich

Deux cycles thermiques ont été testés au banc à flamme à IEK-1 Jülich (BR2), pour lesquels seule la vitesse de refroidissement est modifiée, Figure IV-37. Le cycle thermique à faible vitesse de refroidissement ou BR2-slow se caractérise par une vitesse de refroidissement moyenne de 9 °C/s. Le cycle à vitesse de refroidissement rapide BR2-fast présente une vitesse de refroidissement moyenne de 40 °C/s.



Figure IV-37 - Cycles thermiques à gradient, à faible (SC) et forte (FC) vitesse de refroidissement

La répartition initiale des défauts LASAT est identique à celle utilisée pour les échantillons de l'essai de cyclage thermique au four présenté dans la partie IV.1. Trois échantillons appartenant au même lot 3 sont utilisés. Les mêmes conditions de choc laser ont également été choisies pour l'introduction des défauts, notamment un diamètre de choc de 3 mm et une énergie laser de 900 mJ. Les zones de décohésions obtenues sur les trois échantillons sont montrées en Figure IV-38.



Figure IV-38 – Défauts LASAT introduits respectivement sur les échantillons PC19, PC25 et PC29

Les diamètres équivalents des défauts introduits sur les trois échantillons sont reportés sur la courbe LASAT de référence du même lot, Figure IV-39. Les hauteurs initiales de flambage sont mesurées au profilomètre CyberTechnologies (cf. partie II.2.6).



Figure IV-39 – Défauts LASAT introduits sur les échantillons PC19, PC25 et PC29 après prévieillissement L-FCT

La propagation du délaminage est suivi in situ en thermographie infrarouge et à l'aide d'une caméra à capteur optique CMOS de haute résolution.

IV.3.2.1. Cycle à gradient à forte vitesse de refroidissement

L'échantillon PC19 a d'abord été testé en cyclage thermique à forte vitesse de refroidissement.

La série d'images optiques de la Figure IV-40 montre l'évolution des défauts de l'échantillon PC19 à différents instants du cyclage. On observe une croissance très rapide du flambage de la cloque en position 3 dans les dix premiers cycles. L'image au cycle 90 montre une croissance du flambage et un délaminage étendu uniformément dans toutes les directions au niveau de la cloque PC19-1, et l'apparition de fissurations et d'un « effondrement » au niveau de la cloque PC19-3.



Figure IV-40 – Images optiques par caméra CMOS de l'échantillon PC19 au cours du cyclage thermique à gradient BR2-fast à forte vitesse de refroidissement

La poursuite du cyclage conduit à une déformation de la cloque PC19-1 au bout de 130 cycles. Une croissance du flambage de la cloque PC19-2 devient perceptible sur les images optiques au cycle 250. On constate l'apparition d'une fissuration à la base de la cloque PC19-3. Au cycle 320 après lequel l'essai a été terminé, la cloque PC19-3 a été éjectée et on constate l'apparition d'une fissuration au sommet de la cloque PC19-2. L'état de la cloque PC19-1 semble être relativement constant entre les cycles 130 et 320.

Le tracé du diamètre délaminé équivalent en fonction du nombre de cycles est présenté sur la Figure IV-41 pour les trois cloques de l'échantillon. Aucune progression du délaminage n'est détectée pour la cloque PC19-2. Pour les cloques PC19-1 et PC19-3, on note un comportement similaire qui se traduit par une croissance du diamètre suivie par une fissuration. La croissance du délaminage de la cloque PC19-3 est bien plus rapide et apparaît de façon précoce. On observe un arrêt du délaminage à la suite de l'apparition de fissurations au niveau des cloques. La fissuration de la cloque libère une partie des contraintes dans le revêtement et freine ainsi son avancée. Cela rejoint l'observation faite en fatigue thermo-mécanique « en phase » où la non-propagation du délaminage peut être liée à la fissuration au sommet des cloques.



Figure IV-41 – Evolution du diamètre délaminé équivalent en fonction du nombre de cycles pour les trois cloques de l'échantillon PC19 au cours du cyclage BR2-fast cooling

Le cyclage a été interrompu au bout de 160 cycles pour effectuer un contrôle de forme par profilométrie. Les mesures de hauteur de flambage à 160 cycles et à la fin de l'essai sont reportées sur la Figure IV-42.



Figure IV-42 - Evolution de la hauteur des cloques en fonction du nombre de cycles pour les trois cloques de l'échantillon au cours du cyclage thermique à gradient à forte vitesse de refroidissement

Les résultats de mesure de progression de délaminage et de flambage mettent en évidence une forte disparité de comportement entre les trois défauts introduits. L'état initial des cloques n'étant pas sensiblement le même, on pourrait attribuer cette disparité aux caractéristiques géométriques initiales des cloques. En effet, la cloque PC19-3 présente le diamètre et la hauteur les plus élevés initialement. Cependant, la différence des caractéristiques géométriques entre les deux cloques PC19-1 et PC19-2 est très faible, et tombe même dans l'intervalle d'incertitude de mesure. Nous pensons donc que la taille initiale des défauts ne pourrait pas expliquer à elle seule la différence de comportement observée entre les cloques PC19-1 et PC19-2.

Par ailleurs, les acquisitions par thermographie infrarouge mettent en évidence une excentricité de la flamme, comme sur le banc BR1, et donc une différence de chargement thermique vu par chacune des cloques, Figure IV-43 a).



Figure IV-43 – a) Champ de température sur la surface du revêtement obtenu par thermographie infrarouge à la fin de la phase de maintien à haute température du premier cycle (PC19), b) Profils de températures extraits sur des lignes verticales passant par le centre des cloques

On observe une orientation de la flamme vers le haut de l'échantillon générant une zone chaude autour des cloques PC19-1 et PC-19-3, pour lesquelles le délaminage et l'écaillage se produisent rapidement. On note que l'excentricité de la cloque génère un gradient de température dans le plan élevé de part et d'autre de la cloque PC19-2. La Figure IV-43 b) montre les profils de température extrait selon des verticales passant par le milieu des cloques. On détecte une élévation de température à l'aplomb du trou où est positionné le thermocouple. Elle apparaît plus clairement sur l'image infrarouge dans la Figure IV-44.



Figure IV-44 – Image par thermographie infrarouge au début de la phase refroidissement de l'échantillon PC19

De plus, les maxima de température sur chacun des profils sont atteints aux centres des cloques. En effet, la couche d'air présente sous la cloque limite l'évacuation de la chaleur par conduction vers le substrat refroidi de sa face libre, et entraîne une élévation de température maximale au centre de la cloque et qui diminue progressivement vers les bords du délaminage.

IV.3.2.2. Cycle à gradient à faible vitesse de refoidissement

Deux essais de cyclage thermique au banc à flamme ont ensuite été réalisés à faible vitesse de refroidissement, sur les échantillons PC25 et PC29. Les images par caméra optique sont montrées à

différents instants du cyclage pour chacun des échantillons en Figure IV-45 et Figure IV-46 respectivement.



Figure IV-45 - Images optiques par caméra CMOS de l'échantillon PC25 au cours du cyclage thermique à gradient BR2-slow à faible vitesse de refroidissement



Figure IV-46 - Images optiques par caméra CMOS de l'échantillon PC29 au cours du cyclage thermique à gradient BR2-slow à faible vitesse de refroidissement

Nous constatons que les évolutions de de délaminage et de fissuration sont similaires entre les deux échantillons PC25 et PC29. Comme il a été observé sur les essais à forte vitesse de refroidissement, la dégradation macroscopique du revêtement n'est pas la même au niveau des trois défauts sur chacun des pions PC25 et PC29. La dégradation est plus rapide sur la cloque en position 3. Elle est ensuite observée pour un plus grand nombre de cycles, au niveau de la cloque en position 2. Une évolution de la cloque en position 1 est difficile à détecter sur les images optiques.

Nous traçons sur les Figure IV-47 a) et Figure IV-48 a) l'évolution du diamètre délaminé équivalent au cours du cyclage thermique respectivement sur les échantillons PC25 et PC29. A 10 cycles près les courbes d'évolutions présentent des phases de variations identiques sur les deux pions pour les différents défauts d'interface. On note toutefois une croissance plus importante sur l'échantillon PC25 du diamètre délaminé sur les cloques en position 2 et 3 autour de 250 et 500 cycles respectivement.



Figure IV-47 – Evolution du diamètre délaminé équivalent fonction du nombre de cycles pour les trois cloques de l'échantillon PC25, et b) Profils d'altitude extraits sur la cloque PC25-1 a) à l'état initial et à la fin du cyclage à 520 cycles



Figure IV-48 – Evolution a) du diamètre délaminé équivalent et b) de la hauteur de flambage, en fonction du nombre de cycles pour les trois cloques de l'échantillon PC29

En fin de cyclage, nous avons effectué une mesure de forme au profilomètre de l'échantillon PC25. Les écaillages survenus sur les cloques PC25-2 et PC25-3 rendent difficile une mesure de hauteur de flambage. Nous avons donc reporté uniquement la mesure effectuée sur la cloque PC25-1. La hauteur de flambage de la cloque PC25-1 passe de 5 μ m initialement à 18 μ m au bout de 500 cycles, Figure IV-47 b).

Des mesures plus systématiques de hauteurs de cloque ont été réalisées sur l'échantillon PC29 tous les 100 cycles. Elles sont reportées sur la Figure IV-48 b). Les résultats montrent que pour les phases durant lesquelles aucune progression de la zone délaminée n'est mesurée, une augmentation continue du flambage se produit. La vitesse de croissance du flambage est variable entre les trois cloques. Elle est dans l'ordre plus élevée pour la cloque PC29-3 que pour la cloque PC29-2 et enfin pour la cloque PC29-1. L'apparition d'écaillage a lieu d'autant plus tôt que la vitesse d'augmentation du flambage, et le flambage sont élevés.

L'ordre de criticité du flambage et du délaminage selon la position respective des cloques n'est cependant pas le même que celui observé sur l'essai de cyclage au banc à flamme à forte vitesse de refroidissement.

La distribution du champ de température sur les images acquises par thermographie infrarouge montre comme dans le cas du cycle BR2-fast, une orientation de la flamme vers la partie haute des échantillons PC25 et PC29 durant le chauffage et le temps de maintien, comme le montre la Figure IV-49.



Figure IV-49 - Champ de température sur la surface du revêtement obtenu par thermographie infrarouge à la fin de la phase de maintien à haute température sur l'échantillon a) PC25 et b) PC29

L'élévation de température à l'aplomb du trou du thermocouple est également mise en évidence sur les images infrarouges des essais sur les échantillons PC25 et PC29.

La Figure IV-50 montre les images de thermographie infrarouge à différents instants du cyclage pour l'échantillon PC25. Les profils de températures tracées sur des lignes verticales passant par les centres des cloques sont montrés en Figure IV-51. Les valeurs de températures maximales et des gradients dans la plan sur chacune des cloques, calculés entre les fronts de délaminage selon un profil vertical sont reportés dans le Tableau 10. Elles montrent que le flambage est plus important et que la propagation du délaminage est précoce au niveau de la cloque où la température est la plus élevée (mais le gradient dans le plan est nul), suivie par celle où le gradient dans le plan est le plus élevé mais la température est intermédiaire.



Figure IV-50 – Observation in situ par thermographie infrarouge de l'échantillon PC25 cyclé au banc à flamme avec faible vitesse de refroidissement, les images sont prises à la fin de la phase de maintien à haute température



Figure IV-51 - Profils de températures extraits sur des lignes verticales passant par le centre des cloques de l'échantillon a) PC25 et b) PC29

Tableau 10 – Mesures de températures maximales et des gradients dans le plan sur les cloques des échantillons PC25 et PC29 cyclés en vieillissement à gradient BR2-slow

Blister	Température maximale (°C)	Ecart de température (°C)
PC25-1	1240	10
PC25-2	1235	20
PC25-3	1255	0
PC29-1	1250	8
PC29-2	1240	25
PC29-3	1260	0

Les mesures du flambage en fonction du diamètre délaminé des défauts LASAT introduits dans les échantillons PC25 et PC29 sont tracées sur la Figure IV-52. Par souci de simplicité, nous traçons uniquement les dernières mesures effectuées avant fissuration ou écaillage de la couche céramique. Nous distinguons la position de cloque « i » par « BR2-i ». Pour l'échantillon PC25-1 seule une mesure de topographie est faite au bout de 500 cycles où seule la cloque PC25-1 est toujours intègre : la mesure relative est référencée sur le graphe (PC25-1), le reste des mesures BR2 sont les mesures relatives à l'échantillon PC29.

On observe que la différence de chargement thermique entre les différentes positions de cloque a un fort impact sur la relation « hauteur-diamètre ». En cyclage BR2 en position 2 à 400 cycles et en position 3 à 200 cycles seulement, on se rapproche du nuage de points correspondant à 2015 cycles de fatigue thermique S-FCT.



Figure IV-52 - Tracé de l'évolution de hauteur de flambage en fonction du diamètre délaminé équivalent en vieillissement S-FCT et BR2-slow

Comparaison des résultats d'essais BR2-slow et BR2-fast

Les mesures de propagations de délaminage et d'évolution de flambage montrent des cinétiques plus élevées pour les deux grandeurs et des écaillages rapides pour le cycle à vitesse de refroidissement plus élevée BR2-fast, sur les cloques PC19-1 et PC19-3, Figure IV-53. La cloque PC19-2, pour laquelle la température en surface du revêtement est plus faible que les deux autres, les cinétiques sont similaires à celles mesurées sur les cloques en BR2-slow.



Figure IV-53 –Evolution relative a) du diamètre délaminé équivalent et b) de la hauteur de flambage en fonction du nombre de cycle sur les cycles BR2-fast et BR2-slow

On note toutefois que le flambage mesuré sur le défaut LASAT PC29-3 en BR2-slow est supérieure au flambage sur PC19-2 en BR2-fast où la température est moins élevée. Cela justifie du rôle principal de la température mesurée en surface sur l'évolution du flambage et du délaminage.

IV.4. Synthèse des résultats

Les résultats des essais expérimentaux mis en place dans l'étude pour la caractérisation du comportement d'un défaut d'interface introduit dans le système barrière thermique en conditions sollicitations thermo-mécaniques ont été présentés. La base d'essais de réalisée regroupe des essais d'oxydation cyclique au four, des essais de cyclage thermique à gradient au banc à flamme à différentes vitesses de refroidissement et températures maximales, ainsi que des essais de fatigue thermo-mécanique, en phase et hors-phase. Les résultats montrent la sensibilité de la méthode de suivi de défaut aux différentes conditions de chargement testées. Pour chacune des conditions, l'évolution du défaut LASAT (flambage/délaminage/fissuration/écaillage) est en cohérence avec les observations reportées dans la littérature. Ainsi, l'utilisation de l'essai LASAT s'avère être une méthode réussie pour la caractérisation de la tenue du système barrière thermique en conditions de sollicitations représentatives des chargements en service.

Les vieillissements au banc à flamme pour les deux vitesses de refroidissement BR2-slow et BR2-fast entraînent une propagation très rapide du délaminage par rapport au vieillissement au four S-FCT à température homogène dans le système. La propagation du délaminage est d'autant plus précoce que la vitesse de refroidissement est élevée, Figure IV-54. Le vieillissement en fatigue thermo-mécanique en phase n'a pas entraîné de propagation notable du délaminage, en revanche, une fissuration orthogonale à la direction de sollicitation se produit au sommet des cloques à partir de 670 cycles. Au contraire, le vieillissement en fatigue thermo-mécanique hors phase a entraîné une propagation dans la direction de vitesse supérieure à la moyenne de vitesse de propagation en fatigue thermique S-FCT.

Nous avons comparé sur la Figure IV-55, l'évolution du flambage en cyclage thermique homogène, à gradient et en cyclage thermo-mécanique hors phase (des mesures de flambage avant fissuration ne sont pas disponibles sur l'essai de vieillissement en cyclage TMF-IP). La vitesse de croissance du flambage est la plus élevée sur les vieillissements au banc à flamme, et plus élevée sur le cycle BR2-fast par rapport au cycle BR2-slow. On remarque que le flambage en vieillissement thermo-mécanique TMF-HP est initialement plus élevé que le flambage sur le défaut le moins sollicité du cycle BR2-slow, toutefois, la cinétique de croissance du flambage est plus élevée sur le cycle BR2-slow. Le flambage est le moins élevé en vieillissement S-FCT.



Figure IV-54 – Comparaison de l'évolution relative de diamètre délaminé équivalent sur les vieillissements en fatigue thermo-mécanique en phase et hors phase, le veillissement thermique au four et le vieillissement au banc à flamme à deux vitesses de refroidissement différentes



Figure IV-55 - Comparaison de la croissance relative du flambage entre 0 et 1000 cycles sur les vieillissements en fatigue thermo-mécanique hors phase, le veillissement thermique au four et le vieillissement au banc à flamme à deux vitesses de refroidissement différentes

Le Tableau 11 résume la criticité relative des phénomènes de délaminage, de flambage et de fissuration ou écaillage observés sur les différentes conditions de sollicitations testées dans l'étude.

Tableau 11 – Tableau récapitulatif de la criticité relative des phénomènes de délaminage, de flambage et de fissuration ou écaillage observés sur les différentes conditions de sollicitations testées

		Délaminage	Flambage	Fissuration/Ecaillage
Vieillissement	S-FCT	+	+	-
	BR2-slow	+++	+++	+
	BR2-fast	++++	++++	+
	TMF-IP	-		+
	TMF-OP	++	++	-

(pour les cycles BR2-slow et BR2-fast, le résultat à T_{max} en surface de la BT est reporté)

Chapitre V. Forces motrices associées au flambage d'un défaut d'interface du revêtement barrière thermique en fatigue thermique

Cette étude porte sur l'analyse des forces motrices du flambage associé à un défaut d'interface du revêtement barrière thermique sollicité en vieillissement thermique cyclique. Le défaut d'interface est initialement introduit par la méthode LAser Adhesion Test (LASAT). Les résultats expérimentaux du Chapitre IV ont montré que l'évolution de la fissuration interfaciale associée au blister se produit en deux phases qui se succèdent : une première phase de croissance de la hauteur du blister sans délaminage puis une seconde phase de délaminage stable aux extrémités du blister. L'analyse par éléments finis développée dans cette partie a pour but d'identifier les forces motrices mécaniques du flambage observé à l'échelle locale du blister.

Le chargement macroscopique appliqué au système barrière thermique fournit la source principale de l'énergie de déformation élastique dans le revêtement, de par la différence de dilatation thermique entre le revêtement et le substrat métallique. Bien que le chargement macroscopique n'évolue pas au cours d'un essai de fatigue thermique, le système « vieillit » : des évolutions microstructurales se produisent et des mécanismes d'endommagement se développent, entraînant une évolution du chargement local. Les principaux mécanismes de vieillissement sont : la croissance de la couche d'oxyde générant une déformation supplémentaire dans le plan qui s'ajoute à la dilatation thermique du substrat, le changement de phase dans la sous-couche, le rumpling à l'interface céramique/sous-couche, le frittage de la céramique se produisant à des températures > 1100 °C ayant pour effet une rigidification de celle-ci. Nous n'introduisons pas ici un effet du frittage de la céramique, celui-ci est étudié dans l'analyse paramétrique présentée dans la partie V.3.

V.1. Choix de modélisation

V.1.1. Géométrie et Maillage

Le modèle éléments finis est constitué d'une représentation axisymétrique comportant les différentes couches du système, Figure V-1 : le substrat, la sous-couche, l'oxyde de croissance et la barrière thermique, et d'une modélisation explicite dans le maillage du défaut d'interface caractérisé par une zone délaminée au niveau de l'interface entre le dépôt céramique et la couche d'oxyde est introduit comme l'état géométrique initial du système. Les épaisseurs des couches du modèle sont représentées à l'échelle dans le maillage et les valeurs sont reportées dans le Tableau 12. Dans la direction 1, le système multicouche est maillée sur une longueur du modèle est de 4 mm. La modélisation axisymétrique suppose une zone délaminée parfaitement circulaire. Le diamètre du défaut modélisé est de 3.2 mm et la hauteur de cloque initiale à température ambiante de $10 \mu m$. Ces valeurs correspondent aux dimensions caractéristiques moyennes des défauts LASAT introduits sur les échantillons pions utilisés pour les essais de cyclage thermique homogène au four et en conditions de gradient au banc à flamme. On considère une forme sinusoïdale pour le blister, la hauteur du blister étant l'amplitude de la sinusoïde, et le rayon de cloque étant la demi-longueur d'onde, Figure V-2.


Figure V-1 – Modélisation éléments finis du système comportant un blister à l'interface céramique/oxyde



Figure V-2 – Dimensions initiales du blister

Tableau 12 : Epaisseurs des différentes couches du système modélisé

Couche	Epaisseur (µm)
Barrière thermique YPSZ	150
Alumine	Epaisseur initiale 1.25
Sous-couche	Epaisseur initiale 50
Substrat	1500

Le maillage est constitué d'éléments quadrangles quadratiques avec une formulation axisymétrique. La finesse du maillage est augmentée au voisinage de la pointe de fissure pour obtenir une bonne précision sur les champs mécaniques locaux. La modélisation de la couche d'oxyde nécessite une taille de maille de l'ordre du micromètre dans l'épaisseur du système. Elle est fixée à 1.25 µm, ce qui correspond un seul élément dans l'épaisseur de la couche d'oxyde à l'état initial. Les calculs sont effectués avec le code de calculs éléments finis Z-set, (Zset, 2021).

L'impact des principaux phénomènes de vieillissement connus est analysé : la croissance de la couche d'oxyde, le rumpling caractérisé par une rugosité initiale introduite dans la couche d'oxyde et lié au comportement visco-plastique de la sous-couche.

Le profil rugueux introduit à l'interface est choisi sinusoïdal par souci de simplicité, d'une longueur d'onde de 50 µm et d'une amplitude de 10 µm, Figure V-4. L'ondulation est homogène tout le long de l'interface et ses paramètres sont approximativement mesurés sur une coupe MEB d'un échantillon cyclé en L-FCT pour 695 cycles ce qui correspond à un état de vieillissement déjà avancé, Figure V-3.

La pointe de fissure est supposée en position de crête de l'ondulation de l'oxyde. Une variation de la position de la pointe de fissure sur l'ondulation, notamment en position de creux et en position intermédiaire au milieu de l'ondulation est également considérée.



Figure V-3 – Observation au MEB en pointe de fissure d'un défaut LASAT dans le système barrière thermique après 695 cycles thermiques L-FCT



Figure V-4 - Maillage éléments finis du système avec introduction d'une rugosité sinusoïdale à l'interface BT/oxyde

V.1.2. Chargement et conditions limites

Les conditions aux limites du modèle sont présentées dans la Figure V-5. L'axe xx0 représente un axe de symétrie, le déplacement U1 y est nul. Sur la face yy0 le déplacement U2 est nul. Enfin, on impose une condition mpc1 (spécifique Z-set) pour le déplacement U1. C'est une condition cinématique qui garantit un déplacement U1 en l'occurrence homogène sur la face xx1.



Figure V-5 – Conditions aux limites du modèle éléments finis

Le dépôt du revêtement barrière thermique se fait par une succession d'étapes qui se déroulent à des températures proches de celles d'utilisation, de l'ordre de 1100°C. Nous supposons donc que les contraintes sont nulles dans le système à la température de dépôt. Ainsi, la première séquence de chargement appliquée consiste en un refroidissement de la température de dépôt de 1100 °C, à contraintes nulles, jusqu'à la température ambiante. Cette séquence nous permet de tenir compte de l'état de contraintes résiduelles dans le système après dépôt. Toutefois, étant donné que les mesures des dimensions caractéristiques des défauts LASAT sont réalisées à température ambiante, une première étape consiste à déterminer la configuration du blister à la température de dépôt de 1100 °C, à t=0 des simulations. Nous supposons une valeur du diamètre à 1100 °C égale à la valeur moyenne mesurée à température ambiante de 3.2 mm. En effet, la déformation mesurée à froid implique une variation du diamètre de l'ordre d'une vingtaine de micromètres, inférieure à la résolution de nos mesures. Nous présumons donc uniquement une valeur de la hauteur de cloque à 1100 °C et nous appliquons un refroidissement jusqu'à la température ambiante d'une durée de 5 min. Nous reprenons ainsi le même calcul pour retrouver, à température ambiante, la valeur mesurée de la hauteur, en l'occurrence la valeur moyenne de 10 µm. Nous retenons alors la valeur correspondante de la hauteur à 1100 °C qui est de 5 µm pour la configuration initiale du blister.

Le chargement cyclique considéré dans cette partie est un cyclage thermique homogène en température. Les paramètres du cycle appliqué sont résumées ci-dessous, et les transitoires thermiques sont considérées linéaires :

- Température basse du cycle : 100 °C ;
- Température haute du cycle : 1100 °C ;
- Durée du palier haute température : 5 min ;
- Temps de chauffage et de refroidissement : 5 min (200 °C/min).

V.1.3. Comportement des matériaux

Dans cette partie, les comportements des matériaux constituant les différentes couches du système sont supposés isotropes. Les lois de comportement sont écrites sous l'hypothèse des grandes déformations. Les hypothèses de modélisation des comportements sont synthétisées dans le Tableau 13.

Couche	Comportement	
Barrière thermique (1)	Thermo-élastique isotrope	
Alumine (2)	Thermo-élastique isotrope ;	
	Déformation de croissance	
Sous-couche (3)	Thermo-élasto-viscoplastique et isotrope	
Substrat (4)	Thermo-élastique isotrope	

Tableau 13 : Hypothèses de modélisation des comportements des couches du système BT

Céramique

De par sa morphologie en colonnettes caractéristique du dépôt EBPVD, la céramique possède un comportement isotrope transverse. Son module d'élasticité dans le plan est plus faible que celui hors plan, respectivement de 60 GPa et de 200 GPa (Frachon, 2009). Il est connu que la rigidité de la céramique peut augmenter en service en raison du frittage des colonnettes se produisant à hautes températures (T > 1100 °C) (Bouzakis, et al., 2003; Guo & Kagawa, 2006). Néanmoins, la température de calcul ne dépassant pas 1100 °C pour les vieillissements homogènes en température, ce phénomène n'est pas systématiquement observé pour le système à cette température. Nous n'en tenons donc pas compte dans cette partie. De plus, étant donné que l'anisotropie de la céramique rend plus compliqué le calcul du taux de restitution d'énergie par la méthode d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure, nous proposons de considérer ici un comportement isotrope de la céramique avec un module de Young de 60 GPa, égal au module dans le plan.

Alumine

Les propriétés élastiques de l'alumine sont généralement considérées comme isotropes, même si à l'échelle du grain, la microstructure de l'oxyde est anisotrope. Le comportement élastique de l'alumine est caractérisé dans (Chung & Simmons, 1968; Jaminet, et al., 1992; Fukuhara & Yamauchi, 1993; Wachtman, 1996). Nous utilisons des valeurs moyennes de ces identifications pour les paramètres élastiques de l'alumine (Frachon, 2009) :

$$E(GPa) = 410 - 0.041 T \tag{V-1}$$

$$\nu = 0.23 - 210^{-5} T$$
 (V-2)
T en Kelvin

Sous-couche

Un comportement élasto-visco-plastique de la sous-couche est considéré. On utilise une loi d'écoulement plastique de type Norton déterminée par le critère de VON MISES, présentant un écrouissage isotrope non linéaire et un écrouissage cinématique non linéaire. Ce comportement a été identifié dans (Theveneau, 2019), Figure V-6, à partir d'essais de traction réalisés dans l'étude de (Texier, 2013), sur des éprouvettes ultra-minces composées uniquement de sous-couche β -(Ni,Pt)Al en « état de réception ».



Figure V-6 – a) Essais de traction sur éprouvettes ultra-minces en (Ni,Pt)Al (Texier, 2013), b) Identification par (Theveneau, 2019) du comportement EVP en traction de la sous-couche (Ni,Pt)Al à différentes températures (Texier, 2013).

Les équations de la loi d'écoulement plastique de la sous-couche sont les suivantes :

$$f = J_2(\sigma - X_2) - R_0 - R \tag{V-3}$$

$$R = Q_{BC} \left(1 - \exp(-bp)\right) \tag{V-4}$$

$$X_{\tilde{z}} = \frac{2}{3}C\,\tilde{\alpha} \tag{V-5}$$

$$\dot{\alpha} = \dot{\varepsilon}^p - \frac{3}{2} \frac{D}{C} X \dot{p}$$
(V-6)

$$\dot{\varepsilon}^p = \dot{p} \underline{n} \tag{V-7}$$

$$\dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n \tag{V-8}$$

avec J_2 la fonction von Mises d'écoulement plastique et p la déformation plastique cumulée.

Les paramètres thermo-élastiques à 100 °C des différentes couches sont résumés dans le Tableau 14:

 Tableau 14 : Propriétés élastiques des matériaux à 100 °C utilisées dans cette étude

	Substrat	BC	TC	TGO
E (GPa)	133	161	60	395
ν	0.34	0.33	0.1	0.22
$\alpha (10^{-6} \text{ K}^{-1})$	14	16	10	8.5

Les coefficients de dilatation des différentes couches sont considérés indépendants de la température (Vaunois, 2013).

Afin de rendre compte des hypothèses de comportement de chaque couche, on détaille les tenseurs de déformation totale et mécanique comme suit :

	Tenseur de déformation totale	Tenseur de déformation mécanique	
	\mathcal{E}_{t}	\mathcal{E}_m	
Céramique	$\mathcal{E}_{t} = \mathcal{E}_{th} + \mathcal{E}_{m}$	$\mathcal{E}_m = \mathcal{E}_e$	
Oxyde	$\mathcal{E}_{t} = \mathcal{E}_{th} + \mathcal{E}_{m} + \mathcal{E}_{g}$	$\mathcal{E}_m = \mathcal{E}_e$	
Sous-couche	$\mathcal{E}_t = \mathcal{E}_{th} + \mathcal{E}_m$	$\mathcal{E}_m = \mathcal{E}_e + \mathcal{E}_p$	
Substrat	$\mathcal{E}_{t} = \mathcal{E}_{th} + \mathcal{E}_{m}$	$\mathcal{E}_m = \mathcal{E}_e$	

Tableau 15 : Tenseurs des déformations totales et mécaniques relatifs à chacune des couches du système

 \mathcal{E}_{th} : Tenseur de déformation thermique lié à la dilatation thermique des couches

 ξ_m : Tenseur de déformation mécanique avec ξ_e le tenseur de déformation élastique et ξ_p le tenseur de déformation plastique

 \mathcal{E}_{g} : Tenseur de déformation de croissance de l'oxyde, cf. partie V.1.4.

V.1.4. Modèle de croissance d'oxyde

La modèle de croissance d'oxyde utilisé a été développé dans la thèse de (Frachon, 2009). L'approche développée permet de modéliser l'oxydation de la sous-couche en faisant croître la couche d'oxyde au dépend de la sous-couche dans le modèle éléments finis, et en introduisant les déformations de croissance accompagnant la formation de l'oxyde. C'est-à-dire qu'on ne décrit ici qu'une oxydation anionique de la sous-couche. L'oxydation anionique correspond à la diffusion de l'oxygène à travers les grains de l'oxyde, cas 2 sur le schéma de la Figure V-7. L'oxydation cationique correspond à la diffusion de l'aluminium de la sous-couche vers l'interface YSZ/TGO, cas 1 sur le schéma de la Figure V-7.



Figure V-7 – Schéma des circuits de diffusion des éléments d'oxyde O2- et d'aluminium Al3+ à travers les joints de grain de l'oxyde

Dans son modèle éléments finis, (Frachon, 2009) définit pour chaque élément, le paramètre f_{ox} représentant la fraction volumique d'oxyde. A un pas de temps donné du calcul, une valeur de $f_{ox} = 1$, traduit un élément oxydé et donc appartenant à la couche d'oxyde. Pour $f_{ox} = 0$, l'élément n'est pas oxydé et appartient à la sous-couche, Figure V-8. L'interface oxyde/sous-couche est modélisée par une zone de transition correspondant à une rangée d'éléments pour lesquels $0 < f_{ox} < 1$. Cette rangée d'éléments est celle interceptée par le front d'oxydation, dont l'avancée est décrite par la cinétique d'oxydation définie en entrée du calcul. Ainsi, la croissance de la fraction d'oxyde est progressive dans la zone de transition au niveau de l'interface oxyde/sous-couche, pouvant être plane ou suivant une forme, par exemple sinusoïdale, imposée. Le maillage est raffiné avec une taille de maille constante dans la zone où la sous-couche est sujette à être transformée en oxyde.



Figure V-8 – Modélisation de la croissance de l'oxyde dans le modèle éléments finis, (Frachon, 2009)

Pour chaque pas de temps de calcul, la position du front d'oxydation y_{ox} , l'épaisseur d'un élément d'oxyde h_{ox} et le nombre N d'éléments oxydés dans l'épaisseur de la couche d'oxyde sont connus. La position relative du front d'oxydation et la fraction volumique d'oxyde sont alors définis par les équations suivantes, h_{tran} étant la taille de la zone de transition :

$$h_f = y_{ox} - Nh_{ox} \tag{V-9}$$

$$f_{ox} = \frac{h_f}{h_{tran}} \tag{V-10}$$

Toutefois, la fonction de croissance d'oxyde est implémentée en oxydation isotherme dans (Frachon, 2009), la croissance étant uniquement fonction du temps et des paramètres d'oxydation n et k_n selon l'équation :

$$h_{ox} = h_0 + (k_n t)^{\frac{1}{n}}$$
(V-11)

Nous avons donc implémenté une approche de calcul incrémental dépendant de la température pour simuler une croissance d'oxyde en chargement thermique anisotherme, suivant les équations suivantes:

$$h_{n+1} = h_n + dh \tag{V-12}$$

$$\frac{dh}{dt} = \frac{k}{2h} \tag{V-13}$$

La constante de vitesse k est une fonction de la température T exprimée en degré Kelvin selon la loi d'Arrhénius donnée par :

$$k = \alpha_0 e^{\frac{-Q}{RT}} \tag{V-14}$$

La constante d'Arrhénius α_0 est un paramètre matériau, Q (*J/mol*) est l'énergie d'activation thermique et R (*J.K*⁻¹.*mol*⁻¹) la constante des gaz parfait. Les paramètres de la cinétique d'oxydation sont identifiés sur la base des caractérisations faites dans (Vaunois, 2013).

La déformation de croissance est liée à la transformation de la sous-couche en oxyde, en utilisant le coefficient de Pilling-Bedworth. Cette déformation de croissance est représentée par un tenseur de déformation propre anisotrope avec un maximum de déformation de croissance dans la direction normale à l'interface dans un repère local :

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_{g} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0.003 & 0 & 0 \\ 0 & 0.27 & 0 \\ 0 & 0 & 0.003 \end{bmatrix}_{(x,y,z)}$$
 (V-15)

Pour les éléments de la zone de transition, la contrainte globale est définie à l'aide des contraintes locales évaluées pour les comportements de l'oxyde et de la sous-couche, en utilisant l'hypothèse d'homogénéisation de Voigt, comme suit :

où f_{ox} correspond à la fraction volumique de l'oxyde au sein de l'élément considéré, σ_{ox} et σ_{BC} sont les tenseurs de contraintes liés respectivement aux comportements de l'oxyde et de la sous-couche.

Dans cette partie, afin de limiter les temps de calcul, nous avons accéléré la cinétique d'oxydation de manière à obtenir environ 5 μ m d'épaisseur d'oxyde au bout de 10 cycles de 5 min de temps de maintien. Le temps de calcul associé est de 6 heures pour un NDOF de 102100. Un calcul de 1000 cycles avec la cinétique d'oxydation réelle (Vaunois, 2013), est présenté dans la section V.4. La durée d'un tel calcul est de 16 jours sans modification de maillage. Les temps de calcul avec la cinétique réelle ne sont pas compatibles avec l'analyse de sensibilité aux paramètres du modèle qui a été produite dans cette thèse.

V.2. Forces motrices de l'augmentation du taux de restitution d'énergie en fatigue thermique

Pour faciliter la compréhension de l'état mécanique dans le revêtement barrière thermique soumis à un vieillissement en fatigue thermique homogène en température, un premier calcul « couplage faible » ne tenant pas compte d'une description de la rugosité de l'interface, ni de la croissance de l'oxyde est d'abord présenté.

V.2.1. Calcul « couplage faible »

La configuration du modèle présentée dans cette partie doit être vue comme une analyse macroscopique du flambage de la céramique. Elle vise à obtenir une analyse préalable de l'état mécanique dans le système.

En cours de refroidissement, et en particulier à basse température du cycle, les différences de coefficients de dilatation thermique entre les différentes couches entraînent de fortes contraintes dans le plan du revêtement, Figure V-9. La céramique est soumise à des contraintes de compression d'une valeur moyenne calculée dans la céramique adhérente de -272 MPa. On note une variation des contraintes de compression à l'aplomb de la pointe de fissure, avec des contraintes maximales atteintes en surface et traduisant la flexion se produisant au niveau du blister au refroidissement.



Figure V-9 – Schéma illustrant la différence de dilatation thermique entre le substrat et les couches constituant le revêtement barrière thermique

La valeur moyenne calculée des contraintes dans le plan de l'oxyde est de -2850 MPa, cohérente avec les valeurs établies dans la littérature de l'ordre de 3 à 4 GPa, (Tomimatsu, et al., 2004; Frachon, 2009). La sous-couche est mise en traction, la valeur moyenne calculée des contraintes dans la sous-couche à basse température est de 550 MPa.

Les cartographies des contraintes dans le plan σ_{11} et hors plan σ_{22} dans la couche céramique à T = 100 °C au premier cycle de chargement sont présentées dans la Figure V-10. Les contraintes d'ouverture en pointe de fissure sont relativement faibles, avec une valeur maximale en pointe de fissure de 48 MPa.



Figure V-10 – Champ de contraintes σ_{11} dans le plan et σ_{22} hors plan dans la céramique à T = 100 °C

La plasticité cumulée dans la sous-couche en pointe de fissure est de ~0.02% au premier refroidissement. Sur 10 cycles de chargement, la plasticité cumulée est de ~0.08%, Figure V-11.



Figure V-11 – Déformation plastique cumulée en fonction du nombre de cycles

On constate alors une légère diminution des contraintes dans le plan de la céramique et des contraintes hors plan en pointe de fissure, Figure V-12. La diminution des contraintes σ_{11} est négligeable au bout de 10 cycles.



Figure V-12 – Enveloppe de l'évolution cyclique des contraintes σ_{11} moyennées dans la céramique adhérente et des contraintes hors plan en pointe de fissure

Le taux de restitution d'énergie, calculé par la méthode d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure, est de l'ordre de 2 J/m² à basse température et diminue au cours des 10 cycles de chargement, Figure V-13, ce qui contredit l'expérience.



Figure V-13 – Enveloppe du taux de restitution d'énergie en fonction du nombre de cycles calculé par la méthode DE en vieillissement en fatigue thermique en modélisation « couplage faible » avec interfaces planes et sans déformations de croissance de l'oxyde

La méthode DE (displacement extrapolation method) est une méthode simple à mettre en œuvre dans un code de calcul, basée sur le calcul des facteurs d'intensité de contrainte par extrapolation des déplacements sur les lèvres de la fissure, (Hutchinson & Suo, 1991; Nagashima, et al., 1999). La méthode est fondée sur la connaissance du champ de déplacement asymptotique en pointe de fissure. Il suffit de récupérer les déplacements relatifs des surfaces de la fissure au niveau de deux nœuds proches de la pointe, Figure V-14.

Les facteurs d'intensité des contraintes et le taux de restitution d'énergie sont calculés à partir des équations suivantes :

$$K_1^i = C[\delta_y^i(\cos Q + 2\varepsilon \sin Q) + \delta_x^i(\sin Q - 2\varepsilon \cos Q)]/\sqrt{r_i/(2\pi)}$$
(V-17)

$$K_2^i = C[\delta_x^i(\cos Q + 2\varepsilon \sin Q) - \delta_y^i(\sin Q - 2\varepsilon \cos Q)]/\sqrt{r_i/(2\pi)}$$
(V-18)

$$K_1 = \frac{r_a K_1^b - r_b K_1^a}{r_a - r_b}$$
(V-19)

$$K_2 = \frac{r_a K_2^b - r_b K_2^a}{r_a - r_b}$$
(V-20)

$$G = \beta \left(K_1^2 + K_2^2 \right) = \beta C^2 \left(1 + 4\varepsilon^2 \right) \lim_{r \to 0} \left[\delta_y^2 \right] / \left(\frac{r}{2\pi} \right)$$
(V-21)

Le paramètre matériau *C* est une fonction des paramètres de Dundur ε et β . *Q* est fonction du point de calcul défini par sa distance r à la pointe de fissure.

Avec :
$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{\frac{\kappa_1}{\mu_1} + \frac{1}{\mu_2}}{\frac{\kappa_2}{\mu_2} + \frac{1}{\mu_1}} \right)$$

$$C = \frac{2\cosh(\varepsilon\pi)}{(\kappa_1 + 1)/\mu_1 + (\kappa_2 + 1)/\mu_2}$$

$$Q = \varepsilon \ln\left(\frac{r}{2a}\right), \text{ où } a \text{ est la longueur de fissure };$$
$$\beta = \frac{\left(\kappa_1 + 1\right)/\mu_1 + \left(\kappa_2 + 1\right)/\mu_2}{16\cosh^2\left(\varepsilon\pi\right)}$$

où μ_i et κ_i sont les constantes élastiques définies en déformations planes par :

$$\mu_i = \frac{E_i}{2(1+v_i)} \ (i=1,2)$$

 $\kappa_i = 3 - 4\upsilon_i \left(i = 1, 2 \right)$



Figure V-14 - Schématisation du principe de la méthode DE d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure, (Nagashima, et al., 1999)

Une étude de convergence du calcul par rapport au choix des nœuds d'extrapolation (DE method), ainsi qu'une comparaison des valeurs obtenues à celles calculées par méthode énergétique sont présentées en Annexe 2.

On obtient par la méthode DE, un angle de mixité modale de $\psi = 57^{\circ}$. Cette valeur est proche de l'angle de mixité de 64 ° obtenu par (Vaunois, 2013) pour une modélisation de flambage en configuration 2D sous hypothèses de déformations planes généralisées. Dans (Hutchinson, et al., 1992), à travers la modélisation d'un blister encastré soumis à une sollicitation d'équi-bicompression provoquant son flambage, l'angle de mixité modale est tracé pour trois valeurs du paramètre de Dundurs α en fonction du rapport σ/σ_c . La Figure V-15 montre que plus les contraintes résiduelles sont importantes et donc la hauteur de cloque est élevée, plus la sollicitation en pointe de fissure se rapproche d'un chargement en mode II. Il est à noter que ces valeurs de mixité modale ne prennent pas en compte la rugosité de l'interface dont dépendrait le chargement local en pointe de fissure. Elles peuvent néanmoins représenter l'état de chargement initial préalable au développement significatif de la rugosité interfaciale. Les travaux de (Faou, et al., 2012), à travers une approche de modélisation par zones cohésives, il est démontré que la dépendance de la ténacité de l'interface à la mixité modale est à l'origine de la propagation du délaminage d'un film mince en forme de « cordon de téléphone », le délaminage étant « bloqué » en mode II, et favorisé en mode I de propagation de la fissure.



Figure V-15 – Angle de mixité modal ψ en fonction du rapport σ/σ_c pour trois couples revêtement/substrat pour une cloque circulaire encastrée à ses bords, (Hutchinson, et al., 1992)

Le calcul « couplage faible » présenté ici ne permet pas de justifier d'une évolution de l'état mécanique du blister en faveur d'une augmentation des forces motrices disponibles à la propagation du délaminage. La suite de l'étude a pour objectif d'analyser l'influence de différentes contributions à l'endommagement du revêtement sur l'évolution de l'état mécanique du blister. Quatre cas de calculs, intégrant notamment la croissance de l'oxyde, le fluage de la sous-couche et une rugosité d'interface, seront présentés.

V.2.2. Analyse des forces motrices du flambage

On cherche dans cette partie à améliorer notre compréhension des divers phénomènes d'endommagement et leur éventuel couplage sur d'une part l'endommagement, et d'autre part les forces motrices de l'augmentation de l'énergie disponible dans le revêtement. Cette analyse est réalisée sous chargement de fatigue thermique entraînant la croissance du flambage observée expérimentalement. Les résultats de calcul pour dix cycles de fatigue thermique sont présentés.

Les hypothèses de modélisation relatives à chacun des quatre cas d'étude sont indiquées dans le Tableau 16 :

Tableau 16 : Hypothèses de modélisation relatives aux cas d'études pour l'analyse des forces motrices du flambage (BC correspond à l'hypothèse de comportement pour la sous-couche et ε_{gr} correspond à l'intégration ou non de la déformation de croissance dans l'analyse de la déformation

Cas d'étude	Interface	BC	Egr
1	Plane	Elasto-viscoplastique	OUI
2	Rugueuse	Elastique	OUI
3	Rugueuse	Elasto-viscoplastique	NON
4	Rugueuse	Elasto-viscoplastique	OUI

de	1'	oxyde).
----	----	-------	----

V.2.2.1. Contraintes de compression dans la barrière thermique

Après choc laser, la relaxation des contraintes résiduelles de compression d'origine thermique dans la céramique conduit au flambage du revêtement (cf. partie III.3) (Ikeda, et al., 2006; Hutchinson, et al.,

1992). Nous avons donc tout d'abord évalué l'évolution des contraintes résiduelles à basse température au cours du cyclage. Les calculs montrent une diminution des contraintes de compression moyennes développées à froid dans la céramique évaluées sur sa partie adhérente, Figure V-16. On obtient également une diminution des contraintes de compression évaluées en surface et à mi-épaisseur de la céramique à demi-longueur de la partie adhérente. L'intensité de la contrainte de compression dans le plan diminue de manière significative avec le cyclage pour les modélisations #3 et #4 combinant une interface rugueuse et une croissance de la couche d'alumine accompagnée des déformations de croissance, avec un effet mineur constaté du comportement de la sous-couche dans le cas d'étude #4. Une légère diminution est également observée pour une interface plane avec croissance de l'oxyde pour le cas #1, et les contraintes σ_{11} sont quasiment constantes pour une interface rugueuse sans déformation de croissance de l'oxyde, cas #2.

La croissance de l'oxyde induit donc une diminution des contraintes moyennes dans la céramique. Cette diminution est accentuée par relaxation des contraintes dans la sous-couche. Les contraintes de compression moyennes développées lors du refroidissement dans la céramique, du moins avec un module de Young constant dans la céramique au cours du temps, ne semblent donc pas être à l'origine de l'amplification du flambage observée expérimentalement.



Figure V-16 – Enveloppes de l'évolution au cours de cyclage des contraintes σ_{11} moyennes dans la céramique adhérente en fonction pour les différentes hypothèses de modélisation

Nous constatons que l'évolution des contraintes σ_{11} dans le dépôt céramique reflète un couplage entre la rugosité de l'interface et la déformation de croissance de l'oxyde. L'intensité des contraintes de compression dans le plan évaluées à basse température diminue de manière significative en fonction du nombre de cycles pour une interface rugueuse en présence de déformations de croissance de l'oxyde, avec un effet mineur du comportement de la sous-couche.

La rugosité de l'interface introduit une fluctuation locale des contraintes dans la barrière thermique en région proche de l'interface, successivement positives dans les zones concaves et négatives dans les zones convexes de la couche d'oxyde, Figure V-17. Ces contraintes augmentent localement au niveau de la rugosité pour les modélisations #3 et #4 combinant une interface rugueuse et une croissance de la couche d'alumine accompagnée des déformations de croissance, avec une évolution plus prononcée constatée dans le cas d'étude #4 avec visco-plasticité dans la sous-couche, Figure V-18.



Figure V-17 – Champs de contraintes σ_{11} dans le plan de la céramique au bout de 10 cycles de chargement pour les modélisations #2 et #4



Figure V-18 – Evolution des contraintes σ_{11} en zones concave et b) convexe proches de l'interface dans la céramique à mi longueur de la partie adhérente

V.2.2.2. Contraintes normales à l'interface BT/TGO

L'introduction d'une rugosité d'interface (cas #2, #3, et #4) induit une élévation locale des contraintes hors plan tout au long de l'interface dans la céramique. Une traction normale à l'interface est produite dans les zones concaves de la couche d'oxyde, et des contraintes normales de compression dans les zones convexes, Figure V-19, ce qui est cohérent avec les observations de la littérature (Busso, et al., 2001; Hille, et al., 2009; Frachon, 2009).

On observe sur la Figure V-20, une augmentation significative en fonction du nombre de cycles des contraintes hors plan évaluées à basse température dans les calculs faisant intervenir une déformation de croissance de l'oxyde (#3 et #4), d'autant plus importante dans le cas de calcul #4 en présence de plasticité dans la sous-couche.



Figure V-19 - Champs de contraintes hors plan dans la céramique au bout de 10 cycles de chargement pour les modélisations #2, #3 et #4



Figure V-20 – Enveloppe d'évolution en fonction du nombre de cycle des contraintes hors plan au pic d'ondulation en pointe de fissure et au creux d'ondulation adjacent

Il est connu que l'augmentation de la rugosité du profil de la couche d'oxyde joue un rôle majeur dans l'endommagement de l'interface (Karlsson & Evans, 2001; Busso, et al., 2001; Balint & Hutchinson,

2003; Frachon, 2009). Ces études sont basées sur l'analyse d'un motif élémentaire d'un profil rugueux, généralement considéré sinusoïdal. L'augmentation locale de la rugosité en cyclage thermique, ou phénomène de rumpling, résulte de l'accommodation par la sous-couche des déformations d'allongement de la couche d'alumine du fait de sa croissance à haute température (cf. partie I.2.1). Le rumpling entraînerait l'apparition de microfissures à l'interface entre la céramique et l'oxyde (Busso, et al., 2009) dans les zones de traction normale à l'interface. L'évolution des contraintes hors plan σ_{22} en pointe de fissure reflète ici également le couplage entre la rugosité et la croissance de la couche d'oxyde. En effet, l'association d'une interface plane, d'une déformation de croissance de l'oxyde et d'une plasticité de la sous-couche (cas #1), ou d'une rugosité d'interface et d'une plasticité de la sous-couche sans tenir compte de la croissance de l'oxyde (cas #3), n'entraîne pas d'évolution des contraintes hors plan en pointe de fissure sur les 10 cycles de chargement. En revanche, une augmentation significative de la valeur absolue de σ_{22} est observée pour le comportement élastique ou élasto-viscoplastique de la sous-couche, en tenant compte de la croissance de l'oxyde sur une interface rugueuse. L'endommagement est donc lié à la combinaison d'une interface rugueuse et d'une déformation de croissance (cas #2 et #4) dans la couche d'oxyde, et est renforcé par le comportement élasto-viscoplastique de la sous-couche.

De plus, la fluctuation des contraintes normales positives et négatives à l'interface indique que la propagation des microfissures sera grandement influencée par le relief qu'elles rencontrent. Dans les cas de calcul faisant intervenir une rugosité de l'interface, nous observons que la localisation de la pointe de fissure au niveau d'un pic de rugosité ne modifie pas le mode de sollicitation normal associé Figure V-19. Ces résultats permettent d'expliquer l' « équilibre » apparent de la cloque observé, expérimentalement, atteint après une séquence de délaminage. Les contraintes σ_{22} positives favorisent un endommagement de l'interface par ouverture de micro-fissures et entraînent donc une diminution de la ténacité d'interface, alors que des contraintes σ_{22} négatives limitent l'endommagement par fissuration. Ainsi, la pointe de fissure pourrait atteindre une position métastable au pic de rugosité, pour laquelle une croissance significative du flambage serait observée, Figure V-21. L'avancée du front de fissure à partir d'un pic de rugosité ne peut alors se produire que suite à une croissance des micro-fissurations associées à une zone d'endommagement voisine et leur coalescence avec la zone délaminée initiale.



Figure V-21 – Conditions de stabilité de la cloque suivant la position de la pointe de fissure par rapport au profil de rugosité

L'endommagement en pointe de fissure est donc directement lié aux paramètres de rugosité du profil à l'interface, d'où l'importance d'analyser le front de fissure dans la process zone, qui correspond à la zone où la céramique est adhérente à la couche d'oxyde, au voisinage du fond de fissure et où le niveau de contraintes est maximal (Maurel, et al., 2020).

V.2.2.3. Déformation plastique dans la sous-couche

La Figure V-22 montre que la croissance de l'oxyde associée à une rugosité de l'interface induit une augmentation accrue de la plasticité cumulée dans la sous-couche. Le champ de plasticité cumulée dans la sous-couche à basse température au bout des dix cycles de chargement, Figure V-23, montre une localisation de la plasticité au niveau des creux de rugosité de l'oxyde, particulièrement prononcée et étendue dans l'épaisseur de la sous-couche au voisinage de la pointe de fissure dans la zone adhérente (zones A, B et C sur la Figure V-23).



Figure V-22 – Enveloppe d'évolution de la plasticité cumulée dans la sous-couche évaluée à T = 100 °C en fonction du nombre de cycles pour les modélisations #1, #3 et #4



Figure V-23 - Champ de déformation plastique cumulée dans la sous-couche à basse température au bout des dix cycles de chargement

De plus, on observe que le cumul de plasticité est plus important dans la partie de la sous-couche au niveau de la zone délaminée. En effet, les déplacements hors plan de l'oxyde ne sont pas contraints par la couche de céramique dans la zone délaminée ce qui entraîne des déformations plus importantes de la sous-couche par fluage (phénomène de rumpling), induites par la traction normale exercée sur sa face supérieure par la couche d'alumine. Des observations MEB ont été réalisées sur un échantillon de l'étude de (Theveneau, 2019), ayant subi 695 cycles de vieillissement thermique L-FCT, Figure V-24. Les coupes transverses sur des défauts LASAT ayant été introduits à N=0, N=206 et N=695 montrent

un rumpling accentué dans la zone délaminée. Le phénomène est d'autant plus prononcé que les cloques ont été introduites plus tôt.

Les valeurs de diamètre et de hauteur de cloque mesurés respectivement par thermographie infrarouge et au profilomètre sont indiquées dans le Tableau 17.



N = 695, LASAT à N = 695

Figure V-24 - Micrographies MEB de coupes transverses de blisters LASAT sur un échantillon ayant subi un vieillissement en fatigue thermique L-FCT. Les défauts LASAT sont introduits à différents nombres de cycles.

Tableau 17 – Mesures de diamètres et des hauteurs de cloques à N = 695 cycles pour des défauts LASAT introduits à différents instants du cyclage

Défaut introduit à N	Diamètre (mm)	Hauteur (µm)
0	4.5	134
206	3.5	59
695	2.9	12

Dans la Figure V-25, une augmentation d'environ 2 μ m de l'amplitude d'ondulation dans la zone délaminée est reproduite dans le calcul #4. Les hypothèses de la modélisation #4 permettent donc de rendre compte des moteurs du rumpling, un des mécanismes principaux de l'endommagement du système barrière thermique. Ce constat avait également été établi dans les travaux de (Soulignac, 2014), une rugosité 3D est mesurée sur plaques minces vieillies en L-FCT et ayant subi des écaillages par choc laser à divers temps de pré-vieillissement, Figure V-26. On observe une rugosité plus prononcée sur les zones ayant été écaillées plus tôt. Une augmentation de 2 μ m sur l'écaillage introduit à N=50 est alors relevée au bout de 250 cycles de vieillissement L-FCT d'une heure de temps de maintien à 1100 °C, soit pour 200 cycles supplémentaires. Le modèle #4 surestime donc l'effet de rumpling dans la mesure où l'augmentation mesurée ne correspond qu'à 10 cycles.



Figure V-25 – Augmentation de l'amplitude d'ondulation par rapport à la rugosité initiale, da, évaluée au bout de dix cycles sur le cas de calcul #4



Figure V-26 – Evolution de la rugosité quadratique de surface S_q en fonction du nombre de cycles de fatigue thermique L-FCT pour quatre échantillons ayant subi des écaillages à divers temps de pré-vieillissement, (Soulignac, 2014)

V.2.2.4. Flambage du blister

La comparaison la plus efficace à l'expérience est l'évolution de la hauteur de flambage calculée à basse température, en fonction du nombre de cycles, Figure V-27. Cela conduit à une conclusion majeure : la modélisation #4 associant les différents éléments du vieillissement considérés dans l'analyse, notamment une interface rugueuse, la déformation de croissance de l'oxyde, et un comportement élasto-viscoplastique de la sous-couche, est la seule configuration permettant de décrire la croissance du flambage observée expérimentalement. En effet, malgré les tendances similaires observées sur l'évolution des contraintes locales pour le comportement élastique ou élasto-viscoplastique de la sous-couche, le flambage augmente très légèrement pour le cas de calcul #3 considérant un comportement élastique de la sous-couche. Pour une interface plane, avec déformation de croissance de l'oxyde et un comportement élasto-viscoplastique de la sous-couche. Pour une interface plane, avec déformation de croissance de l'oxyde et un comportement élasto-viscoplastique de la sous-couche. Enfin, le modèle incluant une rugosité locale. Enfin, le modèle

associant un comportement élasto-viscoplastique de la sous-souche et une interface rugueuse sans considération de la croissance de l'oxyde, affiche une hauteur de cloque quasiment constante.



Figure V-27 - Evolution de la hauteur du blister calculée à T = $100 \degree$ C en fonction du nombre de cycles pour les quatre hypothèses de modélisation

La croissance très limitée de la hauteur de cloque observée en cours du cyclage thermique dans le cas de calcul #3, suggère que le flambage n'est pas simplement lié au niveau de contrainte en pointe de fissure. La comparaison de l'évolution de la plasticité au voisinage de la sous-couche (Figure V-22) et l'évolution du flambage (Figure V-27) pour les différentes hypothèses de modélisation, montre que l'augmentation de la hauteur est corrélée à la localisation de déformation plastique dans la sous-couche. Cette localisation de plasticité au voisinage de la pointe de fissure représenterait une augmentation de la souplesse apparente des conditions aux limites du blister, autrement dit un effet de rotule plastique, Figure V-28.



Figure V-28 – Evolution de la condition aux limites du blister

La Figure V-29 a) montre les contraintes σ_{11} dans le plan de la céramique en fonction de l'ordonnée y au-dessus de la pointe de fissure à basse température au dernier cycle de chargement et l'évolution du moment M calculé à basse température en fonction du nombre de cycles pour les différentes hypothèses de modélisation. Ceci confirme que la rotule plastique qui se met en place dans le cas du calcul #4 permet l'augmentation du moment de flexion dans la céramique entraînant la croissance du flambage observée expérimentalement.

Cela montre que les forces motrices de l'amplification du rumpling se révèlent être également les forces motrices du flambage, connu comme étant le mode de dégradation intrinsèque principal des systèmes de revêtement barrière thermique. Par conséquent, le flambage ainsi que la propagation du délaminage à partir d'un défaut LASAT rendent compte de l'endommagement local de l'interface du système en fatigue thermique conduisant in fine à sa ruine par écaillage.



Figure V-29 – Evolution du moment de flexion calculé à T = 100 °C en fonction du nombre de cycles pour les quatre hypothèses de modélisation

Dépendance à la position de la pointe de fissure

Nous observons sur la Figure V-30 a) que la modélisation #4 reproduit une croissance du flambage indépendamment de la localisation de la pointe de fissure sur le profil de rugosité, que ce soit au niveau d'un pic de rugosité, d'un creux de rugosité ou d'une position intermédiaire. La croissance du flambage est légèrement plus rapide en position de crête par rapport à la position de creux et elle est la moins rapide pour une position de la pointe au milieu de la demi-longueur d'onde. Les contraintes normales à la rugosité sont positives pour une pointe en creux de rugosité, et négatives en pointe de rugosité, et augmentent significativement dans les deux cas en valeur absolue. En milieu de demi-longueur d'onde, les contraintes normales à la rugosité dans un repère local sont positives et moins élevées qu'en creux de rugosité. L'indépendance du flambage par rapport à la position de la pointe de fissure sur la rugosité de l'oxyde contribue à l'idée que la croissance du flambage est liée au mécanisme global. Ce mécanisme est décrit précédemment comme une souplesse progressive sur le contour du blister qui conduit à une augmentation du moment de flexion de la céramique.



Figure V-30 – Evolution a) de la croissance du flambage et b) des contraintes normales en pointe de fissure en fonction de la position de la pointe de fissure par rapport à la rugosité de l'interface

V.2.2.5. Facteurs d'intensité des contraintes et taux de restitution d'énergie

Nous avons vu que la rugosité de surface introduit une variabilité du niveau de contraintes en pointe de fissure selon sa position sur le profil de rugosité. Nous avons ainsi calculé les facteurs d'intensité des contraintes et le taux de restitution d'énergie par la méthode d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure, pour une position de pointe de fissure en crête de l'ondulation de la couche d'oxyde (modélisation #4) et pour les mêmes hypothèses mais avec une position de la pointe de fissure au creux de l'ondulation de l'oxyde.

Etant donné que l'ondulation d'interface limite l'utilisation de la méthode, nous avons sélectionné des points nodaux a et b à une distance de 3 et 4.5 μ m respectivement de la pointe de fissure de façon à minimiser l'erreur de calcul par extrapolation, Figure V-31. Le maillage n'étant pas compatible sur les deux lèvres de fissures, les déplacements correspondants sur la lèvre inférieure sont calculés à mêmes distances r_a et r_b, par interpolation avec les nœuds les plus proches de part et d'autre sur la lèvre inférieure.



Figure V-31 – Points nodaux sur la lèvre supérieure utilisés pour l'évaluation des facteurs d'intensité des contraintes pas la méthode DE

Les déplacements nodaux relatifs au point a sont montrés dans la Figure V-32.



Figure V-32 – Déplacements nodaux relatifs selon les directions 1 et 2 évalués au nœud a en pointe de fissure

Nous obtenons par la méthode d'extrapolation des déplacements un taux de restitution d'énergie plus élevé en position de crête, de même pour KI et KII, sauf au premier refroidissement pour KI, Figure V-33. La Figure V-32 montre des déplacements relatifs limités selon la direction 1 dans le cas de la pointe de fissure en position de crête, mais plus élevés selon la direction 2 par rapport à la position de la pointe de fissure en creux. En effet, les contraintes de compression σ_{11} en zone concave de la rugosité limiteraient les déplacements relatifs dans le plan. Cela semble brider l'évolution du facteur d'intensité KI et le taux de restitution d'énergie dans le cas de la pointe de fissure en creux d'ondulation.



Figure V-33 – a) Taux de restitution d'énergie G, et b), c) facteurs d'intensité des contraintes b) KI et c) KII, obtenus par la méthode DE à basse température en fonction du nombre de cycles

L'angle de mixité modale a ensuite été évalué en fonction du nombre de cycles, Figure V-34. Il évolue peu dans le cas de la pointe de fissure en position de crête et affiche une valeur stabilisée autour de 40 ° (prépondérance du mode I de sollicitation). Par contre, on observe une augmentation importante dans le cas de la pointe de fissure en position de creux. L'angle de mixité modale passe d'une valeur très faible (mode I) et semble se stabiliser autour de 60 ° avec ainsi une prépondérance du mode II.



Figure V-34 - Evolution de l'angle de mixité modale en fonction du nombre de cycles

Nous n'avons pas pu comparer ces résultats à une évaluation par méthode énergétique qui serait plus précise, n'ayant pas à disposition l'outil de calcul par la méthode énergétique G- θ en configuration axisymétrique et n'ayant pas pu réaliser ce développement par manque de temps. Ainsi, pour gagner en robustesse, il serait nécessaire en perspectives des travaux de la thèse, de reprendre les calculs par l'utilisation de méthodes énergétiques, ou par utilisation d'un modèle de zones cohésives.

V.3. Etude paramétrique du modèle éléments finis

L'analyse par éléments finis présentée dans la partie V.2 est ici complétée par une étude de sensibilité du modèle aux paramètres principaux de comportement des couches du revêtement. Les résultats de l'analyse montrent l'effet du couplage fort entre la croissance de l'oxyde et le comportement visco-plastique de la sous-couche sur le flambage du blister introduit dans le revêtement. Les fortes contraintes générées par la croissance de l'oxyde sur une interface rugueuse sont relaxées par fluage dans la sous-couche et conduisent à la fois à une amplification de la rugosité et à la croissance du flambage.

Cependant, les propriétés mécaniques de la sous-couche, particulièrement ses propriétés d'écrouissage cyclique, sont difficiles à évaluer sur la large gamme de températures de fonctionnement, surtout du fait de sa faible épaisseur de quelques dizaines de micromètres, (Pan, et al., 2003; Alam, et al., 2013; Texier, et al., 2020). La connaissance du comportement de la sous-couche reste donc limitée, d'autant plus en raison de son vieillissement en cours de cyclage et des mécanismes d'interdiffusion se produisant entre la sous-couche et le substrat.

La première partie de l'étude de sensibilité présentée a pour objectif d'analyser l'impact des paramètres du comportement de la sous-couche sur le flambage du blister, qui est ainsi que la propagation du délaminage, une grandeur macroscopique accessible d'une manière non-destructive sur les essais de caractérisation de la propagation d'un défaut LASAT. En plus de la hauteur du blister, trois sorties « mécaniques » du modèle seront analysées dans la process zone en pointe de fissure : Les contraintes hors plan en pointe de fissure, la plasticité cumulée dans la sous-couche au voisinage de la pointe de fissure et les contraintes d'ouverture dans la zone concave adjacente, Figure V-35. Ces dernières sont supposées être représentatives de l'endommagement de l'interface céramique-oxyde.



Figure V-35 – Ensembles d'éléments utilisés pour l'évaluation des contraintes hors plan dans la « process zone » en pointe de fissure et de la plasticité cumulée dans la sous-couche

La deuxième partie de l'étude paramétrique se concentre sur le comportement élastique de la couche céramique, à travers l'analyse de la sensibilité des sorties à une variation de son module d'élasticité. Enfin, nous étudions à travers une rigidification de la partie supérieure de la céramique, l'impact du phénomène de frittage sur les prévisions du modèle. Il est important de noter qu'une rigidification de la céramique se produit également par infiltration de sels fondus (CMAS : « Calcium, Magnésium, et Alumino-Silicates ») lors des passages à haute température (Vidal-Setif, et al., 2012). Ces particules

ingérées se déposent en surface du revêtement et pénètrent au sein des espaces intercolonnaires, entrainant une densification de la zircone et diminuant ainsi sa souplesse.

L'objectif est d'établir une meilleure compréhension des relations dans le modèle entre les paramètres de comportement étudiés et l'analyse des grandeurs d'intérêt décrites ci-dessus. Ceci permet d'estimer l'influence relative de ces paramètres matériaux, en vue d'identifier les ingrédients critiques de la modélisation. Il conviendrait alors d'améliorer la connaissance des paramètres les plus influents afin de réduire l'incertitude de modélisation.

La configuration de modélisation étudiée dans cette section est celle du cas d'étude #4 présenté dans la partie V.2.2. Pour rappel, cette configuration considère une description de rugosité sinusoïdale de l'interface, tient compte de la croissance de l'oxyde et des déformations de croissance qui l'accompagnent, et considère un comportement élastique isotrope de la couche céramique, de l'alumine et du substrat, et un comportement élasto-viscoplastique isotrope de la sous-couche. Les résultats de calculs sur dix cycles de chargement sont présentés pour chacun des jeux de simulations.

Une plage de variation a été définie par paramètre autour de sa valeur nominale de référence, selon un ordre de grandeur relatif permettant de garder un sens physique de la simulation par rapport aux données de caractérisations expérimentales connues des comportements des matériaux. L'analyse de sensibilité est conduite selon une approche découplée : pour chaque jeu de simulations, un paramètre matériau est étudié, les autres étant fixés à leurs valeurs nominales. L'échantillonnage des calculs est effectué par la méthode d'hypercube latin (LHS) (McKay, et al., 1979).

V.3.1. Sensibilité du modèle aux propriétés élasto-viscoplastiques de la sous-couche

Les valeurs nominales des paramètres de la loi visco-plastique de la sous-couche sont celles identifiées à partir d'essais de micro-traction menés dans (Texier, 2013) sur une sous-couche en (Ni,Pt)Al dans son état brut de dépôt, et dont l'identification a été menée dans (Theveneau, 2019), cf. partie V.1.3.

Le premier jeu de simulations a été mené en faisant varier le rapport C/D de la loi d'écrouissage cinématique de la sous-couche, à travers une variation du paramètre C, en gardant pour D des valeurs constantes en fonction de la température. On note que les points d'échantillonnage respectent la condition imposée suivante : C/D [700°C] > C/D [850°C] > C/D [1000°C].



Figure V-36 – Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du rapport C/D de la loi d'écrouissage cinématique de la sous-couche

La Figure V-36 illustre la variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du rapport C/D de la loi d'écrouissage cinématique de la sous-couche. Les trois premières colonnes montrent les plages de variation des paramètres d'écrouissage à 700 °C, 850 °C et 1000 °C, et les quatre dernières colonnes sont les grandeurs d'intérêt associées. Chaque ligne du graphe représente un calcul. On observe sur une sensibilité croissante avec la température des quatre variables de d'intérêt au ratio C/D. Un faible ratio C/D à haute température conduit à un flambage plus prononcé et des contraintes de fermeture en pointe de fissure $\sigma_{22}(1)$ plus faibles en valeur absolue. La déformation plastique cumulée est augmentée pour les faibles ratios de C/D à haute température. Les contraintes normales de traction à l'interface $\sigma_{22}(2)$ sont de même plus élevées pour des faibles valeurs du rapport C/D à haute température. Le rapport C/D pour les températures transitoires autour de 700 °C se révèle très peu voire non influent. Il semble donc que la sensibilité soit amplifiée par une activation précoce de la viscosité aux températures élevées du cycle. On note une plage de variabilité plus importante calculée pour les contraintes de fermeture en pointe de fissure que celle calculée pour les contraintes d'ouverture.

La Figure V-37 montre l'influence des paramètres K et n de la loi de fluage, à 700, 850 et 1000 °C.



Figure V-37 – Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction des paramètres K et n de la loi de fluage de la sous-couche

On retrouve une similitude entre les Figure V-36 et Figure V-37 en termes de tendance de variation des variables d'intérêt. Globalement, un flambage plus important est associé à des contraintes de fermeture plus faibles en pointe de fissure et une plasticité cumulée plus élevée. L'impact du paramètre n est clairement plus important sur toutes les variables de sortie. Les paramètres K et n sont tous deux également moins influents aux températures transitoires. Pour T>1000 °C une forte corrélation est notée pour les paramètres K et n, particulièrement avec les contraintes de fermeture en pointe de fissure et la hauteur de cloque. Des valeurs plus faibles de K et n à haute température dans leurs plages de variation respectives entraînent des contraintes de fermetures moins élevées et un flambage plus important. On note une plus faible corrélation entre le paramètre K à 1000 °C et les contraintes

d'ouverture à l'interface $\sigma_{22}(2)$. Un décalage vers des valeurs plus élevées de hauteur de cloques, supérieures aux prévisions obtenues sur les calculs faisant intervenir une variation du ratio d'écrouissage cinématique C/D et du paramètre de fluage K, est relevé pour les faibles valeurs de n. Le paramètre n est jusqu'ici le plus influent dans sa plage de variation sur la hauteur de flambage.

Le dernier paramètre considéré pour l'étude du comportement viscoplastique de la sous-couche est la limite d'élasticité. On note une variabilité de valeurs identifiées de la limite d'élasticité dans la littérature, Figure V-38.



Figure V-38 – Limite d'élasticité en fonction de la température de la sous-couche non vieillie [1] : (Pan, et al., 2003) ; [2] : (Texier, et al., 2020) ; [3] : (Alam, et al., 2013)

Il est montré dans (Pan, et al., 2003) une augmentation de la limite d'élasticité de la sous-couche aux températures intermédiaires après cyclage thermique équivalent à 28 % de sa durée de vie cyclique en cyclage thermique au four.



Figure V-39 - Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction de la limite d'élasticité de la sous-couche

Les résultats de la Figure V-39 mettent encore une fois en évidence un impact significatif du comportement visco-plastique de la sous-couche sur le flambage de la cloque et l'endommagement de

l'interface, qui sont tous deux amplifiés pour une plasticité cumulée plus élevée, corrélée principalement, à une limite d'élasticité diminuée aux températures maximales du cyclage. La limite d'élasticité aux températures intermédiaires n'a pas d'impact majeur sur les sorties de l'analyse. Des valeurs minimales de la hauteur du flambage sont relevées pour les valeurs élevées de limite d'élasticité aux températures maximales.

Nous avons ensuite considéré le module d'élasticité de la sous-couche. Les travaux dans la littérature montrent une forte variabilité sur la caractérisation du module de Young de la sous-couche dans son état non vieilli, Figure V-40. De plus, les auteurs dans (Pan, et al., 2003) mesurent une augmentation du module de Young de la sous-couche après vieillissement équivalent à 28 % de sa durée de vie cyclique en cyclage thermique au four avec un temps de maintien de 45 min à température maximale. La valeur du module d'Young passe de 117 GPa avant vieillissement à 183 GPa après vieillissement avec une incertitude reportée de ± 20 GPa.



Figure V-40 – Module de Young en fonction de la température de la sous-couche non vieillie [1] : (Pan, et al., 2003) ; [2] : (Texier, et al., 2020) ; [3] : (Alam, et al., 2013)



Figure V-41 - Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du module d'élasticité de la sous-couche

Le flambage est très peu sensible au module de Young de la sous-couche, particulièrement pour les valeurs du module de Young supérieures à ~100 GPa, Figure V-42. Une sensibilité limitée est également relevée sur la plasticité cumulée et sur les contraintes de fermeture relativement aux calculs précédents. On met néanmoins en évidence un impact non négligeable sur l'endommagement décrit par les contraintes normales de traction. On retrouve un niveau élevé de contraintes normales à l'interface dans la zircone pour les faibles valeurs du module de Young de la sous-couche, Figure V-41.



Figure V-42 – Variation de la hauteur de flambage en fonction du module de Young de la souscouche

V.3.2. Sensibilité du modèle au module de Young de la barrière thermique

L'objectif à ce stade est d'évaluer la sensibilité des prévisions de flambage et d'endommagement vis-à-vis du module d'élasticité de la zircone. L'énergie de déformation emmagasinée dans la céramique de même que le flambage sont au premier ordre dépendants des propriétés élastiques de la céramique, (Hutchinson, et al., 1992).

Le module de Young de la barrière thermique est pris indépendant de la température. On peut voir dans la Figure V-43, une augmentation importante du module de Young dans le plan de la barrière thermique en fonction d'une diminution de sa porosité, alors que le module de Young hors plan est peu affecté par l'évolution de la porosité du revêtement.



Figure V-43 – Module de Young dans le plan et hors plan en surface de la barrière thermique EB-PVD YSZ en fonction de la porosité dans le revêtement (Jang & Matsubara, 2005)



Figure V-44 - Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du module d'élasticité de la barrière thermique

La Figure V-44 montre les prévisions de l'analyse en fonction de la variation du module de Young de la zircone. En comparant les Figure V-41 et Figure V-44, on note un effet inverse observé du module de Young sur les paramètres de sortie $\sigma_{22}(1), \sigma_{22}(2)$ et evcum. En d'autres termes, un module de Young élevé de la sous-couche est avantageux pour réduire les contraintes normales à l'interface céramique/oxyde, mais au contraire un faible module de Young de la zircone serait dans ce cas prisé. Toutefois, l'impact du module de Young de la céramique sur les contraintes normales est largement plus significatif pour une même plage de variation que celui observé en faisant varier le module de Young de la sous-couche. La sensibilité de la déformation plastique cumulée et du flambage au module de Young de la zircone est également plus élevée sur une même plage de variation.

Pourtant, les évolutions majeures affectant la céramique au cours de son vieillissement portent sur sa partie supérieure, que ce soit intrinsèquement par frittage de ses colonnettes (Zhao, Wang and Xiao 2006), ou de façon extrinsèque dû à l'infiltration des CMAS. Pour mieux tenir compte de la sensibilité du modèle au vieillissement de la céramique, nous l'avons subdivisée en deux parties d'épaisseurs égales, et seul le module de Young de la partie supérieur a été modifié, celui de la partie inférieure gardant sa valeur nominale de 60 GPa. Cette analyse entraîne donc une modification du système par rapport aux calculs précédents. Les valeurs possibles du module de Young de la partie supérieure (E1) de la céramique sont supérieures à 60 GPa, dans une plage entre 60 et 200 GPa.



Figure V-45 – Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du module d'élasticité de la partie supérieure de la barrière thermique

Une rigidification de la partie supérieure entraine une augmentation du flambage par rapport à une couche de céramique considérée homogène, Figure V-45. On constate une très faible influence du module E1 sur le niveau de contraintes normales à l'interface céramique/oxyde. La plasticité cumulée est très légèrement impactée.

V.3.3. Conclusion

L'étude de sensibilité du modèle présentée dans cette partie nous a d'abord fourni une meilleure compréhension des liens entre les différents paramètres d'entrée étudiés et d'une part le flambage du blister observé expérimentalement, et d'autre part de leur impact sur l'endommagement de l'interface décrit par les contraintes de traction normales à l'interface. En considérant un effet additif des entrées sur le flambage, une valeur maximale du flambage serait obtenue pour des faibles valeurs des paramètres C/D, YS, K et n traduisant respectivement une activation précoce du fluage à haute température et une viscosité amplifiée, une faible valeur des modules de Young de la sous-couche et de la céramique, ainsi qu'une rigidification de la céramique dans sa partie haute. Une importance relative des propriétés de comportement de la sous-couche et de la céramique a pu également être cernée.



Figure V-46 – Diagrammes des écarts relatifs des grandeurs de sortie par rapport à leurs valeurs nominales respectives pour une variation de \pm 50% des paramètres de comportement de la souscouche et de la barrière thermique étudiés

Les diagrammes de la Figure V-46 montrent l'écart relatif des grandeurs de sortie par rapport à leurs valeurs nominales respectives pour une variation de \pm 50% des paramètres de comportement étudiés. Le plus grand écart mesuré sur le flambage est lié à l'exposant n de la loi de fluage de la sous-couche, suivi par la limite d'élasticité de la sous-couche et le module de Young de la barrière thermique. La variabilité maximale de l'endommagement est de loin attribuée au module de Young de la céramique.

V.4. Cinétique d'oxydation réelle

La configuration de calcul #4 (cf. Tableau 13) a été conduite sur 1000 cycles avec la cinétique réelle d'oxydation. Le temps de calcul est alors de 16 jours. L'épaisseur d'oxyde atteinte sur 1000 cycles est de 2,75 µm, contre 5 µm atteints avec la cinétique accélérée d'oxydation sur 10 cycles.

La hauteur de flambage calculée au bout de 1000 cycles du calcul avec la cinétique d'oxydation réelle est de 24,6 µm, contre 16,7 µm atteinte avec la cinétique accélérée pour une même épaisseur de la couche d'oxyde (en fin du deuxième cycle).

Dans la partie IV.1, nous avons présenté les mesures de flambage au bout de 871 cycles S-FCT (cf. Figure IV-9). Par le calcul mené avec la cinétique réelle d'oxydation, la hauteur de cloque au bout de 871 cycles est de 23,5 μ m, et correspond approximativement aux plages de hauteur mesurées expérimentalement.
Pour la même épaisseur d'oxyde atteinte, on observe un niveau bien plus élevé de déformation plastique cumulée dans la sous-couche pour le cyclage avec la cinétique réelle d'oxydation, Figure V-47. Cette différence peut être expliquée par la relaxation des contraintes dans la sous-couche liée à la croissance de l'oxyde. Avec une cinétique réelle, la contrainte liée à la croissance d'oxyde sur un cycle est complètement relaxée par la sous-couche. A l'inverse, avec une cinétique accélérée, la croissance d'oxyde sur un cycle est trop importante et elle n'est que partiellement accommodée par le système.



Figure V-47 – Déformation plastique cumulée dans la sous-couche pour une même épaisseur d'oxyde de 2,75 µm en calcul avec cinétique accélérée et cinétique réelle d'oxydation

V.5. Analyse de l'état mécanique du système barrière thermique sous chargement thermomécanique en phase et hors phase

Présentation du modèle

Cette partie de l'étude se concentre sur une analyse par éléments finis de l'état de contraintes associé à un défaut LASAT introduit sur une éprouvette tubulaire soumise à un chargement en fatigue thermo-mécanique en phase/hors phase. Le modèle éléments finis mis en place ne tient pas compte des déformations de croissance de la couche d'oxyde ou d'une description de la rugosité de l'interface. Il s'agit d'une analyse macroscopique de l'influence de la composante de déformation mécanique imposée pour les deux types de chargement en phase et hors phase (cf. partie IV.2) sur l'état mécanique du système de revêtement et du défaut LASAT.

La représentation explicite du défaut LASAT introduit dans l'éprouvette tubulaire requiert une modélisation en 3D. Le modèle éléments finis est construit en considérant une tranche de 90° de l'éprouvette, Figure V-48. La longueur du modèle de 10 mm correspond à la moitié de la zone utile de l'éprouvette. Le défaut LASAT est choisi d'un diamètre de 3,2 mm identique à celui considéré dans la partie V.1. L'épaisseur du substrat est de 1 mm et celle du dépôt céramique est fixée à 150 µm.



Figure V-48 – Schéma du modèle construit pour l'analyse de l'état de contraintes du défaut LASAT pour les essais TMF-IP et TMF-OP

Le maillage est composé de prismes quadratiques (C3D15) et comporte 95 000 degrés de liberté. La taille de maille est réduite au niveau du front de fissure, Figure V-49. Loin de la pointe de fissure, le substrat est constitué de cinq éléments dans son épaisseur, le dépôt céramique de 3 éléments, la couche d'oxyde et la sous-couche sont chacune constituées de deux éléments dans l'épaisseur. La zone du maillage contenant la cloque est construite par révolution de 90° du maillage sur la face ZZ0 avant l'introduction du rayon de courbure de l'éprouvette, avec une discrétisation de 20 éléments

sur la révolution. Les faces XX0, YY0 et ZZ0 représentent trois plans de symétrie, les déplacements U_x , U_y et U_z y sont respectivement nuls.



Figure V-49 – Maillage éléments finis du modèle 3D du défaut LASAT sur une l'éprouvette de fatigue TMF

On suppose que la déformation axiale est uniforme dans la zone utile et égale à celle mesurée par l'extensomètre de contrôle. Le déplacement total, correspondant à la somme de la déformation thermique et de la déformation mécanique de $\pm 0,4\%$, est imposé aux nœuds de la face ZZ1. La déformation thermique est calculée à travers un calcul de stabilisation thermique préalable au calcul thermo-mécanique. Le champ de température est supposé homogène. On ignore la présence d'un éventuel gradient thermique dans l'épaisseur, qui de toute façon n'est pas mesuré expérimentalement. Le calcul cyclique thermo-mécanique est mené sur 10 cycles.

Un modèle de comportement anisotrope du substrat à symétrie cubique est considéré. Le champ de contraintes inélastique est simulé par une loi de comportement en plasticité cristalline. Nous ne testerons pas l'influence de la désorientation principale, car nous ne possédons pas de données expérimentales. Nous supposons que l'axe de l'éprouvette est coïncident avec la direction cristallographie <100> et les deux faces de symétries XX0 et YY0 de la tranche correspondent aux orientations secondaires <001> et <011>. Nous utiliserons les composantes du tenseur des contraintes exprimées en repère cylindrique (r, θ , z) pour analyser l'état mécanique résultant de l'application des deux types de cycles thermo-mécaniques, en phase et hors phase.

V.5.1. Etat de contraintes dans le substrat

Les cycles contrainte-déformation axiales en fatigue mécano-thermique en phase et hors phase reproduits sur les 10 cycles sont présentés à la Figure V-50. La contrainte axiale σ_{zz} est moyennée dans le substrat sur la zone utile. Nous retrouvons le phénomène de relaxation cyclique des contraintes à haute température, observé expérimentalement (cf. Figure IV-15 et Figure IV-20), particulièrement significatif au premier cycle de chargement, et qui tend à faire revenir la contrainte moyenne vers zéro. La relaxation d'une partie des contraintes à haute température génère des contraintes non nulles dans le substrat à basse température, de compression dans le cas de la sollicitation mécanique de type en phase, et de traction dans le cas du chargement type hors phase.



Figure V-50 - Cycles contraintes-déformations axiales obtenus dans le substrat par simulation éléments finis sur dix cycles de vieillissement en fatigue thermo-mécanique a) en phase et b) hors phase

Les profils d'évolution cyclique des contraintes orthoradiales $\sigma_{\theta\theta}$ selon les deux orientations secondaires <001> et <011> sont très proches, Figure V-51. Il semble donc y avoir peu d'effet de l'anisotropie sur le comportement cyclique. Les contraintes sont positives et légèrement plus élevées à basse température selon la direction <011>. Elles restent positives en fonction de la température dans le cas du cycle en phase. Dans le cas du cycle hors phase, elles chutent plus rapidement durant la montée en température et sont négatives à haute température du cycle. En effet, le modèle prévoit des contraintes d'origine thermique dans le substrat à basse température d'environ 40 MPa, et la traction axiale imposée par le cycle « en phase » durant la montée en température induit une composante de compression orthoradiale qui va freiner le retour à zéro des contraintes orthoradiales à température maximale. Inversement, la compression axiale appliquée dans le cas du cycle hors phase pendant la montée en température induit une traction orthoradiale qui va accélérer le retour à charge nulle et induire des faibles contraintes de compression à haute température.



Figure V-51 – Evolution cyclique des contraintes orthoradiales dans le substrat sur dix cycles de vieillissement en fatigue thermo-mécanique a) en phase et b) hors phase

V.5.2. Etat de contraintes dans le dépôt céramique

Les contraintes axiales σ_{zz} tracées sur la Figure V-52 sont moyennées sur toute la partie adhérente de la céramique, et les contraintes orthoradiales $\sigma_{\theta\theta}$ sur la Figure V-53 moyennées sur la partie adhérente dans l'orientation correspondante. Les courbes des Figure V-52 et Figure V-53, mettent en évidence

un niveau de contraintes dans le plan, dans les directions axiale et orthoradiale, similaire à basse température pour les deux types de chargement. Le chargement étant imposé en déformation, l'état de contraintes dans le substrat semble avoir peu d'influence sur l'état mécanique du revêtement. En revanche, durant les transitoires et à haute température, la déformation mécanique imposée entraîne progressivement une modification drastique de l'état de contraintes dans le revêtement.

Les contraintes axiales dans la barrière thermique en cyclage en phase et hors phase sont comparées aux contraintes résiduelles dans la céramique en vieillissement thermique en configuration axisymétrique, Figure V-52.



Figure V-52 – Comparaison de l'évolution cyclique des contraintes axiales dans la couche céramique sur dix cycles de vieillissement en fatigue thermo-mécanique en phase et hors phase

Dans le cas du cycle hors phase, les contraintes axiales de compression à basse température σ_{zz} évoluent peu cycliquement. En effet, la décharge des contraintes de compression d'origine thermique dans la céramique durant la montée en température, est compensée par sa mise en compression progressive par déformation mécanique imposée. Au contraire, dans le cas du cycle en phase, la déformation axiale imposée est positive, et conduit à un retour accéléré des contraintes σ_{zz} à zéro et la mise en traction de la céramique à haute température, au-dessus de 600 °C. Les courbes d'évolution des contraintes orthoradiales $\sigma_{\theta\theta}$ selon <001> et <011> sont très similaires et affichent des tendances opposées à celles des contraintes axiales, avec des niveaux de contraintes plus faibles à haute température. Elles sont négatives sur tout le cycle « hors phase », contrairement au cyclage en phase pour lequel une composante de traction s'ajoute aux déformations thermiques de la céramique dans la direction orthoradiale, de sorte que le niveau de contraintes de compression est plus faible et passe en traction à haute température, Figure V-53.



Figure V-53 – Evolution cyclique des contraintes orthoradiales dans la couche céramique sur dix cycles de vieillissement en fatigue thermo-mécanique selon les orientations a) <001> et b) <011>

V.5.3. Etat de contraintes dans le blister

L'orientation cristalline secondaire des éprouvettes étant inconnue à réception, nous ignorons la localisation du défaut LASAT par rapport aux axes secondaires du substrat. Les courbes d'évolution des contraintes ne montrant pas d'influence significative de l'orientation sur l'état de contrainte, nous supposons dans le modèle que le centre de la cloque coïncide avec la direction secondaire <010>.

Nous étudions l'état mécanique local au sommet de la cloque et sur le front de délaminage en positions P_{θ} et P_z en pointe de fissure sur les ensembles d'éléments $P_{\theta}1$ et P_z1 schématisés sur la Figure V-54, à la même position mais en surface de la couche céramique en $P_{\theta}2$ et P_z2 .



 $\label{eq:Figure V-54-Schématisation} \mbox{ des pointes de fissure } P_{\theta} \mbox{ et } P_z \mbox{ sur le front de délaminage, et des ensembles } P1, P2 \mbox{ et } P3 \mbox{ analysés}$

Le flambage de la cloque dans la direction axiale est piloté par les contraintes σ_{zz} , alors que dans la direction orthogonale à l'axe de sollicitation, il est piloté par les contraintes orthoradiales $\sigma_{\theta\theta}$. La Figure V-55 montre l'évolution cyclique des contraintes σ_{zz} en P_z2 et $\sigma_{\theta\theta}$ en P_{θ}2.



Figure V-55 – Evolution cyclique des contraintes a) σ_{zz} P_z2 et b) $\sigma_{\theta\theta}$ en P_{θ}2 en surface de la barrière thermique à l'aplomb de la pointe de fissure

En comparant les Figure V-53 et Figure V-55 on constate une amplification des contraintes en amont de la pointe de fissure à basse température du cycle du fait du flambage de la céramique, tandis qu'au sommet de la cloque en P3 sur la Figure V-56, on note une diminution des contraintes du fait de la

flexion de la céramique. Puisque les contraintes de compression axiale σ_{zz} sont diminuées en P3, la composante de déformation de compression en TMF-OP entraine un accroissement des contraintes de compression en fonction de la température.



Figure V-56 – Evolution cyclique des contraintes a) σ_{zz} et b) $\sigma_{\theta\theta}$ en P3 au sommet du blister

L'état de contrainte dans le blister permet d'apporter une première explication quant aux manifestations de l'endommagement observées expérimentalement. Les résultats de la partie expérimentale ont montré une propagation significative du délaminage en cyclage hors phase selon l'axe de sollicitation, contrastant avec une propagation très faible selon la direction orthoradiale. En cyclage en phase, une fissuration précoce se produit au sommet de la cloque orthogonalement à l'axe de sollicitation mécanique, sans évolution appréciable de la zone délaminée au cours des cycles de l'essai. Ainsi, les contraintes de compression σ_{zz} élevées dans la céramique et en sommet du blister tout au long du cycle TMF-OP, entraineraient une accélération de l'endommagement dans la direction de sollicitation, par rapport à la direction orthoradiale. En revanche, les contraintes de traction σ_{zz} qui se développent à haute température du cycle TMF-IP provoqueraient la fissuration de la céramique. Le flambage par compression de la couche de céramique étant le phénomène le plus critique sur la durée de vie des barrières thermiques, l'état de contraintes du dépôt céramique montre un endommagement qui serait plus important selon la direction orthoradiale en cyclage TMF-IP.

Les Figure V-57 et Figure V-58 montrent respectivement l'évolution cyclique des contraintes dans le plan σ_{zz} et $\sigma_{\theta\theta}$, et l'évolution des contraintes radiales en pointes de fissure P₀1 et P_z1. Ces courbes montrent une variation de l'état mécanique en pointe de fissure entre les cycles TMF-IP et TMF-OP, non observée sur les autres courbes, en raison d'une plasticité accentuée de la sous-couche en pointe de fissure. Les courbes d'évolution cyclique des contraintes axiales σ_{zz} dans la sous-couche sont montrées dans la Figure V-59, et indiquent une importante relaxation des contraintes à haute température au premier cycle de chargement. Cette relaxation entraine des états mécaniques de la sous-couche est en compression à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise à des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise a des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise a des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soumise a des fortes contraintes de traction à basse température du cycle TMF-IP et soum



Figure V-57 – Evolution cyclique des contraintes a) σ_{zz} et b) $\sigma_{\theta\theta}$ respectivement en pointes de fissure P_z1 et P₀1 pointe de fissure



Figure V-58 – Evolution cyclique des contraintes radiales σ_{rr} respectivement en pointes de fissure a) P_z1 et b) P_{θ}1



Figure V-59 – Comparaison de l'évolution cyclique des contraintes σ_{zz} dans la sous-couche

Les cartographies de déformation plastique cumulée (Figure V-60) montrent comme l'on pouvait s'y attendre, une plasticité cumulée supérieure en cyclage TMF-OP, mais également, une localisation différente du maximum de plasticité sur le front de fissure. Dans le cas d'un chargement de type en phase, la valeur maximale est atteinte selon la direction orthogonale à l'axe de sollicitation, alors qu'en chargement type hors phase, la plasticité cumulée maximale se localise au niveau de la pointe de fissure selon la direction du chargement, là où les contraintes de compression sont maximales au cours de cycle.



Figure V-60 – Champs de déformation plastique cumulée dans la sous-couche au bout de 10 cycles a) TMF-IP et b) TMF-OP

L'analyse éléments finis menée sur le système soumis à un chargement thermique cyclique en modélisation axisymétrique a montré que l'introduction de la croissance d'oxyde et d'une ondulation de l'interface modifie considérablement les contraintes aux interfaces du revêtement. Un couplage entre la simulation de croissance de l'oxyde et la modélisation d'une ondulation de l'interface, tout en tenant compte du comportement plastique de la sous-couche, rend compte des forces motrices du phénomène de rumpling par une augmentation considérable du niveau de contraintes aux interfaces céramique/oxyde et oxyde/sous-couche et une amplification de la plasticité de la sous-couche. La déformation de compression appliquée en cyclage TMF-OP aura donc pour effet d'accentuer ce phénomène conditionné par les contraintes de compression subies par la couche d'oxyde. L'endommagement serait ainsi accentué dans la direction de sollicitation en cyclage TMF-OP par rapport au cyclage TMF-IP pour lequel l'endommagement serait principalement accéléré selon la direction orthogonale au chargement mécanique, tous deux plus endommageant qu'un vieillissement en fatigue thermique. Par manque de temps, des observations en coupe des éprouvettes testées n'ont pas pu être réalisées. Toutefois, des données de mesure de rugosité sur coupe sont disponibles dans la thèse de (Soulignac, 2014), et permettent d'apprécier une rugosité moyenne plus élevée sur des éprouvettes vieillies en fatigue thermo-mécanique que celles relevées sur des échantillons vieillis en fatigue thermique, Figure V-61.



Figure V-61 - Évolution de la rugosité moyenne de la couche d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique et en fatigue thermo-mécanique en phase et complexe, (Soulignac, 2014)

V.6. Analyse de l'influence d'un gradient thermique dans l'épaisseur du revêtement

L'objectif de cette partie est d'évaluer l'influence du gradient thermique dans l'épaisseur du revêtement sur son état mécanique et celui du blister à l'interface TC/TGO du revêtement, à travers une modélisation du système complet comprenant une simulation des déformations de croissance de la couche d'oxyde et une ondulation sinusoïdale de celle-ci pour tenir compte de l'irrégularité de l'interface (modèle #4). Nous faisons l'hypothèse d'un comportement élastique isotrope pour la BT, l'oxyde et le substrat. Le comportement de la sous-couche est élasto-viscoplastique, défini par une loi d'écoulement plastique de type Norton présentée dans la partie V.1.3.

On considère d'abord des durées de transitoires thermiques identiques à celle du cycle à température homogène considéré dans la partie V.2. Les températures de 1200 °C en surface de la céramique et de 1050 °C à la surface libre du substrat sont imposées durant le maintien à haute température. Ces valeurs correspondent aux mesures expérimentales obtenues au cours des essais de cyclage thermique à gradient au banc à flamme (IV.3.2). La température de surface de la céramique correspond à la mesure pyromètre qui est une moyenne obtenue sur une zone circulaire de 10 mm de diamètre au centre de la surface du pion. La température à la surface du substrat correspond à la mesure obtenue par un thermocouple inséré à 1.5 mm de l'interface. Cette distance correspond à l'épaisseur du substrat considérée dans le modèle. Nous faisons donc ici l'hypothèse d'une température imposée uniforme en surface de la barrière thermique, sans tenir compte du gradient de température dans le plan observé par thermographie infrarouge et des températures localement plus élevées en surface à l'aplomb des zones délaminées.

Un calcul thermique de conduction est d'abord réalisé, puis un transfert du champ de température est effectué aux points de gauss du maillage à chaque pas de temps du calcul mécanique à gradient, mené sur 10 cycles. Le maillage utilisé pour le calcul thermique est le même que celui présenté en partie V.1.1, à l'exception d'un complément de maillage de la zone en-dessous de la cloque pour laquelle on attribue la conductivité thermique de l'air. Une première séquence de refroidissement est imposée à partir de 1100 °C, température de dépôt pour laquelle les contraintes sont considérées nulles.

Le champ de température obtenu durant le maintien à température maximale du cycle est montré dans la Figure V-62. La température calculée obtenue à l'interface durant le maintien à chaud est de 1100 °C, identique à celle imposée en cyclage homogène en température.



Figure V-62 – Distribution de température durant le temps de maintien du cycle « Standard » à gradient

V.6.1. Cycle « standard »

Le gradient de température dans l'épaisseur du revêtement qui augmente durant le chauffage et s'installe à haute température du cycle, induit un gradient de contraintes de compression σ_{11} dans l'épaisseur du revêtement. Ce gradient entraine un niveau de contraintes de compression dans toute l'épaisseur du dépôt céramique plus élevé à chaud par rapport au cycle à température homogène, Figure V-64. Les Figure V-65 et Figure V-66 montrent respectivement l'évolution des contraintes σ_{11} au premier cycle, et sur les dix cycles de chargement, évaluées en surface de la céramique, et les contraintes σ_{11} à l'interface TC/TGO dans la céramique, au pic d'ondulation en pointe de fissure et au creux adjacent. Le comportement de la céramique étant considéré purement élastique, nous observons un niveau de contraintes dans le plan de la barrière thermique sensiblement identique pour les deux types de chargement au retour à basse température du cycle. A l'interface, le niveau de contraintes est légèrement moins élevé en cyclage à gradient.



Figure V-63 – Champ de contraintes σ_{11} a) à 1100 °C et b) à 100 °C au premier cycle S-FCT



Figure V-64 – Champ de contraintes σ_{11} a) à T_{max} et b) à 100 °C au premier cycle BR standard



Figure V-65 – Evolution a) cyclique et b) au premier des cycles des contraintes σ_{11} en surface de la couche céramique



Figure V-66 – Evolution au premier cycle des contraintes σ_{11} a) en pic de rugosité au pointe de fissure et b) au creux adjacent

Les contraintes normales à l'interface en pointe de fissure, négatives et positives respectivement au creux de l'ondulation en pointe de fissure et au pic adjacent, sont légèrement plus élevées dans le cas du cycle à gradient, Figure V-67. Cette légère augmentation est à mettre en relation avec une faible augmentation de la plasticité de la sous-couche, Figure V-68. En effet, durant les transitoires

thermiques et le maintien à chaud, les températures plus élevées à la surface du revêtement que dans la région proche de l'interface, entraîne une mise en traction de la sous-couche. Il en résulte une plasticité cumulée légèrement plus élevée. Toutefois, la différence reste faible, et la Figure V-69 montre que le calcul ne permet pas d'expliquer la croissance plus importante du flambage observée expérimentalement en condition de gradient thermique par rapport au cyclage à température homogène (cf. partie IV.4).



Figure V-67 – Evolution des contraintes σ_{22} normales à l'interface a) en pic de rugosité au pointe de fissure et b) au creux adjacent



Figure V-68 – Enveloppe de l'évolution de la déformation plastique cumulée dans la sous-couche au cours des cycles de chargement S-FCT idéal et BR standard



Figure V-69 – Enveloppe de l'évolution de la hauteur du flambage du blister au cours des cycles de chargement S-FCT idéal et BR standard

Cependant, le calcul ne tient pas compte des mécanismes de frittage et de fluage de la barrière thermique à haute température, spécialement prononcés dans la partie supérieure des colonnettes où la porosité du dépôt est plus élevée. Les effets de frittage et de fluage à haute température (T > 1100 °C) sont reconnus être préjudiciables aux performances du revêtement barrière thermique. Ils peuvent d'une part entraîner une augmentation considérable de la conductivité thermique de la céramique et ainsi conduire à une augmentation de la température d'interface et par conséquent à une augmentation de la cinétique d'oxydation. D'autre part, ils peuvent non seulement entraîner une augmentation considérable du revêtement provoquer fissurations et écaillages du revêtement, (Zhu & Miller, 2000).

Ainsi, le module de Young du revêtement augmente avec le temps passé à température maximale, dans des conditions de flux thermique élevé comme c'est le cas au banc à flamme, en raison du phénomène de frittage et de la densification résultante du revêtement, entraînant ainsi une augmentation des contraintes dans la céramique. Les contraintes thermiques générées peuvent également être relaxées par fluage. Les auteurs montrent dans (Zhu & Miller, 2000) à travers une modélisation des effets de frittage et de fluage dans un revêtement barrière thermique épais soumis à un gradient dans son épaisseur, une évolution différente des contraintes en fonction de la distance à la surface du revêtement, avec une relaxation des contraintes significatives dans la partie supérieure. Ainsi, si nous tenons compte d'une relaxation des contraintes dans la barrière thermique à haute température, le niveau de contraintes dans le plan de la céramique récupéré à basse température sera supérieur en cyclage à gradient par rapport au cyclage à température homogène, puisque l'amplitude de déformation thermique au refroidissement y est plus importante, et cela d'autant plus que la température dans la barrière thermique est élevée, donc maximale à sa surface. Les auteurs montrent dans (Levi, Hutchinson, & Vidal-Sétif, 2012) que le taux de restitution d'énergie est plus élevé en présence d'un gradient dans l'épaisseur de la barrière thermique. Pour ce faire, une approche analytique simplifiée d'évaluation du taux de restitution d'énergie par le calcul de l'énergie élastique stockée par unité de surface est utilisée, en admettant que les contraintes dans le revêtement sont totalement relaxées à haute température du cycle.

Les résultats de ce paragraphe montrent que le gradient modélisé a peu d'influence sur l'endommagement de l'interface. La propagation accélérée du délaminage observée expérimentalement en conditions de gradient (BR2-slow ou BR2-fast) par rapport au cycle S-FCT serait donc principalement pilotée par une augmentation de l'énergie élastique dans le revêtement disponible à l'avancée du délaminage liée à une augmentation du module de Young de la céramique

par frittage et à une relaxation des contraintes à haute température par fluage, l'endommagement de l'interface restant donc principalement piloté par sa température et par la capacité de la sous-couche à relaxer les contraintes normales à la rugosité. On en déduit que les propriétés de fluage de la céramique à haute température seraient ici nécessaires pour décrire la croissance plus importante du flambage en conditions de gradient.

V.6.2. Cycles banc à flamme

Les transitoires thermiques considérés dans le cycle « idéalisé » simulé, ne représentent pas fidèlement les conditions appliquées sur les essais au banc à flamme, pour lesquels la chute de température s'opère plus rapidement, pour les deux vitesses de refroidissement testées (cf. partie IV.3.2). Les résultats de la partie expérimentale montrent un effet majeur de la vitesse de refroidissement sur la propagation du délaminage et l'écaillage de la barrière thermique. Différents travaux de la littérature suggèrent que les conditions de refroidissement du système barrière thermique lorsqu'il est soumis à un vieillissement thermique sous gradient de température, peuvent affecter considérablement la répartition des contraintes dans le revêtement, (Limarga, et al., 2011; Vidal-Setif, et al., 2012). Nous allons donc envisager un scénario plus représentatif en se rapprochant des transitoires thermiques imposées expérimentalement. Les deux cycles BR-slow et BR-fast présentés dans la Figure V-70 sont ici considérés.



Figure V-70 – Cycles banc à flamme simulés BR-fast et BR-slow respectivement à forte et faible vitesse de refroidissement

Les Figure V-71 et Figure V-72 montrent l'évolution cyclique et l'évolution temporelle au premier cycle des contraintes dans le plan de la barrière thermique soumise aux cycles BR-slow et BR-fast moyennées en surface de la barrière thermique et l'évolution temporelle au premier cycle des contraintes σ_{11} à l'interface TBC/TGO en creux et pic d'ondulation en pointe de fissure. L'état de contraintes est le même au premier cycle sur les segments de chauffage et de maintien à haute température, puisqu'ils sont réalisés sous les mêmes conditions. Les différences se produisent lors du refroidissement.



Figure V-71 – Comparaison de l'évolution cyclique des contraintes σ_{11} en surface de la couche céramique en cyclage à gradient standard, BR-slow et BR-fast



Figure V-72 - Comparaison de l'évolution au premier cycle des contraintes σ_{11} a) en surface de la couche céramique et b) en pointe de fissure et b) au creux adjacent, en cyclage à gradient standard, BR-slow et BR-fast

Aux premiers instants de refroidissement, la température de surface de la couche céramique chute rapidement par rapport à celle du substrat dans le cas du cycle BR-fast. A la fin du palier à haute température, la différence de température entre la surface de la céramique et l'interface TBC/TGO est de 150 °C (Figure V-73) et pendant les premiers instants de refroidissement, cette différence chute a - 60 °C dans le cas du cycle BR-fast. Pour le cycle BR-slow, une augmentation de $\Delta T a 170$ °C a lieu au début du refroidissement, puisque la flamme n'est pas retirée, mais son débit est diminué.



Figure V-73 – Comparaison de l'évolution de la différence de température ΔT entre la surface de la couche céramique et la température imposée en surface du substrat sur les cycles BR-fast et BR-slow

L'importante chute de température dans le cas du cycle BR-fast génère des contraintes de traction à la surface du revêtement de l'ordre de 70 MPa, Figure V-72 a). Au contraire, dans le cas du cycle BR-slow, une augmentation des contraintes de compression dans la céramique se produit au refroidissement (Figure V-71). De plus, en admettant une relaxation des contraintes dans le plan de la

barrière thermique à haute température, les contraintes de traction produites par la chute de température dans le cas du cycle BR-fast mettront la céramique purement en traction au début du refroidissement dès le premier cycle, et d'autant plus que la température de surface de la céramique est élevée, pouvant entraîner une fissuration transverse de la céramique. Un état de contrainte de traction est la principale force motrice pour la croissance verticale des fissures dans la céramique largement observée en cyclage à gradient thermique, Figure V-74. Au fur et à mesure que le refroidissement se poursuit, les contraintes de compression augmentent à nouveau dans tout le dépôt céramique du fait de la dilatation thermique plus élevée du substrat métallique épais.







L'état mécanique de la céramique pendant le refroidissement dépend donc fortement de la vitesse de refroidissement.

La courbe enveloppe de la plasticité cumulée en fonction du nombre de cycles, Figure V-75 montre que la plasticité cumulée est moins importante en cyclage BR-slow par rapport au cyclage BC-fast, bien que la croissance d'oxyde soit légèrement plus rapide en cyclage BR-slow où le temps passé à haute température est plus long. Dans le cas du cycle BR-fast le niveau de plasticité avoisine celui du cycle «standard», bien que le temps de maintien à haute température soit plus long, et donc la croissance d'oxyde plus importante sur ce dernier.



Figure V-75 – Enveloppe de l'évolution de la déformation plastique cumulée de la sous-couche au cours des cycles BR standard, BR-slow et BR-fast

La Figure V-76 montre l'évolution au premier cycle des contraintes hors plan en pointe de fissure, et les contraintes d'ouvertures en concavité adjacente. On remarque la forte influence du temps passé à haute température sur le niveau de contraintes normales à la rugosité à l'interface à la fin du cycle, en

comparant le cycle « standard » aux cycles BR-slow et BR-fast. Cependant le niveau de contraintes au refroidissement est légèrement plus élevé en cyclage BR-slow par rapport au cyclage BR-fast.



Figure V-76 – Comparaison de l'évolution au premier cycle des contraintes σ_{22} à l'interface a) au pic en pointe de fissure et b) au creux adjacent, en cyclage à gradient standard, BR-slow et BR-fast

Toutefois, un calcul mené sur dix cycles avec la cinétique réelle d'oxydation montre un niveau de contraintes normales à l'interface plus élevé dans le cas du cycle BR-fast, Figure V-77 et Figure V-78. Cela signifie que la différence observée sur la Figure V-76 est liée à la cinétique d'oxydation plus élevée en BR-slow, ici dominante puisque la cinétique d'oxydation est accélérée. En outre, on observe que l'accélération de l'oxydation conduit à une très forte surestimation des contraintes.

Enfin, la Figure V-79 montre une légère augmentation du flambage en cyclage BR-fast par rapport au cyclage BR-slow. La différence plus prononcée observée expérimentalement au niveau du flambage entre les cycles BR-slow et BR-fast pourrait être plus visible sur un calcul avec une cinétique d'oxydation non-accélérée.



b)





Figure V-78 – Enveloppe de l'évolution cyclique des contraintes hors plan en creux de rugosité avec a) cinétique accélérée et b) avec la cinétique réelle de croissance de l'oxyde



Figure V-79 – Enveloppe de l'évolution de la hauteur du flambage du blister au cours des cycles de chargement S-FCT idéal et BR standard

Ainsi, l'endommagement de l'interface semble plus sévère pour des transitoires thermiques plus importants. Aussi, les fissurations transversales très susceptibles de se produire en cyclage BR-fast peuvent se propager rapidement vers l'interface et initier un délaminage précoce.

V.6.3. Conclusion

Les résultats de cette partie permettent de mieux comprendre la propagation accélérée du délaminage observée sur les échantillons cyclés sous gradient thermique, à deux vitesses de refroidissement différentes et sous un champ de température uniforme. Le phénomène de frittage est essentiel pour expliquer l'accélération de l'endommagement macroscopique (délaminage interfacial, fissuration de la céramique, écaillage du revêtement), observée en cyclage au banc à flamme par rapport au cyclage au four à température homogène. Il est responsable d'un niveau de contraintes plus élevé dans la céramique conduisant à un délaminage accéléré et accompagné d'une fissuration du revêtement. Ces deux phénomènes sont rapidement visibles expérimentalement pour les deux vitesses de refroidissement étudiées. L'endommagement de l'interface, principalement piloté par le phénomène de rumpling et la coalescence de micro-fissures interfaciales est peu affecté par le gradient de températures à travers la barrière thermique mais est accéléré par une vitesse de transitoire thermique élevée. Les vitesses élevées des transitoires thermiques, telles que imposées sur le cycle BR-fast, conduisent d'une part à une augmentation de l'endommagement lié à une déformation plastique plus importante de la sous-couche et des contraintes normales à l'interface plus élevées, ce qui explique la croissance accélérée du flambage. D'autre part cet effet est corrélé à la génération de contraintes transversales de traction accrues dans la couche céramique pouvant se propager rapidement vers l'interface et accélérer le délaminage. La formation et la propagation des fissurations dans la céramique n'ont pas été étudiées dans le cadre de la thèse.

Enfin, le phénomène de frittage de la céramique se produisant pour des températures supérieures à 1100 °C (Lughi, et al., 2004) et conduisant à une rigidification de la céramique qui entraîne systématiquement une augmentation des contraintes dans le plan de la céramique et une croissance plus importante du blister (cf. partie V.3.2). Les températures élevées relevées au niveau des cloques accentuent localement le phénomène de frittage, qui peut alors favoriser l'écaillage local et la fissuration précoce des cloques observées en condition de gradient par rapport à un chargement homogène en température.

Conclusion générale et perspectives

Cette étude a permis d'explorer l'applicabilité de la méthode de caractérisation de l'évolution d'un pré-défaut d'interface introduit par choc laser sous différentes conditions de sollicitations thermo-mécaniques. Il a été montré que cette technique offre un suivi robuste de l'endommagement macroscopique associé au défaut introduit, in situ ou par essais interrompus en conditions de sollicitations complexes représentatives des chargements en service, notamment en cyclage thermique, en cyclage au banc à flamme ou en cyclage thermo-mécanique. Des mesures non destructives de l'évolution du cloquage et du délaminage interfacial ont été réalisées respectivement par profilomètre optique ou stéréo-corrélation et par thermographie infrarouge pour les différentes conditions de chargement. Les résultats mettent en évidence le gain notable qu'offre la forte sensibilité de la méthode à détecter finement l'effet des différents paramètres de chargement. La cinétique de propagation du délaminage ainsi que les caractéristiques de l'évolution du pré-défaut sont caractérisés et montrent la forte influence de la déformation mécanique, du gradient thermique appliqué et de la vitesse de refroidissement.

En fatigue thermique au four, l'évolution du pré-défaut se caractérise par un flambage et une propagation de la zone délaminée sans aucun écaillage observé jusqu'à 2015 cycles. Cette évolution mesurée est liée intrinsèquement au vieillissement de l'interface céramique/oxyde, il se caractérise par la germination, la croissance et la coalescence de cavités à l'interface.

Sous chargement thermo-mécanique, les observations sont différentes le signe de la déformation cyclique appliquée au substrat. Une déformation mécanique positive appliquée au substrat à haute température (cycle « en phase ») va provoquer des fissurations orthogonales à la sollicitation. Par contre les essais correspondant à une déformation négative du substrat à haute température (cycle « hors phase ») présentent un mécanisme d'endommagement macroscopique similaire à celui observé en oxydation cyclique, un flambage accompagné du délaminage, mais plus sévère, et prononcé dans la direction de sollicitation mécanique.

Au banc à flamme, une combinaison des phénomènes de cloquage, de propagation du délaminage et de fissuration de la céramique est observée, et sont plus précoces pour une vitesse de refroidissement plus élevée.

Par ailleurs, le pré-défaut introduit par LASAT aide à définir un modèle éléments finis robuste connaissant la localisation de la décohésion à l'interface et les dimensions du défaut introduit. Nous avons tout d'abord cherché à comprendre les moteurs de l'évolution de l'état mécanique du blister et des forces motrices de la fissuration interfaciale associées. Ceci se traduit expérimentalement par la croissance du flambage avant l'apparition d'un délaminage, à travers une étude numérique basée sur l'analyse du cloquage d'un défaut d'interface initial en cyclage thermique.

Nous montrons que l'amplification du phénomène de flambage est liée à une modification des conditions aux limites du blister à travers le développement d'une rotule « plastique » corrélée à la combinaison de facteurs d'endommagement intrinsèques, notamment les déformations de croissance dans l'oxyde et une augmentation de la localisation des déformations plastiques dans la sous-couche liée à la rugosité interfaciale locale. Il a ainsi été montré que les forces motrices du rumpling à l'échelle microscopique sont également les moteurs du cloquage à l'échelle macroscopique, un mode de ruine majeur des systèmes barrières thermiques connu sous « buckling-driven delamination ».

Ensuite, nous avons étudié l'effet des différents paramètres de chargement thermo-mécanique sur l'état mécanique du blister. L'effet d'une déformation mécanique du substrat est analysé à l'aide d'un modèle 3D macroscopique qui s'est montré suffisamment sensible pour corréler les résultats expérimentaux aux forces motrices de l'endommagement intrinsèque. Ainsi, l'analyse de l'effet du gradient dans l'épaisseur du système barrière thermique montre une forte influence de la vitesse de refroidissement imposée sur l'état mécanique de la céramique : des vitesses de refroidissement élevées résultent en une mise en traction de la céramique dans les premiers instants du refroidissement. Toutefois, ces résultats montrent qu'il est nécessaire d'introduire l'effet du phénomène de frittage et d'un comportement en fluage de la céramique à haute température pour rendre compte du cloquage accéléré et par conséquent d'une cinétique de délaminage plus élevée, observée en conditions de gradient au banc à flamme.

La poursuite de ce travail pourrait porter sur les axes suivants :

- L'étude de sensibilité du modèle présentée permet des possibilités d'identification par approche inverse de paramètres de comportement du système difficiles à caractériser, en particulier, la caractérisation du comportement cyclique à haute température de la sous-couche. Toutefois, le modèle reste limité par l'emploi d'une cinétique de croissance accélérée. Il est montré que la cinétique d'oxydation influence particulièrement la plasticité de la sous-couche pour une même épaisseur d'oxyde atteinte en cyclage thermique. Une solution proposée consiste à adapter la loi de fluage de la sous-couche à la cinétique accélérée apparente de l'oxyde, de façon à obtenir la même plasticité cumulée par rapport au cas de référence avec une cinétique réelle. Une identification directe à travers la vraie cinétique présente des coûts de calculs importants, mais peut être menée sur un nombre réduit de cycles puisque le flambage, de même que le rumpling apparaissent dès la première centaine de cycles. Il peut être possible d'envisager une extrapolation du calcul sur une centaine de cycles pour l'identification de l'évolution de paramètres de comportement en fonction du vieillissement. Aussi, des approches de modélisation avec submodèle qui ne sont pas développées ici pourraient permettre de limiter le coût de calcul.
- Il est nécessaire d'améliorer l'analyse des effets de gradients de température (dans l'épaisseur et puis étendre l'analyse aux gradients dans le plan). La céramique est soumise à des températures très élevées et nous trouvons indispensable de modéliser le rôle du phénomène de frittage/fluage dans la céramique.
- Les cinétiques de délaminage et d'apparition d'écaillage sont facilement accessibles par la méthode de caractérisation mise en place. La méthode de suivi de défaut LASAT offre une perspective évidente de construction d'un modèle prévisionnel de durée de vie. Les résultats numériques montrent une augmentation du taux de restitution d'énergie liée au phénomène de rumpling et de croissance d'oxyde. Les paramètres de chargement thermo-mécaniques ajoutent une contribution au rumpling mais modifient également l'état mécanique dans le revêtement, pouvant accélérer ou limiter le délaminage (mise en traction du revêtement). Il en est de même pour le gradient thermique et la vitesse de refroidissement où il convient d'améliorer la modélisation du comportement de la céramique. Nous pouvons ainsi proposer un modèle de durée de vie basé sur une loi de propagation cyclique, fonction du taux de restitution d'énergie. Les méthodes de calcul du taux de restitution d'énergie n'ont pas pu être pleinement exploitées,

toutefois les méthodes énergétiques (par exemple la méthode G- θ d'extension virtuelle de front de fissure) sont à privilégier par rapport aux méthodes plus locales de calcul par extrapolation de déplacements en pointe de fissure. Une solution plus simple serait d'utiliser une expression semi-analytique du taux de restitution d'énergie en fonction du moment de flexion (Hutchinson, et al., 1992) qui s'avère sensible sinon à l'endommagement, du moins à l'état mécanique local du système.

Références bibliographiques

Alam, M., Kamat, S., Jayaram, J. & Das, D., 2013. Tensile behavior of a free-standing Pt-aluminide (PtAl) bond coat. *Acta Materialia*, 61(4), pp. 1093-1105.

Balint, D. & Hutchinson, J., 2003. Undulation instability of a compressed elastic film on a nonlinear creeping substrate. *Acta Materialia*, 51(13), p. 3965–3983.

Balint, D. & Hutchinson, J., 2005. An analytical model of rumplingin thermal barrier coatings. *Journal of the Mechanics and Physics of solids*, Volume 53, p. 949–973.

Bégué, G., 2015. Etude de l'adhérence de barrière thermique EB-PVD par choc laser (LASAT) pour le développement d'un contrôle non-destructif sur aube de turbine aéronautique. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Bickard, A., 1998. Endommagement sous sollicitations thermiques et mécaniques d'une barrière thermique et d'un aluminiure de nickel deposés sur un superalliage monocristallin. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Bolis, C., 2004. Étude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multi-couches. Application au test d'adhérence par chocs laser. *Thèse de doctorat, Université de Poitiers*.

Bouteille, P., Legros, G., Walaszek, H. & Bodnar, J., 2013. Contrôle non destructif de matériaux métalliques industriels par thermographie infrarouge passive et active. *3ème Congrès International sur l'Ingénierie des Risques Industriels, Reims*.

Bouzakis, K. et al., 2003. Determination of mechanical properties of EB-PVD TBC's by means of nanoindentation and impact testing. *Surface and Coating Technology*, Volume 163-164, pp. 75-80.

Busso, E., Lin, J. & Sakurai, S., 2001. A mechanistic study of oxydation-induced degradation in a plasma-sprayed thermal barrier coating system. Part I: model formulation. *Acta Mater.*, Volume 49, p. 1515–1528.

Busso, E., Qian, Z., Taylor, M. & Evans, H., 2009. The influence of bondcoat and topcoat mechanical properties on stress development in thermal barrier coating systems. *Acta Materialia*, 57(8), p. 2349 – 2361.

Caliez, M., Chaboche, J., Feyel, F. & Kruch, S., 2003. Numerical simulation of EBPVD thermal barrier coatings spallation. *Acta Mater.*, 51(4), pp. 1133 - 1141.

Chen, M. et al., 2003. Characterization and modelling of a martensitic transformation in a platinum modified diffusion aluminide bond coat for thermal barrier coating. *Acta Materialia*, Volume 51, p. 4279–4294.

Cherepanov, G., 1970. Mechanics of Brittle Fracture. Dans: New York: McGraw-Hill.

Chieux, M., 2010. Vieillissement des systèmes Barriere Thermique : Transformation de phases, oxydation et effet du soufre sur l'adhérence. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Chung, D. & Simmons, G., 1968. Pressure and temperature dependences of the isotropic elastic moduli of polycrystalline alumina. *Journal of Applied Physics*, Volume 39, p. 5316–5326.

Chu, T., Ranson, W. & Sutton, M., 1985. Application of digital image correlation techniques to experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, Volume 3, pp. 232-244.

Clarke, D., Oechsner, M. & Padture, N. P., 2012. Thermal-barrier coatings for more efficient gasturbine engines. *MRS Bulletin*, 37(10).

Cottin, A., 2021. Etude de l'essai d'adhérence par choc laser(LASAT) sur dépôts plasma d'hydroxyapatite : influence des effets de bord sur les contraintes et la fissuration d'interface. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Coudon, F., 2018. Identification et modélisation de l'endommagement des systèmes barrière thermique. *Rapport interne, Safran Tech*.

Courcier, C., 2009. Modélisation de la durée de vie a l'écaillage des barrières thermiques pour aubes de turbine. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Cuq-Lelandais, J.-P., 2010. Etude du comportement dynamique de matériaux sous choc laser subpicoseconde. *Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechique-Poitiers*.

Darzens, S., Mumm, D., Clarke, D. & Evans, H., 2003. Observations and analysis of the influence of phase transformations on the stability of the thermally grown oxide in a thermal barrier system. *Met. And Mat. Trans. A*, 34(3), pp. 511-522.

Davidson, J., Fredholm, A., Khan, T. & Théret, J.-M., 1983. *Alliage monocristallin à matrice base nickel*. Brevet français, Brevet n° N°2 557 598, 29/12/1983.

Davies, P., Casari, P. & Carlsson, L., 2005. Influence of fibre volume fraction on mode II interlaminar fracture toughness of glass/epoxy using the 4ENF specimen. *Composite science & technology*.

Destuynder, P. & Djaoua, M., 1981. Sur une interprétation mathématique de l'intégrale de Rice en théorie de la rupture fragile. *Math. Meth. In the Appl. Sci.*, Volume 3, pp. 70-87.

Duoqi, S. et al., 2019. Cracking behaviors of EB-PVD thermal barrier coating under temperature gradient. *Ceramics International,* Volume 45, pp. 18518-18528.

Edeline, G., Chiaruttini, V., Bonnet, M. & Feyel, F., 2007. Approche énergétique implicite pour la propagation de fissures en 3D. Prise en compte des contraintes résiduelles. *8e Colloque national en calcul des structures, CSMA*.

Evans, A., Clarke, D. & Levi, C., 2008. The influence of oxides on the performance of advanced gas turbines. *Journal of the European Ceramic Society*, 28(7), pp. 1405-1419.

Evans, A. et al., 2001. Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings. *Progress in Materials Science*, Volume 46, pp. 505-553.

Evans, U., 1947. The Mechanism of Oxidation and Tarnishing. *Trans. Electrochem. Soc.*, Volume 91, p. 547.

Fabre, G., 2013. 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 doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Fabre, G. et al., 2011. LAser Shock Adhesion Test (LASAT) of Electron Beam Physical Vapor Deposited Thermal Barrier Coatings (EB-PVD TBCs). *Advanced Materials Research*, Volume 278, pp. 509-514.

Faou, J.-Y., Parry, G., Grachev, S. & Barthel, E., 2012. How Does Adhesion Induce the Formation of Telephone Cord Buckles ?. *Physical Review Letters, American Physical Society*, 108(11).

Faou, J.-Y., Parry, G., Grachev, S. & Barthel, E., 2015. Telephone cord buckles - A relation between wavelength and adhesion. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Volume 75, pp. 93-103.

Fleury, E., 1991. Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Frachon, J., 2009. *Approche multi echelle pour predire la duree de vie des barrieres thermiques deposees par EB-PVD*, s.l.: Ecole Nationale Superieure des Mines de Paris.

Fukuhara, M. & Yamauchi, I., 1993. Temperature-dependence of the elastic-moduli, dilational and shear internal frictions and acoustic-wave velocity for alumina, (Y)TZP and β -SiAl on ceramics. *Journal Materials Sciences*, Volume 28, p. 4681–4688.

Griffith, A. A., 1921. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character,* Volume 221, pp. 163-198.

Guerre, C., 2002. Etude des mécanismes d'endommagement d'un système barrière thermique déposé sur un superalliage base nickel. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Guipont, V., Bégué, G., Fabre, G. & Maurel, V., 2019. Buckling and interface strength analyses of thermal barrier coatings combining Laser Shock Adhesion Test to thermal cycling. *Surface and Coating Technology*, Volume 378, p. 124938.

Guo, S. & Kagawa, Y., 2006. Effect of thermal exposure on hardness and Young's modulus of EB-PVD YSZ TBC's. *Ceramic International*, Volume 32, p. 263–270.

Guo, S., Mumm, D., Karlsson, A. & Kagawa, Y., 2005. Measurement of interfacial shear mechanical properties in thermal barrier coating systems by a barb pullout method. *Scripta Materialia*, Volume 53, pp. 1043-1048.

Hanriot, F., 1993. Comportement du superalliage monocristallin AM1 sous sollicitations cycliques. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.*

Harvey, M., Courcier, C., Maurel, V. & Remy, L., 2008. Oxide and tbc spallation in β -NiAl coated systems under mechanical loading. *Surface and Coatings Technology*, 203(5-7), pp. 432-436.

Hellen, T. K., 1975. On the method of virtual crack extensions. *Int. J. Num. Meth. Engng*, 9(1), pp. 187-208.

Her, S.-C. & Su, W.-B., 2015. Interfacial fracture toughness of multilayer composite structures. *Strength of Materials*, 47(1).

Hille, T., Suiker, A. & Turteltaub, S., 2009. Microcrack nucleation in thermal barrier coating systems. *Engineering Fracture Mechanics*, 76(6), p. 813 – 825.

Hou, P. & Tolpygo, V., 2007. Examination of the platinum effect on the oxidation behavior of nickel-aluminide coatings. *Surface and Coatings Technology*, 202(4-7), pp. 623-627.

Hutchinson, J., 2001. Delamination of compressed films on cuved substrates. J. Mech. Phys. Solids, Volume 49, pp. 1847 - 1864.

Hutchinson, J., He, M. & Evans, A., 2000. The influence of imperfections on the nucleation and propagation of buckling driven delaminations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(4), p. 709–734.

Hutchinson, J., Thouless, M. & Liniger, E., 1992. Growth and configurational stability of circular, buckling-driven film delaminations. *Acta metallurgica et materialia*, Volume 40(2), p. 295–308.

Hutchinson, J. W. & Suo, Z., 1991. Mixed Mode Cracking in Layered Materials. *Advances in Applied Mechanics*, Volume 29, pp. 63-191.

Hutchinson, R. & Hutchinson, J., 2011. Lifetime assessment for thermal barrier coatings : Tests for measuring mixed mode delamination toughness. *Journal of the American Ceramic Society*, Volume 94, pp. 85-95.

Ikeda, R. et al., 2006. An advanced method for measuring the residual stress of deposited film utilizing laser spallation technique. *Science and Technology of Advanced Materials*, Volume 7(1), pp. 90-96.

Ikeda, T., Nagai, M., Yamanaga, K. & Miyazaki, N., 2006. Stress intensity factor analyses of interface cracks between dissimilar anisotropic materials using the finite element method. *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 73, pp. 2067-2079.

Irwin, G., 1957. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, Volume 24, pp. 361-364.

Jaminet, P., Wolfenden, A. & Kinra, V., 1992. *Mechanics and Mechanisms of material Damping*. s.l.:American Society For Testing and Materials.

Jang, B. & Matsubara, H., 2005. Influence of porosity on hardness and Young's modulus of nanoporous EB-PVD TBCs by nanoindentation. *Materials Letters*, 59(27), pp. 3462-3466.

Jonnalagadda, K. P., Eriksson, R., Li, X.-H. & L., P. R., 2019. Fatigue life prediction of thermal barrier coatings using a simplified crack growth model. *model.*, 39(5), p. 1869 – 1876.

Karlsson, A. & Evans, A., 2001. A numerical model for the cyclic instability of thermally grown oxides in thermal barrier systems. *Acta Materialia*, 49(10), p. 1793–1804.

Karlsson, A., Hutchinson, J. & Evans, A., 2002. A fundamental model of cyclic instabilities in thermal barrier systems. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(8), pp. 1565-1589.

Krueger, R., Raju, I. & Shivakumar, K., 2013. *Fracture mechanics analyses for interface crack problems - A review*. Boston, Massachusetts, s.n.

Kulkarni, A., Herman, H., DeCarlo, F. & Subramanian, R., 2004. Microstructural characterization of electron beam-physical vapor deposition thermal barrier coatings through high-resolution computed microtomography. *Metallurgical and Materials Transaction*.

Levi, C., Hutchinson, J., Vidal-Sétif, M. & Johnson, C., 2012. Environmental Degradation of TBCs by Molten Deposits. *MRS Bulletin*, Volume 37.

Limarga, A., Vaßen, R. & and Clarke, D. R., 2011. Stress Distributions in Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings Under Thermal Cycling in a Temperature Gradient. *ASME. J. Appl. Mech*, 78(1).

Lorenzi, H. D., 1982. On the energy release rate and the J-integral for 3-D crack configurations. *International Journal of Fracture*, Volume 19, pp. 183-193.

Lughi, V., Tolpygo, V. K. & Clarke, D. R., 2004. Microstructural aspects of the sintering of thermal barrier coatings. *Materials Science and Engineering : A*, 368(1-2), pp. 212-221.

Lughi, V., Tolpygo, V. K. & Clarke, D. R., 2004. Microstructural aspects of the sintering of thermal barrier coatings. *Materials Science and Engineering A368*, p. 212–221.

Maldague, X., 2002. Introduction to NDT by active infrared thermography. *Mater. Eval.*, Volume 60, p. 1060–1073.

Matos, P., McMeeking, R., Charalambides, P. & Drory, M., 1989. A method for calculating stress intesities in bimaterial fracture. *International Journal of Fracture*, Volume 40, pp. 235-254.

Maurel, V. et al., 2016. Rumpling of nickel aluminide coatings : a reassessment of respective influence of thermal grown oxide and phase transformations. *Materials at High Temperatures*, 33(4-5), pp. 318-324.

Maurel, V. et al., 2019. Thermal cycling damage monitoring of thermal barrier coating assisted with LASAT (LAser Shock Adhesion Test). *Surface and Coatings Technology*, Volume 380.

Maurel, V., Köster, A. & Rémy, L., 2007. Analyse des gradients de température dans une éprouvette FMT et influence sur la qualité et la robustesse des modèles anisothermes. *26 èmes journées de printemps - JP 2007, Paris, France.*

Maurel, V. et al., 2020. Recent progress in local characterization of damage evolution in thermal barrier coating under thermal cycling. *Superalloys 2020*, p. 813–823.

McKay, M. D., Beckman, R. J. & Conover, W. J., 1979. A comparison of three methods for selecting values of input variables in the analysis of output from a computer code. *Technometrics*, Volume 21, p. 239–245.

Monceau, D. & Poquillon, D., 2004. Continuous Thermogravimetry Under Cyclic Conditions. *Oxidation of Metals*, 61(1), pp. 143-163.

Moon, M.-W.et al., 2002. An experimental study of the influence of imperfections on the buckling of compressed thin films. *Acta Materialia*, 50(5), pp. 1219-1227.

Mumm, D., Evans, A. & Spitzberg, I., 2001. Characterization of a cyclic displacement instability for a thermal grown oxide in thermal barrier system. *Acta Materiala*, Volume 49, p. 2329–2340.

Nagai, M., Ikeda, T. & Miyazaki, N., 2007. Stress intensity factor analysis of a three-dimensional interface crack between dissimilar anisotropic materials. *Engineering fracture mechanics*, Volume 74, pp. 2481-2497.

Nagashima, T., Omoto, Y. & Tani, S., 1999. Stress intensity factor analysis of interface cracks using x-fem. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 56(8), pp. 1151-1173.

Narayan, S. & Beuth, J., 1997. Axisymmetric delamination in deposited multi-layers. *International Journal of Solid Structures*, Volume 34, pp. 4617-4631.

Orteu, J.-J., 2009. 3-d computer vision in experimental mechanics. *Optics and Lasers in Engineering*, Volume 47(3), p. 282–291.

Orteu, J.-J., Garcia, ,. & Devy, M., 2003. Mesure de formes et de champs de déplacements tridimensionnels par stéréo-corrélation d'images : applications en mécanique expérimentale. *Photoniques, EDP Sciences*, pp. 34-43.

Pan, C., Chen, M. & Wright, P., 2003. Evolution of a diffusion aluminide bond coat for thermal barrier coatings during thermal cycling. *Acta Mater.*, 51(8), pp. 2205-2217.

Parks, D. M., 1974. A stiffness derivative finite element technique for determination of crack tip stress intensity factors. *International Journal of Fracture*, 10(4), pp. 487-502.

Pons, E., 2016. *Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives*, s.l.: s.n.

Poquillon, D., Oquab, D. & Monceau, D., 2004. Cyclic Oxidation Kinetics Modeling of NiAl Single Crystal. *Materials Science Forum*, Volume 461-464, pp. 737-746.

Rakotomalala, N., 2014. Modélisation numérique de l'écaillage des barrières thermiques avec couplage thermo-mécanique. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Rémy, L., Alam, A. & Bickard, A., 2003. Thermomechanical Fatigue Behavior of Materials. *ASTM STP 1428*, Volume 4, pp. 98-111.

Riallant, F., 2014. Modes d'endommagement à chaud du système AM1/NiAlPt/BT EBPVD : impact de la plasticité et interactions revêtement – substrat. *Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique*.

Rice, J., 1968. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentrations by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, Volume 35, pp. 379-386.

Rigney, D., Viguie, R. & Wortman, D., 1995. PVD TBC applications and process development for aircraft engines. *Journal of Thermal Spray Technology*, 6(2).

Rouzou, I., Molins, R., Jomard, F. & Rémy, L., 2004. Study of the sulfur segregation for a TBC system. *Materials Science Forum*, Volume 461-464, p. 101–108.

Sallot, P., 2012. Durée de vie d'un revêtement aluminoformeur. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Sapardanis, H., 2016. Fissuration à l'interface d'un revêtement plasma céramique et d'un substrat métallique sous sollicitations dynamique et quasi-stasantantique multiaxiales. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris*.

Sapardanis, H. et al., 2017. *Study of the interface strength and residual stresses within plasma sprayed alumina coatings involving LASAT (Laser Shock Adhesion Test)*. Dusseldorf, International thermal spray conference, pp. 315-321.

Shi, D. et al., 2019. Cracking behaviors of EB-PVD thermal barrier coating under temperature gradient. *Ceramics International,* Volume 45, p. 18518–18528.

Sordelet, D. et al., 2007. Isothermal Nature of Martensite Formation in Pt-Modified β -NiAl Alloys. *Acta Materialia*, 55(7), pp. 2433-2441.

Soulignac, R., 2014. Prévision de la durée de vie à l'écaillage des barrières thermiques. *Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.*

Steinke, T. et al., 2010. A novel test approach for plasma-sprayed coatings tested simultaneously under CMAS and thermal gradient cycling conditions. *Surface & Coatings Technology*, Volume 205-7, pp. 2287-2295.

Suo, X.-Z. & Combescure, A., 1992. On the application of $G(\theta)$ method and its comparison with De Lorenzi's approach. *Nuclear Engineering and Design*, Volume 135, pp. 207-224.

Sutton, M., McNeill, S. H. J. & Chao, Y., 2000. Advances in two-dimensional and three-dimensional computer vision. *Photomechanics, topics applied physics,* pp. 323 - 372.

Texier, D., 2013. Détermination des propriétés mécaniques des sous-couches NiAlPt pour calcul de l'abattement en durée de vie des substrats : Essais de traction sur éprouvettes ultra-minces (Etat de réception et vieilli en fluage isotherme). *Rapport*.

Texier, D. et al., 2020. High Temperature Micromechanical Behavior of a Pt-Modified Nickel Aluminide Bond-Coating and of Its Interdiffusion Zone with the Superalloy Substrate. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 51, pp. 1475 - 1480.

Thery, P.-Y., 2007. Adhérence de barrières thermiques pour aube de turbine avec couche de laison - (Ni,Pt)Al ou NiAl(Zr). *Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier*.

Thery, P.-Y., Poulain, M., Dupeux, M. & Braccini, M., 2007. Adhesion energy of a YPSZ EB-PVD layer in two thermal barrier coating systems. *Surface and Coatings Technology*, 202(4-7), p. 648–652.

Thery, P., Poulain, M., Dupeux, M. & Braccini, M., 2009. Spallation of two thermal barrier coating systems : experimental study of adhesion and energetic approach to lifetime during cyclic oxidation. *Journal of Materials Science*, 44(7), pp. 1727-1733.

Theveneau, M., 2019. Modélisation multi-échelle de l'endommagement du système barrière thermique AM1/(Ni,Pt)-Al/YPSZ sous sollicitation thermique. *Rapport*.

Thouless, M., 1993. Combined buckling and cracking of films. J. Am. Ceram. Soc., Volume 76, pp. 2936-2938.

Tolpygo, V. & Clarke, D., 1998. Wrinkling of -Alumina Films Grown by Thermal Oxidation-II. Oxide Separation and Failure. *Acta Materialia*, 46(14), pp. 5167-5174.

Tolpygo, V. & Clarke, D., 2007. Temperature and cycle-time dependence of rumpling in platinummodified diffusion aluminide coatings. *Scripta Materialia*, 57(7), pp. 563-566.

Tolpygo, V. & Clarke, D., 2009. Rumpling of CVD (Ni,Pt)Al diffusion under coatings under intermediate temperature cycling. *Surface & Coatings Technology*, Volume 203, pp. 3278-3285.

Tolpygo, V., Clarke, D. & Murphy, K., 2001. Oxidation-induced failure of EB-PVD thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*, Volume 146–147, p. 124–131.

Tolpygo, V. K. & Clarke, D. R., 2004. On the rumpling mechanism in nickel-aluminide coatings: Part I: an experimental assessment. *Acta Materialia*, Volume 52, pp. 5115-5127.

Tolpygo, V. K. & Clarke, D. R., 2004. On the rumpling mechanism in nickel-aluminide coatings: Part II: characterization of surface undulations and bond coat swelling. *Acta Materialia*, Volume 52, pp. 5129-5141.

Tomimatsu, T., Zhu, S. & Kagawa, Y., 2004. Local stress distribution in thermally-grown-oxide layer by near-field optical microscopy. *Scripta Materialia*, 50(1), p. 137 – 141.

Vaßen, R., Giesen, S. & Stoven, D., 2009. Lifetime of Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings: Comparison of Numerical and Experimental Results. *Journal of Thermal Spray Technology*, 18(5-6).

Vaßen, R. et al., 2021. Unique performance of thermal barrier coatings made of yttria-stabilized zirconia at extreme temperatures (>1500°C). *Journal of the American Ceramic Society*, Volume 104(1), pp. 463-471.

Vaunois, J., 2013. Modélisation de la durée de vie des barrières thermiques, par le développement et l'exploitation d'éssais d'adhérence. *Thèse de doctorat, Université de Grenoble*.

Vaunois, J.-R., Poulain, M., Kanouté, P. & Chaboche, J.-L., 2017. Development of bending tests for near shear mode interfacial toughness measurement of EB-PVD thermal barrier coatings. Volume 171, pp. 110-134.

Vidal-Setif, M. et al., 2012. Calcium–magnesium–alumino-silicate (CMAS) degradation of EB-PVD thermal barrier coatings: Characterization of CMAS damage on ex-service high pressure blade TBCs. *Surface and Coatings Technology*, Volume 208, pp. 39-45.

Wachtman, J., 1996. Mechanical properties of Ceramics.

Wei, Z. et al., 2020. An innovative model coupling TGO growth and crack propagation for the failure assessment of lamellar structured thermal barrier coatings. *Ceramics International*, Volume 46, pp. 1532-1544.

Zhang, Y. et al., 2003. Martensitic transformation in CVD NiAl and (Ni, Pt)Al bond coatings. *Surface and coatings technology*, Volume 163–164, pp. 19-24.

Zhao, X., Wang, X. & Xiao, P., 2006. Sintering and failure behaviour of EB-PVD thermal barrier coating after isothermal treatment. *Surface & Coatings Technology*, Volume 200, p. 5946–5955.

Zhu, D. & Miller, R., 2000. Thermophysical and Thermomechanical Properties of Thermal Barrier Coating Systems. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Volume 21.

Zset, 2021. *Non-linear material & structure analysis suite*. [En ligne] Available at: <u>http://www.zset-software.com/</u>

Zweschper, T., Dillenz, A. & Riegert, G. S. D. B. G., 2003. Ultrasound excited thermography using frequency modulated elastic waves. *Insight*, 45(3).

Annexes

Annexe 1. Plan des éprouvettes	177
Annexe 2. Méthodes numériques de calcul du taux de restitution d'énergie pour un matériau	
multicouche	180
Annexe 2.1. Extension virtuelle du front de fissure	
Annexe 2.2. Extrapolation des déplacements en pointe de fissure : méthode DE182	
Annexe 2.3. Application des méthodes184	

Annexe 1. Plan des éprouvettes

Nous présentons ici les plans des éprouvettes utilisées au cours de cette étude :

- Plan des éprouvettes pions (fatigue thermique standard et fatigue thermique à gradient au banc à flamme), Figure A-1.
- Plan des éprouvettes de fatigue thermo-mécanique, Figure A-2.



Figure A-1 – Plan des éprouvettes pions


Annexe 2. Méthodes numériques de calcul du taux de restitution d'énergie pour un matériau multicouche

Les méthodes numériques de calcul de taux de restitution d'énergie ont largement été utilisées pour les problèmes de fissuration d'interface, principalement celles utilisant les intégrales de contour comme la méthode de l'intégrale J (Narayan & Beuth, 1997) ; ou celles utilisant les intégrales de domaine, notamment les méthodes d'extension virtuelle de front de fissure (VCE) comme la méthode De Lorenzi ou la méthode G- θ (Matos, et al., 1989; Ikeda, et al., 2006; Krueger, et al., 2013); la méthode de fermeture virtuelle de front de fissure (VCCT) (Vaunois, 2013; Wei, et al., 2020) et la méthode d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure (DE) (Nagashima, et al., 1999; Nagai, et al., 2007).

Dans la suite nous proposons d'étudier la convergence des deux méthodes numériques d'évaluation du taux de restitution d'énergie G d'une fissure d'interface les plus utilisées, notamment la méthode G- θ , et la méthode d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure, respectivement par rapport au contour d'évaluation et à la distance à la pointe de fissure des nœuds d'extrapolation. En outre, nous appuyons l'étude par un calcul 'classique' du taux de restitution d'énergie en évaluant la variation de l'énergie de déformation élastique avant et après la propagation de fissure d'une avancée *da* par :

$$G = \lim_{\partial S \to 0} \frac{\delta W}{\delta S} \tag{A-1}$$

$$W = \frac{1}{2} \int \sigma_{ij} \,\varepsilon_{ij} \,dV \tag{A-2}$$

Où W est l'énergie de déformation élastique totale et δS est l'augmentation de surface fissurée.

Cette approche, utilisée notamment dans (Sun & Jin, 2012) et (Her & Su, 2015), est coûteuse en temps de calcul, nous l'utiliserons à des fins de validation.

Nous présentons d'abord un bref état de l'art des méthodes utilisées. Leur application est ensuite étudiée en élasto-statique pour un système bicouche céramique/substrat ou un système multicouche (avec sous-couche et oxyde).

Annexe 2.1. Extension virtuelle du front de fissure

Les méthodes « De Lorenzi » et « G- θ » sont basées sur une extension virtuelle du front de fissure et le calcul de l'évolution de l'énergie potentielle par rapport à cette extension. La méthode d'extension virtuelle de fissure a initialement été introduite par Hellen (Hellen, 1975) et Parks (Parks, 1974). Une expression analytique du taux de restitution d'énergie a été dérivée par l'application du principe d'extension virtuelle de fissure à un modèle de mécanique des milieux continus (Lorenzi, 1982). Contrairement à la méthode de l'intégrale J, la méthode d'extension virtuelle permet de calculer le taux de restitution d'énergie G, par une intégrale de volume en 3D (au lieu d'une intégrale surfacique autour du front de fissure et une éventuelle intégrale volumique sur le volume délimité par la surface d'intégrale j en 3D). Une formulation d'intégrale de volume est de loin préférable à la formulation d'intégrale de surface car une intégrale volumique est une extension naturelle des intégrales de volume déjà effectuées dans un calcul éléments finis (Suo & Combescure, 1992).

En présence de traction sur les lèvres de fissure et de forces volumiques, l'expression analytique 3D du taux de restitution d'énergie G selon la méthode De Lorenzi prend la forme (Lorenzi, 1982) :

$$\mathbf{G} = \frac{1}{\mathbf{A}_{c}} \int_{V} \left\{ \left(\sigma_{ij} \frac{\partial u_{j}}{\partial x_{k}} - f - W \,\delta_{ik} \right) \frac{\partial \Delta x_{k}}{\partial x_{i}} - f_{i} \frac{\partial u_{i}}{\partial x_{j}} \Delta x_{j} \right\} dV - \frac{1}{\mathbf{A}_{c}} \int_{S} t_{i} \frac{\partial u_{i}}{\partial x_{j}} \Delta x_{j} ds , \qquad i, j, k = 1, 2, 3 \quad (A-3)$$

 A_c est l'augmentation de l'aire fissurée engendrée par l'extension virtuelle de la fissure, V le volume et S la surface du corps fissuré, σ_{ij} le tenseur des contraintes, u le vecteur de déplacement, W l'énergie de déformation, f le vecteur des forces volumiques, t_i le vecteur des tractions surfaciques, δ_{ij} Kronecker's delta et Δx le vecteur transformation qui lie le corps contenant la fissure à un corps avec une fissure légèrement plus grande.



Figure A-3 – Modélisation de l'avancée de fissure (Lorenzi, 1982)

Pour une configuration 2D comme celle de la Figure A-3, le corps est divisé en 3 régions *I*, *II* et *III*. La région *II* est généralement une couche d'éléments. On suppose que $\Delta x_i = 0$ dans la région I, $\Delta x_i = \Delta a_i$ dans la région *III*, et que Δx_i varie de 0 à Δa_i entre les régions *I* et *II*. Cette transformation correspond à une augmentation de longueur de fissure comme montré dans la Figure A-3. En l'absence de forces volumiques, l'intégrale volumique sera alors calculée uniquement sur la région II puisque Δx_k est constant dans la région *III*. En présence de forces volumiques ou de contraintes d'origine thermique, elles devraient être intégrées sur les régions *II* et *III*, ou alors seulement sur la région *II* si on fait tendre la région *III* à 0.

Sous forme matricielle, le taux de restitution d'énergie s'écrit :

$$G = \frac{1}{A_c} \int_{V} \left(Tr \left[\left\{ \{\sigma\} \left\{ \frac{\partial U}{\partial X} \right\} - W \{I\} \right\} \left\{ \frac{\partial \Delta X}{\partial X} \right\} \right] - \left\{ f \right\}^T \left\{ \frac{\partial U}{\partial X} \right\} \left\{ \partial X \right\} \right\} dV - \frac{1}{A_c} \int_{S} \left\{ t \right\}^T \left\{ \frac{\partial U}{\partial X} \right\} \left\{ \Delta X \right\} ds \quad (A-4)$$

En présence de chargement thermique, une intégrale volumique supplémentaire des contraintes d'origine thermique est introduite :

$$\int_{V} Tr(\sigma) \alpha \frac{\partial \Delta T}{\partial X} dV$$
(A-5)

Le tenseur des contraintes et l'énergie de déformation s'expriment alors par :

$$\sigma = C \cdot \left[\frac{1}{2} \left(\nabla U + \nabla U^T \right) - \alpha \, \Delta T \, Id \right]$$
(A-6)

$$W = \frac{1}{2} Tr \Big[\sigma (\varepsilon (U) - \alpha \Delta T Id) \Big]$$
(A-7)

C étant la matrice de rigidité et Id le tenseur identité.

Le schéma d'intégration de Gauss est généralement utilisé pour l'évaluation de l'équation dans un calcul éléments finis.

Le calcul du taux de restitution d'énergie par la méthode d'extension virtuelle de fissure selon De Lorenzi (Lorenzi, 1982) nécessite le choix d'un ensemble de déplacements de nœuds déterminant l'extension de la fissure. Il est possible de définir plusieurs ensembles différents et tous ces déplacements devraient, idéalement, conduire à la même valeur. Cependant, il y aura toujours une certaine dispersion dans les résultats numériques, et il faut souvent utiliser une valeur moyenne obtenue à travers une séquence d'extensions de fissure différentes. Le coût du calcul serait alors élevé. Pour contourner cette difficulté, une méthode lagrangienne est préférée, appelée G- θ . La méthode globale G- θ , introduite par (Destuynder & Djaoua, 1981) repose sur une transformation virtuelle de la structure dans la zone fissurée, utilisée pour obtenir une définition rigoureuse du taux de restitution d'énergie à l'aide de dérivations par rapport à la transformation introduite. Elle présente deux avantages : elle n'est pas limitée à l'élasticité linéaire, et elle permet un calcul du taux de restitution de l'énergie robuste par rapport au raffinage de maillage (Edeline, et al., 2007).

Dans cette méthode, l'incrément de longueur de fissure est supposé infiniment petit de sorte que la quantité *G* est formulée au moyen d'une fonction spécifique θ . En raison de la relation linéaire entre *G* et le vecteur θ , il a été démontré que toutes les grandeurs du vecteur θ peuvent conduire à la même valeur pour le taux de restitution d'énergie dans un calcul numérique par éléments finis. Dans (Suo & Combescure, 1992), une description détaillée de l'implémentation par éléments finis de la méthode G- θ est présentée pour le calcul de *G* en déformations / contraintes planes, dans les problèmes 2D axisymétriques ou 3D, y compris l'effet des forces volumiques et des chargements thermiques. Des valeurs très proches sont obtenues en comparant les résultats de la méthode G- θ et ceux de la méthode de De Lorenzi pour plusieurs problèmes de fissuration élastiques et élasto-plastiques.

Dans (Edeline, et al., 2007), la méthode G- θ est étendue pour un milieu élastique présentant un champ de contraintes résiduelles (plastification, contraintes thermiques ou d'élaboration, ...) au sein du code Z-set. Les forces volumiques et les contraintes d'origine thermique sont prises en compte dans le calcul du taux de restitution d'énergie.

Annexe 2.2. Extrapolation des déplacements en pointe de fissure : méthode DE

La méthode DE (displacement extrapolation method) est une méthode simple à mettre en œuvre dans un code de calcul, basée sur le calcul des facteurs d'intensité de contrainte par extrapolation des déplacements sur les lèvres de la fissure, (Hutchinson & Suo, 1991; Nagashima, et al., 1999). La méthode est fondée sur la connaissance du champ de déplacement asymptotique en pointe de fissure. Il suffit de récupérer les déplacements relatifs des surfaces de la fissure au niveau de deux nœuds proches de la pointe. Cependant une attention particulière doit être accordée à la sélection de l'ensemble des nœuds de la surface de la fissure à partir desquels les déplacements sont extrapolés.



Figure A-4 – Schématisation du principe de la méthode DE d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure

Les facteurs K1 et K2 sont calculés aux nœuds a et b sont ensuite extrapolés en pointe de fissure pour calculer le taux de restitution d'énergie :

$$K_1^i = C[\delta_y^i(\cos Q + 2\varepsilon \sin Q) + \delta_x^i(\sin Q - 2\varepsilon \cos Q)]/\sqrt{r_i/(2\pi)}$$
(A-8)

$$K_2^i = C[\delta_x^i(\cos Q + 2\varepsilon \sin Q) - \delta_y^i(\sin Q - 2\varepsilon \cos Q)]/\sqrt{r_i/(2\pi)}$$
(A-9)

$$K_1 = \frac{r_a K_1^b - r_b K_1^a}{r_a - r_b}$$
(A-10)

$$K_2 = \frac{r_a K_2^b - r_b K_2^a}{r_a - r_b}$$
(A-11)

$$G = \beta \left(K_1^2 + K_2^2 \right) = \beta C^2 \left(1 + 4\varepsilon^2 \right) \lim_{r \to 0} \left[\delta_y^2 \right] / \left(\frac{r}{2\pi} \right)$$
(A-12)

Le paramètre *C* est une constante matériau fonction des paramètres de Dundur ε et β . Q est fonction du point de calcul défini par sa distance r à la pointe de fissure, *a* étant la longueur de fissure.

Avec :

$$\varepsilon = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{\frac{\kappa_1}{\mu_1} + \frac{1}{\mu_2}}{\frac{\kappa_2}{\mu_2} + \frac{1}{\mu_1}} \right); \ \beta = \frac{(\kappa_1 + 1)/\mu_1 + (\kappa_2 + 1)/\mu_2}{16\cosh^2(\varepsilon\pi)}; \ C = \frac{2\cosh(\varepsilon\pi)}{(\kappa_1 + 1)/\mu_1 + (\kappa_2 + 1)/\mu_2} \text{ et } Q = \varepsilon \ln\left(\frac{r}{2a}\right);$$

où μ_i et κ_i sont les constantes élastiques définies en déformations planes par :

$$\mu_i = \frac{E_i}{2(1+\nu_i)} \ (i=1,2) \ \text{et} \ \kappa_i = 3 - 4\nu_i \ (i=1,2).$$

La méthode DE est une approche locale bien plus simple mais moins précise puisqu'elle utilise les champs singuliers en pointe de fissure.

Annexe 2.3. Application des méthodes

L'objectif de cette partie est d'analyser les méthodes de calcul de taux de restitution d'énergie les plus utilisées dans le cas d'une fissure d'interface. Les méthodes étudiées sont la méthode G- θ , la méthode DE et la méthode classique d'évaluation de la variation d'énergie de déformation élastique $\delta W / \delta a$.

En premier lieu, puisque la méthode G- θ n'est pas implémentée dans le code de calcul Zébulon en configuration axisymétrique, le système est modélisé en déformations planes. Nous reviendrons ensuite à la configuration axisymétrique pour l'étude de la méthode DE et la méthode classique.

Les résultats obtenus pour le système complet sont comparés à ceux obtenus par l'application des mêmes méthodes à un système bicouche céramique/substrat. Pour le système bicouche, le même modèle éléments finis est utilisé, et le comportement de l'AM1 est affecté aux ensembles d'éléments formant l'oxyde et la sous-couche. Un comportement élastique linéaire est supposé dans les deux cas pour chacune des couches. Le modèle élément fini et les comportements élastiques sont présentés dans la partie V.1.

Le système est soumis à un refroidissement de 1100 °C à 100 °C en supposant un état de contraintes nul à 1100 °C, et on calcule le taux de restitution d'énergie à 100 °C. Le système présente alors des contraintes résiduelles thermiques dues à la différence de coefficient de dilatation thermique entre les couches.

Méthode G-θ

L'implémentation de la fonction G- θ dans le code de calcul Z-set est utilisée. Les lèvres de la fissure sont définies en tant qu'éléments de surface dans le maillage, et sont données en entrée du code, de même que le front de fissure et le domaine d'intégration défini par deux rayons r1 et r2 définissant les contours du domaine d'intégration, Figure A-5.



Figure A-5 – Définition du domaine d'intégration de la fonction G- θ

En présence de contraintes d'origine thermique, il convient de faire converger r2 vers 0 et donc le domaine délimité par le contour de rayon r2 vers la pointe de fissure. L'intégration se fait alors sur les éléments entourant la pointe de fissure dont les points de gauss se situent à une distance inférieure à r1. La modélisation considérée ici est en 2D déformations planes.

Le taux de restitution d'énergie par la méthode G- θ a été calculé pour r1 allant de 2 µm jusqu'à 100 µm. La Figure A-6 montre l'évolution de G en fonction du domaine d'intégration défini par r1. L'erreur G- θ est un indicateur d'erreur basé sur l'invariance supposée des intégrales par rapport au support d'intégration. Si le rayon est très faible (de l'ordre d'une taille de maille) l'erreur sera très grande. Ainsi, l'erreur en % pour un rayon r1 donné est l'erreur relative à une évaluation de G en [r1]/2 :



Figure A-6 – Evaluation par la méthode G- θ a) du taux de restitution d'énergie pour le système bicouche et multicouche ; et b) de l'erreur relative au contour d'intégration

Pour le système multicouche, on retrouve une valeur moyenne de G de 11.02 J/m2 légèrement plus élevée que la valeur moyenne de 10.66 J/m2 pour le système bicouche.

Nous remarquons que l'évolution de la courbe en fonction du domaine d'intégration est assez similaire entre les deux systèmes, que ce soit pour le taux de restitution d'énergie G ou pour l'erreur, et que le passage dans le support d'intégration d'une couche à une autre dans le multicouche ne génère pas d'erreur sur G, du moins en élasticité-linéaire. La valeur moyenne de l'erreur pour les 2 cas, pour $r1 > 4 \mu m$, est bien inférieure à l'erreur de 5% généralement admise pour la méthode G- θ . Les résultats montrent l'indépendance au contour de la méthode G- θ , les erreurs relatives au contour d'intégration restant faibles, pour une fissure d'interface dans un bicouche et dans un multicouche.

Méthode DE

La Figure A-7 montre, les valeurs de G obtenues par la méthode DE évaluées en faisant varier pour des points « a » à une distance de la pointe de fissure allant d'environ 4 μ m jusqu'à 40 μ m, le deuxième point « b » au-delà de « a » jusqu'à une distance de 100 μ m de la pointe de fissure.



Figure A-7 – Evaluation par la méthode DE du taux de restitution d'énergie pour le système a) bicouche et b) multicouche

Nous avons calculé pour chacune des courbes de la Figure A-7, l'erreur relative minimale par rapport à la valeur moyenne obtenue par la méthode G- θ . Nous retrouvons donc pour chacun des points « a », le couple (a ; b) pour lequel l'erreur relative : $\frac{G_{DE}-G_{G-\theta}}{G_{G-\theta}} \times 100$, est la plus faible. Les erreurs relatives minimales sont obtenues pour les mêmes couples : (ra ; rb) = (17 µm ; 19 µm) et (26 µm ; 29 µm), pour les systèmes bicouche et multicouche.

Les valeurs obtenues par la méthode DE sont plus proches de la valeur moyenne G- θ pour le système multicouche.



Figure A-8 – Erreur relative minimale entre les deux méthodes DE et G- θ

Calcul éléments finis de $\lim_{\delta S \to 0} (\delta W / \delta S)$

La Figure A-9 montre les résultats de calcul de G par relâchement de nœud dans le maillage EF, et le calcul de la variation de l'énergie de déformation élastique totale avant et après une avancée « da » de la fissure, et ensuite l'énergie dissipée par unité de nouvelle surface fissurée dS = da en 2D déformations planes et $dS = 2\pi r * da$:

$$G = \lim_{\partial S \to 0} \frac{\delta W}{\delta S}$$
(A-13)

$$W = \frac{1}{2} \int \sigma_{ij} \,\varepsilon_{ij} \,dV \tag{A-14}$$



Figure A-9 – Evaluation du taux de restitution d'énergie par calcul de la variation d'énergie de déformation élastique totale par une avancée de fissure da

Les valeurs de G pour des avancées de 10 μ m, 20 μ m, 30 μ m et 40 μ m sont quasi-identiques avec une valeur moyenne de 10,74 μ m pour le système bicouche et 10,87 μ m pour le système multicouche, très proche des valeurs moyennes de 10,78 et 10,94 obtenues par la méthode G- θ .

Nous obtenons par les trois méthodes de calcul du taux de restitution d'énergie, des valeurs de G légèrement plus faible pour le système bicouche, la différence étant plus marquée pour les calculs par la méthode d'extrapolation des déplacements.

Configuration axisymétrique

De la même manière nous avons utilisé la méthode DE et la méthode de calcul classique de $\delta W/\delta a$, en configuration axisymétrique.





Nous obtenons par la méthode classique une valeur moyenne de 2 J/m² obtenue en DE pour les valeurs $r_a = 8 \ \mu m$ et $r_b = 12 \ \mu m$.

Liste des figures

Figure 1 – a) Vue en coupe d'un moteur aéronautique CFM LEAP, b) aube de turbine aéronautique et c) système barrière thermique étudié
Figure 2 – Schématisation a) de l'endommagement de l'interface céramique/oxyde par nucléation de micro-cavités et leur coalescence à l'échelle microscopique et b) et du flambage/délaminage macroscopique
Figure I-1 - Microstructure du système barrière thermique vieilli 100 cycles d'une heure 1100 °C 10
Figure I-2- Evolution de la rugosité en oxydation isotherme et cyclique à 1150 °C avec des temps de maintien d'une heure en cyclique (Tolpygo & Clarke, 2004)
Figure I-3- Evolution de la rugosité du revêtement (Ni,Pt)Al déposé sur l'AM1 sans céramique, pour a) 500, b) 1000, c) 2000, d) 3000 et e) 5000 cycles entre 100 et 1100 °C, de 5 min de temps de maintien (Sallot, 2012)
Figure I-4 – Apparition de micro-fissurations à l'interface entre la céramique et la couche d'oxyde, (Clarke, et al., 2012)
Figure I-5- Comparaison entre la microstructure obtenue en cyclage thermique à gauche et en condition isotherme à droite (Sallot, 2012)
Figure I-6- Transformation de phase β - γ ' dans la sous-couche et évolution de la couche β -IDZ au cours d'un essai de cyclage thermique (100/1100 °C, 5 min) (Sallot, 2012)16
Figure I-7- Phase martensitique lamellaire au sein de la couche de liaison (Ni,Pt)Al après 200 cycles d'oxydation de 1 h à 1100°C (Thery, et al., 2007)
Figure I-8- Microstructure des colonnettes de céramiques (a) à l'état initial et (b) après 50 h à 1200 °C (Lughi, et al., 2004)
Figure I-9- Surface de la céramique déposée sur (Ni,Pt)Al/N5 après 815 cycles d'1 h à 1150 °C (Lughi, et al., 2004)
Figure I-10- Module d'Young de la céramique YSZ-EBPVD à plusieurs instants d'un chauffage isotherme à 1200 °C (Zhao, et al., 2006)
Figure I-11 – a) Schématisation d'une mesure continue du gain de masse en oxydation cyclique sur deux cycles M1 et M2, (Monceau & Poquillon, 2004) et b) Définition d'un critère de durée de vie à partir de mesures de gain de masse à basse température pour des échantillons AM1/(Ni,Pt)Al cyclés à différentes températures maximales (Sallot, 2012)
Figure I-12 – Approche par zones cohésives pour l'étude de l'influence de paramètres locaux de l'interface sur la propagation d'une fissure, (Soulignac, 2014)
Figure I-13 – Modèle de prévision de l'écaillage par une approche énergétique en fonction de la diminution de l'énergie d'adhérence du système barrière thermique, (Thery, 2007)24
Figure II-1- Deux types de propagation de fissure sur aube : la fissuration à partir d'un bord libre (edge delamination) à gauche (Hutchinson, et al., 2000) et le délaminage induit par le flambage (buckling-driven delamination) à gauche,

Figure II-2 – Exemples de flambage en a) cloque circulaire, b) rides droites et c) cordon de téléphone, formés par un film de carbone sur un substrat en Silicon (Moon, et al., 2002)
Figure II-3 – Modes de sollicitation d'une fissure dans un espace tridimensionnel
Figure II-4 – Exemple de montage d'un essai de traction normale, (Vaunois, 2013)27
Figure II-5 – Profil de contrainte normale à l'interface pour différentes configurations de l'essai, (Pons, 2016)
Figure II-6 – a) Schéma et b) Photo sous charge de l'essai de flexion 4 points (Vaunois, 2013)29
Figure II-7 – Schéma de principe de l'essai LASAT (Fabre, 2013)
Figure II-8 – Schéma du principe de l'essai LASAT (Fabre, et al., 2011)
Figure II-9 – Schéma du principe de propagation unidimensionnelle de l'onde de choc (Cottin, 2021)
Figure II-10 – Propagation 2D de l'onde de choc et effets de bords (Cuq-Lelandais, 2010)34
Figure II-11 - Répartition radiale des maxima de contraintes pour différents rapports L/d, (Cuq- Lelandais, 2010)
Figure II-12 – Image optique d'une série de chocs laser à énergie croissante et diamètre de choc identique sur un système barrière thermique en zircone yttriée EB-PVD, adaptée de (Fabre, 2013).35
Figure II-13 – Diagramme de propagation d'une onde de choc dans un système bicouche Al/Cu $(Z_C \text{ et } Z_S étant les impédances respectives du revêtement et du substrat) avec en rouge les ondes de choc et en en bleu les ondes de détente, (Bolis, 2004)$
Figure II-14 – Dispositif LASAT du Centre des Matériaux
Figure II-15 – Système optique du dispositif LASAT du Centre des Matériaux : cheminement du faisceau laser de la source vers la lentille de focalisation (Fabre, 2013)
Figure II-16 – Enceinte de tir du dispositif LASAT du Centre des Matériaux : passage du faisceau laser par une lentille de focalisation mobile selon l'axe du faisceau (Fabre, 2013)
Figure II-17 – Densités de puissances atteintes avec un laser d'énergie maximale de 2J (Cottin, 2021)
Figure II-18 – Courbes LASAT pour différentes préparations d'interfaces de barrières thermiques EB-PVD (Fabre, 2013)
Figure II-19 – Série de chocs pour la construction d'une courbe LASAT pour un système barrière thermique EB-PVD (Theveneau, 2019)
Figure II-20 – Mise en place de l'essai LASAT pour a) les échantillons disques et b) les éprouvettes cylindriques
Figure II-21 – Schémas des configurations d'essai LASAT utilisée a) pour les échantillons disques et b) pour les éprouvettes cylindriques
Figure II-22 – Dispositif d'observation par thermographie infrarouge avec sollicitation continue par plaque chauffante

Figure II-23 – Exemple d'images obtenues par thermographie infrarouge par deux caméras thermiques différentes : a) Titanium 520 – Cedip et b) ImageIR® 8300 hp - INFRATEC43
Figure II-24 a) Champ de température enregistré par la caméra thermique, b) gradient des données brutes d'acquisition
Figure II-25 a) Ajustement du contour de la zone délaminée par une ellipse et comparaison au profil de Digital Levels, b) superposition du contour détecté à l'image gradient seuillée
Figure II-26 – Profilomètres a) Altisurf au Centre des Matériaux et b) Alicona à Safran Tech46
Figure II-27 – Mesure de hauteur de marche avec le logiciel Altimap
Figure II-28 - Comparaison des diamètres des zones délaminées mesurés à partir d'acquisitions faites au profilomètre et en thermographie infrarouge
Figure II-29 – a) Le four à axe vertical du Centre des Matériaux utilisé pour le vieillissement en cyclage thermique, b) zoom sur le porte échantillon
Figure II-30 – Oxydation cyclique au four résistif du Centre de Matériaux: cycles thermiques réels 49
Figure II-31 – Montage de l'essai de fatigue thermo-mécanique sur la machine Instron du Centre des Matériaux
Figure II-32 – Graphes représentant les composantes thermique en rouge et mécanique en vert des cycles TMF appliqués, a) cycle en phase et b) cycle hors phase
Figure II-33 – Montage du système de deux caméras optiques de mêmes caractéristiques pour la mesure du flambage d'un défaut LASAT par technique de stéréo-corrélation
Figure II-34 – Principe de triangulation : calcul de la position dans l'espace 3D d'un point physique P à partir de ses projections P1 et P2 sur les images des deux caméras C1 et C2, (Orteu, 2009)53
Figure II-35 - Vue 3D de la surface de l'éprouvette à l'état initial obtenue par stéréo-corrélation d'images
Figure II-36 – Montage de l'essai banc à flamme à SAE Villaroche
Figure II-37 – Instrumentation de l'essai banc à flamme à SAE Villaroche
Figure II-38 – Cycle thermique à gradient appliqué au banc à flamme à SAE, Villaroche56
Figure II-39 – Installation du banc à flamme à l'institut IEK-1 à Jülich, Allemagne57
Figure II-40 – Cycles thermiques appliqués au banc à flamme à l'IEK-1, Jülich
Figure II-41 – Profilomètre CyberTECHNOLOGIES utilisé à l'institut IEK-1, Jülich59
Figure II-42 – Exemple de mesure de la hauteur de cloque à partir des données du profilomètre CyberTECHNOLOGIES
Figure III-1 – Coupes MEB montrant l'évolution de l'état de l'interface au cours de cycles thermiques et parallèlement, la localisation d'une décohésion introduite par LASAT, (Guipont, et al., 2019)
Figure III-2 – Courbes LASAT réalisées a) à l'état brut de dépôt et b) après vieillissement thermique (Maurel, et al., 2019)

Figure III-3 – Programme de cyclage thermique de pré-viellissement des échantillons au four à Safran Tech
Figure III-4 – Coupe MEB au niveau d'une cloque d'un échantillon pré-vieilli avant réalisation de chocs Laser pour construction d'une courbe LASAT
Figure III-5 – Courbes LASAT des trois lots d'échantillons disques de l'étude63
Figure III-6 – Analyse du flambage d'un disque délaminé, (Hutchinson, et al., 1992)63
Figure III-7 – Tracé de la hauteur de cloque en fonction du diamètre pour l'ensemble des défauts sur « l'échantillon LASAT » du Lot B, ajusté par régression polynomiale d'ordre 2
Figure III-8 – Analyse de l'évolution du flambage en fonction du diamètre délaminé pour un revêtement alumine déposé par plasma pour trois préparations de surface différentes (Sapardanis, et al., 2017)
Figure IV-1 – Schéma de répartition des chocs LASAT sur les échantillons pions de l'essai S-FCT, exemple sur l'échantillon PC05
Figure IV-2 – Relevés des diamètres équivalents des défauts d'interface introduits sur les échantillons de l'essai de cyclage thermique au four, comparés au tracé de la courbe LASAT obtenue sur l'échantillon de référence
Figure IV-3 – Observation par thermographie infrarouge des échantillons après chocs LASAT71
Figure IV-4 – Evolution du diamètre délaminé équivalent en fonction du nombre de cycles mesurée sur les cinq échantillons cyclés ($t_{HT} = 5 \text{ min à } 1100 \text{ °C}$)
Figure IV-5 – Evolution relative du diamètre délaminé équivalent en fonction du nombre de cycles sur les échantillons cyclés au four et regroupés en deux groupes
Figure IV-6 – Images par thermographie infrarouge des échantillons PC05, PC06, PC07 et PC09 au bout de 2015 cycles (pour chaque échantillon, les défauts 1 à 3 correspondent aux positions indiquées sur PC05)
Figure IV-7 – Evolution relative du diamètre délaminé en fonction du nombre de cycles à partir d'un défaut initial LASAT en cyclage thermique S-FCT et L-FCT, (Maurel, et al., 2019)
Figure IV-8 – Observations au MEB en coupe de cloques après a) 695 cycles L-FCT et b) 2000 cycles S-FCT
Figure IV-9 - Profils d'altitude extraits selon l'axe principal des décohésions à l'état initial et au bout de 871 cycles pour les défauts en position (a) 1, (b) 2 et (c) 3 de l'échantillon PC04
Figure IV-10 – Hauteur de cloque en fonction du diamètre délaminé équivalent à l'état initial, au bout de 871 cycles et de 2015 cycles
Figure IV-11 – a) Courbe LASAT obtenue sur l'éprouvette T1 et chocs laser réalisés sur l'éprouvette T2 et b) Tracé de la hauteur de flambage en fonction du diamètre délaminé équivalent des défauts introduits dans les éprouvette T1 et T2 (les cercles rouges et roses correspondent aux défauts suivis in situ)

Figure IV-12 – Comparaison sur les lots d'échantillons pions et sur l'éprouvette T1 a) des courbes LASAT et b) du flambage en fonction du diamètre délaminé
Figure IV-13 – Cycle thermo-mécanique a) « en phase » et b) « hors phase »
Figure IV-14 - Etat post-choc des cloques T1-07 et T1-08 de l'éprouvette T1 qui sont observées in situ au cours de l'essai de fatigue thermo-mécanique en phase TMF-IP
Figure IV-15 – Condition de chargement imposée par le substrat : cycle contrainte-déformation mécanique dans le substrat pour le 1 ^{er} , 200 ^e et 600 ^e cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique en phase
Figure IV-16 – Observation in situ par thermographie infrarouge de l'éprouvette X6581E au cours de l'essai de fatigue thermo-mécanique en phase
Figure IV-17 – Evolution au cours du cyclage thermo-mécanique en phase des petit et grand axes des défauts LASAT a) T1-07 et b) en position T1-08
Figure IV-18 – Mesure de surface 3D des cloques par stéréo-corrélation après l'essai de cyclage TMF en phase
Figure IV-19 – Image optique de l'éprouvette montrant des fissurations orthogonales sur les cloques de plus faibles dimensions
Figure IV-20 – Cycle contrainte-déformation mécanique dans le substrat pour le 1 ^{er} , 200 ^e , 600 ^e et 1200 ^e cycle de vieillissement en fatigue mécano-thermique hors phase
Figure IV-21 – Observation in situ par thermographie infrarouge de l'éprouvette T2 au cours du vieillissement thermo-mécanique hors phase
Figure IV-22 - Evolution au cours du cyclage thermo-mécanique hors phase des petit et grand axes des défauts LASAT a) 1 et b) 2 introduits sur l'éprouvette T2
Figure IV-23 - Cartographie d'altitude obtenue par stéréo-corrélation d'images a) à l'état initial et b) au bout de 400 cycles de fatigue thermo-mécanique hors phase
Figure IV-24 – Evolution de la hauteur du flambage des cloques T2-1 et T2-2 en fonction du diamètre délaminé équivalent au cours du cyclage en fatigue thermo-mécanique hors phase
Figure IV-25 – Comparaison de l'évolution du délaminage en vieillissement S-FCT, TMF-IP et TMF-OP
Figure IV-26 – Évolution de la surface délaminée à l'interface sous-couche / céramique après écaillage en fonction du temps cumulé à haute température (Soulignac, 2014)
Figure IV-27 – Cycles thermiques testés a) BR1 au banc à flamme à SAE, Villaroche, et b) BR2 au banc à flamme à IEK-1, Jülich
Figure IV-28 – Observation par thermographie infrarouge des zones délaminées initiales introduites par LASAT sur les échantillons PA15, PA18 et PA23 avant vieillissement au banc à flamme BR1 (la nomination des défauts sur PA15 est la même pour les autres échantillons)
Figure IV-29 – Diamètres délaminés équivalents des défauts LASAT introduits sur les échantillons PA15, PA18 et PA23 reportés sur la courbe LASAT réalisée sur le pion PA1790

Figure IV-30 – Evolution a) du diamètre délaminé équivalent et b) des hauteurs de cloque des défauts LASAT en fonction du nombre de cycles au banc à flamme BR191
Figure IV-31 – Observation in situ de l'échantillon PA23 en cours de cyclage pendant le maintien à haute température
Figure IV-32 - Observation par thermographie infrarouge des zones délaminées sur les échantillons PA15, PA18 et PA23 après vieillissement au banc à flamme BR1
Figure IV-33 – Observation au MEB en coupe de la cloque PA23-4
Figure IV-34 – Echantillons ayant subi a) 500 cycles S-FCT, b) 704 cycles BR1 (MEB) et c) 1000 cycles S-FCT. Les observations des échantillons cyclés en S-FCT sont réalisées au microscope optique et sont issues de la thèse de (Sallot, 2012)
Figure IV-35 – Comparaison des cycles S-FCT et BR193
Figure IV-36 – Comparaison des tracés du diamètre délaminé en fonction de la hauteur du blister en vieillissement S-FCT et BR1
Figure IV-37 – Cycles thermiques à gradient, à faible (SC) et forte (FC) vitesse de refroidissement 94
Figure IV-38 – Défauts LASAT introduits respectivement sur les échantillons PC19, PC25 et PC29
Figure IV-39 – Défauts LASAT introduits sur les échantillons PC19, PC25 et PC29 après pré- vieillissement L-FCT
Figure IV-40 – Images optiques par caméra CMOS de l'échantillon PC19 au cours du cyclage thermique à gradient BR2-fast à forte vitesse de refroidissement
Figure IV-41 – Evolution du diamètre délaminé équivalent en fonction du nombre de cycles pour les trois cloques de l'échantillon PC19 au cours du cyclage BR2-fast cooling
Figure IV-42 - Evolution de la hauteur des cloques en fonction du nombre de cycles pour les trois cloques de l'échantillon au cours du cyclage thermique à gradient à forte vitesse de refroidissement
Figure IV-43 – a) Champ de température sur la surface du revêtement obtenu par thermographie infrarouge à la fin de la phase de maintien à haute température du premier cycle (PC19), b) Profils de températures extraits sur des lignes verticales passant par le centre des cloques
Figure IV-44 – Image par thermographie infrarouge au début de la phase refroidissement de l'échantillon PC19
Figure IV-45 - Images optiques par caméra CMOS de l'échantillon PC25 au cours du cyclage thermique à gradient BR2-slow à faible vitesse de refroidissement
Figure IV-46 - Images optiques par caméra CMOS de l'échantillon PC29 au cours du cyclage thermique à gradient BR2-slow à faible vitesse de refroidissement
Figure IV-47 – Evolution du diamètre délaminé équivalent fonction du nombre de cycles pour les trois cloques de l'échantillon PC25, et b) Profils d'altitude extraits sur la cloque PC25-1 a) à l'état initial et à la fin du cyclage à 520 cycles

Figure IV-48 – Evolution a) du diamètre délaminé équivalent et b) de la hauteur de flambage, en fonction du nombre de cycles pour les trois cloques de l'échantillon PC29
Figure IV-49 - Champ de température sur la surface du revêtement obtenu par thermographie infrarouge à la fin de la phase de maintien à haute température sur l'échantillon a) PC25 et b) PC29
Figure IV-50 – Observation in situ par thermographie infrarouge de l'échantillon PC25 cyclé au banc à flamme avec faible vitesse de refroidissement, les images sont prises à la fin de la phase de maintien à haute température
Figure IV-51 - Profils de températures extraits sur des lignes verticales passant par le centre des cloques de l'échantillon a) PC25 et b) PC29
Figure IV-52 - Tracé de l'évolution de hauteur de flambage en fonction du diamètre délaminé équivalent en vieillissement S-FCT et BR2-slow
Figure IV-53 –Evolution relative a) du diamètre délaminé équivalent et b) de la hauteur de flambage en fonction du nombre de cycle sur les cycles BR2-fast et BR2-slow
Figure IV-54 – Comparaison de l'évolution relative de diamètre délaminé équivalent sur les vieillissements en fatigue thermo-mécanique en phase et hors phase, le veillissement thermique au four et le vieillissement au banc à flamme à deux vitesses de refroidissement différentes
Figure IV-55 - Comparaison de la croissance relative du flambage entre 0 et 1000 cycles sur les vieillissements en fatigue thermo-mécanique hors phase, le veillissement thermique au four et le vieillissement au banc à flamme à deux vitesses de refroidissement différentes
Figure V-1 – Modélisation éléments finis du système comportant un blister à l'interface céramique/oxyde
Figure V-2 – Dimensions initiales du blister
Figure V-3 – Observation au MEB en pointe de fissure d'un défaut LASAT dans le système barrière thermique après 695 cycles thermiques L-FCT
Figure V-4 - Maillage éléments finis du système avec introduction d'une rugosité sinusoïdale à l'interface BT/oxyde
Figure V-5 – Conditions aux limites du modèle éléments finis110
Figure V-6 – a) Essais de traction sur éprouvettes ultra-minces en (Ni,Pt)Al (Texier, 2013), b) Identification par (Theveneau, 2019) du comportement EVP en traction de la sous-couche (Ni,Pt)Al à différentes températures (Texier, 2013)
Figure V-7 – Schéma des circuits de diffusion des éléments d'oxyde O2- et d'aluminium Al3+ à travers les joints de grain de l'oxyde
Figure V-8 – Modélisation de la croissance de l'oxyde dans le modèle éléments finis, (Frachon, 2009)
Figure V-9 – Schéma illustrant la différence de dilatation thermique entre le substrat et les couches constituant le revêtement barrière thermique

Figure V-10 – Champ de contraintes σ_{11} dans le plan et σ_{22} hors plan dans la céramique à T = 100 °C
Figure V-11 – Déformation plastique cumulée en fonction du nombre de cycles
Figure V-12 – Enveloppe de l'évolution cyclique des contraintes σ_{11} moyennées dans la céramique adhérente et des contraintes hors plan en pointe de fissure
Figure V-13 – Enveloppe du taux de restitution d'énergie en fonction du nombre de cycles calculé par la méthode DE en vieillissement en fatigue thermique en modélisation « couplage faible » avec interfaces planes et sans déformations de croissance de l'oxyde
Figure V-14 - Schématisation du principe de la méthode DE d'extrapolation des déplacements en pointe de fissure, (Nagashima, et al., 1999)
Figure V-15 – Angle de mixité modal ψ en fonction du rapport σ/σ_c pour trois couples revêtement/substrat pour une cloque circulaire encastrée à ses bords, (Hutchinson, et al., 1992)121
Figure V-16 – Enveloppes de l'évolution au cours de cyclage des contraintes σ_{11} moyennes dans la céramique adhérente en fonction pour les différentes hypothèses de modélisation
Figure V-17 – Champs de contraintes σ_{11} dans le plan de la céramique au bout de 10 cycles de chargement pour les modélisations #2 et #4
Figure V-18 – Evolution des contraintes σ_{11} en zones concave et b) convexe proches de l'interface dans la céramique à mi longueur de la partie adhérente
Figure V-19 - Champs de contraintes hors plan dans la céramique au bout de 10 cycles de chargement pour les modélisations #2, #3 et #4
Figure V-20 – Enveloppe d'évolution en fonction du nombre de cycle des contraintes hors plan au pic d'ondulation en pointe de fissure et au creux d'ondulation adjacent
Figure V-21 – Conditions de stabilité de la cloque suivant la position de la pointe de fissure par rapport au profil de rugosité
Figure V-22 – Enveloppe d'évolution de la plasticité cumulée dans la sous-couche évaluée à T = 100 °C en fonction du nombre de cycles pour les modélisations #1, #3 et #4
Figure V-23 - Champ de déformation plastique cumulée dans la sous-couche à basse température au bout des dix cycles de chargement
Figure V-24 - Micrographies MEB de coupes transverses de blisters LASAT sur un échantillon ayant subi un vieillissement en fatigue thermique L-FCT. Les défauts LASAT sont introduits à différents nombres de cycles
Figure V-25 – Augmentation de l'amplitude d'ondulation par rapport à la rugosité initiale, da, évaluée au bout de dix cycles sur le cas de calcul #4
Figure V-26 – Evolution de la rugosité quadratique de surface S_q en fonction du nombre de cycles de fatigue thermique L-FCT pour quatre échantillons ayant subi des écaillages à divers temps de pré-vieillissement, (Soulignac, 2014)

Figure V-27 - Evolution de la hauteur du blister calculée à T = $100 ^{\circ}$ C en fonction du nombre de cycles pour les quatre hypothèses de modélisation
Figure V-28 – Evolution de la condition aux limites du blister
Figure V-29 – Evolution du moment de flexion calculé à T = 100 °C en fonction du nombre de cycles pour les quatre hypothèses de modélisation
Figure V-30 – Evolution a) de la croissance du flambage et b) des contraintes normales en pointe de fissure en fonction de la position de la pointe de fissure par rapport à la rugosité de l'interface131
Figure V-31 – Points nodaux sur la lèvre supérieure utilisés pour l'évaluation des facteurs d'intensité des contraintes pas la méthode DE
Figure V-32 – Déplacements nodaux relatifs selon les directions 1 et 2 évalués au nœud a en pointe de fissure
Figure V-33 – a) Taux de restitution d'énergie G, et b), c) facteurs d'intensité des contraintes b) KI et c) KII, obtenus par la méthode DE à basse température en fonction du nombre de cycles133
Figure V-34 – Evolution de l'angle de mixité modale en fonction du nombre de cycles133
Figure V-35 – Ensembles d'éléments utilisés pour l'évaluation des contraintes hors plan dans la « process zone » en pointe de fissure et de la plasticité cumulée dans la sous-couche
Figure V-36 – Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du rapport C/D de la loi d'écrouissage cinématique de la sous-couche
Figure V-37 – Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction des paramètres K et n de la loi de fluage de la sous-couche
Figure V-38 – Limite d'élasticité en fonction de la température de la sous-couche non vieillie [1] : (Pan, et al., 2003) ; [2] : (Texier, et al., 2020) ; [3] : (Alam, et al., 2013)
Figure V-39 - Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction de la limite d'élasticité de la sous-couche
Figure V-40 – Module de Young en fonction de la température de la sous-couche non vieillie [1] : (Pan, et al., 2003) ; [2] : (Texier, et al., 2020) ; [3] : (Alam, et al., 2013)
Figure V-41 - Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du module d'élasticité de la sous-couche
Figure V-42 – Variation de la hauteur de flambage en fonction du module de Young de la sous- couche
Figure V-43 – Module de Young dans le plan et hors plan en surface de la barrière thermique EB- PVD YSZ en fonction de la porosité dans le revêtement (Jang & Matsubara, 2005)140
Figure V-44 - Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du module d'élasticité de la barrière thermique
Figure V-45 – Variation des variables d'intérêt du modèle en fonction du module d'élasticité de la partie supérieure de la barrière thermique

Figure V-46 – Diagrammes des écarts relatifs des grandeurs de sortie par rapport à leurs valeurs nominales respectives pour une variation de \pm 50% des paramètres de comportement de la sous-couche et de la barrière thermique étudiés
Figure V-47 – Déformation plastique cumulée dans la sous-couche pour une même épaisseur d'oxyde de 2,75 μm en calcul avec cinétique accélérée et cinétique réelle d'oxydation144
Figure V-48 – Schéma du modèle construit pour l'analyse de l'état de contraintes du défaut LASAT pour les essais TMF-IP et TMF-OP
Figure V-49 – Maillage éléments finis du modèle 3D du défaut LASAT sur une l'éprouvette de fatigue TMF
Figure V-50 - Cycles contraintes-déformations axiales obtenus dans le substrat par simulation éléments finis sur dix cycles de vieillissement en fatigue thermo-mécanique a) en phase et b) hors phase
Figure V-51 – Evolution cyclique des contraintes orthoradiales dans le substrat sur dix cycles de vieillissement en fatigue thermo-mécanique a) en phase et b) hors phase
Figure V-52 – Comparaison de l'évolution cyclique des contraintes axiales dans la couche céramique sur dix cycles de vieillissement en fatigue thermo-mécanique en phase et hors phase
Figure V-53 – Evolution cyclique des contraintes orthoradiales dans la couche céramique sur dix cycles de vieillissement en fatigue thermo-mécanique selon les orientations a) <001> et b) <011>148
Figure V-54 – Schématisation des pointes de fissure P_{θ} et P_z sur le front de délaminage, et des ensembles P1, P2 et P3 analysés
Figure V-55 – Evolution cyclique des contraintes a) σ_{zz} P _z 2 et b) $\sigma_{\theta\theta}$ en P _{θ} 2 en surface de la barrière thermique à l'aplomb de la pointe de fissure
Figure V-56 – Evolution cyclique des contraintes a) σ_{zz} et b) $\sigma_{\theta\theta}$ en P3 au sommet du blister
Figure V-57 – Evolution cyclique des contraintes a) σ_{zz} et b) $\sigma_{\theta\theta}$ respectivement en pointes de fissure P _z 1 et P _{θ} 1 pointe de fissure
Figure V-58 – Evolution cyclique des contraintes radiales σ_{rr} respectivement en pointes de fissure a) P _z 1 et b) P _{θ1}
Figure V-59 – Comparaison de l'évolution cyclique des contraintes σ_{zz} dans la sous-couche151
Figure V-60 – Champs de déformation plastique cumulée dans la sous-couche au bout de 10 cycles a) TMF-IP et b) TMF-OP
Figure V-61 - Évolution de la rugosité moyenne de la couche d'oxyde en fonction du temps cumulé à haute température, pour des vieillissements en fatigue thermique et en fatigue thermo-mécanique en phase et complexe, (Soulignac, 2014)
Figure V-62 – Distribution de température durant le temps de maintien du cycle « Standard » à gradient
Figure V-63 – Champ de contraintes σ_{11} a) à 1100 °C et b) à 100 °C au premier cycle S-FCT 155
Figure V-64 – Champ de contraintes σ_{11} a) à T _{max} et b) à 100 °C au premier cycle BR standard156

Figure V-65 – Evolution a) cyclique et b) au premier des cycles des contraintes σ_{11} en surface de la couche céramique
Figure V-66 – Evolution au premier cycle des contraintes σ_{11} a) en pic de rugosité au pointe de fissure et b) au creux adjacent
Figure V-67 – Evolution des contraintes σ_{22} normales à l'interface a) en pic de rugosité au pointe de fissure et b) au creux adjacent
Figure V-68 – Enveloppe de l'évolution de la déformation plastique cumulée dans la sous-couche au cours des cycles de chargement S-FCT idéal et BR standard
Figure V-69 – Enveloppe de l'évolution de la hauteur du flambage du blister au cours des cycles de chargement S-FCT idéal et BR standard
Figure V-70 – Cycles banc à flamme simulés BR-fast et BR-slow respectivement à forte et faible vitesse de refroidissement
Figure V-71 – Comparaison de l'évolution cyclique des contraintes σ_{11} en surface de la couche céramique en cyclage à gradient standard, BR-slow et BR-fast
Figure V-72 - Comparaison de l'évolution au premier cycle des contraintes σ_{11} a) en surface de la couche céramique et b) en pointe de fissure et b) au creux adjacent, en cyclage à gradient standard, BR-slow et BR-fast
Figure V-73 – Comparaison de l'évolution de la différence de température ∆T entre la surface de la couche céramique et la température imposée en surface du substrat sur les cycles BR-fast et BR-slow
Figure V-74 – Endommagement du système barrière thermique en (a) température uniforme et (b) gradient thermique, (Shi, et al., 2019)
Figure V-75 – Enveloppe de l'évolution de la déformation plastique cumulée de la sous-couche au cours des cycles BR standard, BR-slow et BR-fast
Figure V-76 – Comparaison de l'évolution au premier cycle des contraintes σ_{22} à l'interface a) au pic en pointe de fissure et b) au creux adjacent, en cyclage à gradient standard, BR-slow et BR-fast 162
Figure V-77 – Enveloppe de l'évolution cyclique des contraintes hors plan en pointe de fissure avec a) cinétique accélérée et b) avec la cinétique réelle de croissance de l'oxyde
Figure V-78 – Enveloppe de l'évolution cyclique des contraintes hors plan en creux de rugosité avec a) cinétique accélérée et b) avec la cinétique réelle de croissance de l'oxyde
Figure V-79 – Enveloppe de l'évolution de la hauteur du flambage du blister au cours des cycles de chargement S-FCT idéal et BR standard

Liste des tableaux

Tableau 1 – Composition de l'AM1 bas soufre (wt%), (Rouzou, et al., 2004)11
Tableau 2 – Caractéristiques des caméras thermiques CEDIP et INFRATEC
Tableau 3 - Les différents types de chargements en fatigue thermique et thermo-mécanique appliqués et leurs acronymes utilisés
Tableau 4 – Tableau récapitulatif des échantillons de l'étude et le type d'essai associé67
Tableau 5 – Caractéristiques de l'essai de vieillissement thermique au four S-FCT, (v : vitesse de refroidissement moyenne)
Tableau 6 – Caractéristiques des essais de vieillissement thermique au banc à flamme BR1, BR2- slow et BR2-fast, (v : vitesse de refroidissement moyenne)
Tableau 7 – Caractéristiques des essais de vieillissement thermo-mécaniques en phase TMF-IP et hors phase TMF-OP, (v : vitesse de refroidissement moyenne)
Tableau 8 – Epaisseur du revêtement barrière thermique mesurée sur le pion LASAT des trois lotsd'échantillons pions et sur l'éprouvette tubulaire T179
Tableau 9 : Nombre total de cycles vu par les échantillons cyclés au banc à flamme BR1 90
Tableau 10 – Mesures de températures maximales et des gradients dans le plan sur les cloques des échantillons PC25 et PC29 cyclés en vieillissement à gradient BR2-slow
Tableau 11 – Tableau récapitulatif de la criticité relative des phénomènes de délaminage, de flambage et de fissuration ou écaillage observés sur les différentes conditions de sollicitations testées (pour les cycles BR2-slow et BR2-fast, le résultat à T_{max} en surface de la BT est reporté)106
Tableau 12 : Epaisseurs des différentes couches du système modélisé
Tableau 13 : Hypothèses de modélisation des comportements des couches du système BT111
Tableau 14 : Propriétés élastiques des matériaux à 100 °C utilisées dans cette étude112
Tableau 15 : Hypothèses de modélisation relatives aux cas d'études pour l'analyse des forces motrices du flambage (BC correspond à l'hypothèse de comportement pour la sous-couche et ε_{gr} correspond à l'intégration ou non de la déformation de croissance dans l'analyse de la déformation de l'oxyde)
Tableau 16 – Mesures de diamètres et des hauteurs de cloques à N = 695 cycles pour des défauts LASAT introduits à différents instants du cyclage127

RÉSUMÉ

Pour modéliser la durée de vie à écaillage des systèmes de revêtement barrière thermique actuellement utilisés, l'identification robuste de l'évolution de l'endommagement est un élément clé. Dans cette étude, une méthodologie expérimentale innovante est utilisée. Elle consiste à suivre l'évolution du délaminage progressif du système AM1/(Ni,Pt)AI/YSZ-EBPVD associé à des zones de décohésion introduites par choc laser, dont la taille et la localisation sont connues, dans des conditions de fatigue thermique, de fatigue thermomécanique, et de fatigue thermique à gradient au banc à flamme. Ce faisant, les modes de ruine relatifs aux différentes conditions de chargement sont identifiés, et les évolutions des phénomènes de cloquage et de délaminage associés aux décohésions d'interface sont caractérisées. Une deuxième partie est consacrée à la modélisation numérique explicite du système barrière thermique multicouche, combinant à la fois une représentation du défaut d'interface à l'échelle macroscopique et une description de l'endommagement à l'échelle microscopique. L'analyse numérique rend compte des mécanismes d'évolution de l'état mécanique du blister en conditions d'essais et met en évidence les forces motrices de l'endommagement d'interface dans le cas du « buckling-driven delamination ».

MOTS CLÉS

Revêtement barrière thermique, Fatigue thermo-mécanique, Gradient thermique, Flambage, Délaminage, LASAT

ABSTRACT

To model life to spallation of currently used Thermal Barrier Coating (TBC) systems, the robust identification of damage evolution is a key issue. In this work, an innovative experimental methodology is used. It consists in introducing artificial interfacial debonded areas known in size and localization by laser shock on AM1/(Ni,Pt)AI/YSZ-EBPVD specimens, and monitoring related progressive delamination, under thermal fatigue, thermo-mechanical fatigue conditions, and under thermal gradient cycling on burner rig. Macroscopic damage mechanisms related to each loading condition are identified, and progressive evolutions of buckling and delamination associated to initially processed blisters are assessed. A second part is dedicated to finite element modeling of the multi-layered thermal barrier coating system accounting for both explicit modeling of the blister on a macroscopic scale, and for damage mechanisms on microscopic scale. The numerical analysis highlights the evolution of the mechanical state of the blister under test conditions and the driving forces of interface damage for buckling-driven delamination.

KEYWORDS

Thermal Barrier Coating, Thermo-mechanical fatigue, Thermal gradient, Buckling, Delamination, LASAT